

BAB 3 METODE PENELITIAN

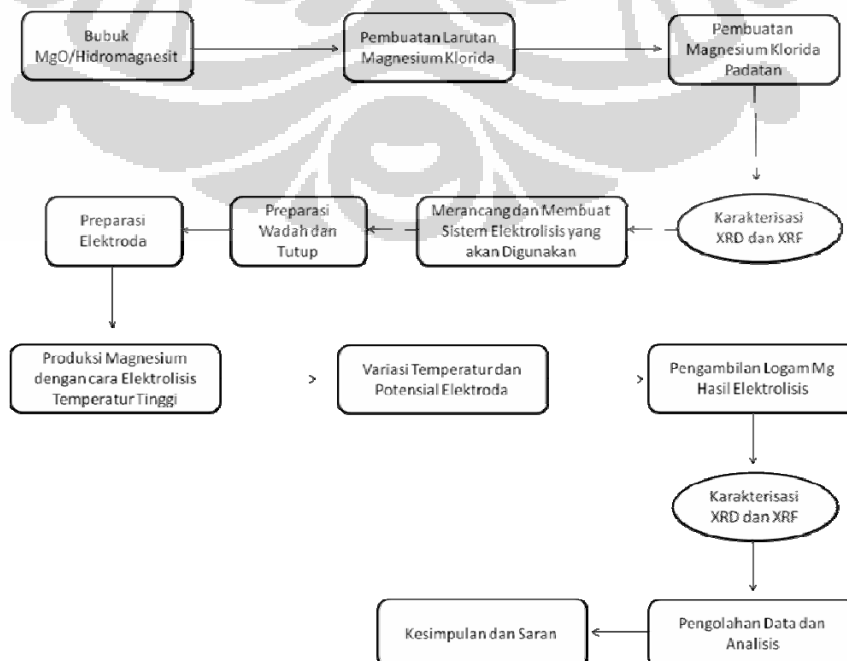
3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

Bahan-bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini antara lain bubuk magnesium oksida dari Merck, bubuk hidromagnesit hasil sintesis penelitian mahasiswa S2 Materials Science FMIPA UI yang telah ditingkatkan kemurniannya, larutan HCl 33% teknis dan aquades dengan kemurnian tinggi.

Peralatan proses yang digunakan dalam penelitian ini antara lain timbangan merek Bosch tipe SAE 200, Hot Plate merek Thermolyne dan alat pembuat pelet merek JEOL tipe SX 29020. Sedangkan peralatan uji yang digunakan dalam penelitian ini antara lain alat XRD merek Phillips tipe PW 3710 yang menggunakan anoda Co, alat XRF merek Jeol Element Analyzer tipe JSX-3211 dan Differential Scanning Calotymetry Mettler Toledo Star System.

3.2 Diagram Alir Penelitian

Diagram langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian ini, diberikan oleh gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.3 Tahapan Penelitian

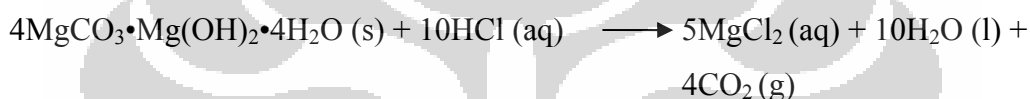
Kegiatan penelitian ini terdiri dari 3 kegiatan utama. Kegiatan yang pertama tentang proses pembentukan magnesium klorida padatan yang dihasilkan dari reaksi bubuk magnesium oksida dan hidromagnesit dengan larutan asam hidroklorida.

Reaksi kimia bubuk MgO dengan larutan HCl yang terjadi adalah



Dimana pada tahapan ini, magnesium oksida larut oleh asam klorida menghasilkan larutan magnesium klorida yang kemudian dikeringkan untuk mendapatkan magnesium klorida padatan.

Reaksi kimia bubuk hidromagnesit dengan larutan HCl adalah



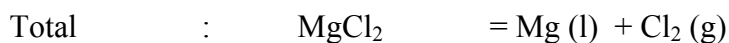
Pada reaksi di atas magnesium karbonat (MgCO_3) bereaksi dengan HCl menghasilkan magnesium klorida, air (H_2O) dan gas karbondioksida (CO_2). Sedangkan reaksi antara magnesium hidroksida (Mg(OH)_2) dan HCl hanya menghasilkan magnesium klorida dan air. Air pada kedua reaksi harus diuapkan untuk menghasilkan magnesium klorida padatan.

Kegiatan kedua meliputi proses pemanasan garam magnesium klorida menjadi berwujud lelehan. Magnesium klorida padatan akan digunakan sebagai elektrolit proses produksi magnesium dengan cara elektrolisis. Magnesium klorida padatan akan dipanaskan hingga meleleh pada suhu 750-850 °C. Setelah terjadi lelehan magnesium klorida kemudian dilakukan proses elektrolisis.

Proses elektrolisis harus dilakukan pada suhu tinggi untuk memperoleh magnesium murni. Untuk itu diperlukan kegiatan merancang dan membuat sistem elektrolisis yang dilengkapi dengan pemanas. Semua komponen yang digunakan pada sistem elektrolisis ini harus mampu bekerja pada suhu 750-850 °C.

Kegiatan ketiga, proses elektrolisis, dilakukan setelah sistem elektrolisis pada suhu tinggi siap untuk digunakan. Proses elektrolisis dilakukan dengan memberikan beda potensial pada kedua elektroda sehingga terjadi reaksi pada kedua elektroda.

Reaksi yang terjadi pada kedua elektroda adalah



Magnesium yang terbentuk masih berwujud cair. Untuk mengambil logam magnesium yang terbentuk, sampel didinginkan hingga temperatur ruang kemudian logam magnesium dipisahkan dari garam elektrolit untuk mendapatkan magnesium padatan.

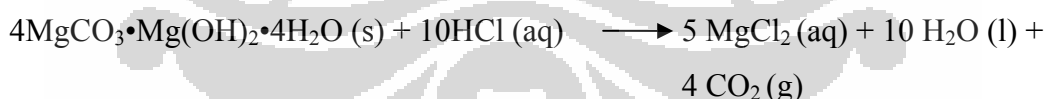
3.3.1 Pembuatan Larutan Magnesium Klorida

Untuk mendapatkan larutan magnesium klorida dari magnesium oksida, bubuk magnesium oksida ditimbang kemudian direaksikan dengan larutan HCl menurut persamaan reaksi



Jika reaksi stokiometri, 1 mol MgO yang direaksikan dengan 1 mol HCl akan menghasilkan 1 mol MgCl₂ dan 1 mol air.

Untuk mendapatkan larutan magnesium klorida dari hidromagnesit, bubuk hidromagnesit ditimbang kemudian direaksikan dengan larutan HCl menurut persamaan reaksi



Jika reaksi stokiometri, 1 mol hidromagnesit yang direaksikan dengan 10 mol HCl akan menghasilkan 5 mol MgCl₂ dan 10 mol air yang disertai 4 mol gas karbondioksida.

3.3.2 Pembuatan Magnesium Klorida Padatan

Larutan magnesium klorida yang telah terbentuk hasil reaksi dari bubuk magnesium oksida diletakkan di atas hot plate pada suhu 100 °C. Gambar 3.2 menunjukkan foto hot plate yang digunakan. Biarkan larutan magnesium klorida berada di atas hot plate hingga semua air menguap. Cara yang sama dilakukan untuk larutan magnesium klorida hasil sintesis dari bubuk hidromagnesit.



Gambar 3.2 Hot Plate merek Thermolyne

3.3.3 Karakterisasi XRD dan XRF serta Analisis GSAS

3.3.3.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui senyawa - senyawa kristal yang terkandung di dalam magnesium klorida padatan hasil sintesis. Analisis lebih ditujukan untuk mengetahui kemurnian dan fase magnesium klorida padatan yang terbentuk. Gambar 3.3 menunjukkan foto alat XRD yang digunakan.



Gambar 3.3 XRD merek Phillips tipe PW 3710

Analisis XRD dilakukan pada rentang sudut difraksi (2θ) 20° - 100° . Kemudian kendali pemantauan proses XRD dilakukan dengan software APD buatan Philips pada sebuah Personal Computer yang terintegrasi dengan mesin XRD.

Sampel untuk dapat dikarakterisasi XRD dibuat pelet terlebih dahulu. Jika sampel tidak mencukupi untuk dibuat pelet maka cara alternatif dengan menempelkan sampel pada kaca preparat kemudian diratakan permukaannya. Pembuatan pelet dilakukan dengan menaruh sampel pada potongan melintang tipis pipa PVC yang dilanjutkan dengan proses pengepressan dengan tekanan minimal sebesar 10 ton oleh alat Hidraulic Press merk JEOL tipe SX 29020 seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.4.



Gambar 3.4 Alat Hidraulic Press JEOL tipe SX 29020

3.3.3.2 Karakterisasi XRF

Karakterisasi XRF bertujuan untuk mendeteksi unsur – unsur kimia yang ada pada magnesium klorida padatan hasil sintesis baik unsur utama maupun unsur-unsur pengotornya yang dinyatakan dalam persen berat (weight %).

Alat XRF yang digunakan adalah merk Jeol Element Analyzer tipe JSX – 3211 seperti ditunjukkan pada gambar 3.5. Hasil persentase berat yang dapat diambil dari mesin XRF adalah persentase berat yang berupa unsur dan oksida suatu senyawa. Kemudian karena mesin XRF ini hanya dapat membaca unsur mulai dari nomor atom 11 (natrium), maka persentase berat tersebut akan dianalisis dengan senyawa yang dihasilkan melalui analisis grafik XRD dan GSAS.



Gambar 3.5 XRF merek Jeol Element Analyzer tipe JSX-3211

3.3.3.3 Analisis GSAS

GSAS adalah suatu set program untuk memproses dan menganalisis data hasil difraksi sinar x. Program ini dapat memecahkan masalah struktur baik difraksi bubuk fasa tunggal maupun fasa campuran dengan menghaluskan parameter-parameter tiap fasa.

Preparasi parameter yang baik perlu dilakukan untuk dapat melakukan analisis dengan GSAS secara tepat. GSAS membutuhkan parameter-parameter masukan seperti file grafik XRD dengan ekstensi RAW, grup ruang (Space Group), parameter kisi dan posisi atom

Pada penelitian ini, GSAS digunakan untuk analisis apabila masih ada fasa lain pada magnesium klorida padatan hasil sintesis. Apabila pola hasil difraksi pada magnesium klorida padatan hanya mendeteksi kehadiran magnesium klorida, analisis GSAS tidak diperlukan.

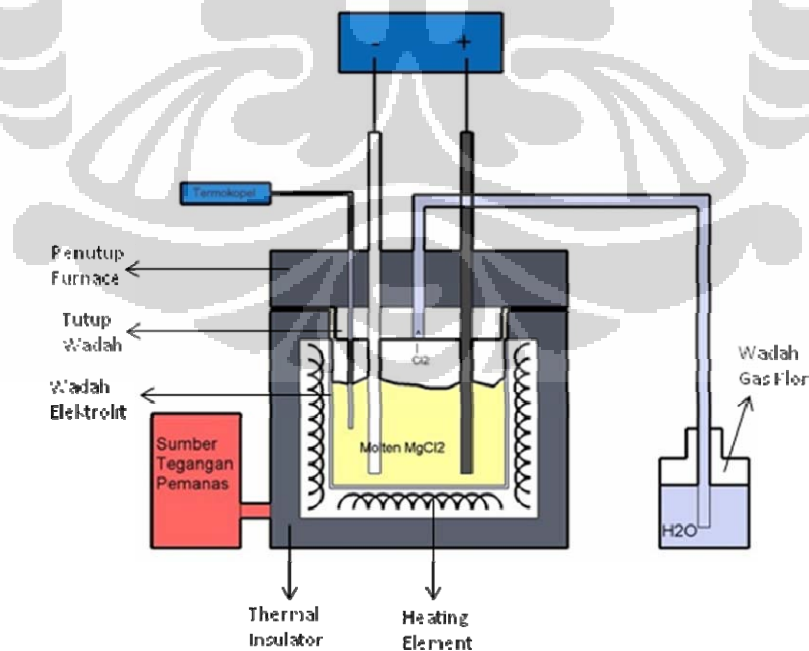
3.3.4 Merancang dan Membuat Sistem Elektrolisis yang Digunakan

Proses produksi magnesium dalam tugas akhir ini menggunakan proses elektrolisis pada suhu tinggi. Untuk itu alat elektrolisis yang digunakan harus dilengkapi dengan pemanas. Hal-hal yang perlu dipertimbangkan dalam merancang dan membuat alat elektrolisis yang dilengkapi pemanas adalah :

- Sistem pemanas yang digunakan untuk memanaskan magnesium klorida padatan hingga terbentuk cairan elektrolit. Pemanas harus mampu mencapai dan mempertahankan panas pada temperatur 750 – 850 °C.

- Sumber tegangan untuk elemen pemanas, yang akan dikontrol berdasarkan temperatur pada *thermocouple*, untuk menjaga temperatur tetap sesuai seperti yang diinginkan.
- Elektroda yang digunakan harus konduktif secara listrik dan tidak reaktif dengan elektrolit pada temperatur sampai dengan 850 °C.
- Material yang akan digunakan sebagai wadah dan tutup wadah larutan elektrolit. Material tersebut harus konduktif secara termal dan tidak reaktif dengan elektrolit ($MgCl_2$) pada temperatur sampai dengan 850 °C.
- *Thermal insulator* yang akan digunakan untuk melapisi sistem pemanas sehingga dapat meminimalkan konduksi, sehingga pemanasan dapat berjalan efektif. Termasuk juga membuat penutup untuk menghindari pengaruh udara luar.
- Saluran gas klor sebagai hasil samping proses elektrolisis.

Gambar 3.6 adalah ilustrasi kasar rancangan sistem elektrolisis yang akan dibuat untuk proses produksi magnesium.



Gambar 3.6 Ilustrasi kasar sistem elektrolisis yang akan dibuat.

3.3.5 Preparasi Produksi Magnesium

Sebelum melakukan proses produksi magnesium dengan cara elektrolisis temperatur tinggi, hal-hal yang perlu dipersiapkan adalah :

- Preparasi cairan elektrolit sebagai sumber produksi magnesium. Pada percobaan ini, digunakan garam magnesium klorida hasil sintesis dari magnesium oksida dan hidromagnesit. Garam tersebut dimasukan ke dalam wadah, kemudian akan dilelehkan pada temperatur sekitar 750-850 °C.
- Preparasi wadah cairan elektrolit. Wadah yang digunakan terbuat dari bahan keramik. Pengujian ditujukan apakah wadah akan bereaksi (terkorosi) pada saat proses elektrolisis temperatur tinggi.
- Preparasi tutup wadah yang akan mencegah adanya gas klor pada ruangan pemanas. Tutup wadah diberikan saluran untuk mengalirkan gas langsung keluar dari wadah.
- Preparasi elektroda pada sel elektrolisis. Elektroda harus terbuat dari bahan tahan korosi dan mampu menghantarkan listrik.
- Menyiapkan sumber tegangan alat pemanas, termokopel, serta sumber tegangan elektroda.

3.3.6 Produksi Magnesium dengan cara Elektrolisis Temperatur Tinggi

Batangan silinder karbon dengan diameter 6 mm dan tinggi 20 cm digunakan sebagai anoda dan katoda yang akan digunakan dari bahan stainless steel atau platinum tergantung hasil pengujian terhadap katoda. Pada eksperimen akan digunakan wadah dengan material keramik. Tutup wadah apakah yang akan digunakan terbuat dari bahan karbon, stainless steel atau keramik tergantung hasil pengujian terhadap tutup wadah.

Gambar 3.7 adalah susunan alat-alat percobaan yang diperlukan dalam melakukan perolehan magnesium dengan cara elektrolisis temperatur tinggi.



Gambar 3.7 Bagan percobaan proses perolehan magnesium.

Penjelasan gambar :

1. Regulator Tegangan

Berfungsi untuk mengatur besar tegangan yang diberikan kepada *heating element*, sehingga kita dapat mengatur temperatur pemanas. Regulator ini dapat memberikan tegangan pada jangkauan 0 - 220 volt AC.

2. Pemanas

Tempat untuk memanaskan wadah elektrolit. Pemanas ini dapat mencapai temperatur sekitar 1000 °C pada tegangan 220 volt AC.

3. Sumber beda potensial elektroda

Merupakan sumber tegangan DC, yang berfungsi sebagai sumber potensial kedua elektroda. Sumber tegangan yang digunakan dapat memberikan beda potensial dari 1,0 - 30,0 volt DC.

4. Termokopel

Berfungsi sebagai pengukur temperatur di dalam furnace. Jadi, selama proses elektrolisis skala pada temperatur termokopel harus selalu dipastikan berada pada temperatur yang diinginkan. Pengaturan temperatur dapat dilakukan dengan mengatur besar tegangan yang bekerja pada pemanas. Termokopel yang digunakan dapat mengukur temperatur sampai dengan 1400 °C.

3.3.7 Variasi Temperatur dan Potensial Elektroda

Proses ini ditujukan untuk memperoleh kondisi yang efektif dalam memproduksi logam magnesium yang bebas dari kontaminasi unsur-unsur lain. Temperatur elektrolit akan divariasikan pada jangkauan 750 °C - 850 °C. Temperatur ini diambil karena berada di atas titik lebur garam $MgCl_2$ dan di bawah titik uap logam magnesium. Sedangkan beda potensial yang diberikan pada kedua elektroda akan divariasikan pada jangkauan 0 - 12 volt. Tabel 3.1 menunjukkan variasi temperatur elektrolit dan beda potensial elektroda yang diterapkan pada sampel, dengan lama proses elektrolisis 2 jam.

Tabel 3.1 Variasi temperatur dan beda potensial untuk garam magnesium klorida, dalam waktu proses 2 jam.

	Nama	Temperatur	Beda Potensial
No.	Sampel	Elektrolit (°C)	Elektroda (volt)
1	M X 1	850	0
2	HM 1	850	0
3	M 1	750	12
4	M2	850	12

Sampel M X 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida dari bahan MgO hingga suhu 850 °C kemudian ditahan selama 2 jam. Sampel HM X 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida dari bahan hidromagnesit hingga suhu 850 °C kemudian ditahan selama 2 jam. Kedua sampel tersebut tidak diberikan beda potensial diantara kedua elektroda. Sampel M 1 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida pada suhu 750 °C kemudian diberi tegangan sebesar 12 V selama 2 jam. Sampel M 2 dibuat dengan memanaskan garam magnesium klorida pada suhu 850 °C kemudian diberi tegangan sebesar 12 V selama 2 jam.

3.3.8 Pengambilan Logam Magnesium Hasil Elektrolisis

Proses dilakukan untuk mengambil logam magnesium yang terbentuk dari hasil elektrolisis. Pengambilan dilakukan saat temperatur sampel mendekati

temperatur ruang. Kemudian magnesium dipisahkan dengan cara memotong bagian sampel yang hanya terbentuk logam magnesium.

3.2.9 Karakterisasi XRD dan XRF

3.2.9.1 Karakterisasi XRD

Analisa XRD bertujuan untuk mengetahui senyawa - senyawa yang terkandung di dalam magnesium hasil reduksi. Analisa lebih ditujukan mengetahui kemurnian dan fase logam magnesium yang terbentuk dari proses elektrolisis. Serta adanya kemungkinan kontaminasi pengotor seperti CaO, Al, C, Fe (dari kawat penghantar yang teroksidasi) dan sebagainya juga dapat terdeteksi pada analisis XRD.

3.2.9.2 Analisis XRF

Analisa XRF bertujuan untuk mendeteksi unsur – unsur kimia lain yang tersisa pada magnesium produk akhir baik unsur utama maupun unsur-unsur pengotornya yang dinyatakan dalam persen berat (weight %).

3.2.9.3 Analisis GSAS

Pada penelitian ini, GSAS digunakan untuk analisis apabila masih ada fasa lain pada magnesium produk akhir. Apabila pola hasil difraksi pada sampel akhir hanya mendeteksi kehadiran logam magnesium, analisis GSAS tidak diperlukan.

3.2.10 Pengolahan Data dan analisa

Pada tahap ini dilakukan analisis weight % senyawa – senyawa yang dihasilkan oleh XRF terhadap senyawa – senyawa yang muncul pada analisis XRD. Apakah unsur yang diharapkan, yaitu magnesium, lebih dominan dibandingkan dengan senyawa-senyawa pengotor lainnya. Untuk analisis hasil difraksi sinar-x, hanya dilakukan secara kualitatif dengan menguraikan fasa-fasa apa saja yang terjadi, tanpa menghitung persentase yang dihasilkan.