BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

Pada 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 *double hard anodizing*.

3.2. Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat pelaksanaan penelitian yaitu Laboratorium Pengujian Bahan, Jurusan Teknik Mesin, Universitas Brawijaya dan Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Penelitan dilakukan pada bulan Juni 2014 – Juli 2014.

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 dijelaskan 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 *double hard anodizing* pada Al 6061.

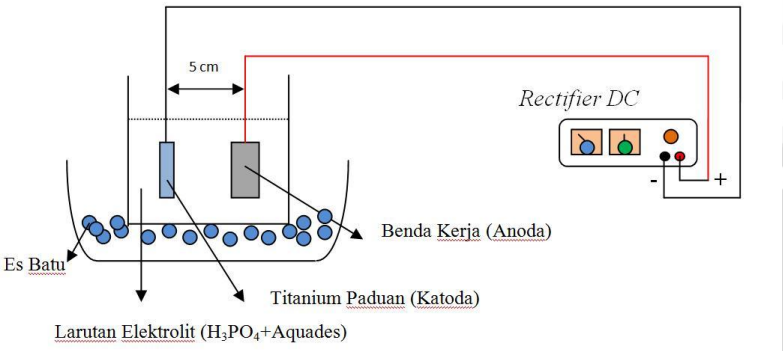
3.3.3. Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang nilainya dijaga konstan selama penelitian. Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah proses *annealing* dengan

temperatur 400ºC, temperatur operasi proses Double *Hard Anodizing* pada suhu 0 - 5 ˚C, jarak dari anoda dan katoda adalah 5 cm, arus listrik sebesar 1A dan konsentrasi H_3PO_4 sebesar 1mol.

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 1A dan beda potensial 15-30 Volt.

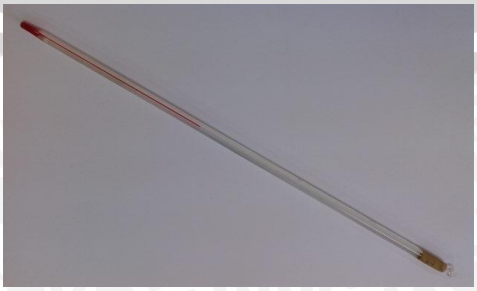
3.5. Alat dan Bahan Penelitian

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 air raksa seperti digambarkan pada gambar 3.2 digunakan untuk mengukur suhu selama proses *pretreatment* dan *anodizing*.



Gambar 3.2 Termometer air raksa

Spesifikasi :

- Tingkat ketelitian : 1^{o}
- Temperatur maksimal : $100^{o}C$

2. Heater

Heater seperti 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 seperti 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 seperti digambarkan pada gambar 3.5 digunakan sebagai sumber listrik.

Gambar 3.5 *Power supply*

Spesifikasi :

- Arus DC 3A
- 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.*

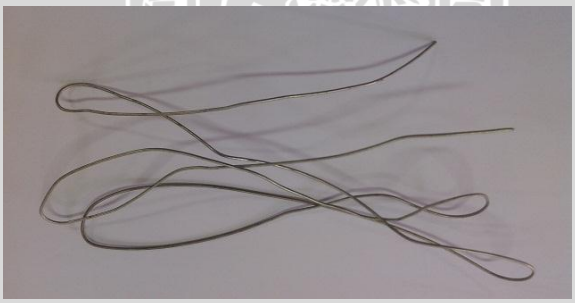
Gambar 3.7 Gelas

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 3.11 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 alumunium 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

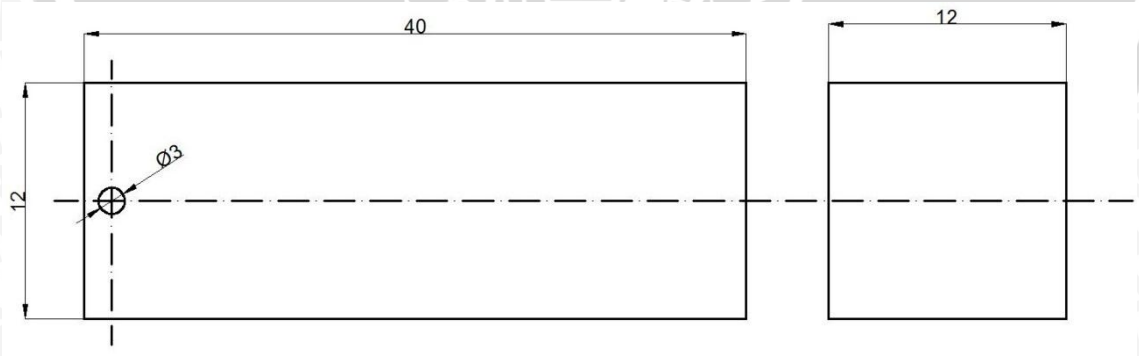
Sumber :Pengujian EDAX Laboratorium MIPA UM

3. Larutan *Asam Phospate* (H_3PO_4).
4. Caustic Soda (NaOH)
5. Asam Sulfat (H_2SO_4)
6. Larutan Asam Nitrat (HNO_3)
7. Es Batu
8. Kain Lap

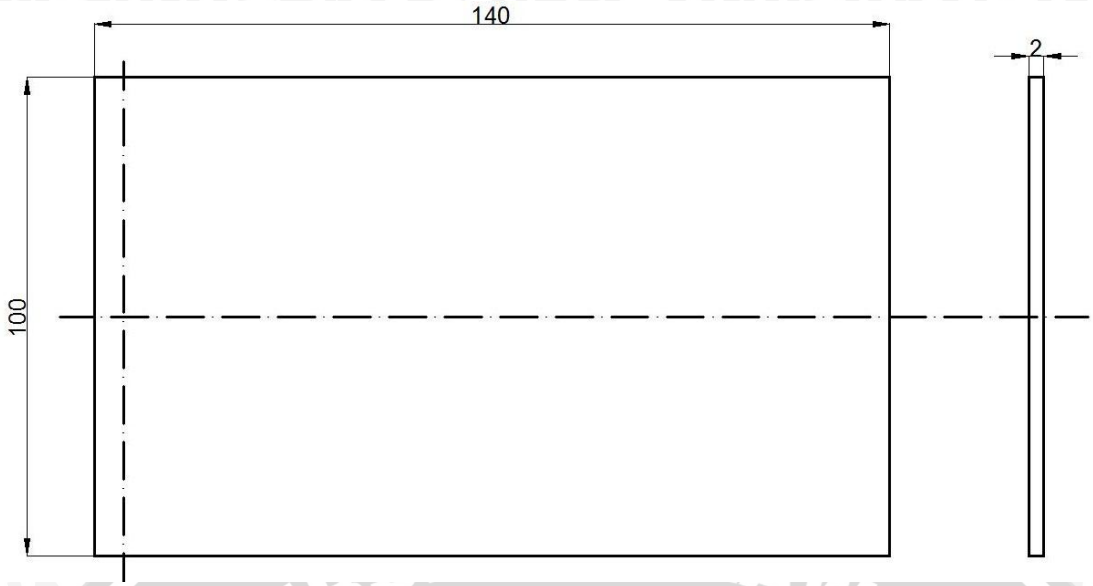
3.5.3. Bentuk dan Spesimen yang Digunakan

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 (alumunium dan titanium) sesuai dengan ukuran
4. Haluskan permukaan alumunium yang akan di-*anodizing* dengan menggunakan *Sand Papper Machine*.
5. Memberi perlakuan panas *annealing* pada spesimen dengan suhu 400^{o}C
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^{o}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^{o}C
- Aluminium hasil *degreasing* direndam selama 5 menit

- Aluminium diangkat dan dibersihkan dengan direndam dalam air murni.

3) Desmutting

- Membuat larutan HNO_3 (asam nitrat) dengan volume 10% dan 90 % sisanya volume aquades
- Larutan HNO3 dipanaskan sampai temperatur 25-40^oC
- 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 H_3PO_4 (asam fosfat) dengan konsentrasi 1mol sebanyak 1000 ml pada temperatur 0-5^oC, 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.

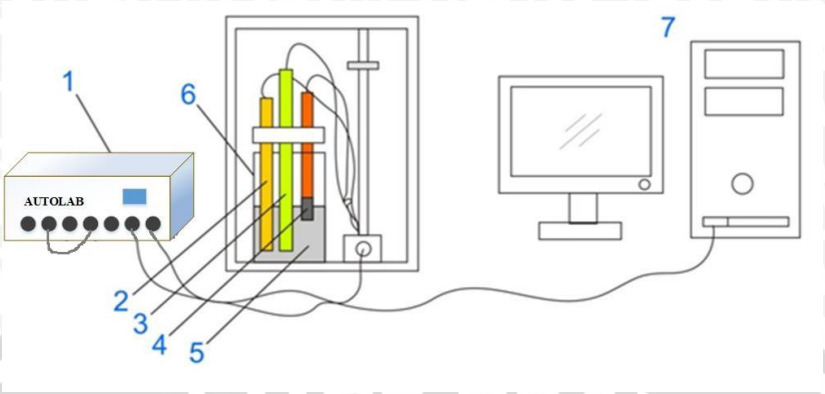
- Perlakuan akhir

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

7. Dilakukan proses *anodizing* kembali seperti pada langkah no.6.
8. Pengujian untuk mengetahui laju korosi pada spesimen hasil *anodizing* Aluminium 6061 dengan menggunakan metode polarisasi.
9. Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*)
10. Menganalisa hasil data dari pengujian.

3.7. Pengukuran Laju Korosi Metode Polarisasi

Gambar di bawah merupakan instalasi penelitian pengujian polarisasi.



Gambar 3.14 Instalasi penelitian pengujian polarisasi

Keterangan:

1. Alat potensioastat
2. Elektroda acuan
3. Elektroda bantu
4. Elektroda kerja (spesimen)
5. Elektrolit (NaCl)
6. Gelas beker
7. Perangkat komputer

3.7.1. Prosedur Pengujian Polarisasi

1. Menyiapkan spesimen uji.
2. Pasangkan spesimen dengan cara menjepit spesimen pada elektroda kerja.
3. Menurunkan elektroda kerja sampai spesimen tercelup dalam larutan NaCl.
4. Setelah didapatkan hasil kurva polarisasi linier, mengeluarkan spesimen dari elektroda penjepit.

3.8. Prosedur Uji Scanning Electron Microscope (SEM)

Sebelum pengujian SEM maka perlu dilakukan sreparasi 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*.

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. 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 (± 30detik). 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*).

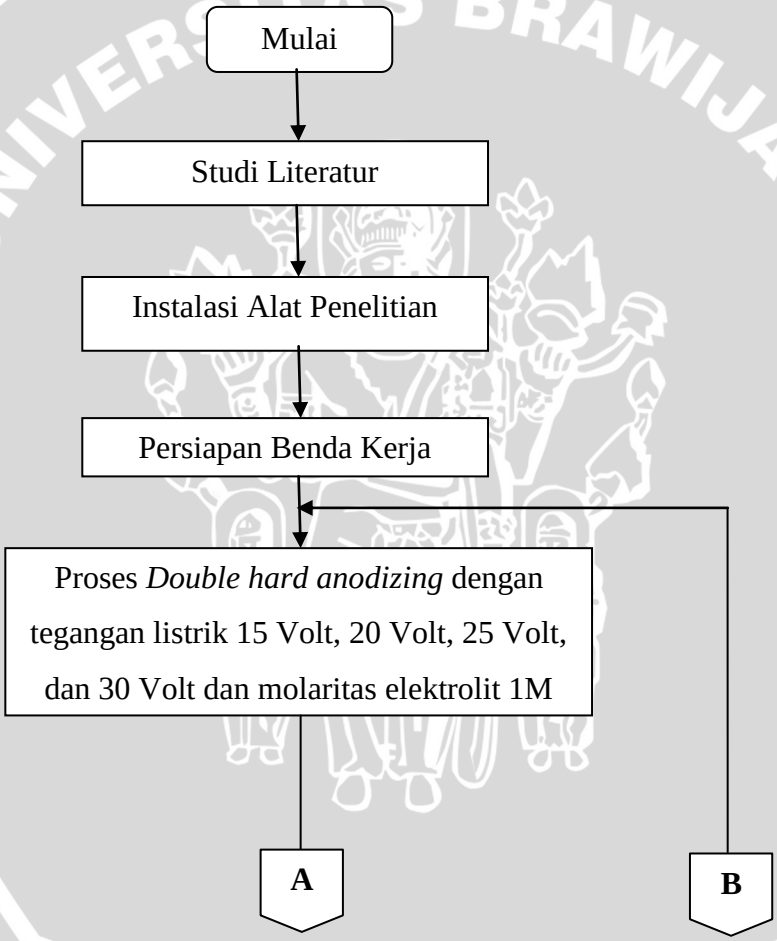
Pertama-tama, permukaan sampel dilakukan *coating* menggunakan unsur Au kira-kira sekitar satu jam agar tidak terjadi *charging* berlebih ketika ditembakkan dengan elektron dan untuk meningkatkan kontras warna pada gambar. Kemudian sampel dimasukan kedalam alat pengujian SEM dan divakum selama kira-kira 10 menit. Selanjutnya sampel dapat ditembakan elektron dengan *probe level* tertentu. Pantulan elektron setelah menumbuk sampel dapat ditangkap oleh detektor *secondary electron*

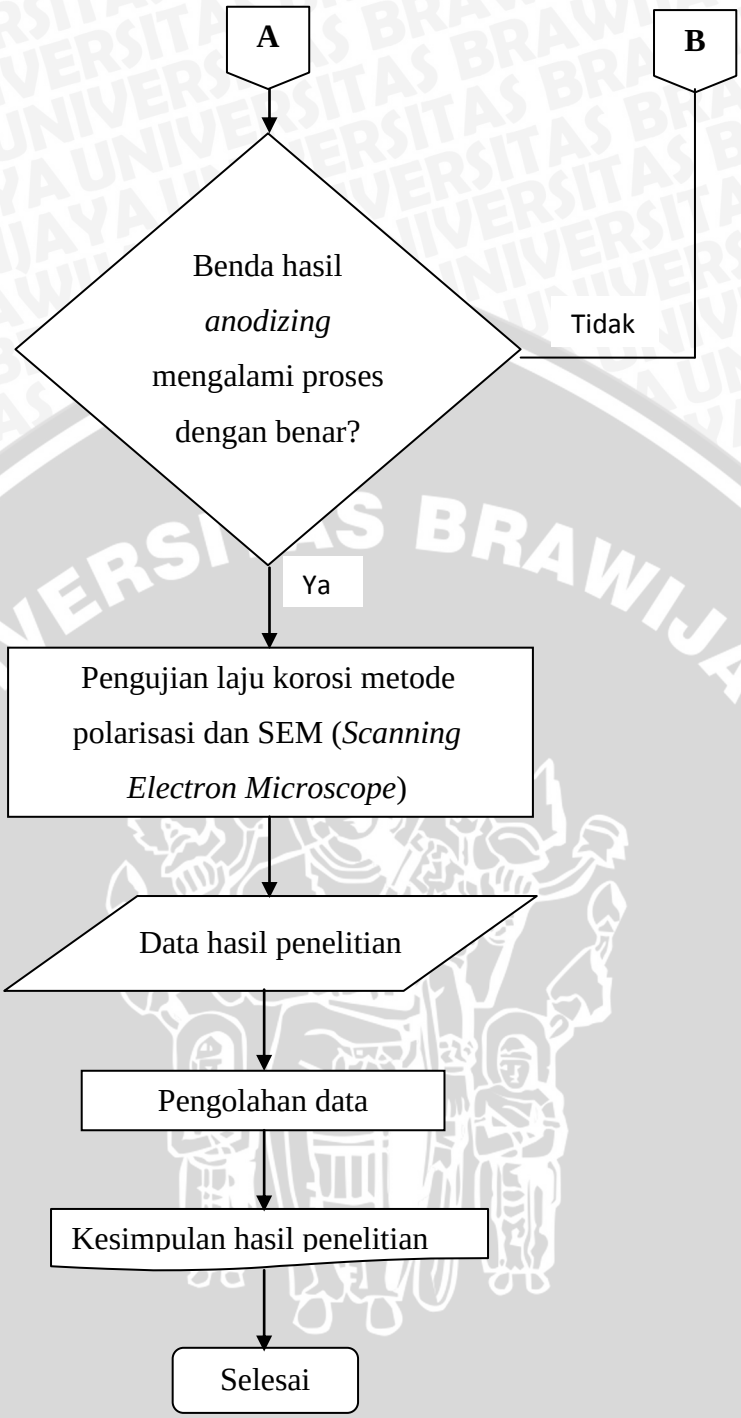
(SE1) atau *backscaterred electron* (QBSD). Detektor SE1 digunakan untuk mengamati topografi permukaan sampel yang diuji, sedangkan detektor QBSD digunakan untuk mengamati terbentuknya fasafasa yang terdapat pada sampel yang

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 *Double Hard Anodizing* Al dengan Ti.

3.9. Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.15 Diagram alir penelitian