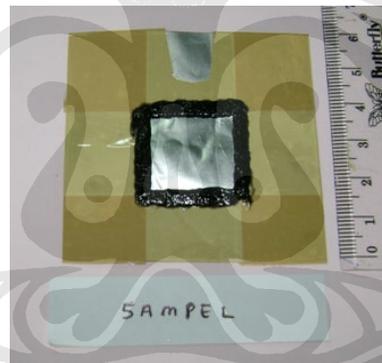


BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. PENGAMATAN VISUAL

Berdasarkan pengamatan visual, terdapat perbedaan warna sampel dari proses anodisasi pada temperatur 10 °C, 20 °C, dan 30 °C. Warna berturut-turut berubah dari abu-abu terang menjadi abu-abu gelap. Perubahan warna disebabkan terjadinya pembentukan lapisan oksida Al_2O_3 selama proses anodisasi. Semakin tebal lapisan oksida yang terbentuk menyebabkan pemantulan cahaya semakin rendah. Semakin rendah pemantulan cahaya menyebabkan warna semakin gelap.



Gambar 4.1. Foto sampel sebelum proses anodisasi



Gambar 4.2. Foto sampel setelah proses anodisasi pada temperatur 10 °C



Gambar 4.3. Foto sampel setelah proses anodisasi pada temperatur 20 °C



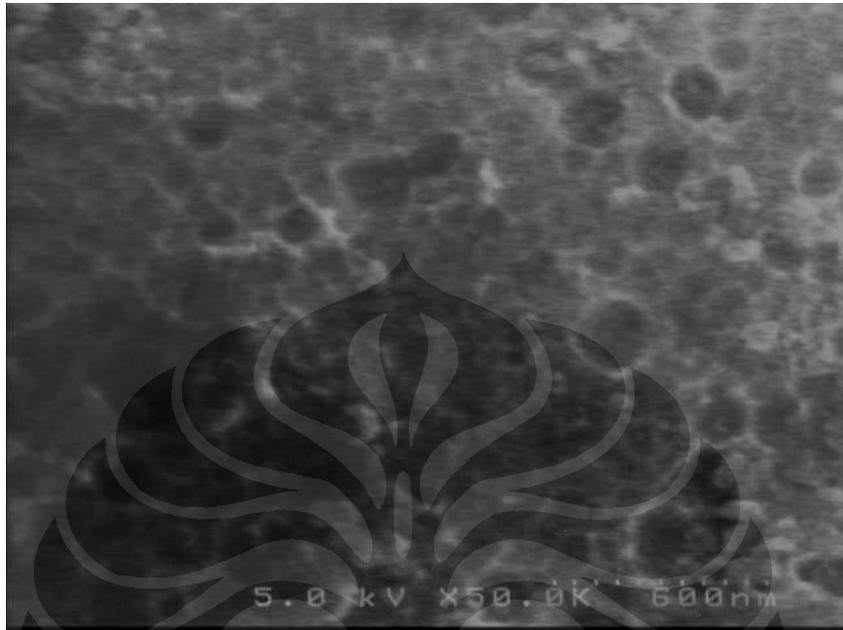
Gambar 4.4. Foto sampel setelah proses anodisasi pada temperatur 30 °C

4.2. PENGAMATAN DIAMETER PORI

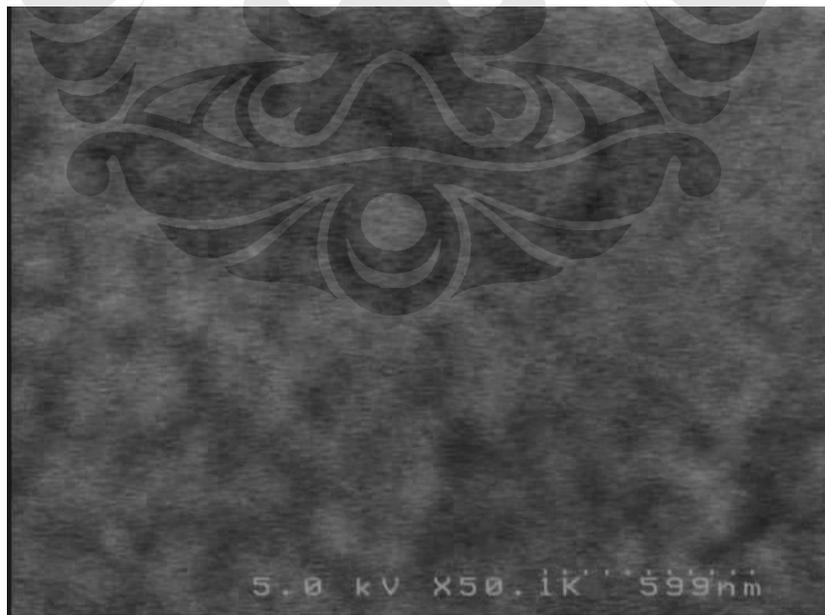
Pengujian dilanjutkan dengan pengamatan diameter pori. Pengamatan dilakukan dengan alat FESEM (*field emission scanning electron microscope*) Hitachi di Universitas Kagoshima, Jepang. Perbesaran yang digunakan dalam pengambilan gambar tersebut mencapai 300.000 kali. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa pembentukan pori hanya terjadi pada kondisi temperatur 30 °C. Diameter pori rata-rata pada kondisi tersebut adalah 25 nm. Tingkat keteraturan pori dapat dikategorikan pada tipe *near-ordered* dimana pori tersusun kurang teratur.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa pada kondisi 10 °C dan 20 °C lapisan oksida yang terbentuk masih dalam tahap pembentukan lapisan *barrier*. Dengan kata lain pembentukan pori yang melibatkan mekanisme pelarutan belum terjadi.

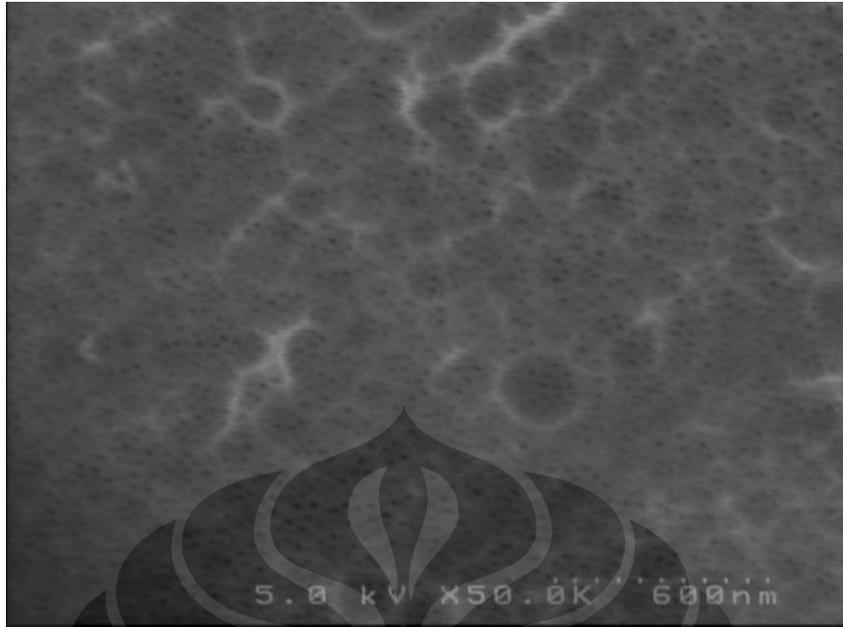
Hal ini juga menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur akan menyebabkan semakin cepat reaksi pelarutan oksida.



Gambar 4.5. Foto FESEM temperatur 10 °C dengan perbesaran 50.000 kali



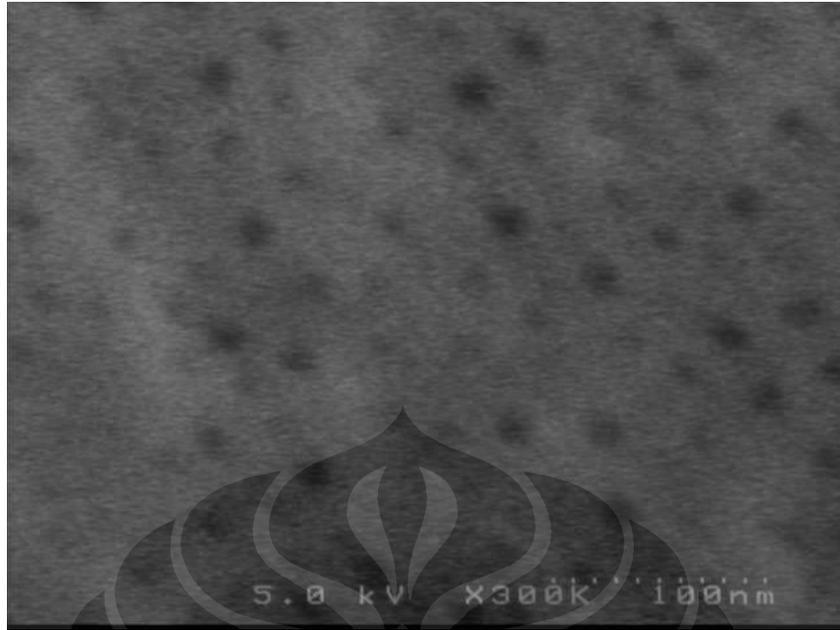
Gambar 4.6. Foto FESEM temperatur 20 °C dengan perbesaran 50.000 kali



Gambar 4.7. Foto FESEM temperatur 30 °C dengan perbesaran 50.000 kali



Gambar 4.8. Foto FESEM temperatur 30 °C dengan perbesaran 100.000 kali



Gambar 4.9. Foto FESEM temperatur 30 °C dengan perbesaran 300.000 kali

Tabel 4.1. Pembentukan pori pada temperatur yang berbeda

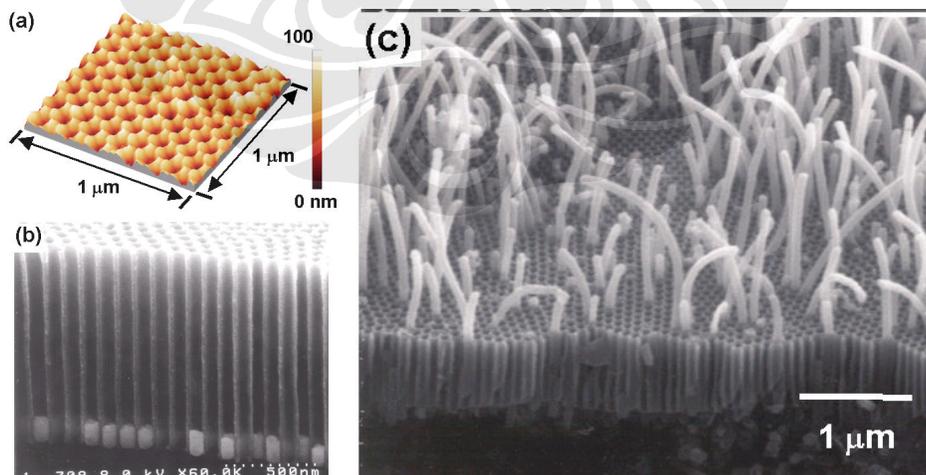
Temperatur anodisasi	Diameter pori rata-rata	Keterangan
10 °C	-	Tidak terbentuk <i>nano porous</i>
20 °C	-	Tidak terbentuk <i>nano porous</i>
30 °C	25 nm	Terbentuk <i>nano porous near-ordered</i>

Proses anodisasi untuk menghasilkan pori dengan keteraturan yang tinggi biasanya dilakukan pada larutan asam oksalat karena asam oksalat mempunyai sifat korosi yang rendah. Hal tersebut telah dibuktikan oleh Masuda dan Fukuda [10] yang memperkenalkan metode *two-step anodization* tahun 1995. Pada proses anodisasi tersebut Masuda dan Fukuda menggunakan larutan asam oksalat 0,3 M sebagai elektrolit, temperatur 0 °C dan tegangan 40 volt pada metode *two-step anodization*. Namun penggunaan asam oksalat 0,3 M sebagai elektrolit membawa konsekuensi pada waktu anodisasi yang dibutuhkan. Anodisasi yang dilakukan

pada kondisi tersebut membutuhkan waktu yang lama. Masuda dan Fukuda membutuhkan waktu 160 jam untuk menghasilkan AAO dengan keteraturan yang tinggi.

Penggunaan asam oksalat 0,3 M dan tegangan 40 volt dengan metode *two-step anodization* tersebut diikuti oleh Jim Hoon Kim [29] dan timnya tahun 2004 untuk memperoleh AAO dengan keteraturan tinggi. Namun Jim Hoon Kim dan timnya mencoba kondisi tersebut pada temperatur yang lebih tinggi. Tim tersebut mencoba proses anodisasi pada temperatur 10 °C atau 10 °C lebih tinggi daripada percobaan Masuda dan Fukuda sebelumnya. Hasil percobaan menunjukkan bahwa Jim Hoon Kim dan timnya tetap dapat membuat AAO dengan keteraturan tinggi dengan total waktu anodisasi yang lebih singkat yaitu 18 jam.

Kondisi larutan asam oksalat 0,3 M dan tegangan 40 volt kembali digunakan oleh Soo Hwan Jeong dan Kun Hong Lee [30] untuk membuat AAO yang akan digunakan sebagai *template* untuk fabrikasi *carbon nanotube*. Tim tersebut menggunakan temperatur yang lebih tinggi yaitu 15 °C. Dengan kenaikan temperatur tersebut Soo Hwan Jeong dan Kun Hong Lee membutuhkan waktu anodisasi 12 jam dan masih dapat membuat AAO dengan keteraturan yang tinggi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa *template* yang dihasilkan dari proses tersebut dapat digunakan untuk fabrikasi *carbon nanotube*.



Gambar 4.10. AAO dan *carbon nanotube* hasil penelitian Soo Hwan Jeong dan Kun Hong Lee. (a) foto AFM dari permukaan AAO, (b) foto SEM katalis Co di dasar AAO, (c) *carbon nanotube* yang tumbuh dari AAO [30]

Dari beberapa penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa penurunan waktu anodisasi dapat dikompensasi dengan kenaikan temperatur. Hal tersebut dibuktikan dengan terbentuknya AAO dengan keteraturan tinggi dengan kenaikan temperatur walaupun waktu anodisasi diturunkan.

Usaha lain yang dilakukan untuk mengurangi waktu anodisasi adalah dengan mengganti larutan asam oksalat dengan larutan lain seperti asam sulfat atau asam fosfat. Tetapi jenis asam yang berbeda membutuhkan tegangan yang berbeda pula untuk mendapatkan AAO dengan keteraturan yang tinggi [31]. Sehingga untuk mendapatkan AAO dengan keteraturan yang tinggi, tegangan yang digunakan dalam proses anodisasi perlu disesuaikan untuk jenis larutan yang berbeda. Asam sulfat membutuhkan tegangan 25-27 volt untuk mendapatkan AAO dengan keteraturan tinggi. Asam oksalat membutuhkan 40 volt, sedangkan asam fosfat membutuhkan 195 volt. Penggunaan tegangan yang berbeda akan menyebabkan perbedaan diameter pori yang dihasilkan. Semakin tinggi tegangan yang digunakan maka diameter pori akan semakin besar.

Tabel 4.2. Perbedaan tegangan dan diameter pori dari perbedaan jenis larutan asam [31]

Acid/voltage	Hole diameter (nm)	Cell diameter (nm)
H ₂ SO ₄ /25–27 V	>13	50–60
(COOH) ₂ /40 V	>25	90
H ₃ PO ₄ /195 V	>200	500

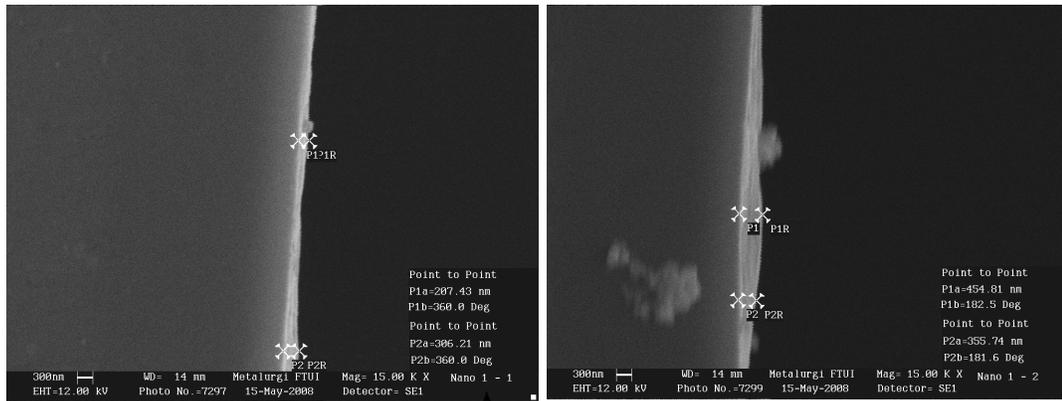
Allen Bai [26] dan timnya pernah melakukan penelitian serupa untuk mengetahui variabel-variabel yang paling berpengaruh terhadap kontrol diameter pori. Penelitian tersebut menggunakan larutan elektrolit campuran asam sulfat (3,5-5 M) dan asam oksalat (0,2-0,5 M) tegangan 40-60 volt, dan temperatur 0-15 °C. Dalam penelitian tersebut, Allen Bai dan timnya telah berhasil melakukan sintesa AAO dengan keteraturan pori yang tinggi. Penelitian tersebut menyimpulkan bahwa konsentrasi asam sulfat dan tegangan mempunyai peranan yang dominan dalam kontrol diameter pori.

Dalam penelitian tersebut, Allen Bai telah menggunakan waktu yang singkat yaitu 30 menit. Namun pembuatan AAO tersebut masih dilakukan pada kondisi temperatur rendah dan tegangan tinggi. Penggunaan kondisi tegangan rendah akan lebih menguntungkan secara ekonomi bila dapat dilakukan untuk menghasilkan AAO dengan keteraturan tinggi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini penulis mencoba untuk mengurangi tegangan anodisasi. Penurunan tegangan akan dikompensasi oleh kenaikan temperatur anodisasi seperti yang telah dilakukan oleh Jim Hoon Kim dan timnya serta Soo Hwan Jeong dan timnya dalam mengkompensasi penurunan waktu anodisasi dengan kenaikan temperatur anodisasi.

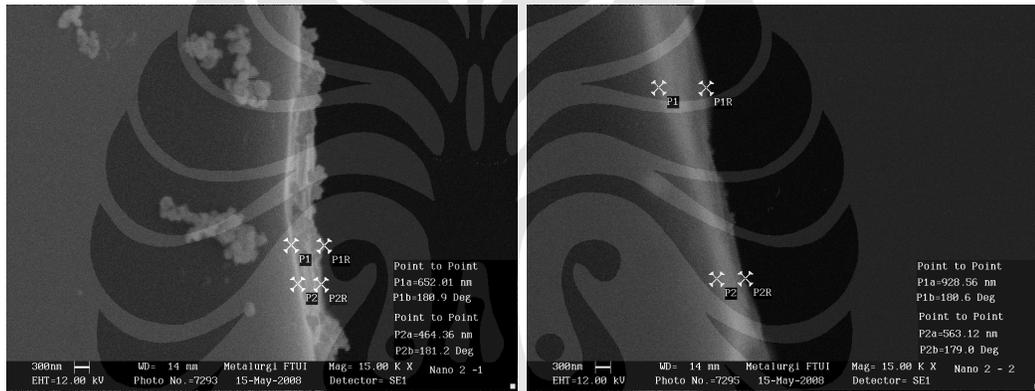
Dari penelitian yang penulis lakukan AAO dengan keteraturan *near-ordered* telah dihasilkan pada kondisi temperatur 30 °C dan tegangan 15 volt. Dengan kata lain AAO dengan keteraturan tinggi belum dapat dihasilkan pada kondisi temperatur tinggi dan tegangan rendah. Oleh karena itu, dari hasil perbandingan dengan penelitian yang dilakukan oleh Allen Bai dan timnya dapat disimpulkan bahwa penggunaan tegangan yang rendah belum bisa dikompensasi dengan penggunaan temperatur yang lebih tinggi untuk mendapatkan keteraturan pori yang tinggi.

4.3. PENGAMATAN KETEBALAN LAPISAN OKSIDA

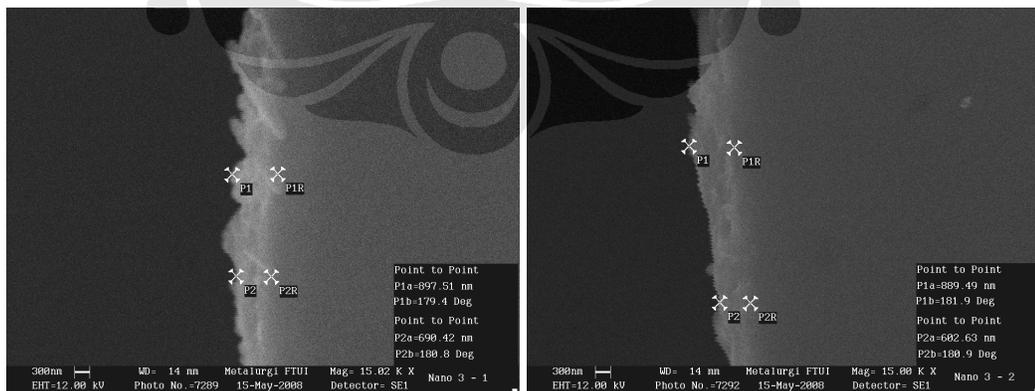
Pengujian ketebalan oksida dalam penelitian ini menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur menyebabkan kenaikan ketebalan rata-rata oksida AAO. Ketebalan lapisan oksida mengalami kenaikan berturut-turut 351 nm, 652 nm, dan 770 nm pada temperatur 10 °C, 20 °C, dan 30 °C. Berdasarkan spesifikasi MIL-A-8625, anodisasi pada suhu rendah akan menghasilkan lapisan oksida dengan kekerasan tinggi. Dengan demikian, proses anodisasi pada suhu yang lebih tinggi akan menghasilkan kekerasan yang lebih rendah.



Gambar 4.11. Foto SEM ketebalan oksida pada temperatur 10 °C



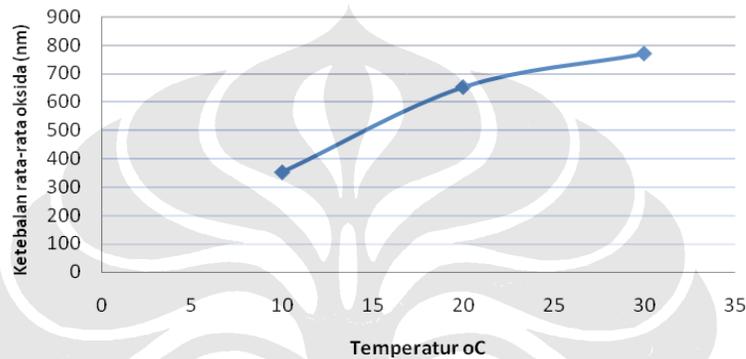
Gambar 4.12. Foto SEM ketebalan oksida pada temperatur 20 °C



Gambar 4.13. Foto SEM ketebalan oksida pada temperatur 30 °C

Tabel 4.3. Hasil pengukuran ketebalan oksida pada temperatur yang berbeda

Temperatur anosisasi	i	ii	iii	iv	Rata-rata (nm)
10 °C	207,43	386,21	454,81	355,74	351
20 °C	652,01	464,36	928,56	563,12	652
30 °C	897,51	690,42	889,48	602,63	770



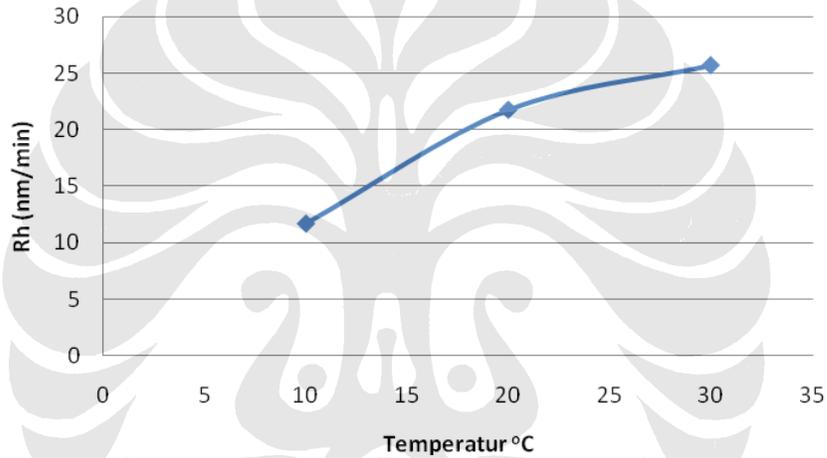
Gambar 4.14. Grafik peningkatan ketebalan rata-rata oksida

G.D. Sulka dan K.G. Parkola [32] pernah melakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap pembentukan struktur AAO dalam larutan asam sulfat. G.D. Sulka dan timnya melakukan proses anodisasi terhadap lembaran aluminium foil dalam larutan asam sulfat 20 % dengan range temperatur antara -8 sampai 10 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kenaikan temperatur akan menyebabkan peningkatan ketebalan oksida aluminium.

Władysław Skoneczny, Jan Jurusik, dan Andrzej Burian [33] juga telah melakukan penelitian untuk mengetahui sifat permukaan lapisan alumina menggunakan *atomic force microscopy* (AFM). Wladyslaw dan timnya melakukan proses anodisasi pada campuran larutan asam sulfat, adipic, dan oksalat (SAO), pada kondisi temperatur 20-40 °C. Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa ketebalan lapisan oksida akan meningkat dengan peningkatan temperatur dan rapat arus.

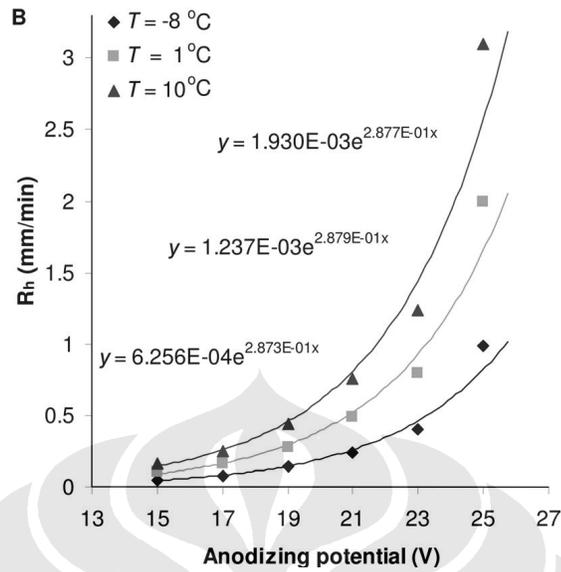
Penelitian tersebut menghasilkan kesimpulan yang sama dengan penelitian ini untuk ketebalan oksida dimana kenaikan temperatur akan menyebabkan kenaikan ketebalan lapisan oksida.

Adanya kenaikan ketebalan lapisan oksida tersebut dipicu oleh kenaikan kecepatan pembentukan lapisan oksida aluminium pada temperatur yang lebih tinggi. Kecepatan pembentukan oksida pada tegangan 15 volt dalam penelitian ini mengalami peningkatan yaitu 11,7 nm/min, 21,7 nm/min, dan 25,7 nm/min masing-masing untuk kenaikan temperatur 10 °C, 20 °C, dan 30 °C. Kondisi ini dapat digambarkan dalam sebuah grafik R_h vs temperatur.



Gambar 4.15. Grafik pengaruh temperatur (T) pada kecepatan pembentukan lapisan oksida (R_h)

G.D. Sulka [24] menggambarkan kondisi tersebut dalam sebuah grafik R_h vs tegangan yang didapat dari hasil percobaan. Percobaan tersebut dilakukan pada proses anodisasi dalam larutan asam sulfat 2,4 M pada temperatur -8 °C, 1 °C, dan 10 °C. Hasil percobaan menunjukkan bahwa kecepatan pembentukan lapisan oksida (R_h) juga mengalami kenaikan dengan kenaikan temperatur. Grafik tersebut juga menggambarkan bahwa percepatan pembentukan lapisan oksida terjadi dengan peningkatan temperatur.



Gambar 4.16. Grafik pengaruh tegangan (V) dan temperatur (T) pada kecepatan pembentukan lapisan oksida (R_h) [24]

4.3 PENGUJIAN KOMPOSISI LAPISAN OKSIDA

Pengujian terakhir adalah pengujian komposisi menggunakan EDX. Pengujian ini dilakukan untuk membuktikan pembentukan oksida aluminium pada lapisan permukaan. Hasil pengujian pada semua temperatur menunjukkan bahwa kadar O mencapai lebih dari 46%. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa lapisan permukaan tersebut adalah lapisan oksida aluminium.

Tabel 4.4. Komposisi oksida temperatur 10 °C hasil EDX

Unsur	Komposisi (%)
C	0,49
O	47
Al	46,56
S	5,95

Tabel 4.5. Komposisi oksida temperatur 20 °C hasil EDX

Unsur	Komposisi (%)
C	0,58
O	48,98
Al	43,49
S	6,95

Tabel 4.6. Komposisi oksida temperatur 30 °C hasil EDX

Unsur	Komposisi (%)
C	0,62
O	48,83
Al	43,68
S	6,88

