



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGAMATAN HASIL SEM PROSES ANODISASI DENGAN  
ASAM FOSFAT 0.2M DAN ASAM OKSALAT 0.2M PADA  
ANODISASI SEDERHANA ALUMUNIAM FOIL**

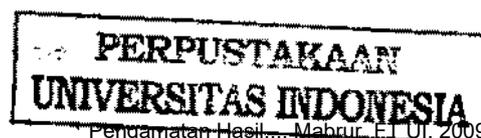
**TESIS**

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

**MABRUR**

**0706173843**

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



**LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN**

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa tesis dengan judul:

**PENGAMATAN HASIL SEM PROSES ANODISASI DENGAN  
ASAM FOSFAT 0.2M DAN ASAM OKSALAT 0.2M PADA  
ANODISASI SEDERHANA ALUMUNIUUM FOIL**

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

Depok, 26 Juni 2009



**M A B R U R**

0706173843

## LEMBAR PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :

Nama : M A B R U R  
NPM : 0706173843  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul Tesis : Pengamatan hasil SEM proses anodisasi dengan asam fosfat 0.2M dan asam oksalat 0.2M pada anodisasi sederhana aluminium foil

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

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1 : Prof. Dr. Ir Johnny Wahyuadi

(*Johnny Wahyuadi*)

Pembimbing 2 : Dra. Sari Katili, M.Si

(*Sari Katili*)

Penguji 1 : Ir. Rini Riastuti, MSc

(*Rini Riastuti*)

Penguji 2 : Ir. Andi Rustandi, MT

(*Andi Rustandi*)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 10 JULY 2009

## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Master 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 tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Johnny Wahyuadi M, DEA dan Dra. Sari Katili selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
2. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral
3. Rekan-rekan sekaligus sahabat yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini, (Andre, Aduy, dan Dewin)
4. Rekan-rekan di CMPFA

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, 26 Juni 2009

Penulis

## LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

---

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

Nama : MABRUR  
NPM : 0706173843  
Program Studi : Korosi Dan Proteksi  
Departemen : Teknik Metalurgi Material  
Fakultas : Teknik Universitas Indonesia  
Jenis karya : Tesis

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

### **PENGAMATAN HASIL SEM PROSES ANODISASI DENGAN ASAM FOSFAT 0.2M DAN ASAM OKSALAT 0.2M PADA ANODISASI SEDERHANA ALUMINIUM FOIL**

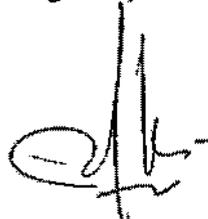
berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tesis saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 26 Juni 2009

Yang menyatakan



MABRUR

## ABSTRAK

Nama : MABRUR  
Program Study : Korosi dan Proteksi  
JudulPengaruh : Pengamatan SEM proses anodisasi dengan asam fosfat 0.2M dan Oksalat 0.2M pada anodisasi sederhana alumunium foil

### Abstrak

Pengembangan teknologi proses anodisasi diharapkan dapat memberikan nilai tambah khususnya pada pemanfaatan penggunaan proses anodisasi, penggunaan alumunium foil pada proses anodisasi diharapkan memberikan informasi lebih dalam proses dalam pembentukan lapisan oksida dan pembentukan pori pada permukaan anodisasi

Tujuan dalam penelitian ini untuk mengetahui pengaruh temperatur dan tegangan dalam pembentukan oksida dalam asam fosfat dan asam oksalat, proses anodisasi menggunakan alumunium foil . Alumunium foil yang dianodisasikan dengan perubahan temperature 4°C, 22°C dan 40°C dengan variasi tegangan 10V, 40V,70V,90V dan 120V yang diaduk dengan menggunakan stirrer 200 rpm.

Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini belum memberikan hasil yang signifikan pada proses pembentukan pori dan ketebalan oksida, indikasi pembentukan pori diperoleh pada rentang temperature 22°C dan 40°C dengan variasi tegangan 40V, 70V dan 90V.

**Kata kunci:** *Anodisasi, Temperatur, Voltase, Jenis Electrolite*

## ABSTRACT

Name : MABRUR  
Program Study : Corrosion and Protection  
Title : SEM observation anodisasi process with phosphoric acid  
0.2M and 0.2M in Oksalat simple aluminum foil anodisasi

### Abstract

Anodisasi technology development process is expected to provide added value particularly in the use of anodisasi process, the use of aluminum foil in the process anodisasi expected to provide more information in the process in the formation of oxide layer on the surface of the anodisasi

The purposed this research to determine the influence of temperature and voltage in the formation of oxide in phosphoric acid and acid oksalat, anodization process using aluminum foil. Aluminum foil with the changes that anodization temperature 4°C, 22°C and 40°C with variations in voltage 10V, 40V, 70V, 90V and 120V are stirred using a stirrer with a 200 rpm.

Result of this reseace not yet give significant result for porous formation and thickness oxide layer, but indication porous formation with temperature 22°C and 40°C with range of voltage 40 V, 70V and 90V

**Keywords:** Type of electrolyte, Anodizing, Temperature and Voltage

## 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
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Kajian.....	2
1.3 Ruang Lingkup Penelitian .....	3
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 Definisi Anodizing .....	4
2.2 Prinsip Anodisasi .....	6
2.3 Parameter Proses Anodisasi .....	9
2.3.1 Pengaruh Temperatur.....	7
2.3.2 Rapat Arus dan Tegangan.....	8
2.4 Pengaruh Jenis Elektrolit dan Konsentrasi larutan.....	9
2.5 Pengaruh Waktu Anodisasi .....	11
2.6 Proses pembentukan lapisan oksida .....	12
2.7 Permukaan Hasil Anodisasi SEM .....	15
2.8 Asam Oksalat .....	17
2.9 Asam Fosfat.....	19
<b>BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>20</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	20
3.2 Alat Dan Bahan .....	21
3.3 Tahapan Penelitian .....	21
3.3.1 Pembuatan Kleam Uji Sampel .....	21

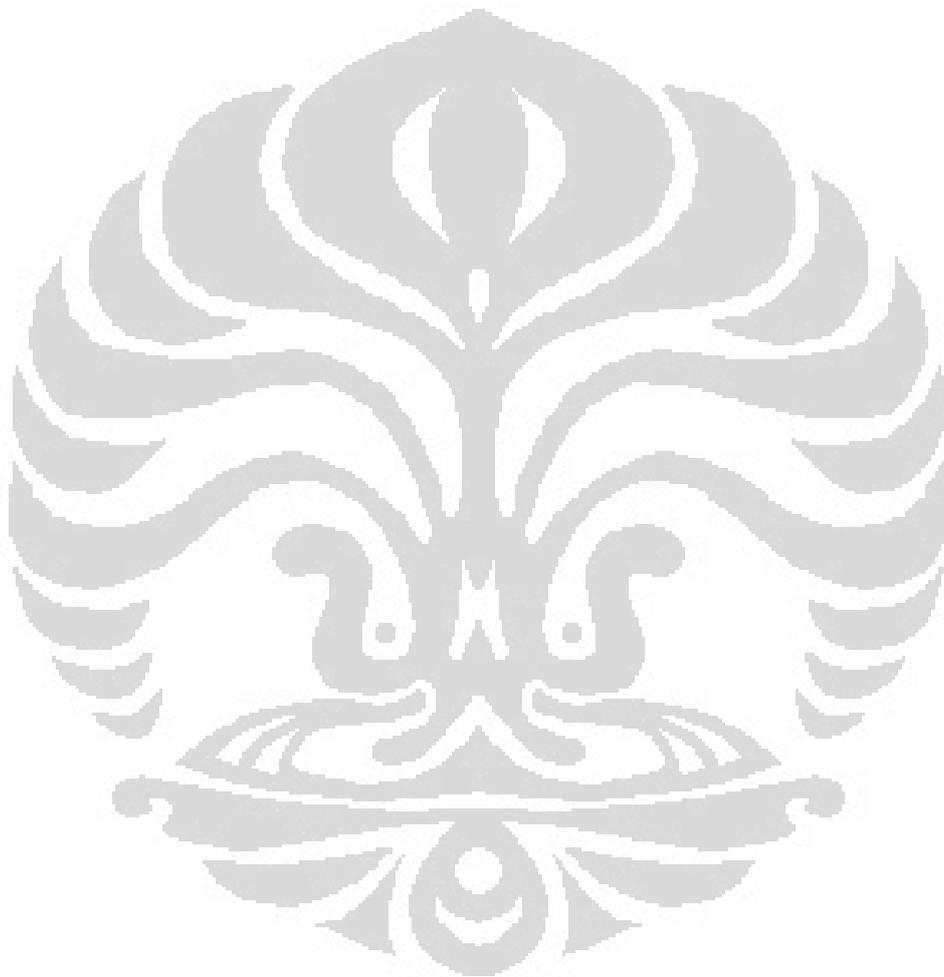
3.3.2	Pembuatan dan Preparasi Sampel.....	23
3.3.3	Percobaan Anodisasi.....	23
3.3.4	Pengamatan dan Pengujian .....	26
3.3.5	Pengujian SEM.....	25
3.3.5	Pengujian Hasil Anodisasi -EDX.....	28
<b>BAB 4 HASIL PENGUJIAN DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>29</b>
4.1	Pengamatan Visual .....	29
4.2	Pengamatan Dengan SEM .....	30
4.3	Pengamatan Ketebalan Lapisan Oksida.....	33
4.4	Pengamatan Dengan EDX .....	34
<b>5</b>	<b>BAB 5 PENUTUP .....</b>	<b>35</b>
5.1	Kesimpulan .....	35
5.2	Saran .....	35
<b>DAFTAR ACUAN.....</b>		<b>36</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>38</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
<b>Gambar 2.1.</b> Rangkaian sel anodisasi.....	6
<b>Gambar 2.2</b> Pengaruh temperatur terhadap berat lapisan oksida pada waktu anodisasi yang sama.....	8
<b>Gambar 2.3.</b> Pengaruh rapat arus dan ketebalan lapisan oksida.....	6
<b>Gambar 2.4.</b> konsentrasi larutan elektrolit terhadap berat lapisan oksida	10
<b>Gambar 2.5.</b> Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit asam oksalat terhadap diameter pori.....	10
<b>Gambar 2.6.</b> Pengaruh anodisasi terhadap lapisan ketebalan oksida.....	11
<b>Gambar 2.7.</b> Struktur mikro lapisan oksida.....	12
<b>Gambar 2.8.</b> Tahapan pembentukan lapisan oksida.....	13
<b>Gambar 2.9.</b> Diagram Pourbax.....	14
<b>Gambar 2.10.</b> Tahapan Pembentukan Pori Lapisan Oksida.....	14
<b>Gambar 2.11.</b> Foto FE-SEM Pembentukan Pori.....	15
<b>Gambar 2.12.</b> Nano membrane untuk separasi nano material.....	16
<b>Gambar 2.13.</b> Pembuatan nano porous membran.....	16
<b>Gambar 2.14.</b> SEM dari nano porous membrane.....	17
<b>Gambar 2.15.</b> Skema bangun asam oksalat.....	17
<b>Gambar 3.1.</b> Diagram Alir Penelitian.....	20
<b>Gambar 3.2.</b> Klem Uji Sampel.....	22
<b>Gambar 3.3</b> Klem Uji Sampel.....	22
<b>Gambar 3.4</b> Klem Uji Sampel.....	23
<b>Gambar 3.5.</b> Rangkaian sel anodisasi penelitian.....	24
<b>Gambar 3.6</b> Rangkaian alat uji anodisasi.....	24
<b>Gambar 3.7</b> Persiapan Sample SEM.....	25
<b>Gambar 3.8</b> Rangkaian alat SEM.....	26
<b>Gambar 3.9.</b> Pemasukan sampel uji.....	26
<b>Gambar 4.1</b> Pengamatan SEM pada tegangan 4°C10V, 22°C10V dan 22°C 40V	31

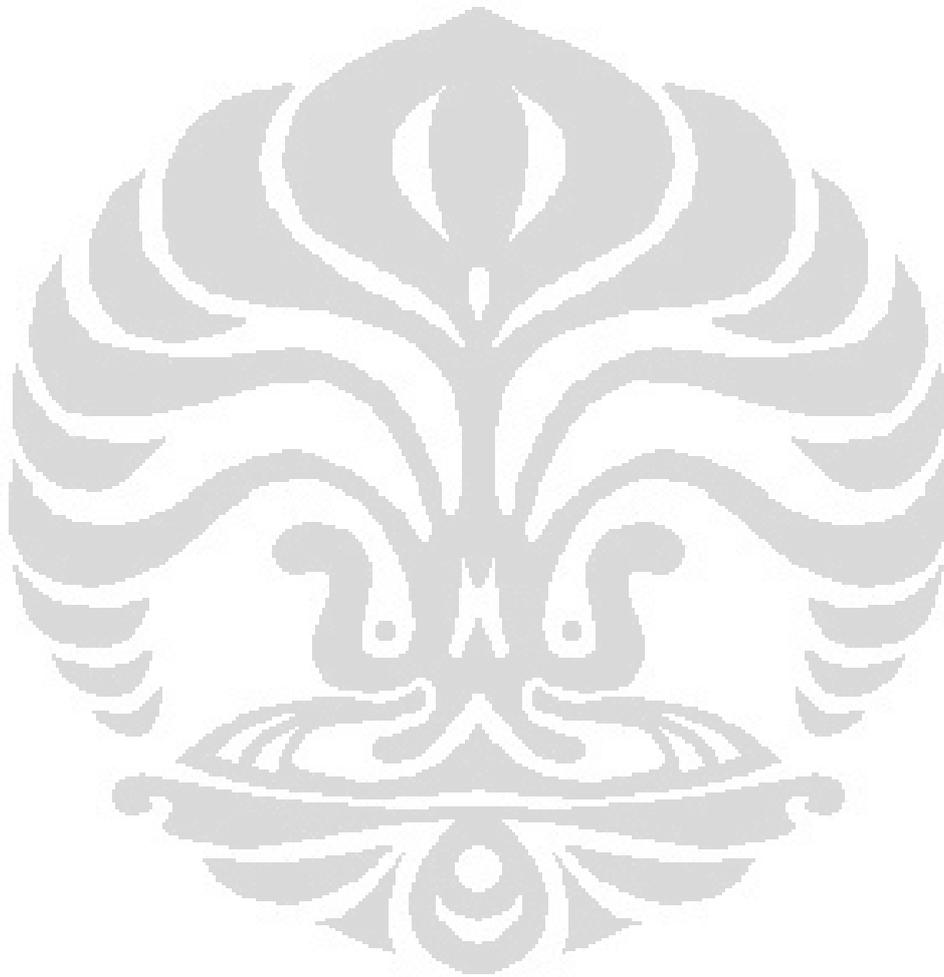
**Gambar 4.2** Foto SEM perbesaran 5000 x pengujian pada temperature 22°C-70V (c), 40°C-40V(b) dan 40°C-10V(a)..... 32

**Gambar 4.3.** Foto SEM penampang melintang pada 22°C, 10V..... 33



## DAFTAR TABEL

	Halaman
TABEL 4.1. Foto hasil anodisasi	29
TABEL 4.2 Ketebalah lapisan oksida	34



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sekitar 200 tahun lalu, logam aluminium ditemukan di dunia dengan karakteristik ringan, kuat dan sangat lentur. Karakteristik yang menguntungkan itulah, yang membawa logam aluminium berada pada posisi kedua setelah baja yang memiliki aplikasi terluas dalam dunia perindustrian saat ini. Aplikasi aluminium mencakup peralatan rumah tangga, dekorasi, komponen automotif hingga pesawat terbang<sup>[1]</sup>

Seiring dengan berjalannya waktu dan berkembangnya teknologi, semakin dibutuhkan aluminium dengan ketahanan korosi yang sangat tinggi dalam aplikasinya. Sehingga dalam proses pembuatannya, dibutuhkan teknologi akhir yang mengembangkan sistem proteksi pada aluminium. Salah satu teknologi yang saat ini sangat penting untuk dikembangkan adalah proses anodizing, yang dapat mengubah permukaan aluminium menjadi aluminium oksida yang sangat keras, dan memiliki ketahanan korosi tinggi.

Adapun beberapa alasan mengapa proses anodizing pada aluminium sangat penting dikembangkan saat ini, antara lain karena aluminium memiliki afinitas kimia terhadap oksigen yang tinggi. Pada atmosfer kering aluminium akan melapisi dirinya sendiri dengan lapisan oksida yang tipis dan transparan. Lapisan tersebut akan secara spontan memperbaiki diri apabila terjadi kerusakan mekanis<sup>[2]</sup>. Pada atmosfer lembab, seiring dengan bertambahnya waktu, lapisan oksida yang lebih tebal akan terbentuk. Lapisan oksida tersebut memiliki tingkat kestabilan yang baik sehingga mampu melindungi logam dari serangan korosi lebih lanjut, Lapisan oksida ini menempel kuat pada permukaan substrat aluminium, dan sangat keras<sup>[2]</sup>.

Proses Anodizing itu sendiri merupakan penggabungan ilmu pengetahuan dengan proses alamiah untuk menciptakan salah satu material terbaik di dunia, yaitu proses elektrokimia yang menghasilkan lapisan oksida tipis pada

permukaan logam yang dioksidasi dengan menggunakan arus listrik melalui suatu media elektrolit. Lapisan oksida hasil anodizing akan memberikan karakteristik permukaan yang dapat direkayasa, kekerasan tinggi yaitu mencapai nilai kekerasan tertinggi setelah intan, ketahanan abrasi dan ketahanan yang korosi tinggi, serta konsisten dalam ketebalan permukaan. Lapisan oksida inilah yang sangat penting dalam aplikasinya di dunia arsitektur, pencegahan korosi dalam industri otomotif, struktur pesawat terbang, dan isolator listrik.

Untuk mendapatkan sesuatu yang berkualitas tinggi, dalam proses pengoperasiannya anodizing juga mampu memberikan nilai tambah suatu produk, melalui suatu proses yang relatif murah dan mudah diharapkan dapat mempermudah penerapan dan penggunaan proses anodizing lebih lanjut.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan sampai saat ini dan telah dipublikasikan pada beberapa seminar maupun jurnal dengan titik berat pengamatan pada masalah kekerasan permukaan yang dihasilkan maka untuk pengembangan lebih jauh diperlukan pengamatan masalah pori yang dihasilkan dan tentunya mengacu pada hasil penelitian yang ada serta literatur yang berkembang didunia saat ini. Penggunaan elektrolit dengan konsentrasi tertentu serta parameter proses yang akan dilakukan menjadi tujuan utama penelitian ini sampai didapatkan pori dengan ukuran ketebalan oksida tertentu, hal ini merupakan originalitas dan keterbaruan penelitian ini.

Maksud digunakan lembaran aluminium, untuk mengetahui terjadinya pembentukan pori dan oksida dengan cara yang sederhana, agar dapat dikembangkan lebih lanjut.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengamati hasil anodisasi melalui SEM pada larutan asam oksalat 0.2M dan asam fosfat 0.2M
2. Mempelajari pengaruh perubahan temperatur dan tegangan anodizing terhadap pembentukan porous alumina.

### 1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini dibatasi dengan ruang lingkup sebagai berikut :

1. Material yang diuji adalah aluminium alloy (aluminium fail) tipe 1000
2. Larutan Elektrolit yang digunakan sebagai lingkungan korosif adalah campuran antara asam oksalat dan phosphate 0.2M dengan variasi temperature, 4<sup>o</sup>, 22<sup>o</sup>, dan 40°C dengan waktu anodisasi selama 30 menit.
3. Pengadukan magnetic stirrer 200 rpm
4. Pengujian yang dilakukan menggunakan variasi tegangan 10V, 40V, 70V, 90V dan 120V dengan waktu anodizing 30 menit.
5. Metode Pengujian yang digunakan :
  - Pengamatan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*)
  - Pengamatan Visual

## BAB 2 DASAR TEORI

### 2.1 Definisi Anodizing

Proses anodisasi merupakan salah satu contoh proses elektrokimia yang berlangsung dengan menggunakan elektrolit. Logam yang dapat dianodizing 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 ini akan terbentuk ketika logam tersebut terekspos dengan udara. Lapisan oksida alamiah ini memiliki ketebalan sekitar  $0.1-0.4 \times 10^{-6}$  inch atau  $0.25 - 1 \times 10^{-2}$  mikron<sup>[2]</sup>.

Pada prinsipnya, anodisasi dapat dibagi atas tiga bagian utama, yaitu

#### 1. Chromic process

Yaitu proses anodisasi dengan menggunakan asam kromat sebagai larutan elektrolit.

#### 2. Sulfuric process

Yaitu proses anodisasi dengan menggunakan asam sulfat sebagai larutan elektrolit.

#### 3. Hard anodic process

Yaitu proses anodisasi dengan menggunakan asam sulfat sebagai larutan elektrolit, atau dapat juga ditambahkan berbagai zat aditif lainnya.

Perbedaan utama antara *sulfuric process* dengan *hard anodic process* pada temperatur penelitian (temperatur operasi), penggunaan zat aditif, dan tegangan dan rapat arus yang diberikan pada sel dalam proses operasi<sup>[4]</sup>.

Disamping ketiga proses tersebut diatas, terdapat proses lainnya, yaitu proses anodisasi yang bertujuan untuk hal hal khusus, dengan menggunakan larutan elektrolit selain asam kromat dan asam sulfat, ataupun penambahan larutan lain. Contohnya adalah dengan menggunakan asam oksalat, asam borat,

asam tartaric, asam sulfat yang dicampur asam oksalat, serta berbagai jenis dan campuran larutan lainnya.

Karakteristik dari lapisan oksida hasil proses anodizing yaitu<sup>[3]</sup>:

- a. Keras ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sebanding dengan *sapphire*
- b. Transparan
- c. Insulatif dan tahan terhadap beban
- d. Rentang warna yang luas
- e. Tidak ada serpihan (*flake*) pada permukaan

Adapun tujuan dari proses anodizing yaitu:

1. Meningkatkan ketahanan korosi

Lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan logam tahan terhadap korosi dan mampu menahan serangan atmosfer dan air garam. Lapisan oksida melindungi logam yang ada dibawahnya dengan bertindak sebagai penghalang (*barier*) dari serangan lingkungan yang korosif.

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

Proses *hard anodizing* dapat menghasilkan lapisan setebal 25 mikron hingga 100 mikron. Lapisan tersebut, dengan kekerasan inheren aluminium oksida cukup tebal untuk digunakan pada aplikasi dibawah kondisi ketahanan terhadap abrasi. Dimana lapisan oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ini sangat keras, nilai kekerasan sebanding dengan *sapphire* atau paling keras setelah intan.

3. Untuk dekorasi / menambah tampilan

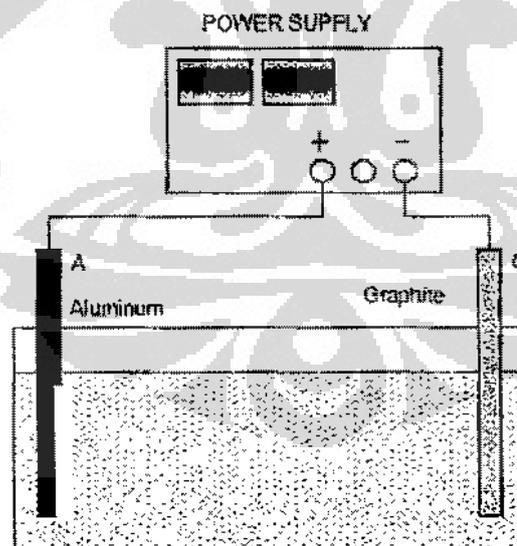
Lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan logam memiliki tampilan yang mengkilau, dimana pada aluminium tampilan oksida yang alami sangat diinginkan. Selain itu, lapisan oksida yang dihasilkan dapat diberi warna dengan metode yang berbeda. Pewarnaan organik akan diserap pada lapisan porous untuk menghasilkan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

#### 4. Isolator listrik

Lapisan oksida memiliki resistivitas yang tinggi khususnya lapisan oksida yang porinya tertutup.

### 2.2 Prinsip Anodizing

Pada sel anodisasi, sampel aluminium digunakan sebagai anoda dengan cara menyambungkan logam aluminium tersebut dengan terminal positif sumber arus DC. Katoda disambungkan dengan terminal negatif sumber arus. Material yang biasanya digunakan sebagai katoda antara lain silinder karbon, timbal, nikel stainless steel, atau material apapun yang tidak reaktif atau tidak bereaksi (inert) pada larutan anodisasi. Ketika sirkuit tertutup, elektron diambil dari logam pada terminal positif, menyebabkan ion-ion pada permukaan logam bereaksi dengan air membentuk lapisan oksida pada permukaan logam. Elektron kembali menuju bath pada katoda dimana mereka bereaksi dengan ion hidrogen membentuk gas hidrogen.



Gambar 2.1. Rangkaian Sel Anodisasi<sup>[4]</sup>:

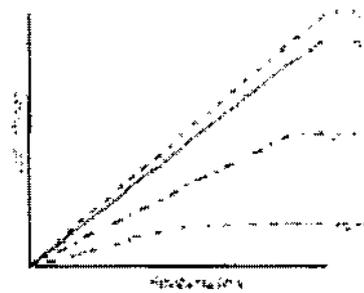
Adapun langkah-langkah yang harus dilakukan sebelum dilakukannya proses anodisasi, antara lain :

11. **Pengamplasan** : Pengamplasan bertujuan untuk menghasilkan permukaan cukup halus dan rata. Hal ini sangat penting untuk mendapatkan lapisan oksida yang baik dengan permukaan logam yang rata. Pengamplasan dilakukan dengan material yang abrasif dengan berbagai ukuran, dimulai dari ukuran yang kasar hingga ukuran amplas yang halus.
12. **Degreassing** : Pembersihan dilakukan pada larutan alkali yang dipanaskan hingga mencapai 145°F. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan kontaminan dan minyak yang terakumulasi pada permukaan aluminium.
13. **Rinsing** : Pencucian aluminium dengan menggunakan demineralize water
14. **Etching (Chemical Milling)** : Etching dengan menggunakan caustic soda (sodium hidroksida) untuk menghilangkan lapisan tipis pada permukaan aluminium secara kimiawi. Pada proses ini permukaan aluminium tampak kesat (matte).
15. **Desmutting** : Pada proses etching sebelumnya, larutan yang digunakan tidak dapat melarutkan semua elemen-elemen yang terdapat pada permukaan logam. Element yang tidak larut ini membentuk smutt. Pada tahap ini larutan yang digunakan untuk menghilangkan smutt atau partikel-partikel oksida logam lain yaitu asam nitrat 25-30% berat dengan kondisi temperatur kerja pada suhu kamar selama 2-3 menit. Ketika aluminium dietsa dengan larutan alkali (NaOH), permukaan aluminium menjadi berwarna abu-abu hingga hitam. Warna hitam inilah yang melekat pada permukaan sehingga disebut dengan "smutt". Smutt terjadi ketika pengotor atau kandungan unsur paduan seperti Si, Mg, Fe maupun Cu yang berada di dalam aluminium dan terdeposit pada permukaan.

## 2.3 Parameter Yang Mempengaruhi Proses Anodisasi

### 2.3.1 Pengaruh Temperatur

Operasi anodisasi pada temperatur rendah relatif menghasilkan lapisan oksida yang lebih keras dan lebih rapat daripada lapisan oksida yang dihasilkan pada temperatur tinggi<sup>[6]</sup>.

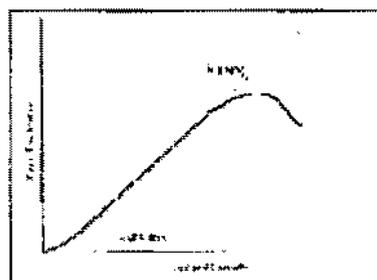


Gambar 2.2. Pengaruh temperatur terhadap berat lapisan oksida pada waktu anodisasi yg sama<sup>[5]</sup>.

Pengaruh lain dari temperatur adalah peningkatan penetrasi larutan elektrolit dalam pembentukan *porous anodic alumina* juga akan semakin meningkat. Bila dihubungkan terhadap faktor lainnya, maka temperatur juga dapat meningkatkan rapat arus pada reaksi anodisasi untuk setiap peningkatan temperatur<sup>[7]</sup>. Penggunaan *magnetic stirrer* juga dimaksudkan untuk menjaga kehomogenan temperatur pada larutan. Bila larutan tidak mengalami agitasi, maka akan terjadi pemanasan lokal pada larutan yang dapat mengakibatkan *burning* pada logam.

### 2.3.2 Pengaruh Rapat Arus Dan Tegangan

Tegangan dan rapat arus merupakan dua faktor yang berbanding linear pada aplikasinya. Pada peningkatan tegangan maka rapat arus akan meningkat, dan sebaliknya<sup>[7]</sup>, pada peningkatan ataupun penurunan nilai rapat arus, tegangan juga akan mengikuti perubahan pada rapat arus. Sehingga, dalam penelitian sederhana biasanya digunakan salah satu faktor saja. Operasi anodisasi pada temperatur rendah relatif menghasilkan lapisan oksida yang lebih keras dan lebih rapat daripada lapisan oksida yang dihasilkan pada temperatur tinggi<sup>[8]</sup>



Gambar 2.3. Pengaruh rapat arus terhadap ketebalan lapisan oksida<sup>[5]</sup>

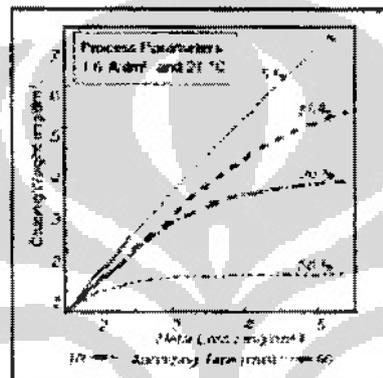
Tegangan dan rapat arus yang digunakan juga harus mengacu pada kondisi larutan. Untuk larutan dengan konsentrasi rendah dan temperatur rendah digunakan tegangan yang lebih tinggi. Hal ini terjadi karena pada tegangan tinggi maka rapat arus juga semakin meningkat dan temperatur juga akan ikut meningkat. Peningkatan tegangan akan meningkatkan ketebalan lapisan oksida<sup>[8]</sup>. 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*<sup>[9]</sup>

#### 2.4 Pengaruh Jenis Elektrolit dan Konsentrasi Larutan Elektrolit

Faktor paling mendasar yang perlu diperhatikan pada proses anodisasi adalah jenis larutan elektrolit. Produk lapisan oksida pada permukaan logam dapat dihasilkan dengan menggunakan berbagai jenis larutan elektrolit seperti asam sulfat, asam oksalat, asam kromat, asam borat dan berbagai jenis larutan elektrolit lainnya<sup>[11]</sup>. Namun tiap tiap larutan ini akan memberikan karakteristik yang berbeda beda. Sebagai contoh, lapisan oksida yang memiliki kisi kristal berbentuk segitiga, yang sangat dibutuhkan dalam aplikasi mikroelektronik, hanya dapat diperoleh dengan menggunakan asam sulfat<sup>[10]</sup>. Disamping itu, kecepatan laju reaksi dan tingkat efektifitas reaksi sangat dipengaruhi oleh jenis larutan elektrolit yang digunakan. Oleh karena itu perlu disinkronisasikan antara tujuan akhir proses anodisasi dengan jenis larutan elektrolit yang digunakan, untuk nantinya diperoleh produk anodisasi yang sesuai.

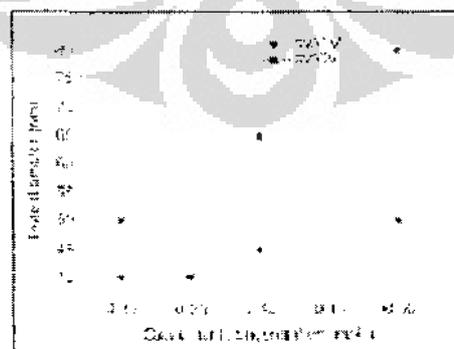
Apabila jenis larutan elektrolit yang digunakan telah ada, maka hal selanjutnya yang perlu dipertimbangkan dari larutan elektrolit adalah konsentrasi larutan itu sendiri. Hal ini sangat berhubungan dengan sifat dari larutan yang digunakan. Untuk jenis larutan yang bersifat reaktif, maka tidak terlalu dibutuhkan konsentrasi tinggi. Dan sebaliknya untuk larutan yang tingkat kereaktifannya rendah diperlukan konsentrasi yang lebih tinggi. Hal ini menjadi penting karena bila konsentrasi semakin tinggi maka ketebalan lapisan oksida akan semakin tinggi hingga titik maksimal<sup>[6]</sup>. Bila konsentrasi terlalu tinggi, maka

lapisan oksida akan semakin tebal dan akhirnya menghabiskan *base metal* <sup>[5]</sup>. Hal ini terjadi karena prinsip anodisasi adalah pengikisan permukaan *base metal* untuk kemudian membentuk lapisan oksida. Bila terlalu banyak *base metal* yang dikikis maka tingkat *weight loss* pada logam tersebut akan semakin tinggi dan akhirnya habis sehingga hanya ada lapisan oksida saja, yang dalam hal ini tidak lagi memiliki karakteristik pelapisan logam.



Gambar 2.4. konsentrasi larutan elektrolit terhadap berat lapisan oksida<sup>[5]</sup>.

Selain pengaruh konsentrasi terhadap ketebalan, konsentrasi juga berpengaruh pada ukuran pori pada lapisan oksida. Peningkatan konsentrasi akan meningkatkan diameter pori<sup>[12]</sup>.

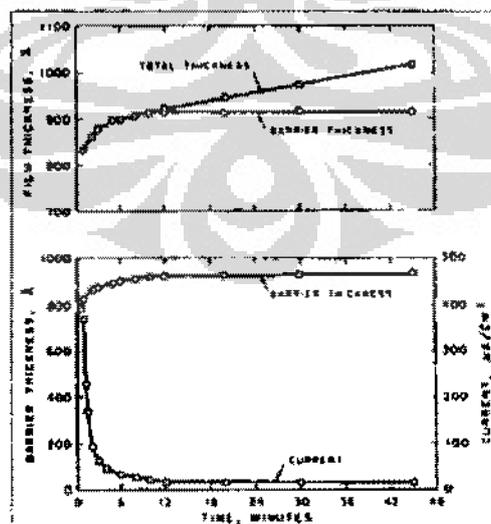


Gambar 2.5. Pengaruh konsentrasi larutan elektrolit asam oksalat terhadap diameter pori<sup>[12]</sup>.

Seperti telah dijelaskan di awal, jenis dan konsentrasi larutan elektrolit tidaklah mutlak dapat mengontrol hasil proses anodisasi. Sebagai contoh, pada penambahan tegangan yang disertai peningkatan konsentrasi larutan, maka pengaruhnya akan semakin jelas terhadap ketebalan lapisan oksida<sup>[12]</sup>. Oleh karena itu perlu pengaturan yang optimum untuk semua faktor yang digunakan selama proses anodisasi

## 2.5 Pengaruh Waktu Anodisasi

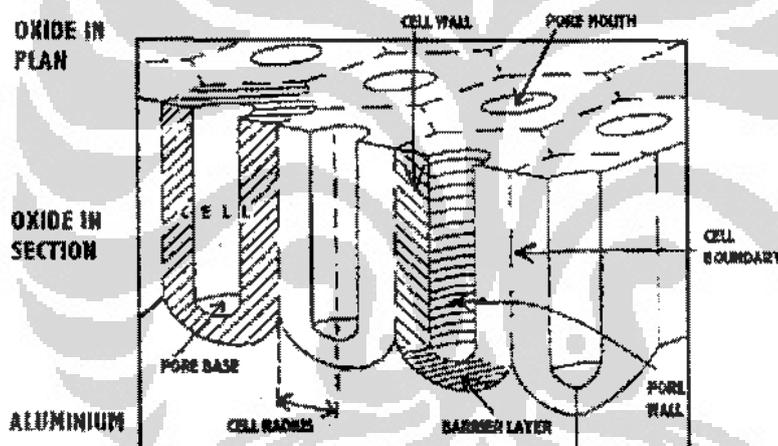
Secara singkat dapat dikatakan bahwa waktu yang singkat akan menyebabkan reaksi antara permukaan logam dengan larutan elektrolit akan menjadi singkat pula. Hal ini akan mengakibatkan lapisan oksida yang dapat terbentuk akan semakin sedikit, dan dalam hal ini dinyatakan dalam nilai ketebalan. Oleh karena itu peningkatan ketebalan dapat dikontrol dengan lamanya waktu anodisasi. Semakin lama waktu anodisasi, maka akan terbentuk lapisan oksida yang semakin tebal, hingga mencapai titik maksimal<sup>[13]</sup>. Titik maksimal ini terjadi karena pada reaksi anodisasi semakin lama reaksi, maka ketebalan lapisan oksida meningkat, begitu juga dengan *weight loss* dari *base metal*. *Weight loss* yang semakin tinggi akan menyebabkan hasil akhir yang tidak optimum dalam aplikasi dari pembentukan lapisan dipermukaan *base metal*.



Gambar 2.6 Pengaruh waktu anodisasi terhadap ketebalan lapisan oksida yang terbentuk<sup>[14]</sup>

## 2.6 Proses Pembentukan Lapisan Oksida

Selama proses anodising akan terbentuk lapisan oksida yang terdiri dari lapisan dasar oksida (*barrier type oxide film*) dan lapisan pori oksida (*porous oxide film*). Lapisan dasar oksida ini pada aluminium mempunyai ketebalan sekitar 2 -3 nm<sup>[14]</sup>, dan letaknya berada diantara lapisan pori dengan logam dasar. Lapisan dasar ini juga dapat melindungi logam dasar dari serangan korosi pada lingkungan tertentu dan resistan terhadap arus listrik. Sedangkan lapisan pori oksida yang terdiri dari sel dan poros pada umumnya berporos dengan bentuk poros yang hexagonal. Dimensi poros dan sel tergantung dari konsentrasi elektrolit, temperatur, dan tegangan selama proses anodising.



Gambar 2.7. Struktur Mikro Lapisan Oksida<sup>[15]</sup>

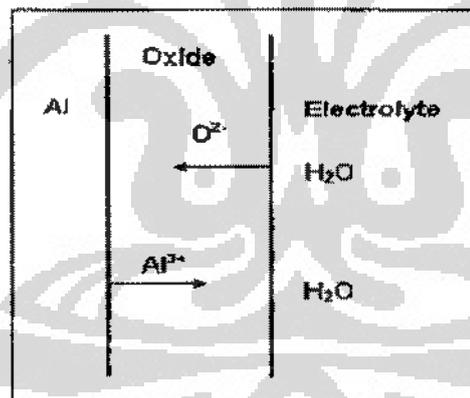
Pada saat anodising, lapisan pertama yang terbentuk pada permukaan logam adalah lapisan dasar (*barrier oxide*). Bila batas ketebalan lapisan dasar sudah tercapai, asam sulfat akan melarutkan aksi yang disebut dengan *solvent action* untuk membentuk lapisan pori. Pada awalnya lapisan anodik ini berbentuk silinder, tetapi pada perkembangannya karena kontak dengan sel-sel tetangga terdekat yang jumlahnya enam, bangunannya menjadi berbentuk heksagonal. Ada kesetimbangan antara pertumbuhan dan pelarutan lapisan oksida dalam menghasilkan pori.

Karena aluminium termasuk logam yang bersifat amfoter (dapat bereaksi dengan asam dan basa) maka dapat terjadi reaksi :



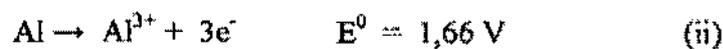
Dikarenakan hal tersebut maka sebaiknya larutan asam sulfat yang digunakan sebaiknya jangan terlalu pekat karena akan dapat melarutkan lapisan oksida yang telah terbentuk pada permukaan logam.

Struktur berpori yang timbul pada lapisan oksida merupakan hasil dari kesetimbangan antara reaksi pembentukan dan pelarutan lapisan oksida. Pada awalnya lapisan pori yang terbentuk berbentuk silinder memanjang namun karena ia kemudian bersinggungan dengan oksida-oksida lainnya yang berada disisi sisinya, maka lapisan oksida tersebut bertransformasi menjadi berbentuk saluran heksagonal yang memanjang seperti pada Gambar 2.7.



Gambar 2.8. Proses Pembentukan Lapisan Oksida dan Pori Permukaan<sup>18</sup>

Aluminium sebagai anoda yang bermuatan positif. Aluminium kemudian akan teroksidasi dengan reaksi:

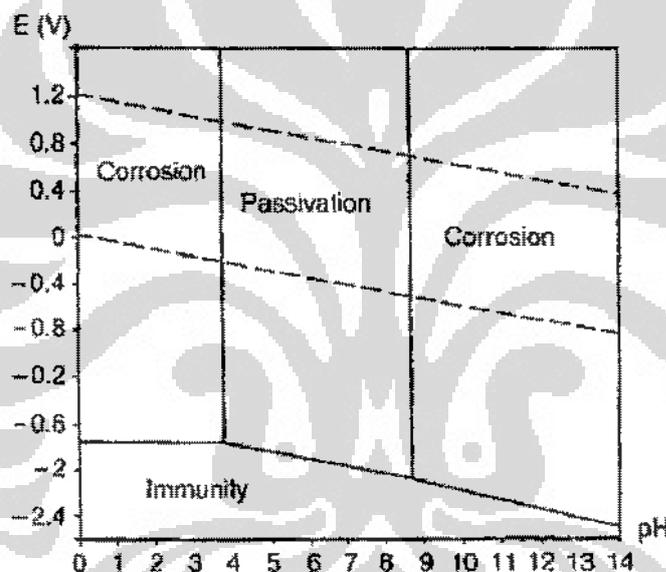


Sedangkan pada katoda (logam inert) terjadi reaksi:



Reaksi (iii) diatas akan menghasilkan lapisan  $\text{Al}^{3+}$  yang kemudian akan menjadi  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  yang bersifat pasif pada  $4 > \text{pH} < 8,5$  seperti yang dapat dilihat pada diagram pourbaix di Gambar 2.9 berikut. 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.

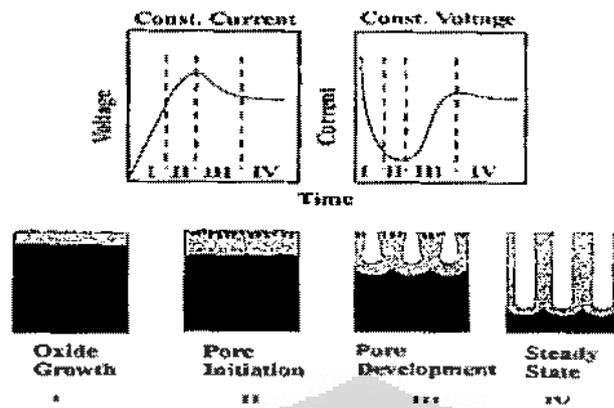
Lapisan pasif yang terbentuk pada gambar 2.9 merupakan reaksi alamian terhadap persinggungan dengan oksigen. Lapisan yang terbentuk tidak tebal dan reaksi pembentukan oksida akan berlangsung secara terus menerus.



Gambar 2.9. Diagram Pourbaix  $\text{Al}^{(16)}$

Proses pembentukan lapisan oksida pada permukaan logam yang dianodizing bergantung pada jenis larutan dan konsentrasi elektrolit yang digunakan, lapisan dasar oksida (*barrier type oxide film*) yang terbentuk merupakan tahapan awal dari proses pembentukan pori.

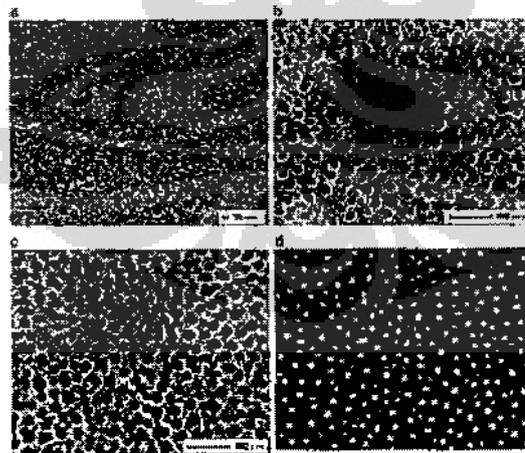
Lapisan oksida yang dihasilkan mempunyai struktur yang porous atau berpori dengan bentuk strukturnya heksagonal, dengan pori berada ditengah. Model struktur lapisan oksida yang dihasilkan selama proses anodizing pertama kali diajukan oleh Keller, Hunt dan Robinson pada tahun 1953 dengan strukturnya berbentuk heksagonal.



Gambar 2.10. Tahapan Pembentukan Pori Lapisan Oksida<sup>(14)</sup>

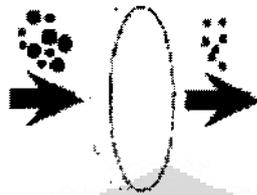
## 2.7 Permukaan Hasil Anodisasi SEM (Scanning Electron Microscope)

Pengamatan SEM hasil anodisasi berbeda-beda untuk setiap jenis larutan, penggunaan tegangan, temperatur dan konsentrasi larutan. Hasil anodisasi yang dilakukan oleh Alexander Zaharief (2007) dan teamnya, yang menggunakan aluminium murni (99.99%) pembentukan diameter pori pada temperatur yang rendah (a) lebih kecil dan dipisahkan oleh dinding pori tebal, dengan kenaikan temperatur pori yang terbentuk berdiameter besar (b,c) yang diikuti dengan penghilangan dinding pori, pori yang terbentuk mencapai 0.1 nm hingga 2 nm



Gambar 2.11 Foto FE-SEM a, b dan c pori pada temperatur yang berbeda 5°C, 35°C dan 55°C, pada larutan 5% sulfamic acid<sup>(19)</sup>

Pada proses anodisasi pembentukan porous membrane yang umumnya porous membrane digunakan untuk filtrasi dan separasi nano materials. Membran ini juga bisa dijadikan sebagai template untuk membuat nanostruktur



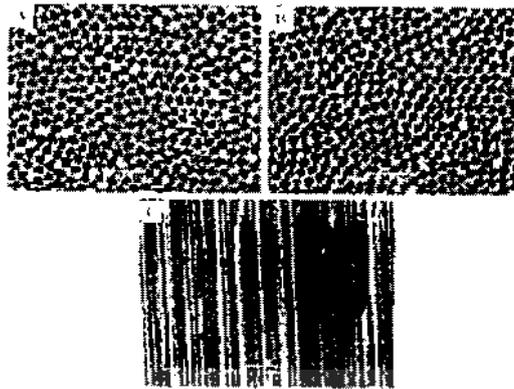
Gambar 2.12. Nanoporous membrane untuk separasi nano materials<sup>(19)</sup>

Nano porous membrane dibuat dengan proses anodisasi. Biasanya metode yang banyak digunakan untuk membuat nano porous membrane adalah two-step anodizing yang dilanjutkan dengan proses etsa untuk menghilangkan barrier layer. Tahun 1996, H. Masuda telah membuat nano porous membrane menggunakan metode two-step anodizing.



Gambar 2.13. Pembuatan nano porous membrane<sup>(19)</sup>

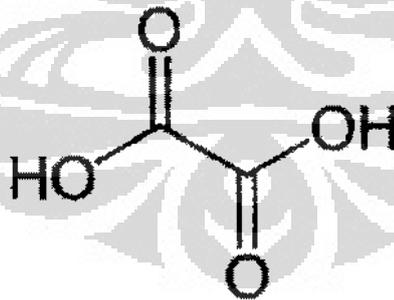
Pembuatan nano porous membrane dengan metode two-step anodizing dapat dilakukan dengan: (1) melakukan anodisasi pertama hingga terbentuk lapisan oksida, (2) menghilangkan lapisan alumina dengan campuran asam fosfat dan asam kromat, (3) melakukan anodisasi kedua untuk mendapatkan lapisan alumina yang teratur, (4) menghilangkan sub strat aluminium menggunakan larutan  $\text{HgCl}_2$ , (5) menghilangkan barrier layer/lapisan bawah menggunakan larutan asam fosfat.



Gambar 2.14. Gambar SEM dari nano porous membrane.  
(A) tampak atas, (B) tampak bawah, dan (C) tampak melintang <sup>[19]</sup>

## 2.8 Asam Oksalat

Asam oksalat adalah senyawa kimia dengan rumus  $H_2C_2O_4$ . Asam dikarbolik ini lebih baik digambarkan dengan rumusan  $HOOC-COOH$ . 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. <sup>[23]</sup>



Gambar 2.15 Asam oksalat <sup>[23]</sup>

Proses anodisasi dengan Asam oksalat telah banyak digunakan di Jerman dan Jepang sejak tahun 1939 <sup>[21]</sup>, 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. [23]

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 German dan proses *Alcanodox* yang dikomersialisasi oleh Alcan. [23]

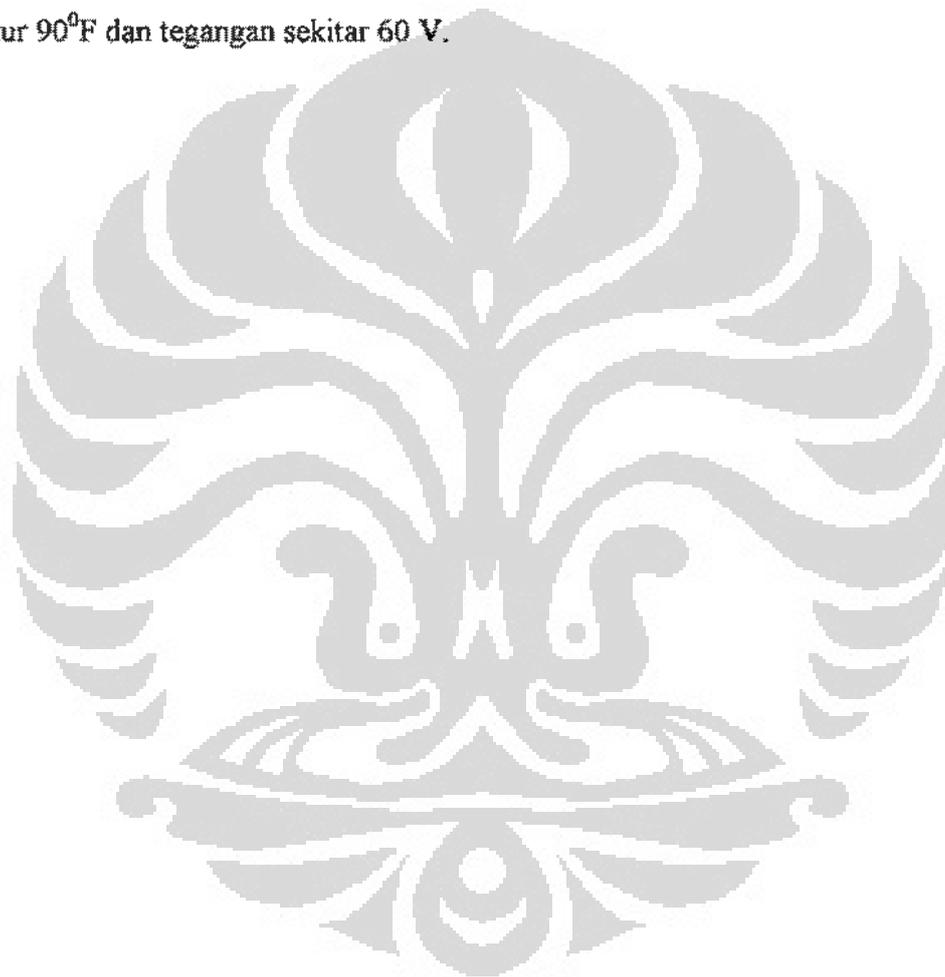
Proses anodisasi dengan asam oksalat dapat dilakukan dengan menggunakan polypropylene sebagai bejananya. Aluminium, stainless steel, titanium, timbal, dan grafit dapat digunakan sebagai material katoda. Perbandingan 3:1 untuk anoda berbanding katoda menjadi pilihan yang tepat untuk anodisasi dengan asam oksalat. [23]

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. [23]

## 2.9 Anodisasi Asam Fosfat

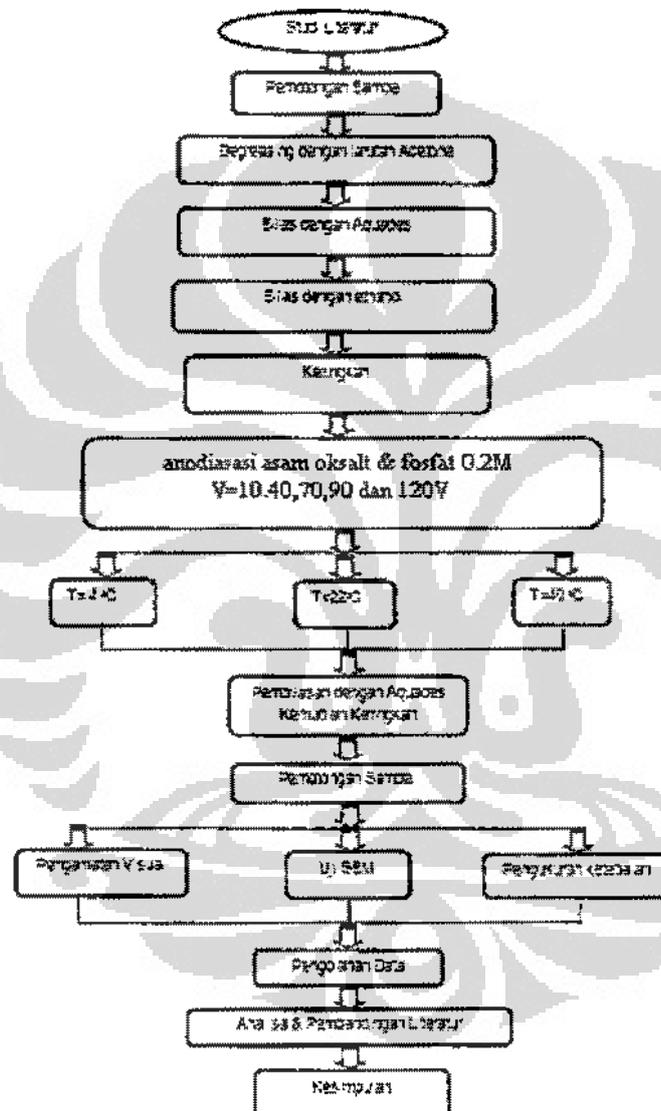
Proses anodisasi dengan menggunakan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) jarang digunakan untuk menghasilkan lapisan oksida yang bersifat proteksi dan dekorasi, proses ini biasa digunakan pada industri pesawat terbang sebagai perlakuan awal (*pretreatment*) sebagai ikatan adhesif (*adhesive bonding*). Perlakuan dengan menggunakan Asam fosfat sangat baik sebelum dilakukan pelapisan terhadap logam aluminium. Konsentrasi asam fosfat yang digunakan sekitar 3-20% dengan temperatur  $90^{\circ}F$  dan tegangan sekitar 60 V.



## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

Note : Larutan ; Asam oksalat 0.2M dan asam fosfat 0.2M

Waktu Anodisasi 30 menit

### 3.2 Alat dan Bahan

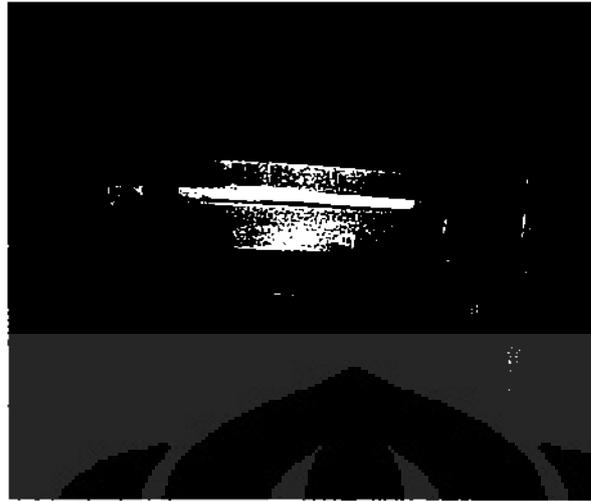
Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Aluminum Foil
2. Larutan NaOH
3. Aseton dan Alkohol
4. Larutan Asam Fosfat 0.2 M dan Asam Oksalat 0.2 M
5. Resin dan hardener
6. Air Aquades
7. Coating Konduktif
8. Klem Uji Sampel
9. Kertas amplas
10. Jangka sorong
11. Scanning Electron Microscopy (SEM)
12. Piranti EDX (Energy Dispersive Xray Analysis)

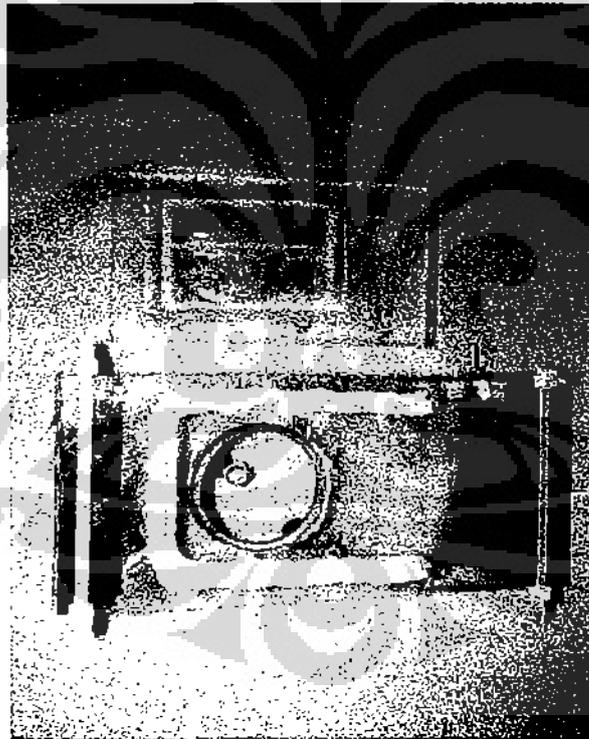
### 3.3 Tahapan Penelitian

#### 3.3.1. Pembuatan klem uji sampel

Penggunaan klem uji sampel pada penelitian ini dimaksudkan untuk membatasi area permukaan aluminium terhadap larutan oksidator hanya pada satu sisi lembar sampel dan hanya pada area tertentu. Klem uji yang dipergunakan didesain untuk tidak bereaksi pada larutan oksidator, dan kemudian dipilih klem berbahan acrylic dengan permukaan sampel yang dianodisasi berbentuk lingkaran dengan luas tertentu. Skematis klem uji penahan sampel dapat dilihat pada Gambar 3.2 berikut.



Gambar 3.2 Klem Uji Sampel.



Gambar 3.3. Klem Uji Sampel.



Gambar 3.4. Klem Uji Sampel.

### 3.3.2. Pembuatan dan Persiapan Sampel

Dimensi sampel yang digunakan adalah  $3.5 \times 13$  cm dengan area yang dianodisasi dengan diameter 2.6 cm, sehingga luas permukaan yang teranodisasi dalam larutan elektroli hanya berupa lingkaran

Persiapan yang dilakukan terhadap sampel sebelum ditempatkan di klem uji dan dimasukkan pada larutan oksidator hanya dilakukan untuk menghilangkan pengotor dan lemak pada permukaan sampel. Proses yang dilakukan antara lain dengan,

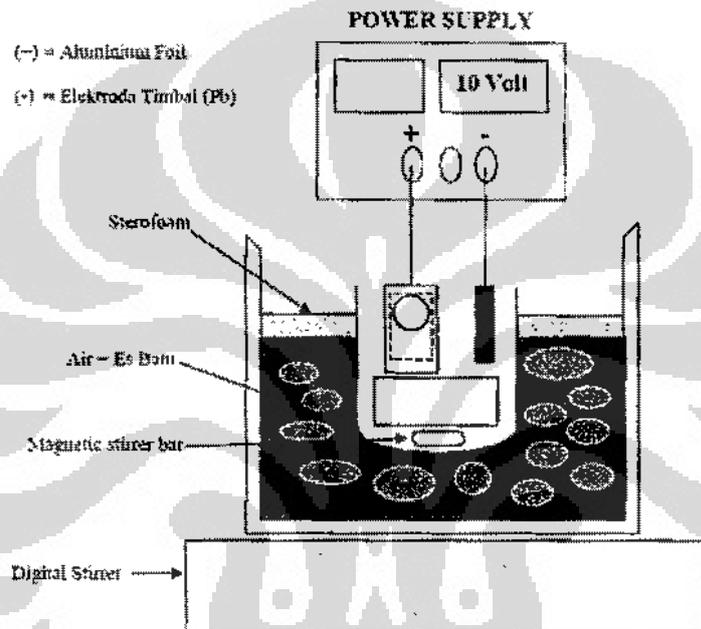
- a. Degreasing dengan NaOH
- b. Pembilasan dengan Alkohol
- c. Penghilangan uap air dengan aseton dan peralatan pengering.

### 3.3.3 Percobaan Anodisasi

Percobaan anodisasi pada penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :

1. Menyiapkan larutan asam oksalat ( $H_2C_2O_4$ ) 0,2 M sebanyak 250 ml
2. Menyiapkan larutan asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) 0,2 M sebanyak 250 ml
3. Asam oksalat dan asam fosfat dimasukkan kedalam gelas kimia 500 ml

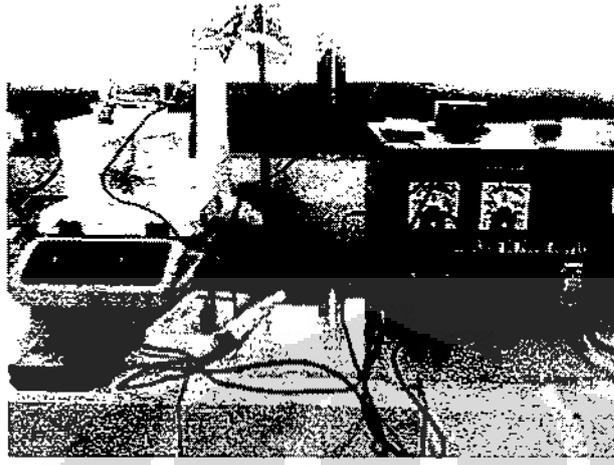
4. Memasukkan lembaran Aluminium foil setelah dilakukan preparasi permukaan ke dalam alat penjepit sampel.
5. Menyusun rangkaian sel elektrokimia untuk anodisasi sampel aluminium foil dalam larutan yang telah disiapkan. Rangkaian disusun dengan menghubungkan kutub positif dari power supply DC ke anoda aluminium foil dan menghubungkan kutub negatif power supply DC ke katoda logam timbal.



Gambar 3.5. Rangkaian sel anodisasi penelitian<sup>(2)</sup>

6. Menyiapkan kondisi temperatur larutan yaitu 4 °C. Preparasi dilakukan dengan memasukkan es batu kedalam tupperware lalu memasukkan beaker glass ukuran 500 ml yang berisi larutan ke dalam tupperware tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan termometer.
7. Sampel dianodisasi pada tegangan 10 Volt dengan kecepatan magnetic stirrer sebesar 200 rpm pada temperatur 4 °C.
8. Proses anodisasi dihentikan setelah 30 menit lalu sampel dibilas dengan aquades.
9. Mengeringkan sampel menggunakan *hair dryer*.

10. Untuk proses anodisasi pada tegangan 40, 70, 90 dan 120 volt pada temperatur 4 °C, tahapan proses sama seperti langkah nomor 5, 6, 7 dan 8
11. Menyiapkan kondisi temperatur larutan yaitu 22 °C. Preparasi dilakukan dengan memasukkan air dingin kedalam tupperware lalu memasukkan beaker glass ukuran 500 ml yang berisi larutan ke dalam tupperware tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan thermometer.
12. Sampel dianodisasi pada tegangan 10 Volt dengan kecepatan magnetic stirrer sebesar 200 rpm pada temperatur 22 °C.
13. Untuk proses anodisasi pada tegangan 40, 70, 90 dan 120 volt pada temperatur 22 °C, tahapan proses sama seperti langkah nomor 5,6,7 dan 8
14. Menyiapkan kondisi temperatur larutan yaitu 40 °C. Preparasi dilakukan dengan memasukkan air panas kedalam tupperware lalu memasukkan beaker glass ukuran 500 ml yang berisi larutan asam asetat ke dalam tupperware tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan thermometer.
15. Sampel dianodisasi pada tegangan 10 Volt dengan kecepatan magnetic stirrer sebesar 500 rpm pada temperatur 40 °C.
16. Untuk proses anodisasi pada tegangan 40, 70, 90 dan 120 volt pada temperatur 40 °C, tahapan proses sama seperti langkah nomor 5,6,7 dan 8
17. Menyimpan seluruh sampel di tempat yang kering dan aman.



Gambar 3.6. Rangkaian alat uji anodisasi

#### 3.3.4 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. Kemudian juga dilakukan uji komposisi dari sampel uji untuk mengetahui komposisi penyusun pada bagian permukaan sampel untuk membuktikan adanya lapisan oksida pada permukaan yang dimasukkan pada larutan oksidator.

#### 3.3.5 Pengujian SEM (Scanning Electron Microscopic)

Pengujian SEM dilakukan dengan perbesaran rata-rata diatas 10,000 kali untuk mendapatkan indikasi terbentuknya lapisan oksida dan pori. Pengujian dilakukan pada piranti SEM – Jeol milik Badan Tenaga Atom Nasional yang memiliki perbesaran maksimum hingga 300,000 kali.



Gambar 3.7. Persiapan Sample SEM



Gambar 3.8 Rangkaian alat SEM



Gambar 3.9. Proses pemasukan sample uji SEM

### 3.3.6 Pengujian Hasil Anodisasi Dengan EDX

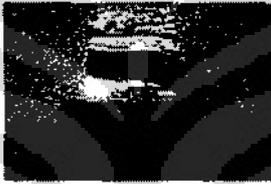
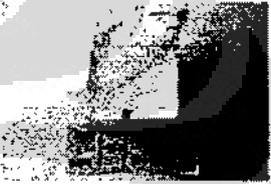
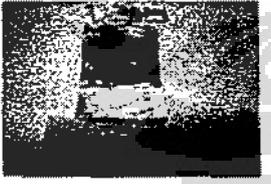
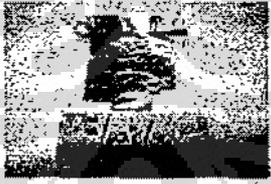
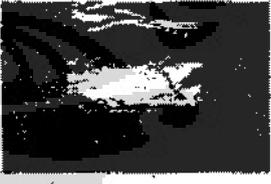
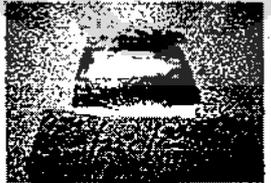
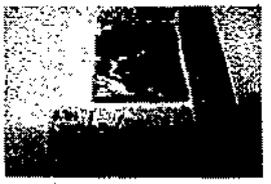
Tujuan dari pengamatan dengan EDX ini adalah untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam produk korosi dan mengetahui struktur material dalam skala mikro. Pengujian ini menggunakan mesin EDX di Departemen Metalurgi dan Material. Pengambilan ini harus hati-hati karena bila terkontaminasi zat lain maka akan mempengaruhi hasil pengujian. Mesin EDX akan menembakan sinar X pada sampel, lalu sebagian sinar akan dipantulkan oleh sampel dan sebagian lagi akan diserap atau menembus sampel. Dengan adanya perbedaan besarnya sinar yang dipantulkan atau diserap maka komposisi unsur penyusun sampel dapat diketahui.

## BAB IV HASIL PENGUJIAN DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Pengamatan Visual

Pengamatan visual dilakukan dengan membandingkan secara langsung hasil anodisasi sampel pada tabel 4.1 hasil anodisasi pada temperature  $4^{\circ}\text{C}$ ,  $22^{\circ}\text{C}$  dan  $40^{\circ}\text{C}$  dengan variasi tegangan dimulai dari 10V, 40, 70, 90V dan 120V.

Tabel 4.1. Foto anodisasi dengan larutan asam oksalat dan fosfat 0.2 M

VOLT	TEMPERATUR PENGUJIAN		
	$4^{\circ}\text{C}$	$22^{\circ}\text{C}$	$40^{\circ}\text{C}$
10			
40			
70			
90			
120			

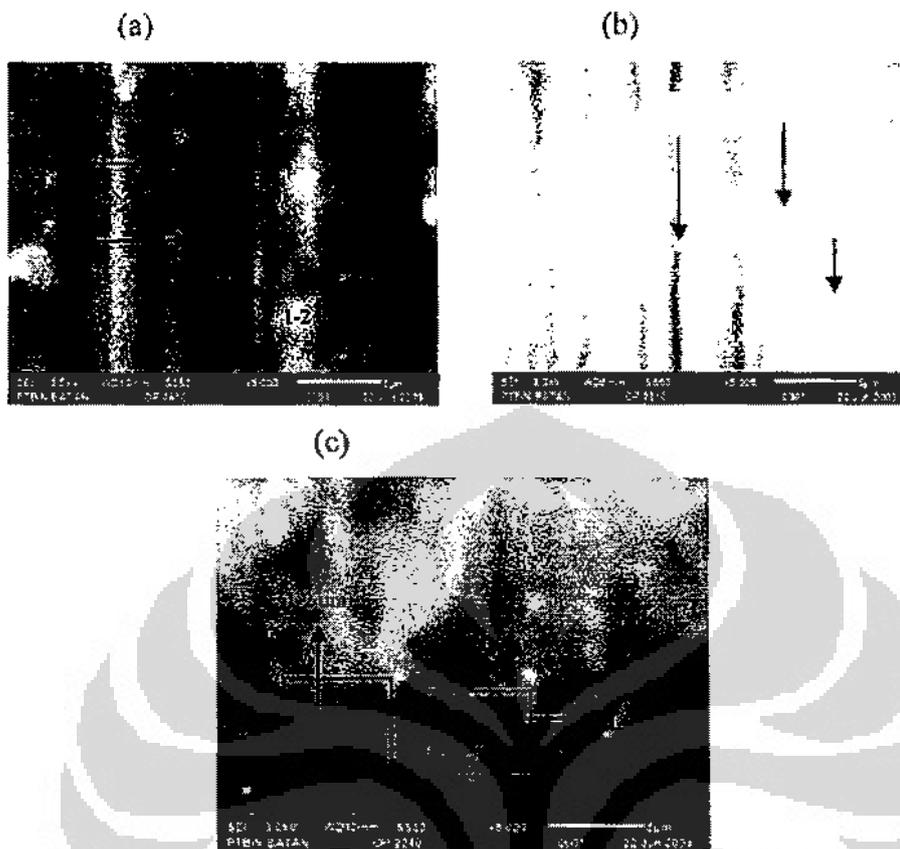
Indikasi terjadi perubahan warna dapat terlihat pada pengujian temperature 4°C, 90 Volt yang berwarna kebiruan. Untuk tegangan yang lebih tinggi 120V, 4°C sampel uji berwarna jingga kebiruan. Pada temperature 22°C perubahan terjadi pada tegangan yang lebih rendah 70 Volt. Demikian pula pada temperature yang lebih tinggi 40°C perubahan terjadi pada tegangan 70V. Kondisi ini menunjukkan pengaruh kenaikan temperatur dan tegangan yang digunakan memiliki karakter yang berbeda pada larutan oksalat dan fosfat.

Perubahan warna yang terjadi disebabkan karena terjadi reaksi reduksi dan oksidasi serta terbentuknya lapisan oksida  $Al_2O_3$  yang terjadi selama proses anodisasi berlangsung. Seperti diketahui bahwa jenis elektrolit dan komposisi dari material anodising akan menghasilkan warna yang berbeda. Parameter pembeda warna yang dihasilkan pada lapisan oksida ialah tegangan, anodisasi, jenis paduan aluminium dan jenis elektrolit yang digunakan.

Pada pengujian pada temperatur maximum 40°C dan tegangan 120 Volt tidak terjadi kerusakan sampel, bila dibandingkan pada pengujian yang dilakukan dengan menggunakan larutan yang terpisah (fosfat dan oksalat) dengan konsentrasi masing-masing 0.2M pada temperatur dan tegangan ini kelarutan oksida dan aluminium sudah terjadi ini menunjukkan keagresifan larutan menurun.

#### **4.2 Pengamatan dengan SEM (Scanning Electron Microscope)**

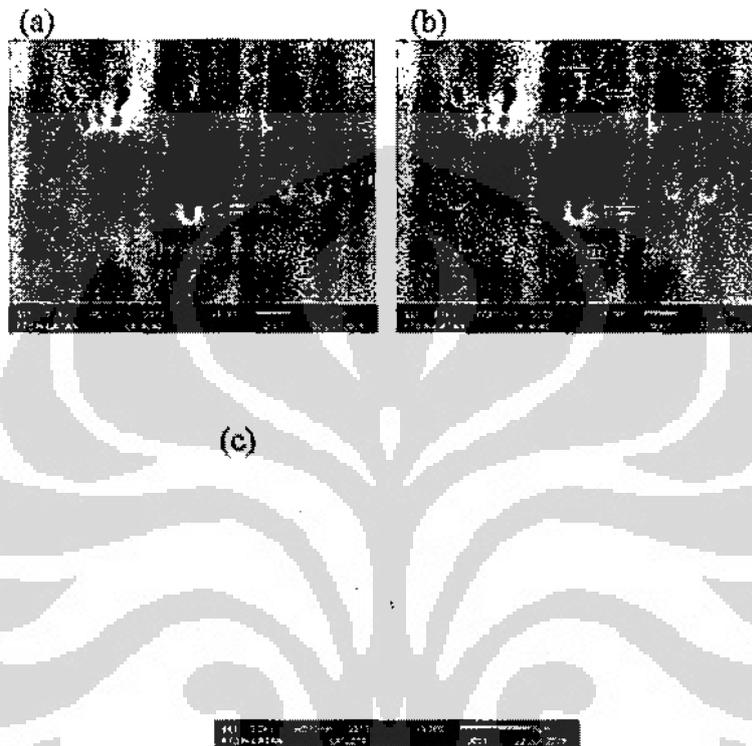
Hasil pengamatan SEM dilakukan dilakukan pada temperature 4°C dan 22°C dengan tegangan 10 volt dan 40 Volt, pada gambar 4.1 pada gambar (a) terlihat titik-titik hitam yang menunjukkan inisiasi adanya pembentukan pori, pada pengamatan ini digunakan perbesaran SEM hingga 5000X pada temperatur rendah 4°C, 10 Volt, dengan diameter pori 1-2 mikron meter. Pada temperatur yang rendah pori yang terbentuk relatif memiliki diameter yang lebih kecil dengan ketebalan pori yang lebih besar.



Gambar 4.1 Pengamatan SEM pada tegangan  $4^{\circ}\text{C}10\text{V}$ ,  $22^{\circ}\text{C}10\text{V}$  dan  $22^{\circ}\text{C}40\text{V}$

Pada gambar 4.1 (b) pengujian dilakukan pada tegangan 10 volt dengan menaikkan temperatur  $22^{\circ}\text{C}$  permukaan hasil SEM yang terlihat pada perbesaran 5000 X alur berupa garis memanjang merupakan susunan permukaan hasil anodisasi yang bergelombang yang merupakan lapisan oksida. Hasil SEM yang pada pengujian ini tidak menunjukkan hasil yang begitu jelas, kondisi ini bisa disebabkan oleh ketidak stabilan tegangan ataupun fokus SEM yang tidak begitu jelas. Kelarutan lapisan oksida yang menginisiasi terbentuknya pori terlihat lebih jelas pada gambar 4.1 (c) pengujian dilakukan pada temperatur  $22^{\circ}\text{C}$  dengan tegangan 40 Volt. Pori telah terbentuk lebih jelas dibandingkan pada tegangan dan temperatur yang lebih rendah, tingkat keteraturan dan pori yang terbentuk lebih jelas. Pada peningkatan tegangan maka rapat arus juga meningkat, dan sebaliknya, pada tegangan tinggi maka rapat arus juga semakin meningkat dan temperatur juga akan ikut meningkat, sehingga diameter pori juga akan semakin

besar. Peningkatan tegangan akan meningkatkan ketebalan barrier layer yang akan menginisiasi benih-benih pori di dekat batas antara oksida dan larutan. Benih ini muncul karena lapisan oksida yang bersifat insulator dikenai tegangan yang tinggi sehingga ketika rusak akan menimbulkan benih pori<sup>16</sup>



Gambar 4.2 Foto SEM perbesaran 5000 x pengujian pada temperature 22°C-70V (c), 40°C-40V(b) dan 40°C-10V(a)

Gambar 4.2 pembentukan pori terlihat dengan ukuran berbeda dan terdistribusi secara acak. Pada gambar 4.2 (a) dan (b) pada temperatur 40°C dengan tegangan 10V dan 40V ukuran pori yang terbentuk dengan diameter yang sama, pada gambar 4.2 (c) dengan menaikkan tegangan permukaan pori sudah tidak terlihat kondisi ini disebabkan terjadinya kelarutan oksida yang terbentuk. Pada penelitian ini didapatkan pada tegangan diatas 70V pada temperatur elektrolit diatas 22°C terjadi kelarutan lapisan oksida, demikian juga pada tegangan 90V,120V pada kenaikan temperature 22°C dan 40°C kelarutan lapisan oksida dan aluminium terjadi dengan cepat kondisi ini dapat dilihat dari penipisan sampel yang terjadi pada gambar 4.1. Lapisan oksida dan aluminium foil terlarut secara langsung dapat dilihat dari perubahan warna yang mencolok.

### 4.3 Pengamatan dan Pengukuran Ketebalan Lapisan Oksida

Pengamatan ketebalan oksida yang terbentuk diukur dengan SEM, dari hasil foto SEM terlihat oksida aluminium  $Al_2O_3$  terbentuk pada permukaan logam yang dianodisasi diindikasikan dengan adanya perbedaan warna pada dasar material logam dan lapisan oksida yang terbentuk berwarna lebih terang dari permukaan pada potongan melintang. Gambar 4.3 (a) lapisan oksida yang terbentuk pada penampang melintang pada pengujian anodisasi  $22^\circ C$ , 10V



Gambar 4.3. Foto SEM penampang melintang pada  $22^\circ C$ , 10V  
(perbesaran 4000 X)

Lapisan oksida yang terbentuk bervariasi hal ini dapat disebabkan adanya perubahan rapat arus, pada saat larutan bereaksi dengan logam terjadi penurunan reaksi sehingga pada permukaan tertentu akan diperoleh lapisan yang lebih rendah ataupun tinggi (Rehim, Hasan, & Amin, 2002). Pada penelitian ini ketebalan rata-rata lapisan oksida yang terbentuk dari hasil anodisasi aluminium foil 1-2 mikrometer.

Tabel 4.2. Ketebalan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada penampang melintang

Temp/Volt	Oksida ( $\mu\text{m}$ )				
	10°C	40°C	70°C	90°C	120°C
4	1.66	1.2	1.7	1.5	1.6
22	1.7	1.68	2.2	1.61	1.5
40	1.5	1.28	1.3	1.25	0.89

Variasi ketebalan yang diperoleh dapat terjadi karena perubahan tegangan yang diikuti oleh perubahan rapat arus yang terjadi selama penelitian. Hal ini terjadi karena selama 30 menit percobaan anodisasi. Pada percobaan pada temperatur anodisasi 4 °C dengan perubahan tegangan 10 volt, 40 volt, 70 volt, 90 volt dan 120 volt, rapat arus yang dihasilkan bervariasi antara  $17,4 \text{ mA/cm}^2 - 0,5 \text{ A/cm}^2$ . Sedangkan pada temperatur anodisasi 22 °C dengan perubahan tegangan yang sama dengan sebelumnya, rapat arus yang dihasilkan bervariasi antara  $11,8 \text{ mA/cm}^2 - 0,2 \text{ A/cm}^2$ . Selanjutnya pada temperatur anodisasi 40 °C, rapat arus yang dihasilkan bervariasi antara  $2,6 \text{ mA/cm}^2 - 0,25 \text{ A/cm}^2$ . Ketika terjadi penurunan atau peningkatan arus, kemungkinan larutan elektrolit yang sedang bereaksi dengan permukaan sampel akan mengalami penurunan ataupun peningkatan mobilitas reaksi sehingga pada daerah tertentu akan diperoleh lapisan yang lebih rendah maupun semakin tinggi. Hal ini juga semakin dimungkinkan dengan adanya proses agitasi yang dilakukan selama reaksi berlangsung.

#### 4.4 Hasil Pengamatan Dengan EDX

Pengamatan mikro melalui EDX (Energy Dispersive X-Ray Analysis) dilakukan untuk menguji apakah dugaan lapisan oksida yang terlihat melalui foto SEM adalah benar pada permukaan sample terbentuk lapisan oksida berupa alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Dari hasil pengujian EDX lapisan oksida yang terbentuk ditemukan pada sample terdapat unsur aluminium (Al) dan Oksigen (O) yang bersenyawa sebagai alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Komposisi hasil pengukuran oksida yang terbentuk rata-rata memiliki kandungan oksigen pada rentang 18 sampai dengan 30 persen, dengan ketebalan lapisan oksida yang terukur 1-2 mikrometer.

## BAB 5 PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pada tujuan penelitian ini kesimpulan yang dapat diambil yaitu pada hasil pengamatan SEM pada anodisasi asam fosfat dan oksalat :

1. Terjadi peningkatan ketebalan lapisan oksida pada perubahan temperatur dan tegangan.
  - a. Pada tegangan yang sama dengan kenaikan temperatur terjadi peningkatan lapisan oksida
  - b. Pada temperatur yang sama dengan kenaikan tegangan terjadi peningkatan lapisan oksida
2. Pembentukan lapisan oksida yang diikuti pembentukan pori terjadi pada temperature 22°C,40V, 40°C,10V dan 40°C,40V
3. Pembentukan lapisan oksida yang terjadi dengan ketebalan rata-rata 1 sampai dengan 2 mikron meter.
4. Pengaruh pencampuran asam oksalat dan asam fosfat menurunkan tingkat keagresifan ion terlarut hingga tegangan maximum 120V dan 40°C.

### 5.2 Saran

1. Variasi waktu anodisasi diperlukan untuk melihat optimalisasi dari pembentukan oksida, karna sampel uji digunakan sangat tipis.
2. Variasi kenaikan temperature sebaiknya bertahap dan terukur, 10°C, 20°C hingga 40°C agar terlihat batas optimum pembentukan dan pelarutan selama proses anodisasi.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. C. Grard, *Aluminium and its Alloys* (Washington: Constable & Company Ltd., 1920), hal. 15
- [2]. Michael Cartier, *Handbook of surface treatments and coating* (New York: ASME press., 2003)
- [3]. ASM Handbook Volume 5, *Surface Engineering*, (USA: ASM International, 1994), hal. 1429
- [4]. ASM Metals Handbook, Volume 1 3A, *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection* (USA : ASM International, 2003). hal 1905
- [5]. Aluminium handbook 2, *Forming Casting, Surface Treatment, Rercycling and Ecology* (Germany: Aluminium verlag marketing and kommunikation GmbH.,2003), hal. 229
- [6]. S.S. Abdel Rehim, M.H. Hassan dan M.A. Amin, "Galvanostatic Anodization of Pure Al in Some Aqueous Acid SolutionsPart I: Growth Kinetics, Composition and Morphological Structure of Porous and Barrier-type Anodic Alumina Films" *Journal of Applied Electrochemistry*, 32 (2002), hal. 1257-1264
- [7]. I. Vrublevsky, *et al.*, " Effect of the Current Density on the Volume Expansion of the Deposited Thin Films of Aluminum During Porous Oxide Formation", *Journal of Applied Surface Science*, 220 (2003), hal. 51-59
- [8]. Bocchetta, Patrizia. Asymmetric Alumina Membranes Electrochemically Formed in Oxalic Acid Solution. *Journal of Applied Electrochemistry*. 32 1997, pp. 977-985.
- [9]. Nai-Qin Zhao, *et al.*, "Effects of Anodizing Conditions on Anodic Alumina Structure", *Journal of Material Science Letters*, 42 (2007), hal. 3878 - 3882
- [10]. ASM Handbook Volume 5, *Surface Engineering*, (USA: ASM International, 1994), hal. 1417 - 1419
- [11]. Grzegorz D. Sulka dan Marian Jaskuáa, "Defects Analysis in Self-Organized

Nanopore Arrays Formed by Anodization of Aluminium at Various Temperatures," *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, VI (2006), hal. 3803-3811

- [12]. Nai-Qin Zhao, *et al.*, "Effects of Anodizing Conditions on Anodic Alumina Structure", *Journal of Material Science Letters*, 42 (2007), hal. 3878 - 3882
- [13]. <http://www-rcf.usc.edu> (Diakses 12 April 2008, pukul 10.00 WIB)
- [14]. P.G. Sheasby dan Pinner R., *The surface Treatment and Finishing of Aluminium and its Alloy* (USA: ASM International, 2001), hal. 329
- [15]. [electrochem.cwru.edu/ed/encycl/art-a02-anodizing.htm](http://electrochem.cwru.edu/ed/encycl/art-a02-anodizing.htm) (diakses 29 mei 2009 pukul : 11.00 WIB)
- [16]. Vargel, Christian. *Corrosion of Aluminum*. Paris : Elsevier, 2001.
- [17]. Zahariev Alexander, *et al.*, "Anodic alumina film formed in sulfamic acid solution; (University of chemical & metalurgi –Bulgaria march 2007)
- [18]. [www.es.anl.gov/Energy\\_systems/Archived\\_Highlights/2007/ALD\\_Fuels\\_Future\\_Solutions/index.html](http://www.es.anl.gov/Energy_systems/Archived_Highlights/2007/ALD_Fuels_Future_Solutions/index.html)
- [19]. Yanchun Zhao, Miao Chen, Yanan Zhang, Tao Xu, Weimin Liu, "A Facile Approach to Formation of Through-Hole Porous Anodic Aluminum Oxide Film," *Materials Letters* (59) 2005: 40-43.
- [20]. ASM Handbook Volume 9, *Metallography and Microstructure* (USA: ASM International., 2000)
- [21]. 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
- [22]. Oxalic acid. *Wikipedia*. [Online] [Cited: June 25, 2009.] [http://en.wikipedia.org/wiki/Oxalic\\_acid](http://en.wikipedia.org/wiki/Oxalic_acid).
- [23]. **Metalast Technical Buletin**. Oxalic Acid Anodizing. *Oxalid Acid Anodizing An in house evaluation by METALAST International, Inc*. September 14, 2000.

## LAMPIRAN

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### 1. PHOSPHORIC ACID ( $H_3PO_4$ ) 0.2 M

Perhitungan asam fosfat yang digunakan :

$$\text{Volume asam fosfat yang digunakan} = (M1 \times V1 \times BM) / (C \times b)$$

Dimana :

M1 = Molaritas larutan yang diinginkan

V1 = Volume larutan yang diinginkan

BM = Berat molekul phosphoric acid = 98 gr/mol

b = Density Asam phosphate = 1.685 gr/ml

C = Konsentrasi asam fosfat yang digunakan = 85% (0.85)

Pembuatan larutan yang diperlukan untuk 0.2 M sebanyak 1 liter :

$$\begin{aligned} \text{Volume Asam Phosphate} &= (0.2 \text{ M} \times 1 \text{ liter} \times 98) / (0.85 \times 1.685) \\ &= 13.68 \text{ ml} \end{aligned}$$

Pembuatan larutan = 13.68 ml Asam Phosphate + Air sampai dengan 1 liter

#### 2. ASAM OKSALAT ( $H_2C_2O_4$ ) 0.2 M

Perhitungan Jumlah asam oksalat yang dibutuhkan :

$$\text{Asam Oksalat (gram)} = V1 \times M1 \times BM$$

Dimana :

BM = 126.07 g/mol (Berat Molekul)  
(1mol  $H_2C_2O_4$  = 126.07)

V1 = Volume larutan yang diinginkan (1 Liter)

M1 = Konsentrasi larutan yang diinginkan (0.2M)

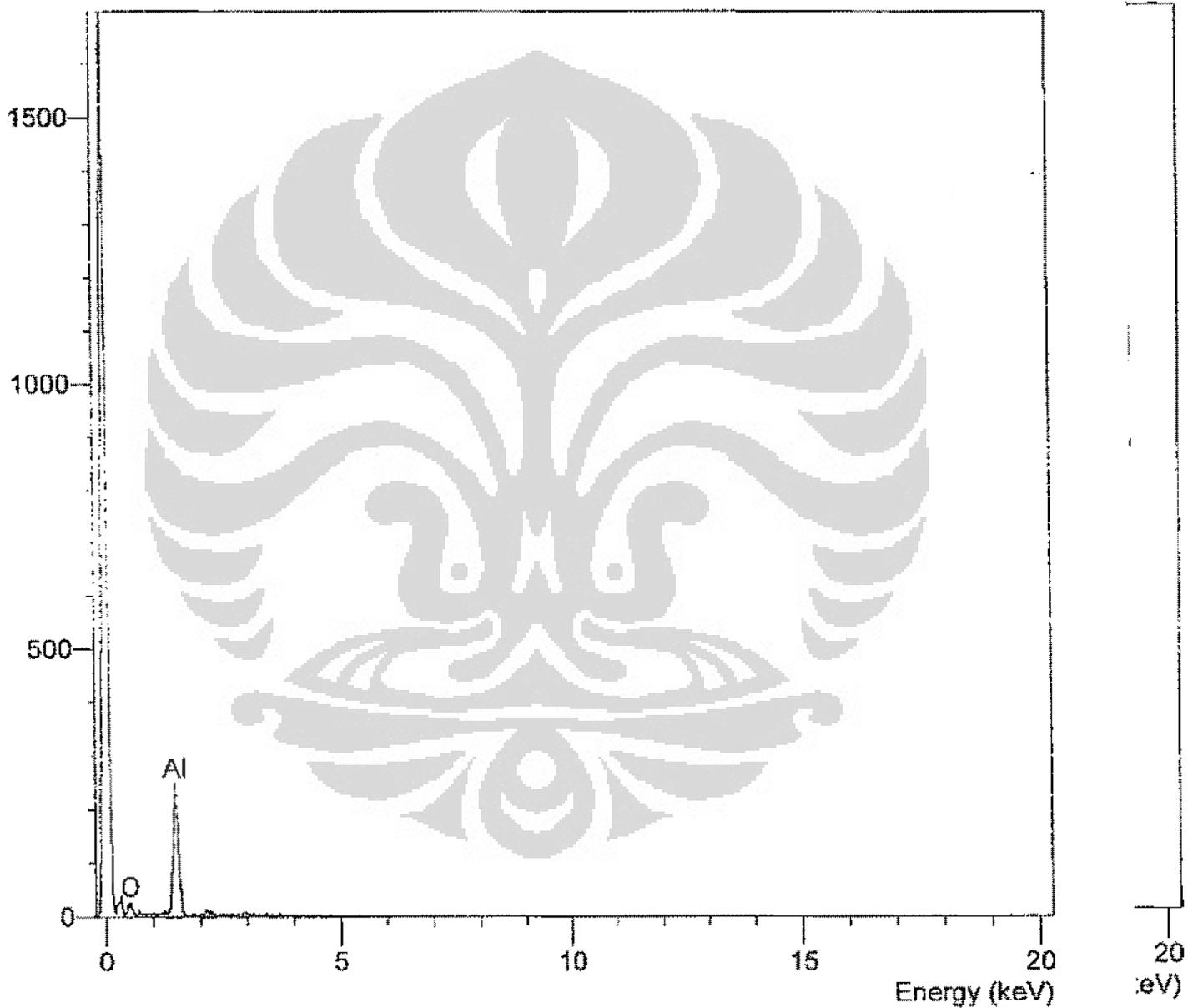
Pembuatan larutan dalam 1 liter larutan

### PEMBUATAN LARUTAN

1. Timbang Asam Oksalat = 25.124 gram
2. Masukkan kedalam baker glass dan tambahkan air sampai 1liter

Operator : Baim  
Client : Dept. Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia  
Job : Energy Dispersive X-Ray Analysis  
OP 22-10 (26/06/09 11:42)

Counts



SEMQuant results. Listed at 11:44:10 on 26/06/09  
Operator: Bain  
Client: Dept. Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia  
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis  
Spectrum label: OP 22-10

System resolution = 110 eV

Quantitative method: ZAF ( 2 iterations).  
Analysed all elements and normalised results.

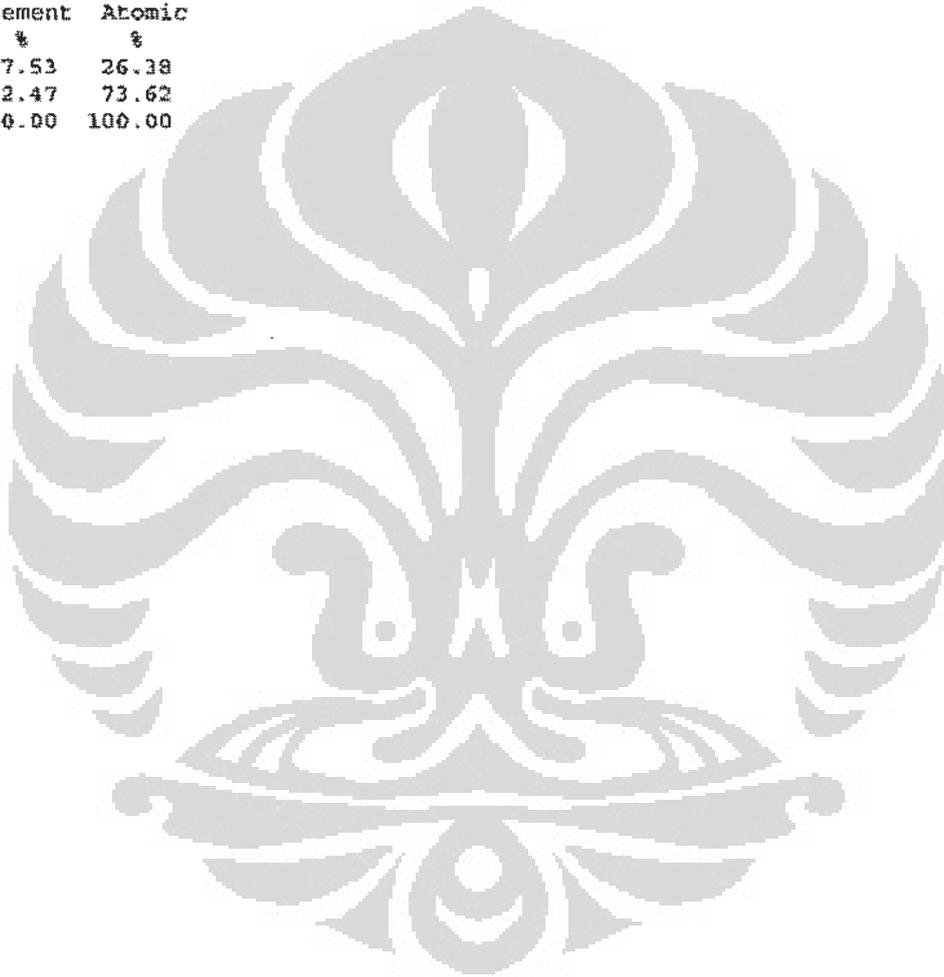
1 peak possibly omitted: 0.02 keV

Standards :

O K AL2O3 22/03/06  
Al K CeAl2 03/03/07

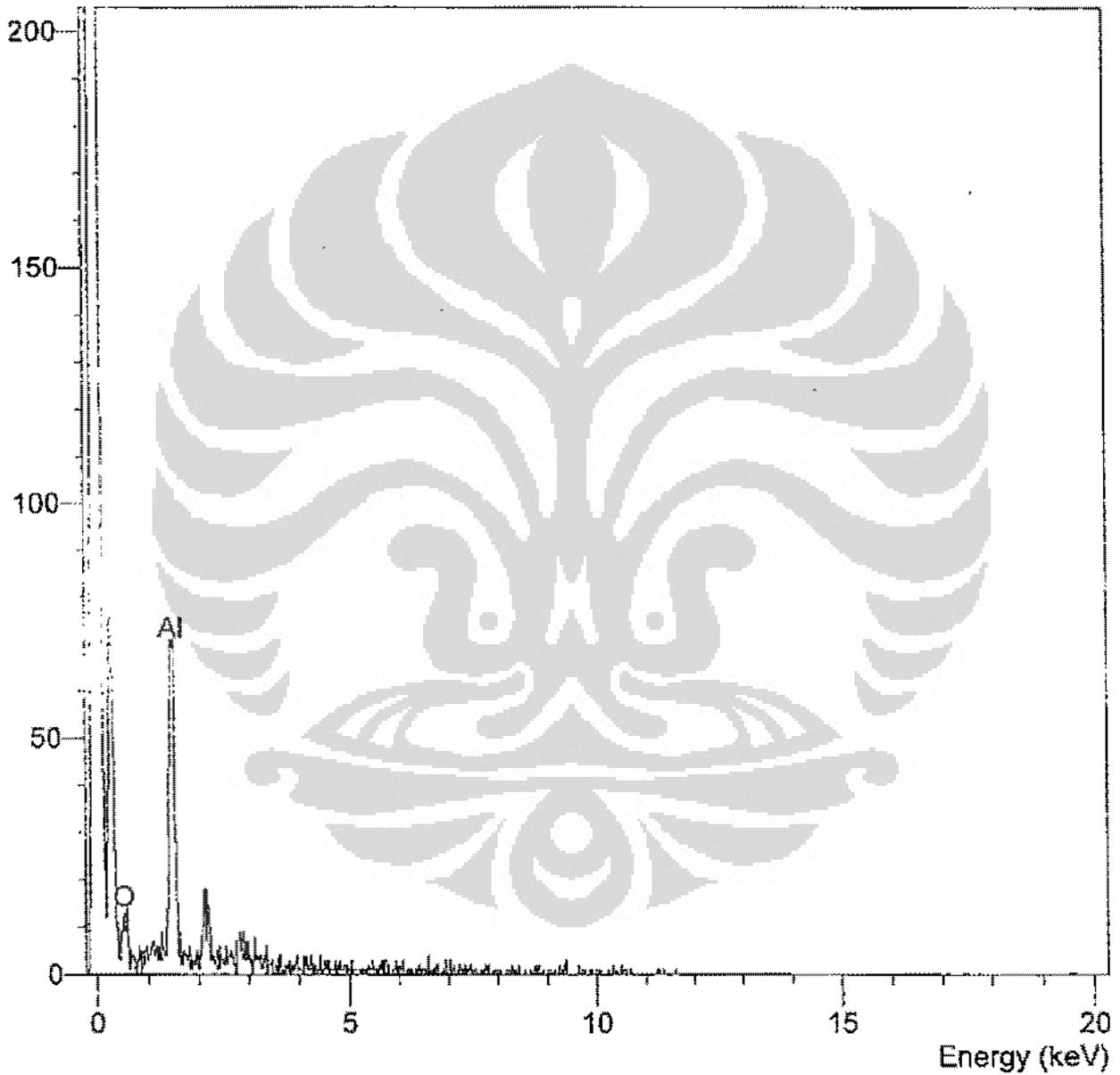
Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	17.53	26.38
Al K	ED	82.47	73.62
Total		100.00	100.00

\* = <2 Sigma



Operator : Baim  
Client : Dept. Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia  
Job : Energy Dispersive X-Ray Analysis  
OP 04-10 (26/06/09 12:01)

Counts



SEMQuant results. Listed at 12:02:43 on 26/06/09  
Operator: Baim  
Client: Dept. Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia  
Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis  
Spectrum label: OP 04-10

System resolution = 110 eV

Quantitative method: ZAF ( 1 iterations).  
Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 2.14 keV

Standards :

O K AL2O3 22/03/06  
Al K CeAl2 03/03/07

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	19.72	29.29
Al K	ED	80.28	70.71
Total		100.00	100.00

\* = <2 Sigma

