

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Metode Penelitian

Dalam penelitian ini digunakan metode eksperimental sebenarnya dimana dengan secara langsung meneliti pada objek yang bertujuan untuk mengetahui efek variasi tegangan listrik terhadap laju korosi pada hasil *hard anodizing*.

#### 3.2. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan 5 Juni – 12 November 2013. tempat pelaksanaan penelitian yaitu Laboratorium Pengujian Bahan, Jurusan Teknik Mesin, Universitas Brawijaya.

#### 3.3. Variabel Penelitian

Terdapat tiga variabel dalam penelitian ini, yaitu variabel bebas, variabel terikat, dan variabel terkontrol. Adapun penjelasan lebih lanjut tentang ketiga variabel akan di jelaskan di bawah.

##### 3.3.1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang mempengaruhi nilai variabel yang terikat, yang besarnya di tentukan oleh peneliti dan harganya divariasikan yang mana ditujukan untuk mendapatkan hubungan antara variabel bebas dan variabel terikat dari objek penelitian. Variabel bebas dari penelitian ini adalah variasi tegangan listrik: 15 Volt ,20 Volt ,25 Volt ,dan 30 Volt

##### 3.3.2. Variabel Terikat

Variabel terikat merupakan variabel yang besarnya tergantung pada variabel bebas yang diberikan. Adapun variabel terikat dalam penelitian ini adalah laju korosi yang terjadi setelah proses *Hard anodizing* pada Al 6061.

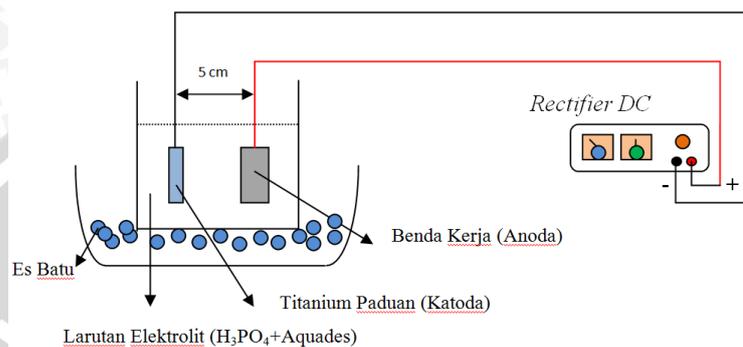
##### 3.3.3. Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang nilainya dijaga konstan selama penelitian. Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah temperatur operasi proses *Hard*

*Anodizing* pada suhu 0 - 5 °C, jarak dari anoda dan katoda adalah 5 cm, arus listrik sebesar 1 Ampere, dan konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sebesar 1 mol.

### 3.4. Skema Instalasi Pada Penelitian

Skema instalasi pada penelitian *anodizing* digambarkan pada gambar berikut



Gambar 3.1 Skema Instalasi Penelitian

Alat uji ini menggunakan sumber arus jenis DC yang didapatkan dari *power supply* dengan molaritas elektrolit 1 mol, arus 1 ampere dan beda potensial 15-30 Volt.

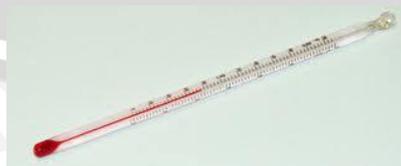
### 3.5. Alat dan Bahan Penelitian

Adapun alat alat dan bahan apa saja yang digunakan pada penelitian akan dijelaskan sebagai berikut :

#### 3.5.1. Peralatan Penelitian

##### 1. Termometer Air Raksa

Termometer raksa sebagaimana digambarkan pada gambar 3.2 digunakan untuk mengukur suhu selama proses *pretreatment* dan *anodizing*



Gambar 3.2 Thermometer air raksa

Spesifikasi :

- Tingkat ketelitian : 1°
- Temperatur maksimal : 100°C

## 2. Heater

Heater sebagaimana digambarkan pada gambar 3.3 digunakan untuk memanaskan larutan pada proses *pretreatment*



Gambar 3.3 Heater

Spesifikasi :

- Tegangan 220 V-50 Hz
- Daya 600 W

## 3. Gelas Ukur

Gelas ukur sebagaimana digambarkan pada gambar 3.4 digunakan untuk mengukur volume larutan.



Gambar 3.4 Gelas ukur

Spesifikasi :

- Merk Pyrex
- Kapasitas 250 ml

## 4. Power Supply

Power supply sebagaimana digambarkan pada gambar 3.5 digunakan sebagai sumber listrik



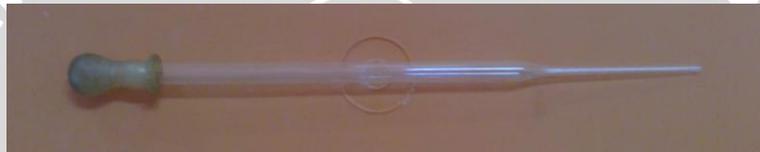
Gambar 3.5 Power supply

Spesifikasi :

- Arus DC 2A
- Tegangan listrik 0-35 V

5. Pipet

Pipet sebagaimana digambarkan pada gambar 3.6 digunakan untuk mengambil larutan



Gambar 3.6 Pipet

Spesifikasi :

- Kapasitas 10 ml

6. Gelas

Gelas sebagaimana digambarkan pada gambar 3.7 digunakan sebagai tempat larutan pada proses *pretreatment*



Gambar 3.7 Gelas

Spesifikasi :

- Bahan kaca
- Kapasitas 200 ml

7. Kawat

Kawat sebagaimana digambarkan pada gambar 3.8 digunakan untuk menggantung spesimen pada proses *anodizing*



Gambar 3.8 Kawat

Spesifikasi :

- Panjang 2 m; Diameter 2mm

8. Masker

Masker sebagaimana digambarkan pada gambar 3.9 digunakan untuk melindungi sistem pernafasan dari bahan kimia



Gambar 3.9 Masker

9. Sarung Tangan

Sarung tangan sebagaimana digambarkan pada gambar 3.10 digunakan untuk melindungi tangan dari bahan kimia



Gambar 3.10 Sarung tangan

Spesifikasi :

- Bahan latex

### 10. Centrifugal Sand Paper Machine

Alat ini digunakan untuk membersihkan permukaan material logam dari karat dan kotoran lain yang tidak diperlukan serta dapat digunakan untuk menghaluskan permukaan specimen seperti sebagaimana yang digambarkan pada gambar 3.12 dibawah.



Gambar 3.11 Centrifugal Sand Paper Machine

#### Spesifikasi:

- Merk : Saphir
- Buatan : Jerman
- Diameter : 15 cm
- Putaran : 120 rpm

### 3.5.2. Bahan Penelitian

Bahan –bahan yang digunakan dalam penelitian ini :

#### 1. Aluminium alloy 6061

- Komposisi *aluminium alloy* 6061 seperti yang dijelaskan pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Komposisi aluminium 6061

Unsur	Jumlah (%)
Magnesium	1.01
Silikon	0.88
Besi	0.22
Tembaga	0.21
Seng	0.08
Titanium	0.08
Mangan	1.01
Kromium	0.05
Aluminium	Balance

Sumber : PT. Sutindo

#### 2. Titanium Alloy

- Komposisi *titanium alloy* seperti yang dijelaskan pada tabel 3.2

Tabel 3.2 Komposisi titanium

Unsur	Jumlah (%)
Karbon	7.67
Aluminium	0.44
Titanium	92.56

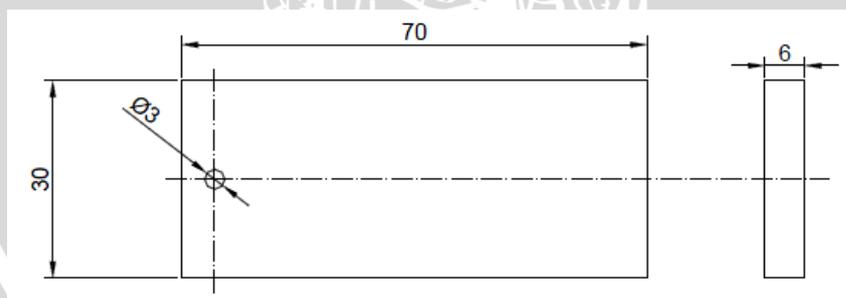
Sumber :Pengujian EDAX Laboratorium MIPA UM

3. Larutan Asam Fosfat ( $H_3PO_4$ )
4. Caustic Soda ( $NaOH$ )
5. Asam Oksalat ( $C_2H_2O_4$ )
6. Larutan Asam Nitrat ( $HNO_3$ )
7. Aquades
8. Es Batu
9. Kain Lap

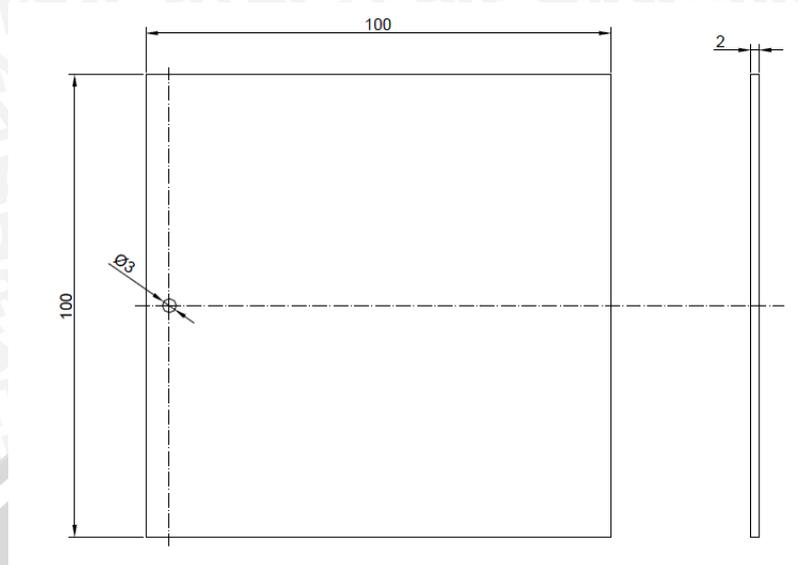
### 3.5.3. Bentuk dan Spesimen yang Digunakan

Bentuk dan spesimen yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut

Satuan : mm



Gambar 3.12 Bentuk dan Dimensi Spesimen Alumunium 6061



Gambar 3.13 Bentuk dan Dimensi Titanium

### 3.6. Prosedur Penelitian

Langkah-langkah yang diambil dalam penelitian ini meliputi :

1. Studi literatur
2. Mempersiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
3. Memotong spesimen (aluminium dan titanium) sesuai dengan ukuran
4. Haluskan permukaan aluminium yang akan dianodizing dengan menggunakan *Sand Paper Machine*.
5. Timbang berat specimen setelah proses penghalusan dengan menggunakan *Surface Roughness Tester*
6. Proses *anodizing* ada tiga tahapan, yaitu meliputi :
  - Perlakuan awal (*pre-treatment*), yaitu :
    - 1) *Degreasing*
      - Membuat larutan  $H_2SO_4$  dengan volume 15% dan 85 % sisanya untuk volume aquades
      - Larutan  $H_2SO_4$  dipanaskan sampai temperatur 60-80°C
      - Aluminium direndam selama 5 menit
      - Aluminium diangkat dan dibersihkan dengan direndam dalam air murni
    - 2) *Etching*
      - Membuat larutan NaOH (*caustic soda*) dengan volume 5% dan 95 % sisanya volume aquades
      - Larutan NaOH dipanaskan sampai temperatur 30-50°C

- Aluminium hasil *degreasing* direndam selama 5 menit
- Aluminium diangkat dan dibersihkan dengan direndam dalam air murni

### 3) *Desmutting*

- Membuat larutan  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) dengan volume 10% dan 90 % sisanya volume aquades
- Larutan  $\text{HNO}_3$  dipanaskan sampai temperatur 25-40°C
- Aluminium hasil *etching* direndam 5 menit
- Aluminium diangkat dan dibersihkan dalam air murni

### ➤ Proses *anodizing*,

Aluminium hasil *pre-treatment* dihubungkan pada anoda (kutub positif) pada *power supply* kemudian direndam dalam bak plastik (bak elektrolisis) dengan dimensi 40x20x15 cm yang berisi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (asam fosfat) dengan konsentrasi 30% sebanyak 2000 ml pada temperatur 0-5°C, dan pada sisi katoda (kutub negatif) pada *power supply* dihubungkan ke lempengan titanium dengan dimensi 10,5x10,5 cm dengan tebal 2 mm, setelah itu pengaturan tegangan listrik yang telah direncanakan pada *power supply*. Kemudian *power supply* dinyalakan dan waktu proses divariasikan pada 15 Volt, 20 Volt, 25 Volt, dan 30 Volt,

### ➤ Perlakuan akhir

Aluminium hasil proses *anodizing* dibersihkan atau direndam dengan air murni dan dikeringkan dengan kain lap kering.

7. Pengujian untuk mengetahui laju korosi pada spesimen hasil anodizing Aluminium 6061 dengan menggunakan metode EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*)
8. Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*)
9. Menganalisa hasil data dari pengujian.

### 3.7. Pengukuran Laju Korosi Metode Weight Loss

1. Spesimen diberi label variasi tegangan 15, 20, 25 dan 30
2. Membuat 1 liter larutan garam yang komposisinya 3,5% NaCl dan air murni
3. Spesimen diberi pengait dengan kawat yang kemudian dicelupkan hanya pada permukaan yang di Anodizing.
4. Spesimen dicelupkan sesuai waktu ekspos yang diinginkan yaitu 336 jam.
5. Pada setiap 24 jam berat spesimen diukur menggunakan timbangan
6. Data kemudian dimasukkan menggunakan rumus laju korosi.

### 3.8. Prosedur Uji Scanning Electron Microscope (SEM)

Sebelum pengujian SEM maka perlu dilakukan Preparasi Sampel yaitu sebagai berikut:

#### 1. Preparasi Sampel

Sebelum sampel dilakukan pengujian SEM, sampel harus dilakukan preparasi terlebih dahulu. Tahapan pengujian struktur mikro didasarkan pada standar persiapan dan pengamatan metalografi. Tahapan persiapan tersebut adalah sebagai berikut:

##### a. *Cutting*

Memotong sampel dari specimen hasil anodizing

##### b. *Mounting*

Proses *mounting* bertujuan menempatkan sampel pada suatu media, untuk memudahkan penanganan sampel yang berukuran kecil dan tidak beraturan tanpa merusak sampel. Mounting dilakukan dengan menambahkan *resin* dan *hardener* di cetakan yang terlebih dahulu diletakkan sampel

##### c. *Grinding (Pengamplasan)*

Pengamplasan dilakukan dengan menggunakan kertas amplas. Proses pengamplasan ini bertujuan untuk mendapatkan kehalusan permukaan dan menghilangkan goresan-goresan kasar pada permukaan sampel.

##### d. *Polishing (pemolesan)*

Sampel yang permukannya telah halus dan rata kemudian akan dipoles menggunakan zat poles alumina. Proses ini dilakukan setelah pengamplasan dengan tujuan untuk menghilangkan goresan-goresan akibat pengamplasan, sehingga didapatkan permukaan yang lebih halus dan mengkilap.

##### e. *Pengamatan struktur mikro dengan menggunakan mikroskop optik*

Setelah sampel dilakukan pemolesan sampai didapatkan hasil permukaan yang halus dan mengkilap, pengamatan struktur mikro perlu dilakukan untuk memastikan bahwa struktur mikro pada sampel sudah dapat terlihat.

##### f. *Etching (Etsa)*

Untuk mengamati mikrostruktur perlu dilakukan proses etsa, yaitu proses korosi terkontrol yang bertujuan untuk mengikis batas butir, sehingga nantinya struktur mikro akan terlihat lebih jelas. Untuk pengamatan struktur aluminium zat etsa yang diberikan adalah HF 0.5% pada bagian permukaan sampel ( $\pm 30$ detik). Setelah dilakukan etsa

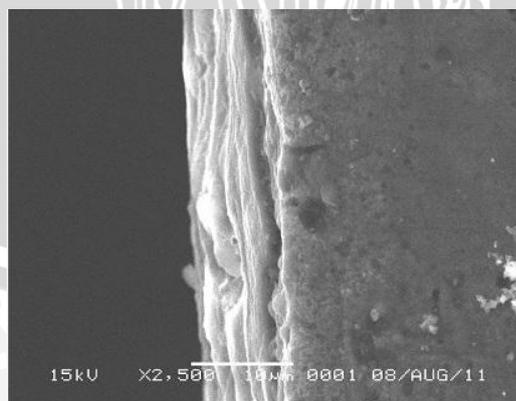
kemudian sampel akan dibersihkan dengan air dan alcohol 70% dan dikeringkan. Setelah melalui tahapan proses ini, sampel siap dilakukan pengujian pengamatan struktur mikro menggunakan SEM.

## 2. Pengamatan Struktur Mikro menggunakan SEM

Setelah dilakukan preparasi sampel, selanjutnya dilakukan pengamatan struktur mikro dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Pertama-tama, permukaan sampel dilakukan *coating* menggunakan unsur Au kira-kira sekitar satu jam agar tidak terjadi *charging* berlebih ketika ditembakkan dengan elektron dan untuk meningkatkan kontras warna pada gambar. Kemudian sampel dimasukan kedalam alat pengujian SEM dan divakum selama kira-kira 10 menit. Selanjutnya sampel dapat ditembakkan elektron dengan *probe level* tertentu. Pantulan elektron setelah menumbuk sampel dapat ditangkap oleh detektor *secondary electron* (SE1) atau *backscattered electron* (QBSD). Detektor SE1 digunakan untuk mengamati topografi permukaan sampel yang diuji, sedangkan detektor QBSD digunakan untuk mengamati terbentuknya fasafasa yang terdapat pada sampel yang diuji. Pengamatan fasa didasarkan pada perbedaan terang dan gelap fasa tersebut. Bila suatu fasa memiliki berat atom yang ringan, maka fasa yang terlihat pada monitor adalah berwarna terang, sedangkan fasa yang memiliki berat atom yang berat akan ditunjukkan dengan warna yang gelap pada monitor.

Pada pengujian kali ini SEM ditujukan untuk mengukur ketebalan pelapisan spesimen hasil *Hard Anodizing* Al dengan Ti. Seperti pada contoh gambar dibawah ini:



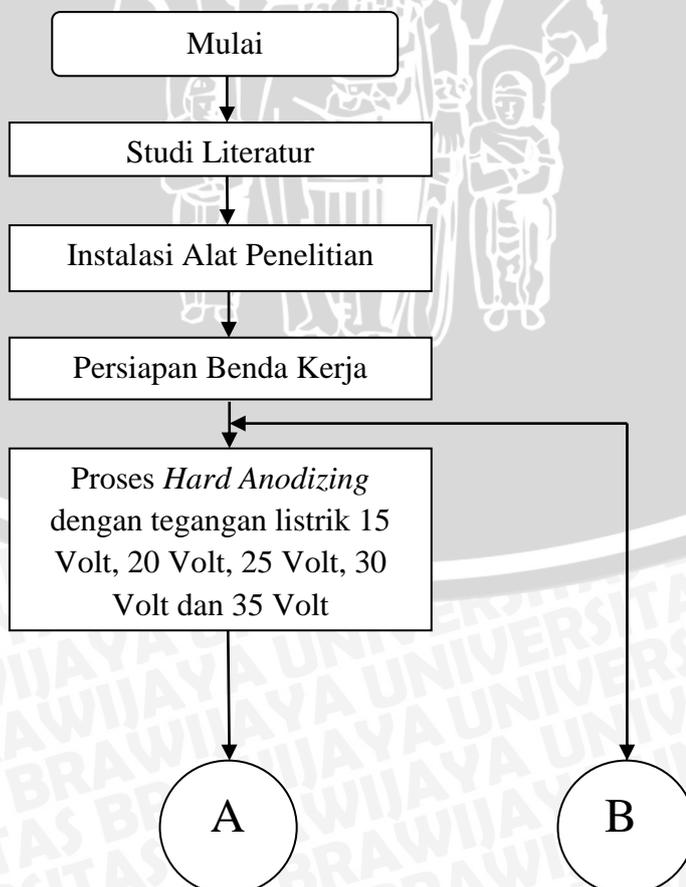
Gambar 3.14 Contoh hasil uji SEM spesimen Al *Anodizing*  
Sumber: Fajar Nugroho, 2012

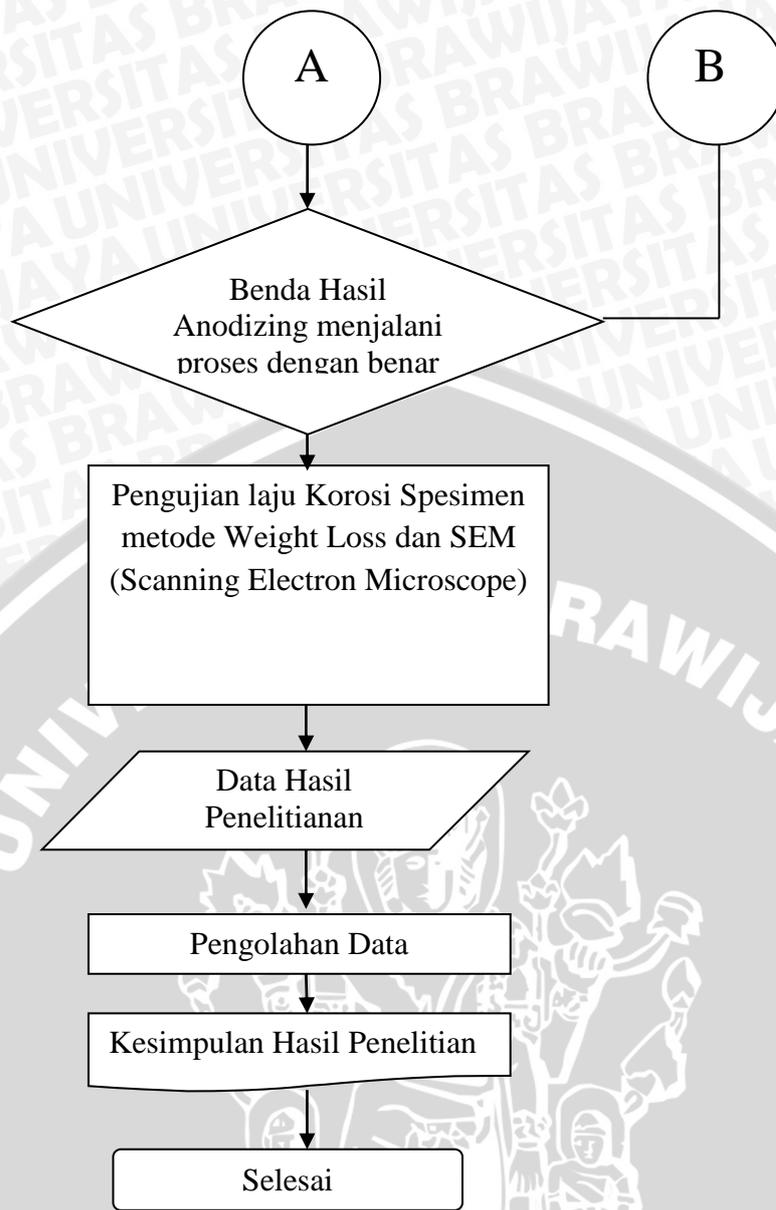
### 3.9. Rancangan Penelitian

Dalam percobaan ini akan diteliti pengaruh variasi tegangan listrik terhadap laju korosi hasil proses *hard anodizing* Al 6061 dengan Ti.

Perlakuan				
Waktu ekspos	B Awal	B Akhir	Wei Lo	Laju Korosi
24				
48				
72				
96				
120				
144				
168				
192				
216				
240				
264				
288				
312				
336				

### 3.10. Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.15 : Diagram Alir Penelitian