

# Analisa Penambahan Aluminium (Al) terhadap Sifat Hidrogenasi Paduan $Mg_{2-x}Al_xNi$ Hasil Sintesa Mechanical Milling dan Heat Treatment

Ade Wahyu Yusariarta, dan Hariyati Purwaningsih

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

*e-mail:* hariyati@mat-eng.its.ac.id

**Abstrak**— Hydrogen storage merupakan salah satu kunci dalam pengembangan sumber energi hidrogen ( $H_2$ ) komersil. Magnesium diketahui memiliki kapasitas penyimpanan hidrogen yang relative cukup tinggi 7,6%. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesa  $Mg_{2-x}Al_xNi$  dari serbuk Mg, Al, dan Ni dengan mechanical milling dengan variasi Al ( $x = 0;0,1;0,25;0,5$ ) dengan kecepatan 400 rpm dan BPR 10:1 selama 10 jam dalam lingkungan argon. Kemudian di heat treatment pada temperatur 385°C selama 10 menit. Kemudian dilakukan proses hidrogenasi pada temperatur 250°C dengan lingkungan hidrogen ( $H_2$ ) bertekanan 5 bar. Pada proses mechanical milling dan heat treatment belum mampu menghasilkan paduan intermetalik  $Mg_2Ni$ , namun seiring dengan penambahan aluminium pada proses heat treatment berhasil mereduksi  $Mg(OH)_2$ . Pada proses hidriding berhasil membentuk fasa hidrida metal  $MgH_2$ , yang menyatakan bahwa hidrogen berhasil diserap oleh paduan. Dilanjutkan dengan proses annealing pada temperatur 600°C pada lingkungan nitrogen ( $N_2$ ), dan pada proses ini berhasil membentuk paduan intermetalik  $Mg_2Ni$ ,  $MgNi_2$  dan  $Mg_3AlNi_2$ , namun pada proses hidriding belum bisa membentuk fasa hidrida metal kecuali pada komposisi  $x=0,1$  dan  $x=0,5$ .

**Kata Kunci:** Annealing, Heat Treatment, Hidrogenasi, Hydrogen Storage, Mechanical Milling, Paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$ .

## I. PENDAHULUAN

Hydrogen storage merupakan salah satu kunci dalam pengembangan sumber energi hidrogen ( $H_2$ ) komersil. Teknologi penyimpanan hidrogen ( $H_2$ ) yang telah dikembangkan yaitu dalam bentuk cair, gas, dan padat. Penyimpanan hidrogen ( $H_2$ ) dalam bentuk gas dilakukan dalam bejana dan tangki pada tekanan 136 atm [1]. Sedangkan mencairkan hidrogen mempunyai keuntungan dalam penambahan persen volume penyimpanan dibandingkan gas yang terkompresi, sehingga meningkatkan densitas energinya. Pada temperatur cryogenic (-253°C) dan tekanan atmosfer hidrogen cair dapat disimpan dalam tangki cryogenic. Teknik penyimpanan alternatif yang bisa digunakan yaitu menggunakan material yang mampu menyerap hidrogen

dalam jumlah yang banyak pada tekanan yang rendah, sehingga mengurangi energi yang dibutuhkan dibandingkan dengan cara mengompresikan atau mencairkan hidrogen [2]. Hidrida logam memiliki tingkat kepadatan penyimpanan hidrogen ( $H_2$ ) yang tinggi (6,5 atoms/cm<sup>3</sup> untuk  $MgH_2$ ) dibandingkan dalam bentuk gas hidrogen (0,99 atoms/cm<sup>3</sup>) atau hidrogen cair (4,2 atoms/cm<sup>3</sup>) [3].

Magnesium diketahui memiliki kapasitas penyimpanan hidrogen yang relative cukup tinggi 7,6% massanya, dengan membentuk hidrida non-logam  $MgH_2$ .  $Mg_2Ni$  menjadi hal yang menarik untuk dikembangkan sebagai material hydrogen storage yang menjanjikan karena kapasitas penyimpanannya yang cukup tinggi, biaya yang rendah, berat yang ringan dan tidak beracun, serta struktur dan sifat ikatannya yang unik [4].

Penggantian parsial magnesium (Mg) dengan aluminium (Al) dapat menurunkan temperatur penyerapan hidrogen ( $H_2$ ) dan memiliki kapasitas discharge dan kestabilan siklik yang lebih baik [5]. Paduan  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  telah berhasil disintesa dari serbuk magnesium (Mg), Aluminium (Al), dan nikel (Ni) masing-masing dengan kemurnian diatas 99,9% menggunakan metode mechanical milling pada atmosfer argon (Ar). Proses mechanical milling dilakukan selama 40 jam dengan powder-to-ball weight ratio 1:10. Pada pengujian hydrogenation/dehydrogenation, diketahui bahwa kemampuan penyerapan dan pelepasan hidrogen ( $H_2$ )  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  sebesar 1,5 wt% dan 0,5 wt% pada temperatur 300°C dan tekanan 3 MPa dalam waktu satu jam. Hasil penelitian ini berhasil menunjukkan bahwa penambahan aluminium (Al) dapat memperbaiki sifat pelepasan hidrogen ( $H_2$ ) paduan  $Mg_2Ni$  [6].

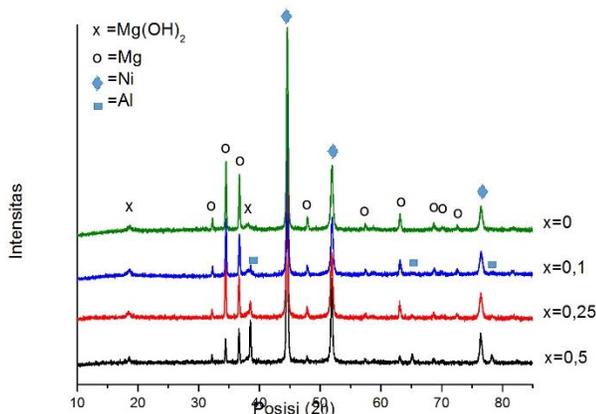
Merujuk pada beberapa perkembangan yang ada maka perlu dilakukan penelitian dengan mensintesa material  $Mg_{2-x}Al_xNi$  dengan  $x = 0;0,1;0,25;0,5$  dengan metode mechanical milling. Penggantian parsial magnesium (Mg) dengan aluminium (Al) dilakukan mengacu pada penelitian yang telah ada dimana penambahan aluminium (Al) pada paduan Mg-Ni dapat meningkatkan sifat kinetik penyerapan/pelepasan hidrogen ( $H_2$ ) oleh  $Mg_2Ni$ . Metode mechanical milling dan heat treatment dilakukan untuk menghasilkan permukaan penyerapan hidrogen ( $H_2$ ) yang baik pada material  $Mg_{2-x}Al_xNi$ . Pada penelitian penambahan aluminium (Al) pada paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ini diharapkan dapat menghasilkan material dengan kemampuan penyerapan dan pelepasan hidrogen ( $H_2$ ) yang baik.

II. METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan serbuk Mg (Merck) dengan kemurnian 99,7%, Al (Merck) 90%, dan serbuk Ni (Merck) 98%. Benzene digunakan sebagai PCA ketika proses *mechanical milling* berlangsung. Campuran serbuk dengan komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$  dengan variasi  $x = 0; 0,1; 0,25; 0,5$  disintesa dengan proses *mechanical milling* pada atmosfer argon (Ar) high purity bertekanan 3 bar dengan kecepatan 400 rpm selama 10 jam menggunakan alat *Horizontal Modification Ball Milling*. Selanjutnya, dilakukan proses dengan *heat treatment* menggunakan *horizontal furnace* pada atmosfer argon (Ar) pada tekanan 3 bar dengan temperatur 385°C ditahan selama 10 menit. Untuk proses hidrogenasi pada tekanan hidrogen ( $H_2$ ) 5 bar selama satu jam pada temperatur konstan 250°C. Proses *annealing* dilakukan pada temperatur 600°C pada atmosfer nitrogen ( $N_2$ )

Untuk mengetahui fasa paduan dan karakterisasi paduan setelah *mechanical milling*, *heat treatment* dan setelah dilakukan proses hidrogenasi, digunakan alat XRD *Phillips X'Pert MPD System (X-Ray Diffraction)* dengan  $CuK\alpha$  sebesar 1.54056 Å dan range sudut sebesar  $10^\circ-90^\circ$ . *Software High Score Plus* digunakan untuk menganalisa hasil XRD secara kualitatif. Analisa morfologi sebruk hasil sintesa dan hasil hidriding dianalisa menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) FEI INSPECT S50. Kemudian pengujian DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetry / Thermo Gravimetrik Analysis*) dilakukan pada serbuk hasil hidriding untuk mengetahui kapasitas dan temperatur pelepasan hidrogen ( $H_2$ ).

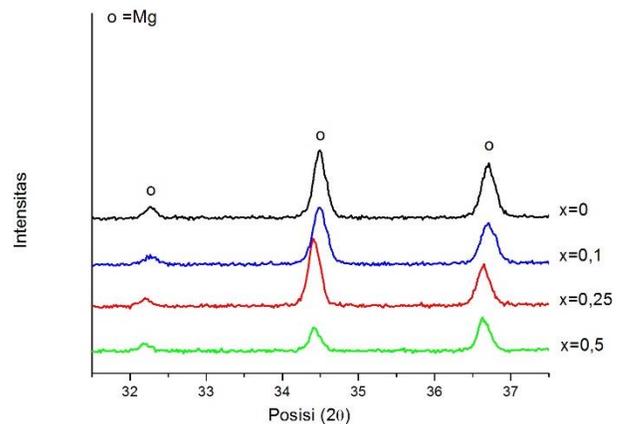
III. DATA DAN PEMBAHASAN



Gambar 1. Pola difraksi serbuk komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$  setelah dilakukan proses *mechanical milling*

Serbuk hasil *mechanical milling* diuji sebanyak 0,5 gram untuk pengujian difraksi sinar. Gambar 1 menunjukkan pola difraksi sinar-x paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x = 0; 0,1; 0,25; 0,5$ ) hasil *mechanical milling*. Belum ada perubahan fasa yang terjadi selama proses *mechanical milling*. Hal ini terjadi karena adanya fasa  $Mg(OH)_2$  yang sudah ada pada serbuk *as received*. Sementara itu, energi yang dihasilkan oleh alat *modification ball milling* tidak cukup tinggi untuk membentuk fasa intermetalik. Meski demikian, proses milling yang dilakukan dapat memberikan perbedaan posisi  $2\theta$  dan tinggi

puncak dari setiap unsur, dalam hal ini unsur magnesium, aluminium, dan nikel.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x untuk sudut pendek  $2\theta = 31,5-37,5$  setelah *mechanical milling* untuk komposisi penambahan aluminium

Gambar 2 memperlihatkan pola difraksi sinar-x sudut pendek  $2\theta = 31,5-37,5$  setelah *mechanical milling* untuk komposisi penambahan aluminium, terlihat terjadi pergeseran puncak magnesium pada setiap penambahan aluminium. Untuk memastikan perubahan yang terjadi pada magnesium maka dilakukan analisa lebih lanjut dengan metode *single peak analysis* untuk melihat perubahan posisi  $2\theta$ , tinggi puncak, menghitung ukuran kristal, dan menghitung *microstrain broadening* masing-masing unsur penyusun paduan. Hasil pengukuran ukuran kristal serbuk ini diperoleh dengan menggunakan rumus Debye Scharrer sebagai berikut :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \dots \dots \dots (1)$$

$$B = 4\varepsilon \frac{\sin \theta}{\cos \theta} \dots \dots \dots (2)$$

Dalam hal ini D adalah ukuran kristal (Å),  $\lambda$  adalah panjang gelombang yang digunakan dalam uji XRD yaitu 1.54056 Å, B adalah lebar setengah puncak (FWHM) dalam radian, dan  $\theta$  adalah posisi sudut terbentuknya puncak.

Tabel 1. Analisa Data XRD Hasil *Mechanical Milling*

	Fasa	$\varepsilon (10^{-3})$	D(Å)
MM $Mg_2Ni$	Mg	1.038	1061.528
	Ni	1.272	718.7943
MM $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$	Mg	1.189	926.9818
	Al	2.778	379.179
MM $Mg_{1,75}Al_{0,25}Ni$	Ni	1.378	663.792
	Mg	0.915	1206.447
MM $Mg_{1,5}Al_{0,5}Ni$	Al	1.429	736.7849
	Ni	1.268	721.8269
MM $Mg_{1,5}Al_{0,5}Ni$	Mg	0.778	1418.502
	Al	0.916	1148.035
	Ni	1.088	841.0746

Tabel 1 menunjukkan proses *mechanical milling* menghasilkan reduksi ukuran kristal magnesium, aluminium, dan nikel. *Microstrain broadening* pada setiap komposisi serbuk juga mengalami perubahan, namun setiap penambahan komposisi aluminium mengurangi perubahan jarak *microstrainnya*. Berdasarkan analisa ini, transformasi struktur

kristal akan efektif terjadi pada komposisi penambahan aluminium yang paling rendah. Pergeseran  $2\theta$  ini diperkirakan terjadi karena dua hal yaitu adanya energi tumbukan yang menyebabkan defromasi pada susunan atom kristal unsur penyusun serta terbentuknya *solid solution* magnesium dengan aluminium.

Untuk menganalisa pengaruh penambahan aluminium terhadap perubahan struktur kristal, maka dilakukan perhitungan terhadap parameter kisi kristal magnesium. Perhitungan parameter kisi untuk struktur kristal heksagonal magnesium ini dapat dilakukan dengan persamaan berikut :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \dots\dots(3)$$

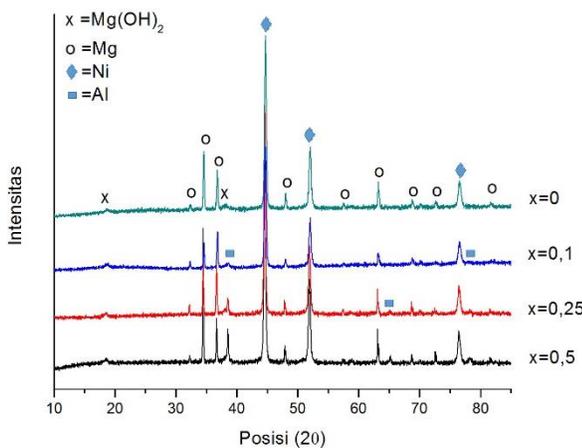
Dimana,  $d$  adalah jarak antar bidang kristal, (hkl) adalah index arah bidang kristal, dan (a dan c) adalah parameter kisi kristal. Nilai  $d$  diperoleh melalui hasil pengujian difraksi sinar-x, sedangkan nilai (hkl) didapat dari ICDD unsur magnesium.

Tabel 2. Analisa parameter kisi kristal magnesium pada paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  (dalam Å) setelah *mechanical milling*

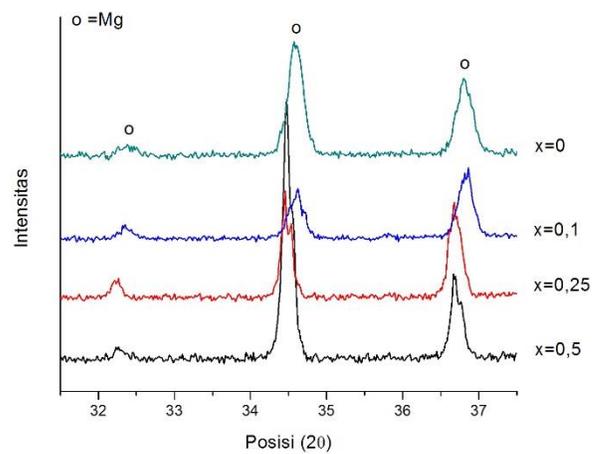
Parameter Kisi	x = 0	x = 0,1	x = 0,25	x = 0,5
a	3,2039	3,20488	3,20939	3,21225
c	5,2011	5,20026	5,21425	5,21185

Tabel 2 menunjukkan perubahan parameter kisi kristal setelah *mechanical milling*. Belum terjadi perubahan pada parameter kisi untuk proses *mechanical milling*.

Gambar 3 menunjukan pola difraksi sinar-x setelah proses *heat treatment*. Paduan Intermetalik dalam bentuk  $Mg_2Ni$  serta hidrida dalam bentuk  $Mg_3AlNi_2$ , juga belum berhasil dibentuk pada seluruh komposisi paduan melalui proses *heat treatment* yang telah dilakukan. Namun pada grafik menunjukkan seiring penambahan aluminium pada temperatur  $385^\circ C$ , terjadi peningkatan puncak magnesium dan nikel, sedangkan fasa  $Mg(OH)_2$  mengalami penurunan seiring dengan penambahan aluminium.



Gambar. 3. Pola difraksi serbuk komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x = 0; 0,1; 0,25; 0,5$ ) setelah dilakukan proses *heat treatment*  $385^\circ C$ .



Gambar 4 Pola difraksi sinar-x untuk sudut pendek  $2\theta$  31,5 -37,5 setelah *heat treatment*  $385^\circ C$  untuk komposisi penambahan aluminium

Tabel 3. Analisa Data XRD Hasil *heat treatment*

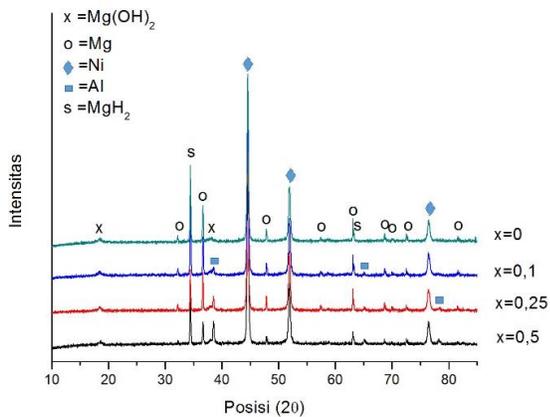
	Fasa	$\epsilon (10^{-3})$	D(Å)
HT $385^\circ C$ $Mg_2Ni$	Mg	1.333	824.6239
	Ni	1.582	576.4999
HT $385^\circ C$ $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$	Mg	0.528	2078.973
	Al	2.070	507.2919
	Ni	1.533	595.0095
	HT $385^\circ C$ $Mg_{1,75}Al_{0,5}Ni$	Mg	0.861
	Al	1.094	960.7934
	Ni	1.222	748.3294
HT $385^\circ C$ $Mg_{1,5}Al_{0,5}Ni$	Mg	0.447	2465.841
	Al	0.866	1213.31
	Ni	1.277	715.7019

Gambar 4 menunjukkan terjadi pergeseran puncak magnesium pada setiap penambahan aluminium. Untuk memastikan perubahan yang terjadi pada magnesium maka dilakukan analisa lebih lanjut dengan metode *single peak analysis*. Analisa perbandingan posisi  $2\theta$ , ukuran kristal, dan *microstrain broadening* pada serbuk dengan komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$ , dengan  $x=0; 0,1; 0,25; 0,5$  dapat dilihat pada Tabel 3. Perhitungan ini dilakukan dengan menggunakan Persamaan 1 dan Persamaan 2.

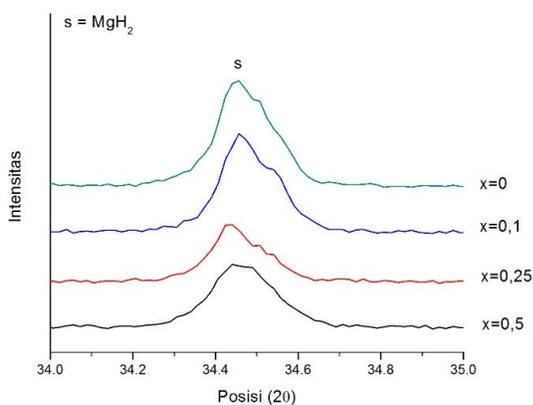
Tabel 4. Analisa parameter kisi kristal magnesium pada paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  (dalam Å) setelah proses *heat treatment*  $385^\circ C$

Parameter Kisi	x = 0	x = 0,1	x = 0,25	x = 0,5
a	3.19461	3.19183	3.20491	3.20414
c	5.1934	5.18087	5.20347	5.20027

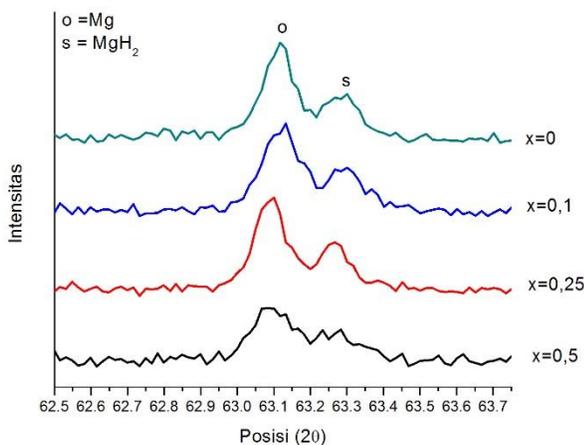
Tabel 4 menunjukkan adanya perubahan pada parameter kisi untuk komposisi  $x=0$  dan  $x=0,1$  menginisiasikan bahwa magnesium mengalami perubahan struktur kristal, dalam hal ini kemungkinan magnesium mengalami tranformasi fasa.



Gambar 5. Hasil pengujian difraksi sinar-x proses hidriding untuk komposisi serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) dengan *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .



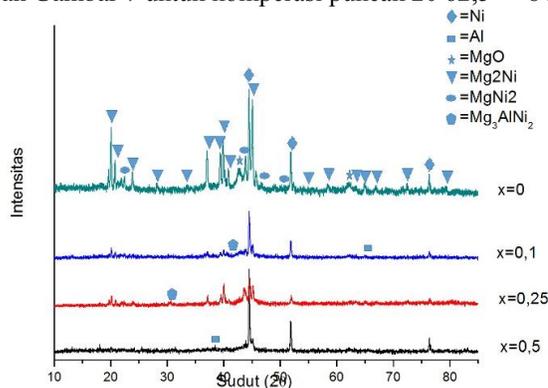
Gambar 6. Pola difraksi sinar-x untuk sudut pendek  $34^{\circ}-35^{\circ}$  setelah proses hidriding untuk serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) dengan *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .



Gambar 7. Pola difraksi sinar-x untuk sudut pendek  $62,5^{\circ}-63,75^{\circ}$  setelah proses hidriding serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) dengan *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .

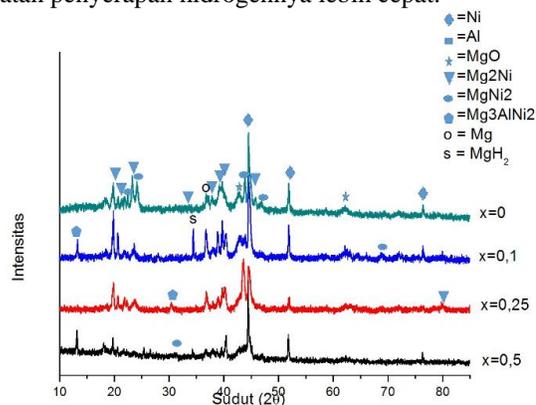
Pada penambahan aluminium muncul puncak fasa hidrida  $MgH_2$  seperti terlihat pada Gambar 5. Terlihat puncak tertinggi magnesium pada  $2\theta$  36 mengalami penurunan dibandingkan dengan puncak magnesium pada as received. Selain itu, puncak magnesium pada  $2\theta$  34 mengalami peningkatan bahkan lebih tinggi dibandingkan puncak tertinggi magnesium. Hal ini mengidentifikasi bahwa magnesium mengalami transformasi fasa. Untuk lebih jelasnya

mengenai transformasi fasa yang terjadi pada magnesium terlihat pada Gambar 6 untuk komposisi puncak pada  $2\theta$   $33^{\circ}-38^{\circ}$  dan Gambar 7 untuk komposisi puncak  $2\theta$   $62,5^{\circ}-64^{\circ}$ .

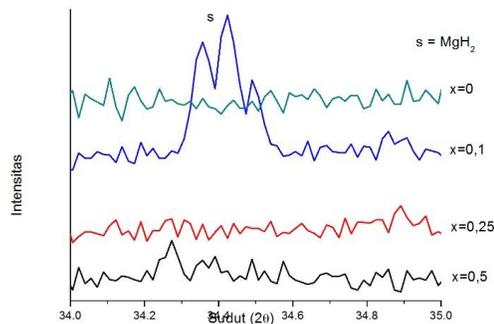


Gambar 8. Pola difraksi sinar-x setelah proses *annealing* komposisi serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) untuk serbuk dengan *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .

Gambar 8 menunjukkan hanya ada sedikit fasa aluminium, hal ini membuktikan aluminium berhasil di doping. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan L.B. Wang [6], melalui pengujian XRD, peak Al tidak akan terdeteksi yang menunjukkan bahwa Al menjadi larutan padat pada paduan Mg-Ni. Bila dibandingkan dari struktur  $Mg_2Ni$ , struktur kubus yang dihasilkan oleh doping Al memiliki jumlah *hole* untuk interstisi atom hidrogen ( $H_2$ ) yang lebih sedikit. Namun, kecepatan penyerapan hidrogennya lebih cepat.



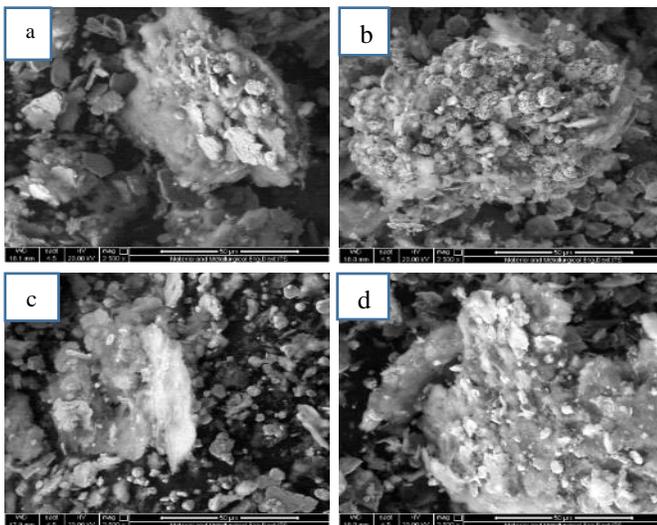
Gambar 9. Pola difraksi sinar-x setelah proses hidriding komposisi serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) pada serbuk *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .



Gambar 10. Pola difraksi sinar-x untuk sudut pendek  $34^{\circ}-35^{\circ}$  setelah proses hidriding setelah *annealing* serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x=0;0,1;0,25;0,5$ ) pada serbuk *heat treatment*  $385^{\circ}C$ .

Terlihat pada Gambar 9 muncul puncak baru pada proses hidriding. Setelah dilakukan pencocokan dengan ICDD, ternyata puncak baru tersebut merupakan fasa hidrida metal  $MgH_2$ . Puncak difraksi  $MgH_2$  teridentifikasi pada 20 34.3933 bersesuaian dengan ICDD 01-075-7947. Puncak  $MgH_2$  hanya teridentifikasi pada komposisi  $x=0,1$  dan  $x=0,5$ , terlihat pada gambar 10. Faktor penyebabnya tidak terbentuknya fasa hidrida metal mungkin karena kurangnya energi untuk membentuk fasa hidrida metal dan terhalangi oleh  $MgO$  serta  $MgNi_2$  yang tidak mampu menyerap hydrogen. Sesuai dengan pendapat M. Hangen [8] yang menyatakan  $MgNi_2$  tidak dapat bereaksi dengan hydrogen pada tekanan hingga 540 MPa dalam kisaran temperatur -196 sampai 300°C.

Hasil pengamatan SEM setelah proses *mechanical milling* ditampilkan pada Gambar 11. Pada serbuk dengan penambahan aluminium, ukuran magnesium hanya sedikit tereduksi menjadi rata-rata 200 µm. Permukaan magnesium terlihat lebih kasar daripada sebelumnya akibat adanya partikel aluminium dan nikel yang menempel. Distribusi serbuk nikel dan aluminium disekitar serbuk magnesium terlihat berubah.



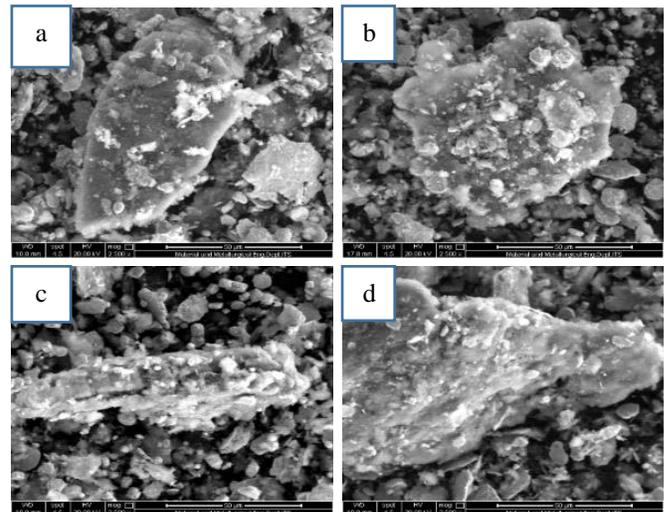
Gambar 11 Mikrografi SEM  $Mg_{2-x}Al_xNi$  perbesaran 2500x setelah proses *mechanical milling* (a)  $x=0$  (b)  $x=0,1$  (c)  $x=0,25$  (d)  $x=0,5$ .

Untuk mengetahui pengaruh penambahan aluminium terhadap komposisi serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  pada proses heat treatment, dilakukan pengamatan morfologi seperti pada Gambar 12. Serbuk dengan penambahan aluminium pada Gambar 12 memperlihatkan partikel nikel terlihat menggumpal disekitar partikel serta di permukaan magnesium. Jika dibandingkan dengan serbuk hasil *mechanical milling*, serbuk setelah heat treatment memiliki permukaan yang lebih halus. Hal ini dikarenakan semakin kuatnya partikel-partikel nikel dan aluminium menempel pada permukaan serbuk magnesium serta panas yang diberikan menghilangkan tegangan sisa dari hasil *mechanical milling*.

Analisa permukaan serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  setelah proses hidriding yang diamati pada perbesaran 2500x ditunjukkan oleh Gambar 13. Partikel magnesium mengalami perubahan permukaan terlihat seperti material yang mengalami absorpsi

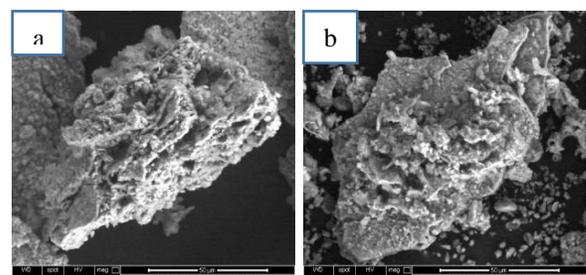
gas. Dalam hal ini, permukaan seperti ini diciptakan oleh adanya energi akibat temperatur tinggi serta atmosfer hidrogen yang diaplikasikan ketika proses hidriding. Selain itu terjadi perubahan warna menjadi abu-abu, yang menandakan bahwa terjadi penyerapan gas. Paduan dengan penambahan aluminium menunjukkan pencahayaan yang lebih cerah daripada material tanpa penambahan aluminium.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Chao Fan [7], dari *XPS Analysis* terhadap sampel  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  yang disintesa dengan *mechanical milling*, pada permukaannya teridentifikasi adanya atom aluminium yang jumlahnya semakin meningkat ketika proses hidriding dilakukan. Sedangkan atom magnesium teridentifikasi semakin menurun jumlahnya. Hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi pembentukan *solid solution* dimana atom aluminium telah menggantikan atom Mg di permukaan paduan. Peristiwa melekatnya aluminium pada permukaan magnesium menjadi indikasi terbentuknya paduan *solid solution* aluminium di dalam magnesium. Namun masih menyisakan aluminium yang masih berdiri sebagai unsur.



Gambar 13 Mikrografi SEM serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  hidriding perbesaran 2500x pada serbuk heat treatment 385°C (a)  $x=0$  (b)  $x=0,1$  (c)  $x=0,25$  (d)  $x=0,5$ .

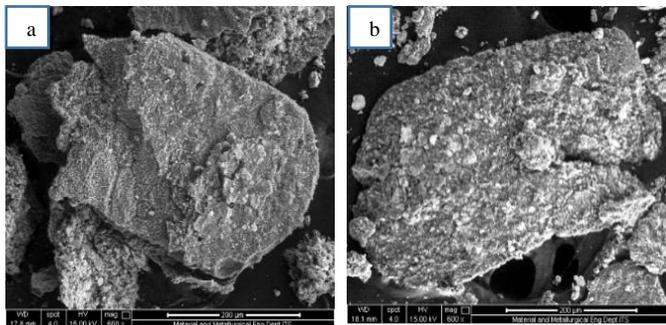
Pengamatan selanjutnya pada pembesaran 2500x ditunjukkan pada Gambar 14. Tidak tampak lagi partikel aluminium dan nikel yang berdiri sendiri. Terlihat partikel magnesium mengalami perubahan dari proses-proses sebelumnya. Hal ini menguatkan bahwa pada proses annealing sudah terbentuk fasa intermetalik  $Mg_2Ni$ .



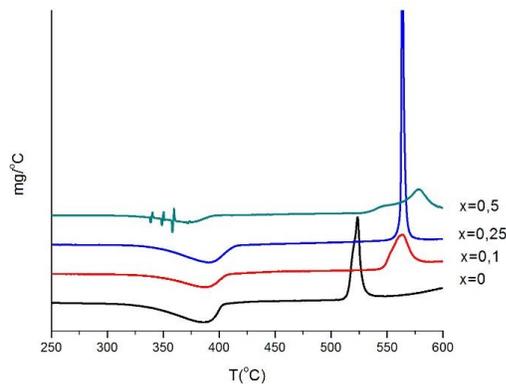
Gambar 14 Mikrografi SEM pembesaran 2500x (a)  $Mg_2Ni$  dan (b)  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  setelah proses *annealing*

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Chao Fan [7], mensintesa paduan  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  dengan metode *milling* pada atmosfer argon. Dari analisa difraksi sinar-x, ditunjukkan bahwa selama proses hidriding, paduan  $Mg_2Ni$  telah terbentuk.

Berkolerasi dengan penelitan tersebut, pada penelitan ini fenomena melekatnya aluminium pada permukaan magnesium yang dianalisa melalui pengujian SEM dapat memperkuat hasil xrd dimana aluminium berhasil menjadi doping pada  $Mg_2Ni$ . Dan paduan intermetalik  $Mg_2Ni$  berhasil terbentuk



Gambar 15. Mikrografi SEM perbesaran 600x (a)  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  dan (b)  $Mg_{1,5}Al_{0,5}Ni$  setelah proses hidriding yang kedua



Gambar 16 Kurva DTG paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  serbuk heat treatment  $385^\circ C$

Grafik DTA (*Derivative Thermo Gravimetric*) yang merupakan penurunan pertama terhadap kurva TGA menunjukkan perilaku pelepasan hidrogen ( $H_2$ ) dan pembentukan fasa intermetalik oleh masing-masing paduan ditunjukkan oleh Gambar 16. Puncak endotermik pada kurva DSC serta terjadinya penurunan massa sampel pada kurva TGA merupakan proses desorpsi hidrogen ( $H_2$ ). Sedangkan puncak eksotermik yang di tunjukkan pada kurva DSC merupakan proses pembentukan fasa intermetalik. Hasil ini sesuai dengan hasil pengujian difraksi sinar-x yang menyebutkan bahwa pada serbuk  $Mg_{2-x}Al_xNi$  terdapat peristiwa penyerapan hidrogen setelah proses hidriding.

Penambahan aluminium menyebabkan turunnya kapasitas penyerapan hidrogen oleh paduan yang dikorelasikan dengan kapasitas pelepasannya. Untuk melihat massa yang hilang serta temperatur onset dan temperatur endset bisa dilihat pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil dehidriding serbuk heat treatment  $385^\circ C$

Paduan	$T_{onset}$ ( $^\circ C$ )	$T_{endset}$ ( $^\circ C$ )	%wt H
X = 0	334	386	3,78
X = 0,1	335	386	3,7
X = 0,25	340	390	3,27
X = 5	320	373	2,83

#### IV. KESIMPULAN

Hasil penelitian sintesa paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$  dengan variasi  $x = 0;0,1;0,25;0,5$  dengan metode *mechanical milling* dan *heat treatment* yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan, yaitu:

1. Sintesa *mechanical milling* pada lingkungan argon (Ar) 3 bar dan *heat treatment* pada temperatur  $385^\circ C$  selama 10 menit dan temperatur  $500^\circ C$  selama 60 menit antara serbuk magnesium, aluminium, dan nikel dengan komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x = 0;0,1;0,25;0,5$ ) belum menghasilkan paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$
2. Perlakuan annealing pada komposisi  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $x = 0;0,1;0,25;0,5$ ) dengan temperatur  $600^\circ C$  pada lingkungan nitrogen ( $N_2$ ) setelah proses *mechanical milling* dan *heat treatment* membentuk paduan intermetalik  $Mg_2Ni$
3. Proses hidriding pada temperatur  $250^\circ C$  dengan lingkungan hidrogen ( $H_2$ ) menghasilkan paduan *hidrida metal*  $MgH_2$  pada paduan  $Mg_{2-x}Al_xNi$ ,  $x = 0;0,1;0,25;0,5$
4. Aluminium pada permukaan magnesium yang belum bereaksi sempurna membentuk paduan menurunkan kapasitas penyerapan hidrogen ( $H_2$ ) serta menaikkan temperatur pelepasan hidrogen ( $H_2$ )

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Stanford, R. "Modified Magnesium Based Hydrogen Storage Alloys". U.S Patent Document (2001).
- [2] Paloumpi, "Nanoscale Magnesium as a Hydrogen Storage Material". The University of Birmingham (2010)
- [3] Weast, R.C. "Handbook of Chemistry and Physics". Boca Raton, FL (1983): CRC Press
- [4] Sakintuna, B. et al. "Metal Hydride Materials for Solid Hydrogen Storage". International Journal of Hydrogen Energy 32 (2007) 1121-1140.
- [5] Guanglie, L. "Study on the Phase Composition of  $Mg_{2-x}M_xNi$  ( $M=Al, Ti$ ) Alloys". J. Alloys Compd. 321 (2001) : L1-4
- [6] Wang, L.B. "An Electrochemical Investigation of  $Mg_{2-x}Al_xNi$  ( $0 \leq x \leq 0.6$ ) Hydrogen Storage Alloys". Journal of Alloys and Compounds 385 (2004) : 304-308.
- [7] Fan, C. "Local and Crystal Structure of  $Mg_{1,9}Al_{0,1}Ni$  Hydrogen Storage Alloys During Hydrogen Absorption/Desorption Cycling". Internasional Journal of Hydrogen Energy 35 (2010) : 8044-8048.