

No. Dok: 5700  
Copy : 2.

D  
669-2  
Kar  
S

**LAPORAN PENELITIAN TUGAS AKHIR**  
**SINTESIS *CERIUM PENTANICKEL* DARI OKSIDA LOGAM**  
**TANAH JARANG DENGAN METODE *SOLID STATE***  
**DI PUSAT TEKNOLOGI MATERIAL – BPPT**  
**(1 Maret – 30 April)**



**DISUSUN OLEH :**

**INDAH KARTIKA**

**1513021**

**PUTRI HANAFIYANTI ASRI**

**1513028**

**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER**  
**POLITEKNIK STMI JAKARTA**  
**KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI**

**2017**

<b>DATA BUKU PENTASTORAN</b>	
Tgl. Terima	27/02/2020
Dit. Oleh	31/04/2020

## LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING

JUDUL PENELITIAN:

SINTESIS *CERIUM PENTANIKEL* DARI OKSIDA LOGAM TANAH JARANG  
DENGAN METODE *SOLID STATE*

DISUSUN OLEH:

NAMA : INDAH KARTIKA  
PUTRI HANAFIYANTI ASRI  
NIM : 1513021  
1513028  
PROGRAM STUDI : TEKNIK KIMIA POLIMER

Telah diperiksa dan disetujui sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik  
Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta.

Jakarta, September 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing

Kepala Program Studi  
Teknik Kima Polimer



Ir. Roosmariharso, MBA  
NIP. 19540523.198003.1.004



Sakri Widhianto, S.Teks, MM  
NIP. 195303171978031001

## LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING

JUDUL PENELITIAN:

SINTESIS *CERIUM PENTANIKEL* DARI OKSIDA LOGAM TANAH JARANG  
DENGAN METODE *SOLID STATE*

DISUSUN OLEH:

NAMA : INDAH KARTIKA  
PUTRI HANAFIYANTI ASRI  
NIM : 1513021  
1513028  
PROGRAM STUDI : TEKNIK KIMIA POLIMER

Telah diperiksa dan disetujui sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik  
Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta.

Jakarta, September 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing

Kepala Program Studi  
Teknik Kimia Polimer



**Ir. Roosmariharso, MBA**  
NIP. 19540523.198003.1.004



**Sakri Widhianto, S.Teks, MM**  
NIP. 195303171978031001

**LEMBAR PENGESAHAN  
POLITEKNIK STMI JAKARTA  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN R.I**

JUDUL PENELITIAN:

SINTESIS *CERIUM PENTANIKEL* DARI OKSIDA LOGAM TANAH JARANG  
DENGAN METODE *SOLID STATE*

DISUSUN OLEH:

NAMA : INDAH KARTIKA  
PUTRI HANAFIYANTI ASRI  
NIM : 1513021  
1513028  
PROGRAM STUDI : TEKNIK KIMIA POLIMER

Telah diperiksa dan disetujui sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik  
Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta.

Jakarta, September 2017

Penguji I



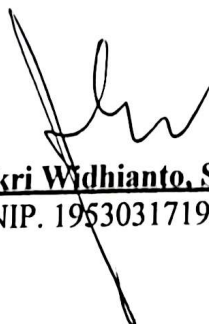
**Syaiful Ahsan, ST, MT**  
NIP. 198407162014021001

Penguji II



**Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng**  
NIP. 195609101984032002

Dosen Pembimbing



**Sakri Widhianto, S.Teks, MM**  
NIP. 195303171978031001

## LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN PENELITIAN

Kami Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta,  
Kementerian Perindustrian Republik Indonesia:

Nama : Putri Hanafiyanti Asri

NIM : 1513028

Program Studi : Teknik Kimia Polimer

Dengan ini menyatakan bahwa hasil karya Tugas Akhir Penelitian yang kami buat  
dengan judul:

### **SINTESIS *CERIUM PENTANICKEL* DARI OKSIDA LOGAM TANAH JARANG DENGAN METODE *SOLID STATE***

- Dibuat dan diselesaikan sendiri dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui Tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya tulis Tugas Akhir Penelitian ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya Tugas Akhir Penelitian kami.

Jika terbukti kami tidak memenuhi apa yang telah kami nyatakan seperti apa yang diatas, maka karya Tugas Akhir Penelitian kami ini dibatalkan.

Jakarta, September 2017  
Yang Membuat Pernyataan

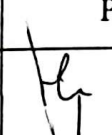





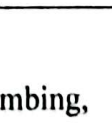

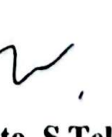
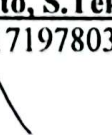
Putri Hanafiyanti Asri

**LEMBAR BIMBINGAN PENYUSUNAN TUGAS AKHIR PENELITIAN**

Nama : 1. INDAH KARTIKA 1513021  
2. PUTRI HANAFIYANTI ASRI 1513028

Judul TA Penelitian : Sintesis *Cerium Pentanickel* Dari Oksida Logam Tanah  
Jarang Dengan Metode *Solid State*

Pembimbing : Sakri Widhianto, S.Teks, MM

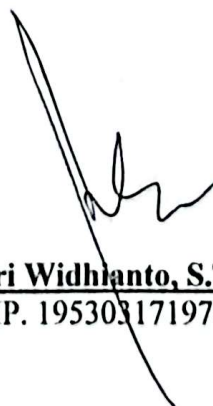
Tanggal	BAB	Keterangan	Paraf
2 Maret 2017		Konsultasi mengenai Judul & outline	
4 Maret 2017		Konsultasi mengenai daftar pustaka	
7 Maret 2017		Konsultasi mengenai hasil pengujian	
16 Maret 2017	BAB I	Konsultasi mengenai latar belakang	
22 Maret 2017	BAB I	Penyusunan BAB I (Latar Belakang)	
31 Maret 2017	BAB II	Revisi Tinjauan Pustaka	
19 April 2017	BAB III	Revisi Diagram Alir	
22 April 2017	BAB IV	Revisi Pengujian TGA	
10 Mei 2017	BAB IV	Revisi Pengujian XRD	
24 Mei 2017	BAB V	Revisi Kesimpulan dan Penelitan	

Mengetahui,  
Ketua Program Studi Teknik Kimia  
Polimer



**Ir. Roosmariharso, MBA**  
NIP. 195405231980031004

Pembimbing,



**Sakri Widhianto, S.Teks, MM**  
NIP. 195303171978031001



Nomor : 063 /SJ-IND.7.2/VIII/2017  
Lampiran : 1 (satu)  
Perihal : **Penugasan Proses  
Bimbingan Tugas Akhir  
Tahun Akademik 2017/2018**

Jakarta, 09 Agustus 2017

Kepada  
Yth. Bapak **Sakri Widhianto, S.Teks, MM**  
Di Jakarta

Berdasarkan Keputusan Direktur Politeknik STMI Jakarta Nomor 26/SJ-IND.7.2 /SK/1/2017 tanggal 10 Januari 2017 tentang pengangkatan Dosen Pembimbing dan Asisten Dosen Pembimbing Tugas Akhir Politeknik STMI Jakarta Tahun Akademik 2017/2018, maka dengan ini kami mengharap bantuan Bapak untuk dapat memberikan bimbingan dalam penulisan / penyusunan Tugas Akhir kepada mahasiswa yang namanya tersebut di bawah ini:

Nama : **Putri Hanafiyanti Asri**  
No. Induk : **1513028**

Adapun judul Tugas Akhir yang bersangkutan berdasarkan proposal yang terdaftar adalah:

" Sintesis Cerium Pentanickel dari Oksida Logam Tanah Jarang untuk Aplikasi Baterai. "

Demikian surat penugasan ini disampaikan. Atas perhatian dan bantuan Bapak kami ucapkan terima kasih.



Direktur,

**Dr. Mustofa, ST, MT**

NIP : 19700924 200312 1 001

embusan:

Pudir 1;  
Ka Prodi TKP;  
Mahasiswa yang bersangkutan;  
Pertinggal



Nomor : 572/SJ-IND.7.2/XII/2016  
Lampiran :  
Perihal : **Pemohonan Penelitian**

Jakarta, 21 Desember 2016

Kepada  
Yth. Bapak/Ibu Pimpinan  
Direktur Pusat Teknologi Material-BPPT  
Gedung 224, Kawasan Puspitek Tangerang  
Selatan

Dalam rangka menambah wawasan dan mengaplikasikan teori yang didapat Mahasiswa/i di Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI, dengan ini memohon bantuan Bapak/Ibu agar bersedia menerima mereka yang namanya tersebut di bawah ini untuk melakukan Penelitian di Perusahaan/Instansi yang Bapak/Ibu pimpin selama kurang lebih 2(dua) bulan.

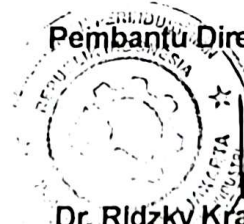
Adapun nama mahasiswa/i yang akan melakukan Penelitian adalah:


No.	Nama	NIM	Kompetensi yang diharapkan
1.	Putri Hanafiyanti Asri	1513028	Proses Produksi

Dalam pelaksanaannya kami mengharapkan bantuan bimbingan Bapak/Ibu agar mahasiswa/i kami dapat melakukannya dengan baik. Untuk selanjutnya kompetensi yang diperoleh dari hasil bimbingan Bapak/Ibu akan dipresentasikan dan mudah-mudahan dapat bermanfaat bagi perusahaan

Demikian atas bantuan dan kerjasama Bapak/Ibu, kami ucapkan terima kasih.

Pembantu Direktur I Bidang Akademik,



  
**Dr. Rldzky Kramanandita, S.Kom, MT**

NIP: 19740302 200212 1 001

busan:  
Direktur STMI;  
a Prodi TKP;  
ahasiswa yang bersangkutan;  
ertinggal



# BADAN PENGKAJIAN DAN PENERAPAN TEKNOLOGI

Pusat Teknologi Material

Gedung 224 Kawasan Puspltek, Tangerang Selatan, 15314 Banten  
Telepon (021) 7579-1324, Faksimile (021)7579-1327, Website <http://www.bppt.go.id>

Nomor : B-49/PTM/BPPT/SD/02/2017 Tangerang Selatan, 13 Februari 2017  
Lampiran : -  
Hal : Permohonan Penelitian

Yth. Pembantu Direktur I Bidang Akademik  
Politeknik STMI Jakarta  
Kementerian Perindustrian RI  
Jakarta

Menindaklanjuti surat permohonan dari Ketua Pembantu Direktur I Bidang Akademik Politeknik STMI Jakarta Kementerian Perindustrian RI No.571/SJ-IND.7.2/XII/2016 Tanggal 21 Desember 2016 Perihal Permohonan Penelitian, dengan ini Direktur Pusat Teknologi Material (PTM) - Badan Pengkajian Penerapan Teknologi (BPPT) memberikan ijin kepada mahasiswa sbb:

No	Nama	NIM	Riset	Pembimbing
1	Indah Kartika	1513021	Material Energi Untuk	DR. Ir. Jarot
2	Putri Hanafiyanti Asri	1513028	Aplikasi Baterai	Raharjo, MSc.

Untuk Melaksanakan Penelitian di Pusat Teknologi Material terhitung mulai bulan Maret 2017, dengan mentaati semua peraturan di PTM yang berupa:

- Kehadiran pada jam 07.30 – 16.00
- Memberikan Laporan dan bentuk BCHP per hari
- Memberikan rangkuman laporan kerja praktek pada hari terakhir pelaksanaan kerja praktek.
- Menandatangani Perjanjian Kerahasiaan.

Demikian disampaikan, atas perhatian dan kerjasamanya diucapkan terima kasih.

Direktur Pusat Teknologi Material



Dr. Asep Riswoko, B.Eng. M.Eng.



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir Penelitian ini tepat pada waktunya. Penulisan Laporan Tugas Akhir Penelitian ini dilakukan untuk diajukan sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta. Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Tugas Akhir Penelitian ini. Oleh karena itu, kami mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT, atas berkat dan rahmat-Nya.
2. Orang tua penulis yang telah memberikan dukungan secara moril dan materil.
3. Dr. Mustofa, S.T, M.T, selaku Direktur Politeknik STMI Jakarta.
4. Ir. Roosmariharso, MBA, selaku Ketua Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta
5. Sakri Widhianto, S.Teks, MM selaku dosen pembimbing yang bersedia meluangkan waktu untuk membimbing penulis dalam menyelesaikan laporan tugas akhir ini.
6. Dr. Asep Riswoko, B. Eng, M.Eng selaku Direktur Pusat Teknologi Material yang sudah memberikan kesempatan pada penulis untuk melaksanakan penelitian tugas akhir di PTM-BPPT selama dua bulan.
7. Dr. Ir. Jarot Raharjo, M.Sc , selaku pembimbing lapangan penelitian di PTM-BPPT yang telah memberikan ilmu, arahan dan masukan dalam melaksanakan penelitian.
8. Mba Novita Ami, Mba Dhamisih, Mas Lukmana dan para pegawai di PTM-BPPT yang telah banyak membantu penulis selama masa penelitian.
9. Teman-teman kelompok bimbingan Pak Jarot selama penelitian di PTM-BPPT yaitu Ridha Faturachmi, Wisnu Yan Purnomo, Lestari Cahyati, Maisa Ulfa, dan Kak Windi yang selalu menyemangati, dan membantu penulis menemukan solusi dalam penelitian dan menyelesaikan laporan ini.

10. Teman-teman TKI KA01 2013 yang selalu memberi dukungan dan semangat untuk penulis

Akhir kata, penulis berharap Allah SWT membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga Laporan Tugas Akhir Penelitian ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Jakarta, Juli 2017

Penulis

## ABSTRAK

Potensi logam tanah jarang yang banyak terdapat di Indonesia adalah Lantanum (La) dan *Cerium* (Ce). Meskipun potensi wilayah Indonesia yang mengandung logam tanah jarang cukup tinggi, namun belum banyak data tentang logam tanah jarang dan pemanfaatannya di Indonesia. Oleh karena itu, penelitian ini adalah untuk mengetahui bagaimana karakterisasi material berbasis logam tanah jarang ( $CeNi_5$ ) dengan menggunakan bahan baku lokal. *Cerium pentanickel* ( $CeNi_5$ ) merupakan salah satu dari *material metal hydrides*. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis *cerium pentanickel* ( $CeNi_5$ ) dari oksida logam tanah jarang dengan menggunakan metode *solid state* serta menguji sampel dengan instrument TGA dan XRD yang sebelumnya sampel telah dikalsinasi dengan variasi temperatur. Dalam proses peleburan logam Ce murni dengan logam Ni murni untuk membentuk  $CeNi_5$  dengan menggunakan proses *melting*. Dalam penelitian ini diperoleh bahwa sampel yang telah dikalsinasi mengalami perubahan warna, dimana sampel yang dikalsinasi dengan  $850^\circ C$  berubah menjadi warna hijau pudar dan pada sampel yang dikalsinasi dengan  $1150^\circ$  berubah warna menjadi hijau cerah sedangkan pada sampel yang tidak dikalsinasi berwarna hitam, dan hasil uji TGA menunjukkan pada sampel yang tidak di kalsinasi terjadi pengurangan massa pada temperatur dibawah  $100^\circ C$ , sedangkan pada sampel yang dikalsinasi dengan suhu  $850^\circ C$  dan suhu  $1150^\circ C$  terjadi peningkatan massa pada temperatur dibawah  $100^\circ C$ , dan pada hasil uji XRD pada sampel  $CeNi_5$  tanpa kalsinasi tidak terlihat adanya peak  $CeNi_5$  yang muncul, sedangkan pada sampel  $CeNi_5$  dengan yang dikalsinasi dengan suhu  $850^\circ C$  dan  $1150^\circ C$  muncul *peak*  $CeNi_5$ .

**Kata kunci:** Logam Tanah Jarang (LTJ), *solid state*, sintesis, *nickel*,  $CeNi_5$ , TGA dan XRD.

### ABSTRACT

*Potential rare earth metals that are widely available in Indonesia are Lanthanum (La) and Cerium (Ce). Although the potential of Indonesian territory containing rare earth metals is quite high, but there has been little data on rare earth metals and their utilization in Indonesia. Therefore, this study is to find out how the characterization of rare earth metal based materials ( $CeNi_5$ ) by using local raw materials. Cerium pentanickel ( $CeNi_5$ ) is one of the metal hydrides. The aim of this research is to synthesize cerium pentanickel ( $CeNi_5$ ) from rare earth metal oxide by using solid state method and test samples with TGA and XRD instrument which previously samples have been calcined with temperature variation. In the process of smelting pure Ce metal with pure Ni metal to form  $CeNi_5$  by using melting process. In this study it was found that the calcined sample had a color change, in which the samples were calcined with  $850^\circ C$  changed to a faded green color and on samples calcined with  $1150^\circ C$  hanged color to bright green whereas in non-calcined samples were black, and TGA test results showed that in non-calcined samples there was mass reduction at temperatures below  $100^\circ C$ , whereas in samples calcined at  $850^\circ C$  and  $1150^\circ C$  temperatures increased in mass at temperatures below  $100^\circ C$ , and in XRD test results in the  $CeNi_5$  sample without calcination there was no  $CeNi_5$  peak present, whereas in the  $CeNi_5$  sample with a calcined temperature of  $850^\circ C$  and  $1150^\circ C$  appeared peak  $CeNi_5$ .*

**Keywords:** *Rare Earth Metal (LTJ), solid state, synthesis, nickel,  $CeNi_5$ , TGA and XRD*

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING	
LEMBAR PENGESAHAN PEMBIMBING PENELITIAN	
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN PENELITIAN	
LEMBAR BIMBINGAN PENYUSUNAN LAPORAN TA PENELITIAN	
HALAMAN SURAT PENGAJUAN TUGAS AKHIR PENELITIAN	
HALAMAN SURAT KETERANGAN DITERIMA PENELITIAN	
KATA PENGANTAR .....	i
ABSTRAK .....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR ISI GAMBAR .....	vii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumuasan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	2
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
1.6 Sistematika Penelitian .....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Logam Tanah Jarang .....	5
2.2 <i>Cerium Pentanickel</i> .....	5
2.3 <i>Cerium Oksida</i> .....	6
2.4 Metode <i>Solid State</i> .....	6
2.5 Proses Sintesis .....	7
2.6 <i>Ball Mill</i> .....	7
2.7 <i>Thermal Gravimetric Analysis (TGA)</i> .....	8
2.8 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	8

BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	10
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	10
3.2 Alat dan Bahan .....	10
3.3 Variabel .....	12
3.3.1 Variabel Tetap .....	12
3.3.2 Variabel Bebas .....	12
3.4 Prosedur Penelitian .....	13
3.4.1 Prinsip Kerja .....	14
3.5 Pengujian dan Karakterisasi .....	16
3.5.1 Prosedur Karakterisasi TGA .....	16
3.5.2 Prosedur Karakterisasi XRD .....	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	18
4.1 Hasil Sintesis CeNi <sub>5</sub> .....	18
4.2 Pengaruh Temperatur Anil .....	19
4.3 Hasil dan Analisis TGA .....	19
4.4 Hasil dan Analisis XRD .....	21
BAB V PENUTUP .....	23
5.1 Kesimpulan .....	23
5.2 Saran .....	23
DAFTAR PUSTAKA .....	24
LAMPIRAN A PERHITUNGAN STOIKIOMETRI	
LAMPIRAN B PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL	

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1 <i>Planetary Ball Mill</i> .....	11
Gambar 3.2 <i>Furnace</i> .....	11
Gambar 3.3 TGA-DSC .....	11
Gambar 3.4 Diagram Alir Penelitian .....	13
Gambar 3.5 Pencampuran bahan .....	14
Gambar 3.6 Proses <i>Milling</i> .....	14
Gambar 3.7 Proses <i>Furnace</i> .....	15
Gambar 3.8 Proses Kalsinasi .....	15
Gambar 4.1 Hasil sintesis dengan metode <i>solid state</i> .....	18
Gambar 4.2 Grafik TGA CeNi <sub>5</sub> tanpa kalsinasi.....	19
Gambar 4.3 Grafik TGA CeNi <sub>5</sub> kalsinasi 850 °C .....	20
Gambar 4.4 Grafik TGA CeNi <sub>5</sub> kalsinasi 1150 °C .....	20
Gambar.4.5 Hasil analisis XRD dengan perbandingan suhu.....	21

**MILIK PERPUSTAKAAN STMI**  
Membaca : Ibadah, Mengambil : Dosa

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Di Indonesia unsur logam tanah jarang terdapat sebagai mineral ikutan, telah diidentifikasi berada pada mineral emas dan timah aluvial termasuk bauksit dan tembaga. Potensi logam tanah jarang pada bijih timah terutama untuk deposit di laut diperkirakan dapat dieksploitasi sekurang-kurangnya hingga 20 tahun dengan kapasitas produksi logam timah sebesar 30 ribu ton per tahun. UU No. 3 Tahun 2014 tentang Perindustrian mengamanatkan peningkatan nilai tambah sumber daya alam, maka Pemerintah harus mendorong pengembangan Industri pengolahan di dalam negeri. UU No.3 ini selaras dengan UU No. 4 Tahun 2009 Tentang Pertambangan Mineral Batubara, khususnya hilirisasi Industri berbasis Hasil Pertambangan termasuk pemanfaatan mineral ikutan bagi industri pengolahan, dan didukung dengan adanya potensi mineral yang diolah (Taofik Ajab, 2014).

Potensi logam tanah jarang yang banyak terdapat di Indonesia khususnya daerah Yogyakarta adalah Lantanum (La) dan *Cerium* (Ce) (Sunendar dan Bambang., 2004). Untuk itu, terdapat rencana untuk mengolah monasit atau *tailing* dari PT. Timah untuk mendapatkan logam tanah jarang seperti Lantanum (La) atau *Cerium* (Ce) sehingga dapat meningkatkan nilai tambah dari bahan baku lokal. Meskipun potensi logam tanah jarang di Indonesia cukup tinggi, namun belum banyak data tentang logam tanah jarang dan pemanfaatannya di Indonesia. Oleh karena itu, penelitian ini adalah untuk mengetahui bagaimana karakterisasi material berbasis logam tanah jarang ( $CeNi_5$ ) dengan menggunakan bahan baku lokal.

*Cerium pentanickel* ( $CeNi_5$ ) merupakan salah satu dari *material metal hydrides*. Dalam beberapa tahun terakhir, sudah banyak metode yang digunakan untuk menghasilkan *metal hydrides* baik secara kimia, mekanik, maupun dengan sistem panas agar dapat diaplikasikan. Metode yang paling umum digunakan

adalah dengan menggunakan proses *melting* antara logam Ce murni dengan logam Ni murni untuk membentuk CeNi<sub>5</sub> (Holm, 2012). Tetapi *metal hydrides* bersifat sangat getas dan cenderung untuk membentuk kepingan setelah proses *hydriding/dehydriding* sehingga biasanya dilanjutkan dengan proses lanjutan seperti milling untuk menghasilkan serbuk CeNi<sub>5</sub> ataupun proses lainnya tergantung aplikasi. Untuk mencapai mikrostruktur dengan bentuk yang stabil sesuai kesetimbangan diagram bentuk didapatkan dengan cara sintesis menggunakan proses *melting* pada temperatur tinggi yang kemudian dilanjutkan dengan proses anil pada temperatur 1150°C. Pada penelitian ini menggunakan metode *solid state*. Metode *solid state* adalah metode yang paling sederhana dan paling umum digunakan baik dalam industri dan di laboratorium. Metode *solid state* adalah metode yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu pada suhu tinggi. Metode *solid state* digunakan pada kondisi ekstrim, seperti suhu tinggi dan tekanan, tanpa pelarut karena tidak ada pelarut yang diperlukan dalam reaksi maka tidak ada masalah dalam pembuangan limbah (Ismunandar, 2006). Metode *solid state* dengan proses *ball milling* atau *mechanical alloying* telah lama digunakan untuk menghasilkan *metal alloy (metal hydride materials)*.

## 1.2 Perumusan Masalah

Masalah yang akan diteliti pada riset ini sebagai berikut :

1. Bagaimana pembuatan material CeNi<sub>5</sub> dari oksida logam tanah jarang dengan metode *solid state*?
2. Bagaimana karakteristik material CeNi<sub>5</sub> dari oksida logam tanah jarang dengan metode *solid state*?

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Pembuatan sintesis *Cerium Pentanickel* menggunakan metode *solid state* dengan tanpa proses kalsinasi dan dengan proses kalsinasi pada temperatur 850°C, dan 1150°C selama 4 jam di lingkungan gas argon.
2. Jenis logam tanah jarang yang digunakan adalah NiO (*Nickel Oksida*) dan CeO<sub>2</sub> (*Cerium Oksida*)

3. Karakterisasi material CeNi<sub>5</sub> dengan menggunakan instrumentasi TGA, dan XRD.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menghasilkan material CeNi<sub>5</sub> dari oksida logam tanah jarang dengan metode *solid state*.
2. Mengetahui karakteristik material CeNi<sub>5</sub> dari oksida logam tanah jarang dengan metode *solid state*.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi kepada pihak terkait mengenai pembuatan sintesis *cerium pentanickel* berbasis logam tanah jarang (CeNi<sub>5</sub>) sebagai material reaktif aktif (anoda) salah satu energi alternatif pembuatan baterai NiMH yang ramah lingkungan.

#### 1.6 Sistematika Penelitian

Penulisan penelitian tugas akhir ini dibuat penyajian tersusun secara teratur dan berurutan sehingga didapat kerangka alur pemikiran yang mudah difahami. Sistematika penulisan dalam penelitian tugas akhir ini terdiri dari 5 bab dengan urutan sebagai berikut :

**Bab 1 Pendahuluan**, menjelaskan latar belakang, rumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penelitian.

**Bab 2 Tinjauan Pustaka**, membahas dasar teori logam tanah jarang secara singkat, karakterisasi yang umum dilakukan pada material CeNi<sub>5</sub> (*Cerium Pentanickel*), membahas teori tentang CeO<sub>2</sub> (*Cerium Oxide*) dan CeNi<sub>5</sub> (*Cerium Pentanickel*), membahas mengenai metode *solid state* yang digunakan pada penelitian ini.

**Bab 3 Metodologi penelitian**, menguraikan prosedur sintesa material CeNi<sub>5</sub> (*Cerium Pentanickel*) dengan menggunakan metode *solid state* dan serangkaian pengujian untuk mempelajari karakteristik bahan hasil sintesa.

**Bab 4 Hasil dan Pembahasan**, menjelaskan data-data yang didapatkan dari proses sintesa dan membahas hasil perhitungan atau analisa data karakterisasi. Pembahasan dilakukan dengan melakukan perbandingan hasil uji dan *literature*

effizienter als die anderen sind, wenn sie sich in der Lage befinden, die Kosten zu senken, die für die Produktion der Güter anfallen.

**Teil 2: Einleitung des Kapitels** Die Aufgabe besteht darin, die verschiedenen Arten der Produktion zu untersuchen und die Kosten zu berechnen, die für die Produktion der Güter anfallen.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Logam Tanah Jarang

Logam tanah jarang merupakan bahan yang strategis, sukar diperoleh, dan mempunyai kegunaan yang luas. Pemakaian unsur logam tanah jarang baik secara individual maupun dalam bentuk campurannya, saat ini menunjukkan kecenderungan yang terus meningkat. Hal ini disebabkan karena logam tanah jarang memiliki kekuatan mekanis yang cukup baik, titik leleh yang relatif tinggi, dan mempunyai tampang lintang serapan neutron yang besar sehingga banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang teknologi.

Aplikasi logam tanah jarang tersebut sangat luas salah satunya adalah sebagai material baterai. Lantanum (La) dan *Cerium* (Ce) merupakan unsur yang biasa digunakan sebagai material aktif pada electrode *negative* (anode) di sistem baterai NiMH (Sunendar, dan Bambang, 2004).

#### 2.2 *Cerium Pentanickel*

*Cerium pentanickel* (CeNi<sub>5</sub>) merupakan salah satu dari *material metal hydrides*. Dalam beberapa tahun terakhir, sudah banyak metode manufaktur yang digunakan untuk menghasilkan *metal hydrides* baik secara kimia, mekanik, maupun dengan sistem panas agar dapat diaplikasikan. Proses manufaktur yang paling umum digunakan adalah dengan menggunakan proses *melting* antara logam Ce murni dengan logam Ni murni untuk membentuk CeNi<sub>5</sub> (Holm, 2012). Tetapi *metal hydrides* bersifat sangat getas dan cenderung untuk membentuk kepingan setelah proses *hydriding/dehydriding* sehingga biasanya dilanjutkan dengan proses lanjutan seperti milling untuk menghasilkan serbuk CeNi<sub>5</sub> ataupun proses lainnya tergantung aplikasi. Untuk mencapai mikrostruktur dengan fasa yang stabil sesuai kesetimbangan diagram fasa didapatkan dengan cara sintesis menggunakan proses *melting* pada temperatur tinggi yang kemudian dilanjutkan dengan proses anil pada temperatur 1150°C.

Menurut hipotesis reaksi antara  $\text{CeO}_2$  dan  $\text{NiO}$  dinyatakan:



Dengan melewati proses kalsinasi  $\text{CeNi}_5\text{O}_7$  terurai sehingga terbentuk  $\text{CeNi}_5$ .

### 2.3 *Cerium* Oksida

*Cerium* (IV) oksida, juga dikenal sebagai *ceria* oksida, *ceria*, *cerium* oksida atau *cerium* dioksida, merupakan oksida dari *cerium* logam tanah jarang. Di antara semua tanah jarang, *cerium* (Ce) adalah yang paling menarik bagi para peneliti di bidang katalis. *Cerium* merupakan unsur tanah jarang yang paling melimpah, sekitar 0,0046% dari kerak bumi dengan berat (64 ppm), bahkan lebih banyak daripada tembaga. Hal ini ditemukan dalam sejumlah mineral, yang paling penting berwujud monasit dan bastnasit. Unsur dengan tingkat kelimpahan yang tinggi, dengan aktivasi katalitik yang luar biasa merupakan salah satu alasan *cerium* menjadi elemen yang diterapkan dalam katalik sistem pembuangan konversi mobil di industri terkemuka.

Bahan ini berupa bubuk kuning-putih pucat dengan rumus kimia  $\text{CeO}_2$ . *Cerium* menyerupai besi dalam warna dan kilau, tetapi lembut, mudah dibentuk dan ulet. *Cerium* memiliki rentang terpanjang kedua cairan dari setiap elemen:  $2648^\circ\text{C}$  ( $795^\circ\text{C}$  sampai  $3443^\circ\text{C}$ ), dapat mengoksidasi dengan mudah di udara dan mudah terbakar pada  $150^\circ\text{C}$  dalam membentuk *cerium* (IV) oksida. Logam *cerium* umumnya digunakan dalam *ferrocium*, dengan dihilangkan campuran logam baja yang diaplikasikan di batu korek api *cerium* logam juga ditambahkan dalam jumlah mikro ke berbagai paduan sebagai pengikat oksigen. Penambahan *cerium* dengan paduan dapat memberi masa operasi lebih lama karena peningkatan resistensi oksidatifnya (Holm, 2012).

### 2.4 Metode *Solid State*

Metode *solid state* adalah metode yang paling sederhana dan paling umum digunakan baik dalam industri dan di laboratorium. Metode *solid state* adalah metode yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu pada suhu tinggi. Metode *solid state* digunakan pada kondisi ekstrim, seperti suhu

tinggi dan tekanan, tanpa pelarut karena tidak ada pelarut yang diperlukan dalam reaksi maka tidak ada masalah dalam pembuangan limbah (Ismunandar, 2006).

Metode *solid state* dengan proses *ball milling* atau *mechanical alloying* telah lama digunakan untuk menghasilkan *metal alloy* (*metal hydride materials*). *Mechanical alloying* juga dilakukan pada penelitian Simiclic, M.V, et al. menggunakan serbuk Lantanum (La) 99.9%, Cerium (Ce) 99.9%, Nickel (Ni) 99%, Cobalt (Co) 99.9%, Mangan (Mn) >99%, dan Aluminium (Al) 99%.

## 2.5 Proses Sintesis

Metode *solid state* dengan menggunakan *ball milling* ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik dengan mengikuti rute yang hampir universal, yakni melibatkan pemanasan berbagai komponen pada temperatur tinggi selama periode yang relatif lama (Ismunandar, 2006).

Metode *solid state* dengan menggunakan *ball mill* merupakan metode yang sering digunakan untuk mengubah ukuran partikel material menjadi lebih kecil dan digunakan untuk mensintesis nanopartikel. Proses pengecilan ukuran partikel menggunakan *ball mill* ini dinamakan sebagai *mechanical milling*. *Ball mill* telah menjadi sebuah teknik inovatif di bidang sintesis bahan dan mechanochemistry (Chung, dkk., 2002).

## 2.6 Ball Mill

Metode *ball mill* ini berprinsip pada penghancuran bahan menggunakan sejumlah bola penumbuk dalam sebuah tabung *horizontal* yang berputar sehingga bola-bola akan terangkat pada sisi tabung kemudian jatuh ke bahan yang ditumbuk dan menyebabkan fragmentasi pada struktur bahan menjadi ukuran yang sangat halus (Widjanarko, S.B., dan Suwasito, T.S., 2014).

Parameter lama penggilingan merupakan salah satu faktor penting yang berpengaruh dari metode *ball mill*. Parameter ini sangat erat kaitannya dengan efisiensi proses dan menentukan ukuran partikel yang dihasilkan. Hal ini akan berdampak pada sifat fisik maupun kimia powder hasil *ball mill*, sehingga perlu diketahui pengaruh lama *ball mill* terhadap powder yang dihasilkan (Widjanarko, S.B., dan Suwasito, T.S., 2014).

*Ball mill* merupakan salah satu instrumen/alat yang dapat digunakan untuk memproduksi nanomaterial. Komponen *ball mill* ini terdiri atas sebuah tabung (*vial*) penampung material dan bola-bola penghancur. Pada proses pembuatan nanomaterial menggunakan *ball mill* ini, material yang akan dibuat ukurannya menjadi skala nano dimasukkan kedalam *vial* bersama bola-bola penghancur. Kemudian *ball mill* digerakan bisa secara rotasi maupun vibrasi dengan frekuensi tinggi. Gerakan rotasi atau *vibrasi* ini dapat divariasikan sesuai kebutuhan. Akibatnya material yang terperangkap antara bola penghancur dan dinding *vial* akan saling bertumbukkan menghasilkan deformasi pada material tersebut. Deformasi material tersebut menyebabkan fragmentasi struktur material sehingga terpecah menjadi susunan yang lebih kecil.

Teknik *ball milling* (BM) telah dilaporkan sebagai efisiensi tinggi dan teknik yang ramah lingkungan. *Ball Milling* memberikan efek mekanokimia melalui tumbukan, kombinasi gesekan dan geseran yang dihasilkan dari bola *grinding* dan dinding kontainer dengan dampak energi tinggi yang berulang.

## 2.7 *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA)

Analisis *Thermogravimetry* adalah teknik untuk mengukur massa sampel ketika sedang dipanaskan, didinginkan atau diadakan isothermal dalam suasana yang telah ditetapkan. Terutama digunakan untuk analisa kuantitatif produk. Kurva TGA yang khas menunjukkan langkah-langkah kehilangan massa berkaitan dengan hilangnya komponen volatil (kelembaban, pelarut, monomer), polimer dekomposisi, pembakaran karbon hitam, dan residu akhir (abu, *filler*, serat kaca). Metode ini memungkinkan untuk mempelajari dekomposisi produk dan bahan dan untuk menarik kesimpulan tentang konstituen masing-masing. Turunan pertama dari kurva TGA terhadap waktu dikenal sebagai kurva DTG; kurva ini sebanding dengan laju dekomposisi sampel. Dalam pengukuran TGA / DSC, sinyal DSC dan informasi berat dicatat secara bersamaan. Hal ini memungkinkan efek endotermik atau eksotermik untuk dideteksi dan dievaluasi (Hammer and Angela, 2010).

## 2.8 X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik analisis XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi. Mekanisme kerja analisis XRD ini yakni material yang akan dianalisis digerus sampai halus kemudian dipreparasi lebih lanjut menjadi lebih padat dalam suatu *holder*. *Holder* tersebut diletakkan pada alat XRD dan diradiasi dengan sinar X. Data hasil penyinaran sinar X berupa spektrum difraksi sinar X. Data difraksi tersebut direkam dan dicatat oleh komputer dalam bentuk grafik *peak* intensitas. Jarak antara bidang kisi kristal yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan hukum Bragg pada komputer dengan menggunakan *software General Structure Analysis System (GSAS)* sehingga dapat menghasilkan suatu data (Sudarningsih dan Fahrudin, 2008).

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian kristal akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif dan destruktif. Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan sebagai analisis. Prinsip dasar yang digunakan untuk menentukan sistem kristal adalah dengan menggunakan persamaan hukum Bragg.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-x dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-x yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-x untuk hampir seluruh jenis material. Standar ini disebut JCPDS (*Joint Committee on Power Diffraction Standard*). Representasi matematis syarat terjadinya difraksi dijelaskan oleh Hukum Bragg:

QUESTION 1

1.1.1. The first part of the question is about the effect of the...  
1.1.2. The second part of the question is about the effect of the...

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada 1 Maret – 30 April 2017 di Pusat Teknologi Material Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (PTM-BPPT) Gedung 224, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang Selatan 15314 sedangkan pengujian XRD dilaksanakan di LIPI FISIKA dan penyusunan laporan dilakukan di PTM dan Politeknik STMI Jakarta.

#### 3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. *Cerium Oxide* ( $\text{CeO}_2$ )
2. *Nickel Oxide* ( $\text{NiO}$ )
3. Etanol
4. Gas Argon

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Oven untuk pengeringan
2. Neraca Analitik
3. *Planetary Ball Mill*
4. *Furnace*
5. Alumina jar
6. Bola milling
7. Gelas ukur
8. *Beaker Glass*
9. Pipet tetes
10. Spatula
11. Lumpang mortar
12. *Crucible*
13. Botol sampel

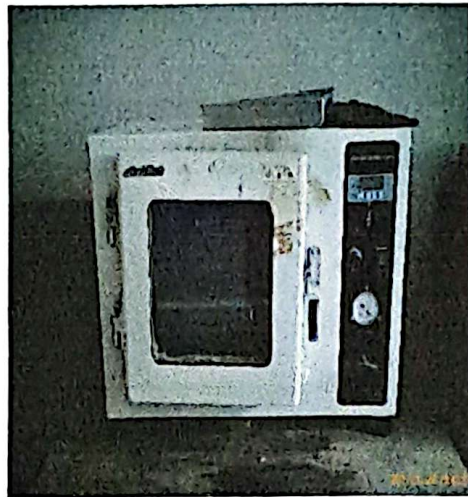
**MILIK PERPUSTAKAAN STMI**  
Membaca : Ibadah, Mengambil : Dosa

14. Instrumen TGA-DSC

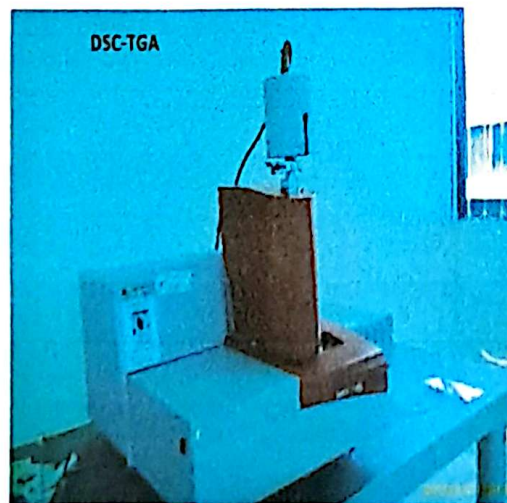
15. Instrumen XRD



**Gambar 3.1** *Planetary Ball Mill*



**Gambar 3.2** *Furnace*



**Gambar 3.3** *TGA-DSC*

### 3.3 Variabel

Proses pembuatan bahan anoda dilakukan dengan mencampur antara serbuk NiO dan serbuk CeO<sub>2</sub> menggunakan *ball milling*. Waktu *milling* yang optimum untuk *milling* adalah 3-6 jam. Karena jika lebih dari waktu tersebut serbuk akan mengalami aglomerasi (Maca, 2007). Penentuan temperatur dan waktu *anil* berdasarkan pada hasil penelitian "*Improvement of as-milled properties of mechanically alloyed LaNi<sub>5</sub> and application to hydrogen thermal compression*" (Talaganis. B.A., 2011) dimana temperatur proses kalsinasi berkisar sekitar 600°C untuk sintesis dengan proses *milling*. Sedangkan untuk parameter proses *ball milling* diambil dari penelitian "*An experimental investigation on the poor hydrogen sorption properties of nano-structured LaNi<sub>5</sub> prepared by ball-milling*" (Joseph, B., 2011), semakin lama proses *ball mill* akan menurunkan kapasitas penyerapan *hydrogen* pada bahan anode sehingga waktu *milling* yang digunakan 2 jam.

#### 3.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap yang digunakan pada penelitian ini adalah waktu proses kalsinasi sampel sebesar 4 jam.

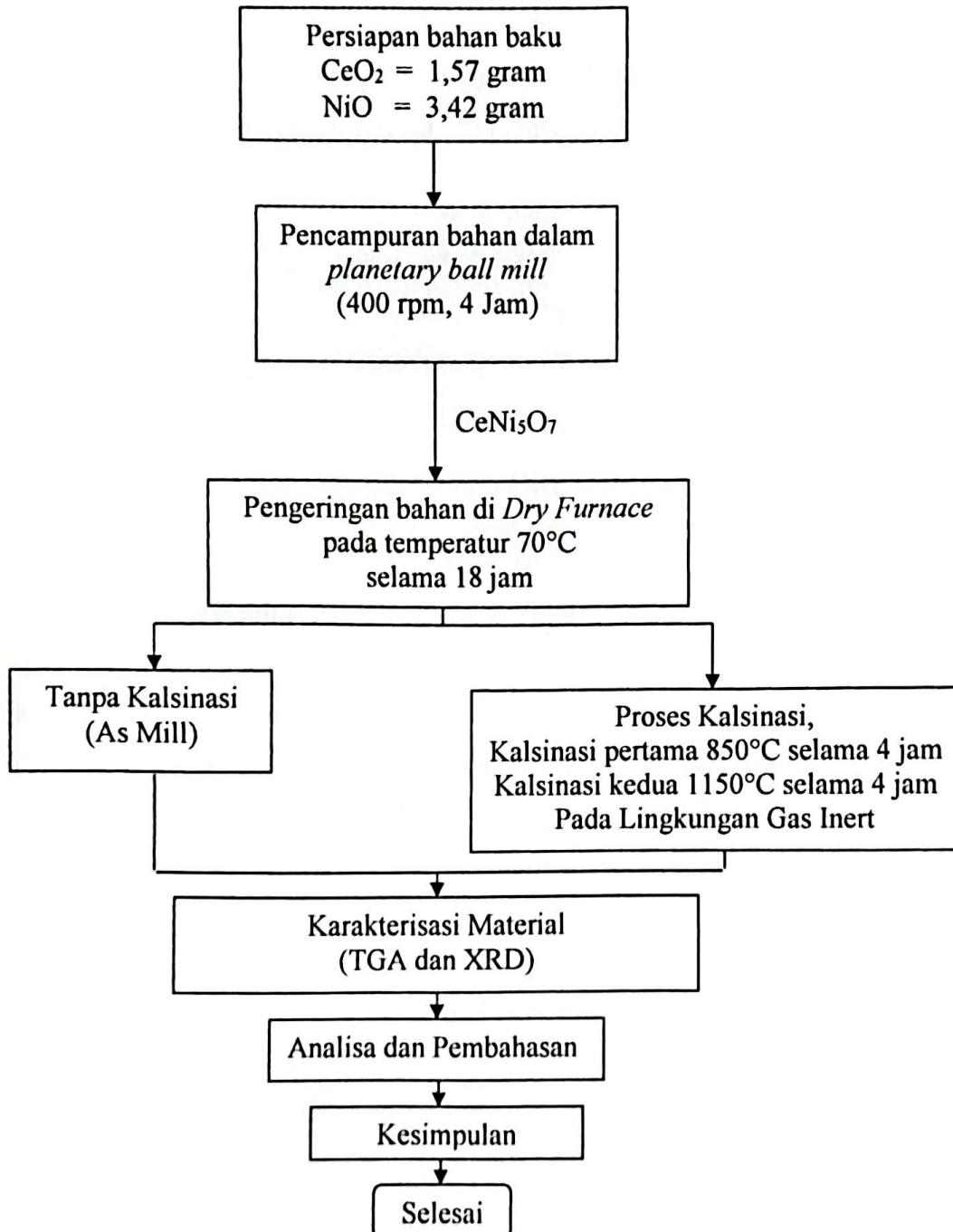
#### 3.3.2 Variabel bebas

Variabel bebas yang digunakan pada penelitian ini adalah suhu proses kalsinasi yang divariasikan pada suhu 850°C dan 1150°C. Terdapat juga sampel tanpa kalsinasi sebagai pembanding.

Secara garis besar diagram alir pada penelitian ini ditunjukkan pada gambar 3.4.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### Diagram Alir Penelitian



Gambar.3.4 Diagram Alir Penelitian

### 3.4.1 Prinsip Kerja

#### 1. Pencampuran bahan

CeO<sub>2</sub> ditimbang sebanyak 1,57 gram dan dimasukkan ke dalam *alumina jar*. NiO sebanyak 3,42 gram ditimbang dan dicampurkan dengan CeO<sub>2</sub> ke dalam *alumina jar* ditambahkan larutan etanol sebanyak 15 ml dan sejumlah bola *milling* dengan berat 3 kali lipat total berat sampel (18 gram).



Gambar 3.5 Pencampuran bahan

#### 2. Proses Milling

Campuran bahan di dalam alumina jar di *milling* di dalam *planetary ball mill*. *Milling* dilakukan secara *wet milling* dengan etanol sebagai media pencampurannya selama 4 jam dengan kecepatan 400 rpm.



Gambar 3.6 Proses Milling

### 3. Pengeringan di *Dry Furnace*

Setelah *milling* selesai, sampel di keringkan di dalam *dry furnace* dengan temperatur 70 °C selama 18 jam.



Gambar 3.7 Proses *Furnace*

### 4. Proses Kalsinasi

Selanjutnya sampel yang telah dikeringkan di *dry furnace* dihaluskan menggunakan mortar hingga halus. Sampel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam botol sampel (untuk sampel tanpa kalsinasi). Sisa sampel di bagi menjadi 2 dan dimasukkan ke dalam *crucible* (satu sampel untuk kalsinasi dengan suhu 850 °C, dan yang satu untuk kalsinasi dengan suhu 1150 °C). Kalsinasi dilakukan secara bergantian. Kalsinasi yang pertama dilakukan adalah suhu 850 °C. Masing-masing sampel di kalsinasi selama 4 jam dengan *heating rate* 5 °C/menit dan pendinginan dilakukan di udara *furnace*. Sambil menunggu waktu untuk kalsinasi, sampel yang lain dimasukkan ke dalam desikator.



Gambar 3.8 Proses Kalsinasi

## 5. Karakterisasi

Setelah proses kalsinasi, sampel di karakterisasi menggunakan alat TGA dan XRD.

### 3.5 Pengujian dan Karakterisasi

#### 3.5.1 Prosedur Karakterisasi TGA

TGA merupakan teknik analisis yang digunakan untuk menentukan stabilitas panas suatu senyawa dengan melihat perubahan massa yang hilang ketika sampel dipanaskan. TGA terdiri dari sebuah *sample pan* yang didukung oleh sebuah *precision balance*. *Pan* tersebut ditempatkan dalam suatu *furnace* dan dipanaskan atau didinginkan selama eksperimen. Massa dari sampel dipantau selama eksperimen. Sampel dialiri oleh suatu gas inert atau gas reaktif yang mengalir melalui sampel dan keluar melalui *exhaust*. Pertama, dialirkan gas nitrogen dengan *flowrate* 40 ml/menit ke dalam *furnace* TG dan dialirkan gas selanjutnya gas oksigen dengan *flowrate* 60 ml/menit. Kemudian sampel dengan berat 30-40 mg dimasukkan kedalam wadah platina yang berada didalam *furnace*. Temperatur dinaikkan dengan *rate* 10°C/menit dan selama 100 menit hingga suhu 1000°C. Pengurangan fraksi massa sampel selama eksperimen dicatat (ASTM E1131).

#### 3.5.2 Prosedur Karakterisasi XRD

Mekanisme kerja analisis XRD ini yakni material yang akan dianalisis digerus sampai halus kemudian dipreparasi lebih lanjut menjadi lebih padat dalam suatu *holder*. *Holder* tersebut diletakkan pada alat XRD dan diradiasi dengan sinar X. Data hasil penyinaran sinar X berupa spektrum difraksi sinar X. Data difraksi tersebut direkam dan dicatat oleh komputer dalam bentuk grafik *peak* intensitas.

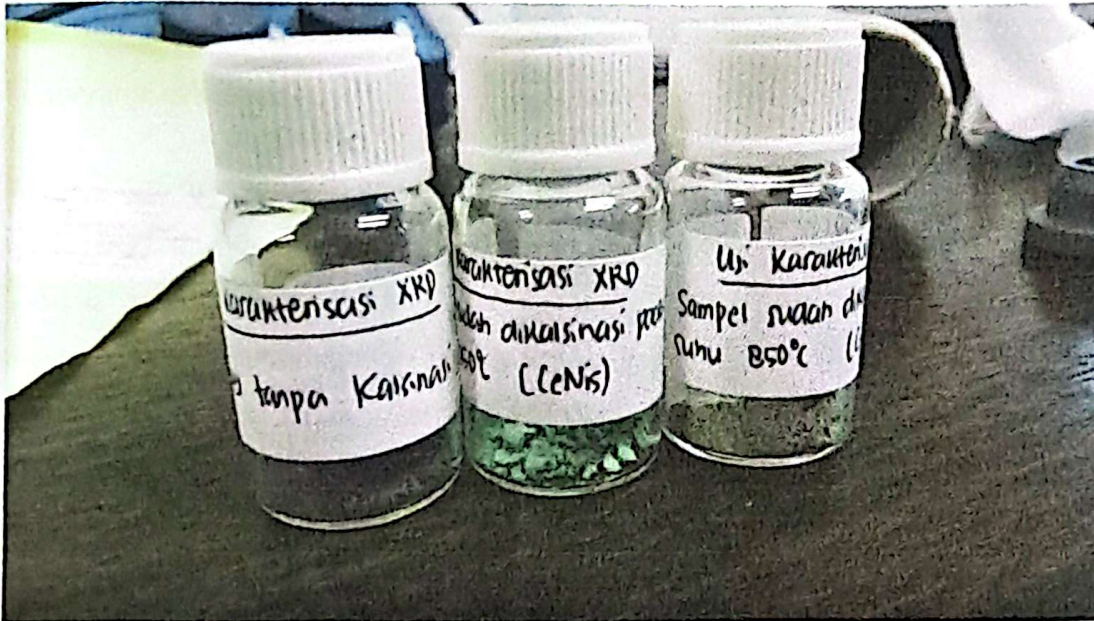
Komponen utama XRD yaitu terdiri dari tabung katoda (tempat terbentuknya sinar-X), sampel holder dan detektor. Pada XRD yang berada di Laboratorium LIPI Fisika ini menggunakan sumber Co dengan komponen lain berupa cooler yang digunakan untuk mendinginkan, karena ketika proses pembentukan sinar-X dikeluarkan energi yang tinggi dan menghasilkan panas. Kemudian seperangkat komputer dan CPU.

...

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil Sintesis dengan metode *solid state*



Gambar 4.1 Hasil sintesis dengan metode *solid state*

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa serbuk material tanpa kalsinasi berwarna hitam. Serbuk material yang telah dilakukan kalsinasi menunjukkan warna berbeda dari sebelum proses kalsinasi. Perubahan warna serbuk terjadi pada semua temperatur kalsinasi. Pada kalsinasi suhu 850°C serbuk berwarna hijau pudar, sedangkan pada suhu 1150°C serbuk berwarna hijau cerah. Perubahan warna serbuk ini kemungkinan menunjukkan adanya suatu perubahan bentuk, dekomposisi senyawa organik, atau mungkin karena terjadi oksidasi.

Terjadinya perubahan fasa ini dikarenakan adanya perlakuan *heat treatment* yaitu proses kalsinasi. Dimana pemberian variasi temperatur kalsinasi ini sama artinya dengan memberi energi aktivasi pada atom penyusun bahan tersebut, sehingga dengan adanya energi aktivasi menyebabkan atom penyusun bahan akan

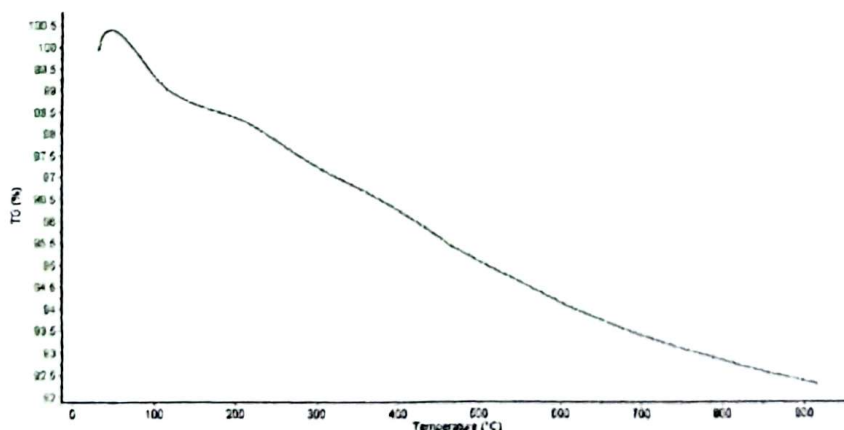
bervibrasi kemudian melepaskan ikatannya dan bergerak ke posisi baru atau berpindah ke kisi lainnya, proses tersebut sering disebut proses difusi.

Sehingga semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin banyak atom-atom yang mempunyai energi yang sama atau melebihi energi aktivasi untuk dapat tersebar dari posisinya dan bergerak menuju ke tempat-tempat kekosongan (*vacancy*) atau disebut proses substitusi. Selain melalui cara substitusi, perubahan fasa dapat disebabkan oleh perpindahan atom secara intertisi akibat pemberian temperatur kalsinasi.

#### 4.2 Pengaruh Temperatur Anil

Hasil dari pencampuran NiO dan CeO<sub>2</sub> dengan variasi suhu 850°C dan 1150°C pada proses anil selama 4 jam di dalam lingkungan gas argon menghasilkan material CeNi<sub>5</sub>. Proses anil merupakan suatu proses memanaskan material hingga temperatur tertentu dan ditahan selama beberapa waktu kemudian didinginkan secara perlahan. Proses anil bertujuan untuk menghomogenasi hasil *milling*, memperbaiki struktur *milling*, memperbaiki fasa, serta meningkatkan sifat bahan seperti *cycle stability*. Variasi temperatur dilakukan untuk melihat pengaruh temperatur anil terhadap sifat konduktivitas dari bahan.

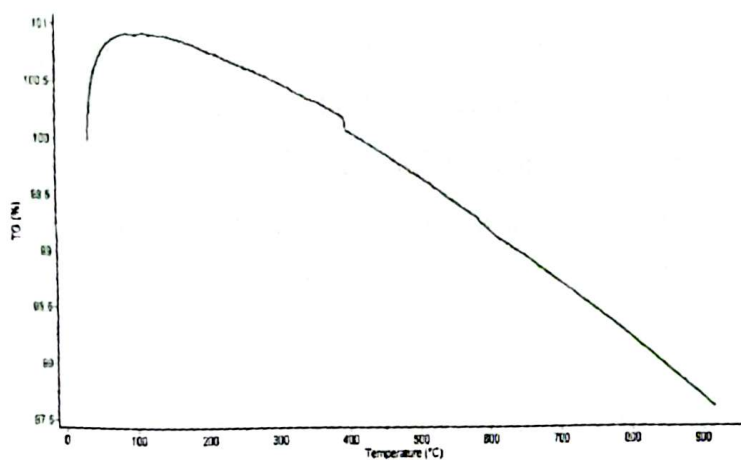
#### 4.3 Hasil dan Analisis TGA



**Gambar 4.2** Grafik TGA sampel tanpa kalsinasi

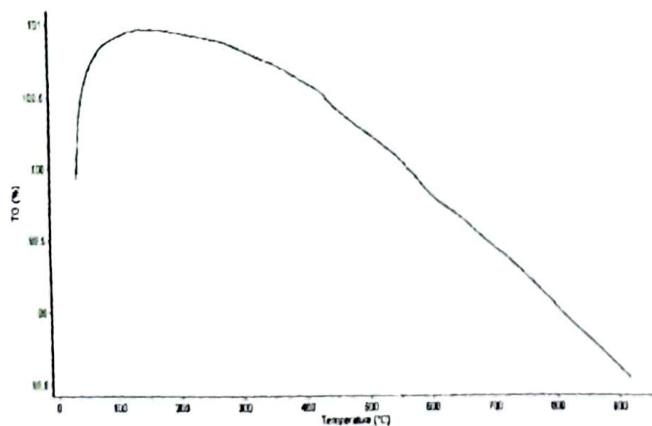
Grafik TGA memberikan informasi mengenai pengurangan massa yang terjadi pada sampel terhadap perubahan temperatur yang diberikan. Berdasarkan

grafik di atas, pada proses akhir TGA di temperatur 900°C material berkurang massanya hingga 92%. Hal ini dimungkinkan karena oksigen yang masih terkandung pada sampel. Hal ini juga mengindikasikan masih ada  $CeNi_5O_7$ , selain itu dimungkinkan masih adanya senyawa organik dalam sampel. Berbeda dengan hasil penelitian sebelumnya (Dita, 2017) dimana massa yang berkurang lebih tinggi, dimungkinkan karena perbedaan bahan yang digunakan.



**Gambar 4.3** Grafik TGA sampel kalsinasi 850°C

Pada kalsinasi dengan suhu 850°C, peningkatan massa terjadi pada suhu sekitar 75°C. Kenaikan massa ini terjadi karena kandungan senyawa organik pada sampel lebih sedikit yaitu 2,5% dan kandungan oksigennya sudah hilang, sehingga sampel yang telah dikasikasi dengan suhu 850 °C lebih stabil.

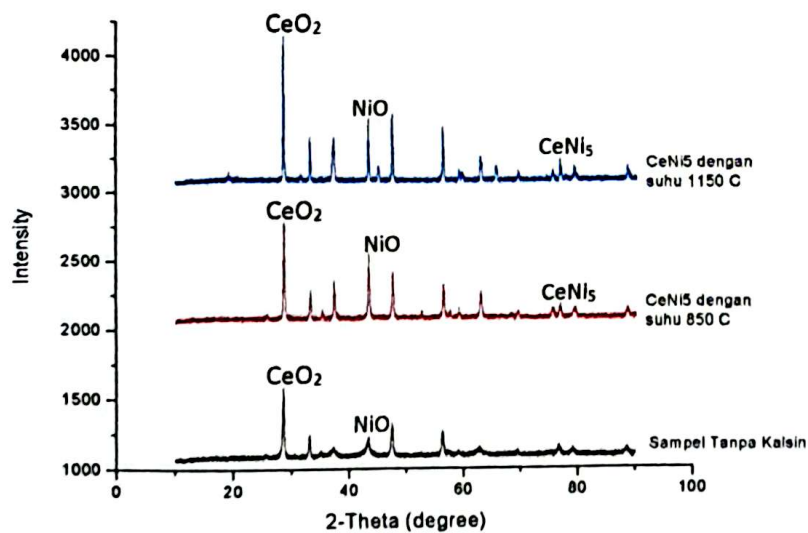


**Gambar 4.4** Grafik TGA sampel kalsinasi 1150 °C

Pada kalsinasi dengan suhu  $1150^{\circ}\text{C}$ , material mengalami kenaikan massa saat temperatur sebesar  $25^{\circ}\text{C}$  hingga  $175^{\circ}\text{C}$ . Kenaikan massa ini terjadi karena kandungan senyawa organik pada sampel lebih sedikit yaitu 1,5% dan kandungan oksigennya sudah hilang, sehingga sampel yang telah dikalsinasi dengan suhu  $1150^{\circ}\text{C}$  lebih stabil.

Dari ketiga grafik TGA di atas, terdapat perbedaan antara material tanpa kalsinasi dengan material yang dikalsinasi dengan suhu  $850^{\circ}\text{C}$  dan  $1150^{\circ}\text{C}$ . Pada sampel material tanpa kalsinasi material mengalami penurunan massa pada temperatur di bawah  $100^{\circ}\text{C}$ , sedangkan pada sampel material yang di kalsinasi baik pada suhu  $850^{\circ}\text{C}$  maupun  $1150^{\circ}\text{C}$ , material mengalami kenaikan massa di awal grafik. Hal ini disebabkan karena perlakuan *heat treatment* saat kalsinasi. Sehingga material mengalami proses oksidasi. Proses oksidasi ini menyebabkan material mengalami kenaikan massa.

#### 4.4 Hasil dan Analisis XRD



Gambar 4.5 Hasil analisis XRD dengan perbandingan suhu

Dari hasil identifikasi fasa dengan XRD (Gambar 4.5), peningkatan suhu pada proses kalsinasi memperlihatkan adanya puncak CeNi<sub>5</sub> yang mulai muncul pada suhu  $850^{\circ}\text{C}$  dan  $1150^{\circ}\text{C}$ . Walaupun puncak CeNi<sub>5</sub> yang muncul tidak terlalu

signifikan antara tiap suhu yang ditambahkan, namun terlihat puncak CeNi<sub>3</sub> yang muncul pada suhu 1150°C lebih tinggi dibandingkan pada suhu 850°C, hal ini menunjukkan bahwa suhu 1150°C menghasilkan material CeNi<sub>3</sub> yang lebih baik. Mengacu pada perhitungan rumus scherrer, diperoleh ukuran rata-rata kristal tanpa kalsinasi sekitar 213,044 nm, sedangkan rata-rata pada kristal yang telah dikalsinasi dengan temperatur 850 °C sekitar 315,3253 nm, dan ukuran rata-rata kristal yang telah dikalsinasi dengan temperatur 1150 °C sekitar 545,9179 nm.

## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Pembuatan material  $CeNi_5$  dari oksida logam tanah jarang dengan menggunakan metode *solid state* menghasilkan serbuk material yang tidak di kalsinasi berwarna hitam, pada kalsinasi suhu  $850^\circ C$  menghasilkan serbuk berwarna hijau pudar, sedangkan pada suhu  $1150^\circ C$  menghasilkan serbuk berwarna hijau cerah.
2. A. Hasil uji karakterisasi TGA pada sampel yang tidak di kalsinasi terjadi pengurangan massa pada temperatur dibawah  $100^\circ C$ , pada sampel yang dikalsinasi dengan suhu  $850^\circ C$  dan suhu  $1150^\circ C$  terjadi peningkatan massa pada temperatur dibawah  $100^\circ C$ .  
B. Hasil uji karakterisasi XRD pada sampel  $CeNi_5$  tanpa kalsinasi tidak terlihat adanya peak  $CeNi_5$  yang muncul, sedangkan pada sampel  $CeNi_5$  dengan yang dikalsinasi dengan suhu  $850^\circ C$  dan  $1150^\circ C$  muncul peak  $CeNi_5$ .

### 5.2 Saran

Mengingat penelitian kami menghasilkan *cerium pentanickel* ( $CeNi_5$ ) yang merupakan salah satu material untuk pembuatan baterai NiMH, maka untuk memastikan *cerium pentanickel* ( $CeNi_5$ ) tersebut dapat diaplikasikan dalam pembuatan baterai NiMH di sarankan dilakukan penelitian lebih lanjut.

## DAFTAR PUSTAKA

- Chung, K. H., Lee, J., Rodriguez, R., & Lavernia, E. J. "*Metal Matter Transition*", 2002.
- Hammer, and Angela., "*Thermal Analysis of Polymer: Selected Application*", Mettler Toled, 2010.
- Ismunandar., "*Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*", Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2006.
- Joseph, B. "*An experimental investigation on the poor hydrogen sorption properties of nano-structured LaNi<sub>5</sub> prepared by ball-milling*". Journal of Hydrogen Energy, 2011.
- Maca. "*Sintering of gadolinia-doped seria pripered by mechanochemical synthesis*". Brno University of Technology, 2007.
- Sudarningsih dan Fahrudin, "*Penggunaan Metode Difraksi Sinar-X dalam Menganalisa Kandungan Mineral pada Batuan Ultra Basa Kalimantan Selatan*", Jurnal Fisika, 5 (2008) : 165-173.
- Sunendar dan Bambang. "*Potensi dan Strategi Pemanfaatan Rare Earth Elements*". Dipresentasikan pada acara Focus Group Discussion Kementerian Perindustrian. Bandung, 2014.
- Talaganis.B.A., "*Improvement of as-milled properties of mechanically alloyed LaNi<sub>5</sub> and application to hydrogen thermal compression*". Journal of Hydrogen Energy, 2011.
- Taofik, Ajab. Hasil Unsur Tanah Jarang (REE) dalam Mendukung Industri Nasional. Dipresentasikan pada acara Focus Group Discussion Kementerian Perindustrian. Bandung, 2014.
- Thomas Holm. "*Synthesis and characterization of the nanostructured magnesium-cerium-nickel alloys for Ni-metal hydride battery applications*". Tesis. Departement of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology, Norwegian, 2012.
- Widjanarko, S.B., dan Suwasito, T.S. "*Pengaruh lama Penggilingan Tepung Porang dengan Metode Ball Mill Terhadap Rendemen dan Kemampuan*

1999 1998 1997 1996 1995 1994 1993 1992 1991 1990 1989 1988 1987 1986 1985 1984 1983 1982 1981 1980 1979 1978 1977 1976 1975 1974 1973 1972 1971 1970 1969 1968 1967 1966 1965 1964 1963 1962 1961 1960 1959 1958 1957 1956 1955 1954 1953 1952 1951 1950 1949 1948 1947 1946 1945 1944 1943 1942 1941 1940 1939 1938 1937 1936 1935 1934 1933 1932 1931 1930 1929 1928 1927 1926 1925 1924 1923 1922 1921 1920 1919 1918 1917 1916 1915 1914 1913 1912 1911 1910 1909 1908 1907 1906 1905 1904 1903 1902 1901 1900