

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesa Garam Magnesium Klorida

Garam magnesium klorida dipersiapkan melalui dua bahan awal berbeda yaitu bubuk magnesium oksida (MgO) puritas tinggi dan bubuk hidromagnesit ($(\text{Mg}(\text{OH})_2)_4 \cdot \text{MgCO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) hasil proses hidrasi dan karbonisasi calcined dolomit^[2]. Gambar 4.1 dan 4.2 masing-masing merupakan foto larutan magnesium klorida hasil reaksi bubuk MgO dengan larutan HCl dan bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl . Kedua-duanya memperlihatkan larutan garam jernih berwarna kekuning-kuningan yang sama meskipun reaksi pembentukannya berbeda.

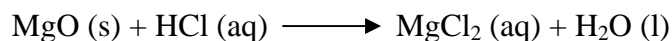


Gambar 4.1 Larutan magnesium klorida hasil reaksi bubuk MgO dengan larutan HCl

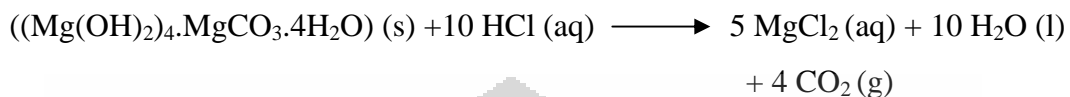


Gambar 4.2 Larutan magnesium klorida hasil reaksi antara bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl

Reaksi kimia antara bubuk MgO dengan larutan HCl mengikuti persamaan kimia



Reaksi antara bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl mengikuti persamaan kimia



Terlihat pada pembentukan magnesium klorida dari hidromagnesit disertai dengan pelepasan gas karbondioksida.

Untuk perolehan garam magnesium klorida padat, air (H₂O) diuapkan melalui pemanasan pada temperatur 100 °C pada variasi waktu 6-8 menit untuk bahan dari magnesium oksida dan 6-12 menit untuk bahan dari hidromagnesit. Lamanya waktu penguapan bersifat empirik yaitu setelah diperolehnya garam magnesium klorida padat secara visual. Pada gambar 4.3 diperlihatkan foto hasil pemanasan larutan magnesium klorida dari magnesium oksida untuk berbagai waktu.



Gambar 4.3 Larutan magnesium klorida dari magnesium oksida yang dipanaskan setelah a. 6 menit b. 7 menit c. 8 menit

Setelah 6 menit pemanasan sebagian besar magnesium klorida masih berbentuk larutan. Dan setelah 8 menit pemanasan tampak magnesium klorida yang terbentuk sudah berbentuk padatan tetapi masih terlihat basah dengan adanya air yang tersisa. Pada waktu pemanasan setelah 9 menit, larutan magnesium klorida dari magnesium oksida telah menjadi magnesium klorida padatan seluruhnya seperti terlihat pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Magnesium klorida padatan yang terbentuk setelah pemanasan selama 9 menit

Pada gambar 4.5 diperlihatkan foto hasil pemanasan larutan magnesium klorida dari hidromagnesit untuk berbagai waktu. Setelah 6 menit pemanasan magnesium klorida yang terbentuk masih berupa larutan seluruhnya. Dan setelah 9 menit pemanasan tampak magnesium klorida yang terbentuk telah berupa padatan tetapi masih terlihat basah dengan adanya air yang tersisa. Pada waktu pemanasan setelah 12 menit, larutan magnesium klorida telah menjadi magnesium klorida padatan seluruhnya.

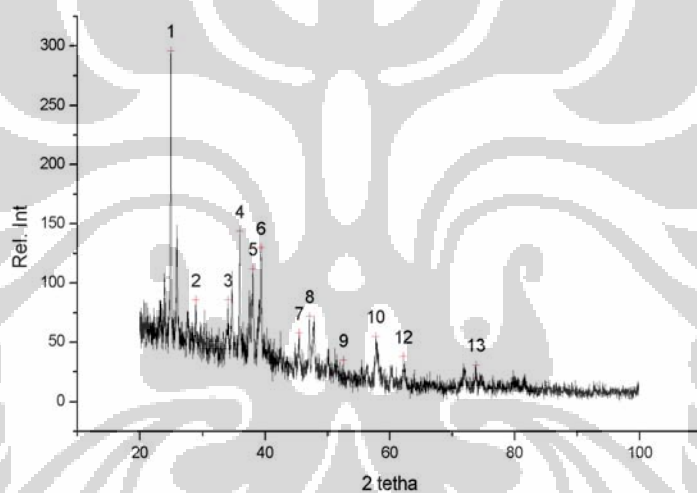


Gambar 4.5 Magnesium klorida yang telah dipanaskan selama
a. 6 menit b. 9 menit c. 12 menit

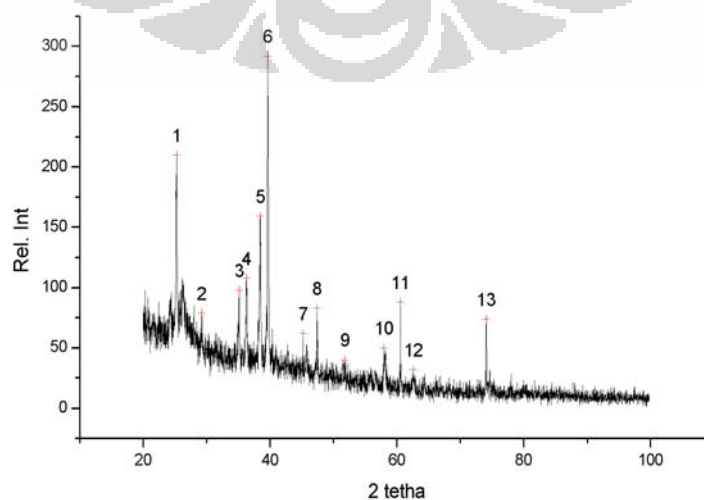
4.2 Karakterisasi XRD dan XRF

4.2.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan hanya pada magnesium klorida padatan yang telah terbentuk. Untuk dapat dikarakterisasi XRD, sampel harus dibuat pelet terlebih dahulu. Gambar 4.6 menunjukkan pola difraksi sinar x magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk MgO yang direaksikan dengan larutan HCl. Sedangkan Gambar 4.7 menunjukkan pola difraksi sinar x magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk hidromagnesit yang direaksikan dengan larutan HCl.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar x magnesium klorida dari MgO



Gambar 4.7 Pola difraksi sinar x magnesium klorida dari hidromagnesit

Sebagaimana terlihat ada 13 puncak yang terjadi dalam proses XRD (X-Ray Diffraction) pada kedua sampel. Puncak-puncak tersebut merupakan representasi dari senyawa-senyawa yang terdapat pada sampel. Puncak-puncak tersebut diidentifikasi dengan mencocokkan database PCPDFWIN. Hasil identifikasi puncak sampel magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk MgO, diringkas pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data analisis PDF WIN, garam magnesium klorida dari bahan MgO

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		Hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	4.09	4.10	100	100	111	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
2	3.55	3.57	29	15	020	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
3	2.97	2.98	37	20	310	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
4	2.87	2.88	49	50	-220	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
5	2.72	2.72	38	44	-112	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
6	2.64	2.65	44	75	112	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
7	2.30	2.31	20	15	022	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
8	2.22	2.23	24	25	401	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
9	2.06	2.05	15	18	222	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
10	1.84	1.84	18	31	402	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
11	1.77	1.78	19	8	511	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
12	1.72	1.72	13	10	041	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
13	1.48	1.48	10	10	-423	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.1, ketigabelas puncak puncak difraksi, keseluruhannya merupakan puncak dari MgCl₂.6H₂O. Nilai $d_{\text{pengukuran}}$ sangat bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 01-0431. Jadi, berdasarkan analisis XRD dapat dipastikan bahwa dalam

sampel magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk MgO, hanya terdapat satu fasa utama yaitu $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Hasil identifikasi puncak sampel magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk hidromagnesit, diringkas pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Analisis PDF Win, garam magnesium klorida dari bahan Hidromagnesit

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	4.09	4.10	72	100	111	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
2	3.55	3.57	27	15	020	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
3	2.97	2.98	34	20	310	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
4	2.87	2.88	37	50	-220	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
5	2.72	2.72	54	44	-112	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
6	2.64	2.65	100	75	112	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
7	2.30	2.31	18	15	022	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
8	2.22	2.23	28	25	401	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
9	2.06	2.05	14	18	222	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
10	1.84	1.84	17	31	402	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
11	1.77	1.78	30	8	511	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
12	1.72	1.72	1	10	041	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431
13	1.48	1.48	25	10	-423	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	01-0431

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.2, ketiga belas puncak puncak difraksi, keseluruhannya merupakan puncak dari $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Nilai $d_{\text{pengukuran}}$ sangat bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 01-0431. Jadi, berdasarkan analisis XRD dapat dipastikan bahwa dalam sampel magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari bubuk hidromagnesit, hanya terdapat satu fasa utama yaitu $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Pola difraksi sinar x dari kedua sampel tersebut menunjukkan pola yang sama. Hasil identifikasi fasa kedua sampel tersebut merupakan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Hal

itu menunjukkan bahwa garam magnesium klorida dapat disintesa dengan mereaksikan bubuk magnesium oksida atau bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl yang kemudian dikeringkan sehingga terbentuk padatan. Magnesium klorida padatan ini yang akan menjadi elektrolit dengan dipanaskan hingga melewati titik lelehnya dalam proses elektrolisis.

Perbedaan pembuatan garam magnesium klorida dari bahan hidromagnesit dan magnesium klorida hanya dari reaksi kimia yang terlibat. Dari bahan hidromagnesit melibatkan MgCO_3 dan Mg(OH)_2 melihat hidromagnesit merupakan gabungan dari 2 senyawa itu ditambah dengan air. Sedangkan bahan magnesium oksida hanya senyawa MgO saja. Reaksi-reaksi yang terjadi pembentukan magnesium klorida dari bahan hidromagnesit:



Reaksi keseluruhan untuk senyawa hidromagnesit:



Sedangkan reaksi pada bahan magnesium oksida:



Kedua reaksi di atas menghasilkan larutan magnesium klorida. Larutan ini dikeringkan untuk mendapatkan garam magnesium klorida. Oleh karena itu garam magnesium klorida dapat disintesa dari bahan hidromagnesit dan magnesium oksida.

Dalam proses produksi magnesium dari bahan di alam berupa dolomit, hidromagnesit ketika dipanaskan pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ akan menjadi magnesium oksida^[2]. Kemudian magnesium oksida ini yang akan menjadi bahan pembuatan magnesium klorida. Pembuatan garam magnesium klorida dari bahan hidromagnesit mempercepat 1 langkah proses karena tidak harus melalui proses menjadi magnesium oksida dahulu.

4.2.2 Karakterisasi XRF

Karakterisasi XRF dilakukan hanya pada magnesium klorida padatan yang terbentuk dari reaksi antara bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl. Dengan

melihat bubuk hidromagnesit yang digunakan merupakan hasil sintesis penelitian S2 Material Science FMIPA UI yang diyakini mengandung impuritas.

Tabel 4.3 Atomic % unsur-unsur yang dihasilkan XRF pada sampel garam magnesium klorida dari hidromagnesit yang digunakan

No	XRF	
	Unsur	Atomic %
1	Mg	22.86
2	Cl	76.87
3	Ca	0.26
	jumlah	99,99

Tabel 4.3 memuat hasil analisis XRF berupa fraksi atom unsur – unsur yang terdeteksi oleh XRF. Hasil pada tabel 4.3 hanyalah bersifat semikuantitatif mengingat XRF tidak dapat mendeteksi unsur ringan seperti H dan O. Dengan demikian hasil pada tabel 4.3 perlu dikoreksi.

Pada tabel 4.4 dicantumkan nilai koreksi yang dilakukan dengan menggunakan hasil XRD bahwa unsur Mg dan Cl sesungguhnya membentuk senyawa $MgCl_2 \cdot 6H_2O$. Sedangkan unsur Ca yang ada dipastikan unsur pengotor mungkin hadir dalam bentuk garam $CaCl_2$. Mengingat fraksi Ca yang relatif kecil maka dapat dipastikan fraksi $CaCl_2$ juga relatif kecil dan hasilnya tidak terdeteksi oleh XRD.

Tabel 4.4 Atomic % unsur-unsur pada sampel dengan menghitung atom-atom H dan O

No	XRF	
	Unsur	Atomic %
1	Mg	4.47
2	Cl	15.02
3	H	53.54
4	O	26.82
5	Ca	0.05
	jumlah	100

Untuk membentuk senyawa $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ diperlukan atom Cl 2 kali jumlah atom Mg, atom H 12 kali jumlah atom Mg dan atom O 6 kali jumlah atom Mg. Hasil XRF menunjukkan terdapat unsur Cl yang jumlahnya melebihi 2 kali jumlah atom Mg dan adanya atom Ca sebagai impuritas. Atom Cl yang berlebih diyakini sebagian berikatan dengan unsur Ca dan sebagai gas HCl yang masih menempel pada magnesium klorida padatan.

4.3 Karakterisasi Furnace Tempat Elektrolisis Temperatur Tinggi

Proses produksi magnesium dalam tugas akhir ini menggunakan proses elektrolisis pada suhu tinggi. Maka dibuat suatu pemanas (furnace) dengan menggunakan elemen pemanas, yang dapat mencapai temperatur hingga $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Di dalam furnace inilah akan diletakkan wadah untuk proses elektrolisis. Gambar 4.8 di bawah ini menunjukkan alat yang telah dibuat, tanpa regulator tegangan AC elemen pemanas dan termokopel.



Gambar 4.8 Sel elektrolisis temperatur tinggi.

Berikut ini pada tabel 4.5 adalah hasil karakterisasi furnace yang telah dibuat, dengan membandingkan tegangan yang diberikan (V), dengan temperatur yang dapat dicapai (T).

Tabel 4.5 Perbandingan tegangan yang diberikan, dengan temperatur yang dihasilkan untuk furnace yang dibuat

V_{AC} (volt)	T ($^{\circ}C$)
160	700
180	800
200	900
220	1000

4.4 Pengujian Wadah dan Tutup Wadah Elektrolit

Wadah yang digunakan dalam penelitian ini terbuat dari bahan keramik. Tutup wadah yang diuji terbuat dari 3 bahan yang berbeda yaitu stainless steel, karbon dan keramik. Pengujian dilakukan dengan memanaskan wadah dan tutup wadah pada temperatur $900^{\circ}C$, selama 3 jam. Wadah sebelumnya telah diisi dengan garam magnesium klorida. Akan dilihat secara fisik apakah terjadi reaksi pada wadah dan tutup wadah dengan adanya lelehan garam pada temperatur tinggi di dalamnya.



Gambar 4.9 Wadah keramik setelah pengujian.

Hasilnya, pada wadah keramik tidak terjadi perubahan fisik setelah dilakukan pemanasan. Gambar 4.9 menunjukkan tidak adanya kerusakan pada badan wadah. Dapat dilihat wadah keramik tahan terhadap sifat korosif dari lelehan garam magnesium klorida. Karena itu, pada proses elektrolisis menggunakan garam magnesium klorida, akan digunakan wadah keramik sebagai wadah elektrolit.



Gambar 4.10 Tutup wadah dari stainless steel setelah pengujian

Pada tutup wadah yang terbuat dari bahan stainless steel terlihat adanya kerusakan pada permukaannya seperti ditunjukkan pada gambar 4.10. Temperatur pengujian yang mencapai $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ membuat karbon yang terkandung pada stainless steel terlepas. Ini terlihat dengan adanya lapisan hitam pada permukaan tutup wadah stainless steel.



Gambar 4.11 Tutup wadah dari karbon setelah pengujian

Pada tutup wadah yang terbuat dari bahan karbon juga terlihat adanya kerusakan pada tutup wadah. Gambar 4.11 menunjukkan tutup wadah karbon setelah pengujian. Ukuran tutup wadah tampak menyusut dari ukuran awalnya. Hal ini dapat disebabkan karena temperatur pemanasan yang mencapai $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pada mulai suhu sekitar $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, karbon akan bereaksi dengan gas oksigen sehingga akan menghasilkan gas karbon dioksida. Sehingga tutup wadah dari karbon tidak dapat digunakan sebagai tutup wadah proses elektrolisis.



Gambar 4.12 Tutup wadah dari keramik setelah pengujian

Pada tutup wadah yang terbuat dari keramik tampak tidak terdapat kerusakan pada badan keramik. Gambar 4.12 menunjukkan tutup wadah yang terbuat dari keramik setelah pengujian. Dapat dilihat wadah keramik tahan terhadap sifat korosif dari lelehan garam magnesium klorida. Karena itu, pada proses elektrolisis menggunakan garam magnesium klorida, akan digunakan tutup wadah keramik sebagai wadah elektrolit.

4.5 Pengujian Elektroda

Elektroda yang diuji terbuat dari batangan silinder stainless steel tipe food grade yang diperoleh dari kawasan glodok dan kawat platinum murni. Hasil pengujian akan menentukan logam apa yang akan digunakan sebagai katoda.

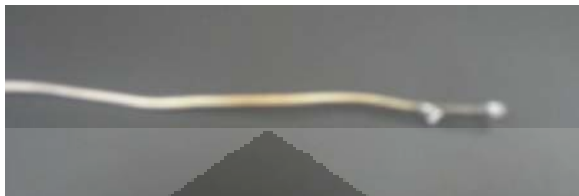
Pengujian dilakukan dengan memanaskan kedua elektroda di dalam lelehan garam magnesium klorida selama 3 jam pada suhu 850°C . Gambar 4.13 menunjukkan yang terjadi pada batangan silinder stainless steel tipe food grade.



Gambar 4.13 Elektroda stainless steel setelah pengujian

Hasilnya adalah, pada elektroda stainless steel terkorosi pada permukaan elektroda. Tampak lapisan yang mengelupas pada permukaan stainless steel. Batang stainless steel yang diuji tidak tahan terhadap panas tinggi. Ini tampak pada adanya lapisan hitam pada permukaan batangan stainless steel. Kondisi

pengujian yang sangat korosif dengan adanya lelehan garam memperparah kondisi dari stainless steel. Sehingga stainless steel tidak dapat digunakan sebagai katoda pada proses elektrolisis.



Gambar 4.14 Elektroda platinum setelah pengujian

Gambar 4.14 menunjukkan elektroda platinum setelah pengujian. Hasilnya adalah, pada elektroda platinum tidak terjadi korosi pada permukaannya. Logam platina tahan terhadap suhu yang cukup tinggi karena titik leburnya mencapai 1781°C . Kondisi pengujian yang sangat korosif dengan adanya lelehan garam tidak membuat logam platina terkorosi permukaannya. Oleh karena itu, dalam proses selanjutnya akan digunakan elektroda platinum, sebagai katoda pada proses elektrolisis.

Elektroda dari bahan karbon akan digunakan sebagai anoda pada proses elektrolisis. Elektroda ini telah mengalami pengujian seperti pada logam stainless steel dan platinum. Gambar 4.15 menunjukkan elektroda karbon setelah pengujian. Tidak tampak adanya kerusakan pada elektroda karbon yang telah diuji.



Gambar 4.15 Elektroda karbon setelah pengujian

4.6 Identifikasi Senyawa Sampel Paska Elektrolisis

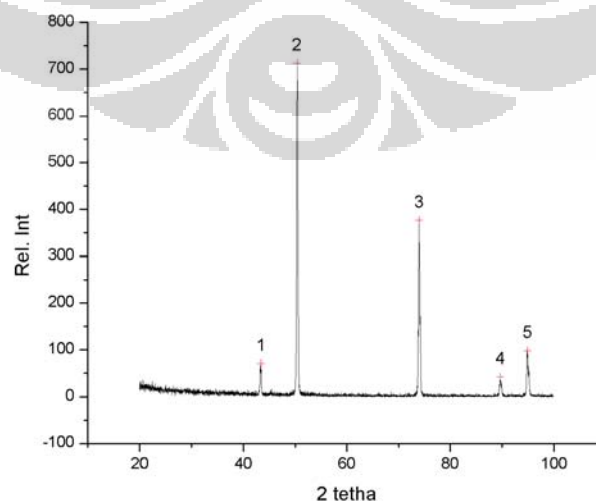
4.6.1 Sampel M X 1

Sampel M X 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida dari bahan MgO hingga suhu 850°C kemudian ditahan selama 2 jam. Beda tegangan pada elektroda tidak diberikan sehingga proses elektrolisis tidak dilakukan pada sampel ini. Gambar 4.16 menunjukkan sampel M X 1 hasil pemanasan.



Gambar 4.16 Sampel M X 1

Sampel M X 1 terlihat berwarna putih dan mudah untuk dijadikan bubuk. Jika dibiarkan lama pada udara terbuka, sampel tidak tampak basah dengan demikian tidak bersifat higroskopis. Gambar 4.17 adalah pola difraksi sinar x untuk sampel M X 1.



Gambar 4.17 Pola difraksi sinar x sampel M X 1.

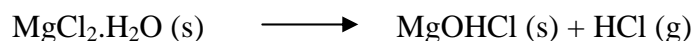
Sebagaimana terlihat bahwa hanya ada 5 puncak difraksi yang terobservasi dari senyawa-senyawa yang mungkin terdapat sampel M X 1 tersebut. Hasil identifikasi puncak-puncak difraksi tersebut diringkas pada tabel 4.6.

Tabel 4.6 Data Analisis PDF Win, sampel M X 1

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	2,43	2,43	10	4	111	MgO	45-0946
2	2,10	2,10	100	100	200	MgO	45-0946
3	1,48	1,48	52	39	220	MgO	45-0946
4	1,26	1,27	6	5	311	MgO	45-0946
5	1,21	1,22	14	10	222	MgO	45-0946

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.6, kelima puncak difraksi merupakan puncak – puncak difraksi MgO dimana nilai $d_{\text{pengukuran}}$ bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 45-0946. Jadi, berdasarkan analisis XRD dapat dipastikan bahwa dalam sampel M X 1 hanya terdapat 1 fasa yaitu MgO.

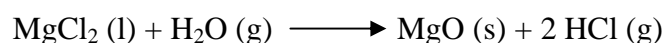
Pada sampel M X 1, garam magnesium klorida seluruhnya berubah menjadi magnesium oksida setelah dipanaskan. Hal ini terlihat dari hasil analisis difraksi sinar x. Proses pembentukan MgO dapat terjadi ketika pemanasan untuk melepaskan ikatan air pada magnesium klorida hidrat menjadi magnesium klorida anhidrat. Proses yang terjadi bukanlah melepaskan ikatan air terakhir namun sebagian $\text{MgCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ berubah menurut reaksi yang terjadi^[27]



Pada suhu 555 °C terdekomposisi menjadi MgO dan HCl mengikuti reaksi



Pembentukan MgO juga terjadi karena magnesium klorida yang telah cair bereaksi dengan uap air yang ada menurut reaksi



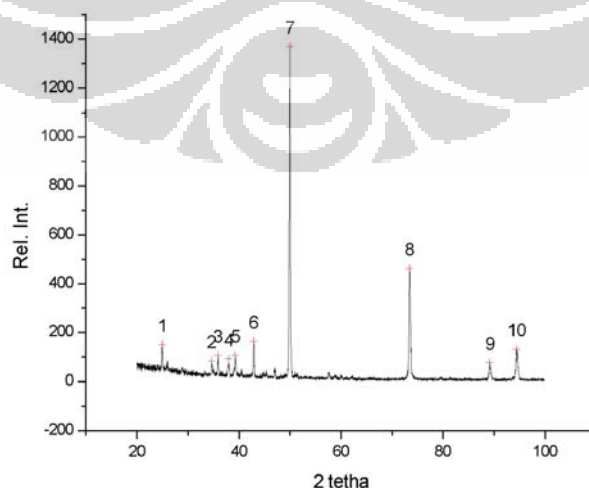
Uap air yang ada berasal dari pelepasan ikatan air magnesium klorida hidrat menjadi magnesium klorida anhidrat dan dari lingkungan. Kondisi ruangan yang tidak dijaga menyebabkan uap air ini dapat bereaksi dengan magnesium klorida yang telah cair^[8].

4.6.2 Sampel HM X 1

Sampel HM X 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida dari bahan hidromagnesit hingga suhu 850 °C kemudian ditahan selama 2 jam. Proses elektrolisis tidak dilakukan pada sampel ini dengan tidak memberikan beda potensial pada kedua elektroda. Gambar 4.18 menunjukkan sampel HM X 1 yang telah dibuat pelet. Gambar 4.19 adalah pola difraksi sinar-X untuk sampel HM X 1. Sampel HM X 1 mempunyai fisik yang hampir mirip dengan sampel M X yaitu berwarna putih dan mudah dijadikan bubuk.



Gambar 4.18 Sampel HM X 1



Gambar 4.19 Pola difraksi sinar x sampel HM X 1.

Sebagaimana terlihat bahwa ada 10 puncak difraksi yang terobservasi dari senyawa-senyawa yang mungkin terdapat sampel HM X 1 tersebut. Hasil identifikasi puncak-puncak difraksi tersebut diringkas pada tabel 4.7.

Tabel 4.7 Data Analisis PDF Win, sampel HM X 1

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		Hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	4.09	4.10	100	100	111	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
2	3.55	3.57	50	15	020	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
3	2.97	2.98	60	20	310	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
4	2.87	2.88	50	50	-220	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
5	2.72	2.72	70	44	-112	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
6	2,43	2,43	10	4	111	MgO	45-0946
7	2,10	2,10	100	100	200	MgO	45-0946
8	1,48	1,48	33	39	220	MgO	45-0946
9	1,26	1.27	4	5	311	MgO	45-0946
10	1,21	1,22	8	10	222	MgO	45-0946

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.7, kelima puncak difraksi pertama (no. 1 – 5) merupakan puncak – puncak difraksi dari MgCl₂.6H₂O. Nilai $d_{\text{pengukuran}}$ sangat bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 01-0431. Sedangkan lima puncak difraksi terakhir merupakan puncak – puncak difraksi dari MgO dimana nilai $d_{\text{pengukuran}}$ bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 45-0946. Jadi, berdasarkan analisis XRD dapat dipastikan bahwa dalam sampel HM X 1 terdapat 2 fasa yaitu MgO dan MgCl₂.6H₂O dengan fasa terbanyak MgO.

Pengukuran XRD sampel HM X 1 dan M X 1 menunjukkan kedua sampel mempunyai fasa terbesar sama yaitu MgO. Proses elektrolisis tidak dilakukan pada sampel M X 1 dan HM X 1 sehingga logam magnesium tidak terbentuk pada kedua sampel dan garam magnesium klorida berubah fasa menjadi magnesium oksida. Pada sampel HM X 1 terlihat masih terdapat magnesium klorida.

Garam magnesium klorida hidrat ketika dipanaskan tidak seluruhnya berubah menjadi garam magnesium anhidrat. Proses perubahan fasa menjadi MgO terjadi menyertai proses pelepasan ikatan air pada magnesium klorida hidrat menurut reaksi:



Pada suhu 555 °C terdekomposisi menjadi MgO dan HCl mengikuti reaksi



Kondisi atmosfer pemanasan yang tidak dijaga menyebabkan uap air yang ada bereaksi dengan magnesium klorida sehingga terjadi perubahan fasa selama pemanasan. Perubahan fasa ini menurut reaksi



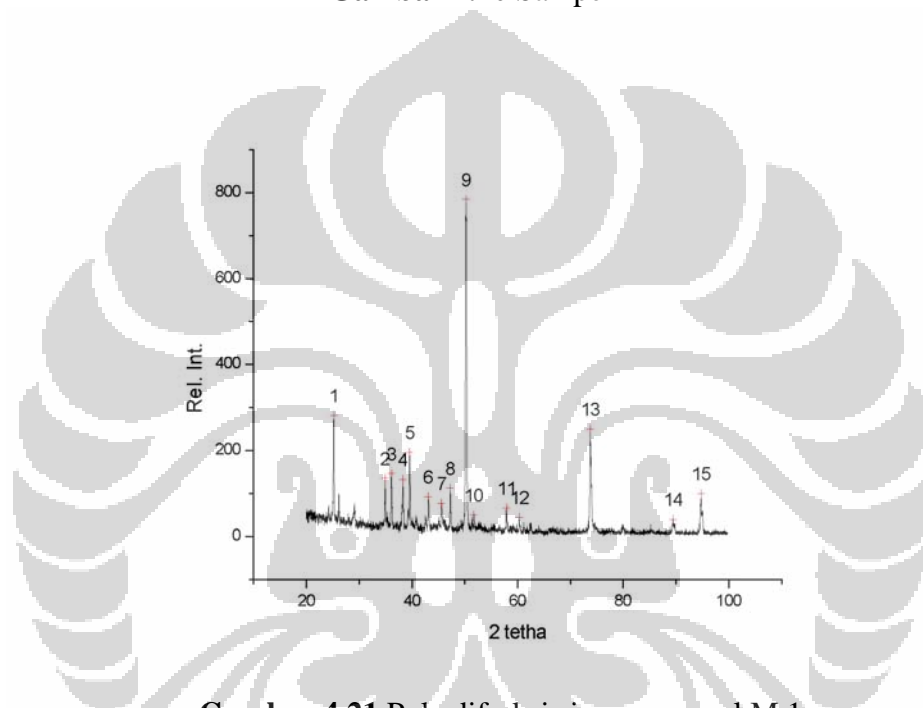
Uap air yang pada ruangan elektrolisis sangat merugikan karena mampu mengubah magnesium klorida menjadi magnesium oksida. Magnesium oksida yang terbentuk berbentuk padatan karena titik lebur magnesium oksida yang sangat tinggi sekitar 2800 °C. Pembentukan magnesium oksida akan mengurangi jumlah magnesium yang terbentuk ketika proses elektrolisis berlangsung karena magnesium klorida yang menjadi elektrolit dan akan dielektrolisis menjadi magnesium, berkurang jumlahnya karena sebagian berubah menjadi magnesium oksida. Untuk itu ruangan elektrolisis perlu dijaga agar tidak terdapat uap air.

4.7.3 Sampel M 1

Sampel M 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida pada suhu 750 °C kemudian diberi tegangan sebesar 12 V selama 2 jam. Gambar 4.20 menunjukkan sampel M 1 yang telah dibentuk pelet. Sampel M 1 terlihat berwarna putih keabu-abuan dan mudah untuk dijadikan bubuk. Sampel yang berwarna putih diduga merupakan magnesium oksida dan sampel yang berwarna abu-abu diduga merupakan magnesium yang telah terbentuk.



Gambar 4.20 Sampel M 1



Gambar 4.21 Pola difraksi sinar x sampel M 1

Gambar 4.21 menunjukkan pola difraksi sinar x untuk sampel M 1. Sebagaimana terlihat bahwa ada 15 puncak difraksi yang terobservasi dari senyawa-senyawa yang mungkin terdapat sampel M 1 tersebut. Hasil identifikasi puncak-puncak difraksi tersebut diringkas pada tabel 4.8.

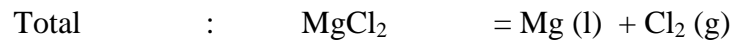
Tabel 4.8 Data Analisis PDF Win, sampel M 1

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	4.11	4.10	100	100	111	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
2	2.98	3.57	39	15	020	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
3	2.88	2.88	42	50	310	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
4	2.72	2.72	50	44	-220	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
5	2.64	2.65	75	75	112	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
6	2.43	2.43	11	4	111	MgO	45-0946
7	2.31	2.31	25	15	22	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
8	2.23	2.23	38	25	401	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
9	2.11	2.10	100	100	200	MgO	45-0946
10	2.05	2.05	15	18	222	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
11	1.84	1.84	20	31	402	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
12	1.78	1.78	11	8	511	MgCl ₂ .6H ₂ O	01-0431
13	1.49	1.48	30	39	220	MgO	45-0946
14	1.27	1.27	4	5	311	MgO	45-0946
15	1.21	1.22	11	10	222	MgO	45-0946

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.8, lima puncak difraksi yaitu no. 5, 9, 13, 14 dan 15 merupakan puncak – puncak difraksi MgO dimana nilai $d_{\text{pengukuran}}$ bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 45-0946. Sedangkan puncak-puncak dengan no. 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 10, 11 dan 12 merupakan puncak-puncak difraksi MgCl₂.6H₂O dimana nilai $d_{\text{pengukuran}}$ bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 01-0431. Melihat intensitas puncak yang dihasilkan dari XRD, MgO merupakan fasa terbesar dari sampel. Hasil identifikasi juga menunjukkan tidak adanya puncak-puncak magnesium murni.

Ketika percobaan berlangsung, beda tegangan diberikan sebesar 12 V diantara kedua elektroda dan teramati adanya arus yang mengalir dengan arus

rata-rata 2 A. Arus yang terjadi menandakan berlangsungnya proses elektrolisis pada sampel. Reaksi yang terjadi pada kedua elektroda:



Pada anoda akan terjadi gas klor sedangkan pada katoda akan berkumpul logam magnesium cair. Suhu elektrolisis yaitu sebesar 750 °C berada di atas titik lebur magnesium sehingga diperkirakan magnesium yang terbentuk berwujud cair. Sehingga untuk mengambil sampel harus diturunkan suhunya mendekati suhu ruang kemudian baru dikarakterisasi XRD.

Hasil identifikasi dari pola difraksi sinar x menunjukkan tidak adanya magnesium pada sampel yang telah dielektrolisis. Hasil identifikasi difraksi sinar x hanya menunjukkan keberadaan magnesium oksida dan magnesium klorida yang masih tersisa. Hal ini dapat terjadi karena magnesium memiliki flash point dimana pada titik ini magnesium mulai terbakar. Magnesium akan bereaksi dengan oksigen menurut persamaan



Suhu elektrolisis sebesar 750 °C, melebihi *flash point* dari magnesium yang berkisar 631 °C dan keberadaan oksigen pada ruangan elektrolisis memungkinkan reaksi ini terjadi^[28]. Magnesium yang terbentuk hasil elektrolisis langsung terbakar dan bereaksi dengan oksigen membentuk magnesium oksida.

Peralatan elektrolisis yang kurang sempurna tidak mampu mencegah magnesium bereaksi dengan oksigen membentuk magnesium oksida sehingga pada akhir proses tidak didapatkan magnesium.

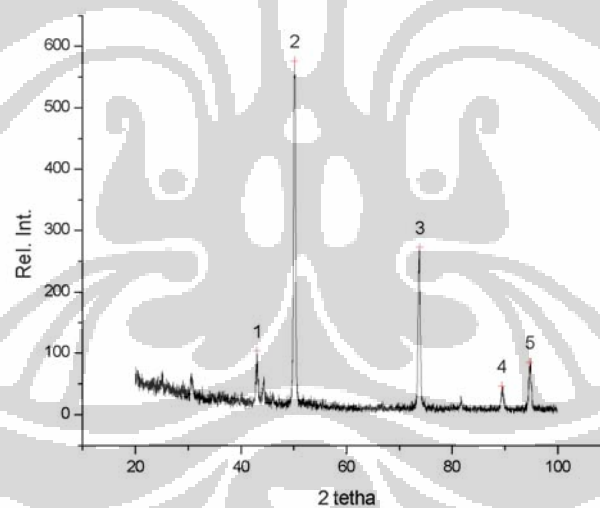
4.7.4 Sampel M 2

Sampel M 2 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida pada suhu 850 °C kemudian diberi tegangan sebesar 12 V selama 2 jam. Gambar 4.22 menunjukkan sampel M 2 yang telah dibuat pellet.



Gambar 4.22 Sampel M 2

Sampel M 2 terlihat berwarna putih keabu-abuan dan mudah untuk dijadikan bubuk. Sampel yang berwarna putih diduga merupakan magnesium oksida dan sampel yang berwarna abu-abu merupakan magnesium yang telah terbentuk. Gambar 4.23 adalah pola difraksi sinar x untuk sampel M 2.



Gambar 4.23 Pola difraksi sinar x sampel M 2

Sebagaimana terlihat bahwa ada 5 puncak difraksi yang terobservasi dari senyawa-senyawa yang mungkin terdapat sampel M 2 tersebut. Hasil identifikasi puncak-puncak difraksi tersebut diringkas pada tabel 4.9.

Tabel 4.9 Data Analisis PDF Win, sampel M 2

no	Titik d_{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
	Eksp.	PCPDF WIN	Eksp.	PCPDF WIN			
1	2,44	2,43	12	4	111	MgO	45-0946
2	2,11	2,10	100	100	200	MgO	45-0946
3	1,49	1,48	50	39	220	MgO	45-0946
4	1,27	1,27	6	5	311	MgO	45-0946
5	1,22	1,22	11	10	222	MgO	45-0946

Berdasarkan hasil identifikasi fasa pada tabel 4.9, kelima puncak difraksi merupakan puncak – puncak difraksi MgO dimana nilai $d_{\text{pengukuran}}$ bersesuaian dengan nilai $d_{\text{pengukuran}}$ pada data PCPDFWIN dengan file no : 45-0946. Jadi, berdasarkan analisis XRD dapat dipastikan bahwa dalam sampel M 2 hanya terdapat 1 fasa yaitu MgO.

Ketika percobaan berlangsung kedua elektroda diberikan beda potensial sebesar 12 V selama 2 jam dan teramati arus yang mengalir rata-rata sebesar 3 A. Adanya arus menandakan berlangsungnya proses elektrolisis. Proses elektrolisis ini akan menghasilkan gas klor dan logam magnesium. Arus rata-rata yang teramati pada sampel M 2 lebih besar dibandingkan dengan arus pada sampel M 1. Hal ini dapat disebabkan karena suhu pemanasan yang lebih tinggi pada sampel M 2. Suhu yang lebih tinggi menyebabkan peleburan garam magnesium klorida berjalan lebih cepat sehingga elektrolit yang tersedia menjadi lebih banyak dibandingkan pada sampel M 1.

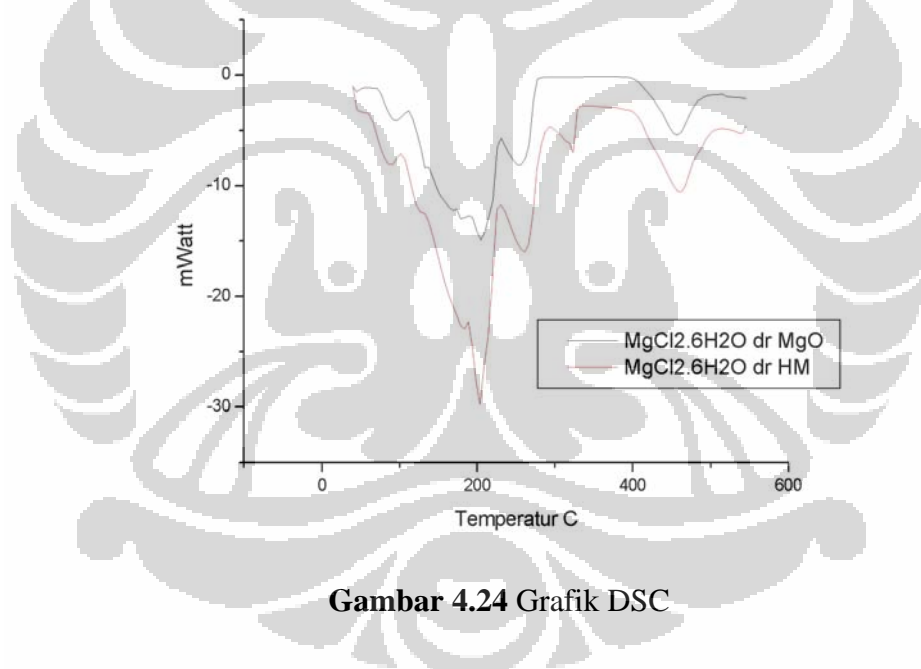
Namun analisis pola difraksi sinar x pada sampel M 2 hanya menunjukkan pola difraksi magnesium oksida. Peralatan yang digunakan tidak mampu menjaga kondisi ruangan elektrolisis bebas dari oksigen menyebabkan magnesium bereaksi dengan oksigen kemudian membentuk magnesium oksida. Oleh karena itu pada sampel M 2 hanya didapatkan magnesium oksida.

Kondisi atmosfer ruangan elektrolisis mempengaruhi hasil yang didapatkan. Uap air mampu mengubah fasa magnesium klorida yang ada menjadi magnesium oksida. Sedangkan oksigen akan bereaksi dengan magnesium

membentuk magnesium oksida. Magnesium oksida yang terbentuk tidak menjadi hasil samping yang tidak berguna. Dengan mereaksikan kembali dengan larutan HCl, kita bisa mendapatkan kembali magnesium klorida.

4.7 Karakterisasi DSC

Pengujian menggunakan Differential Scanning Calorimeter (DSC) dilakukan untuk mengetahui karakteristik panas pada sampel garam magnesium klorida. Pengujian dilakukan pada jangkauan suhu ruang hingga sekitar 550 °C pada garam magnesium klorida yang dihasilkan dari kedua bahan. Gambar 4.24 menunjukkan grafik uji DSC.



Gambar 4.24 Grafik DSC

Grafik menunjukkan adanya pola yang sama pada kedua sampel. Puncak-puncak terjadi pada suhu sekitar 90 °C, 130 °C, 200 °C, 250 °C dan 460 °C. Puncak-puncak ini menunjukkan proses yang terjadi ketika sampel dipanaskan pada suhu tersebut.

Garam magnesium klorida termasuk garam yang mudah menyerap air. Sehingga apabila dipapar pada udara terbuka, garam magnesium akan cepat mengikat uap air. Ketika dipanaskan pada daerah 90 °C, uap air yang terikat pada permukaan garam akan terlepas.

Pada suhu sekitar 130 °C terjadi pelepasan ikatan air pada $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menurut reaksi



Air yang terlepas berupa gas karena suhu pemanasan yg berada di atas titik uap air. Pada suhu sekitar 200 °C terjadi pelepasan ikatan air berikutnya menurut persamaan reaksi



Pada suhu sekitar 280 °C air yang terlepas hanya 1 ikatan menurut persamaan



Pada suhu sekitar 460 °C terjadi pelepasan air terakhir menurut reaksi



Pelepasan ikatan air pada garam MgCl_2 hidrat terjadi secara bertahap dan tidak linear dalam pelepasan jumlah ikatan air^[27]. Dalam percobaan, pelepasan air ini disertai dengan terjadinya perubahan fasa pada $\text{MgCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Hal ini dapat terjadi karena atmosfer percobaan yang tidak dijaga. Perubahan fasa ini dimulai dari $\text{MgCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ menurut reaksi



Kemudian perubahan fasa juga dapat terjadi pada $\text{MgCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ menurut persamaan reaksi



Pada suhu di atas 555 °C MgOHCl yang ada akan melepas ikatan HCl menurut persamaan reaksi



Hal ini yang menyebabkan pada semua sampel dapat ditemui magnesium oksida. Proses pelepasan air pada atmosfer yang tidak dijaga dapat menyebabkan perubahan fasa pada garam magnesium klorida hidrat selama proses pemanasan. Untuk itu diperlukan peralatan yang mampu menjaga atmosfer percobaan mulai dari saat pelepasan ikatan air pada magnesium klorida hidrat hingga proses elektrolisis berlangsung.