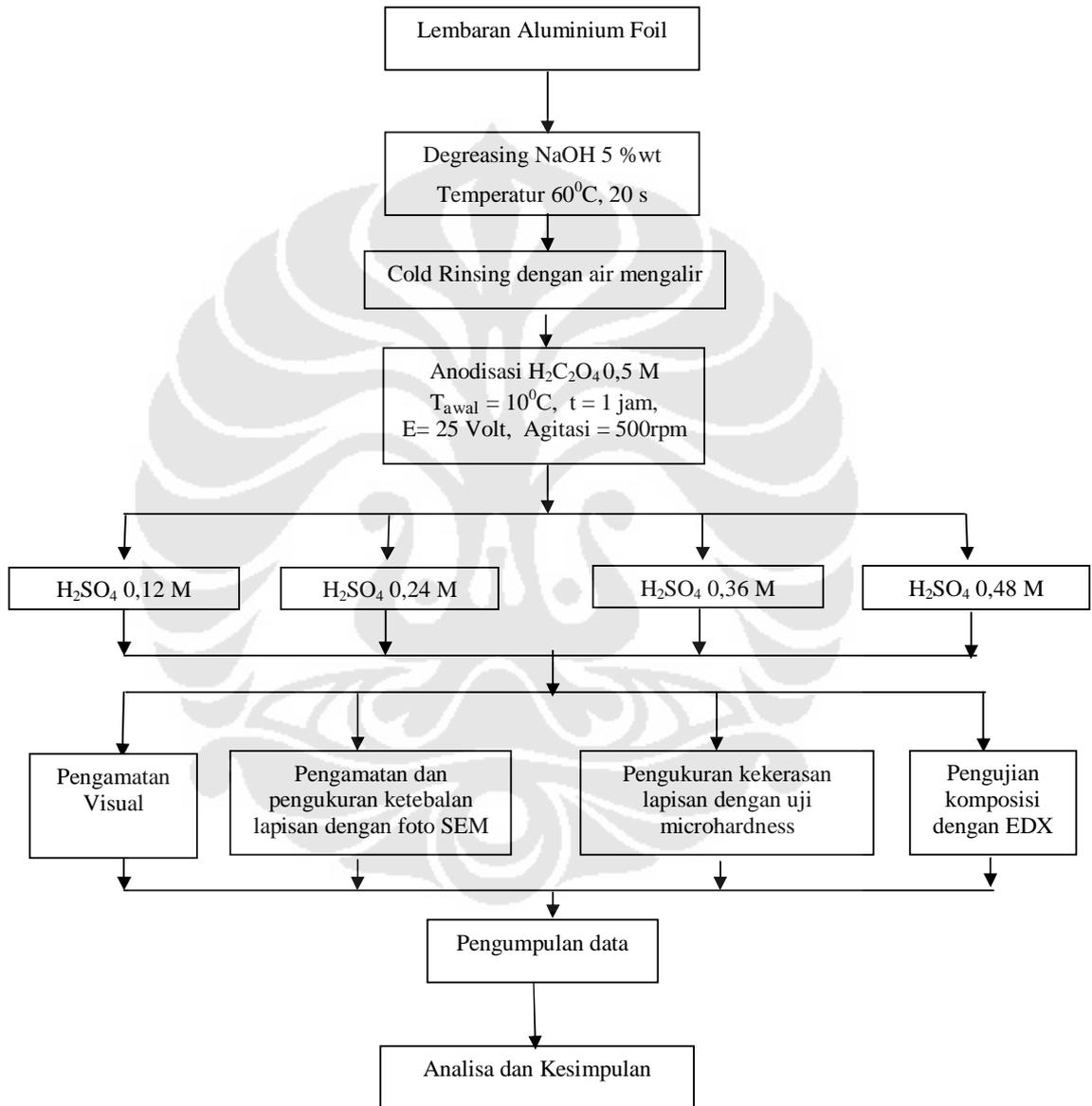


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2. ALAT DAN BAHAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Rectifier (sumber arus DC)
2. Kabel dan penjepit buaya
3. *Magnetic stirrer bar* dan *digital stirrer*
4. Multitester
5. *Beaker Glass*
6. Wadah percobaan
7. *Scanning Electron Microscope (SEM)*
8. Alat uji *microharness*
9. Termometer
10. Timbangan digital
11. Alat bantu : isolasi, *stopwatch*, *hair dryer*, tissue, sarung tangan

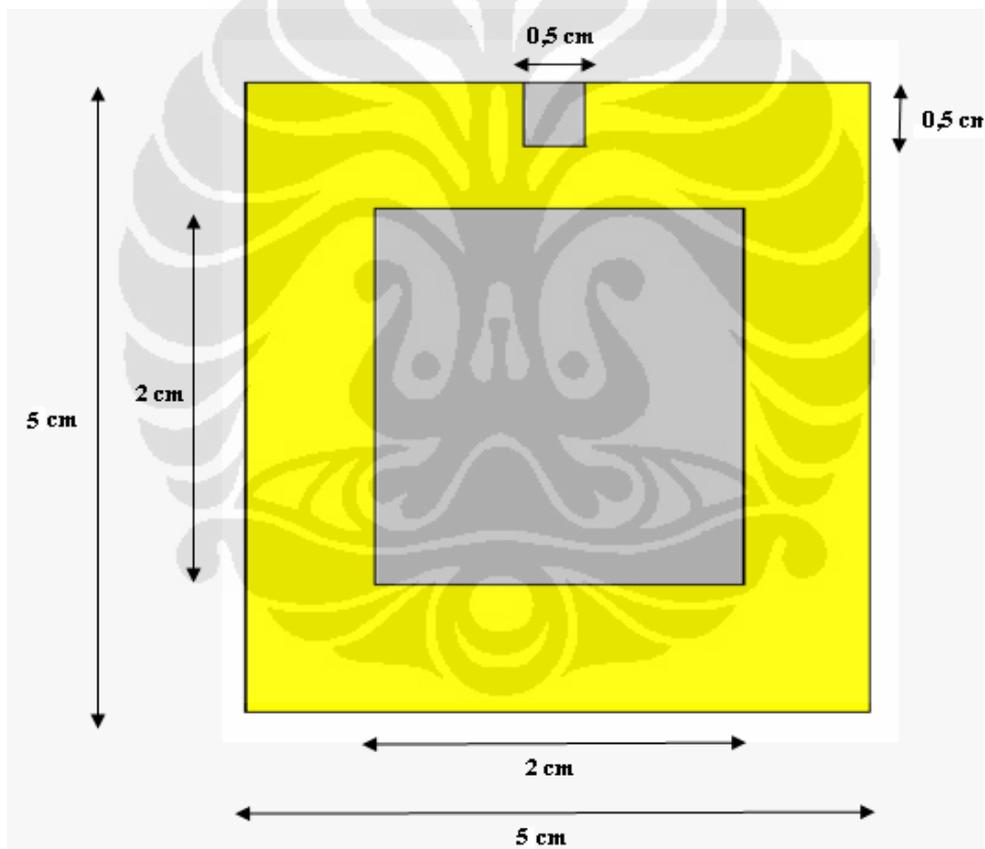
Bahan yang digunakan :

1. Sampel aluminium foil
2. Elektroda karbon
3. Larutan NaOH 5% wt
4. Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 M
5. Larutan H_2SO_4 0,12 M, 0,24 M, 0,36 M, 0,48 M
6. Es batu

3.3. PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1. Pembuatan Sampel

Pada penelitian yang dilakukan, sampel yang digunakan adalah berupa aluminium foil yang memiliki tipe 1xxx. Sampel dipotong dengan gunting, dipotong berbentuk persegi dengan ukuran permukaan 5 x 5 cm. Kemudian permukaan sampel ditutup dengan isolasi pada bagian pinggir sehingga menghasilkan permukaan yang akan dianodisasi dengan panjang 2 cm dan lebar 2 cm. Bagian atas permukaan ada yang tidak seluruhnya ditutup isolasi dengan panjang 0,5 x 0,5 cm sebagai tempat menjepit dan memberi arus pada sampel ketika dimasukkan dalam larutan elektrolit. Berikut penjelasan dengan gambar :



Gambar 3.2. Sampel percobaan anodisasi

3.3.2. Persiapan Permukaan

Proses persiapan permukaan sampel yang dilakukan adalah :

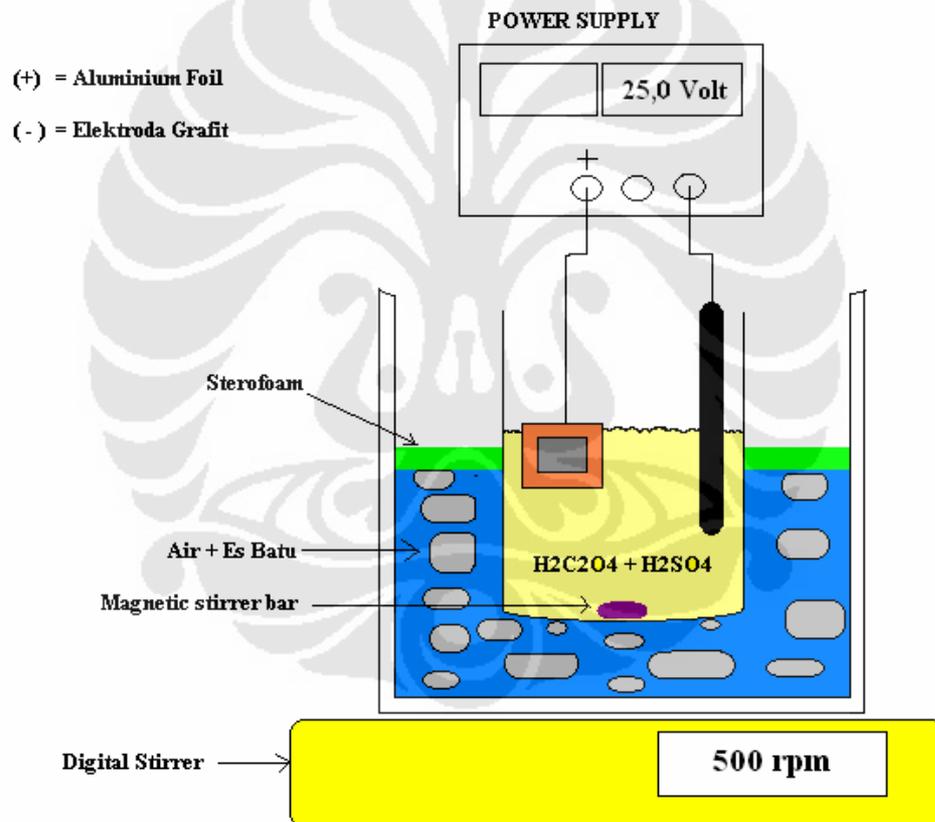
1. Penghilangan kotoran dan lemak dengan proses *degreasing* menggunakan larutan NaOH 5 % wt pada suhu 60⁰C selama 5 detik. Pada prosedur sebenarnya, *degreasing* biasa dilakukan dalam kisaran waktu 45 – 90 detik, namun dikarenakan ketebalan sampel yang sangat rendah maka *degreasing* dilakukan hanya selama 5 detik saja untuk menghindari *metal loss* yang berlebihan.
2. *Rinsing* atau pembilasan pada sampel yang dilakukan dengan membilas permukaan air yang mengalir dari keran.
3. Tahap terakhir adalah *drying* atau pengeringan sampel dengan alat *hair dryer*.

3.3.3. Proses Anodisasi

Percobaan anodisasi yang dilakukan adalah sebagai berikut ;

1. Wadah percobaan diisi dengan air dan es batu lalu ditutup dengan *sterofoam* yang telah dilubangi sebesar diameter dari beaker glass. Wadah kemudian disusun diatas alat *digital stirrer*.
2. Elektrolit untuk proses anodisasi terlebih dahulu dibuat (pada *beaker glass*) dengan mencampurkan Asam Oksalat 0,5 M dengan Asam Sulfat 0,12 M, 0,24 M, 0,36 M, dan 0,48 M lalu dilarutkan dengan menggunakan aquades kadar total elektrolit menjadi 800 ml. *Beaker glass* kemudian diletakkan di lubang *sterofoam* pada wadah percobaan dan ditunggu hingga temperatur elektrolit mencapai 10⁰C.
3. Sampel yang telah dipreparasi kemudian dijepit menggunakan penjepit mulut buaya pada bagian atas sampel kemudian dicelupkan ke dalam elektrolit. Begitupun dengan elektroda karbon dijepit menggunakan penjepit mulut buaya pada bagian atas sampel kemudian dicelupkan ke dalam elektrolit

4. Kabel yang terhubung pada sampel aluminium foil dihubungkan dengan kutub positif dari alat *rectifier*, lalu kabel yang terhubung pada elektroda karbon dihubungkan ke kutub negatif dari *rectifier*.
5. *Magnetic stirrer bar* diletakkan pada dasar *beaker glass*
6. Ketika percobaan sudah siap untuk dilakukan, digital stirrer dinyalakan dan diatur pada kecepatan 500 rpm. Kemudian digital *rectifier* dinyalakan dan diatur pada voltase sebesar 25 Volt.
7. Proses anodisasi dilakukan selama 1 jam
8. Setelah waktu percobaan selesai, sampel kemudian dibilas dengan air keran yang mengalir lalu dikeringkan dengan *hair dryer*.



Gambar 3.3. Skema rangkaian percobaan anodisasi yang dilakukan

3.3.4. Preparasi Sebelum Pengujian

Setelah proses anodisasi dilakukan, maka sampel aluminium foil tersebut dipreparasi untuk dipersiapkan sebelum pengujian.

1. *Mounting*

Sampel aluminium foil hasil anodisasi kemudian di-mounting dengan posisi mendatar / melintang, dimana bagian yang akan diamati adalah bagian samping sampel. Berikut gambar skema *mounting* sampel :



Gambar 3.4. Bentuk permukaan sampel yang akan diuji kekerasan dan ketebalan setelah di-mounting

2. Pengamplasan

Pengamplasan sampel dilakukan setelah sampel dipotong dengan alat *diamond saw*. Pengamplasan bertujuan untuk menghaluskan permukaan *mounting* dan agar ketebalan sampel bagian sampel merata. Pengamplasan dilakukan dengan grit 1200, 1500. Grit yang halus tersebut dikarenakan sampel yang digunakan tipis dan untuk menghindari kerusakan sampel.

3. *Polishing*

Mekanisme poles yang digunakan adalah *mechanical polishing* dimana bahan poles yang digunakan adalah TiO_2 .

3.4 PENGUJIAN

Pengujian hasil anodisasi yang dilakukan meliputi pengamatan visual, pengujian kekerasan, pengukuran ketebalan dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*), serta pengujian komposisi lapisan oksida hasil anodisasi dengan *Energy Dispersive X-Ray (EDX)*.

1. Pengamatan Visual

Pengamatan visual dilakukan bertujuan untuk mengamati perubahan warna permukaan sampel. Warna dasar permukaan sampel dibandingkan dengan warna sampel setelah dianodisasi sesuai dengan variabel penambahan asam sulfat yang dilakukan.

2. Pengujian kekerasan dengan alat uji *Vickers*

Pengujian Pengujian kekerasan lapisan oksida hasil anodisasi dilakukan dengan metode indentasi (*Vickers micro hardness*) sesuai standar ASTM E384-99, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*.

Sampel yang telah dilakukan pengamatan ketebalan, dilakukan beberapa penjejakan, sebanyak 5 titik dengan beban 10 gf dan jarak antar penjejakan yaitu 5 mikron dengan penjejakan awal dilakukan pada bagian ujung (mengenai lapisan oksida). Logam dasar juga dilakukan beberapa kali penjejakan secara acak untuk menghitung rentang kekerasan dan rata-ratanya.

Pengukuran jejak indentasi dengan menggunakan mikroskop yang telah terintegrasi dengan alat uji *Vickers* dengan perbesaran 400 X. Hasil indentasi berbentuk belah ketupat dengan perhitungan kekerasan :

$$HV = \frac{1854.4 P}{d^2}$$

Dimana :

P : beban penjejakan dalam gram-force (gf)

d : diagonal rata-rata penjejakan (mikrometer)



Gambar 3.5. Alat uji *microhardness* (*Vickers*)

3. Pengujian ketebalan lapisan dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)
Uji ketebalan hasil anodisasi dilakukan dengan metalografi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), dimana ukuran ketebalan diukur dengan penampang melintang sampel yang telah dimounting (sama seperti mounting untuk uji kekerasan).

4. Uji komposisi dengan EDX

Dilakukan dengan tujuan untuk melihat komposisi lapisan oksida dan bagian lainnya pada penampang melintang salah satu sampel hasil anodisasi.



Gambar 3.6. Mesin Uji SEM / EDS LEO 420i