

Pengaruh Lama Miling Terhadap Sifat Absorpsi Material Penyimpanan Hidrogen MgH_2 yang Dikatalisasi Dengan Fe (*The role of milling time on the absorption behaviour of MgH_2 catalyzed by Fe*)

Mustanir¹, and Zulkarnain Jalil^{2*}

¹ Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Syiah Kuala, Darussalam, Banda Aceh

² KBM Material, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Syiah Kuala, Darussalam, Banda aceh

Received: 13 November 2009; Revised: 25 December 2009; Accepted: 31 December 2009

Abstract

Hidrida logam berbasis MgH_2 dengan sisipan 1 wt% katalis Fe telah berhasil disintesis dengan teknik ball milling. Hasil proses milling selama 80 jam menunjukkan bahwa ukuran butir material telah membentuk struktur nanokristal. Hal ini ditunjukkan oleh profil difraksi sinar-X dimana terjadi pelebaran puncak-puncak difraksinya dengan meningkatnya waktu milling. Hasil uji absorpsi secara gravimetrik diketahui bahwa MgH_2 berkatalis 1 wt% Fe mampu menyerap hydrogen sebesar 5,5 wt% dalam waktu ~20 menit pada temperatur 300 °C. Hasil ini sekaligus memperlihatkan bahwa sejumlah kecil katalis Fe bekerja secara baik dalam memperbaiki sifat absorpsi material penyimpanan hydrogen berbasis Mg. © 2009 BCREC. All rights reserved

(*Metal hydrides are of great interest as hydrogen storage media especially for automotive application. Hydrides of magnesium and magnesium alloys are particularly attractive as they combine potentially high hydrogen storage capacities, 7.6 wt%. But, unfortunately, the sorption properties are poor. For example, conventional hydrogenation of magnesium requires prolonged treatment at temperatures of 300 °C and above. Here, we report the absorption properties of MgH_2 catalyzed with a small amount of Fe element (1wt%) under argon atmosphere prepared by ball milling in 80 hours. As the results, it showed the influence of milling time on the absorption kinetics of material which could absorb hydrogen in amount 5.5 within 20 minutes at 300 °C. It is obvious that longer milling time and small amount of catalyst could improve the sorption properties of Mg-based hydrides*). © 2009 BCREC. All rights reserved.

Keywords: Magnesium, ball milling, nanocrystalline, hydrogen absorption

1. PENDAHULUAN

Penelitian sistem penyimpanan hidrogen kendaraan fuel cell saat ini sangat intensif dilakukan. Dikenal ada tiga metode penyimpanan, yakni 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.

Sistem penyimpan mutakhir yang saat ini aktif diteliti adalah dengan menggunakan teknik penyimpan padat (solid hydrogen storage). Dalam sistem padat ini atom-atom H berada pada kisi-kisi material utamanya, dimana hidrogen "disisipkan" dalam material tertentu. Kini arah penelitian terfokus pada upaya untuk mendapat-

* Corresponding Author.

E-mail address: zkarnain03@yahoo.com (Z. Jalil)

kan material yang mampu menyimpan/menyerap hidrogen dalam jumlah besar, ringan dengan harga ekonomis.

Salah satu material tersebut adalah magnesium (Mg) yang diyakini sebagai kandidat potensial untuk penyimpanan hydrogen [1], 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 kinetika reaksinya sangat lambat serta temperatur operasi yang sangat tinggi (300 °C).

Beberapa upaya telah dilakukan secara intensif untuk memperbaiki sifat-sifat Mg ini. Misalnya proses membentuk material hingga berskala nanokristal dengan teknik milling [2,3], membentuk material komposit [4], demikian juga upaya menambahkan katalis tertentu, seperti logam dan oksida logam ke dalam MgH₂ dalam skala nanokristal [5,6].

Dalam penelitian diobservasi pengaruh lama milling terhadap sifat serapan material penyimpan hidrogen MgH₂ yang dikatalisasi dengan 1 wt% Fe dan dipreparasi melalui teknik mechanical alloying

2. METODE

Bahan-bahan yang disiapkan masing-masing adalah MgH₂ (produk Goldschmidt AG, Jerman kemurnian 95%+), dan unsur Fe (kemurnian 99%, produk Sigma Aldrich). Ukuran kedua material ini masih dalam skala mikrokristal. Setelah semua bahan disiapkan, lalu dilakukan proses reduksi butir dengan mesin ball mill (Retsch PM400). Adapun rasio bola dan material adalah 10:1 dengan berat sampel 10 gram. Proses milling berlangsung dalam suasana argon. Milling berlangsung selama 80 jam dengan kecepatan 400 rpm. Sejumlah kecil sampel dipindahkan ke dalam wadah lain di setiap range waktu tertentu untuk dilakukan karakterisasi, masing-masing menyangkut komposisi fasa MgH₂ dengan difraksi sinar-X, morfologi dengan SEM dan analisa serapan secara gravimetrik untuk mengetahui sifat absorpsi material MgH₂-1 wt% Fe.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

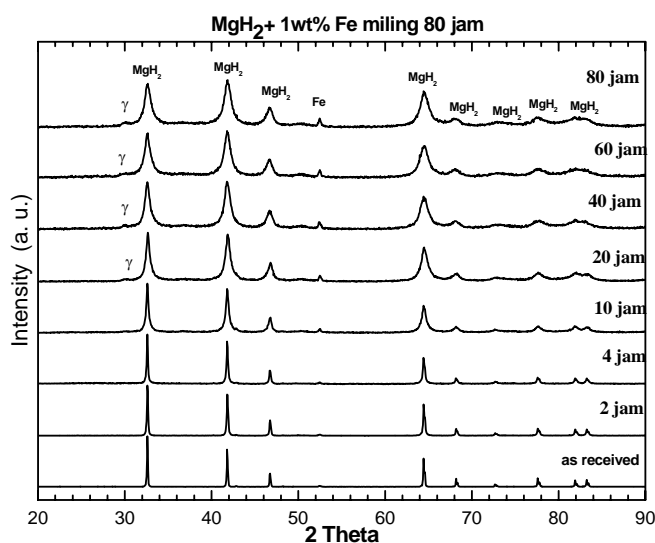
Gambar 1 menunjukkan evolusi dari pola-pola difraksi sinar X (XRD) untuk material MgH₂-1 wt% Fe sebagai fungsi dari waktu milling dan intensitas. Pada saat campuran material tersebut masih berada pada tahap pre-milling terlihat jelas

bahwa ada dua fasa yang hadir yakni magnesium hidrida (MgH₂) dan Fe pada kedudukan 2θ = 52.55°. Sedangkan MgH₂ peak muncul pada 2θ = 32.75°, 42.05°, 61.66°, 68.24°, 77.73°, 81.85°, 83.23°, 90.93°, 101,39°.

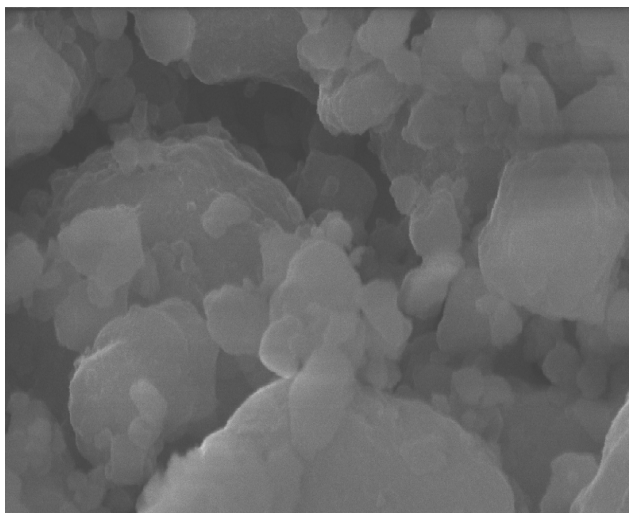
Ketika milling berlangsung selama 2 jam, bentuk pola difraksi masih belum menunjukkan perubahan yang berarti. Disini dapat diketahui bahwa ukuran kristal masih mikrokristal. Situasi berbeda mulai ditunjukkan pada milling selama 10 jam, dimana puncak (peak) difraksi mulai melebar. Dapat disebut bahwa pada waktu milling 10 jam mulai terjadi reduksi ukuran butir.

Perbedaan yang signifikan terlihat pada waktu milling 20, 40 dan 60, pelebaran peak makin terlihat secara jelas. Begitupun, tidak ada perubahan posisi 2θ. dapat disimpulkan peak makin melebar seiring dengan meningkatkan waktu milling. Patut juga dicatat bahwa saat milling berlangsung selama 20 jam, fasa metastabil γ-MgH₂ muncul pada kedudukan 2θ = 30.22°. Dengan begitu ukuran kristal menuju ke arah nanokristal seiring dengan meningkatnya waktu milling. Dengan adanya reduksi ini akan terjadi peningkatan permukaan material terhadap rasio volume butir. Dengan demikian hidrogen akan mudah berinteraksi dan berabsorpsi di dalam material MgH₂.

Hasil yang menarik tampak nyata setelah milling berlangsung selama 80 jam, dimana peak makin membesar/melebar secara ekstrem. Ini memberikan indikasi bahwa ukuran kristal sudah berada pada skala nanometer. Dengan kalkulasi Debye-Scherrer diketahui ukuran kristal berkisar 10 nanometer.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X MgH₂-1 wt% Fe



Gambar 2. Morfologi material dengan SEM

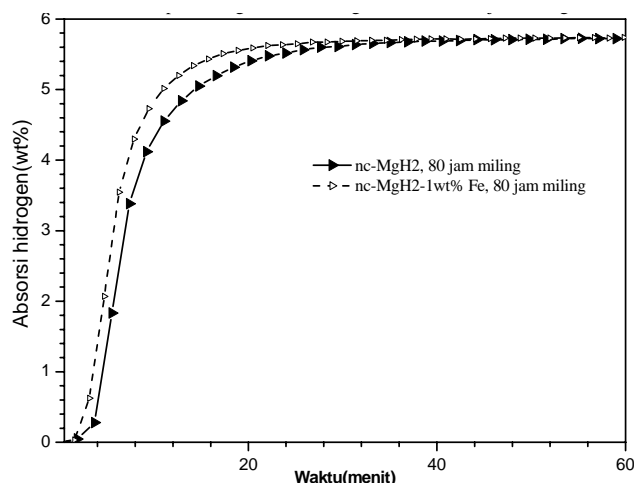
Hasil observasi dengan mikroskop elektron (SEM) menunjukkan bahwa ukuran kristal terlihat sangat halus. Gambar 2 memperlihatkan morfologi kristal setelah proses milling selama 80 jam.

Reduksi ukuran butir sangat berpengaruh pada material untuk hydrogen storage. Secara ringkas dapat dilihat pada kurva absorpsi (Gambar 3) berikut ini.

Pada penelitian ini diketahui bahwa dengan bertambahnya waktu milling maka terjadi peningkatan serapan hidrogen di dalam magnesium hidrida berkatalis besi 1 wt%. Pada gambar 2 ditunjukkan hidrogen dapat diserap sebanyak 5,5 wt% dalam waktu 25 menit pada temperatur dan tekanan konstan (300 °C, 10 bar).

Suhu operasional ini masih sangat tinggi untuk aplikasi pada industri otomotif. Sebab itu perlu dilakukan upaya sistematis lanjutan guna menurunkan temperatur operasional material penyimpan hidrogen berbasis Mg. Begitupun, jelas terlihat bahwa kemampuan absorpsi MgH_2 yang dikatalisasi dengan Fe mendekati nilai teoritis (7,6 wt%). Hanya saja kendala temperatur operasi yang tinggi (300 °C) masih belum dapat diperbaiki.

Hasil penelitian ini sekaligus juga memperlihatkan bahwa teknik mechanical alloying menggunakan ball mill sangat atraktif dan menjanjikan dalam preparasi material berskala nanokristal [7]. Seperti disebut di atas, bila ukuran partikel makin kecil maka hidrogen yang diserap akan makin banyak. Sebab bila daerah permukaan material makin lebar akan memudahkan hidrogen berinteraksi dan berabsorpsi.



Gambar 3. Kurva sifat absorpsi MgH_2 -1wt% Fe pasca milling 80 jam

4. KESIMPULAN

Preparasi dan karakterisasi struktural dengan sinar-X dari material berbasis magnesium, dalam hal ini MgH_2 telah berhasil dilakukan dengan menggunakan teknik preparasi menggunakan ball milling dalam suasana argon. Waktu milling yang berlangsung selama 80 jam, berhasil mereduksi ukuran material hingga skala nanokristal. Penggunaan katalis Fe dalam jumlah kecil (1 wt%) melalui XRD terlihat juga muncul peak dari awal hingga akhir milling. Dapat dicatat bahwa fasa metastabil γ - MgH_2 muncul pada milling 20 jam pada kisaran sudut difraksi $2\theta = 30.22^\circ$. Semakin lama waktu milling, konsentrasi MgH_2 dan Fe meningkat sehingga terlihat peak makin membesar. Ini merupakan indikasi terjadinya proses reduksi butir menuju skala nanometer. Tidak ada perubahan dalam komposisi fasa. Sifat serapan melalui analisa gravimetrik diketahui bahwa MgH_2 -1 wt% Fe mampu menyerap hydrogen sebesar 5,5 wt% dalam waktu 20 menit pada temperatur operasional 300 °C.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Schlapbach and Züttel, Hydrogen storage materials for mobile applications, *Nature*, Vol 414, 15 November 2001.
- [2] G. Liang, Synthesis and hydrogen storage properties of Mg-based alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 370, (2004), 123-128.
- [3] F.C. Gennari, F.J. Castro, G. Urretavizcaya, Hydrogen desorption behavior from magnesium hydrides synthesized by reactive me-

- chanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 321, (2001), 46-53.
- [4] T. Ichikawa, N. Hanada, S. Isobe, H. Leng, H. Fujii, Composite materials based on light elements for hydrogen storage, *Materials Transactions*, 46, (2005), 1-14.
- [5] W. Oelerich, T. Klassen, R. Bormann, Metal oxides as catalysts for improved hydrogen sorption in nanocrystalline Mg-based materials, *Journal of Alloys and Compounds* 315 (2001) 237-242.
- [6] R.A. Varin, T. Czujko, E.B. Wasmund, Z.S. Wronski, Hydrogen desorption properties of MgH₂ nanocomposites with nano-oxides and Inco micrometric- and nanometric-Ni, *Journal of Alloys and Compounds*, 446-447, (2007), 63-66.
- [7] Zaluska, A., Zaluski, L. & Stroem-Olsen, J. O. Structure, catalysis and atomic reactions on the nanoscale: a systematic approach to metal hydrides for hydrogen storage. *Appl. Phys. A* 72, 157 (2001).