

# Pengamatan In-Situ Tekanan dan Temperatur pada Pembentukan $MgH_2/Ni$ melalui Metode Reactive Mechanical Alloying (RMA) untuk Aplikasi Material Penyimpanan Hidrogen

Erfan Handoko<sup>1,#</sup>, Aditia Pradipta<sup>1</sup>, Bambang Soegijono<sup>2</sup>, Zulkarnain Jalil<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Pemuda No.10 Rawamangun Jakarta 13220, Indonesia

<sup>2</sup>Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia

<sup>3</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Syiah Kuala, Aceh. Banda Aceh 23111, Indonesia

# Corresponding author; erfisika92@gmail.com

Received 30-05-2014, Revised 15-07-2014, Accepted 01-09-2014, Published 31-10-2014

## ABSTRACT

The observation on reactive mechanical alloying (RMA) process had been done to form  $MgH_2$  material with adding Ni nanoparticles as catalyst for hydrogen storage material applications. Pressure and temperature of material forming were recorded by microcontroller set for 30 minutes. Mg with adding Ni 5 wt % was milled by High Energy Ball Mill (HEBM) at  $H_2$  atmosphere in 1 atm of pressure. The measurement results showed that the pressure had been changed and temperature also changes up to  $38^\circ C$ . This process proves that the alloying between Mg and  $H_2$  had been formed. The X-ray diffraction pattern identifies  $MgH_2$  phase. SEM image showed the morphology of  $MgH_2$  particles.

Keywords: reactive mechanical alloying, high energy ball mill (HEBM),  $MgH_2$ , hydrogen storage material.

## ABSTRAK

Telah dilakukan pengamatan terhadap proses *reactive mechanical alloying* (RMA) pada pembentukan material  $MgH_2$  dengan partikel Ni berukuran 50 nm yang berperan sebagai katalis dan dapat digunakan sebagai material penyimpanan hidrogen. Tekanan dan temperatur pada pembentukan material terekam langsung melalui perangkat mikrokontroler yang dimiling selama 30 menit. Material Mg yang disiapkan ditambahkan 5 wt% Ni dan dilakukan proses milling dengan menggunakan *High Energy Ball Mill* (HEBM) dengan rasio perbandingan sampel dan bola 1:10 dalam suasana gas  $H_2$  bertekanan 1 atm. Hasil pengukuran tekanan telah terjadi perubahan nilai tekanan sedangkan pada temperatur telah terjadi kenaikan temperatur sampai dengan  $38^\circ C$  yang menunjukkan telah terjadi proses pemaduan antara Mg dan  $H_2$ . Pola difraksi sinar-x memperlihatkan telah terbentuk fasa  $MgH_2$ . Hasil Foto SEM mengindikasikan Mg yang ditambahkan katalis Ni telah memperlihatkan bentuk morfologi partikel  $MgH_2$ .

Kata kunci: *reactive mechanical alloying*, *high energy ball mill* (HEBM), material penyimpanan hidrogen,  $MgH_2$ .

## PENDAHULUAN

Konsumsi energi yang tidak diiringi dengan bertambahnya sumber energi akan menyebabkan sumber energi tersebut dalam waktu dekat akan mengalami krisis dan habis. Selain sumber energi yang terbatas, konsumsi energi fosil memberikan dampak negatif yaitu bertambahnya karbondioksida di atmosfer. Karbondioksida juga yang menyebabkan naiknya temperatur bumi<sup>[1]</sup>. Oleh karena itu dunia harus mencari alternatif sumber energi baru yang lebih aman agar kebutuhan manusia akan energi bisa tercukupi. Indonesia yang tidak lepas dari kondisi global di atas juga memiliki permasalahan yang sama. Cadangan minyak bumi Indonesia akan habis dalam kurun waktu 10-15 tahun mendatang<sup>[2]</sup>.

Penemuan teknologi fuel cell dengan gas hidrogen merupakan salah satu pemecahan masalah energi dewasa ini, namun harus melalui serangkaian proses perubahan (*reforming*) terlebih dahulu untuk bisa digunakan<sup>[3]</sup>. Hidrogen merupakan sarana ideal untuk media simpan, transport dan konversi energi dengan tujuan untuk pengembangan konsep energi bersih serta tanpa emisi. Hidrogen juga menjadi salah satu sumber energi alternatif pilihan yang dapat menggantikan bahan bakar yang berasal dari fosil. Dikenal ada tiga metode penyimpanan hidrogen, yaitu dalam bentuk gas, cair, dan padat. Dua metode pertama yaitu dalam bentuk gas (pada tekanan tinggi 700 bar) dan cair (suhu harus tetap stabil pada 253°C) dari sisi keamanan belum memadai<sup>[4]</sup>. Sehingga, perkembangan dari penelitian hidrogen saat ini difokuskan pada pengembangan hidrida logam (*metal hydride*) untuk menyimpan hydrogen yang lebih aman.

Salah satu material tersebut adalah Magnesium (Mg) yang diyakini sebagai kandidat potensial untuk penyimpan hidrogen, karena memiliki kemampuan menyerap hidrogen dalam jumlah besar (7,6 wt%), sifatnya yang ringan dan tersedia di alam dalam jumlah besar. Namun Mg masih memiliki kelemahan, yaitu reaksinya sangat lambat serta temperatur operasi yang diperlukan sangat tinggi (300 °C)<sup>[5]</sup>.

Beberapa upaya telah dilakukan secara intensif untuk memperbaiki sifat- sifat Mg ini. Dengan proses membentuk material hingga berskala nanokristal dengan teknik milling<sup>[5,6]</sup>, membentuk material komposit<sup>[7]</sup> demikian juga menambahkan katalis tertentu, seperti logam dan oksida logam ke dalam MgH<sub>2</sub> dalam skala nanokristal<sup>[8,9]</sup>.

## METODE

Material Mg (Merck, 98%) dan Ni (Hongwu Nano, 99%) berupa serbuk halus disiapkan dengan perbandingan sampel dengan bola milling (BPR) adalah 1 : 10. Material tersebut dengan massa total 2 gram dimasukkan kedalam vial lalu divakum. Setelah itu diberikan tekanan hidrogen sebesar 1 atm. Sampel dimiling dengan SPEX 8000 Pengamatan perubahan suhu dan tekanan yang terjadi selama proses milling selama 30 menit dengan menggunakan sensor yang terintegrasi dengan peralatan microcontroller sehingga dapat diamati perubahan tekanan dan suhu yang terjadi pada layar monitor. Difraksi sinar-X (Philips PW 1730) digunakan untuk mengetahui terbentuknya fasa MgH<sub>2</sub> dan struktur morfologi material dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM, JEOL).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Desain perangkat untuk sintesis material $MgH_2$

Pada Gambar 1 berikut diperlihatkan rangkaian peralatan untuk mensintesis material penyimpan hidrogen berbasis  $MgH_2$ .



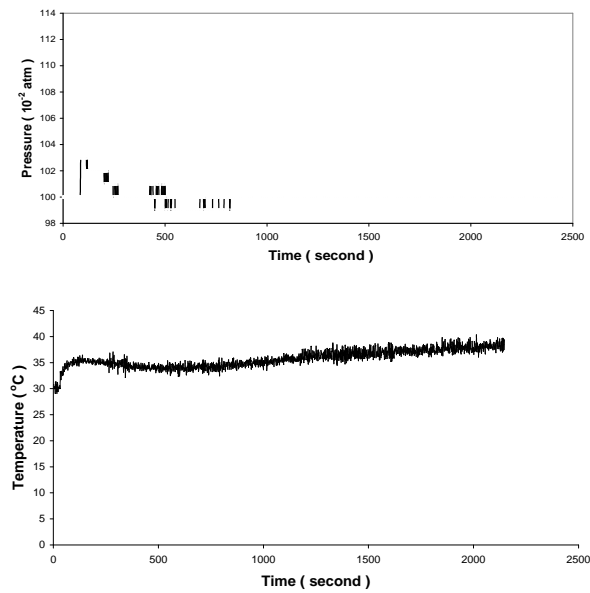
**Gambar1.** (*color online*) Peralatan milling yang dilengkapi micro controller untuk pengamatan tekanan dan temperatur.

Desain alat dirancang sehingga proses yang sedang terjadi pada reaksi mekanik di dalam vial (tabung sampel) saat proses milling berlangsung dapat dipantau secara langsung (*in-situ*). Variabel temperatur dan tekanan dideteksi dengan menggunakan sensor yang didukung dengan perangkat mikrokontroler LM 35.

### b. Proses reaksi pemaduan

Proses reaksi pemaduan secara mekanik adalah proses dimana vial yang berisi magnesium dan hidrogen dilakukan proses milling. Pengamatan perubahan tekanan dan suhu yang sedang terjadi dipantau setiap detik selama 30 menit terekam dengan menggunakan peralatan micro controller. Hasil pengamatan tekanan dan temperatur seperti terlihat pada Gambar 2 di bawah.

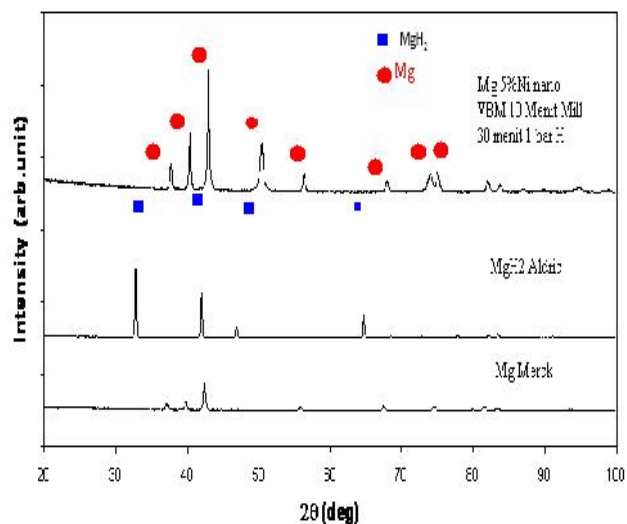
Hasil pengamatan menginformasikan bahwa telah terjadi perubahan terhadap temperatur yang di awal naik lebih cepat dari suhu kamar menjadi  $38^{\circ}C$  dan cenderung terus meningkat secara perlahan dengan bertambahnya waktu milling. Ini mengindikasikan bahwa telah terjadi reaksi antara Mg dan  $H_2$  menjadi  $MgH_2$  dengan pemicu perlakuan mekanik selama milling berlangsung. Berbeda dengan informasi tekanan yang cenderung tetap dikarenakan tekanan yang diberikan hanya 1 atm. Perubahan yang terjadi pada tekanan apabila dikonfirmasi terhadap perubahan temperatur telah terjadi proses pemaduan (*alloying*) dengan terbentuknya  $MgH_2$  <sup>[10]</sup>, meskipun dalam jumlah yang sedikit.



**Gambar 2.** Grafik perubahan tekanan (atas) dan perubahan temperatur (bawah) terhadap waktu milling terhadap material Mg/Ni dalam suasana  $H_2$  sebesar 1 atm

### c. Identifikasi fasa

Pengukuran dengan difraksi sinar-X (XRD) terhadap material hasil proses pemaduan dengan milling selama 30 menit telah menunjukkan terbentuknya fasa  $MgH_2$  meskipun dalam jumlah yang sedikit. Pada Gambar 3 ditunjukkan hasil analisis kualitatif yang memperlihatkan bahwa fasa Mg terlihat masih dapat dipertahankan dalam jumlah yang cukup banyak. Ini membuktikan bahwa tidak semua Mg membentuk  $MgH_2$  dikarenakan jumlah  $H_2$  yang terbatas<sup>[11]</sup>.



**Gambar 3.** (color online) Pola difraksi sinar-X material standar dari Mg dan  $MgH_2$  serta hasil proses pemaduan dengan penambahan Ni.

#### d. Struktur mikro

Pengamatan struktur mikro material Mg hasil proses milling dengan menggunakan SEM ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil pemaduan antara Mg dan H<sub>2</sub> melalui proses milling selama 30 menit, secara morfologi, struktur serbuk memperlihatkan perbedaan secara signifikan antara sebelum dan sesudah proses RMA.



**Gambar 4.** (*color online*) Foto SEM material Mg (atas) dan Mg / 5 % berat Ni setelah proses milling 30 menit (bawah).

Terlihat bahwa serbuk mengalami reduksi ukuran butir, dimana ukuran butir tampak lebih halus pasca 30 menit milling dalam atmosfer hidrogen. Adapun warna putih yang dominan menunjukkan bahwa fasa MgH<sub>2</sub> telah terbentuk. Secara visual, hal ini menunjukkan bahwa *reactive mechanical alloying* mampu memadukan Mg dan H<sub>2</sub> walau dengan waktu milling yang singkat, yakni 30 menit. Hanya saja, penggunaan tekanan yang rendah (1 atm) tampaknya kurang efektif untuk membentuk fasa MgH<sub>2</sub> dalam jumlah banyak <sup>[12]</sup>.

## KESIMPULAN

Telah diamati perubahan temperatur dan tekanan selama proses pemaduan material Mg dan H<sub>2</sub> dengan penambahan Ni 5 % berat. Pembentukan MgH<sub>2</sub> melalui proses reaksi pemaduan mekanik dengan milling selama 30 menit telah mengakibatkan perubahan temperatur dan tekanan di awal proses. Hal ini menginformasikan bahwa proses pembentukan MgH<sub>2</sub> dapat dilakukan walau dengan milling yang singkat. Hanya saja tekanan yang rendah belum optimal untuk menghasilkan fasa hidrida dalam jumlah besar. Pola difraksi sinar-X menunjukkan fasa MgH<sub>2</sub> dalam jumlah yang sedikit dan telah terjadi perbedaan morfologi struktur partikel setelah proses milling.

## DAFTAR PUSTAKA

- 1 Zuttel A., 2003. “*Hydrogen storage methods and materials*”, [www.ifres.ch/homepage](http://www.ifres.ch/homepage)
- 2 Imbang Istiadi, 2005. “*Kebijakan Industri dalam mengantisipasi masuknya teknologi fuel cell ke Indonesia*”, Seminar dan Kongres I Konsorsium Fuel Cell Indonesia, Jakarta.
- 3 Gunter R. Simader, 2002. “*Fuel cell technologies for hydrogen*”, [http://www.eva.ac.at/publ/pdf/fuelcell\\_hydro1](http://www.eva.ac.at/publ/pdf/fuelcell_hydro1).
- 4 Schlapbach and Zuttel, 2001. *Hydrogen storage materials for mobile applications*, Nature, Vol 414.
- 5 Liang G. 2004. *Synthesis and hydrogen storage properties of Mg- based alloys*, Journal of Alloys and Compounds, 370, p123- 128.
- 6 Gennari F.C., Castro F.J, Urretavizcaya G., 2001. *Hydrogen desorption behavior from magnesium hydrides synthesized by reactive mechanical alloying*, Journal of Alloys and Compounds, p46- 53.
- 7 Ichikawa T., Hanada N., Isobe S., Leng H., Fujii H., 2005. *Composite materials based on light elements for hydrogen storage*, Materials Transactions, 46, p1- 14.
- 8 Oelerich W., Klassen T., Bormann R., 2001. *Metal oxides as catalysts for improved hydrogen desorption in nanocrystalline Mg- based materials*, Journal of Alloys and Compounds, 375, p 237- 242.
- 9 Varin R.A., Czujko T., Wasmund E.B., Wronski Z.S., 2007. *Hydrogen desorption properties of MgH<sub>2</sub> nanocomposites with nano- oxides and Inco micrometric and nanometric- Ni*, Journal of Alloys and Compounds, 446- 447, p 63- 66.
- 10 Chen C.P., Liu B.H., Li Z.P., Wu J., Wang Q.D., *The activation mechanism of Mg- based hydrogen storage alloys*. Z Phys Chem 1993;181(1-2):259-67.
- 11 Liang G, Wang E, Fang S. *Hydrogen absorption and desorption characteristics of mechanically milled Mg-35 wt% FeTi powders*. J Alloys Comp. 1995;223(1):111-4.
- 12 Song MY. *Improvement in hydrogen storage characteristics of magnesium by mechanical alloying with nickel*. J Mater Sci 1995;30:1343-51.