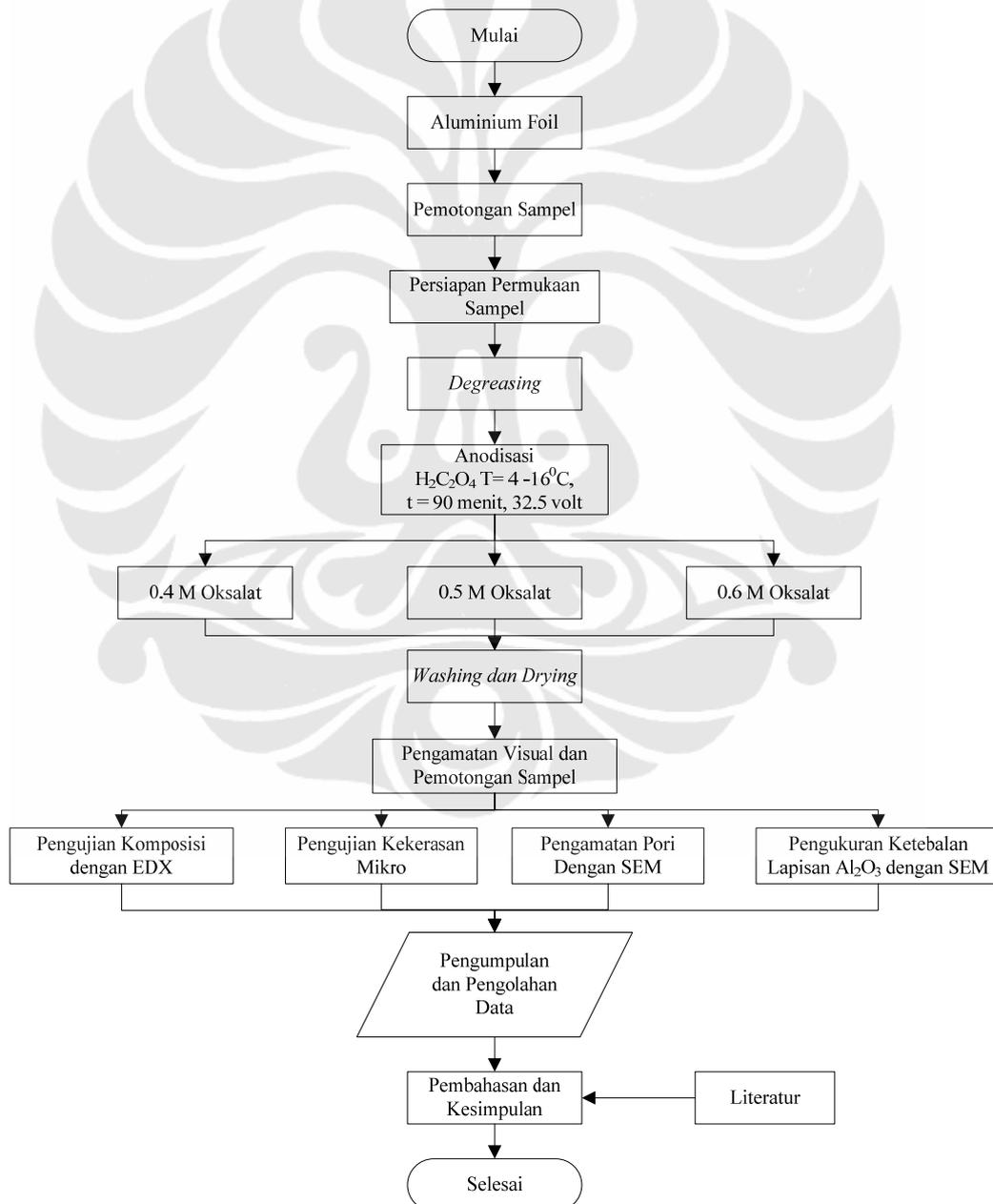


# BAB III

## METODOLOGI PENELITIAN

Untuk mendapatkan hasil penelitian yang sesuai dengan tujuan awal dan kemudahan dalam pelaksanaannya maka diperlukan metodologi dan tahapan prosedur penelitian yang sistematis.

### 3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

### 3.2 ALAT DAN BAHAN

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Kawat Tembaga
2. *Rectifier / Power supply* (sumber arus DC)
3. Kabel dan penjepit buaya
4. Multitester
5. Timbangan digital
6. Termometer
7. *Magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm
8. Heater
9. Elektroda karbon
10. *Beaker Glass*
11. *Hair dryer*
12. Mesin amplas dan poles
13. *Vickers microhardness tester*
14. Mesin SEM / EDX LEO 420i
15. Alat bantu berupa selotip, penggaris, *stopwatch*, tissue

Bahan bahan yang digunakan:

1. Aluminium foil
2. Larutan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (asam oksalat) 0.4 M, 0.5 M, 0.6 M
3. Es batu
4. Larutan NaOH 5% wt.

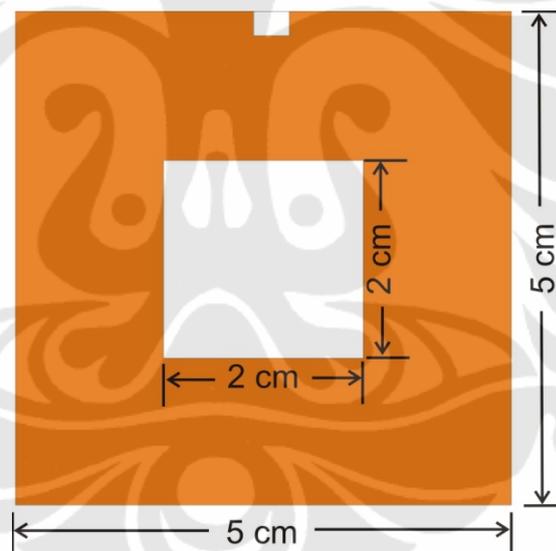
### 3.3 PROSEDUR PENELITIAN

#### 3.3.1 Pembuatan Sampel

Sampel awal yang digunakan pada penelitian ini berupa aluminium foil yang tersedia di pasaran. Aluminium foil ini merupakan sampel yang memiliki kemurnian mendekati *pure* aluminium (96.49 % Al). Kemudian lembaran aluminium ini digunting dengan ukuran 6 x 6 cm untuk kemudian ditempelkan pada kawat tembaga yang telah dibentuk sedemikian rupa sehingga menjadi persegi dengan ukuran 5 x 5 cm. Proses penempelan ini dibantu dengan

menggunakan perekat berupa selotip pada bagian belakang sampel. Pada proses pemotongan sampel dan penempelan pada kawat tembaga, diupayakan agar permukaan sampel tidak terlalu banyak mengalami gangguan berupa goresan dari benda kasar disekitarnya.

Kemudian untuk memperoleh luas permukaan anodisasi sebesar 2 x 2 cm, bagian tepi sampel ditutupi dengan selotip sehingga nantinya pada bagian tengah terdapat persegi aluminium foil yang berukuran 2 x 2 cm. Bagian belakang sampel juga seluruhnya ditutupi dengan selotip agar bagian yang bereaksi nantinya berada pada bagian depan yang tidak ditutupi saja. Sekitar 0.2 x 0.2 cm pada bagian tepi sampel juga tidak dilapisi dengan selotip agar nantinya berguna sebagai tempat menjepitkan jepitan buaya dan mengalirkan arus ke permukaan sampel (bagian ini tidak ikut dicelup ke dalam larutan elektrolit selama reaksi berlangsung).



Gambar 3.2 Sampel percobaan anodisasi

### 3.3.2 Preparasi Permukaan

Proses preparasi permukaan yang dilakukan pada penelitian ini adalah:

1. *Degreasing* dengan menggunakan larutan NaOH 5% pada temperatur larutan 60°C.
2. Pembilasan sampel pada air mengalir.
3. Pengeringan dengan menggunakan *hair dryer*.

Preparasi permukaan yang dilakukan sangat sederhana karena diasumsikan permukaan aluminium foil tidak terlalu banyak terkontaminasi oleh pengotor. Pengotor yang paling mungkin terdapat pada permukaan sampel adalah berupa lemak. Maka dari pertimbangan tersebut dipilih metode *degreasing* yang bertujuan mengikis permukaan logam, sekaligus menghilangkan lapisan lemak pada permukaan. Proses ini dilakukan dalam waktu tidak lebih dari 5 detik mengingat ukuran sampel yang digunakan sangat tipis. Kemudian dilanjutkan dengan pembilasan pada air mengalir untuk menghilangkan sisa larutan *degreasing* yang tersisa pada permukaan sampel, lalu dikeringkan.

### 3.3.3 Percobaan Anodisasi

Percobaan anodisasi dilakukan di Laboratorium Korosi dan Proteksi Logam Departemen Metalurgi dan Material FTUI. Tahapan percobaan yang dilakukan adalah:

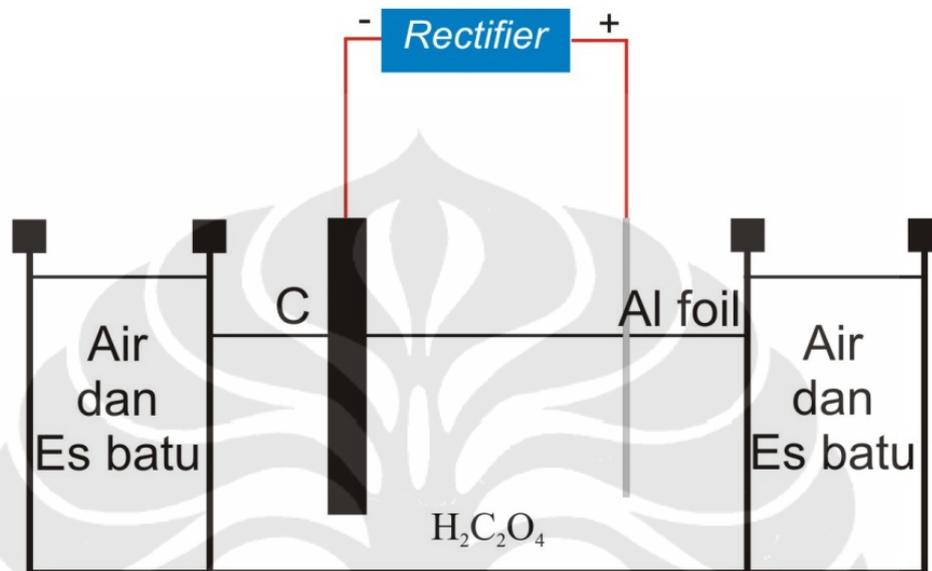
1. Menyiapkan larutan elektrolit yaitu asam oksalat ( $H_2C_2O_4$ ) sebanyak 800 ml, sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan. Pembuatan larutan ini dilakukan dengan menggunakan prinsip stoikiometri<sup>[32]</sup>.

$$M = \frac{\text{mol zat terlarut}}{\text{volume larutan}} \dots \dots \dots (3.1)$$

$$M = \frac{\text{gr}/Mr}{v \text{ larutan}} \dots \dots \dots (3.2)$$

2. Kemudian larutan pada *beaker glass* 1000 ml di celupkan pada suatu wadah kaca yang berisi air yang dicampur dengan es batu. Hal ini bertujuan agar temperatur larutan turun dan nantinya reaksi dapat berlangsung pada temperatur antara  $4^0 - 16^0C$ .
3. Sampel yang telah dipreparasi, elektroda berupa batangan karbon, larutan elektrolit, dan *rectifier* kemudian dihubungkan dan dirangkai sesuai bentuk rangkaian elektrokimia untuk anodisasi. Sampel aluminium yang berperan sebagai anoda dihubungkan dengan kutub positif dari *rectifier* sedangkan elektroda dihubungkan dengan kutub

negatif. Karbon dipilih sebagai elektroda karena bersifat inert, tidak bereaksi dengan larutan asam dan mudah diperoleh.



**Gambar 3.3** Skema rangkaian sel elektrokimia untuk proses anodisasi aluminium

4. Sampel kemudian dianodisasi pada kondisi temperatur mulai 16<sup>0</sup>C kemudian turun hingga 4<sup>0</sup>C dan kemudian naik lagi hingga temperatur akhir sekitar 10<sup>0</sup>C. Perubahan temperatur ini diamati dengan memeriksa temperatur setiap 10 menit dengan menggunakan termometer. Tegangan dijaga agar tetap konstan sebesar 32.5 volt, sedangkan arus dibiarkan dinamis mengikuti tegangan. Proses anodisasi ini dilakukan selama 90 menit.
5. Konsentrasi larutan elektrolit dijadikan variabel dengan variasi yaitu 0.4 , 0.5 M, dan 0.6 M untuk masing masing sampel.
6. Untuk menjaga homogenitas temperatur pada larutan, digunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan putar sebesar 500 rpm.
7. Arus yang mengalir pada rangkaian kemudian dihentikan setelah 90 menit, kemudian sampel diambil dari larutan elektrolit untuk kemudian langsung dibilas pada air mengalir.
8. Sampel kemudian dikeringkan dengan menggunakan *hair dryer*.

### 3.3.4 Pengamatan dan Pengujian

1. Dilakukan pengamatan awal berupa pengamatan visual dari permukaan sampel untuk melihat perubahan warna sampel setelah proses anodisasi.
2. Preparasi sampel untuk pengujian berikutnya, yaitu pengamatan ketebalan, pengujian metalografi dengan SEM dan EDX, serta pengujian kekerasan dengan menggunakan *vickers microhardness tester*. Tahapan preparasi yang dilakukan adalah:
  - a. Memotong permukaan hasil anodisasi menjadi bentuk persegi panjang dengan ukuran 1 x 2 cm.
  - b. Mounting sampel dengan penampang melintang.



**Gambar 3.4** Sampel aluminium foil hasil mounting melintang

- 
- 
- c. Amplas dengan grit 1500 dan dipoles.



**Gambar 3.5** Mesin amplas dan poles

3. Pengamatan mikrostruktur dan pengukuran ketebalan lapisan dengan SEM dan EDX. Pengujian SEM dilakukan untuk mengukur tebal lapisan oksida yang terbentuk, dan kemudian dilakukan pengujian kualitatif untuk mengetahui letak lapisan oksida dan *base metal* menggunakan EDX.



**Gambar 3.6** Alat *Scanning Electron Microscope* (SEM)

4. Pengamatan struktur pori pada permukaan dilakukan dengan menggunakan sampel berukuran 1 x 1 cm. Pengamatan dilakukan dengan menggunakan SEM dengan tingkat perbesaran tinggi. Sampel untuk pengamatan pori tidak perlu dilakukan preparasi.
5. Pengujian kekerasan dengan metode pengujian vickers sesuai standar ASTM E 384- 99, *Standart Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, dengan *Vickers microhardness tester* Futuretech 700.



**Gambar 3.7** Vickers microhardness tester