PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP PEMBENTUKAN PADUAN INTERMETALIK Mg₂Si MELALUI METODE METALURGI SERBUK

(Skripsi)

Oleh

ETYKA DWI MAYANG SARI NPM 2117041035



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG BANDAR LAMPUNG 2025

ABSTRAK

PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP PEMBENTUKAN PADUAN INTERMETALIK Mg2Si MELALUI METODE METALURGI SERBUK

Oleh

ETYKA DWI MAYANG SARI

Pemanfaatan energi panas terbuang dari pembakaran bahan bakar fosil telah menjadi fokus utama dalam pengembangan material termoelektrik yang efisien. Salah satu kandidat material yang menjanjikan adalah magnesium silisida (Mg₂Si) karena sifatnya yang ramah lingkungan, ketersediaan bahan baku yang melimpah, serta kinerja termoelektrik yang baik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fasa, mikrostruktur, dan sifat termoelektrik paduan intermetalik Mg2Si yang disintesis melalui metode metalurgi serbuk. Serbuk magnesium dan silikon dicampur dalam rasio mol 2:1 menggunakan proses mechanical milling, kemudian dikompaksi dan disinter pada suhu 450 °C, 500 °C, 550 °C, dan 600 °C selama 4 jam. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRD dan SEM, sedangkan pengujian sifat termoelektrik dilakukan menggunakan alat LSR-4. Analisis XRD menunjukkan bahwa fasa Mg₂Si mulai terbentuk pada suhu 450 °C, dan fraksi fasa tersebut meningkat seiring dengan kenaikan suhu sintering, hingga mencapai maksimum 50,98 wt% pada suhu 600 °C. Suhu sintering yang lebih tinggi mendorong pertumbuhan kristal fasa Mg2Si, dengan ukuran kristalit rata-rata sebesar 107 nm dan 116 nm masing-masing pada suhu 550 °C dan 600 °C. Pengamatan SEM menunjukkan pertumbuhan butir yang lebih baik dan mikrostruktur yang lebih homogen pada suhu 600 °C. Hasil pengukuran termoelektrik menunjukkan bahwa konduktivitas listrik tertinggi, yaitu sebesar 206,45 S/m, dicapai pada suhu 600 °C. Namun, nilai koefisien Seebeck yang diperoleh menunjukkan fluktuasi, kemungkinan yang disebabkan oleh ketidakhomogenan struktur dalam sampel yang memengaruhi transportasi pembawa muatan. Berdasarkan hasil tersebut, maka suhu sintering berperan penting dalam pembentukan fasa, evolusi mikrostruktur, dan peningkatan kinerja termoelektrik pada paduan Mg2Si.

Kata kunci: magnesium silisida, metalurgi serbuk, sintering, termoelektrik.

ABSTRACT

EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE FORMATION OF Mg₂Si INTERMETALLIC ALLOY THROUGH POWDER METALLURGY

By

ETYKA DWI MAYANG SARI

The recovery of waste heat from fossil fuel combustion has become a key focus in the development of efficient thermoelectric materials. One promising candidate is magnesium silicide (Mg₂Si) due to its environmental friendliness, abundance of raw materials, and excellent thermoelectric performance. This study aims to investigate the effect of sintering temperature on the phase formation, microstructure, and thermoelectric properties of Mg₂Si intermetallic alloys synthesized via the powder metallurgy method. Magnesium and silicon powders were mixed in a 2:1 molar ratio using mechanical milling, then compacted and sintered at temperatures of 450 °C, 500 °C, 550 °C, and 600 °C for 4 hours. Characterization was carried out using XRD and SEM, while thermoelectric properties were evaluated using the LSR-4. XRD analysis showed that the Mg₂Si phase began to form at 450 °C, with the phase fraction increasing as the sintering temperature rose, reaching a maximum of 50.98 wt% at 600 °C. Higher sintering temperatures promoted crystal growth of the Mg₂Si phase, with average crystallite sizes of 107 nm and 116 nm at 550 °C and 600 °C, respectively. SEM observations revealed improved grain growth and a more homogeneous microstructure at 600 °C. Thermoelectric measurements indicated that the highest electrical conductivity, 206.45 S/m, was achieved at 600 °C. However, the Seebeck coefficient values fluctuated, likely due to structural inhomogeneities within the samples, affecting carrier transport. In conclusion, the sintering temperature significantly influences the phase formation, microstructure evolution, and thermoelectric performance of Mg₂Si alloys.

Key words: magnesium silicide, powder metallurgy, sintering, thermoelectric.

PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP PEMBENTUKAN PADUAN INTERMETALIK Mg₂Si MELALUI METODE METALURGI SERBUK

Oleh

ETYKA DWI MAYANG SARI

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG BANDAR LAMPUNG 2025

Judul Skripsi

: PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP

PEMBENTUKAN PADUAN INTERMETALIK

Mg2Si MELALUI METODE METALURGI

SERBUK

Nama Mahasiswa

: Etyka Dwi Mayang Sari

Nomor Pokok Mahasiswa

: 2117041035

Program Studi

: Fisika

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. NIP. 196312281986102001 Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si. NIP. 198205112008011004

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. NIP. 197109092000121001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.

Sekretaris : Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si.

Penguji Bukan : Suprihatin, S.Si., M.Si. Pembimbing

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 29 Juli 2025

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Etyka Dwi Mayang Sari

Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041035

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya dengan judul "Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Paduan Intermetalik Mg2Si Melalui Metode Metalurgi Serbuk" adalah benar hasil karya sendiri, baik ide, hasil, maupun analisisnya. Selanjutnya saya tidak keberatan jika sebagian atau keseluruhan data di dalam skripsi digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi atas persetujuan penulis dan sepanjang nama saya disebutkan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran untuk dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 29 Juli 2025

Etyka Dwi Mayang Sari NPM 2117041035

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Etyka Dwi Mayang Sari, dilahirkan pada tanggal 14 Januari 2003, di Lampung Barat. Penulis merupakan anak perempuan dari Bapak Harun A. Roni dan Almh. Ibu Ety Trisnawati.

Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis adalah Taman Kanak-Kanak (TK) diselesaikan pada tahun 2009 di TK Pertiwi Sritejokencono, Sekolah Dasar (SD) diselesaikan pada tahun 2015 di SDN 1 Sritejokencono,

Sekolah Menengah Pertama (SMP) diselesaikan pada tahun 2018 di SMPN 1 Kotagajah, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) diselesaikan pada tahun 2021 di SMAN 1 Kotagajah.

Tahun 2021 penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN. Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi Bendahara di Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) FMIPA Unila dan anggota UKM Koperasi Mahasiswa (KOPMA) Unila. Pada tahun 2024, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan penelitian yang berjudul "Analisis Pengaruh Suhu Pemanasan Terhadap Reduksi Silika Melalui Metode Magnesiotermik" di Pusat Riset Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Serpong. Selanjutnya, pada tahun 2025, penulis kembali ke Pusat Riset Metalurgi, BRIN Serpong untuk melakukan penelitian bidang paduan logam yang berjudul "Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Paduan Intermetalik Mg2Si Melalui Metode Metalurgi Serbuk" sebagai topik penelitian skripsi.

MOTTO

"...Sesungguhnya Allah tidak mengubah keadaan suatu kaum hingga mereka mengubah apa yang ada pada diri mereka..."

Q.S. Ar-Ra'd: 11

"Keep trying, always do my best"

PERSEMBAHAN

Dengan penuh syukur kepada Allah, kupersembahkan karya ini, kepada:

Orang Tua dan Wali Ayah Harun A. Roni & Almh. Mamah Ety Trisnawati Pak Tuo Mariko dan Mak Tuo Yayah

Terimakasih untuk segala do'a dan usaha yang tiada henti selalu diberikan kepada anak perempuan ini, sehingga dapat menyelesaikan pendidikannya sampai ke tahap Sarjana Sains.

Keluarga Besar & Sahabat Rekan-rekan seperjuangan "Fisika 2021 FMIPA Unila"

Terima kasih atas do'a, dukungan, dan kebersamaan yang selalu menguatkan sepanjang perjalanan ini.

Almamater Tercinta

Universitas Lampung

SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT., karena atas rahmat dan hidayah-Nya skripsi ini dapat diselesaikan. Skripsi dengan judul "Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Paduan Intermetalik Mg₂Si Melalui Metode Metalurgi Serbuk" adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- 1. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku Pembimbing Utama atas kesediaannya memberikan motivasi, pengetahuan, dan saran dalam penulisan skripsi ini.
- 2. Bapak Dr. Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si. selaku Pembimbing Kedua atas kesediaannya memberikan motivasi, pengetahuan, dan arahan, dalam penulisan skripsi ini.
- 3. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si. selaku Penguji, terimakasih atas kritik dan saran yang telah diberikan selama penulisan skripsi ini.
- 4. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
- 5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
- 6. Ibu Dr. Ika Kartika, S.T., M.T. selaku Kepala Pusat Riset Metalurgi BRIN Serpong.
- 7. Ibu Dr. Sri Wahyu Suciyati, S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Akademik penulis selama menjadi mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
- 8. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
- 9. Bapak/Ibu Staf Administrasi Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
- 10. Bapak/Ibu Peneliti Pusat Riset Metalurgi BRIN Serpong, yang senantiasa memberikan bantuan dalam pelaksanaan penelitian skripsi ini.

iii

11. Orang tua dan wali penulis, Ayah Harun A. Roni & Mamah Almh. Ety

Trisnawati, Pak Tuo Mariko & Mak Tuo Yayah, Ayah Slamet Sutanto &

Mamah Etty Setyaningsih, Bapak Heri Sutrisno & Mamak Siti Ma'rifah, Ibu

Rosna, serta Ibu Sugiyarti, yang selalu memberikan do'a dan dukungan

sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

12. Kakak, adik, dan keluarga besar yang tidak bisa penulis sebutkan satu-persatu,

yang selalu membersamai setiap langkah penulis dalam penyelesaian skripsi

ini.

13. Dia yang setiap harinya mendoakan, memberikan dukungan, semangat,

nasihat, dan selalu mendengarkan keluh kesah penulis.

14. SUKSES HORE, SMA, WC EX HIMAFI, dan SERPONG JAYA, yang selalu

memberikan canda, tawa, semangat, serta membersamai langkah penulis dalam

penyelesaian skripsi ini.

15. Fisika FMIPA Universitas Lampung 2021 dan semua teman yang tidak bisa

penulis sebutkan satu-persatu.

Penulis berdo'a semoga Allah SWT. memberikan balasan berlipat ganda dan

memudahkan segala langkah kita atas bantuan yang telah diberikan dalam

penyelesaian skripsi ini.

Bandar Lampung, 29 Juli 2025

Etyka Dwi Mayang Sari

DAFTAR ISI

| | | Halamar |
|------|--|------------|
| DA | TAR GAMBAR | v i |
| DA | TAR TABEL | vii |
| I. | PENDAHULUAN | |
| | 1.1 Latar Belakang | 1 |
| | 1.2 Rumusan Masalah | 4 |
| | 1.3 Tujuan Penelitian | |
| | 1.4 Batasan Masalah | 4 |
| | 1.5 Manfaat Penelitian | 5 |
| II. | TINJAUAN PUSTAKA | |
| | 2.1 Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | 6 |
| | 2.2 Metode Metalurgi Serbuk | |
| | 2.2.1 Mechanical Milling | |
| | 2.2.2 Sintering | 10 |
| | 2.3 Magnesium | 12 |
| | 2.4 Silikon | 13 |
| | 2.5 Karakterisasi dan Pengujian Material | 14 |
| | 2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD) | 14 |
| | 2.5.2 Scanning Electron Microscopy (SEM) | 18 |
| | 2.5.3 Linear Seebeck Response (LSR-4) | 21 |
| III. | METODE PENELITIAN | |
| | 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian | |
| | 3.2 Alat dan Bahan Penelitian | |
| | 3.3 Prosedur Penelitian | 26 |
| | 3.3.1 Preparasi Bahan | 26 |
| | 3.3.2 Mechanical Milling (MM) | 27 |
| | 3.3.3 Kompaksi | 28 |
| | 3.3.4 Sintering | 29 |
| | 3.3.5 Karakterisasi dan Pengujian | |
| | 3.3.6 Analisis Data | 33 |
| | 2.4 Diagram Alir Panalitian | 25 |

| IV. | HASIL DAN PEMBAHASAN | |
|-----|---|----|
| | 4.1 Analisis Karakterisasi XRD Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | 36 |
| | 4.1.1 Hasil Analisis Kualitatif Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | 37 |
| | 4.1.2 Hasil Analisis Kuantitatif Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | |
| | 4.2 Hasil Analisis Karakterisasi SEM Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | 45 |
| | 4.3 Hasil Analisis Uji Sifat Termoelektrik Menggunakan LSR-4 pada | |
| | Paduan Intermetalik Mg ₂ Si | 47 |
| V | KESIMPULAN DAN SARAN | |
| ٧. | | 55 |
| | 5.1 Kesimpulan | |
| DAF | TTAR PUSTAKA | |
| LAN | MPIRAN | |

DAFTAR GAMBAR

| Gam | nbar Halaman |
|-----|---|
| 2.1 | Diagram fasa paduan Mg ₂ Si7 |
| 2.2 | Kurva kepadatan serbuk magnesium murni |
| 2.3 | Skema yang digunakan untuk menurunkan persamaan <i>Bragg</i> 15 |
| 2.4 | Grafik pola difraksi bubuk sampel paduan berbasis Mg ₂ Si17 |
| 2.5 | Skema SEM19 |
| 2.6 | Hasil pengamatan morfologi permukaan (a) Mg ₂ Si (b) Mg ₂ Si _{0,955} Bi _{0,04} 20 |
| 2.7 | Grafik (a) koefisien <i>Seebeck</i> (b) konduktivitas listrik (c) konduktivitas termal (d) <i>power factor</i> (e) ZT terhadap suhu dari material Mg ₂ Si yang divariasikan rasio Mg |
| 3.1 | Hasil penimbangan serbuk (a) Mg (b) Si |
| 3.2 | Proses mechanical milling |
| 3.3 | Proses kompaksi (a) Dies stainless steel (b) Pressing pellet machine29 |
| 3.4 | Tahapan proses sintering30 |
| 3.5 | Sampel paduan intermetalik Mg ₂ Si siap karakterisasi dan uji (a) XRD (b) SEM (c) LSR-430 |
| 3.6 | Alat XRD Bruker D8 Advance 3kW31 |
| 3.7 | Alat SEM jenis <i>JEOL JSM-6390A</i> |
| 3.8 | Alat uji sifat termoelektrik LSR-4 |
| 3.9 | Diagram alir penelitian |

| 4.1 | M550 (d) M600 dengan Mg ₂ Si (\bullet), MgO (∇), Mg (\bullet), dan Si (\Diamond) | 37 |
|------|--|----|
| 4.2 | Grafik pola difraksi paduan intermetalik Mg ₂ Si (a) puncak Mg ₂ Si tertinggi (b) puncak Mg ₂ Si dan Si | 38 |
| 4.3 | Grafik pola difraksi puncak MgO dari paduan intermetalik Mg2Si | 39 |
| 4.4 | Plot hasil refinement (a) M550 (b) M600 | 40 |
| 4.5 | Kurva hasil plot Williamson-Hall (W-H) (a) M550 (b) M600 | 44 |
| 4.6 | Hasil karakterisasi SEM dari paduan intermetalik Mg ₂ Si (a) M450 (b) M500 (c) M550 (d) M600 | 46 |
| 4.7 | Grafik resistivitas listrik paduan intermetalik Mg ₂ Si (a)M550 (b)M6004 | 49 |
| 4.8 | Grafik konduktivitas listrik paduan intermetalik Mg ₂ Si (a) M550 (b) M600 | 50 |
| 4.9 | Grafik koefisien <i>Seebeck</i> paduan intermetalik Mg ₂ Si (a) M550 (b) M600 | 52 |
| 4.10 | Grafik faktor daya paduan intermetalik Mg ₂ Si (a) M550 (b) M600 | 53 |

DAFTAR TABEL

| Tab | pel Halar | nan |
|-----|---|------|
| 2.1 | Sifat mekanis Mg ₂ Si | . 8 |
| 3.1 | Alat penelitian | . 25 |
| 3.2 | Bahan penelitian | . 26 |
| 3.3 | Variasi sampel Mg ₂ Si | . 29 |
| 4.1 | Nomor entry COD dari setiap fasa | . 36 |
| 4.2 | Data kristalografi hasil <i>refinement</i> sampel M550 | . 41 |
| 4.3 | Data kristalografi hasil <i>refinement</i> sampel M600 | . 42 |
| 4.4 | Data kuantitatif hasil <i>refinement</i> sampel M550 | . 43 |
| 4.5 | Data kuantitatif hasil <i>refinement</i> sampel M600 | . 43 |
| 4.6 | Hasil perhitungan ukuran kristal paduan intermetalik Mg ₂ Si | . 45 |
| 4.7 | Data hasil pengukuran resistivitas listrik, konduktivitas listrik, koefisien <i>Seebeck</i> , dan faktor daya sampel M550 | . 47 |
| 4.8 | Data hasil pengukuran resistivitas listrik, konduktivitas listrik, koefisien <i>Seebeck</i> , dan faktor daya sampel M600 | . 48 |

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pemanfaatan energi khususnya terkait dengan ketergantungan yang tinggi pada energi berbasis bahan bakar fosil telah menjadi tantangan global yang signifikan. Menurut laporan *International Energy Agency* (IEA), pada tahun 2024, total emisi CO₂ yang berkaitan dengan energi mengalami kenaikan sebesar 0,8%, mencapai rekor tertinggi sebesar 37,8 gigaton CO₂ (IEA, 2025). Kenaikan ini turut mendorong konsentrasi CO₂ di atmosfer ke tingkat tertinggi sepanjang sejarah, yaitu 422,5 ppm, meningkat sekitar 3 ppm dibanding tahun 2023 dan 50% lebih tinggi dari level sebelum era industri. Emisi CO₂ dari pembakaran bahan bakar fosil naik sekitar 1% (357 juta ton CO₂), yang tidak hanya berdampak pada lingkungan melalui emisi gas rumah kaca, tetapi juga menunjukkan efisiensi energi yang rendah (IEA, 2025). Salah satu isu utama dari ketergantungan energi berbasis bahan bakar fosil, selain emisi CO₂ adalah terbuangnya sebagian besar energi yang dihasilkan sebagai panas yang sering kali tidak dimanfaatkan dengan baik. Fenomena ini mengindikasikan adanya potensi besar untuk memanfaatkan energi panas terbuang akibat aktivitas pembakaran bahan bakar fosil guna meningkatkan efisiensi sistem energi secara keseluruhan.

Salah satu material yang dapat dimanfaatkan untuk mengatasi masalah energi panas terbuang dari pembakaran bahan bakar fosil adalah material termoelektrik. Saat ini, material termoelektrik terus dikembangkan karena mampu mengubah perbedaan suhu menjadi energi listrik secara langsung. Salah satu jenis material termoelektrik yang menjadi perhatian peneliti saat ini adalah magnesium silisida (Mg₂Si) (Shiojiri *et al.*, 2022). Mg₂Si merupakan paduan intermetalik yang dikenal sebagai bahan termoelektrik dengan beban lingkungan yang rendah dan faktor daya yang tinggi sekitar 400 °C (Inoue *et al.*, 2018). Selain itu, biaya produksi Mg₂Si tergolong

rendah karena ketersediaan bahan baku yang melimpah. Mg₂Si juga memiliki potensi untuk diaplikasikan pada suhu menengah hingga tinggi, yang membuatnya ideal untuk memanfaatkan energi panas terbuang dalam berbagai aplikasi, termasuk sistem pembangkit energi dan transportasi (Stathokostopoulos *et al.*, 2022). Material Mg₂Si dapat diperoleh dengan menyintesis magnesium dan silikon dengan komposisi dan metode tertentu.

Nieroda *et al.*, (2019) melakukan sintesis dan karakterisasi bahan termoelektrik Mg₂Si menggunakan metode *Spark Plasma Sintering* (SPS). Penelitian ini menunjukkan bahwa sampel Mg₂Si stoikiometrik memiliki kinerja yang lebih baik dibandingkan dengan sampel yang memiliki magnesium berlebih, ditandai dengan koefisien *Seebeck* yang lebih tinggi dan faktor merit (ZT) yang lebih baik. Keberadaan magnesium berlebih meningkatkan konduktivitas listrik dan termal, tetapi mengurangi koefisien *Seebeck*, yang pada akhirnya menghasilkan sifat termoelektrik yang lebih buruk. Sementara itu, Nakhowong *et al.* (2013) berhasil menyintesis senyawa Mg₂Si menggunakan metode reaksi padat, yang menunjukkan bahwa material ini memiliki potensi sebagai bahan termoelektrik yang menjanjikan. Hasil karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) juga menunjukkan bahwa Mg₂Si memiliki struktur kristal kubik, sedangkan analisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan ukuran partikel berada dalam rentang 1-10 μm.

Dalam pengembangannya, metode metalurgi serbuk juga telah menjadi pendekatan yang digunakan untuk sintesis paduan intermetalik Mg₂Si. Metode ini menawarkan keuntungan berupa kontrol yang lebih baik terhadap komposisi dan struktur mikro material, yang sangat penting untuk meningkatkan performa termoelektriknya. Seth *et al.* (2019) telah melakukan penelitian menggunakan metode metalurgi serbuk dengan bahan magnesium dan silikon dengan komposisi 1 wt%, 4 wt%, dan 6 wt% silikon. Proses yang dilakukan yaitu paduan dicampur secara *ball mill* berenergi tinggi dengan perbandingan massa bola baja dan paduan 5:1, penggilingan dilakukan selama 3 jam pada kecepatan 300 rpm. Paduan kemudian dikompaksi dalam cetakan berdiameter 10 mm di bawah tekanan 530 MPa kemudian disintering dalam tungku tubular atmosfer dengan gas argon, waktu tahan 500 °C selama 30

menit. Hasil dari penelitian ini menunjukkan terbentuknya endapan paduan intermetalik hasil reaksi magnesium dan silikon selama proses sintering. Penelitian ini juga menunjukkan bahwa struktur mikro yang terbentuk seragam dengan distribusi Mg yang serupa serta fasa Si di seluruh paduan dengan ukuran butiran bervariasi dari 3-10 μm.

Penelitian lain menunjukkan bahwa proses oksidasi pada Mg₂Si melibatkan pembentukan senyawa magnesium hidroksida (Mg(OH)₂) dan magnesium karbonat (MgCO₃) pada suhu kamar, yang kemudian mengalami dekomposisi pada suhu yang lebih tinggi, yaitu sekitar 300-350 °C. Pada suhu yang lebih tinggi, yakni 600 °C, terbentuk pula fasa Mg₂SiO₃, yang tidak dapat dijelaskan hanya dengan proses oksidasi sederhana, sehingga menunjukkan adanya mekanisme reaksi yang lebih kompleks (Inoue *et al.*, 2018). Sementara itu, Stathokostopoulos *et al.* (2022) mengamati bahwa laju pembentukan oksida meningkat secara signifikan pada suhu di atas 500 °C. Mereka juga melaporkan bahwa lapisan (Mg(OH)₂) dapat bertindak sebagai pelindung pada suhu yang lebih rendah, memperlambat proses oksidasi. Temuan ini mengindikasikan bahwa perilaku oksidasi dan stabilitas lapisan oksida pelindung merupakan faktor penting yang perlu diperhatikan dalam mempertahankan kinerja material termoelektrik Mg₂Si, khususnya dalam aplikasi bersuhu tinggi.

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya, dapat diketahui bahwa suhu di mana serbuk material dipadatkan melalui proses pemanasan menjadi salah satu parameter kritis dalam metode metalurgi serbuk. Hal ini dikarenakan suhu sintering memengaruhi densitas, ukuran butir, dan fasa material yang dihasilkan, yang pada akhirnya berdampak pada sifat termoelektrik, termasuk konduktivitas listrik, konduktivitas termal, dan faktor daya termoelektrik (Baskaran and Rajasekar, 2024). Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk menyintesis dan mengarakterisasi paduan intermetalik Mg₂Si menggunakan metode metalurgi serbuk, dengan fokus pada pengaruh suhu sintering terhadap kinerja termoelektrik material. Harapannya, penelitian ini dapat memberikan kontribusi signifikan dalam pengembangan teknologi energi terbarukan yang lebih

efisien dan berkelanjutan, serta memberikan solusi praktis dalam memanfaatkan energi panas terbuang akibat aktivitas pembakaran bahan bakar fosil.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka dapat diambil rumusan masalah sebagai berikut:

- 1. Bagaimana pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fasa dan struktur kristal paduan intermetalik Mg₂Si?
- Bagaimana pengaruh suhu sintering terhadap morfologi paduan intermetalik Mg₂Si?
- 3. Bagaimana pengaruh suhu sintering terhadap sifat termoelektrik paduan intermetalik Mg₂Si?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- Mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fasa dan struktur kristal paduan intermetalik Mg₂Si.
- Mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap morfologi paduan intermetalik Mg₂Si.
- 3. Mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap sifat termoelektrik paduan intermetalik Mg₂Si.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut:

- 1. Preparasi menggunakan bahan baku magnesium dan silikon dengan perbandingan rasio 2:1.
- 2. Perlakuan pemanasan menggunakan variasi suhu sintering 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C selama 4 jam.

3. Karakterisasi meliputi analisis struktur kristal dan struktur mikro menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM), sedangkan uji sifat termoelektrik menggunakan *Linear Seebeck Response* (LSR-4).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

- 1. Mengembangkan material termoelektrik berbasis paduan intermetalik Mg₂Si yang ramah lingkungan, biaya rendah, dan melimpah, yang dapat digunakan dalam aplikasi energi terbarukan.
- 2. Memberikan pemahaman tentang pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fasa Mg₂Si.
- 3. Memberikan acuan dalam menentukan suhu sintering yang efektif untuk pembentukan paduan intermetalik Mg₂Si.
- Menyediakan data awal untuk penelitian lanjutan terkait paduan intermetalik Mg₂Si.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Tinjauan pustaka ini disusun untuk memberikan gambaran menyeluruh mengenai teori-teori dasar, temuan penelitian terdahulu, serta konsep-konsep yang relevan dengan tema penelitian. Dengan mengkaji literatur yang telah ada, penelitian ini dapat dibangun di atas dasar ilmiah yang kuat dan terarah. Adapun pembahasan dalam tinjauan pustaka ini akan dibagi ke dalam beberapa subbab terkait paduan intermetalik Mg₂Si, metode metalurgi serbuk meliputi proses *mechanical milling* dan sintering, pembahasan terkait material yang digunakan yaitu magnesium dan silikon. Selain itu, juga dibahas terkait karakterisasi yang akan dilakukan meliputi karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) serta uji sifat termoelektrik menggunakan *Linear Seebeck Response* (LSR-4).

2.1 Paduan Intermetalik Mg₂Si

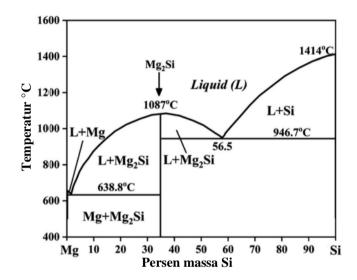
Paduan intermetalik Mg₂Si adalah salah satu material yang dapat terbentuk melalui sintesis magnesium dan silikon. Magnesium dan silikon sama-sama dapat diperoleh dari alam. Magnesium dapat diperoleh dari ekstraksi air laut sedangkan silikon dapat diperoleh dari roses reduksi pasir silika. Silikon bereaksi dengan magnesium membentuk senyawa intermetalik Mg₂Si dengan rasio stoikiometri tertentu. Fasa Mg₂Si dikenal sangat stabil dan memiliki sifat mekanik, termal, elektrokimia, serta tribologi yang unggul. Reaksi sintesis Mg₂Si ditunjukkan pada **Persamaan (2.1)**.

$$2Mg + Si \rightarrow Mg_2Si \tag{2.1}$$

Sistem paduan Mg-Si merupakan salah satu sistem paduan utama yang dikenal mampu membentuk fasa atau partikel Mg₂Si. Hal ini terjadi karena kelarutan padat maksimum silikon dalam magnesium sangat rendah, yaitu hanya sebesar 0,003%, sehingga atom-atom silikon cenderung bereaksi dengan atom-atom magnesium.

Interaksi ini menghasilkan pembentukan senyawa intermetalik Mg₂Si, yang dikenal memiliki stabilitas tinggi dan kontribusi besar terhadap peningkatan sifat material (Seth *et al.*, 2020).

Silikon dalam paduan Mg–Si memberikan efek positif dengan meningkatkan fluiditas logam cair, memungkinkan pengerasan presipitasi, dan memperkuat sifat mekanik material. Seperti yang ditunjukkan pada diagram fasa biner Mg–Si Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Diagram fasa paduan Mg₂Si (Zhou et al., 2018).

Berdasarkan **Gambar 2.1** dapat dijelaskan bahwa fasa eutektik terbentuk pada suhu 649 °C dengan kandungan silikon sebesar 1,38 atom%. Pada sistem seperti ini, tiga kategori utama paduan dapat diidentifikasi yaitu paduan hipoeutektik (Mg–1Si), mengandung fasa α-Mg dan fasa eutektik (α-Mg + Mg₂Si); paduan eutektik (Mg–1,38Si), mengandung fasa α-Mg, fasa eutektik, dan fasa awal Mg₂Si primer; paduan hipereutektik (Mg–2Si, Mg–3Si, Mg–4Si), dengan bertambahnya kandungan silikon, fasa Mg₂Si primer terbentuk lebih dominan dan memiliki morfologi yang semakin kasar (Zhou *et al.*, 2018).

Penambahan silikon pada paduan Mg₂Si tidak hanya berpengaruh tehadap struktur mikro, tetapi juga berkontribusi signifikan terhadap peningkatan sifat mekanis dari bahan termoelektrik Mg₂Si. Sifat mekanis Mg₂Si pada suhu kamar ditunjukkan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Sifat mekanis Mg₂Si (Santos *et al.*, 2018)

| Sifat Mekanis | | | |
|--|------------------------------------|--|--|
| Modulus Young (E) | 117,3 GPa | | |
| Modulus tipis (G) | 49,5 GPa | | |
| Kekerasan (H) | 5,3 GPa | | |
| Koefisien linier ekspansi termal (α _L) | $16 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ | | |
| Rasio Poisson (v) | 0,185 | | |

2.2 Metode Metalurgi Serbuk

Metalurgi serbuk (*powder metallurgy*) merupakan teknik produksi modern yang menawarkan fleksibilitas dan efisiensi tinggi dalam pembuatan komponen logam. Metode metalurgi serbuk mencakup pencampuran serbuk, pengepresan, *degassing*, dan sintering di bawah atmosfer terkontrol atau dalam vakum. Keuntungan utama dari teknik ini adalah kemampuan untuk mengintegrasikan fraksi volume yang relatif tinggi dari elemen paduan dan fabrikasi sistem paduan yang biasanya tidak dapat bercampur selama pencetakan cair (Seth *et al.*, 2019).

Dengan mencampurkan berbagai jenis serbuk dalam proporsi yang tepat, kita dapat menghasilkan material dengan sifat mekanik, fisik, dan kimia yang sangat spesifik dan sulit dicapai dengan metode produksi konvensional. Selain itu, proses ini juga memungkinkan pembuatan komponen dengan bentuk kompleks dan ukuran yang sangat presisi, serta minimnya limbah material. Efisiensi tinggi juga menjadi ciri khas metalurgi serbuk. Hampir seluruh material yang digunakan dalam proses ini dapat dimanfaatkan secara optimal, sehingga mengurangi biaya produksi dan dampak lingkungan. Proses produksi yang relatif sederhana dan dapat diotomatisasi juga membuat teknik ini sangat menarik bagi industry manufaktur (Suarsana and Budiarsa, 2024).

Ukuran partikel bubuk sangat mempengaruhi sifat material akhir. Partikel yang sangat halus (kurang dari 1.000 nm) memiliki luas permukaan yang sangat besar. Hal ini membuat partikel bubuk sangat reaktif dan cocok digunakan sebagai katalis dalam berbagai reaksi kimia. Ada tiga metode utama untuk membuat bahan padat dari bubuk logam, yaitu densifikasi berbasis tekanan, sintering, dan hibrida. Proses pemadatan densifikasi berbasis tekanan dilakukan dengan memberikan tekanan

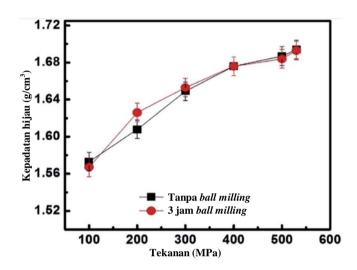
yang sangat tinggi pada bubuk logam. Semakin tinggi tekanan yang diberikan, semakin padat material yang dihasilkan. Proses pemadatan densifikasi berbasis sintering dilakukan dengan memanaskan bubuk logam pada suhu tinggi tanpa melelehkannya. Pada proses ini, atom-atom dari partikel bubuk akan saling berdifusi dan membentuk ikatan yang kuat. Sedangkan densifikasi hibrida merupakan kombinasi dari metode densifikasi berbasis tekanan dan sintering (Seth et al., 2020).

2.2.1 Mechanical Milling

Mechanical milling (MM) adalah suatu teknik dalam metalurgi serbuk di mana partikel-partikel logam atau senyawa digiling bersama dalam ball mill berenergi tinggi. Tujuan utama dari MM adalah untuk mengurangi ukuran partikel, meningkatkan luas permukaan, dan dalam beberapa kasus, menginduksi perubahan struktur seperti amorfisasi. Proses ini melibatkan deformasi mekanis berulang, pengelasan dingin, dan penghancuran partikel. Berbeda dengan Mechanical alloying (MA) yang bertujuan untuk menciptakan paduan baru dari campuran serbuk yang berbeda, MM lebih fokus pada modifikasi sifat fisik dan kimia dari serbuk yang sudah ada. MM memiliki berbagai aplikasi, seperti pembuatan nanopartikel, produksi material amorf, dan persiapan sampel untuk analisis lebih lanjut (Suryanarayana, 2004).

MM menyebabkan transformasi polimorfik pada bubuk. Proses ini melibatkan penggilingan bola energi tinggi dari bubuk dengan komposisi seragam (seringkali stoikiometrik) seperti logam murni, intermetalik, atau bubuk pra-paduan (misalnya *stainless steel*), di mana transfer material tidak diperlukan untuk homogenisasi. Sebagai contoh, penggilingan mekanis pada intermetalik yang teratur dapat menginduksi ketidakaturan atau amorfisasi. Misalnya, bubuk yang awalnya memiliki struktur kristal yang teratur bisa berubah menjadi struktur yang tidak teratur atau bahkan menjadi amorf (seperti kaca). Proses ini berbeda dengan proses pembuatan paduan baru, di mana berbagai jenis bubuk dicampur dan digiling bersama (Lemoisson and Froyen, 2005).

Salah satu teknik MM yaitu dengan cara *ball milling*. Proses pemadatan material akan lebih maksimal setelah dilakukan *ball milling*. Pada penelitian yang dilakukan sebelumnya, memberikan hasil pengaruh perlakuan *ball milling* terhadap proses pemadatan material. Kurva kepadatan serbuk magnesium murni dengan dan tanpa *ball milling* yang dipadatkan pada tekanan yang berbeda ditunjukkan pada **Gambar 2.2**.



Gambar 2.2 Kurva kepadatan serbuk magnesium murni (Seth et al., 2020)

Berdasarkan **Gambar 2.2** dapat diketahui bahwa semakin tinggi tekanan pemadatan, semakin tinggi kepadatan hijau. Serbuk yang dengan proses *ball milling* selama 3 jam memiliki kepadatan hijau yang lebih tinggi dibandingkan serbuk tanpa proses *ball milling*. Pengurangan ukuran partikel dan peningkatan jumlah cacat kristal pada partikel serbuk selama penggilingan bola energi tinggi, secara signifikan meningkatkan reaksi antara bubuk Mg dan Si pada suhu rendah (Balasubramanian *et al.*, 2019).

2.2.2 Sintering

Sintering adalah sebuah teknik pemrosesan yang memanfaatkan panas untuk memadatkan bubuk logam atau keramik. Proses ini melibatkan penggabungan partikel-partikel individu tanpa melelehkan seluruh bahan, menghasilkan struktur yang lebih kuat dan padat. Sintering bukan hanya sekadar teknik, namun merupakan elemen kunci dalam sintesis dan pemrosesan material, yang semakin krusial dalam

perkembangan teknologi modern. Sejarah sintering sendiri sangat panjang, bahkan dapat ditelusuri hingga zaman prasejarah dengan ditemukannya tembikar hasil pembakaran. Namun, pemahaman ilmiah mengenai sintering baru berkembang pesat setelah tahun 1940-an. Sejak saat itu, sintering telah menjadi teknologi yang sangat penting dalam pembuatan berbagai komponen, mulai dari komponen metalurgi serbuk hingga komponen keramik (Kang, 2005).

Proses sintering merupakan tahap lanjutan yang esensial setelah *pressing* dalam pembuatan material berbasis serbuk (Jones, 1960). Sintering bertujuan untuk membentuk ikatan yang kuat antar partikel atau serbuk melalui mekanisme difusi atom yang diaktifkan oleh panas. Pada proses ini, sampel dipanaskan hingga suhu tertentu di bawah titik lelehnya (*melting point*) sehingga memungkinkan terjadinya transfer massa. Transfer massa ini berlangsung pada permukaan serbuk melalui berbagai mekanisme, seperti difusi permukaan, difusi kisi, dan aliran uap, yang secara bertahap menyatukan partikel serbuk menjadi struktur padat dengan ikatan yang homogen. Selama proses ini, porositas dalam material berkurang, densitas meningkat, dan sifat mekanik seperti kekuatan dan kekerasan material diperbaiki. Dengan demikian, sintering tidak hanya menghasilkan material dengan densitas tinggi tetapi juga meminimalkan cacat mikrostruktural, menjadikannya teknik yang penting dalam berbagai aplikasi industri, seperti logam, keramik, dan komposit (German, 1984).

Penelitian terkait sintesis Mg₂Si yang dilakukan oleh Stathokostopoulos *et al.* (2022) divariasikan pada dua suhu pemanasan, yaitu 500 °C sebagai suhu terendah dan 650 °C sebagai batas atas sebelum magnesium mengalami peleburan. Waktu penahanan selama proses pemanasan bervariasi antara 3 hingga 4 jam. Campuran serbuk dimasukkan ke dalam wadah keramik yang ditutup dengan penutup berlubang, kemudian ditempatkan di dalam tungku. Setelah proses pemanasan selesai, wadah dibiarkan mendingin secara alami hingga mencapai suhu kamar. Seluruh prosedur dilakukan di bawah aliran gas argon untuk mencegah terjadinya oksidasi pada sampel. Memperoleh hasil kondisi optimal pada suhu 650 °C, menghasilkan transformasi lengkap menjadi Mg₂Si dengan sedikit kandungan magnesium oksida (5 wt%).

2.3 Magnesium

Salah satu unsur yang terdapat dalam tabel periodik adalah magnesium (Mg). Magnesium adalah padatan berwarna abu-abu mengkilat dengan kemiripan fisik dengan lima unsur lainnya pada kolom kedua tabel periodik. Magnesium merupakan logam konstruksi ketiga yang paling umum digunakan setelah besi dan aluminium. Magnesium digunakan dalam material dan paduan yang ringan dan sangat kuat. Magnesium memiliki nomor atom 12, berat atom 24,305 g/mol dan merupakan unsur dalam golongan IIA. Memiliki titik leleh 650 °C dan titik didih 1.090 °C (Segal, 2017).

Ketahanan korosi magnesium dalam kondisi atmosfer biasa cukup baik, namun tidak sebaik dalam lingkungan laut yang lebih korosif. Di udara lembab, magnesium akan membentuk lapisan pelindung berupa magnesium karbonat (MgCO₃.Mg(CO)₂) di permukaannya. Mengingat sifat reaktifnya, magnesium jarang ditemukan dalam bentuk logam murni di alam dan lebih sering ditemukan dalam bentuk senyawa. Sebagai logam rekayasa yang paling ringan di dunia, Magnesium memiliki densitas sekitar 1,740 kg/m³. Dengan sifat ringan dan kekuatan relatif terhadap berat yang tinggi, magnesium banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, terutama dalam industri otomotif dan elektronik, untuk mengurangi bobot tanpa mengorbankan kekuatan (Sofyan, 2021).

Magnesium, sebagai unsur murni, memiliki keterbatasan dalam aplikasi teknik. Para ahli metalurgi seringkali menggabungkan magnesium dengan logam lain membentuk paduan. Proses pencampuran ini menghasilkan material baru dengan sifat yang jauh lebih unggul, seperti kekuatan yang lebih tinggi, kepadatan yang rendah, dan ketahanan korosi yang lebih baik. Namun, beberapa aplikasi nonstruktural, seperti pembuatan casing elektronik atau komponen kimia, justru lebih mengutamakan sifat magnesium murni yang ringan dan mudah dibentuk. Sifat fisik suatu paduan magnesium sangat dipengaruhi oleh jenis dan jumlah unsur paduan yang ditambahkan. Semakin banyak suatu unsur ditambahkan, semakin besar pengaruhnya terhadap sifat paduan tersebut. Misalnya, penambahan silikon pada magnesium dapat meningkatkan fluiditas logam cair, membuatnya lebih mudah dicetak dalam berbagai bentuk. Namun, jika dalam paduan tersebut terdapat besi,

kehadiran silikon justru akan mempercepat proses korosi (Avedesian and Baker, 1999).

Magnesium dan silikon dapat membentuk paduan Magnesium silisida (Mg₂Si) melalui reaksi antara keduanya. Mg₂Si disintesis dari campuran Mg dan Si menunjukkan sifat yang baik seperti kepadatan rendah (1,99 g/cm³), titik leleh yang relatif tinggi (1.102 °C), dan sifat mekanik yang sangat baik, sehingga menarik untuk digunakan sebagai fasa penguat dalam komposit industri. Selain itu, Mg₂Si terkenal karena potensinya sebagai bahan termoelektrik pada kisaran suhu 200-500 °C karena konduktivitas listrik dan termalnya yang tinggi dan rendah, koefisien *Seebeck* yang tinggi, dan angka prestasi yang tinggi (Faraji *et al.*, 2021).

2.4 Silikon

Silikon menjadi elemen melimpah kedua di kerak bumi setelah oksigen, merupakan komponen utama penyusun berbagai jenis batuan. Pasir yang sering kita temui, pada dasarnya adalah bentuk silika (silikon dioksida). Untuk aplikasi dalam elektronik modern, silikon dioksida ini perlu melalui proses reduksi kimia yang kompleks agar menghasilkan silikon murni dengan tingkat kemurnian tinggi. Sebagai unsur ke-14 dalam tabel periodik, silikon memiliki 14 proton dan 14 elektron. Konfigurasi elektronnya yang khas, dengan 4 elektron pada kulit terluar, menempatkan silikon dalam kelompok unsur tetravalen. Artinya, atom silikon cenderung membentuk empat ikatan kimia untuk mencapai stabilitas. Struktur kristal silikon, di mana atom-atomnya tersusun secara teratur, memberikan sifat unik yang membuatnya sangat berguna dalam industri semikonduktor (Ihsan, 2023).

Proses pemurnian lebih lanjut menghasilkan silikon dengan kemurnian tingkat semikonduktor, yang jumlahnya jauh lebih sedikit namun memiliki nilai ekonomi yang sangat tinggi. Silikon murni pada dasarnya adalah semikonduktor intrinsik yang memiliki kemampuan untuk menghantarkan listrik sangat terbatas. Meskipun silikon murni telah mengalami proses pemurnian yang sangat ketat, konduktivitasnya masih terlalu rendah untuk beberapa aplikasi. Untuk mengatasi masalah ini, para ilmuwan menambahkan sejumlah kecil atom dari unsur lain

(proses yang disebut doping) ke dalam silikon murni. Atom-atom dopan ini dapat memberikan elektron ekstra atau kekurangan elektron, sehingga secara drastis meningkatkan kemampuan silikon untuk menghantarkan listrik (Widagdo, 2023).

2.5 Karakterisasi dan Pengujian Material

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode yang efektif untuk menganalisis berbagai parameter terkait struktur kristal material. Teknik ini paling sering digunakan untuk mengungkap struktur kristal dari berbagai jenis bahan, seperti logam, paduan, senyawa, intermetalik, quasikristal, semikonduktor, dan keramik. Selain itu, XRD juga dapat dimanfaatkan untuk mempelajari karakteristik struktur material cair dan amorf (nonkristal) (Suryanarayana, 2011).

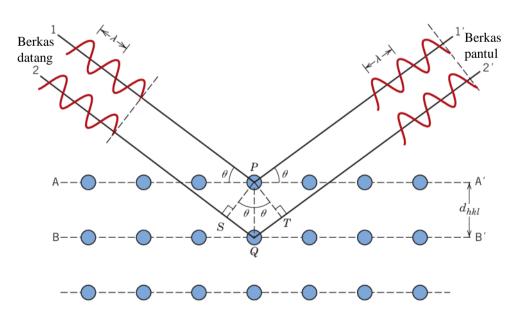
XRD telah menjadi salah satu teknik utama dalam karakterisasi material sejak dikembangkan pada awal abad ke-20. Teknik ini memanfaatkan interaksi sinar-X dengan susunan atom dalam bahan untuk menghasilkan pola difraksi yang unik. Pola ini mengandung informasi penting tentang struktur kristal, orientasi, ukuran domain, dan parameter kisi material. Setiap zat akan menghasilkan pola difraksi yang khas, baik zat tersebut hadir dalam keadaan murni atau sebagai salah satu unsur dari campuran zat. Fakta ini merupakan dasar dari metode difraksi dalam analisis kimia. Analisis kualitatif untuk zat tertentu dilakukan dengan identifikasi pola zat itu. Analisis kuantitatif juga dimungkinkan, karena intensitas garis difraksi karena satu fasa campuran bergantung pada proporsi fasa tersebut dalam specimen (Cullity and Stock, 2014).

Keunggulan utama XRD adalah kemampuannya memberikan data kuantitatif tentang struktur material secara non-destruktif. Selain itu, XRD memungkinkan identifikasi fasa melalui pencocokan pola difraksi dengan basis data seperti *ICDD Powder Diffraction File* (PDF). Namun, teknik ini memiliki keterbatasan, seperti sensitivitas terhadap bahan dengan struktur kompleks atau partikel nano yang memerlukan model analisis lebih lanjut (Dinnebier and Billinge, 2008).

XRD bekerja berdasarkan prinsip hukum *Bragg*, yang pertama kali dirumuskan oleh W.L. Bragg pada tahun 1913. Hukum ini menjelaskan hubungan antara panjang gelombang sinar-X, sudut difraksi, dan jarak antar bidang atom (parameter kisi) dalam kristal. Rumus dasar hukum Bragg ditunjukkan pada **Persamaan** (2.2).

$$n\lambda = 2d\sin\theta \tag{2.2}$$

di mana n merupakan bilangan bulat yang menunjukkan orde difraksi (biasanya n=1), λ merupakan panjang gelombang sinar-X, d merupakanjarak antar bidang atom (spasi kisi), dan θ merupakan sudut datang sinar-X terhadap bidang kristal. XRD bekerja dengan cara sinar-X monokromatik dengan panjang gelombang tertentu ditembakkan ke material. Sinar ini berinteraksi dengan susunan atom dalam kristal material tersebut. Ketika sudut datang sinar (θ) memenuhi syarat hukum Bragg, sinar-X yang dipantulkan dari bidang-bidang kristal tertentu akan mengalami interferensi konstruktif, menghasilkan sinyal kuat pada detektor. Detektor menangkap pola difraksi yang dihasilkan sebagai serangkaian puncak intensitas pada sudut 2θ . Pola ini merupakan "sidik jari" kristal material (Suryanarayana, 2011). Gambar skematis yang digunakan untuk menurunkan persamaan Bragg ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema yang digunakan untuk menurunkan persamaan *Bragg* (Callister and Rethwisch, 2007).

Gambar 2.3 menunjukkan prinsip dasar dari difraksi sinar-X berdasarkan hukum Bragg. Ketika sinar-X mengenai suatu material kristalin, sebagian dari gelombang akan dipantulkan oleh bidang atomik yang tersusun secara periodik di dalam kristal. Jika sinar datang dengan sudut θ terhadap bidang kristal, maka sebagian sinar akan dipantulkan dari bidang atas, dan sebagian lainnya dari bidang di bawahnya. Gelombang yang dipantulkan dari bidang bawah akan menempuh lintasan tambahan sejauh $2d \sin \theta$ (Callister and Rethwisch, 2007). Prinsip ini menjadi dasar dalam teknik XRD yang banyak digunakan untuk menganalisis struktur kristal, menentukan parameter kisi, serta mengidentifikasi fasa-fasa kristalin dalam suatu material.

XRD tidak hanya digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dan fasa material, tetapi juga efektif dalam menentukan ukuran kristal. Penentuan ukuran kristal melalui XRD umumnya dilakukan dengan menganalisis pelebaran puncak (*peak broadening*) pada pola difraksi. Metode yang digunakan adalah menggunakan persamaan *Scherrer*. Persamaan *Scherrer* adalah metode paling sederhana dan umum digunakan untuk memperkirakan ukuran kristal berdasarkan pelebaran puncak difraksi. Persamaan ini dikembangkan oleh Paul Scherrer pada tahun 1918 dan dinyatakan dengan **Persamaan** (2.3).

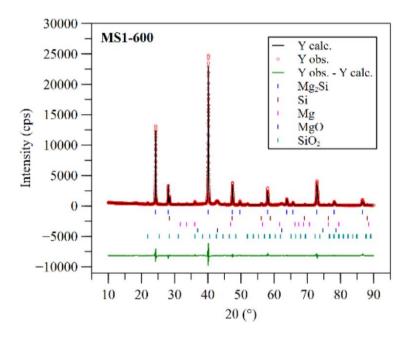
$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{2.3}$$

di mana, D merupakan ukuran kristal (biasanya dalam nanometer, nm), K merupakan faktor Scherrer (biasanya sekitar 0,9, tergantung pada bentuk partikel), λ merupakan panjang gelombang sinar-X yang digunakan, β merupakan pelebaran puncak penuh pada setengah maksimum atau Full Width at Half Maximum (FWHM) dalam radian, dan θ merupakan sudut difraksi (sudut Bragg) (Waseda et al., 2011).

Metode lain yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi data XRD adalah metode *Rietveld*. Metode *Rietveld* adalah teknik *refinement* struktur yang digunakan untuk menganalisis data difraksi bubuk secara lengkap. Metode ini memanfaatkan seluruh pola difraksi dan melakukan proses minimisasi untuk mendapatkan informasi detail tentang struktur kristal, seperti parameter kisi, posisi atom, okupansi, dan faktor

suhu. Keunggulan utama dari metode ini adalah kemampuannya untuk memodelkan pola difraksi yang kompleks, termasuk tumpang tindih puncak, tanpa perlu memisahkan puncak secara individual (Will, 2006).

Pada penelitian yang berkaitan menyajikan hasil kurva yang dihitung dari pola difraksi bubuk sampel paduan berbasis Mg₂Si ditunjukkan seperti pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4 Grafik pola difraksi bubuk sampel paduan berbasis Mg₂Si (Chandra *et al.*, 2023).

Berdasarkan **Gambar 2.4** pada penelitian tersebut diperoleh hasil perhitungan kualitatif yaitu diperoleh berat Mg₂Si adalah 86,31%; jumlah pengotor sebanyak 13,69%; Panjang ikatan Mg-Si 0,2751 nm; dan massa jenis atau kepadatan adalah 1,985 g/cm³ (Chandra *et al.*, 2023).

Hasil karakterisasi dapat diolah menggunakan beberapa aplikasi, diantaranya adalah *Match!*, *GSAS-EXPGUI*, dan *Veusz. Match!* merupakan program yang dirilis oleh *Crystal Impact. Match!* membandingkan pola difraksi sampel dengan *database Crystallography Open Database* (COD), yang berisi pola referensi untuk mengidentifikasi fasa yang ada. Informasi tambahan tentang sampel seperti fasa, elemen struktur atau kepadatan juga dapat diketahui dengan aplikasi ini. Pola difraksi yang sesuai dengan *database* kemudian dapat diubah dan digunakan dalam

bentuk *file* (misalnya *file CIF*). File tersebut selanjutnya digunakan dalam analisis kuantitatif (menggunakan metode *Rietveld*) menggunakan aplikasi *GSAS-EXPGUI*. Pada penelitian ini *GSAS* digunakan untuk menyesuaikan model struktur atom (struktur kristal). *GSAS* dilengkapi dengan *EXPGUI* yaitu perangkat grafis yang menyediakan akses intuitif untuk analisis *Rietveld* (Toby, 1997). Selanjutnya, data hasil keluaran dari aplikasi *Match!* dan *GSAS-EXPGUI* di gambarkan dalam bentuk grafik menggunakan aplikasi *Veusz. Veusz* adalah program pembuatan grafik dan plot ilmiah dengan antarmuka pengguna grafis. Aplikasi ini memungkinkan data diimpor dari file teks, CSV, dan beberapa lainnya.

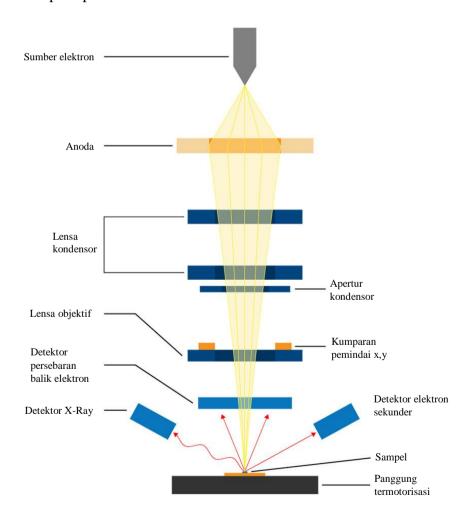
2.5.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah teknik pencitraan yang digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan material dengan resolusi tinggi. Teknik ini memanfaatkan berkas elektron yang difokuskan pada permukaan sampel untuk menghasilkan berbagai sinyal, seperti elektron sekunder dan elektron hamburan balik, yang memberikan informasi tentang topografi, komposisi, dan sifat lainnya. SEM banyak digunakan dalam berbagai bidang, seperti ilmu material, teknik, biologi, dan nanoteknologi, karena kemampuannya untuk menganalisis detail mikroskopis dengan kedalaman fokus yang baik. SEM bekerja dengan memancarkan berkas elektron berenergi tinggi yang difokuskan ke permukaan sampel. Interaksi antara elektron ini dengan atom pada permukaan material menghasilkan sinyal yang dapat dideteksi untuk menghasilkan gambar atau data (Goldstein et al., 2003).

Salah satu keunggulan utama SEM dibandingkan mikroskop optik adalah kedalaman fokusnya yang jauh lebih besar. Kedalaman fokus ini, yang mengacu pada rentang jarak di mana spesimen tampak tajam, bergantung pada perbesaran yang digunakan. SEM mampu menghasilkan gambar tiga dimensi yang detail dari permukaan sampel, memungkinkan kita mengamati fitur-fitur dengan ketinggian yang berbeda secara simultan. Hal ini sangat berbeda dengan mikroskop optik dan transmisi elektron mikroskop yang menghasilkan gambar dua dimensi. Selain itu, SEM juga menawarkan beberapa keuntungan lain, seperti persiapan sampel yang

relatif sederhana, pengoperasian yang mudah, dan kemampuan untuk memberikan informasi komposisi material secara semi-kuantitatif atau bahkan kuantitatif. Dengan perkembangan teknologi, SEM modern bahkan dapat digunakan untuk analisis kristalografi. Semua keunggulan ini membuat SEM menjadi alat yang sangat berharga dalam berbagai bidang, termasuk ilmu material, biologi, dan kesehatan (Suryanarayana, 2011).

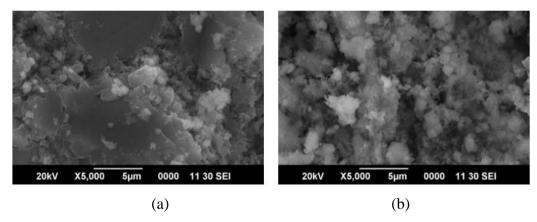
SEM menghasilkan gambar hitam putih karena sifat dasar elektron yang digunakan. Elektron tidak membawa informasi warna seperti foton (partikel cahaya). Ketika elektron mengenai permukaan sampel, interaksi yang terjadi hanya menghasilkan sinyal yang menunjukkan perbedaan ketinggian atau komposisi material. Sinyal ini kemudian diubah menjadi tingkat keabuan pada gambar. Skema dari SEM ditunjukkan seperti pada **Gambar 2.5**.



Gambar 2.5 Skema SEM (Nanoscience Instruments, 2025).

Gambar 2.5 menjelaskan skema dari SEM, elektron dihasilkan dan dipercepat melalui kolom, kemudian difokuskan ke permukaan sampel oleh sistem lensa untuk membentuk berkas dengan diameter antara <1 hingga 20 nanometer. Sampel ditempatkan dalam ruang vakum, dan posisi berkas dikendalikan oleh kumparan pindai agar dapat menyapu permukaan sampel, menghasilkan sinyal seperti elektron sekunder dan sinar-X yang dideteksi untuk membentuk gambar. Gambar ditampilkan secara *real-time* oleh sistem pemindaian yang menyinkronkan posisi berkas dan intensitas sinyal, dengan resolusi dan pembesaran bergantung pada ukuran area pindai, waktu tunda, dan jumlah piksel.

Hasil analisis SEM pada sintesis Mg₂Si dengan perbandingan rasio serbuk Mg dan Si sebesar 2:1. Sintesis ini dilakukan dengan pemanasan pada suhu 800 °C selama 6 jam, ditunjukan pada **Gambar 2.6**.



Gambar 2.6 Hasil pengamatan morfologi permukaan (a)Mg₂Si (b)Mg₂Si_{0,955}Bi_{0,045} (Chandra *et al.*, 2024).

Gambar 2.6 menunjukkan hasil pengamatan morfologi permukaan sampel Mg₂Si dan Mg₂Si_{0,955}Bi_{0,045} menunjukkan adanya perubahan signifikan akibat substitusi bismut (Bi) ke dalam situs silikon (Si). Sampel diperoleh melalui proses pemanasan dengan kondisi cair-padat, diikuti oleh pendinginan alami di dalam tungku. Substitusi bismut ke dalam struktur Mg₂Si menghasilkan penghalusan butir. Hal ini disebabkan oleh efek substitusi Bi, yang memengaruhi mekanisme pertumbuhan butir selama proses pendinginan (Chandra *et al.*, 2024).

2.5.3 Linear Seebeck Response (LSR-4)

Linear Seebeck Response (LSR-4) adalah alat yang digunakan untuk mengukur karakteristik termoelektrik material secara otomatis. Alat ini bisa mengukur koefisien Seebeck, resistivitas listrik, dan faktor daya, kemudian digunakan untuk menghitung konduktivitas listrik dan nilai merit termoelektrik (ZT) dari suatu material. Koefisien Seebeck (S) adalah rasio antara tegangan termoelektrik yang dihasilkan dengan perbedaan suhu antara dua titik pada suatu konduktor listrik (Blundell and Blundell, 2010). Nilai ini, yang dinyatakan dalam satuan mikrovolt per Kelvin (µV/K), sangat dipengaruhi oleh komposisi kimia dan kualitas struktur mikro material (Rowe, 1995). Material Mg₂Si yang memiliki nilai S yang tinggi menandakan kemampuan bahan dalam menghasilkan gaya gerak listrik yang besar dari gradien suhu. Nilai tipikal Suntuk Mg₂Si berkisar antara 150 hingga 250 μV/K, bergantung pada tingkat kemurnian, ukuran butir, dan kondisi sintering. Untuk mengukur koefisien Seebeck, sampel diletakkan di antara dua elektroda tembaga yang tersambung ke sumber tegangan dan termometer. Alat ini akan menciptakan perbedaan suhu (ΔT) di kedua ujung sampel dengan memberikan panas dan dingin. Kemudian, tegangan listrik (ΔV) yang dihasilkan oleh perbedaan suhu tersebut akan dicatat. Peristiwa ini akan menghasilkan koefisien Seebeck yang ditunjukkan pada Persamaan (2.4).

$$S = -\frac{\Delta V}{\Delta T} \tag{2.4}$$

Selain koefisien *Seebeck*, LSR-4 juga mampu mengukur resistivitas listrik yang kemudian digunakan untuk menghitung konduktivitas listrik. Resistivitas listrik (ρ) adalah hambatan yang terdapat dalam aliran muatan listrik, sedangkan konduktivitas listrik (σ) merupakan kebalikan dari resistivitas listrik (Rowe, 1995). Hubungan antara resistivitas listrik dan konduktivitas listrik dapat dilihat pada **Persamaan** (2.5).

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \tag{2.5}$$

Untuk mengukur resistivitas listrik menggunakan LSR-4, dilakukan menggunakan metode empat titik DC. Empat elektroda logam diletakkan sejajar pada permukaan

sampel dengan jarak tertentu. Arus searah (I_{DC}) dialirkan melalui dua elektroda terluar, sedangkan tegangan yang muncul diukur melalui dua elektroda di bagian dalam. Nilai resistivitas yang rendah mendukung efisiensi transfer muatan dan pada akhirnya mempengaruhi nilai faktor daya. Faktor daya atau *power factor (PF)* menggambarkan efisiensi konversi energi panas menjadi listrik tanpa mempertimbangkan konduktivitas termal material (Rowe, 1995). Nilai PF yang tinggi diperoleh dari kombinasi nilai koefisien Seebeck (S) dan konduktivitas listrik (σ), dapat dilihat pada **Persamaan** (S).

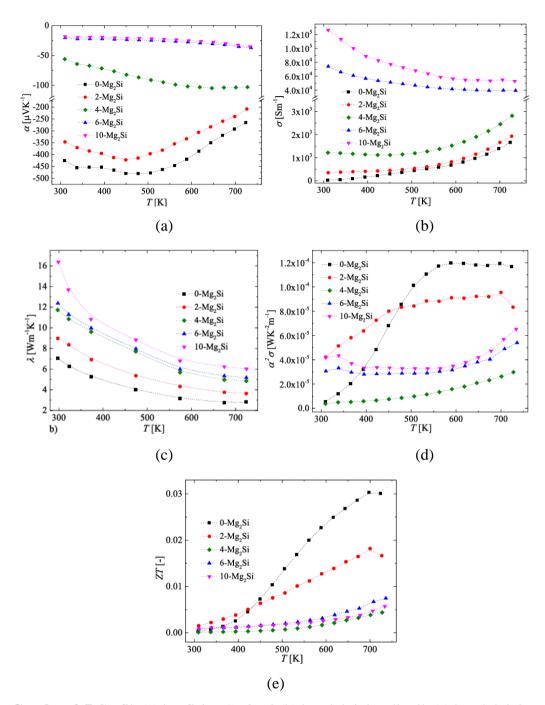
$$PF = S^2 \sigma \tag{2.6}$$

Berdasarkan data yang didapatkan dari pengukuran koefisien *Seebeck* dan resistivitas listrik, LSR-4 akan menghitung nilai *ZT* secara otomatis. Nilai *ZT* ini menunjukkan seberapa baik suatu material bisa mengubah energi panas menjadi energi listrik, atau sebaliknya, didefinisikan sebagai **Persamaan (2.7)**.

$$ZT = \frac{S^2 \sigma T}{\kappa} \tag{2.7}$$

Persamaan (2.7) menunjukkan hubungan antara koefisien *Seebeck*, konduktivitas listrik, suhu, dan konduktivitas termal dalam pengaruhnya terhadap nilai merit (*ZT*) dari material termoelektrik. Material termoelektrik yang baik pasti memiliki konduktivitas termal yang rendah, seperti dapat dilihat pada **Persamaan** (2.7). Hal ini dikarenakan, konduktivitas termal yang rendah dapat mencegah sebagian besar panas yang mengalir menuruni gradien suhu (Rowe, 1995).

Penelitian sebelumnya, yang dilakukan oleh Neiroda *et al.*, (2019) menunjukkan hasil pengukuran koefisien *Seebeck*, konduktivitas listrik, konduktivitas termal, *power factor*, dan nilai *ZT* pada beberapa sampel Mg₂Si yang divariasikan ditunjukkan pada **Gambar 2.7**.



Gambar 2.7 Grafik (a) koefisien *Seebeck* (b) konduktivitas listrik (c) konduktivitas termal (d) *power factor* (e) ZT terhadap suhu dari material Mg₂Si yang divariasikan rasio Mg (Neiroda *et al.*, 2019).

Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel Mg₂Si memiliki nilai konduktivitas listrik yang sangat rendah, sekitar 30 S/m pada suhu 310 K, dan nilai koefisien *Seebeck* yang cukup tinggi, sekitar - 425 μV/K, yang menunjukkan sifat semikonduktor dengan nilai *Seebeck* yang besar dan resistivitas listrik yang tinggi. Konduktivitas termal dari sampel Mg₂Si menurun secara sistematis dengan

peningkatan suhu, dari sekitar 7,1 W/mK pada suhu kamar hingga sekitar 2,8 W/mK pada 723 K (Neiroda *et al.*, 2019). Data ini menunjukkan bahwa konduktivitas termal menurun seiring peningkatan suhu, yang merupakan karakteristik umum dari bahan termoelektrik. Sedangkan untuk *power factor*, meskipun nilai spesifik tidak disebutkan secara langsung, dari grafik dan data yang ada, dapat disimpulkan bahwa *power factor* dari sampel Mg₂Si berada pada tingkat yang cukup tinggi pada suhu tertentu, yang mendukung potensi bahan ini dalam aplikasi termoelektrik. Sementara itu, dari data yang ada, nilai *ZT* untuk sampel Mg₂Si cenderung lebih baik dibandingkan sampel dengan sampel kelebihan Mg. Hal ini dikarenakan adanya pengaruh perkolasi dan peningkatan konduktivitas listrik yang signifikan pada sampel dengan kelebihan Mg (Neiroda *et al.*, 2019).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini bertempatkan di BRIN berlokasi di Gedung 225 KST BJ Habibie, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang Selatan. Lebih tepatnya dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Metalurgi, Pusat Riset Metalurgi. Kegiatan ini dilaksanakan mulai bulan Januari sampai Maret 2025. Penelitian diawali dengan studi literatur, observasi alat, preparasi sampel, karakterisasi dan pengujian sampel, dan analisis data.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat dan bahan berfungsi untuk membantu jalannya penelitian agar dapat terlaksana dengan baik. Alat dan bahan yang digunakan untuk penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.1** dan Tabel **3.2**.

Tabel 3.1 Alat penelitian

| No. | Nama Alat | Fungsi | Keterangan |
|-----|-------------------|-----------------------------|---------------------|
| 1. | Shaker Mill | Untuk pencampuran serbuk | Shaker Mill PPF- |
| | | selama 1 jam | UG, Kecepatan 700- |
| | | | 800 rpm |
| 2. | Pellet Press | Untuk menekan campuran | Manual Operation, |
| | Machine | serbuk pada tekanan 275 | 40 Matrix ton max |
| | | MPa | pressure, Produksi |
| | | | Karya Mandiri |
| 3. | Furnace | Untuk proses sintering pada | Tungku tipe muffle, |
| | | suhu 450°C, 500°C, 550°C, | tanpa reduktor |
| | | 600°C selama 4 jam | |
| 4. | Mortar | Untuk menghancurkan | Agate Mortar and |
| | | serbuk sinter selama 20 | Pestlelab |
| | | menit | |
| 5. | X-Ray Diffraction | Untuk analisis struktur | XRD Bruker D8 |
| | (XRD) | kristal | Advance 3kW |

Tabel 3.1 Alat penelitian (Lanjutan)

| No. | Nama Alat | Fungsi | Keterangan |
|-----|-------------------|---------------------------|---------------------|
| 6. | Scanning Electron | Untuk analisis struktur | SEM JEOL JSM- |
| | Microscope (SEM) | mikro | 6390A |
| 7. | Linear Seebeck | Untuk analisis sifat | LSR-4 |
| | Response (LSR-4) | termoelektrik | |
| 8. | Neraca digital | Untuk menimbang sampel | Fujitsu |
| 9. | Cawan petri | Untuk wadah bahan baku | Petri Dish, bening |
| | | sebelum pencampuran | transparan |
| 10. | Spatula | Untuk mengambil bahan | Berbahan stainless |
| | | baku | steel |
| 11. | Vial dan ball | Untuk wadah saat proses | Berbahan stainless |
| | milling | Mechanical Milling atau | steel |
| | | pencampuran. | |
| 12. | Dies | Untuk mencetak saat | Berbahan stainless |
| | | pengepresan | steel |
| 13. | Tabung | Untuk wadah sampel saat | Berbahan stainless |
| | | proses pemanasan | steel |
| 14. | Gergaji | Untuk memotong sampel | Kenmaster gergaji |
| | | | besi |
| 15. | Kertas sampel | Untuk wadah sampel serbuk | Kertas sample jenis |
| | | | buram |
| 16. | Plastik ziplock | Untuk wadah sampel padat | Plastik ziplock |
| | _ | | berbagai ukuran |
| 17. | Tabung plastik | Untuk wadah sampel XRD | Tabung sentrifus |
| | | - | mikro plastik |
| 18. | Tisu | Untuk membersihkan alat | Jolly |

Tabel 3.2 Bahan penelitian

| No. | Nama Bahan | Keterangan |
|-----|----------------|---|
| 1. | Magnesium (Mg) | Kemurnian 99% dari Loba Chemie Pvt. Ltd., India |
| 2. | Silikon (Si) | Kemurnian 99,5% dari Goodfellow Cambridge Ltd., United Kingdom |
| 3. | Alkohol | 70% |

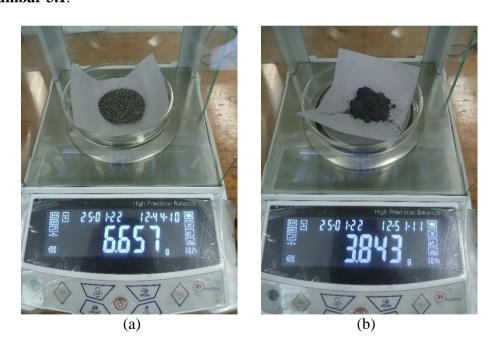
3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Bahan

Proses preparasi bahan meliputi perhitungan dan penimbangan berulang. Tahapan pertama yang harus dilakukan adalah melakukan perhitungan stoikiometri. Perhitungan dilakukan dengan perbandingan rasio magnesium (Mg) dan silikon (Si) sebesar 2:1, sesuai dengan **Persamaan (2.1)**. Massa Mg dan Si yang diperoleh

dari hasil perhitungan yaitu 6,657 gram Mg dan 3,843 gram Si. Mg yang digunakan yaitu dengan kemurnian 99% dan Si yang digunakan yaitu dengan kemurnian 99,5%.

Langkah pertama yaitu dengan mempersiapkan alat dan bahan yaitu neraca digital, spatula, cawan, tisu, serbuk Mg, dan serbuk Si. Pertama yaitu neraca digital dihidupkan dan cawan diletakkan di atas neraca digital. Kemudian tombol *TARE* ditekan agar hasil pengukuran menjadi 0. Setelah itu, serbuk Mg diletakkan secara bertahap hingga hasil pengukuran menunjukkan nilai massa 6,657 gram. Kemudian, serbuk Mg hasil penimbangan dikeluarkan bersama cawan. Selanjutnya, dilakukan perlakuan yang sama untuk serbuk Si, yaitu cawan yang lain diletakkan ke atas neraca digital. Kemudian serbuk Si diletakkan secara bertahap hingga hasil pengukuran menunjukkan massa 3,843 gram. Setelah proses penimbangan selesai, neraca digital dibersihkan dengan tisu untuk menghilangkan sisa serbuk yang barangkali berjatuhan. Hasil penimbangan bahan ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Hasil penimbangan serbuk (a) Mg (b) Si.

3.3.2 Mechanical Milling (MM)

Proses mechanical milling (MM) dilakukan menggunakan alat vial stainless steel steel, ball milling, shaker mill, mortar, spatula, tisu, dan alkohol. Ball milling

stainless steel yang digunakan yaitu memiliki perbandingan massa 2:1 dengan jumlah massa bahan yang digunakan. Pertama, ball milling, serbuk Mg dan Si hasil penimbangan dimasukkan ke dalam vial stainless steel. Kemudian campuran ball milling, serbuk Mg dan Si diaduk menggunakan spatula. Selanjutnya vial stainless steel ditutup sampai erat dan dipasang pada alat shaker mill. Kemudian shaker mill dihidupkan dan diatur waktu proses MM selama 1 jam. Setelah shaker mill berhenti, kemudian dimatikan dan vial diambil. Selanjutnya, vial stainless steel didinginkan dalam suhu ruang dan dibuka setelahnya. Setelah itu, campuran Mg dan Si dipisahkan dari ball milling. Proses MM ditunjukkan pada Gambar 3.2.



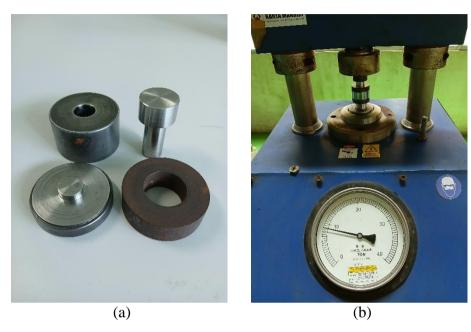
Gambar 3.2 Proses mechanical milling.

Kemudian campuran Mg dan Si digerus menggunakan mortar untuk memastikan sampel halus merata. Selanjutnya, sampel ditimbang menjadi 4 dengan massa yang sama dan dikemas menggunakan kertas sampel. Setelah proses MM selesai, terakhir semua alat yang digunakan dibersihkan menggunakan alkohol dan tisu.

3.3.3 Kompaksi

Proses kompaksi dilakukan menggunakan alat *dies* atau cetakan, *pellet pressing machine*, tisu, alkohol, pelumas antikarat WD, plastik ziplock, dan kertas sampel. Proses kompaksi dilakukan untuk membuat sampel menjadi bentuk pelet dengan diameter 20 mm dan ketebalan 3 mm. Pertama, pastikan *dies* dalam keadaan bersih. Selanjutnya, 1 sampel serbuk dimasukkan ke dalam *dies* dan ditekan dengan *pellet pressing machine*. Tekanan yang digunakan yaitu sebesar 275 MPa dengan waktu tahan selama 5 menit. Selanjutnya, sampel dikeluarkan dari *dies* dan dimasukkan

ke dalam plastik ziplock. Kemudian *dies* dibersihkan menggunakan alkohol, pelumas antikarat WD, dan tisu. Setelah itu dilakukan proses yang sama untuk 3 sampel lainnya. Terakhir, alat yang telah digunakan dibersihkan menggunakan tisu, alkohol, dan pelumas antikarat. Proses kompaksi ditunjukkan pada **Gambar 3.3**.



Gambar 3.3 Proses kompaksi (a) *Dies stainless steel* (b) *Pressing pellet machine*.

3.3.4 Sintering

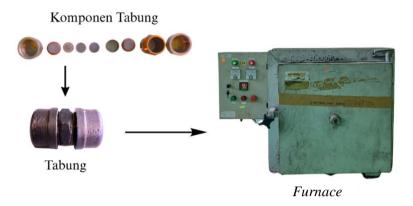
Proses sintering dilakukan menggunakan alat *furnace*, tabung *stainless steel*, kunci pas pipa, *stainless steel pellet*, gergaji, kertas, plastik ziplock, tabung plastik, spatula, mortar, alkohol, dan tisu. Proses sintering dilakukan dengan variasi suhu 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C selama 4 jam. Kode untuk masing-masing variasi sampel ditunjukkan pada **Tabel 3.3**.

Tabel 3.3 Variasi sampel Mg₂Si

| Nama | Variasi Suhu Sintering (°C) |
|------|-----------------------------|
| M450 | 450 |
| M500 | 500 |
| M550 | 550 |
| M600 | 600 |

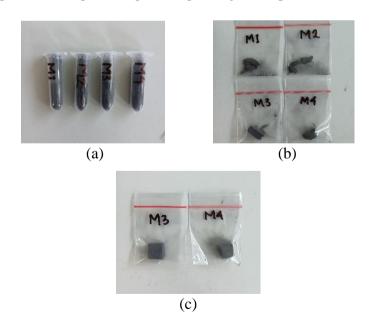
Tahapan proses sintering, yaitu pertama, sampel pelet dimasukkan ke dalam tabung *stainless steel*. Tabung ditutup sampai erat dan tidak berbunyi. Selanjutnya, tabung

berisi sampel dimasukkan ke dalam *furnace* kemudian suhu dan waktu sintering diatur sesuai variasi. Tahapan proses sintering ditunjukkan pada **Gambar 3.4**.



Gambar 3.4 Tahapan proses sintering.

Setelah, proses sintering selesai, tabung berisi sampel didiamkan sampai dingin di dalam *furnace* dengan suhu ruang. Setelah dingin, sampel pelet dikeluarkan dengan hati-hati. Kemudian, 1 sampel pelet dipotong dengan ukuran 10 mm × 10 mm untuk uji sifat termoelektrik dengan LSR-4, beberapa padatan dipisahkan untuk karakterisasi SEM, dan 1 gram sisa sampel digerus untuk karakterisasi XRD. Sampel yang sudah dibagi masing-masing ditunjukkan pada **Gambar 3.5.**



Gambar 3.5 Sampel paduan intermetalik Mg₂Si siap karakterisasi dan pengujian (a) XRD (b) SEM (c) LSR-4.

3.3.5 Karakterisasi dan Pengujian

Proses karakterisasi meliputi karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan pembentukan fasa. Karakterisasi *Scanning Electron Mocroscope* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro yang terbentuk dari sampel. Sedangkan, *Linear Seebeck Response* (LSR-4) untuk uji sifat termoelektrik dari sampel yang meliputi pengukuran nilai resistivitas, koefisien *Seebeck*, faktor daya, dan konduktivitas listrik.

3.3.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

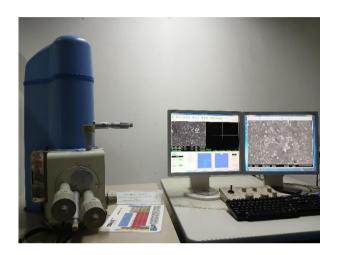
Proses karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan dengan menggunakan alat XRD *Bruker D8 Advance 3kW* dengan detektor *LynxEye XE-T*. Sumber radiasi yang digunakan yaitu Cu K_{α} ($\lambda = 0.15406$ nm). Proses ini bertujuan untuk mendeteksi dan melihat struktur kristal dari sampel. Sampel yang akan di karakterisasi harus memiliki ukuran partikel dibawah 0,150 mm atau lolos disaring 100 mesh). Hasil yang diperoleh dari karakterisasi XRD berupa grafik spektrum XRD yang menyatakan hubungan antara sudut hamburan 2θ dengan intensitas I puncak spektrum. Alat karakterisasi XRD ditunjukkan pada **Gambar 3.6**.



Gambar 3.6 Alat XRD Bruker D8 Advance 3kW.

3.3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Proses karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan dengan menggunakan alat SEM jenis *JEOL JSM-6390A*. Proses pengambilan data karakterisasi SEM dilakukan dengan perbesaran 2.500x, 5.000x, dan 10.000x. Hasil keluaran yang diperoleh berupa analisis morfologi (citra) seperti struktur mikro dan ukuran partikel dari sampel. Alat karakterisasi SEM ditunjukkan pada **Gambar 3.7**.



Gambar 3.7 Alat SEM jenis JEOL JSM-6390A.

3.3.5.3 Linear Seebeck Response (LSR-4)

Proses uji sifat termoelektrik dilakukan dengan menggunakan alat *Linear Seebeck Response* (LSR-4). Proses ini meliputi pengukuran koefisien *Seebeck* dan resistivitas listrik untuk mengevaluasi angka merit termoelektrik (ZT) dari sampel. Hasil pengukuran meliputi suhu, resistivitas elektrik, koefisien *Seebeck*, dan faktor daya (*power factor*). Sampel yang digunakan berukuran 10 mm x 10 mm x 3 mm. Suhu pengukuran diatur pada rentang suhu ruang sampai 450 °C, karena suhu dapat mempengaruhi parameter yang akan diukur. Alat yang digunakan untuk uji sifat termoelektrik ditunjukan pada **Gambar 3.8**.



Gambar 3.8 Alat uji sifat termoelektrik LSR-4.

3.3.6 Analisis Data

Analisis data hasil karakterisasi dan pengujian sampel paduan intermetalik Mg₂Si dilakukan menggunakan aplikasi *Match!*, *GSAS-EXPGUI*, dan *Veusz*. Cara penggunaan aplikasi tersebut sebagai berikut.

3.3.6.1 Prosedur Penggunaan Match!

Data yang dihasilkan dari karakterisasi XRD dengan format .raw dimasukkan ke aplikasi Match!, kemudian aplikasi akan secara otomatis menampilkan pola difraksi dari sampel karakterisasi. Selanjutnya, pola difraksi dicocokkan dengan fasa dari COD versi 2023 yang sudah terhubung dengan aplikasi. Fasa yang sudah cocok disimpan dalam format .cif dan digunakan untuk analisis kristalografi dengan metode Rietveld menggunakan aplikasi GSAS-EXPGUI.

3.3.6.2 Prosedur Penggunaan GSAS-EXPGUI

Analisis data dengan aplikasi GSAS-EXPGUI dilakukan dengan cara berikut.

- 1. Siapkan *file* data XRD yang sudah di-*convert* menjadi format .*gsas* menggunakan aplikasi PowDLL, *file* parameter instrumen *cu.prm*, dan file .*cif* yang diperoleh dari aplikasi *Match!*.
- 2. Buat 1 folder khusus untuk 1 sampel dengan nama sama seperti kode sampel.
- 3. Buka aplikasi *GSAS-EXPGUI*, buat file baru dan simpan pada folder yang sudah dibuat sebelumnya.

- 4. Tambahkan fasa dengan memasukkan file .cif, ubah nilai uiso menjadi 0,025.
- 5. Tambahkan *histogram* dengan memasukkan *file cu.prm* dan file .*gsas*.
- 6. Ubah *background histogram* pada pilihan *number of term* (*shifted chebyschev* = 6 dan *linear interpolation* = 10).
- 7. Ubah *scaling* dengan memberikan tanda centang.
- 8. Ubah profil dari 0.01 menjadi 0.001 dan pilih *type* 4.
- 9. Mulai *refinement* dengan *powpref* dan *load new* kemudian *genless*, perhatikan nilai *chi***2.
- 10. Untuk mengetahui hasil *refinement* klik *liveplot* kemudian cek di posisi koordinat atom untuk mengetahui puncak sudah muncul.
- 11. Untuk mengatasi tidak munculnya puncak, dapat dilakukan dengan mengubah koordinat.
- 12. Jika puncak sudah muncul, selanjutnya lakukan *refinement* dimulai dengan profil (LX, GU, GW, GV), parameter kisi, dan *Spherical harmonic* (ODF).
- 13. Lakukan *refinement* secara berulang dengan ubah profil, parameter kisi, atau *Spherical harmonic* (ODF).sampai puncak semakin cocok dengan intensitas observasi, yang ditunjukkan dengan semakin kecilnya nilai *chi*.
- 14. Untuk melihat hasil *refinement*, buka pada *listview* dan salin data yang dihasilkan.
- 15. Untuk menampilkan hasil *refinement* dalam bentuk grafik, buka pada *powplot*, kemudian klik a → *enter*, n → *enter*, ketik h dan nomor *histogram*, missal h 1 → *enter*, klik t → *enter*, dan ketik m d p → *enter*.
- 16. Terakhir simpan hasil *plot refinement* dalam format .bmp.

3.3.6.3 Prosedur Penggunaan Aplikasi Veusz

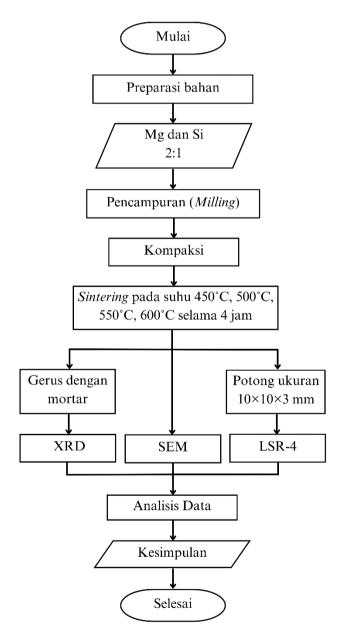
Pembuatan grafik dengan aplikasi Veusz dilakukan dengan cara berikut.

- 1. Buka aplikasi *Veusz* pilih menu "data" dan pilih "impor". Ketik nama *file* data di kotak yang tersedia atau gunakan opsi "telusuri" untuk mencari data.
- 2. Pilih jenis grafik yang ingin dibuat (grafik garis). Sesuaikan komponen grafik seperti sumbu, label, dan warna.

- 3. Sesuaikan tampilan grafik sesuai data yang dibutuhkan dan tambahkan elemen bantuan untuk memudahkan pengamatan (seperti simbol kotak, lingkaran, dan segitiga.
- 4. Untuk menyimpan hasil grafik, gunakan menu ekspor kemudian simpan dengan memilih format gambar yang diinginkan.

3.4 Diagram Alir Penelitian

Adapun diagram alir pada penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 Diagram alir penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut.

- 1. Peningkatan suhu sintering berpengaruh signifikan terhadap pembentukan fasa Mg₂Si. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada suhu sintering 600 °C, intensitas puncak fasa Mg₂Si meningkat sangat tajam pada sudut 40,08°, sedangkan puncak fasa Mg dan Si menurun drastis, mengindikasikan terbentuknya senyawa intermetalik Mg₂Si secara lebih sempurna. Selain itu, fasa impuritas seperti MgO pada sudut 42,84° mengalami penurunan pada suhu tertinggi. Hasil *refinement Rietveld* menunjukkan bahwa sampel M600 memiliki struktur kristal yang lebih homogen karena memiliki fraksi berat fasa Mg₂Si sebesar 50,98 w%, densitas kristal 2,02 g/cm³, dan ukuran kristal sebesar 116 nm, lebih tinggi dibandingkan sampel lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa suhu sintering yang lebih tinggi mampu mempercepat proses difusi dan meningkatkan kemunculan fasa Mg₂Si.
- 2. Analisis SEM sampel paduan intermetalik Mg₂Si menunjukkan bahwa suhu sintering memengaruhi pertumbuhan butir dan penyebaran fasa dalam paduan intermetalik Mg₂Si. Pada suhu sintering 450 °C dan 500 °C, morfologi butir belum berkembang sempurna dan distribusi antar partikel belum merata. Namun, pada suhu 550 °C dan 600 °C, butiran terlihat lebih besar dan lebih homogen, menandakan terjadinya rekritalisasi dan sintering yang lebih optimal dibandingkan suhu 450 °C dan 500 °C. Pertumbuhan butir yang lebih besar dan berkurangannya batas butir pada suhu tinggi mendukung terbentuknya struktur mikro yang lebih padat dan terorganisir.

3. Hasil uji sifat termoelektrik sampel paduan intermetalik Mg₂Si menggunakan LSR-4 menunjukkan bahwa peningkatam suhu sintering menyebabkan penurunan resistivitas listrik dan peningkatan konduktivitas listrik. Sampel M600 memiliki resistivitas terendah dan konduktivitas tertinggi hingga mencapai 206,45 S/m dibandingkan sampel M550. Namun, nilai koefisien *Seebeck*-nya sangat rendah, mengakibatkan faktor daya (*power factor*) yang kecil. Rendahnya nilai koefisien *Seebeck* disebabkan adanya peningkatan pembawa muatan bebas dan adanya fluktuasi akibat sampel yang belum homogen secara sempurna.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, disarankan untuk mengevaluasi suhu sintering di atas 600 °C atau memvariasikan waktu penahanan, serta menggunakan atmosfer argon atau vakum untuk mengurangi oksidasi dan meningkatkan kemurnian fasa Mg₂Si. Selain itu, pengukuran konduktivitas termal juga perlu dilakukan untuk menghitung nilai *ZT* sebagai indikator efisiensi termoelektrik.

DAFTAR PUSTAKA

- Avedesian, M. M., and Baker, H. 1999. *Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM Speciality Handbook. USA.
- Balasubramanian, P., Battabyal, M., Das, D., Bose, A. C., and Gopalan, R. 2019. Tuning of Mg content to enhance the thermoelectric properties in binary Mg2+ δ Si (δ = 0, 0.1, 0.15, 0.2). *Materials Research Express*. 6(12), 0–14.
- Baskaran, P. and Rajasekar, M. 2024. Recent Trends and Future Perpectives of Thermoelectric Materials and Their Applications. RSC Advance. 14, 21706-21744.
- Blundell, S. J. and Blundell, K. M. 2010. *Concepts in Thermal Physics*. Oxford University Press. USA.
- Callister, W. D. and Rethwisch, D. G. 2007. *Materials Science and Engineering*. John Wiley and Sons, Inc. New York.
- Chandra, S. A., Roberto, R., Utama, D. P., Zulkarnain, D., Bratawan, D. S. P., Suherman, M. S., Gayatri, A., Tjahjono, A., Hasbi, M. Y., and Yudanto, S. D. 2023. Mg₂Si Intermetallic Alloys: Phase Growth And Microstructure. *Acta Metallurgica Slovaca*. 29(2), 108–112.
- Chandra, S. A., Suherman, M. S., Tjahjono, A., and Roberto, R. 2024. Pembuatan Paduan Intermetalik Mg₂Si Dengan Doping Bismuth Sebagai Material Termoelektrik Synthesis of Bismuth Doped Mg₂Si Intermetallic Alloy as a Thermoelectric Material. *Jurnal Konversi Energi dan Manufaktur*. 9(2), 146–152.
- Cullity, B. D. and Stock, S. R. 2014. *Elements of X-Ray Diffraction*. Pearson Education Limited. USA.
- Dinnebier, R. E. and Billinge, S. J. L. 2008. *Powder Diffraction: Theory and Practice*. RSC Publishing. London.
- Faraji, M., Adeli, M. and Soltanieh, M. 2021. Efficient Production of Magnesium Silicide From Elemental Powders by Combustion Synthesis. *Ceramics*

- International. 47(2), 2822–2827.
- German, R. M. 1984. *Powder Metallurgy Science*. Metal Powder Industries Federation, USA.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Echlin, P., Joy, D. C., Lyman, C. E., Lifshin, E., Sawyer, L. and Michael, J. R. 2003. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Kluwer Academic. New York.
- Ihsan. 2023. Pengantar Fisika Material. CV. Tohar Media. Makassar.
- Inoue, H., Yoneda, S., Kato, M., Ohsugi, I. J. and Kobayashi, T. 2018. Examination of Oxidation Resistance of Mg₂Si Thermoelectric Modules at Practical Operating Temperature. *Journal of Alloys and Compounds*. 735, 828–832.
- International Energy Agency. 2025. *Global Energy Review 2025*. IEA Publications. Paris.
- Jones, W. D. 1960. Fundamental Principles of Powder Metallurgy. Edward Aronold. London.
- Kang, S. J. L. 2005. Sintering Densification, Grain Growth and Microstructure. Elsevier. UK.
- Lemoisson, F. and Froyen, L. 2005. *Understanding and Improving Powder Metallurgical Processes*. Katholieke Universiteit Leuven. Belgium.
- Nakhowong, C., Sumpao, T. and Seetawan, T. 2013. Synthesis and Characterization of Mg₂Si Thermoelectric Material. *Advanced Materials Research*. 802, 213–217.
- Nieroda, P., Kolezynski, A., Leszczynski, J., Nieroda, J. and Pasierb, P. 2019. The Structural, Microstructural and Thermoelectric Properties of Mg₂Si Synthesized by SPS Method Under Excess Mg Content Conditions. *Journal of Alloys and Compounds*. 775, 138–149.
- Rowe, D. M. 1995. CRC Handbook of Thermoelectrics. CRC Press LCC. USA.
- Santos, R., Aminorroaya Yamini, S., and Dou, S. X. 2018. Recent Progress in Magnesium-Based Thermoelectric Materials. *Journal of Materials Chemistry A*. 6(8), 3328–3341.
- Segal, D. 2017. *Materials for the 21st Century*. Oxford University Press. New York.
- Seth, P. P., Parkash, O., and Kumar, D. 2020. RSC Advances Structure and Mechanical Behavior of In Situ Developed Mg₂Si Phase in Magnesium and Aluminum Alloys A Review. *RSC Advances*. 10, 37327–37345.
- Seth, P. P., Singh, N., Singh, M., Prakash, O., and Kumar, D. 2019. Formation of

- Fine Mg₂Si Phase in Mg–Si Alloy Via Solid-State *Sintering* Using High Energy Ball Milling. *Journal of Alloys and Compounds*. 821, 153205.
- Shiojiri, D., Iida, T., Hirayama, N., Imai, Y., Sugawara, H., and Kusaka, J. 2022. Recent Studies on the Environmentally Benign Alkaline- Silicide Mg₂Si for Middle-Temperature Thermoelectric Applications. *Energies.* 15, 4859.
- Sofyan, B. T. 2021. Pengantar Material Teknik. Unhan RI Press. Jawa Barat.
- Solco, S. F. D., Saglik, K., Zhang, D., Tan, X. Y., Zhu, Q., Liu, H., Suwardi, A., and Cao, J. 2024. Thermoelectric Performance Enhancement of Mg₂Si-based Silicides Synthesized in Nitrogen Atmosphere. *Material Research Express*. 11, 1-9.
- Stathokostopoulos, D., Stefanaki, E. C., Ioannou, M., Polymeris, G. S., Chaliampalias, D., Pavlidou, E., Kyratsi, T., Paraskevopoulos, K. M., Vourlias, G., and Hatzikraniotis, E. 2014. Thermoelectric Properties of Mg₂Si Coatings Deposited by Pack Cementation Assisted Process on Heavily Doped Si Substrates. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*. 211(6), 1308–1314.
- Stathokostopoulos, D., Teknetzi, A., Tarani, E., Karfaridis, D., Chrissafis, K., Hatzikraniotis, E., and Vourlias, G. 2022. Synthesis and Characterization of Nanostructured Mg₂Si by Pack Cementation Process. *Results in Materials*. 13, 100252.
- Suarsana, I. K., and Budiarsa, I. N. 2024. *Komposit Hybrid Metal Matriks, Polimer Matriks, Keramik Matriks, Serat Alami, dan Partikel Powder*. CV. Mega Press Nusantara. Jawa Barat.
- Suryanarayana, C. 2004. *Mechanical Alloying and Milling*. CRC Press. United States.
- Suryanarayana, C. 2011. Experimental Techniques in Materials and Mechanics. CRC Press. United States.
- Toby, B. H. 1997. *An Overview of GSAS and EXPGUI*. The University of Chicago. Chicago.
- Waseda, Y., Matsubara, E., and Shinoda, K. 2011. *X-Ray Diffraction Crystallography*. Springer. New York.
- Widagdo, S. 2023. Lembah Silikon. Cahaya Harapan. Yogyakarta.
- Will, G. 2006. Powder Diffraction. Springer. Berlin.