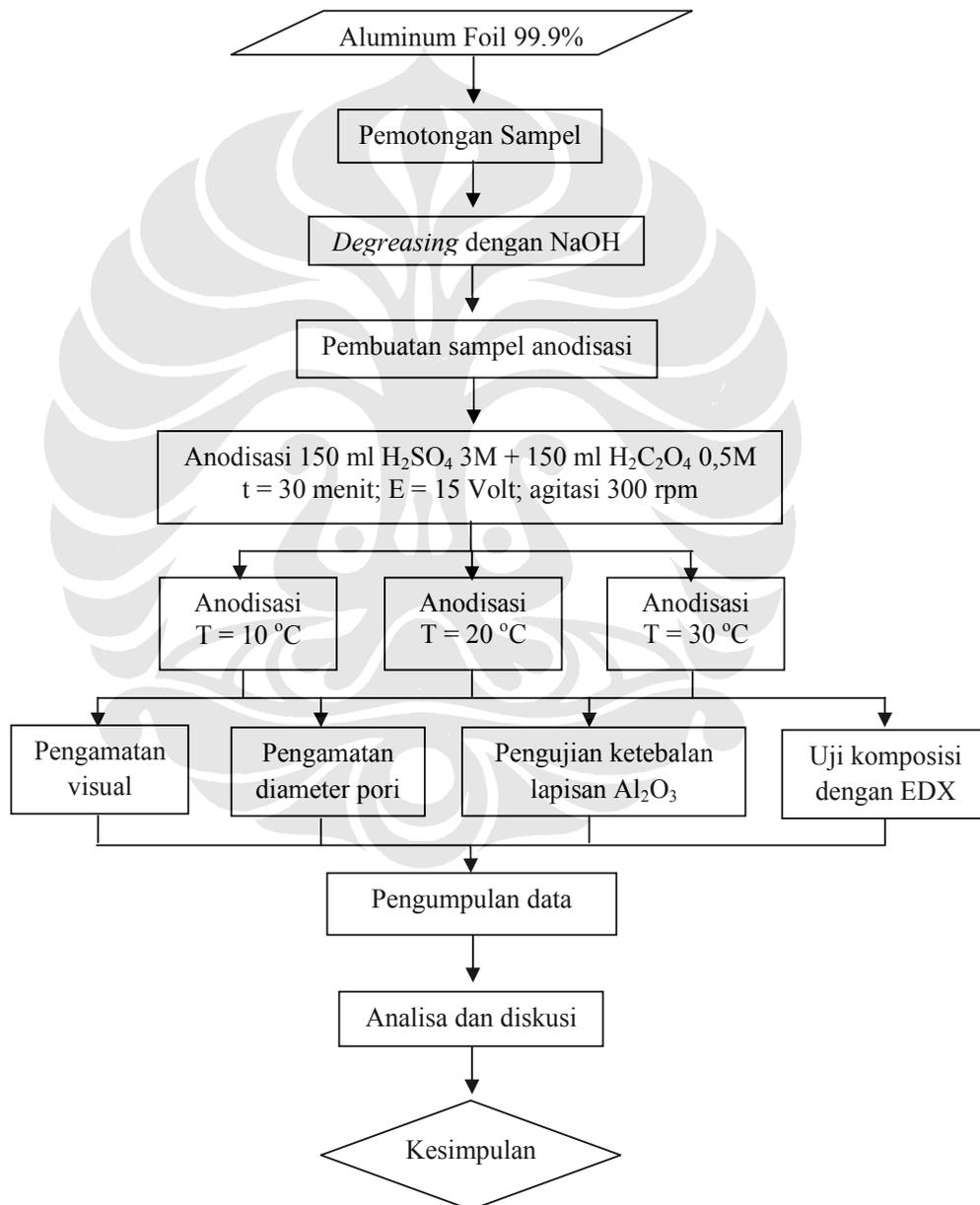


BAB III

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* (DC)
2. Kabel dan penjepit buaya
3. *Magnetic stirrer* 300 rpm
4. *Multitester*
5. Timbangan digital
6. Mesin amplas dan poles
7. Beaker glass
8. Spatula
9. Termometer
10. *Tupperware*
11. Peralatan tambahan: gunting, isolasi, penggaris, *stop watch*, *hair dryer*, tissue, kamera

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Aluminium foil
2. Logam timbal
3. Es batu
4. Aquades
5. Larutan NaOH 3M
6. Larutan H₂SO₄ 3M
7. Larutan H₂C₂O₄ 0,5M
8. Resin dan *hardener*
9. Sealen

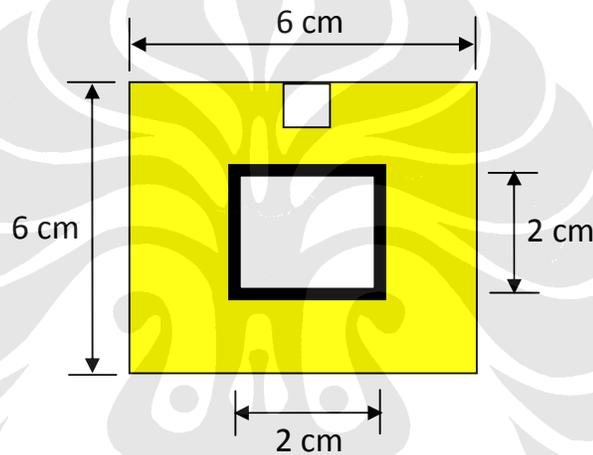
3.3 PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1 Pembuatan Sampel

Sampel anodisasi dibuat dengan memotong lembaran aluminium foil kemurnian tinggi dengan ukuran 60 mm x 60 mm x 0,05 mm. Aluminium foil tersebut dipotong dengan gunting. Setelah mendapatkan potongan bagian dengan

ukuran yang diinginkan, dilakukan proses perlakuan permukaan pada aluminum foil.

Langkah selanjutnya adalah menentukan luas daerah anodisasi. Dalam penelitian ini luas daerah anodisasi yang dipakai adalah sebesar 2 cm x 2 cm. Daerah yang berada di luar daerah anodisasi ditutup dengan isolasi. Selain itu, dibuat juga daerah terbuka secukupnya sebagai tempat untuk memasang penjepit dari kutub positif *power supply*. Sealen digunakan pada batas isolasi dan daerah anodisasi untuk menjaga agar larutan elektrolit tidak meresap kedalam daerah isolasi.



Gambar 3.2. Sampel percobaan anodisasi

3.3.2 Preparasi Permukaan

Pemakaian aluminum foil sebagai bahan penelitian akan memudahkan proses preparasi permukaan. Preparasi permukaan dilakukan tanpa melibatkan proses pengamplasan. Setelah mendapatkan potongan bagian, sampel potongan aluminium foil direndam kedalam larutan 3.0 M NaOH hingga timbul gelembung udara [20]. Proses perendaman di dalam larutan tersebut memerlukan waktu yang singkat yaitu sekitar 4 detik. Perendaman tersebut dilakukan untuk menghilangkan kotoran dan lemak pada sampel aluminium foil. Selanjutnya sampel aluminium foil dibilas dengan air yang mengalir untuk menghilangkan larutan NaOH pada sampel. Setelah itu, sampel dikeringkan untuk selanjutnya dilakukan proses isolasi.

3.3.3 Percobaan Anodisasi

Percobaan anodisasi pada penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menyiapkan larutan campuran larutan 150 ml H_2SO_4 3 M dan 150 ml $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 M.

Pembuatan larutan 150 ml H_2SO_4 3 M dilakukan berdasarkan rumus kimia:

$$M = \frac{\rho \cdot \% \cdot V}{Mr} \dots\dots\dots 3.1$$

dan

$$M_1 V_1 = M_2 V_2 \dots\dots\dots 3.2$$

Dimana:

ρ = berat jenis larutan

% = konsentrasi zat dalam larutan

Mr = berat molekul

M = Molaritas larutan

V = volume larutan

Sedangkan pembuatan 150 ml $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 M dilakukan berdasarkan rumus kimia:

$$gr = M \cdot V \cdot Mr \dots\dots\dots 3.3$$

Dimana:

gr = berat (oksalat)

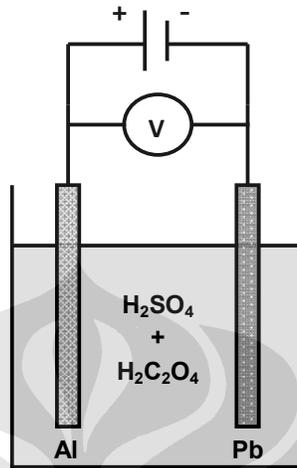
M = molaritas larutan

V = volume larutan

Mr = berat molekul

2. 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 3.3. Rangkaian sel anodisasi penelitian [22]

3. Menyiapkan kondisi temperatur larutan pertama yaitu $10\text{ }^\circ\text{C}$. Preparasi dilakukan dengan memasukkan es batu kedalam *tupperware* lalu memasukkan beaker glass ukuran 300 ml yang berisi larutan anodisasi ke dalam *tupperware* tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan termometer.
4. Sampel dianodisasi pada tegangan 15 Volt dengan kecepatan *magnetic stirrer* sebesar 300 rpm pada temperatur $10\text{ }^\circ\text{C}$.
5. Proses anodisasi dihentikan setelah 30 menit lalu sampel dibilas dengan air mengalir.
6. Mengeringkan sampel menggunakan tissue dan hair dryer.
7. Menyiapkan kondisi temperatur larutan kedua yaitu $20\text{ }^\circ\text{C}$. Preparasi dilakukan dengan memasukkan air dingin ($< 20\text{ }^\circ\text{C}$) dari es yang telah mencair kedalam *tupperware* lalu memasukkan beaker glass ke dalam *tupperware* tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan termometer.
8. Mengulangi tahapan proses seperti nomor 4, 5, dan 6.

9. Menyiapkan kondisi temperatur larutan ketiga yaitu 30 °C. Preparasi dilakukan dengan memasukkan air bersuhu 30 °C kedalam *tupperware* lalu memasukkan beaker glass ke dalam *tupperware* tersebut. Kontrol temperatur dilakukan menggunakan termometer.
10. Mengulangi tahapan proses seperti nomor 4, 5, dan 6.
11. Menyimpan sampel pertama, kedua dan ketiga di tempat yang kering dan aman.

3.3.4 Pengamatan dan Pengujian

1. Pengamatan visual
Pengujian visual dilakukan dengan melihat perbedaan secara makroskopis terhadap sampel sebelum dan sesudah proses anodisasi.
2. Pengamatan diameter pori
Pengamatan diameter pori dilakukan dengan alat *field-emission scanning electron microscope* (FESEM, Hitachi S-4800, Japan) dengan perbesaran hingga 300.000 kali.
3. Pengujian ketebalan lapisan oksida
Pengujian ketebalan ini mempunyai beberapa tahapan:
 - a. Memotong sebagian kecil sampel hasil anodisasi
 - b. Mounting dengan penampang melintang
 - c. Melakukan pengamplasan
 - d. Melakukan pemolesan
 - e. Melakukan pengamatan menggunakan alat SEM dengan perbesaran 15.000 kali
4. Pengujian komposisi oksida
Uji komposisi oksida dilakukan menggunakan EDX. Detektor yang digunakan adalah *back scattered electron*.