

FABRIKASI MATERIAL NANOKRISTAL SiC SEBAGAI KATALIS PADA MATERIAL PENYIMPAN HIDROGEN

Adi Rahwanto¹, Mustanir², Fauzi¹ dan Zulkarnain Jalil¹

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

² Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Syiah Kuala, Darussalam, Banda Aceh

E-mail: adi_oéal@yahoo.com

Diterima 19 Maret 2009, disetujui untuk diterbitkan 28 Oktober 2009

ABSTRACT

The catalyst of nanocrystal-structured is needed to be inserted on material on storage system of solid hydrogen Mg-based. One of the catalysts is silicon carbide (SiC). We, here, reported the preparation and characterization of material structure SiC which was done by mechanical alloying technique. The XRD and SEM analysis showed that the milling process for 80 hours, the material was able to be reduce into nanocrystal scale. This was shown by the peak profiles of X-ray diffraction which was extremely broadened (peak broadening). This peak broadening indicated that the size of crystal was in nanometer scale. The result showed that the mechanical alloying technique was very attractive and promising in the preparation of material nanocrystalline scaled, especially for material catalyst for hydrogen storage.

Keywords: *nanocrystal material, silicon carbide, mechanical alloying, peak broadening*

1. PENDAHULUAN

Konsumsi terbesar energi saat ini, menurut data terkini, adalah untuk transportasi yang secara langsung berakibat pada meningkatnya polusi udara dari pemakaian bahan bakar jenis fosil ini. Polusi udara juga memberi efek pada perubahan iklim (*climate change*). Peneliti di seluruh dunia saat ini sedang berupaya mencari bahan bakar alternatif untuk mengurangi ketergantungan pada migas dan juga guna mengurangi polusi udara. Salah satunya adalah menggunakan fuel cell yang berbahan baku hidrogen. Begitupun, masih ada kendala yang dihadapi kendaraan fuel cell saat ini yakni pada tabung penyimpanan hidrogennya. Tabung penyimpanan hidrogen (*hydrogen storage*) berfungsi menampung gas hidrogen, sama halnya seperti tangki bensin pada motor konvensional.

Dikenal ada tiga metode penyimpanan hidrogen untuk kendaraan berbahan bakar fuel cell, yakni dalam bentuk gas, cair dan padat¹). Dalam bentuk gas (pada tekanan tinggi 700 bar) dan cair (suhu harus tetap stabil pada -253°C) dari sisi keamanan belum memadai.

Sistem penyimpanan mutakhir yang saat ini aktif diteliti adalah dengan menggunakan teknik penyimpanan padat (*solid-state storage*), dimana atom-atom H berada pada kisi-kisi material utamanya. Dalam hal ini hidrogen "disisipkan" dalam material tertentu. Karena itu riset intensif kini dilakukan sebagai upaya untuk mendapatkan material yang mampu menyimpan/menyerap hidrogen dalam jumlah besar, ringan dengan harga ekonomis.

Beberapa jenis material (umumnya logam ringan) diyakini memiliki kemampuan menyerap hidrogen dalam jumlah besar. Salah satunya adalah Magnesium (Mg) yang dianggap sebagai salah satu kandidat potensial²), karena memiliki kemampuan menyerap hidrogen dalam jumlah besar (7,6 wt%), ringan dan tersedia di alam. 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 *mechanical alloying*^{3,4}), membentuk material komposit⁵), demikian juga upaya menambahkan katalis tertentu seperti logam dan oksida logam ke dalam MgH₂ dalam skala nanokristal^{6,7}). Dalam perkembangan selanjutnya, penggunaan katalis makin gencar dilakukan. Salah satu publikasi terkini adalah penggunaan katalis silikon karbida atau SiC⁸). Sejauh ini penggunaan katalis SiC di dalam material Mg masih sangat jarang. Merujuk publikasi, penggunaan katalis SiC dalam material Mg pertamakali diperkenalkan oleh Ranjbar et al.⁸). Ranjbar melaporkan bahwa 5 wt% SiC

skala nanopartikel sangat efektif dalam memperbaiki sifat serapan material Mg. Termotivasi oleh hasil ini, dalam penelitian ini kami menyiapkan serbuk silikon karbida (SiC) berskala nanokristal dengan metode *mechanical alloying*⁹.

2. METODE PENELITIAN

Bahan yang disiapkan adalah serbuk SiC (coarse 80, A.D.S Orpington, AS) dengan kemurnian ~95%. Peralatan yang diperlukan yakni mesin milling tipe vibrasi (Kawasaki, Jepang) dengan kemampuan putar hingga 900 rpm. Mangkok milling stainless steel dan 10 bola baja dengan diameter 12 mm. Setelah semua bahan disiapkan, lalu dilakukan proses reduksi butir dengan mesin ball milling. Adapun rasio bola dan material adalah 10:1 dengan berat sampel total adalah 5 gram. Milling berlangsung selama 80 jam. Setiap periode waktu tertentu (0, 30, 40, 60, dan 80 jam) sejumlah kecil sampel dipisahkan untuk keperluan karakterisasi lebih lanjut. Karakterisasi dilakukan menyangkut struktur (meliputi komposisi fasa, dan ukuran kristal melalui analisis *peak broadening*) diobservasi menggunakan XRD (Philips PW17310 diffractometer, radiasi Co-K α). Kondisi pengukuran dilakukan dengan menggunakan scan time (33.20), jumlah steps 4000, waktu per step 0,5 dan scan speed pada 0,04. Sebelum pengukuran, dilakukan kalibrasi dengan menggunakan material silikon murni sebagai standar. Kalibrasi perlu dilakukan untuk menghindari terjadinya error atau kesalahan dalam pengambilan data murni (raw data) dari material yang ingin diobservasi dengan XRD. Struktur morfologi material dipelajari dengan menggunakan perangkat mikroskop elektron (JEOL JSM-5310LV) pada masing-masing periode waktu milling. Untuk terjadinya homogenisasi, serbuk SiC terlebih dahulu ditetaskan larutan aseton lalu dialirkan gelombang ultrasonik sebesar 48 kilohertz.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 1 ditunjukkan evolusi dari pola-pola difraksi sinar X dari observasi dengan menggunakan XRD untuk material silikon karbida (SiC) sebagai fungsi dari waktu milling dan intensitas.

Gambar 1a memperlihatkan profil XRD saat serbuk SiC tersebut masih berada pada tahap awal tanpa milling (0 jam). Tampak jelas kehadiran fasa tunggal SiC masing-masing pada kedudukan sudut difraksi $2\theta = 39.72^\circ, 41.44^\circ, 44.7^\circ, 48.42^\circ, 52.88^\circ, 71.4^\circ, 78.38^\circ, 86.16^\circ$. Profil puncak-puncak difraksi yang masih tajam/lancip menunjukkan bahwa ukuran material SiC masih dalam skala mikrokristal.

Pada saat proses milling berlangsung selama 30 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 40 jam, dimana puncak difraksi terlihat mulai melebar (*peak broadening*). Fenomena *peak broadening* mengindikasikan bahwa ukuran material mulai tereduksi dalam skala tertentu. Jadi dapat disebut bahwa pada waktu milling 40 jam, mulai terjadi reduksi ukuran butir atau kristal-kristal SiC.

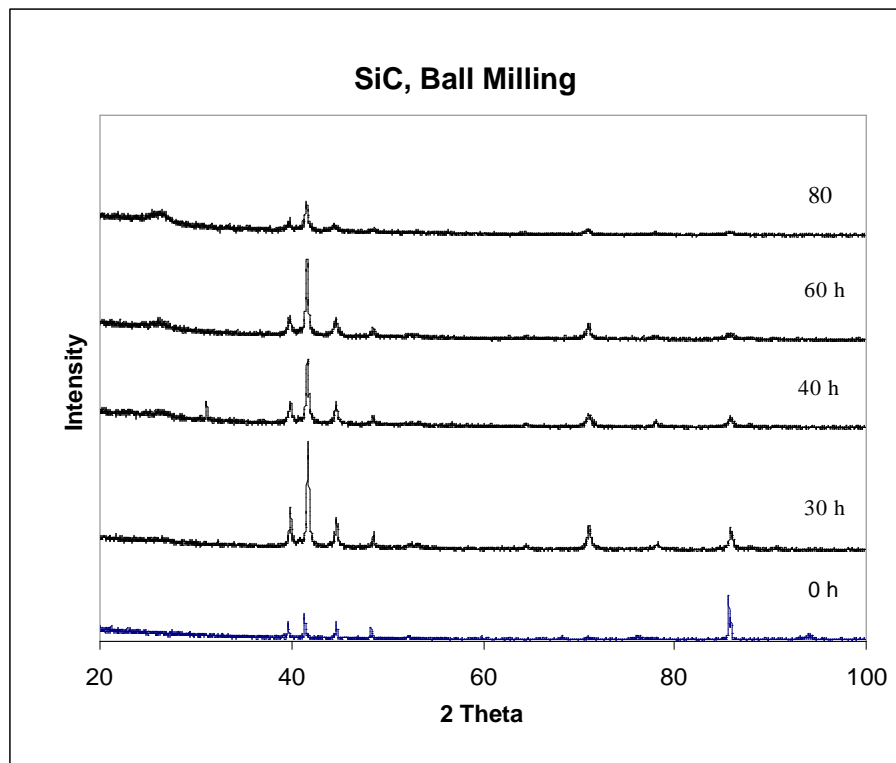
Keadaan ini terus berlangsung dengan meningkatnya waktu milling. Pada saat milling berlangsung 60 jam beberapa fasa mulai mengecil karena pelebaran puncak tersebut. Perbedaan yang signifikan terlihat pada waktu milling 80 jam, pelebaran *peak* makin terlihat secara jelas. Dimana puncak-puncak fasa melebar secara ekstrem dan mulai "menghilang", tampak seperti berupa garis lurus. Amatan kasar ini sudah cukup untuk menunjukkan bahwa serbuk SiC sudah sangat halus atau berukuran nanometer.

Hasil ini juga memperlihatkan bahwa teknik *mechanical alloying* sangat atraktif dan menjanjikan dalam preparasi material berskala nanokristalin, utamanya untuk material penyimpan hidrogen, dalam hal ini penyiapan katalis berstruktur nano. Reduksi ukuran butir ini akan sangat berpengaruh pada material untuk hydrogen storage. Dengan adanya reduksi ini akan terjadi peningkatan permukaan material terhadap rasio volume butir. Dengan demikian hidrogen akan mudah berinteraksi dan berabsorpsi di dalam material MgH $_2$.

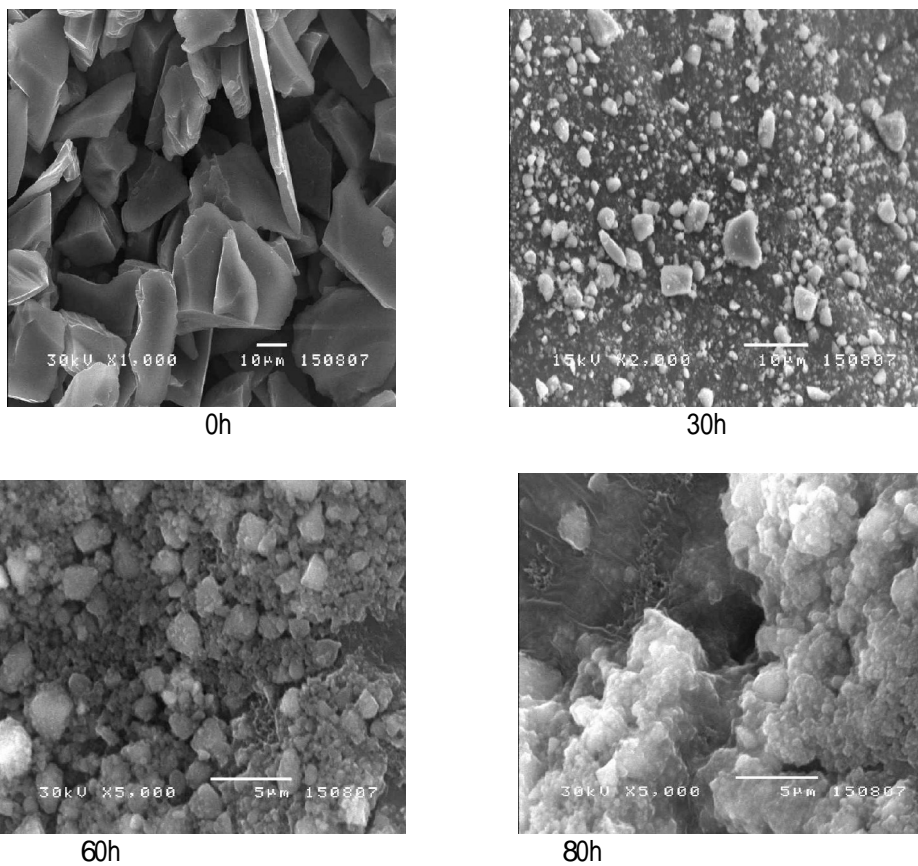
Untuk melihat perubahan morfologi permukaan material SiC dalam posisi berbagai waktu milling ditunjukkan oleh hasil investigasi dengan mikroskop elektron pada Gambar 2.

Pada Gambar 2 ditunjukkan hasil foto SEM serbuk SiC pada variasi waktu milling dari 0 jam hingga 80 jam. Merujuk gambar morfologi ini dapat dikatakan hasilnya konsisten dengan hasil XRD. Diperlihatkan sampel serbuk sebelum milling ukuran butir masih sangat besar dan bentuknya teratur berupa lempengan. Situasi belum berubah pada milling selama 30 jam, dimana ukuran butir masih besar.

Pada milling 40 dan 60 jam mulai tampak butir pecah atau tereduksi secara perlahan. Situasi ini makin jelas terlihat pada milling selama 80 jam yang menunjukkan makin mengecilnya ukuran butir.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X SiC milling selama 80 jam



Gambar 2. Morfologi dengan SEM material SiC pada variasi waktu milling

Secara ekstrem ukuran butir ini terlihat sangat halus (~5 μm). Hasil foto SEM belum mampu untuk mendeteksi hingga skala nanokristal. SEM hanya menunjukkan morfologi fisis permukaan (kasar-halus).

Hasil perhitungan secara kualitatif dengan metode Debye Scherrer diketahui ukuran partikel material SiC adalah sebesar ~10 nm. Hasil ini sekaligus memperlihatkan bahwa teknik preprasi sampel dengan menggunakan mechanical alloying sangat atraktif untuk memproduksi material berstruktur nanokristal. Hanya saja, kendala yang dihadapi dengan metode ini adalah waktu proses yang berlangsung lama sehingga bisa mengurangi produktifitas. Tren yang saat ini muncul adalah mereduksi waktu milling melalui penggunaan katalis nanopartikel.

4. KESIMPULAN

Preparasi dan karakterisasi struktural dari material silikon karbida (SiC) telah berhasil dilakukan dengan menggunakan teknik preparasi ball milling. Hasil pengamatan XRD dan SEM menunjukkan proses pemilinan yang berlangsung selama 80 jam material berhasil direduksi hingga skala nanokristal. Hal ini ditunjukkan oleh profil puncak-puncak difraksi sinar-X SiC melebar secara ekstrem atau disebut peak broadening. Peak broadening yang ekstrem ini memberikan indikasi bahwa ukuran kristal sudah berada pada skala nanometer. Hasil ini memperlihatkan teknik mechanical alloying sangat atraktif dan menjanjikan dalam preparasi material berskala nanokristalin, utamanya untuk menyiapkan katalis material penyimpan hidrogen.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (DP2M) Dikti yang telah mendukung sebagian dana penelitian ini (Nomor Kontrak: 096/H11-P2T/A.01/2009).

DAFTAR PUSTAKA

1. Schlapbach and Züttel, Hydrogen storage materials for mobile applications, *Nature*, Vol 414, 15 November 2001.
2. Wang, L., Wang, Y. and Yuan, H. 2001 Development of Mg-based hydrogen storage alloy, *Journal of Material Science and Technology*, 17(6),
3. Yuan, H., An, Y., Xu, G., Chen, C. 2004. Hydriding behavior of magnesium-based hydrogen storage alloy modified by mechanical ball-milling, *Mater. Chem. Phys.*, 83: 340.
4. Cui, N., He, P. and Luo, J. L. 1999. Magnesium-based hydrogen storage materials modified by mechanical alloying, *Acta Materialica*, 47: 3737-3743.
5. Ichikawa, T., Hanada, N., Isobe, S., Leng, H. and Fujii, H. 2005. Composite materials based on light elements for hydrogen storage, *Materials Transactions*, 46: 1-14.
6. Oelerich, W., Klassen, T. and Bormann, R. 2001. Metal oxides as catalysts for improved hydrogen sorption in nanocrystalline Mg-based materials, *Journal of Alloys and Compounds*, 315: 237-242.
7. Varin, R.A., Czujko, T., Wasmund, E.B. and Wronski, Z.S. 2007. Hydrogen desorption properties of MgH₂ nanocomposites with nano-oxides and Inco micrometric- and nanometric-Ni, *Journal of Alloys and Compounds*, 446-447: 63-66.
8. Ranjbar, A., Guo, Z.P., Yu, X.B., Wexler, D., Calka, A., Kim, C.J. and Liu, H.K. 2009. Hydrogen storage properties of MgH₂-SiC composites, *Materials Chemistry and Physics* in press.