



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**APLIKASI PENGADUKAN ULTRASONIK DAN PEMANASAN  
MICROWAVE UNTUK MEMURNIKAN KARBON  
NANOTUBE YANG DISINTESIS DENGAN METODE  
DEKOMPOSISI KATALITIK METANA**

**SKRIPSI**

**Shantya Shafa Paramitha  
0405060598**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA  
DEPOK  
JULI 2009**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**APLIKASI PENGADUKAN ULTRASONIK DAN PEMANASAN  
MICROWAVE UNTUK MEMURNIKAN KARBON  
NANOTUBE YANG DISINTESIS DENGAN METODE  
DEKOMPOSISI KATALITIK METANA**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik**

**Shantya Shafa Paramitha  
0405060598**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA  
KEKHUSUSAN TEKNIK KIMIA  
DEPOK  
JULI 2009**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

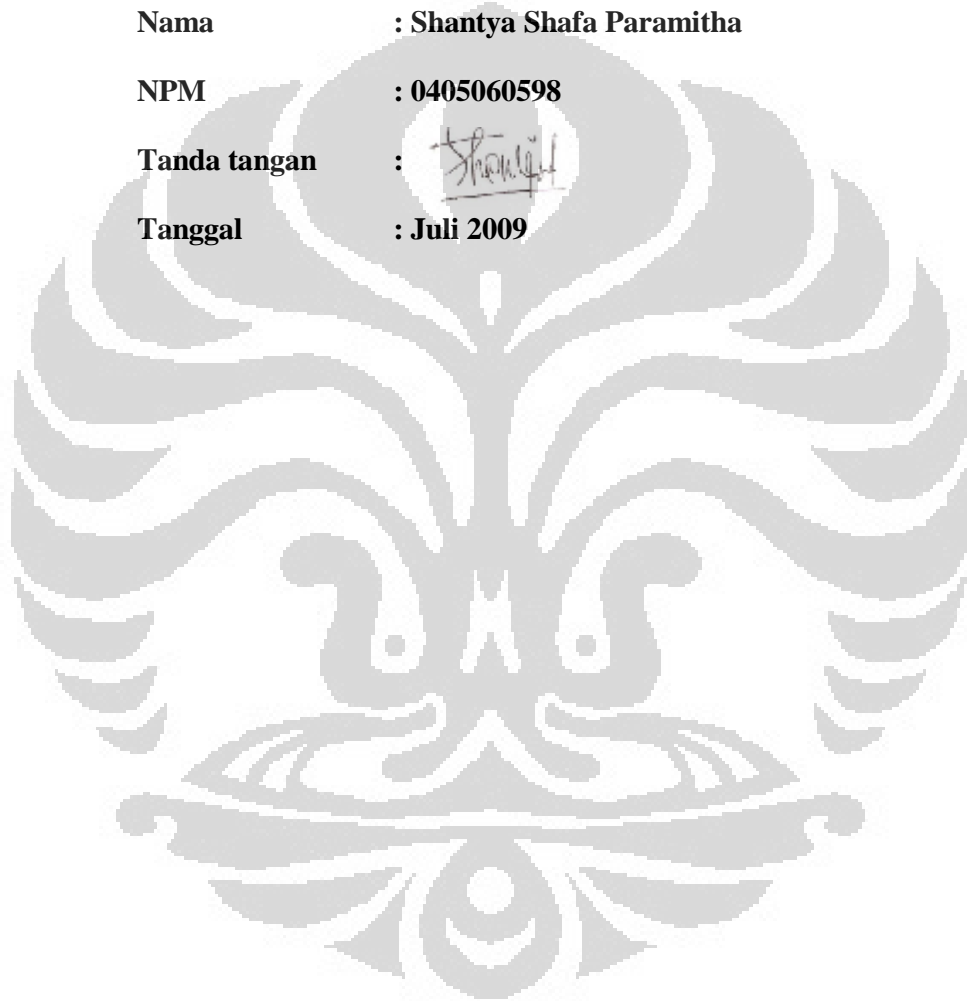
**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.**

**Nama : Shantya Shafa Paramitha**

**NPM : 0405060598**

**Tanda tangan : **

**Tanggal : Juli 2009**




## PALAMAN PENGESAHAN

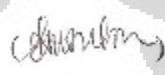
Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Shantya Shafa Paramitha  
NPM : 0405060598  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul Skripsi :


**Aplikasi Pengadukan Ultrasonik dan Pemanasan Microwave untuk  
Memurnikan Karbon Nanotube yang Disintesis dengan Metode Dekomposisi  
Katalitik Metana**


Telah berhasil dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima  
sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar  
Sarjana Teknik Kimia pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik,  
Universitas Indonesia.

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA (  )

Pembimbing II : Ir. Praswasti PDK Wulan, MT. (  )

Penguji I : Ir. Mahmud Sudibandriyo, M.Sc, PhD. (  )

Penguji II : Dr. Ir. Asep Handaya Saputra, M.Eng. (  )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 7 Juli 2009

## KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur kepada Allah SWT atas berkat dan rahmat-Nya skripsi ini dapat diselesaikan tepat pada waktunya. Skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis dalam meraih gelar Sarjana Teknik di Program Studi Teknik Kimia pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis mendapatkan banyak bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA selaku ketua Departemen Teknik Kimia FTUI dan pembimbing skripsi penulis
3. Ibu Ir. Praswasti PDK Wulan, MT dan Pak Dr. rer. nat Yuswan Muharam, MT selaku pembimbing dalam riset grup Karbon Nanotube
4. Seluruh keluarga atas segala perhatiannya selama ini.
5. Febry, Eja, Polu, dan Teman-teman Teknik Kimia UI angkatan 2005 atas masukan, dan dukungannya
6. Dwi Yulianti, Wahyudi, Endah, Estu dan Rizka, rekan satu pembimbing atas bantuan dan semangatnya
7. Ira Yulianti dan Felany Wijaya atas bantuan ilmu yang telah diberikan.
8. Mas Opik atas bantuannya dalam mencari literatur serta Mas Sriyono atas segala bantuannya dalam pelaksanaan penelitian ini
9. Kang Jajat dan Mang Ijal dalam memberikan bantuan perbaikan alat dan masukan selama berada di laboratorium.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan seminar ini. Untuk ini, saran dan kritik sangat diharapkan penulis untuk memperbaiki penulisan di masa mendatang. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi perkembangan ilmu.

Depok, Juni 2009

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS  
AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang betrandu tangan di bawah ini:

Nama : Shantya Shafa Paramitha  
NPM : 0405060598  
Program Studi : Teknik Kimia  
Departemen : Teknik Kimia  
Fakultas : Teknik  
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

APLIKASI PENGADUKAN ULTRASONIK DAN PEMANASAN  
MICROWAVE UNTUK MEMURNIKAN KARBON NANOTUBE YANG  
DISINTESIS DENGAN METODE DEKOMPOSISI KATALITIK METANA

berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 7 Juli 2009

Yang menyatakan



(Shantya Shafa Paramitha)

## ABSTRAK

Nama : Shantya Shafa Paramitha  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul : Aplikasi Pengadukan Ultrasonik dan Pemanasan Microwave untuk Memurnikan Karbon Nanotube yang Disintesis dengan Metode Dekomposisi Katalitik Metana

Peningkatan kualitas karbon nanotube yang diproduksi dengan metode dekomposisi katalitik metana dapat diperbaiki dengan cara optimasi proses (*in-situ*) seperti variasi waktu reaksi atau dengan melakukan *post-treatment* terhadap karbon nanotube yang telah diproduksi dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik. Berdasarkan analisa SEM dan XRD, karbon nanotube yang disintesis dengan waktu reaksi 20 menit memiliki kualitas yang paling baik, dengan diameter karbon nanotube yang lebih kecil dan karbon amorf lebih sedikit. Pemurnian karbon nanotube dengan menggunakan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik juga terbukti efektif dalam memperbaiki struktur karbon nanotube yang dihasilkan, mereduksi jumlah partikel logam katalis yang terdapat pada karbon nanotube tanpa merusak kristal karbon tersebut dengan ukuran kristal karbon setelah pemurnian adalah 6,1 nm.

**Keywords** : Kualitas, Pemurnian, Karbon Nanotube, Microwave, Ultrasonikasi,

## ABSTRACT

Name : Shantya Shafa Paramitha  
Study Program : Chemical Engineering  
Title : Application of Ultrasonic Mixing and Microwave Heating to Purify Carbon Nanotubes Synthesized by Catalytic Decomposition of Methane

Increasing the carbon nanotubes' quality can be done with process optimization (in-situ) like changing the reaction time or giving post treatment to the carbon nanotubes with microwave heating and ultrasonic mixing. Based on SEM and XRD characterization, 20 minutes reaction time gave the best result for carbon nanotubes product, which have smaller diameters and less amorphous carbons. Purification of carbon nanotubes using microwave heating and ultrasonic mixing also effective to repair the carbon nanotubes' structure, reduce the number of metals without damaging the carbon crystal with average crystal sizes about 6.1 nm.

Keywords: Quality, Purification, Carbon Nanotubes, Microwave, Ultrasonication

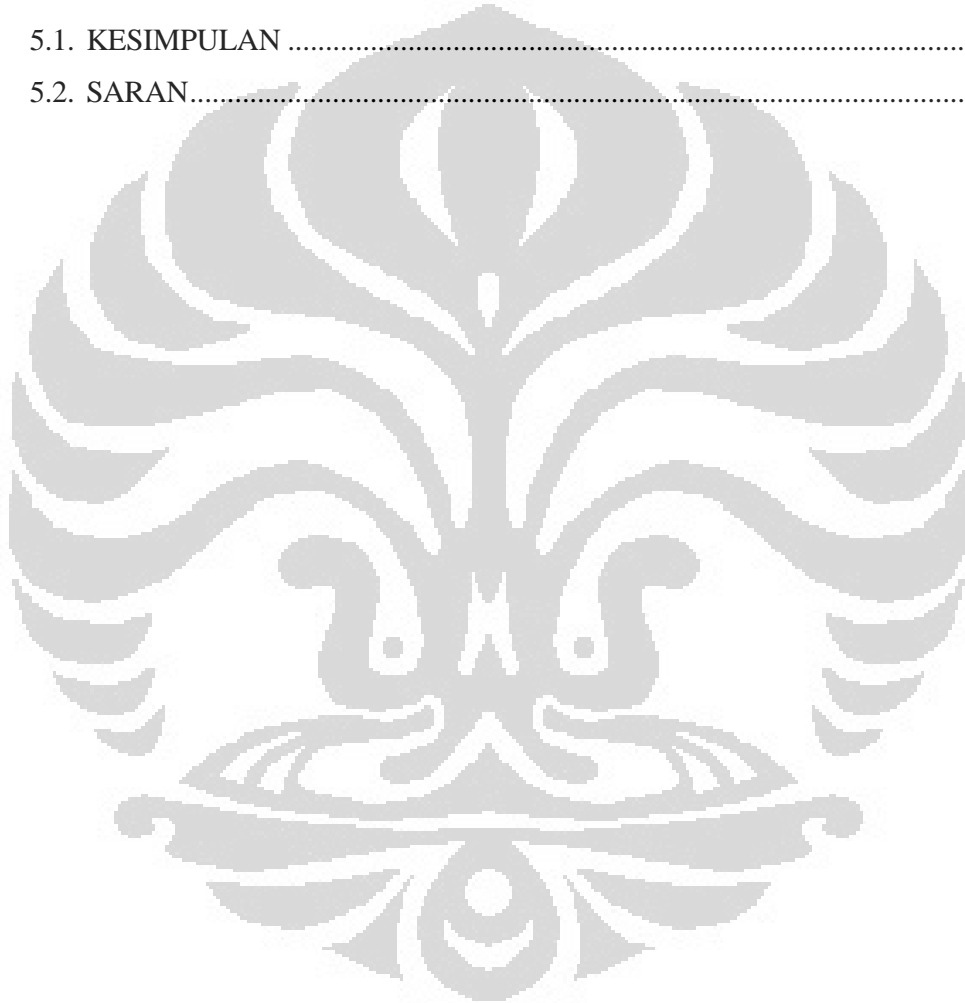


## DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH .....	v
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
DAFTAR SINGKATAN .....	xv
DAFTAR NOTASI .....	xvii
BAB I .....	1
PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Sistematika Penelitian.....	4
BAB II.....	6
TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1 Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana.....	6
2.2 Produk Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana .....	7
2.2.1 Hidrogen.....	7
2.2.2 Nanokarbon .....	8
2.3 Karbon Nanotube .....	10
2.3.1 Jenis karbon nanotube .....	10
2.3.2 Sifat fisik karbon nanotube .....	11
2.3.3 Sintesis Karbon Nanotube.....	11
2.3.4 Aplikasi Karbon Nanotube.....	14
2.3.5 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kualitas Karbon Nanotube .....	16

2.3.6 Pemurnian Karbon Nanotube .....	16
2.3.7 Metode Dasar Pemurnian Karbon Nanotube .....	17
2.4 Metode Pengadukan Ultrasonik .....	22
2.5 Metode Pemanasan <i>Microwave</i> .....	23
BAB III .....	26
METODE PENELITIAN.....	26
3.1 Tahap Penelitian.....	26
3.1.1 Produksi karbon nanotube dengan variasi waktu reaksi .....	26
3.1.2 Pemurnian produk karbon nanotube dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik .....	27
3.2 Alat dan Bahan.....	27
3.2.1 Alat .....	27
3.2.2 Bahan .....	28
3.3 Penjelasan Tahap Penelitian.....	29
3.3.1 Produksi nanokarbon dengan reaktor gauze .....	29
3.3.2 Pemurnian produk nanokarbon dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik .....	31
BAB IV .....	34
HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
4.1 Produksi Karbon Nanotube dengan Reaktor Gauze.....	34
4.3 Produksi Karbon Nanotube dengan Variasi Waktu Reaksi .....	35
4.3.1 Konversi Metana .....	35
4.3.2 Kemurnian Hidrogen.....	37
4.3.3 Yield Karbon.....	38
4.4 Karakterisasi Produk Karbon Nanotube .....	39
4.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	39
4.4.2 X-Ray Diffraction (XRD) .....	41
4.5 Karakterisasi Awal Karbon Nanotube Sebelum Pemurnian.....	42
4.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	42
4.5.2 X-Ray Diffraction .....	43
4.6 Pengaruh Waktu Pemanasan dengan Microwave .....	44
4.6.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	44

4.6.2 Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	45
4.7 Pengaruh Waktu Ultrasonikasi.....	47
4.7.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	47
4.7.2 Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	49
4.8 Transmission Electron Microscopy (TEM) .....	51
BAB V.....	52
KESIMPULAN DAN SARAN.....	52
5.1. KESIMPULAN .....	52
5.2. SARAN.....	52



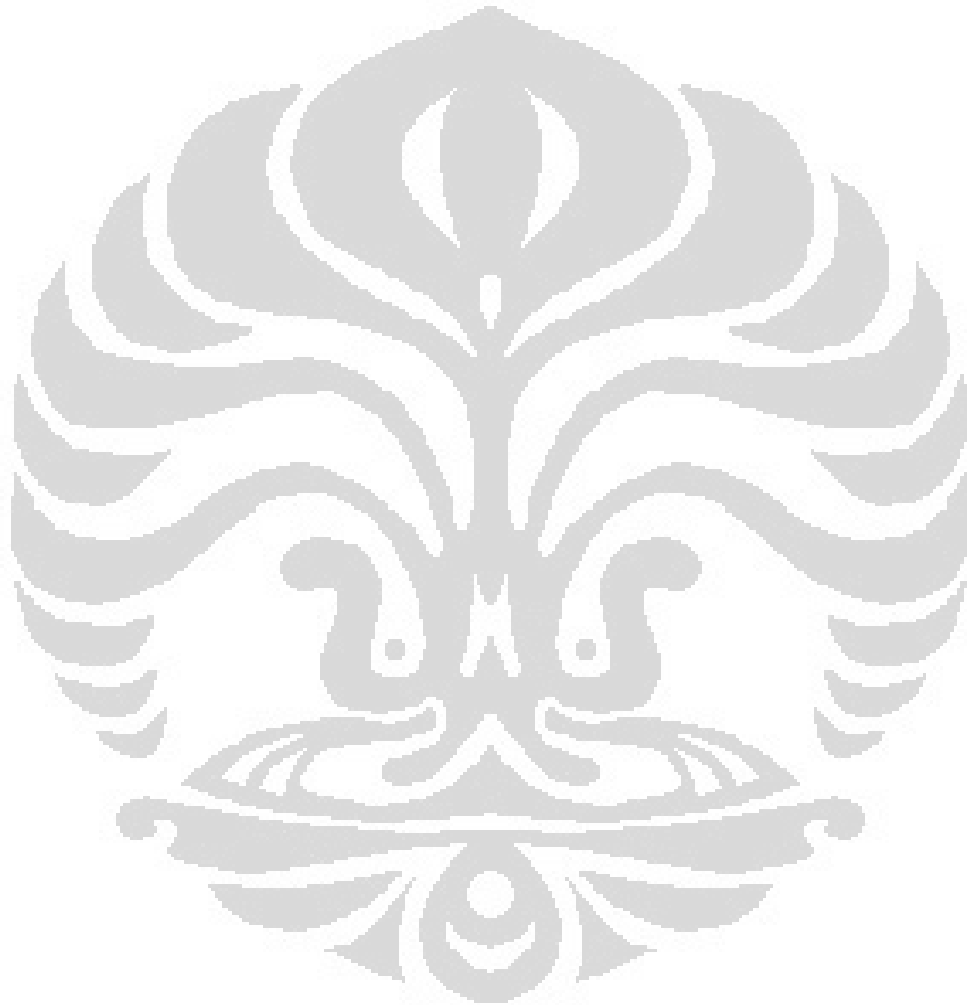
## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Beragam struktur nanokarbon .....	8
Gambar 2. 2 (a) Single Walled Carbon Nanotube (b) Multi-Walled carbon Nanotube.....	11
Gambar 2. 3 Skema arch-discharge. ....	12
Gambar 2. 4 Skema Laser Ablation .....	13
Gambar 2. 5 Skema proses CVD .....	13
Gambar 2. 6 Skema transistor CNT .....	15
Gambar 2. 7 Foto SEM Produk Karbon Nanotube dengan variasi waktu .....	16
Gambar 2. 8 Skematik diagram dari peralatan pemurnian magnetic.....	18
Gambar 2. 9 Skematik Diagram Sel Mikrofiltrasi .....	19
Gambar 2. 10 Spektrum elektromagnetik dan frekuensi gelombang mikro .....	23
Gambar 2. 11 Perbedaan antara pemanasan konvensional dan pemanasan dengan gelombang mikro .....	24
Gambar 3. 1 Diagram Produksi Nanokarbon dengan Reaktor Katalis Gauze	26
Gambar 3. 2 Diagram Pemurnian Nanokarbon dengan Pemanasan Microwave dan Pengadukan Ultrasonik.....	27
Gambar 3. 3 Rangkaian Peralatan.....	29
Gambar 3. 4 Reaktor dan katalis terstruktur tampak samping .....	29
Gambar 3. 5 Peralatan Microwave.....	32
Gambar 4. 1 Rangkaian Alat .....	34
Gambar 4. 2 Konversi $CH_4$ pada berbagai variasi waktu.....	36
Gambar 4. 3. Konversi $CH_4$ pada waktu 240 menit.....	36
Gambar 4. 4 Kemurnian $H_2$ terhadap Waktu .....	37
Gambar 4. 5 Berat Produk Karbon yang Dihasilkan Dengan variasi waktu.....	38
Gambar 4. 6 Yield karbon untuk berbagai variasi waktu.....	38
Gambar 4. 7. Produk karbon nanotube .....	39
Gambar 4. 8. Foto SEM karbon nanotube dengan variasi waktu produksi.....	40
Gambar 4. 9 Pola XRD karbon nanotube dengan variasi waktu.....	41

Gambar 4. 10 Foto SEM untuk karbon nanotube dengan waktu reaksi 30 menit	42
Gambar 4. 11 Hasil Analisis EDS untuk karbon nanotube sebelum pemurnian ..	43
Gambar 4. 12 Pola difraksi karbon nanotube sebelum pemurnian .....	43
Gambar 4. 13 Foto SEM karbon nanotube sebelum pemurnian (a) setelah pemurnian .....	44
Gambar 4. 14 Hasil Analisis EDS karbon nanotube setelah pemurnian.....	45
Gambar 4. 15 Pola XRD Karbon Nanotube Sebelum dan Sesudah Pemurnian ...	46
Gambar 4. 16 Foto SEM karbon nanotube (a) sebelum pemurnian (b) setelah ultrasonikasi 40 menit dan (c) ultrasonikasi 60 menit .....	48
Gambar 4. 17 Hasil EDS karbon nanotube setelah pemurnian (a) waktu ultrasonikasi 40 menit dan (b) waktu ultrasonikasi 60 menit .....	49
Gambar 4. 18 Pola XRD karbon nanotube dengan variasi waktu ultrasonikasi ...	50
Gambar 4. 19 Pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran kristal .....	50
Gambar 4. 20 Foto TEM karbon nanotube setelah pemurnian .....	51

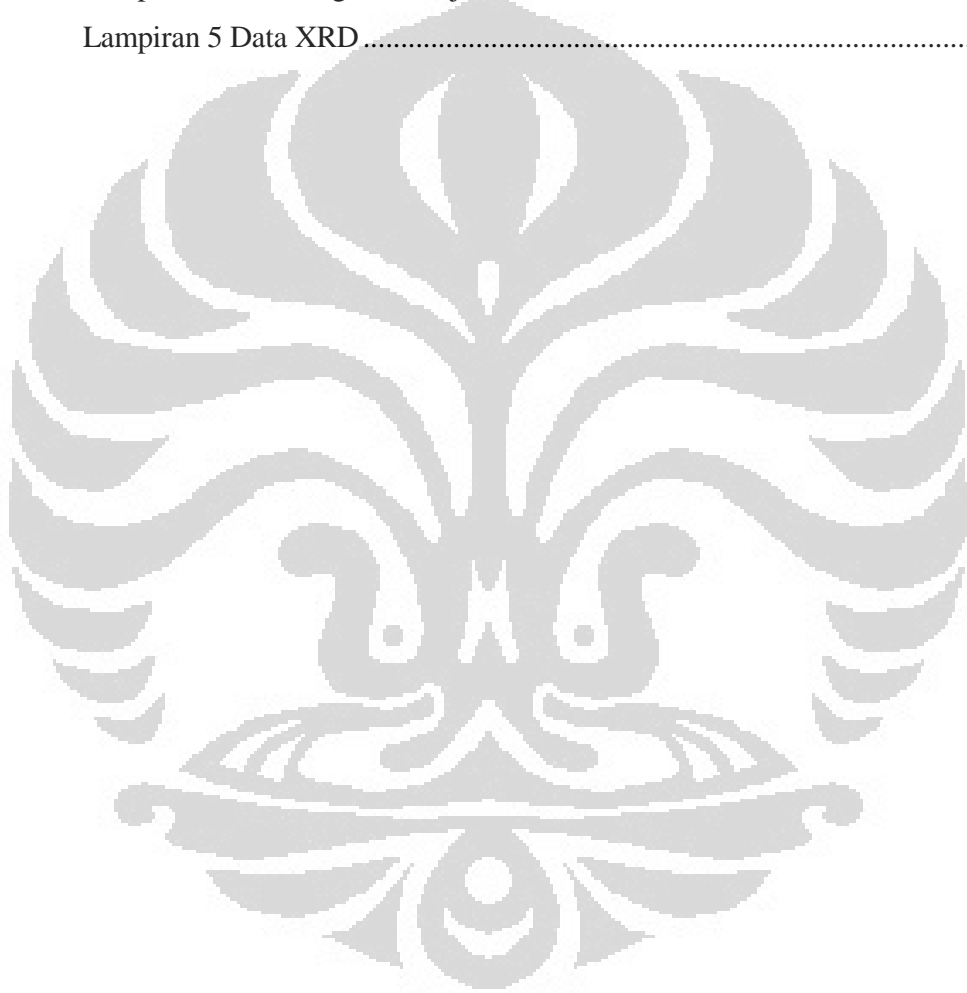
## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Resume Metode Pemurnian Karbon Nanotube.....	21
Tabel 4. 1 Tabel Loading Katalis pada Kawat.....	35
Tabel 4. 2 Pengaruh waktu pemansan terhadap ukuran Kristal karbon.....	47
Tabel 4. 3 Pengaruh Proses Pemurnian Karbon Nanotube .....	51



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Kalibrasi Gas Kromatografi .....	56
Lampiran 2. Kalibrasi Flowmeter .....	60
Lampiran 3. Perhitungan Luas Kawat yang dibutuhkan.....	62
Lampiran 4 Perhitungan Kinerja Reaktor .....	63
Lampiran 5 Data XRD .....	68



## DAFTAR SINGKATAN

CNF	: Carbon Nano Fiber
CNT	: Carbon Nano Tube
CVD	: Chemical vapour deposition
EDS	: Electron Diffraction Spectrophotometer
GC	: Gas Chromatography
MDR	: Methane Decomposition Reaction
MWNT	: Multi Wall Carbon Nanotube
SEM	: Scanning Electron Microscopy
SWNT	: Single Wall Carbon Nanotube
TEM	: Transmission Electron Microscopy
TGA	: Thermogravimetry Analysis
XRD	: X-Ray Diffraction



## DAFTAR NOTASI

$E$	= Energi gelombang
$f$	= Frekuensi gelombang
$A$	= Amplitude gelombang
$\mu$	= Massa per satuan panjang dan medium yang dilewati
$v$	= Cepat rambat gelombang
$t$	= Waktu yang diperlukan untuk merambat
$L$	= Ukuran kristal
$\lambda$	= Panjang gelombang radiasi sinar X (Co $K\alpha = 0.178896$ nm)
$K$	= Faktor bentuk = 0,89
$\beta$	= Lebar setengah tinggi <i>peak</i> tertinggi (rad)
$X$	= Konversi

# BAB I

## PENDAHULUAN

Pada bab ini akan dijelaskan mengenai latar belakang diperlukannya metode untuk meningkatkan kualitas produk karbon nanotube, rumusan masalah yang ada dan tujuan penelitian untuk mengatasi masalah yang berkaitan dengan kualitas karbon nanotube.

### 1.1 Latar Belakang

Selama beberapa tahun terakhir, nanoteknologi secara global telah berkembang pesat. Salah satu produk nanoteknologi adalah nanokarbon, yaitu material padat yang terdiri atas ikatan rantai karbon yang berbentuk bulat maupun pipa, yang berukuran nanometer. Berdasarkan bentuknya, nanokarbon terbagi menjadi tiga, yaitu *fullerene* yang berbentuk bulat, nanotube yang berbentuk pipa, dan yang terakhir nanofiber yang berbentuk serabut dan tidak teratur [Pettersson, 1999].

Produksi karbon berbentuk nanotube dalam jumlah yang besar telah banyak dilakukan dengan menggunakan metode *arc discharge*, *laser ablation*, *chemical vapour deposition* (CVD). Akan tetapi proses-proses tersebut membutuhkan energi yang sangat besar sehingga biaya produksinya sangat mahal dan sulit di *scale-up*.

Metode lain dalam memproduksi karbon nanotube adalah reaksi dekomposisi katalitik metana sebagai berikut:



Reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan metode sintesis karbon nanotube yang menjanjikan karena ekonomis, yield produk tinggi, dan mudah dikontrol. Secara umum, reaksi dekomposisi katalitik metana menggunakan katalis logam transisi seperti Fe, Co, Ni, Cr, V, Mo dan lain-lain untuk mempercepat reaksi. Namun, setelah reaksi berlangsung, karbon nanotube dapat terkontaminasi dengan logam katalis tersebut dan juga grafit, karbon amorf, dan partikel nano lainnya yang terbentuk selama reaksi [Hou, 2002]

Karbon nanotube dapat diaplikasikan sebagai penyimpan hidrogen, *nanoscale transistor*, *flat-panel display*, superkapasitor, *nanoprobes* dan sensor [Daenan, 2003], dan katalis [Zhang, 2006]. Untuk mengoptimalkan kinerja karbon nanotube dengan fungsi-fungsi tersebut, dibutuhkan karbon nanotube yang memiliki kualitas baik.

Kualitas karbon nanotube dapat dilihat dari struktur dan morfologinya, seperti jenis karbon nanotube, diameter, keteraturan karbon nanotube yang terbentuk dan kemurniannya. Kemurnian karbon nanotube dapat dikaitkan dengan keberadaan pengotor yang terdapat di dalam produk karbon nanotube yang dihasilkan. Pengotor yang sering berada di dalam karbon nanotube adalah berupa karbon amorf dan logam katalis. Adanya pengotor tersebut dapat mengurangi sifat elektrik dan struktural dari karbon nanotube [Ko, 2004], dan kecacatan struktur yang dapat mengurangi densitas dan menyebabkan meningkatnya ketahanan elektrik [Endo, 1997]. Dalam pengaplikasian karbon nanotube menjadi berbagai material, adanya pengotor tersebut akan mengurangi performa dari karbon nanotube yang dihasilkan.

Peningkatan kualitas karbon nanotube dapat dilakukan dengan berbagai cara, seperti melakukan optimasi proses (*in-situ*) dan melakukan *post-treatment* berupa pemurnian karbon nanotube. Penelitian dalam optimasi proses untuk meningkatkan kualitas produk karbon nanotube yang dihasilkan telah dilakukan dengan memvariasikan jenis katalis, gas umpan, suhu reaksi, dan tekanan reaksi. Faktor waktu reaksi juga berpengaruh terhadap karbon nanotube yang dihasilkan, namun, selama ini, faktor waktu reaksi kurang dipertimbangkan karena produksi karbon nanotube merupakan proses yang bersifat akumulatif dimana semakin lama waktu reaksi, maka semakin banyak yield karbon yang terbentuk. Oleh karena itu diperlukan suatu studi yang mengamati pengaruh waktu reaksi terhadap kualitas karbon nanotube yang dihasilkan.

Proses pemurnian karbon nanotube juga telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya: oksidasi, perlakuan dengan asam, *annealing*, ultrasonikasi, mikrofiltrasi, pemisahan magnetik, pemutusan ikatan, fungsionalisasi dan teknik kromatografi [Daenan, 2003]. Proses pemurnian yang telah dilakukan masih berlangsung dalam waktu yang lama. Untuk pemurnian

secara oksidasi termal menggunakan furnace misalnya, diperlukan pemanasan sekitar 8-12 jam. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang dilakukan dengan menggunakan oven maupun furnace dan proses pengadukan masih menggunakan stirrer konvensional. Lamanya waktu pemurnian dapat mengakibatkan pemborosan energi dan pemborosan biaya. Selain itu, suhu reaksi yang terlalu tinggi pada waktu yang lama dapat memperbesar kemungkinan terjadinya kerusakan pada karbon nanotube, baik dari segi struktural maupun sifatnya.

Metode yang dapat mempercepat proses pemurnian karbon nanotube tanpa mengurangi kualitas karbon nanotube tersebut, yaitu pengadukan dengan menggunakan ultrasonik dan pemanasan menggunakan *microwave*. Pemurnian dengan ultrasonik dan penggunaan *microwave* telah dilaporkan penggunaannya secara terpisah dan cukup efektif untuk memurnikan karbon nanotube tanpa merusak struktur dan sifat karbon nanotube itu sendiri.

Yu et.al melaporkan bahwa struktur karbon nanotube yang masih menyatu dengan pengotor dapat terpisah dan menjadi partikel individu yang lebih pendek setelah mengalami ultrasonikasi dengan intensitas yang tinggi selama 2 jam. Untuk pemurnian dengan menggunakan *microwave* telah dilakukan oleh Chen et.al dan Ko et.al dan mendapatkan tingkat kemurnian karbon nanotube sebesar 99,9 %. Walaupun demikian, waktu yang digunakan masih kurang efisien karena masih adanya proses mekanik dengan *stirrer*. Oleh karena itu, kombinasi metode *microwave* dan ultrasonikasi adalah metode yang tepat untuk memurnikan karbon nanotube dari berbagai pengotornya dalam waktu yang lebih efisien dibandingkan metode lainnya.

## 1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana menentukan pengaruh waktu reaksi terhadap kualitas karbon naotube yang dihasilkan dan menentukan efektifitas metode pemurnian dengan pemanasan *microwave* dan pengadukan ultrasonik terhadap pengotor yang terdapat pada produk karbon nanotube yang disintesis dengan metode dekomposisi katalitik metana.

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi waktu reaksi terhadap kualitas produk karbon nanotube yang dihasilkan dan mengevaluasi efektivitas metode purifikasi pemanasan *microwave* dan pengadukan ultrasonik untuk memurnikan karbon nanotube yang disintesis dengan metode dekomposisi katalitik metana.

### 1.4 Batasan Masalah

Batasan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Reaktor yang digunakan pada penelitian ini adalah reaktor *gauze*
2. Pada uji pengaruh waktu reaksi, variabel yang divariasikan adalah waktu reaksi selama 20, 30, 40, 50, 60, dan 240 menit.
3. Pada proses pemurnian karbon nanotube, berat sampel yang digunakan adalah 0,1 gram.
4. Katalis yang digunakan adalah katalis berbasis nikel, sehingga pemurnian diutamakan untuk mengoksidasi logam nikel yang masih terbawa pada produk karbon nanotube

### 1.5 Sistematika Penelitian

#### BAB I Pendahuluan

Berisi latar belakang, rumusan masalah, tujuan penulisan, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

#### BAB II Tinjauan Pustaka

Berisi tinjauan literatur mengenai reaksi dekomposisi metana, produk reaksi dekomposisi metana yang antara lain: gas hidrogen dan karbon nanotube, metode sintesis karbon nanotube, aplikasi karbon nanotube, pengaruh waktu reaksi terhadap produksi karbon nanotube, metode-metode pemurnian karbon yang sudah dilakukan dan teori dasar mengenai prinsip kerja *microwave* dan ultrasonikasi yang berkaitan dengan pemurnian karbon nanotube.

### BAB III Metode Penelitian

Berisi penjelasan mengenai prosedur penelitian secara umum, termasuk di dalamnya produksi karbon nanotube dengan variasi waktu reaksi, karakterisasi produk karbon nanotube sebelum dan sesudah proses pemurnian, oksidasi termal menggunakan microwave, pelarutan dan pengadukan sampel dengan ultrasonik, pencucian karbon nanotube, dan diakhiri pengeringan. Selain itu juga dijelaskan mengenai karakterisasi dan metode perhitungan yang dapat memberikan hasil terhadap metode pemurnian yang telah dilakukan.

### BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi hasil penelitian dan analisis dari pengaruh waktu reaksi terhadap kualitas produk karbon yang dihasilkan dan hasil pemurnian karbon nanotube dengan menggunakan metode pengadukan ultrasonik dan pemanasan microwave.

### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Berisi kesimpulan dari hasil penelitian serta saran untuk penelitian selanjutnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

Pada tinjauan pustaka, akan dibahas mengenai teori-teori dasar tentang karbon nanotube, sintesis karbon nanotube, aplikasinya, optimasi proses untuk meningkatkan kualitas karbon nanotube, dan teknik-teknik dasar pemurnian karbon nanotube.

#### 2.1 Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Reaksi dekomposisi metana atau yang dikenal dengan *Methane Decomposition Reaction* (MDR) adalah reaksi yang memutuskan ikatan H-C dari metana menjadi komponen yang lebih sederhana yaitu hidrogen dan karbon. Reaksinya [Grujicic, 2002]:



Analisis termodinamika reaksi dekomposisi metana menyatakan bahwa nilai untuk energi bebas Gibbs ( $\Delta G_r^\circ$ ) dan energi reaksi dekomposisi metana ( $\Delta H_r^\circ$ ) pada suhu  $-75^\circ\text{C}$ , masing-masing sebesar 50,8 kJ/mol dan 75 kJ/mol [Song, 2005]. Nilai  $\Delta G_r^\circ$  yang positif menunjukkan bahwa reaksi tidak akan bisa berjalan dengan spontan. Walaupun reaksi dapat berjalan, konversi yang dihasilkan tidak akan maksimal. Dan nilai  $\Delta H_r^\circ$  yang positif menandakan reaksi bersifat endotermis. Sehingga konversi akan meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi sehingga reaksi ini harus dilakukan pada suhu sangat tinggi.

Temperatur reaksi memiliki peranan yang vital dalam tinjauan ekonomi suatu proses industri. Proses yang dilakukan pada temperatur yang lebih rendah jelas lebih menguntungkan daripada proses bertemperatur tinggi, karena lebih hemat dari segi energi. Oleh karena itu, untuk menurunkan temperatur reaksi perlu ditambahkan katalis yang dapat menurunkan energi aktivasi.

Pada proses ini dihasilkan dua jenis produk yang memiliki nilai tinggi yaitu *gas hydrogen free* CO-CO<sub>2</sub> dan material karbon dengan jenis yang berbeda. Perkembangan MDR pertama kalinya bertujuan untuk mendapatkan gas H<sub>2</sub> yang

murni dan memiliki konsentrasi yang lebih besar. Selain itu, pada sektor energi bahan bakar alternatif, hidrogen diarahkan untuk sel bahan bakar (*fuel cells*) yang akan menggantikan pembangkit tenaga listrik. Kemudian, setelah diketemukannya bentuk material karbon selain grafit dan intan yang diduga dapat terbentuk dari reaksi ini, maka perkembangan penelitian dekomposisi metana pun semakin pesat.

Sampai saat ini, perkembangan penelitian dekomposisi metana secara umum dapat dibagi menjadi 2 jenis, yaitu:

1. Dekomposisi metana secara termal (*thermal cracking*) yang menghasilkan hidrogen dan karbon hitam.
2. Dekomposisi katalitik metana dengan menggunakan katalis berdasar logam transisi (Fe, Co, dan Ni) yang menghasilkan jenis material karbon yang memiliki ukuran partikel nanometer yang biasa disebut dengan nanokarbon.

## 2.2 Produk Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

### 2.2.1 Hidrogen

Hidrogen adalah bahan baku bebas polutan atau disebut juga sebagai *clean fuel*, karena pembakaran hidrogen tidak menimbulkan polutan seperti CO dan CO<sub>2</sub> yang timbul akibat pembakaran bahan bakar dari minyak bumi.

Pembakaran hidrogen dapat diformulasikan sebagai berikut:



Reaksi di atas hanya menghasilkan air sebagai produknya. Selain itu energi yang dihasilkan oleh pembakaran hidrogen cukup tinggi, yaitu sebesar 286 kJ/mol atau 33.886 kal/g. Nilai ini lebih besar daripada energi pembakaran yang dihasilkan oleh bensin, yaitu berkisar 11.100-11.470 kal/g.

Selain diharapkan dapat menjadi bahan bakar alternatif, hidrogen telah banyak digunakan dalam sektor industri, seperti industri petroleum atau kimia. Misalnya dalam produksi amonia yang menggunakan hidrogen sebagai bahan baku utama. Dalam bidang energi, hidrogen digunakan sebagai bahan bakar *fuel cell* [Takenaka, 2001].

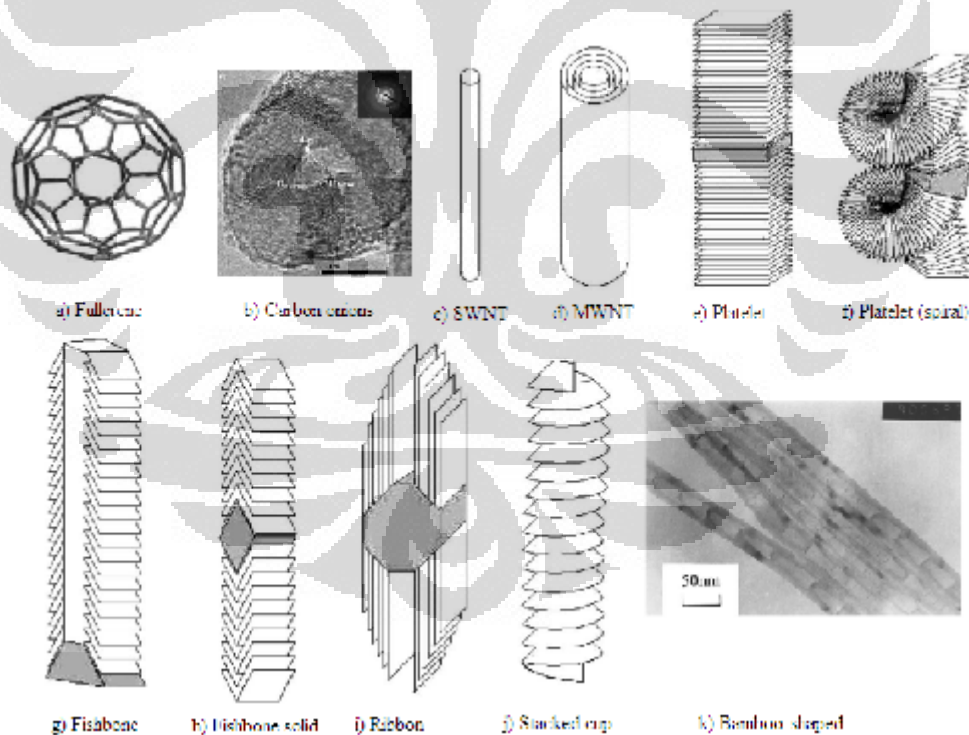
Gas hidrogen murni dapat diproduksi dari air dengan menggunakan proses elektrolisis. Selain itu, hidrogen dapat diproduksi dari bahan baku gas bumi



(metana) melalui reaksi-reaksi reformasi kukus/metana, oksidasi parsial metana dan reformasi  $\text{CO}_2$ /metana. Semua reaksi diatas menghasilkan produk gas sintesis yaitu campuran  $\text{H}_2$  dan  $\text{CO}$  dengan berbagai rasio  $\text{H}_2/\text{CO}$  mulai dari 1 sampai dengan 3. Alternatif lain untuk memproduksi hidrogen adalah dengan *Methane Decomposition Reaction* (MDR). Pada proses ini tidak terbentuk  $\text{CO}_2$  dan tidak diperlukan proses penghilangan  $\text{CO}$ .

### 2.2.2 Nanokarbon

Nanokarbon didefinisikan sebagai material karbon yang diproduksi dengan ukuran dan struktur berskala nanometer. Material karbon yang paling dikenal adalah intan dan grafit. Intan memiliki karbon dengan empat ikatan  $\text{sp}^3$  membentuk susunan tiga dimensi yang simetris dan tersusun rapat. Sedangkan grafit memiliki karbon dengan tiga ikatan  $\text{sp}^2$  membentuk susunan dua dimensi berupa lembaran tersusun dari ikatan heksagonal atom-atom karbon  $\text{sp}^3$  [Rao, 2001].



**Gambar 2. 1** Beragam struktur nanokarbon [Chen, 2001, Rao, 2001, He, 2006, Gullon, 2006]

Selain kedua jenis bentuk alotropik karbon di atas, ditemui juga bentuk alotropik karbon berukuran nanometer, yaitu:

1. *Fullerene* atau *buckminsterfullerene* atau *bucky ball*, yaitu lembaran grafit yang membentuk bola (Gambar (a)). *Fullerene* terdiri dari karbon-karbon  $sp^2$  dan  $sp^3$ . Contohnya adalah C60, yaitu *fullerene* yang terdiri dari 12 cincin pentana dan 20 cincin heksana [Rao, 2001].
2. *Carbon onions* terdiri dari lapisan grafit yang konsentrik seperti bola (*quasi-spherical*) dan seperti pada (Gambar (b) [He, 2006].
3. Karbon nanofilamen adalah nanokarbon berbenfuk filamen. Secara umum, karbon nanofilamen terdiri dari karbon nanofiber (CNF) dan karbon nanotubes (CNT). Bentuk-bentuk nanofilamen secara umum adalah:
  - a. Karbon nanotubes (CNT) berbentuk pipa, merupakan lapisan grafit yang berbentuk silinder (pipa). CNT dapat berupa *single-walled carbon nanotubes* (SWNT) yang hanya terdiri satu lapis lembaran grafit seperti pada Gambar (c), maupun *multi-walled carbon nanotubes* (MWNT) yang terdiri dari berlapis-lapis lembaran grafit yang konsentrik seperti pada Gambar (d). CNT.
  - b. *Platelet carbon nanofiber*, berupa lapisan grafit kecil yang tegak lurus dengan arah aksial fiber seperti pada Gambar (e). Nanofiber ini harus memiliki hidrogen atau atom lainnya dalam jumlah tak terbatas untuk stabilisasi piringan (*plate*). *Platelet carbon nanofiber* dapat pula berbentuk spiral (Gambar (f). Biasanya, partikel padatan berada pada bagian tengah fiber [Gullon, 2006].
  - c. *Fishbone carbon nanofibers*, dimana lapisan grafit memiki kemiringan dari sumbu aksialnya. Seperti platelet, juga dibutuhkan hidrogen untuk menstabilkan bagian ujungnya. *Fishbone carbon nanofibers* dapat berinti kosong (*hollow core*) maupun berinti padatan (*solid core*) seperti pada Gambar 1(g) dan (h) [Gullon, 2006].
  - d. *Ribbon carbon nanofibers* berupa lapisan grafit yang lurus dan tidak tergulung yang posisinya sejajar dengan sumbu aksial fiber (Gambar (i)) [Gullon, 2006].

- e. *Stacked cup carbon nanofibers* berupa lapisan spiral grafit yang kontiniu sepanjang sumbu aksial fiber (Gambar (j)) [Gullon, 2006].
- f. *Bamboo-shaped carbon filament*, berbentuk seperti bambu, dimana banyak terdapat ruang kosong dan *joint-joint* [Kuznetzov] seperti yang terlihat pada Gambar (k).

## 2.3 Karbon Nanotube

Karbon nanotube ditemukan pertama kali oleh Sumio Iijima pada tahun 1991. Karbon nanotube merupakan lembaran grafit yang membentuk tube/silinder. Lembaran grafit ini tersusun dari ikatan heksagonal atom-atom karbon  $sp^3$ .

### 2.3.1 Jenis karbon nanotube

Karbon nanotube secara umum dapat dibagi menjadi 2 jenis yaitu :

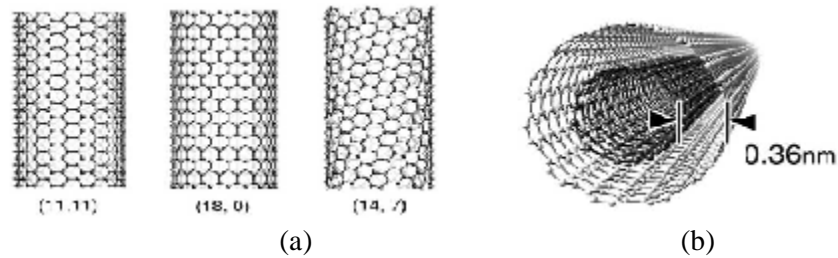
#### 1. Single-Walled Carbon Nanotube (SWNT)

Jenis karbon nanotube berdiameter antara 0,4 nm dan 2,5 nm dengan panjang beberapa micrometer sampai beberapa milimeter. Karbon nanotube jenis SWNT memiliki 3 jenis bentuk struktur yang berbeda antara lain: *armchair type*, *zig-zag type*, dan *helical type*.

Karbon nanotube jenis SWNT memiliki sifat-sifat yang lebih unggul daripada bentuk MWNT, namun untuk memperoleh karbon jenis ini tidaklah mudah. Karena diameternya yang sangat kecil, karbon jenis ini banyak diaplikasikan sebagai *hydrogen storage* untuk *fuel cell*.

#### 2. Multi-Walled Carbon Nanotube (MWNT)

Karbon nanotube jenis ini merupakan SWNT yang tersusun secara aksial konsentris dengan jarak antara SWNT yang satu dengan yang lainnya sebesar 0.34 nm (gambar 1b) . Jumlah lapisan yang terdapat MWNT bervariasi dari dua sampai beberapa puluh lapisan, sehingga memungkinkan diameter eksternalnya mencapai 100 nm. Meskipun harganya tidak semahal harga SWNT yaitu sebesar €15-50/kg MWNT, karbon nanotube jenis ini memiliki banyak aplikasi yang tak kalah dengan SWNT.



**Gambar 2. 2** (a) Single Walled Carbon Nanotube (b) Multi-Walled carbon Nanotube [Ijima, 2002]

### 2.3.2 Sifat fisik karbon nanotube

Karbon nanotube memiliki banyak sifat fisik yang unggul sehingga produk karbon nanotube banyak dimanfaatkan dalam dunia industri untuk digunakan dalam berbagai aplikasi.

Sifat-sifat yang dimiliki oleh karbon nanotube dan pemanfaatannya dalam bidang industri, antara lain :

§ Memiliki kekuatan mekanis yang besar.

Karbon nanotube jenis SWNT memiliki kekuatan tensil sebesar 50-100 GPa dan bilangan modulus Young sebesar sebesar 1-2 TPa [azonano]. Sedangkan karbon nanotube jenis MWNT, seperti yang dilaporkan Yu et al dalam jurnal yang ditulis oleh V.N Popov [popov], memiliki kekuatan tensile dan modulus Young masing-masing sebesar 11-63 GPa dan 270-950 Gpa

§ Memiliki konduktivitas elektronik yang besar.

Penambahan karbon nanotube dalam konsentrasi rendah ke bahan plastik dapat memberikan efek konduktivitas elektrik [azonano]. Hal ini memungkinkan pengerjaan *electrostatic painting* dalam proses pelapisan *sparepart* otomotif.

§ Memiliki ratio panjang terhadap diameter yang tinggi sehingga memungkinkan aplikasi karbon nanotube sebagai bahan komposit.

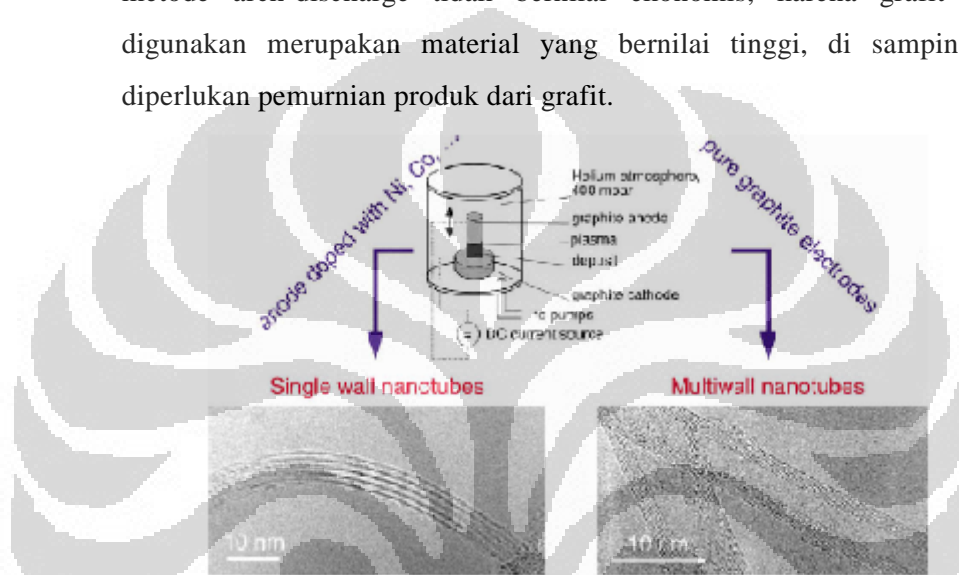
§ Karbon nanotube dapat digunakan sebagai pelapis anti-statis untuk mencegah bahaya sensitivitas komponen elektronik ketika sedang dalam penyimpanan dan proses perkapalan [azonano]

### 2.3.3 Sintesis Karbon Nanotube

Untuk memperoleh karbon nanotube baik SWNT maupun MWNT dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu :

### a. Arch-Discharge

Metode ini merupakan metode yang paling sederhana jika dibandingkan dengan metode yang lain. Prosesnya cukup singkat yaitu: mengalirkan arus listrik searah melewati elektrode grafit di dalam vesel yang berisi gas argon atau gas inert lainnya. Pada proses ini karbon nanotube tumbuh pada bagian elektrode negatif (anode). Meskipun kelihatannya sederhana, metode arch-discharge tidak bernilai ekonomis, karena grafit yang digunakan merupakan material yang bernilai tinggi, di samping itu diperlukan pemurnian produk dari grafit.

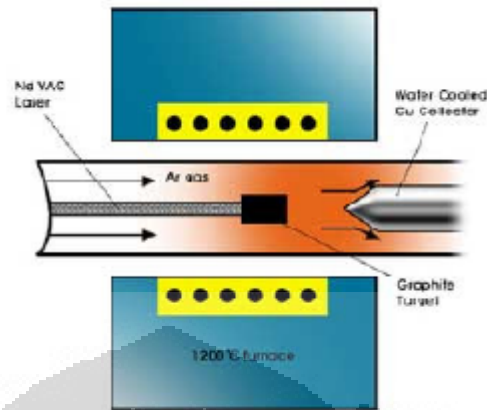


**Gambar 2. 3** Skema arch-discharge. Dua elektrode grafit digunakan untuk memproduksi arus listrik searah arch-discharge dalam atmosfer gas inert [Daenan, 2003]

Metode ini pertama kali dilakukan oleh Iijima pada tahun 1991. Dari hasil penelitiannya didapatkan karbon nanotube jenis MWNT untuk pertama kalinya, dengan ukuran diameter 4-30 nm dan panjang lebih dari satu mikrometer. MWNT yang didapatkan oleh Iijima ini terdiri dari 2-50 silinder yang tersusun secara aksial konsentris.

### b. Laser Ablation

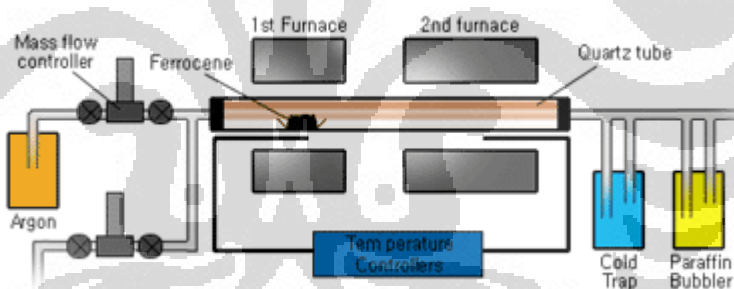
Metode ini diperkenalkan oleh Smalley dan rekan-rekannya pada tahun 1996 dan dihasilkan karbon nanotube jenis SWNT berdiameter 5-20 nm dalam bentuk *bundle*, dengan menggunakan metode laser ablation (penguapan) batang grafit dengan Ni dan Co pada suhu 1200°C.



**Gambar 2. 4** Skema Laser Ablation [Daenan, 2003]

**c. Chemical Vapor Deposition (CVD)**

Proses CVD merupakan reaksi dekomposisi katalitik hidrokarbon (biasanya asetilen atau etilen) di dalam reaktor berbentuk tube pada temperatur 550-750°C, yang diikuti pertumbuhan karbon nanotube di permukaan katalis pada sistem pendinginan.



**Gambar 2. 5** Skema proses CVD [Daenan, 2003]

**d. Dekomposisi Katalitik Metana**

Sintesis karbon nanotube dengan metode dekomposisi katalitik metana akan dijelaskan lebih detail pada sub-bab setelah ini. Reaksi dekomposisi metana merupakan proses sintesis karbon nanotube yang paling ekonomis di antara metode lainnya. Pada metode ini, material yang digunakan sebagai bahan baku harganya tidak terlampau tinggi dan proses pemurnian produknya cukup sederhana karena hanya memisahkan karbon nanotube yang terbentuk dari logam katalis tempat nanotube tersebut menempel. Sedangkan pada metode laser ablation dan arch-discharge

diperlukan proses pemurnian yang kompleks, karena struktur grafit dan karbon nanotube yang terbentuk memiliki kesamaan sifat sehingga seringkali produk nanotube yang dihasilkan ikut terbuang dengan grafit.

#### 2.3.4 Aplikasi Karbon Nanotube

CNT banyak diaplikasikan karena sifat-sifatnya yang unik, antara lain:

##### a. Penyimpan Energi

Bahan-bahan yang mengandung karbon biasanya digunakan sebagai electrode pada *fuel cell*, baterai, dan aplikasi elektrokimia yang lainnya. Pada *fuel cell*, efisiensinya ditentukan oleh laju perpindahan elektron pada elektroda karbon. Efisiensi yang tinggi ditemukan dengan menggunakan CNT, dimana CNT memiliki ukuran yang kecil, topologi permukaan yang halus dan hampir sempurna [Daenan, 2003]. Sebagai penyimpan energi, CNT diaplikasikan sebagai penyimpan hidrogen dan superkapasitor.

- Penyimpan hidrogen

CNT diprediksi dapat menyimpan cairan atau gas pada bagian dalamnya melalui efek kapiler, karena bentuknya yang berupa silinder kosong dan ukuran diameter yang berskala nanometer. Oleh karena itu, CNT dapat digunakan sebagai penyimpan hidrogen. Hidrogen dapat diabsorb dengan dua cara, yaitu dengan *chemisorptions*, dimana molekul  $H_2$  berdisosiasi dan hidrogen disimpan dalam bentuk atom, dan dengan *physisorption*, dimana hidrogen disimpan dalam bentuk molekul. CNT yang berkualitas baik sebagai penyimpan hidrogen adalah karbon nanotubes yang *single-walls* (diameternya kecil), panjang, dan seragam [Grujicic, 2002].

- Superkapasitor

Superkapasitor berpotensi untuk digunakan pada peralatan elektronik, karena kapasitansinya yang tinggi. Kapasitor adalah komponen listrik yang digunakan untuk menyimpan muatan listrik, dan secara sederhana terdiri dari dua elektroda yang dipisahkan oleh suatu penyekat (dielektrik). Dalam pemakaiannya, salah satu elektroda diberi muatan positif dan elektroda lainnya diberi muatan negatif yang besarnya sama. Antara kedua elektroda ini muncul medan listrik yang berarah dari positif ke elektroda yang bermuatan negatif. Kemampuan kapasitor dalam menyimpan muatan

listrik atau kapasitansi tergantung geometri kapasitor, yaitu jarak pisah antarelektroda, luas elektroda, dan permitivitas bahan penyekat.

Pada elektroda nanotubes, kapasitansi yang sangat besar timbul karena jarak pisah antarelektroda berskala nanometer, dan luas permukaan nanotubes yang besar. Oleh karena itu, muatan dalam jumlah besar dapat diberikan pada elektroda, dengan hanya membutuhkan voltase (beda potensial) listrik yang kecil. Oleh karena itu, CNT dapat digunakan sebagai superkapasitor.

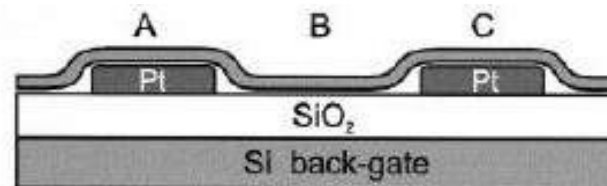
#### b. Peralatan Elektronik

- *Field emitting devices*

Pada medan listrik tinggi, elektron dapat terekstraksi dari suatu padatan. Arus emisi ini tergantung pada kekuatan medan listrik pada permukaan teremisi dan pada jumlah energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron ke keadaan vakum. Diperlukan medan listrik yang tinggi agar dapat mengeksitasi suatu elektron. *Emitter* yang ideal adalah yang mempunyai diameter berukuran nanometer, berstruktur utuh, konduktivitas listrik tinggi, dan stabilitas kimia yang baik. Dan karbon nanotubes memiliki semua karakteristik ini. Penggunaan karbon nanotubes dalam *field emitting device* adalah untuk *flat panel display*, tabung gas *discharge* pada jaringan telekomunikasi, *electron guns* untuk mikroskop elektron.

- Transistor

Transistor dapat dibuat dari satu buah SWNT. Hanya dengan menghubungkan dengan elektroda-elektroda yang beda potensialnya tinggi, CNT dapat berubah fungsinya dari sebagai konduktor menjadi insulator.



**Gambar 2. 6** Skema transistor CNT [Daenan, 2003 ]

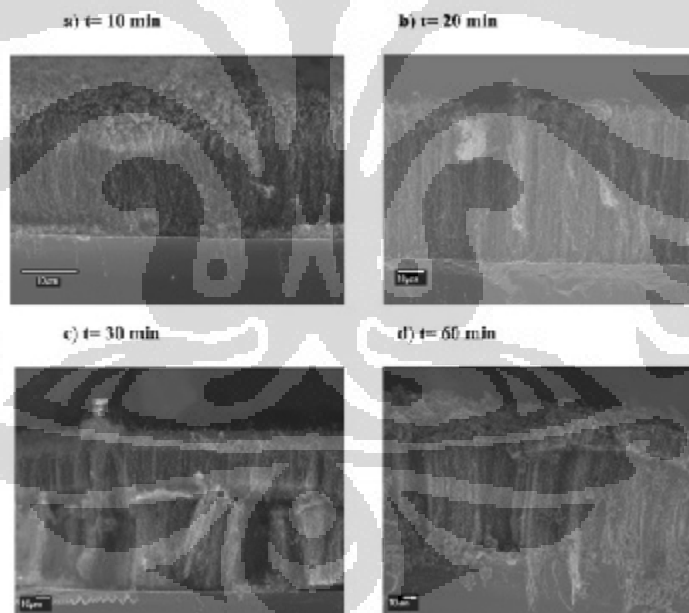


### c. *Nanoprobes and Sensor*

CNT dapat pula digunakan sebagai *scanning probe instruments*, seperti pada STM dan AFM karena karakteristiknya yang fleksibel. Penggunaan CNT akan meningkatkan resolusi instrumen dibandingkan dengan penggunaan Si atau ujung logam. Namun, vibrasi CNT cukup mengganggu resolusi instrumen. Vibrasi ini akan semakin besar, apabila CNT semakin panjang. Oleh karena itu, untuk mengatasinya dibutuhkan CNT yang pendek.

### 2.3.5 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kualitas Karbon Nanotube

Pengaruh waktu terhadap kualitas karbon nanotube telah diamati oleh Wang et.al dalam produksi karbon nanotube terstruktur dengan metode CVD. Berdasarkan hasil foto SEM, didapatkan bahwa waktu reaksi 20 menit memberikan hasil karbon nanotube yang terbaik, dibandingkan dengan reaksi yang lebih lama.



Gambar 2. 7 Foto SEM Produk Karbon Nanotube dengan variasi waktu [Wang, 2007]

### 2.3.6 Pemurnian Karbon Nanotube

Pemurnian merupakan *post treatment* dari karbon nanotube setelah disintesis dengan berbagai metode. Setelah diproduksi, karbon nanotube masih mengandung berbagai macam pengotor yang pada aplikasinya akan mengurangi performa dari karbon nanotube itu sendiri karena untuk memaksimalkan fungsi

karbon nanotube menjadi berbagai material diperlukan karbon nanotube dengan kemurnian yang tinggi. Oleh karena itu dibutuhkan suatu metode yang tepat dalam menghilangkan berbagai macam pengotor yang terdapat dalam produk karbon nanotube.

Pemurnian karbon nanotube adalah tahapan yang cukup penting dan harus dipertimbangkan dengan cermat karena harus dipilih metode yang paling tepat untuk mendapatkan yield karbon dengan kemurnian tinggi tanpa merusak struktur dan sifat-sifat yang diinginkan dari karbon nanotube tersebut.

### **2.3.7 Metode Dasar Pemurnian Karbon Nanotube**

Beberapa teknik dasar pemurnian karbon nanotube adalah oksidasi, perlakuan dengan asam, annealing, ultrasonikasi, mikrofiltrasi, pemutusan ikatan, fungsionalisasi dan teknik kromatografi.

#### **a. Oksidasi**

Oksidasi karbon nanotube adalah cara yang baik untuk menghilangkan pengotor karbon atau untuk membersihkan permukaan logam [Goto, 2002]. Namun, pada perlakuan oksidasi ini tidak hanya pengotor yang dioksidasi, tetapi juga karbon nanotube yang dihasilkan walaupun jumlahnya tidak terlalu banyak dibandingkan pengotor yang teroksidasi. Hal ini disebabkan karena struktur pengotor lebih terbuka. Alasan lain mengapa oksidasi sering dipilih untuk pemurnian adalah biasanya karbon pengotor menempel pada logam katalis sehingga metode ini dapat juga menjadi pengoksidasi logam katalis.

Banyak faktor yang mempengaruhi teknik ini seperti kandungan logam, waktu oksidasi, lingkungan, zat pengoksidasi dan juga suhu karena pada suhu yang tinggi karbon juga dapat teroksidasi walaupun tanpa katalis.

#### **b. Perlakuan dengan Asam**

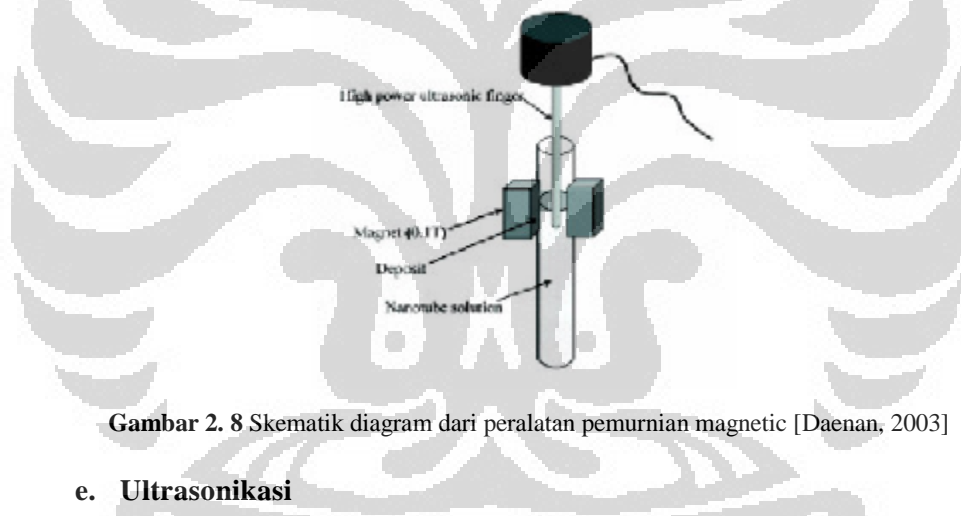
Secara umum, asam dapat melarutkan logam katalis. Tetapi sebelum dihilangkan dengan asam, permukaan logam harus terlebih dahulu dibersihkan dari karbon pengotor secara oksidasi ataupun sonikasi. Kemudian logam katalis dilarutkan dalam asam dan karbon nanotube akan mengendap membentuk fasa tersuspensi. Ketika digunakan larutan  $\text{HNO}_3$ , asam hanya memberikan efek terhadap logam katalis dan tidak memberikan efek kepada karbon nanotube dan partikel pengotor karbon lainnya.

### c. Annealing

Pada suhu yang tinggi (873 – 1873 K) nanotube akan mengalami penataulangan struktur di mana karbon grafit dan fullerenes akan terpirolisis [Borowiak-Palen, 2002]. Selain itu juga dapat melelehkan logam katalis sehingga logam tersebut akan dapat dihilangkan dari karbon nanotube.

### d. Pemisahan Magnetik

Pada metode ini, partikel ferromagnetik dihilangkan secara mekanik dari grafit bagian luar. Suspensi karbon nanotube dicampurkan dengan nanopartikel inorganik (biasanya  $ZrO_2$  atau  $CaCO_3$ ) di bejana ultrasonik untuk menghilangkan partikel ferromagnetik. Lalu, partikel akan terperangkap di kutub magnetik dan setelah itu, karbon nanotube mengalami pelakuan kimia untuk menghasilkan karbon nanotube dengan kemurnian tinggi.



Gambar 2. 8 Skematik diagram dari peralatan pemurnian magnetic [Daenan, 2003]

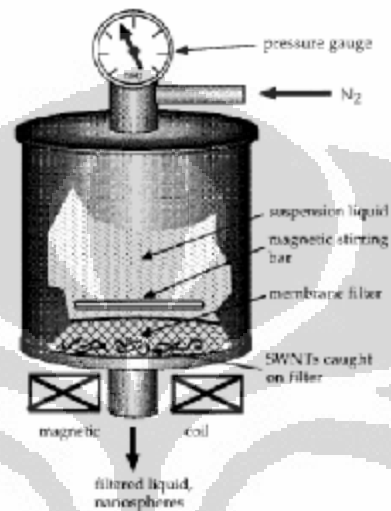
### e. Ultrasonikasi

Teknik ini adalah teknik pemisahan dengan menggunakan getaran ultrasonik. Nanopartikel akan dipaksa untuk bergetar sehingga menjadi lebih terdispersi. Pemisahan partikel sangat bergantung kepada surfaktan, pelarut, dan reagen yang digunakan.

Pelarut akan mempengaruhi kestabilan karbon nanotube yang terdispersi di dalam system [Hou, 2002]. Ketika asam digunakan, kemurnian karbon nanotube dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Ketika nanotube disonikasi di dalam asam dalam waktu singkat, hanya logam yang akan terlarutkan, tetapi semakin lama waktu sonikasi, karbon nanotube juga akan terlarutkan secara kimia.

#### f. Mikrofiltrasi

Metode mikrofiltrasi adalah teknik pemisahan yang didasarkan adanya perbedaan partikel. SWNT dan karbon nanopartikel akan terperangkap di filter. Nanopartikel lain seperti logam katalis, *fullerenes* dan karbon nanopartikel tidak akan tersaring dan akan melewati filter.



Gambar 2. 9 Skematik Diagram Sel Mikrofiltrasi [Bandow, 1997]

Salah satu cara untuk memisahkan *fullerenes* dari SWNT dengan mikrofiltrasi adalah dengan cara melarutkan SWNT di dalam larutan  $CS_2$ . Partikel yang tidak dapat larut di dalam larutan  $CS_2$  akan terperangkap di dalam filter. Sedangkan *fullerenes* dan karbon amorf akan terlarut dan melewati filter.

#### g. Pemutusan Ikatan

Proses pemurnian dapat dilakukan secara kimia, mekanis, maupun kombinasi keduanya. Pemutusan ikatan secara kimia dapat dilakukan dengan cara mengontakkan sampel, contohnya adalah proses pemotongan dengan fluor [Gu, 2002]. Kemudian karbon yang terfluorinasi akan dipirolisis dalam bentuk  $CF_4$  atau  $COF_2$  sehingga akan terpisah dari karbon nanotube yang telah terputus ikatannya.

Pemutusan ikatan secara mekanis dapat dilakukan dengan *milling*. Ikatan karbon akan terputus karena adanya friksi yang tinggi antara partikel nano dan karbon nanotube akan terdispersi. Kombinasi dari pemutusan ikatan secara kimia dan mekanis adalah dengan cara ultrasonik yang dapat memutuskan ikatan karbon

dengan menggunakan asam. Getaran dari ultrasonik akan memberikan energi yang cukup kepada karbon untuk meninggalkan permukaan katalis.

#### **h. Fungsionalisasi**

Fungsionalisasi adalah metode yang membuat karbon nanotube menjadi lebih larut dibandingkan dengan pengotor dengan cara menambahkan senyawa lain ke karbon nanotube sehingga dengan mudah dapat dipisahkan melalui filtrasi [Niyogi, 2001].

#### **i. Kromatografi**

Teknik ini digunakan terutama untuk memisahkan sejumlah kecil karbon nanotube dengan distribusi panjang dan diameter yang kecil. Karbon nanotube akan lewat keluar kolom kromatografi yang menggunakan membrane poros. Metode ini membutuhkan selektivitas pori untuk pemisahan yang akurat karena jika karbon nanotube berada dalam ukuran yang berbeda, maka proses separasi berjalan dengan kurang baik. Untuk mengatasi masalah ini diperlukan ultrasonikasi yang dapat mendispersikan padatan menjadi molekul yang lebih homogen.

**Tabel 2. 1** Resume Metode Pemurnian Karbon Nanotube yang Telah Diaplikasikan

No	Penulis	Tahun	Deskripsi	Hasil	Waktu Purifikasi
1	F.Li, et.al	2000	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Metode pelarutan karbon nanotube dalam benzena</li> <li>- Menggunakan teknik ultrasonikasi</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kemurnian karbon hingga 96%</li> </ul>	Oksidasi 1 minggu Ultrasonikasi 1 jam
2	Pengxiang Hou, et.al	2001	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Menggunakan oksidasi dengan udara</li> <li>- Menggunakan pelarut HCl</li> <li>- Pengeringan dengan oven</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Hampir tidak ditemukan pengotor dari logam maupun karbon</li> </ul>	Oksidasi 40 menit Pengeringan 8 jam
3	K.L Strong et.al	2003	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Oksidasi Termal menggunakan oven</li> <li>- Menggunakan asam HCl dan Soxhlet Extractor</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kemurnian karbon sekitar 96,3%</li> </ul>	Oksidasi 12 jam
4	Ko, Chu-Jung et.al	2004	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Menggunakan pelarut dan pemanasan menggunakan microwave</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Waktu pemurnian lebih cepat</li> </ul>	Pemanasan 30 menit
5	Ko, Fu-Hsiang	2005	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Menggunakan pelarut di dalam <i>vessel</i> dan pemanasan microwave</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Waktu pemurnian lebih cepat</li> </ul>	Pemanasan 30 menit
6	Hong, Kong Bee, et.al	2006	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Menggunakan oksidasi termal dengan furnace selama 1 jam</li> <li>- Pengeringan menggunakan oven</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kemurnian karbon sekitar 99%</li> </ul>	Oksidasi 1 jam Pengeringan 8 jam
7	S. Porro et.al	2007	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Membandingkan keefektifan antara penggunaan solvent <math>\text{HSO}_3\text{Cl}</math>, campuran <math>\text{HNO}_3</math>:<math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> dan NaOH</li> <li>- Pengadukan dengan stirrer</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Treatment dengan asam lebih baik, dari segi yield, dan kondisi operasi yang dibutuhkan</li> </ul>	Pengadukan 5 jam

Berdasarkan tabel resume metode pemurnian yang telah dilakukan dapat dianalisis bahwa pemurnian karbon nanotube cukup efektif dalam menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada karbon nanotube. Namun, masih terdapat kekurangan dari segi efisiensi waktu pemurnian yang masih memerlukan waktu lama. Proses pemurnian yang lama dapat berefek pada biaya operasi yang tinggi, pemborosan energi, dan kerusakan pada karbon nanotube yang dimurnikan sehingga diperlukan adanya suatu metode pemurnian yang efektif dan dapat dilakukan secara cepat.

#### 2.4 Metode Pengadukan Ultrasonik

Dalam reaksi kimia, panas dan cahaya memberikan masukan energi bagi reaksi. Begitu pula dengan energi suara, juga dapat memberikan efek bagi reaksi kimia. Suara merambat melalui gelombang mekanik. Frekuensi gelombang yang masih dapat didengar oleh telinga kita adalah antara 1 Hz hingga 16 kHz. Gelombang suara yang frekuensinya di atas 16 kHz, disebut dengan ultrasonik.

Suara memiliki energi yang dapat diaplikasikan pada sistem kimia. Energi pada gelombang dapat dirumuskan sebagai berikut [Chang, 1994]:

$$E = 2\pi^2 f^2 A^2 \mu vt \quad (2.1)$$

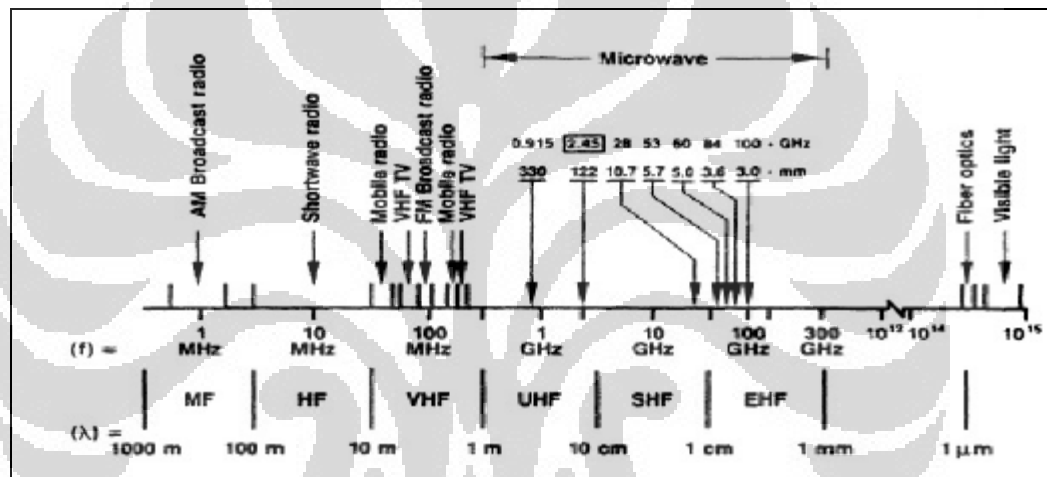
Dimana:  $E$  = Energi gelombang  
 $f$  = Frekuensi gelombang  
 $A$  = Amplitude gelombang  
 $\mu$  = Massa per satuan panjang dan medium yang dilewati  
 $v$  = Cepat rambat gelombang  
 $t$  = Waktu yang diperlukan untuk merambat

Ultrasonikasi dengan intensitas tinggi dapat mengeksitasi dan memberikan efek yang besar. Pada tekanan dan suhu yang cukup tinggi dapat membuat kondisi yang ekstrim untuk reaksi kimia yang meningkatkan reaktivitas komponen. Gelombang kejut yang dihasilkan oleh gelombang suara dapat memperbesar tumbukan berkecepatan tinggi diantara partikel padatan yang tersuspensi yang

mengakibatkan terbentuknya butiran individual yang lebih kecil. Selain itu, ultrasonikasi juga bisa mengagglomerasikan partikel.

## 2.5 Metode Pemanasan *Microwave*

Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 1 mm sampai dengan 1 m, atau memiliki frekuensi antara 300 megahertz dan 300 gigahertz [Letellier dan Budzinski,1999]. Pengaplikasian iradiasi gelombang mikro untuk reaksi kimia memiliki prinsip sebagai sumber energi dengan frekuensi tinggi yang menghasilkan panas [Loupy, 2006]. Panas tersebut dapat dihasilkan untuk memanaskan apapun yang mengandung sumber elektrik yang tidak seimbang.



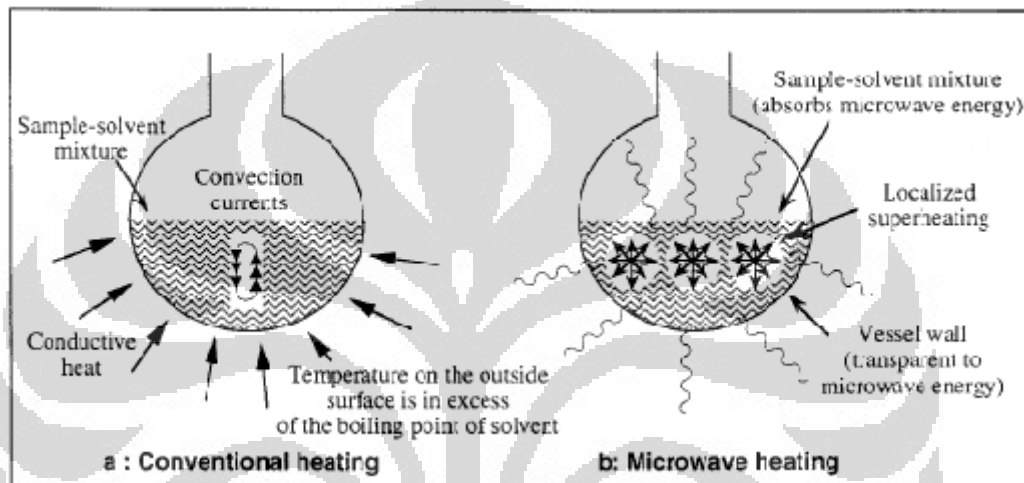
**Gambar 2. 10** Spektrum elektromagnetik dan frekuensi yang digunakan dalam proses gelombang mikro [Stein,1998]

Gelombang mikro dengan panjang gelombang 1-25 cm secara luas digunakan untuk radar dan telekomunikasi [Stein,1998]. Sedangkan, gelombang mikro dengan frekuensi 2.450 MHz atau setara dengan panjang gelombang 12,2 cm digunakan sebagai oven gelombang mikro. Pada frekuensi tersebut gelombang mikro memiliki energi sebesar 0,23 cal/mol (0,94 J/mol) [Letellier dan Budzinski,1999].

Dalam ilmu pengetahuan modern, gelombang mikro memiliki dua tujuan utama yaitu komunikasi dan sebagai garis vektor energi. Aplikasi selanjutnya gelombang mikro langsung berinteraksi dengan material yang memiliki kemampuan untuk mengubah energi elektromagnetik yang diserapnya menjadi energi panas. Gelombang mikro terbentuk dari dua bidang tegak lurus yang



berosilasi, misalnya bidang dan medan magnet elektrik yang menimbulkan pemanasan [Mandal, dkk, 2007]. Tidak seperti pemanasan konvensional yang bergantung pada peristiwa konduksi-konveksi yang sebagian besar energinya berpindah ke lingkungan, sedangkan pemanasan dengan gelombang mikro terjadi pada target dan selektif. Oleh karena itu, tidak ada panas yang berpindah ke lingkungan ketika pemanasan dengan gelombang mikro terjadi dalam sistem tertutup.



**Gambar 2. 11** Perbedaan antara (a) pemanasan konvensional dan (b) pemanasan dengan gelombang mikro [Letellier dan Budzinski, 1999]

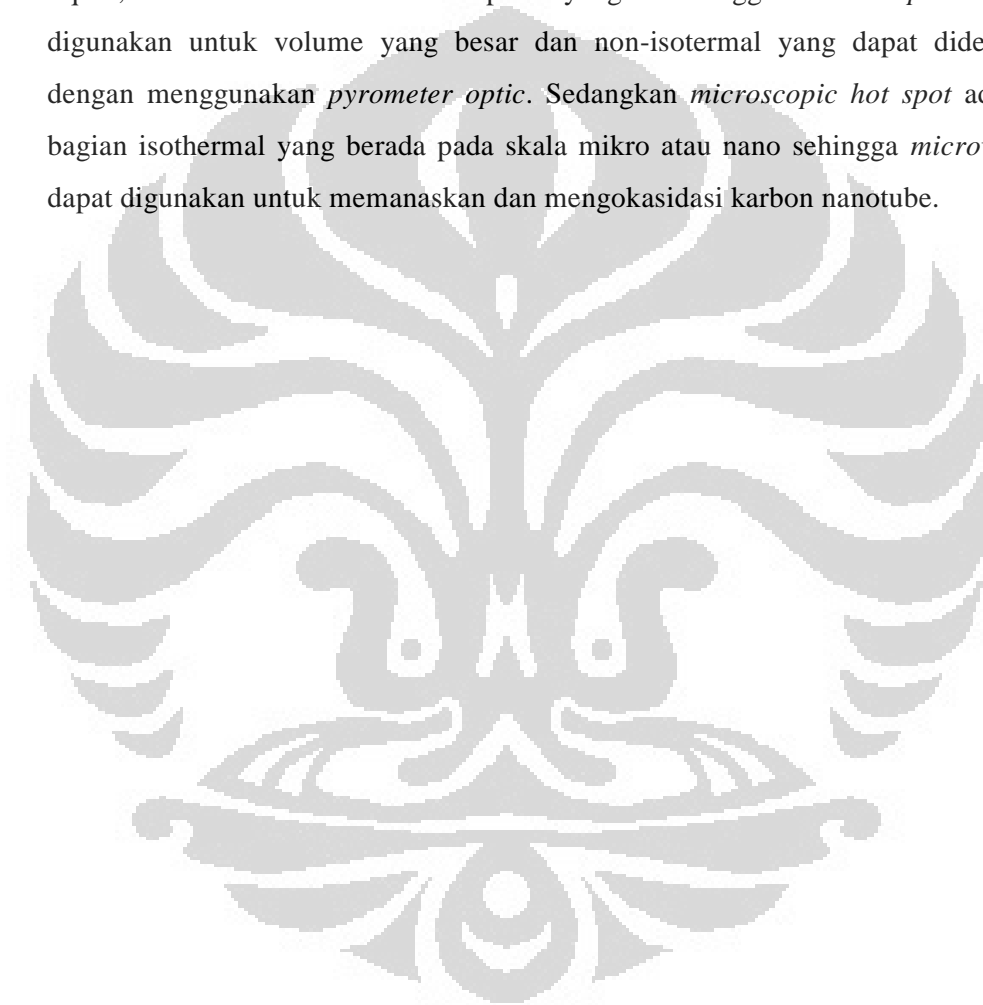
Pemanasan secara konvensional biasanya menggunakan furnace ataupun bejana pemanas yang akan memanaskan dinding reactor secara konveksi dan konduksi. Pemanasan dengan *microwave* mampu untuk memanaskan komponen tanpa memanaskan keseluruhan furnace atau bejana yang dapat menghemat waktu dan energi. Selain itu *microwave* juga dapat memanaskan benda yang tipis melalui volumenya yang secara teori akan menghasilkan pemanasan yang lebih merata.

Pemanasan dengan menggunakan *microwave* akan memberikan lebih banyak keuntungan, diantaranya percepatan laju reaksi, kondisi operasi yang lebih halus, yield yang lebih tinggi, energi yang digunakan lebih sedikit dan selektivitas yang berbeda sesuai dengan reaksinya.

Sistem yang heterogen bisa bersifat anisotropik yang dapat menghasilkan pemanasan yang tidak merata oleh *microwave* untuk tiap bagian sistem. Ketidakmerataan energi panas ini memungkinkan terjadinya pemanasan selektif dari suatu material dan memberikan suatu gradien temperatur diantaranya.

Adanya perbedaan tersebut menyebabkan terdapat bagian yang lebih panas (*hot spot*) dibanding dengan bagian lain.

Banyak paper mengenai *microwave* dari bidang kimia yang menyatakan adanya kemungkinan eksitasi dari suatu molekul atau suatu gugus fungsional diantara molekul. Osilasi dari radiasi akan tersampaikan secara instan lewat tumbukan dengan molekul materi. Proses dengan fasa solid berbeda dengan liquid, di mana dibutuhkan transfer panas yang lebih tinggi. *Macroscopic hotspot* digunakan untuk volume yang besar dan non-isothermal yang dapat dideteksi dengan menggunakan *pyrometer optic*. Sedangkan *microscopic hot spot* adalah bagian isothermal yang berada pada skala mikro atau nano sehingga *microwave* dapat digunakan untuk memanaskan dan mengoksidasi karbon nanotube.



## BAB III

### METODE PENELITIAN

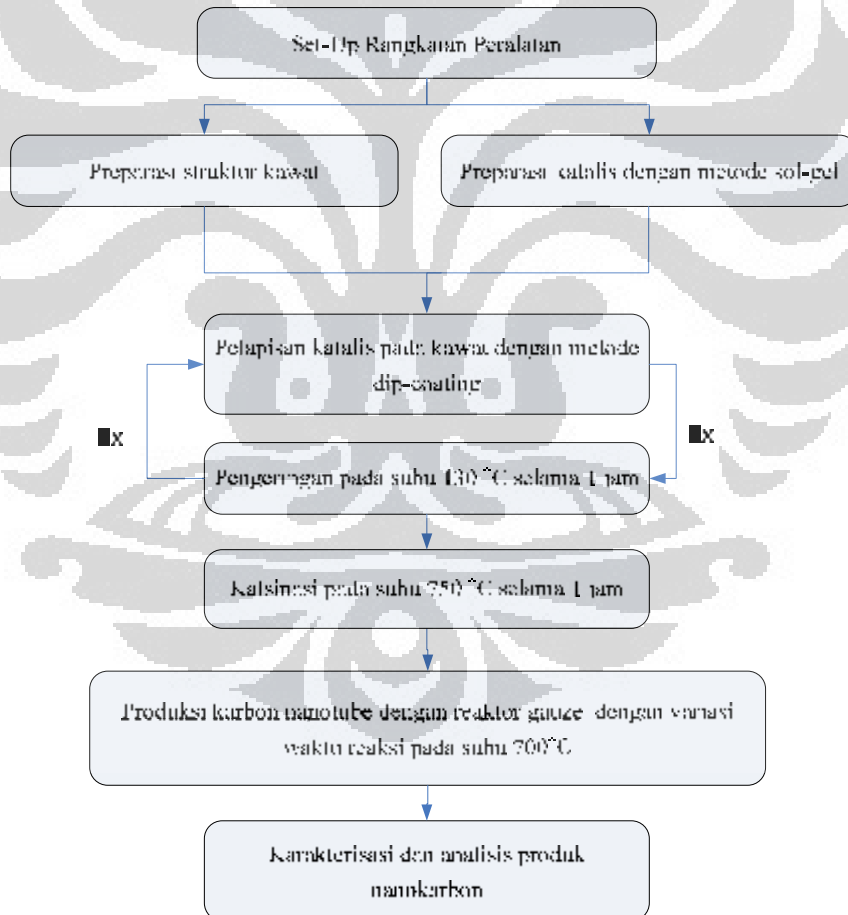
#### 3.1 Tahap Penelitian

Prosedur penelitian pemurnian karbon nanotube ini meliputi 2 tahap, yaitu:

1. Produksi karbon nanotube dengan reaktor *gauze* dengan variasi waktu
2. Pemurnian karbon nanotube dengan menggunakan pemanasan *microwave* dan pengadukan ultrasonik

##### 3.1.1 Produksi karbon nanotube dengan variasi waktu reaksi

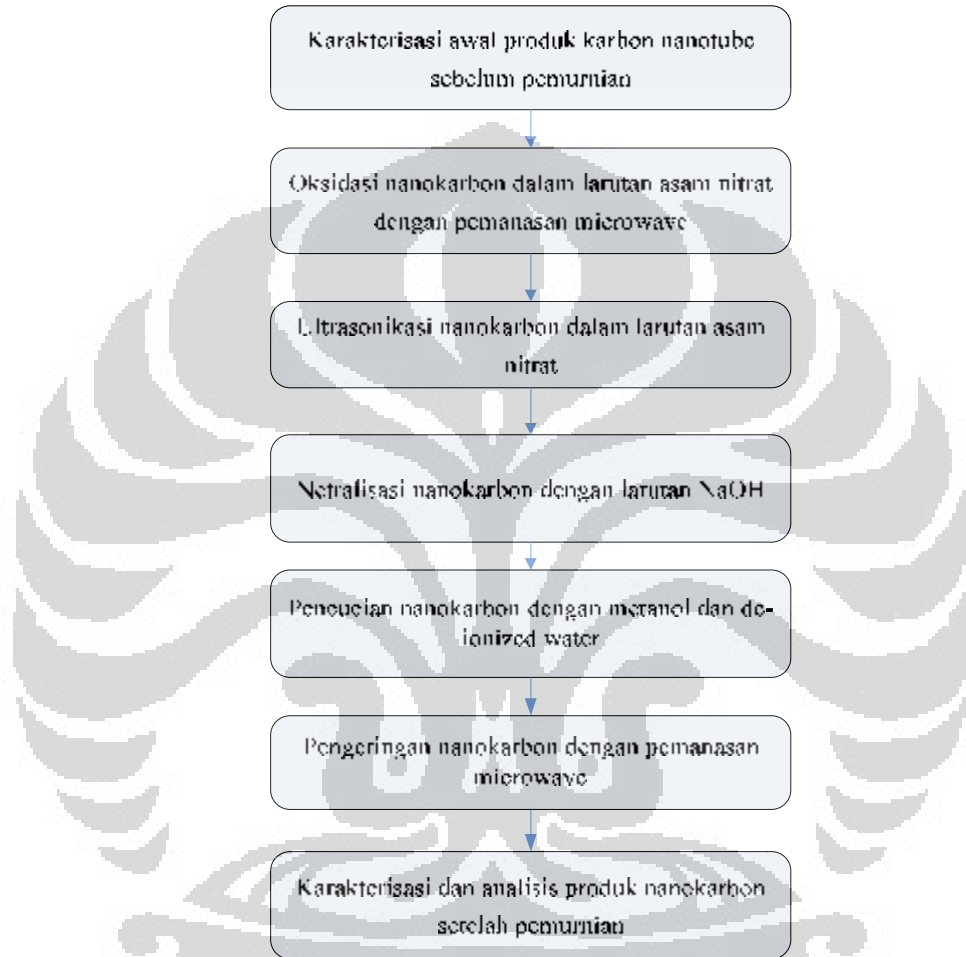
Penelitian untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap kualitas karbon nanotube yang dihasilkan dilakukan sesuai dengan Gambar 3.1 berikut.



**Gambar 3. 1** Diagram Produksi Nanokarbon dengan Reaktor Gauze

### 3.1.2 Pemurnian produk karbon nanotube dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik

Penelitian untuk memurnikan karbon nanotube dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3. 2 Diagram Pemurnian Nanokarbon dengan Pemanasan Microwave dan Pengadukan Ultrasonik

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan selama penelitian adalah sebagai berikut:

- Microwave Oven
- Beaker Glass
- Gelas ukur
- Spatula

- Botol aquades
- Waterbath dan stirrer
- Timbangan
- Cawan keramik
- Stop watch
- Magnetic stirrer
- Tabung kuarsa
- Tube furnace
- Termometer
- Kondenser
- Pipet Ukur
- Ultrasonikasi Cole Parmer
- Cawan Arloji
- Kertas Saring
- Spektroskopi Raman
- GC (Gas Chromatography)
- TEM (Transmission Electron Microscopy)
- Raman Spektra

### 3.2.2 Bahan

Bahan-Bahan yang digunakan selama penelitian ini adalah sebagai berikut:

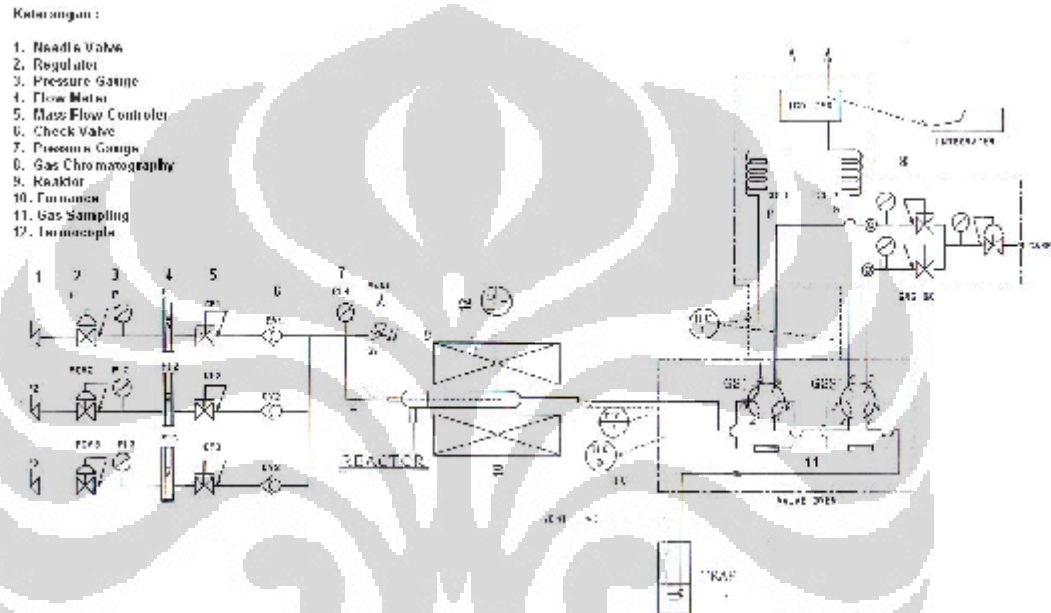
- Nickel nitrate hexahydrate, Merck
- Aluminium nitrate nonahydrate, Merck
- Copper nitrate hexahydrate, Merck
- Citric Acid, Merck
- Kawat stainless steel (bentuk wire mesh)
- Gas metana
- Deionized water.
- Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 2 Molar, Merck
- Metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) 2 Molar, Merck
- Natrium Oksida 2 Molar ( $\text{NaOH}$ ), Merck
- Aseton

### 3.3 Penjelasan Tahap Penelitian

#### 3.3.1 Produksi nanokarbon dengan reaktor gauze

##### Set-Up Rangkaian Peralatan

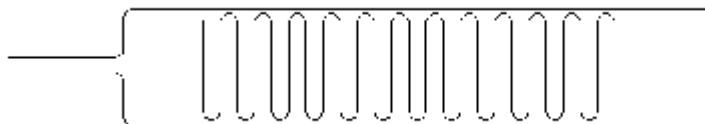
Merangkai peralatan yang akan dipakai dan menyambung peralatan tersebut, yaitu Tabung gas, mass flow meter, mass flow controller, reaktor, Gas Kromatografi, aliran ke bubble soap dan aliran ke vent.



Gambar 3. 3 Rangkaian Peralatan

##### Pembentukan Struktur Kawat

1. Memotong wiremesh yang akan dipakai dengan lebar dengan lebar dan panjang yang sesuai dengan diameter dan panjang reaktor.
2. Melekkukkan wiremesh yang sudah dipotong dengan struktur seperti pada gambar berikut.



Gambar 3. 4 Reaktor dan katalis terstruktur tampak samping

### Preparasi Katalis

Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis Ni/Cu/Al yang dipreparasi dengan metode sol-gel sebagai berikut:

1. Seluruh logam nitrat yang terdiri dari 130,87 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 36,24 gram  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , dan 56,27 gram  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan ke dalam *deionized water* sebanyak 250 mL.
2. Asam sitrat sebanyak 157,61 gram ditambahkan ke dalam larutan tersebut.
3. Larutan diaduk selama 2 jam pada temperatur 80 °C hingga membentuk larutan berbentuk sol yang sangat viskos

### Pelapisan Katalis

1. Wiremesh (substrat) yang telah dibentuk direndam di dalam aseton untuk menghilangkan pengotornya, lalu dicuci dengan air untuk membilas aseton yang masih menempel di permukaan kawat.
2. Substrat dikeringkan dan direndam dalam larutan katalis sol-gel selama 30 menit.
3. Substrat diangkat dengan kecepatan tertentu lalu dikeringkan di dalam furnace pada temperatur 130 °C selama 1 jam.
4. Substrat direndam dan dikeringkan kembali agar loading katalis yang melekat pada kawat lebih besar.
5. Substrat dikalsinasi pada temperatur 700 °C selama 1 jam.

### Produksi Nanokarbon dengan variasi waktu reaksi

Produksi dilakukan pada suhu 700°C. Selain itu, dilakukan variasi waktu reaksi untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi dengan kualitas produk nanokarbon yang dihasilkan. Adapun tahapannya sebagai berikut:

1. Menimbang berat wiremesh yang telah dilapisi katalis.
2. Memasukkan katalis terstruktur dalam reaktor
3. Mengeset temperatur reaksi pada 700°C.
4. Mengalirkan umpan metana pada suhu atmosferik, dengan laju alir 600 ml/menit.
5. Mengeset waktu reaksi selama 20, 30, 40 50, 60 dan 240 menit
6. Mengambil data laju alir produk, komposisi gas produk setiap periode tertentu sampai reaksi harus dihentikan.

7. Menimbang berat wiremesh setelah produksi
8. Menghitung berat nanotube karbon yang telah terbentuk dan menempel pada katalis terstruktur.
9. Mengolah data untuk menghitung parameter kinerja produksi, yaitu konversi metana, kemurnian hydrogen, dan yield karbon.

Konversi metana didefinisikan sebagai persentase metana yang bereaksi terhadap metana yang dimasukkan ke reaktor.

$$\text{Konversi}_{CH_4} = \frac{([CH_4]_{in}) - ([CH_4]_{out})}{[CH_4]_{in}} \times 100\% \quad (3.1)$$

Sementara itu definisi yield dan selektivitas untuk hidrogen dan nanokarbon dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

$$\text{Kemurnian } H_2 = \frac{[H_2]_{produk}}{\text{total produk}} \times 100\% \quad (3.2)$$

$$\text{Yield } C = \frac{\text{massa karbon yang dihasilkan}}{\text{massa katalis}} \times 100\% \quad (3.3)$$

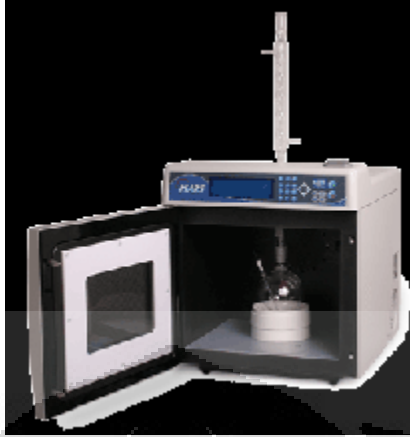
### 3.3.2 Pemurnian produk nanokarbon dengan pemanasan microwave dan pengadukan ultrasonik

#### Pemanasan karbon nanotube dengan microwave dan larutan asam nitrat

Proses pemanasan dilakukan dengan menggunakan microwave yang dimodifikasi dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Memasukkan sampel nanotube sebanyak 100 miligram ke dalam *beaker glass*.
2. Melarutkan sampel dengan asam nitrat 1 M sebanyak 60 ml.
3. Memasukkan campuran sampel dan asam ke dalam *microwave* kemudian memvariasikan waktu pemanasan selama 10 dan 20 menit.





Gambar 3. 5 Peralatan Microwave [CEM Corp., 2009]

### **Pengadukan Ultrasonik**

Proses pengadukan dengan menggunakan ultrasonikasi dilakukan dengan ultrasonikasi cleaner tipe Cole-Parmer, dengan tahapan sebagai berikut:

1. Campuran karbon nanotube dan asam yang telah dipanaskan kemudian diultrasonikasi dengan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit untuk waktu pemanasan 10 dan 20 menit.
2. Memisahkan karbon nanotube dan asam dengan menggunakan kertas saring sehingga didapatkan produk karbon nanotube yang terpisah dari larutan asam.

### **Netralisasi dan Pencucian Karbon Nanotube**

1. Melarutkan karbon nanotube dengan 20 ml NaOH 1 M sampai membentuk suspensi untuk melarutkan asam yang masih tertinggal di dalam karbon nanotube.
2. Menyaring suspensi dengan kertas saring untuk memisahkan padatan karbon dengan larutan NaOH
3. Mencuci karbon nanotube dengan 50 ml methanol dan air deionisasi sebanyak 100 ml untuk menetralkan karbon nanotube dari logam, asam, maupun basa yang telah dicampurkan sebelumnya.

### **Pengeringan Nanokarbon**

Pengeringan karbon nanotube dengan menggunakan oven selama 20 menit pada suhu 130°C untuk menguapkan kandungan air dan pelarut yang telah

digunakan pada proses pemurnian sehingga didapatkan padatan karbon nanotube kering.

### **Karakterisasi Nanokarbon Setelah Pemurnian**

Karakterisasi produk nanotube karbon diperlukan untuk mengetahui jenis karbon nanotube yang dihasilkan dan sifatnya seperti kristalinitas dan diameter karbon nanotube tersebut. Karakterisasi yang dilakukan adalah dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

#### 1. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi karbon nanotube sebelum dan sesudah dimurnikan.

#### 2. *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

Karakterisasi dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) juga bertujuan untuk mengetahui morfologi karbon nanotube sebelum dan sesudah dimurnikan. Karakterisasi dengan TEM lebih baik daripada SEM karena menghasilkan gambar dengan perbesaran yang lebih besar dan lebih terang, sehingga dapat diketahui jenis karbon nanotube yang dihasilkan, seperti *single wall* atau *multi wall*, atau jenis lainnya.

#### 3. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi XRD diperlukan untuk mengetahui kristalinitas karbon nanotube yang dihasilkan, selain itu juga dapat mendeteksi adanya kristal lain selain karbon nanotube, seperti pengotor logam maupun karbon amorf. Karakterisasi XRD dapat digunakan untuk mengetahui efektivitas pemurnian karbon nanotube yang telah dilakukan.

Perhitungan ukuran Kristal dengan menggunakan rumus Scherer

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.4)$$

dimana:  $L$  = ukuran kristal

$\lambda$  = panjang gelombang radiasi sinar X (Co  $K\alpha$  = 0.178896 nm)

$K$  = 0.89

$\beta$  = lebar setengah tinggi *peak* tertinggi (rad)

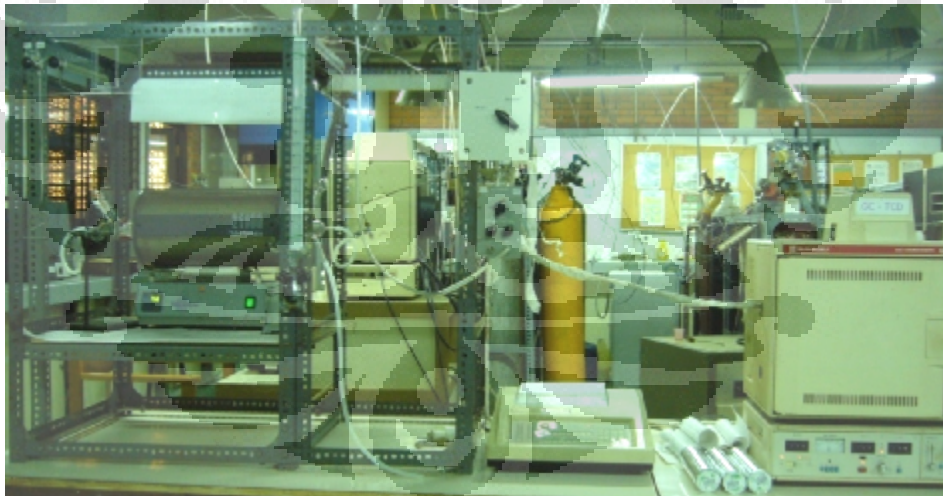
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Produksi Karbon Nanotube dengan Reaktor Gauze

Produksi karbon nanotube dilakukan dengan menggunakan reaktor katalis struktur yang telah didesain pada penelitian sebelumnya dengan luas area kawat yang dipakai untuk internal reaktor adalah  $324,44 \text{ cm}^2$ . Rangkaian peralatan yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 4.1. Tabung gas dengan valve induk dan pressure regulator disambungkan dengan flowmeter dan mass flow controller, lalu ke dalam tabung reaktor yang berada di dalam tube furnace.

Aliran keluar disambungkan pada gas sampler yang dapat mengatur aliran keluar menuju vent (*discharge*) atau menuju *Gas Chromatography (charge)*. Bila menuju *vent*, maka gas produk dibuang ke luar laboratorium, sedangkan bila diteruskan ke GC, maka dapat diambil data *peak* yang terdeteksi serta *peak area* masing-masing komponen. *Vent* juga disambungkan ke *soap bubbler* yang berfungsi untuk mengetahui laju alir keluaran.



**Gambar 4. 1** Rangkaian Alat

#### 4.2 Pelapisan Katalis pada Kawat

Pelapisan katalis pada kawat dilakukan dengan menggunakan teknik *dip coating* dengan katalis Ni-Cu-Al sehingga katalis menempel dalam bentuk film tipis pada permukaan kawat. Kawat dicelupkan seluruhnya pada larutan dan diangkat dengan kecepatan yang konstan. Hal ini dilakukan agar larutan terlapis

secara merata pada permukaan kawat. Kemudian kawat yang sudah dilapisi larutan katalis dikeringkan dalam *digital furnace* dengan suhu 130°C selama 1 jam, untuk menghilangkan sebagian kandungan air yang terdapat dalam larutan. Pelapisan dilakukan sebanyak dua kali, untuk memperbesar loading katalis yang menempel pada kawat, sehingga dapat dihitung perbedaan berat kawat sebelum dan sesudah pelapisan katalis seperti yang terlihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4. 1** Tabel Loading Katalis pada Kawat

	Kawat 1	Kawat 2	Kawat 3	Kawat 4	Kawat 5	Kawat 6
w0 (gr)	17,31	17,65	18,39	17,7	18,72	16,62
w1 (gr)	17,48	17,89	18,72	17,81	19,02	16,83
w2 (gr)	17,68	17,93	18,76	17,93	19	16,88
w3 (gr)	17,46	17,76	18,54	17,87	18,9	16,78
w3-w0 (gr)	0,15	0,11	0,15	0,17	0,18	0,16
Loading Katalis (gr/cm <sup>2</sup> )	0,00046	0,00034	0,00046	0,00052	0,00055	0,00049

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa terjadi penambahan berat pada kawat setelah dilakukan pencelupan, sehingga dapat dipastikan bahwa kawat telah dilapisi oleh katalis. Rata-rata loading katalis untuk semua kawat hampir sama yaitu antara 0,00034 sampai 0,00055 gr/cm<sup>2</sup>, sehingga dapat disimpulkan bahwa ketebalan lapisan katalis pada kawat juga sama.

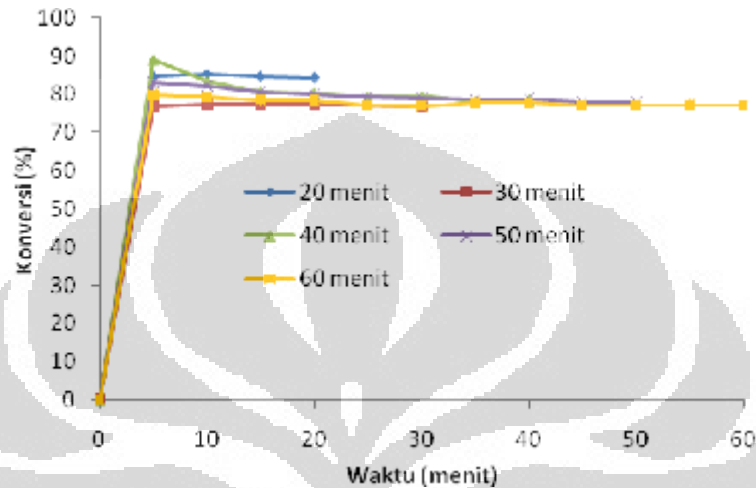
### 4.3 Produksi Karbon Nanotube dengan Variasi Waktu Reaksi

Berdasarkan komposisi keluaran gas yang dianalisa oleh gas kromatografi, dapat dibuat plot konversi CH<sub>4</sub> terhadap waktu, kemurnian H<sub>2</sub>, dan yield karbon yang dihasilkan dengan berbagai variasi waktu.

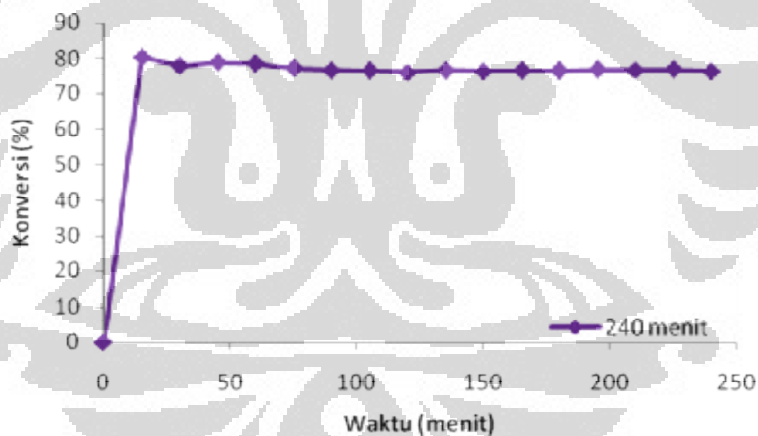
#### 4.3.1 Konversi Metana

Konversi metana menunjukkan seberapa banyak metana yang terkonversi menjadi produk, baik hidrogen, karbon, maupun produk samping lainnya yang terdeteksi oleh gas kromatografi. Konversi metana dihitung dari pembagian selisih mol metana masuk dengan mol metana keluar terhadap mol metana masuk. Selama penelitian, gas yang dideteksi oleh gas kromatografi adalah hidrogen, metana, karbon monoksida dan karbon dioksida pada 5 menit pertama, sedangkan

menit selanjutnya yang terdeteksi hanya hidrogen dan metana. Gambar 4.2 menunjukkan konversi metana untuk waktu reaksi 20, 30, 40, 50 dan 60 menit, sedangkan Gambar 4.3 menunjukkan konversi metana untuk waktu reaksi 240 menit.



Gambar 4. 2 Konversi CH<sub>4</sub> pada berbagai variasi waktu



Gambar 4. 3. Konversi CH<sub>4</sub> pada waktu 240 menit

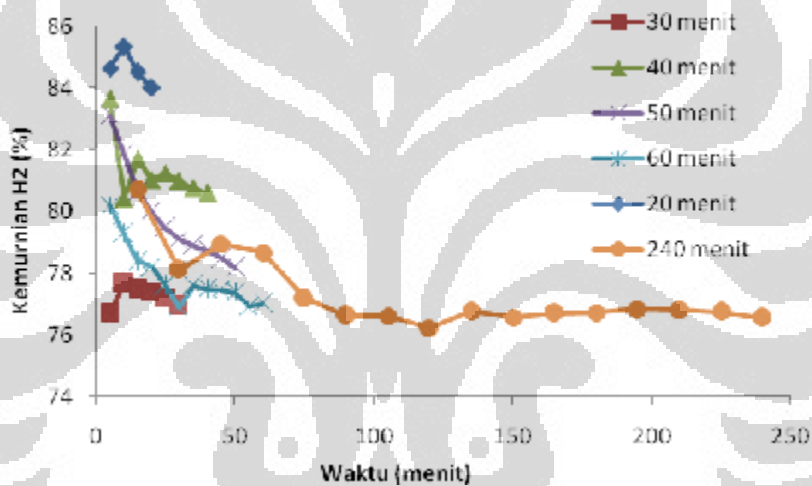
Konversi tertinggi yang dihasilkan adalah 88% pada saat operasi 40 menit sedangkan yang terendah adalah sekitar 76%. Dari grafik dapat dilihat bahwa kecenderungan konversi semakin menurun seiring bertambahnya waktu. Konversi metana maksimal terjadi pada awal reaksi, lalu konversi metana mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena katalis telah mengalami kontak dengan metana sehingga terjadi konversi metana maksimal pada awal reaksi, dan konversi

semakin menurun karena sebagian permukaan katalis telah tertutup oleh produk karbon nanotube.

Selama reaksi, penurunan konversi tidak terlalu signifikan sehingga dapat dikatakan konversi reaksi cukup stabil selama 4 jam proses berlangsung. Hal ini dapat diartikan bahwa katalis masih bersifat aktif, belum terdeaktivasi oleh deposit karbon, dan reaksi dapat terus berlanjut dengan baik. Keaktifan katalis dapat dilihat juga dari laju alir produk yang masih cukup konstan.

#### 4.3.2 Kemurnian Hidrogen

Kemurnian hidrogen adalah rasio antara volum hidrogen pada keluaran terhadap volume total keluaran.

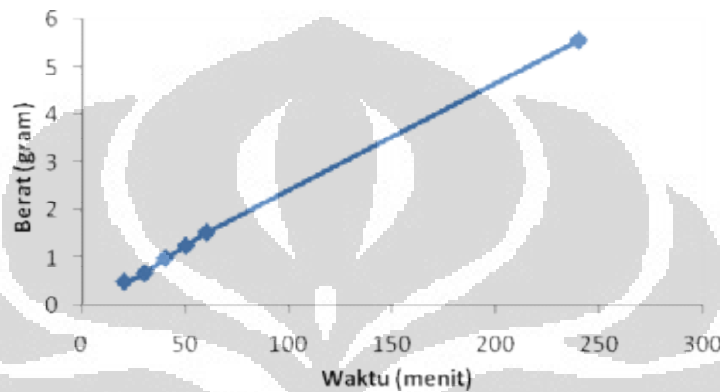


Gambar 4. 4 Kemurnian H<sub>2</sub> terhadap Waktu

Parameter ini dapat menentukan berapa banyak hidrogen yang terbentuk. Oleh karena itu, nilai kemurnian hidrogen berbanding lurus dengan konversi metana. Kemurnian hidrogen dapat dijadikan sebagai parameter seberapa banyak metana yang telah terkonversi menjadi produk yang diinginkan, yaitu hidrogen. Saat awal reaksi, kemurnian hidrogen mencapai titik maksimalnya, hal ini disebabkan konversi metana yang juga mencapai maksimal di awal reaksi. Kemurnian hidrogen yang semakin lama semakin kecil menandakan penurunan produksi hidrogen. Kemurnian produk hidrogen yang dihasilkan rata-rata sekitar 80%.

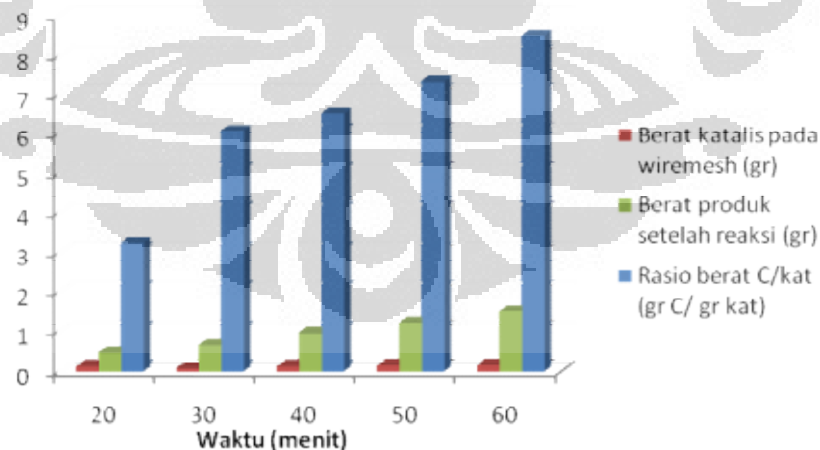
### 4.3.3 Yield Karbon

Yield karbon adalah perbandingan jumlah karbon yang terbentuk terhadap berat katalis yang terpakai. Produk karbon nanotube yang dihasilkan merupakan fungsi waktu, sehingga berat produk yang dihasilkan akan semakin besar seiring dengan bertambahnya waktu reaksi, seperti dapat dilihat di grafik berat karbon di bawah ini.



**Gambar 4.5** Berat Produk Karbon yang Dihasilkan Dengan variasi waktu

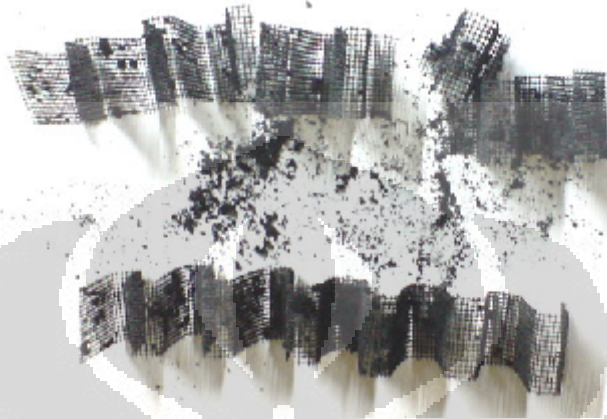
Dari berat karbon yang dihasilkan, dapat dibuat grafik yield karbon untuk mengetahui perbandingan berat karbon yang terbentuk dengan berat katalis yang digunakan.



**Gambar 4.6** Yield karbon untuk berbagai variasi waktu

Dari grafik yield karbon, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu reaksi, maka semakin besar yield karbon yang terbentuk. Hal ini terjadi karena semakin

lama waktu reaksi, maka semakin banyak karbon yang terbentuk, sedangkan berat katalis yang digunakan adalah sama dengan berat katalis sebelum reaksi sehingga perbandingan antara berat karbon dan berat katalis akan semakin besar seiring dengan bertambahnya waktu reaksi.



**Gambar 4. 7.** Produk karbon nanotube

#### **4.4 Karakterisasi Produk Karbon Nanotube**

##### **4.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

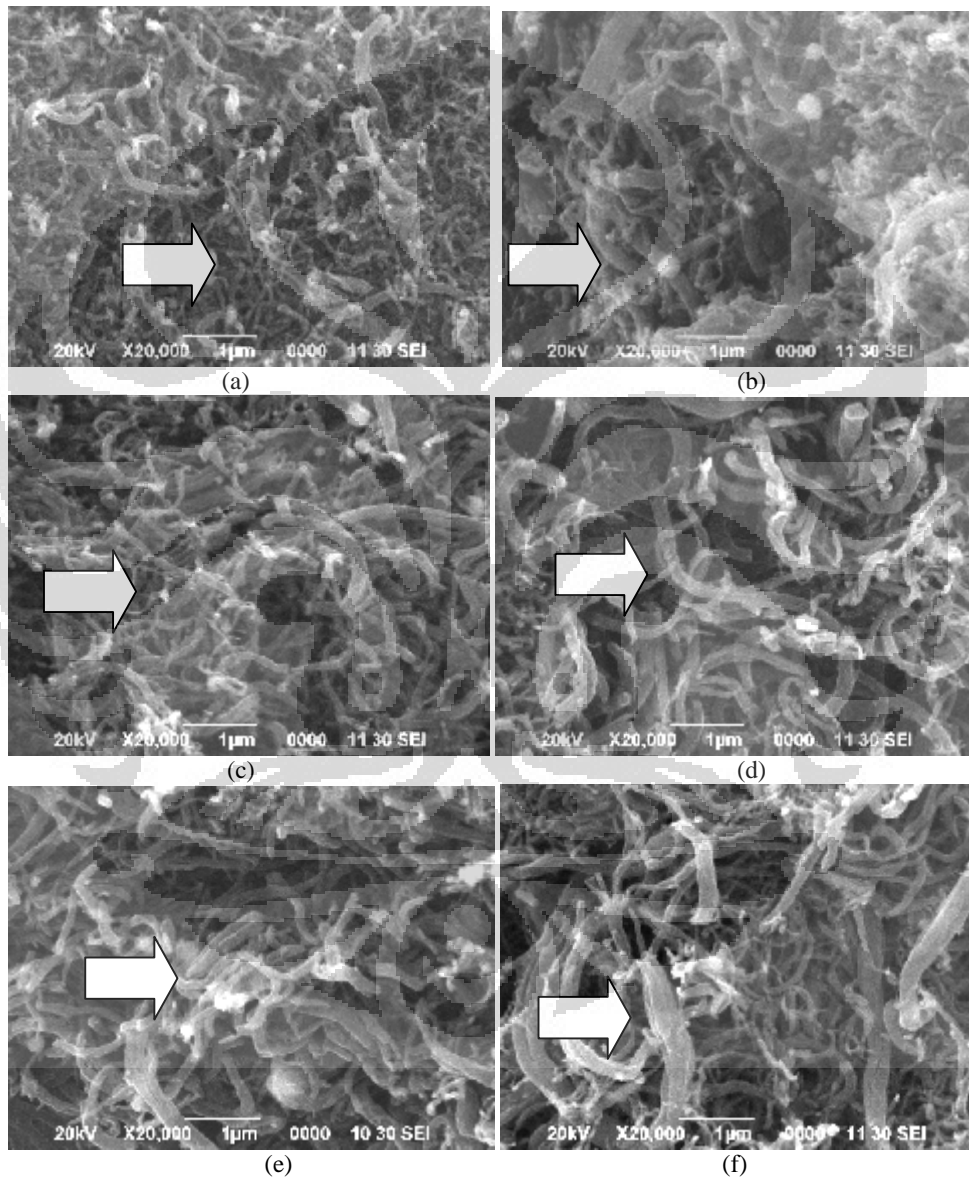
Berdasarkan analisa menggunakan SEM, dapat dilihat perbedaan produk karbon nanotube yang dihasilkan dengan berbagai variasi waktu. Pada waktu reaksi 20 menit, didapatkan produk karbon nanotube dengan diameter yang kecil, sedangkan untuk waktu yang semakin lama seperti pada waktu reaksi 240 menit, dapat dilihat bahwa diameter karbon nanotube yang dihasilkan semakin besar.

Hal yang berbeda terjadi pada waktu reaksi 30 menit, di mana produk karbon nanotube yang dihasilkan kurang baik karena terdapat banyak karbon amorf. Seharusnya, karbon nanotube yang dihasilkan pada waktu reaksi 30 menit lebih baik dibandingkan dengan waktu reaksi yang lebih lama. Hal ini terjadi karena adanya kesalahan pada saat sintesis karbon nanotube yang dapat diakibatkan oleh kondisi operasi yang kurang baik.

Bertambahnya waktu reaksi akan menyebabkan berkurangnya kualitas karbon nanotube yang terbentuk karena diameter karbon nanotube yang dihasilkan semakin besar, selain itu, semakin banyak karbon amorf yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi, maka katalis telah tertutup oleh deposit karbon sehingga aktivitasnya sudah tidak sebaik pada waktu reaksi yang



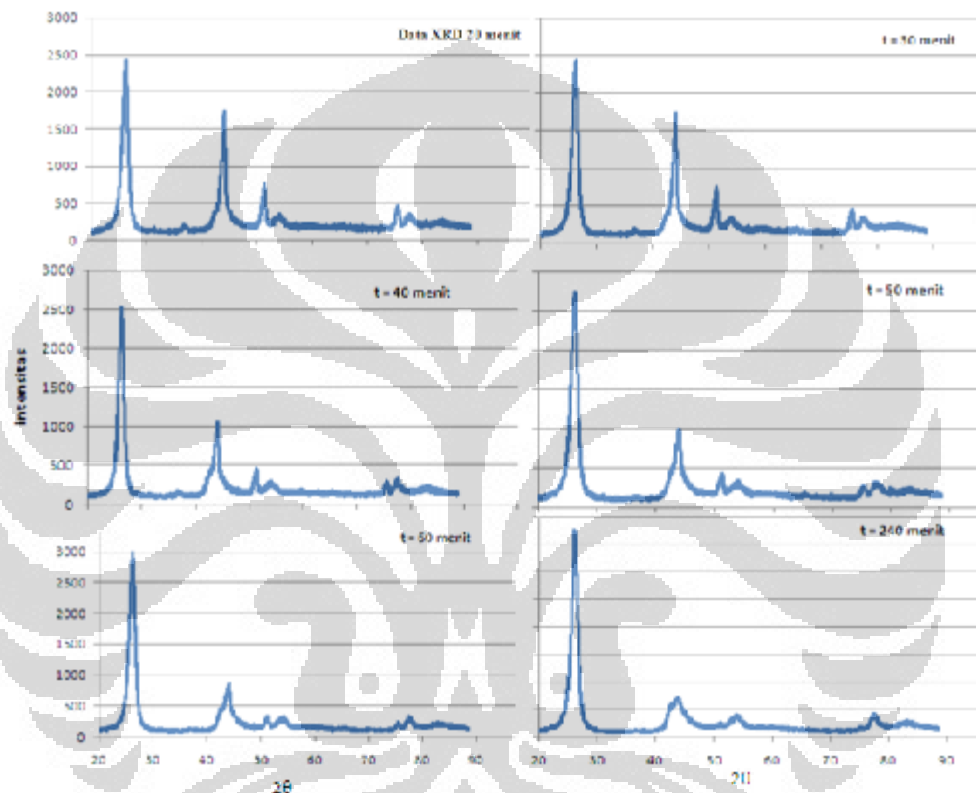
rendah. Katalis Ni-Cu-Al berfungsi sebagai pengarah reaksi sehingga dapat dihasilkan produk yang diinginkan, yaitu karbon dan hidrogen. Ketika reaksi berlangsung dalam waktu yang lebih lama, karbon nanotube akan tumbuh semakin jauh dari katalis sehingga peran katalis sebagai pengarah reaksi untuk menghasilkan karbon nanotube dengan kualitas yang baik pun semakin berkurang.



**Gambar 4. 8.** Foto SEM karbon nanotube dengan variasi waktu produksi (a) 20 menit (b) 30 menit (c) 40 menit (d) 50 menit (e) 60 menit (f) 240 menit

#### 4.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi maka terjadi perubahan intensitas kristal karbon yang terbentuk pada sudut  $2\theta$ . Semakin lama waktu reaksi, maka intensitas kristal karbon semakin berkurang terutama pada sudut  $44,175^\circ$  dan  $51,505^\circ$  sehingga hanya satu *peak* utama yang terbentuk yaitu pada sudut  $26,455^\circ$ .



**Gambar 4. 9** Pola XRD karbon nanotube dengan variasi waktu

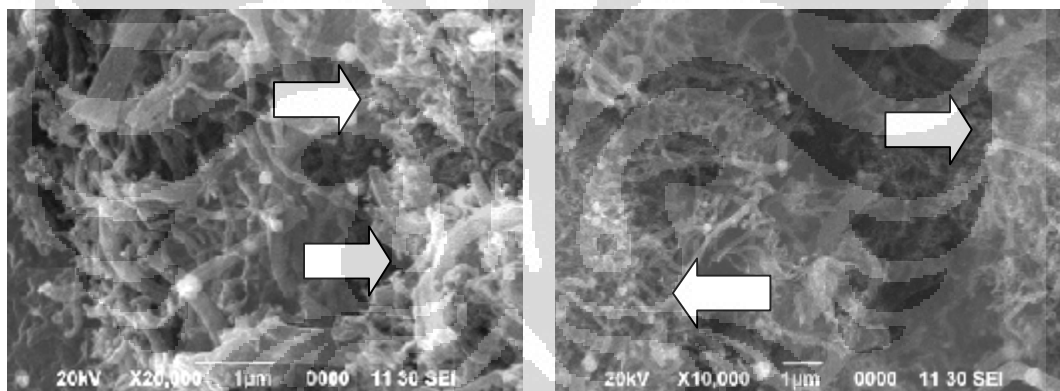
Pada pola XRD untuk waktu reaksi 20 menit, didapatkan 3 *peak* utama karbon dengan intensitas yang cukup besar. Semakin lama waktu reaksi, yaitu pada waktu 40 menit, terlihat adanya penurunan intensitas *peak* karbon pada sudut  $2\theta$  sebesar  $44,175^\circ$ . Perbedaan semakin terlihat pada waktu reaksi 60 dan 240 menit, dimana *peak* karbon pada sudut  $2\theta$   $44,175^\circ$  dan  $51,505^\circ$  semakin kecil, sehingga *peak* yang terbentuk dengan jelas hanyalah pada sudut  $2\theta$  sebesar  $26,455^\circ$ . Berkurangnya intensitas *peak* karbon menyatakan semakin berkurangnya jumlah kristal karbon, dan semakin banyak terdapat karbon yang berbentuk non-kristal (amorf).

Dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu reaksi, maka akan semakin banyak karbon amorf yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka katalis yang digunakan telah tertutupi oleh karbon sehingga pertumbuhan karbon pada waktu-waktu reaksi yang lama tidak menempel pada katalis secara langsung yang menyebabkan reaksi kurang terarah ke pembentukan karbon nanotube yang diinginkan.

#### 4.5 Karakterisasi Awal Karbon Nanotube Sebelum Pemurnian

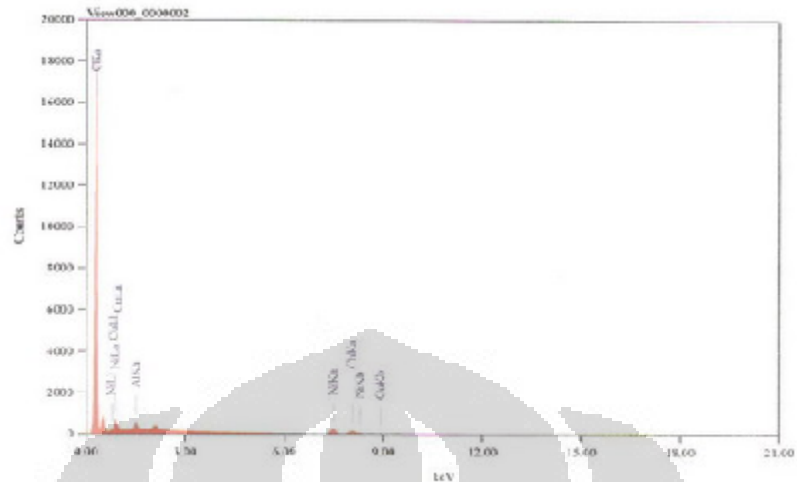
##### 4.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Sampel yang digunakan untuk pemurnian adalah sampel dengan waktu reaksi 30 menit, karena dari hasil SEM-EDS menunjukkan bahwa terdapat pengotor berupa logam di dalam sampel tersebut. Selain itu, karbon amorf yang terdapat dalam sampel ini cukup signifikan sehingga diperlukan proses pemurnian lebih lanjut untuk memperbaiki struktur karbon nanotube yang telah diproduksi.



**Gambar 4. 10** Foto SEM untuk karbon nanotube dengan waktu reaksi 30 menit (a) perbesaran 20.000 kali (b) perbesaran 10.000 kali.

Gambar 4.10 adalah foto SEM karbon nanotube yang dihasilkan dengan waktu reaksi 30 menit. Terlihat pada gambar bahwa masih terdapat karbon amorf pada produk karbon nanotube. Selain itu, masih banyak karbon nanotube dengan struktur yang tertutup pada bagian ujungnya sehingga tidak membentuk silinder yang sempurna.

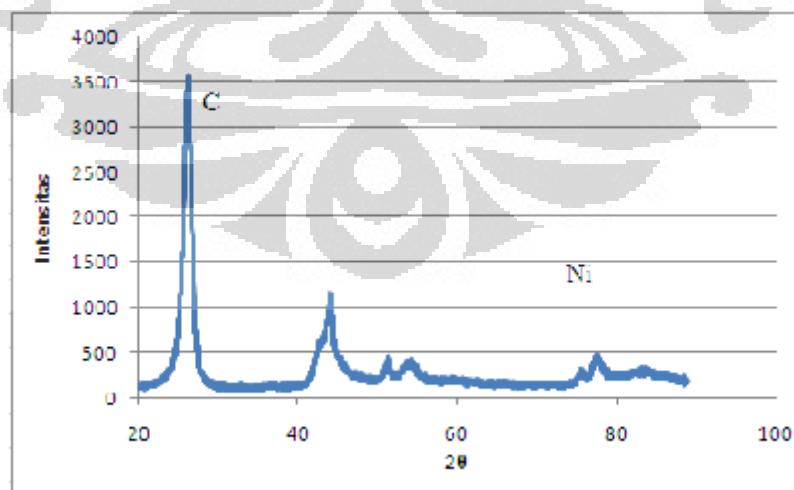


**Gambar 4. 11** Hasil Analisis EDS untuk karbon nanotube sebelum pemurnian

Keberadaan zat pengotor dapat diketahui melalui analisa EDS. Pada perbesaran 6.500 kali, dideteksi adanya logam katalis yang terbawa pada produk karbon nanotube, yaitu Nikel, Aluminium, dan Tembaga dengan konsentrasi masing-masing 3,65, 0,79, dan 3,01.

#### 4.5.2 X-Ray Diffraction

Pola difraksi karbon nanotube menunjukkan bahwa masih terdapat kristal logam nikel, yaitu pada sudut  $2\theta$  sebesar 78 sehingga dapat dipastikan bahwa terdapat pengotor logam pada produk karbon nanotube.



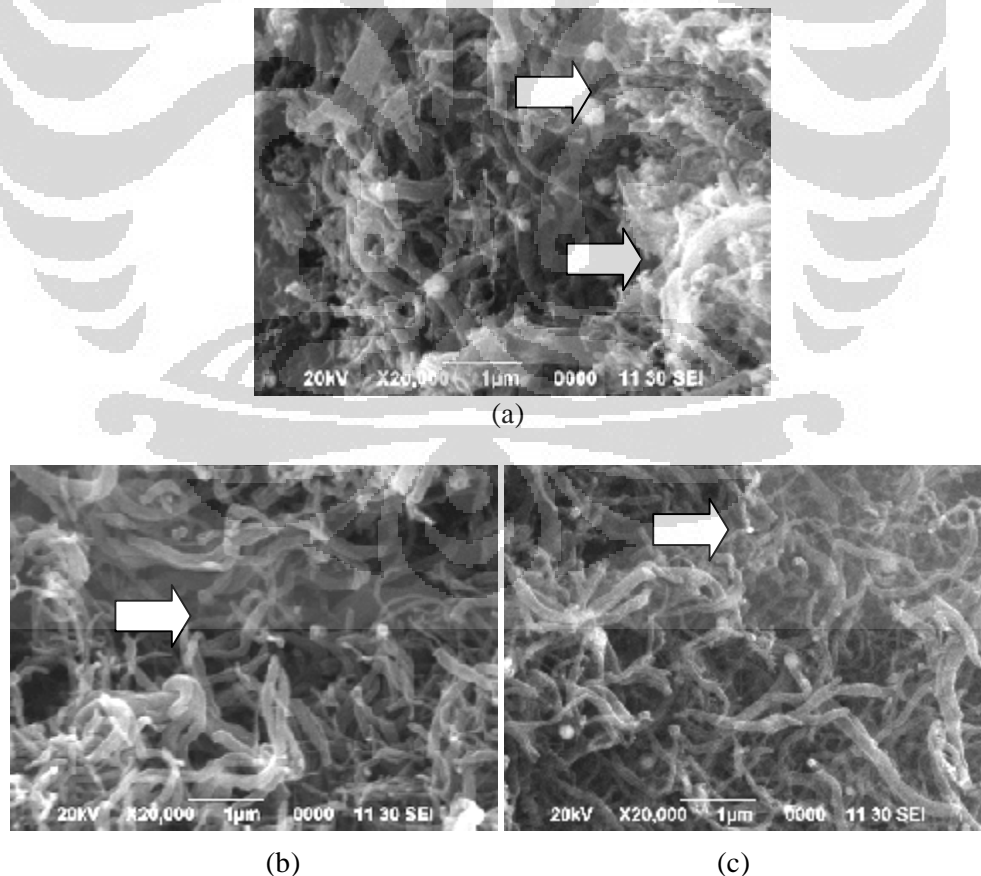
**Gambar 4. 12** Pola difraksi karbon nanotube sebelum pemurnian

Berdasarkan karakterisasi awal yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa produk karbon yang dihasilkan masih mengandung pengotor berupa logam katalis dan karbon amorf sehingga diperlukan proses pemurnian lebih lanjut untuk memurnikan karbon nanotube yang dihasilkan.

#### 4.6 Pengaruh Waktu Pemanasan dengan Microwave

##### 4.6.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

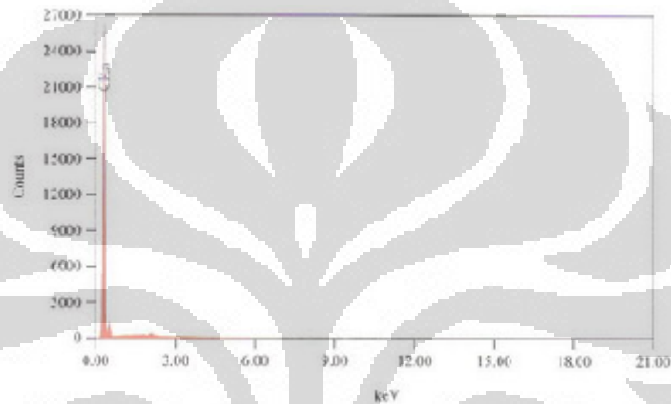
Perbandingan dilakukan dengan menggunakan foto SEM sehingga terlihat perbedaan pada Gambar 4.13 di mana struktur karbon nanotube yang telah dimurnikan, yaitu pada Gambar b dan c lebih baik daripada karbon nanotube sebelum dimurnikan. Selain itu, dapat diamati pula bahwa pemanasan selama 10 menit sudah cukup efektif untuk memperbaiki struktur karbon nanotube yang terbentuk. Semakin lama waktu pemanasan, akan diperoleh karbon nanotube dengan diameter yang lebih kecil.



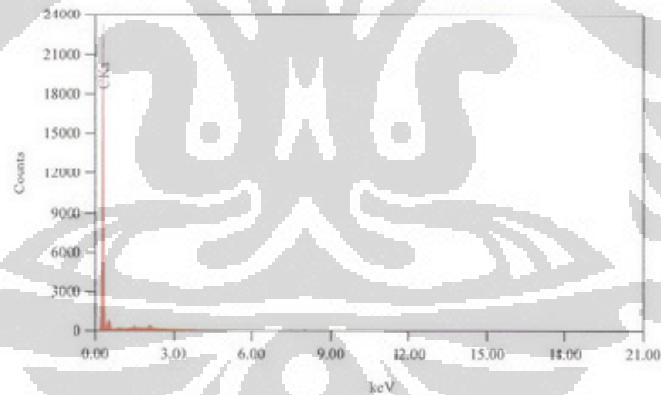
**Gambar 4.13** Foto SEM karbon nanotube sebelum pemurnian (a) setelah pemurnian waktu pemanasan 10 menit (b) dan waktu pemanasan 20 menit (c)

Jumlah karbon amorf yang terdapat dalam produk karbon nanotube sebelum dimurnikan semakin berkurang karena terlarut dan teroksidasi oleh asam nitrat. Pemanasan juga mempercepat proses pelarutan karbon amorf dan logam katalis yang masih terdapat di dalam produk karbon nanotube.

Dari hasil analisa EDS pada karbon nanotube yang telah dimurnikan, unsur yang terdeteksi adalah karbon, tanpa pengotor logam seperti sebelum dimurnikan. Hal ini menandakan bahwa proses pemurnian dengan pemanasan *microwave* cukup efektif untuk menghilangkan logam.



(a)

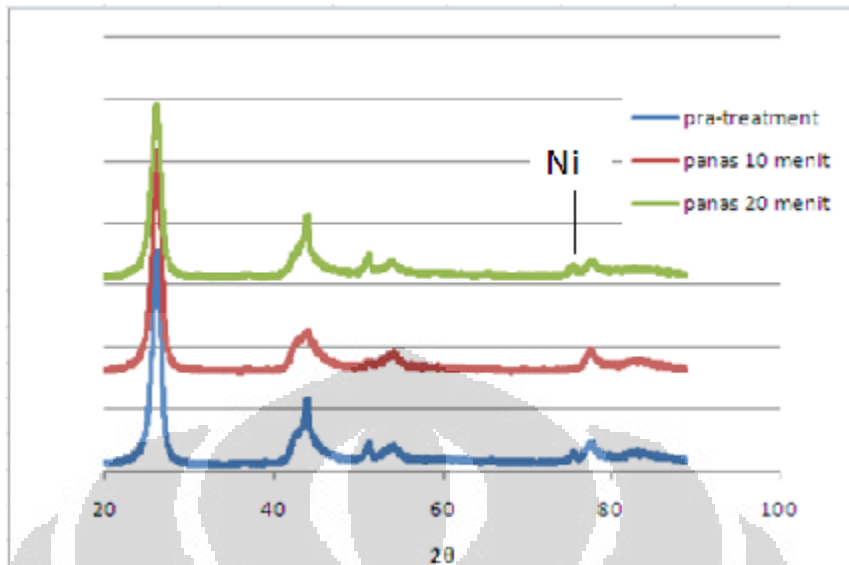


(b)

**Gambar 4. 14** Hasil Analisis EDS karbon nanotube setelah pemurnian (a) Pemanasan 10 menit  
(b) Pemanasan 20 menit

#### 4.6.2 Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Dari hasil analisa XRD, dapat diketahui keberadaan karbon dan unsur pengotor lainnya berdasarkan *peak-peak* difraksi. Analisa XRD dapat menentukan efektifitas pemurnian karbon nanotube yang dilakukan.



**Gambar 4. 15** Pola XRD Karbon Nanotube Sebelum dan Sesudah Pemurnian

Dapat dilihat bahwa dengan pemanasan 10 menit, intensitas *peak* nikel semakin berkurang seiring dengan bertambahnya waktu sonikasi. Tetapi, pada pemanasan 20 menit, pengaruh pemanasan hanya memberikan sedikit efek pada penurunan intensitas *peak* nikel.

Hal ini disebabkan karena semakin naiknya suhu, maka semakin banyak karbon yang terlarut di dalam asam, sehingga konsentrasi karbon juga berkurang. Analisa XRD memiliki keterbatasan di mana *peak-peak* yang terbentuk bersifat relative terhadap *peak* lainnya, dan tidak menunjukkan keadaan jumlah yang sebenarnya. Sehingga, *peak* nikel pada pemanasan 20 menit terlihat lebih besar karena jumlah nikel dibandingkan dengan karbon semakin bertambah, akibat adanya penurunan jumlah karbon.

Analisa XRD juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal karbon yang terbentuk. Berdasarkan rumus Schreder didapatkan bahwa dengan waktu ultrasonikasi yang sama, penambahan waktu pemanasan tidak mengubah ukuran kristal karbon nanotube secara signifikan, sehingga dapat dipastikan bahwa struktur karbon nanotube tidak berubah dan tidak mengalami kerusakan setelah dilakukan proses pemurnian.

**Tabel 4. 2** Pengaruh waktu pemanasan terhadap ukuran kristal karbon

Sampel		D (nm)
Pemanasan 10 menit	Sonikasi 20	6,30
	Sonikasi 40	6,21
	Sonikasi 60	6,11
Pemanasan 20 menit	Sonikasi 20	6,20
	Sonikasi 40	6,10
	Sonikasi 60	5,59

#### 4.7 Pengaruh Waktu Ultrasonikasi

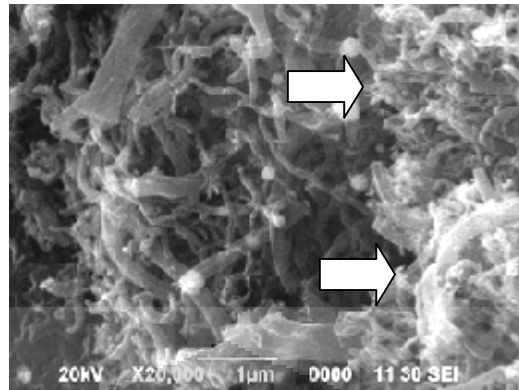
Setelah dilakukan pemanasan, kemudian karbon nanotube di dalam larutan asam nitrat diberikan perlakuan ultrasonik dengan alat ultrasonikasi Cole-Parmer yang memiliki frekuensi 23kHz. Hasil karbon nanotube yang telah diultrasonikasi ini kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui pengaruh perlakuan ultrasonic terhadap ukuran kristal karbon.

##### 4.7.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

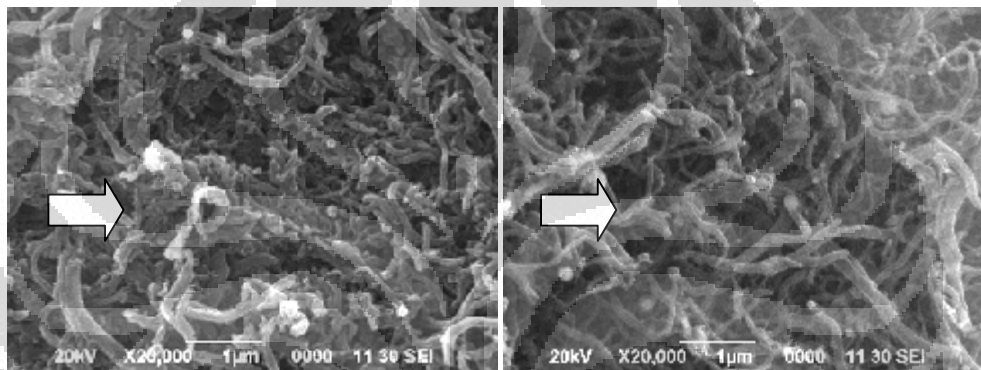
Dari hasil foto SEM pada Gambar 4.16, dapat dilihat bahwa waktu sonikasi sangat berpengaruh dalam memperbaiki struktur karbon nanotube. Pada gambar b, dengan waktu sonikasi 40 menit, karbon nanotube yang terbentuk terlihat menggumpal dan masih terdapat karbon amorf. Sedangkan pada gambar c, struktur karbon nanotube tidak menggumpal dan lebih teratur.

Waktu sonikasi yang lebih lama akan membuat karbon nanotube lebih dispersif dan terbentuk karbon nanotube dengan ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan karbon nanotube yang disonikasi dengan waktu lebih singkat. Hal ini disebabkan karena getaran yang ditimbulkan oleh ultrasonikator akan memperlemah ikatan antara karbon nanotube dengan karbon amorf dan logam katalis, sehingga karbon nanotube akan terpisah dari pengotornya, dan pengotor akan lebih mudah dihilangkan.





(a)



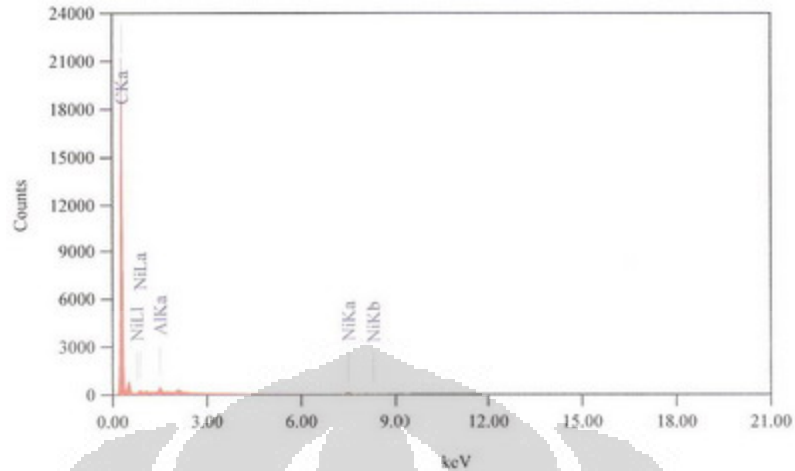
(b)

(c)

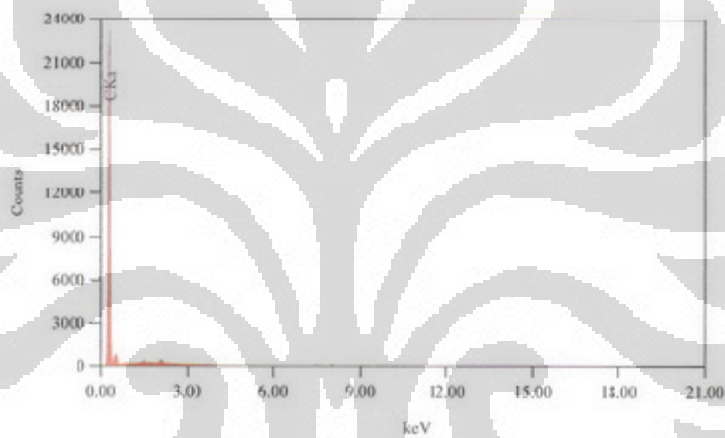
**Gambar 4. 16** Foto SEM karbon nanotube (a) sebelum pemurnian (b) setelah ultrasonikasi 40 menit dan (c) ultrasonikasi 60 menit

Dari hasil analisa EDS, untuk sampel yang diberikan perlakuan ultrasonik selama 40 menit, masih terdapat pengotor logam, berupa nikel dan aluminium dengan komposisi karbon 97,13 %, Aluminium 0,75%, dan Nikel 2,11%.

Untuk sampel yang diberi perlakuan ultrasonik selama 60 menit, dihasilkan grafik dengan persen karbon mendekati 100%. Perlakuan ultrasonik menyebabkan ikatan karbon dengan logam semakin melemah sehingga logam katalis akan lebih mudah dilarutkan di dalam asam sehingga ultrasonikasi dengan waktu lebih lama, yaitu 60 menit menghasilkan hasil yang lebih baik daripada sampel yang diberikan perlakuan ultrasonik selama 40 menit.



(a)

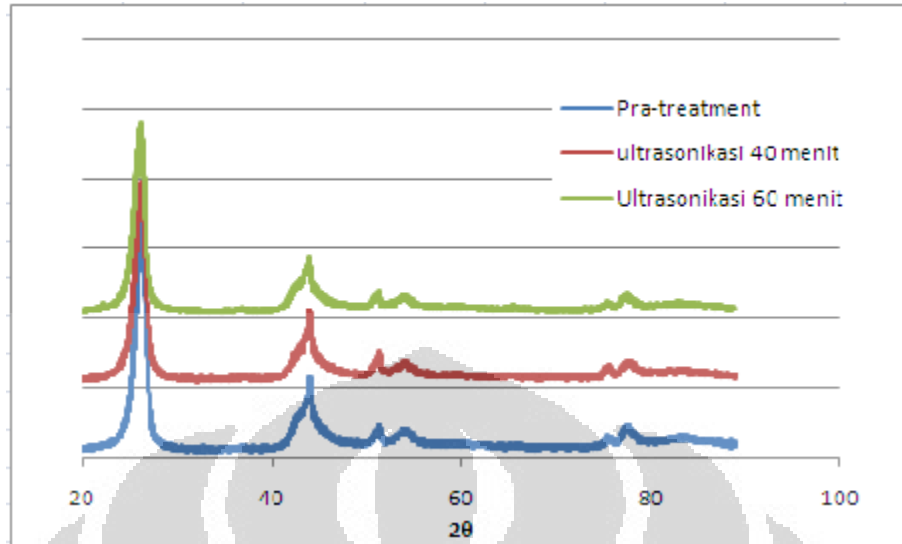


(b)

**Gambar 4. 17** Hasil EDS karbon nanotube setelah pemurnian (a) waktu ultrasonikasi 40 menit dan (b) waktu ultrasonikasi 60 menit

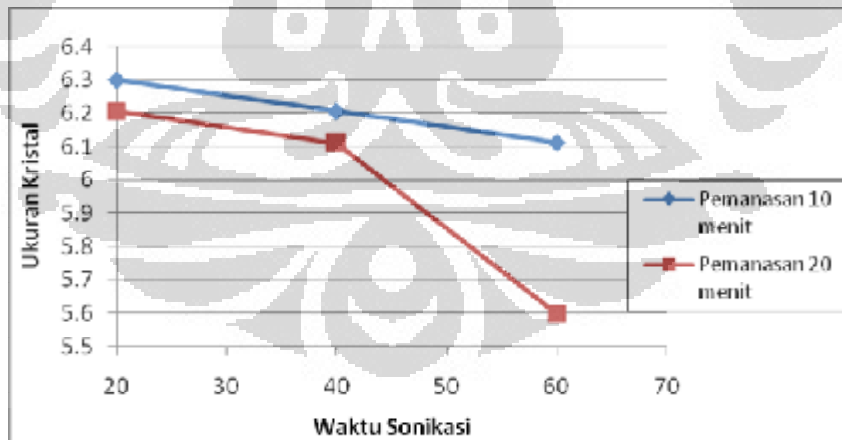
#### 4.7.2 Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD juga dilakukan untuk mengetahui keberadaan kristal pengotor logam di dalam karbon nanotube setelah dilakukan ultrasonikasi. Berdasarkan pola XRD, dapat dilihat bahwa dengan waktu sonikasi yang berbeda, didapatkan penurunan intensitas *peak* nikel yang terbentuk dengan bertambahnya waktu sonikasi sehingga dapat disimpulkan bahwa karbon nanotube yang diberikan perlakuan ultrasonik dengan waktu 60 menit, lebih baik daripada karbon nanotube yang diberikan perlakuan ultrasonik selama 40 menit. Hal ini disebabkan oleh waktu ultrasonikasi yang lebih lama akan semakin memperlemah ikatan antara karbon dengan logam katalis, sehingga logam katalis akan lebih mudah terlepas dari karbon nanotube dan dapat diarturkan dalam asam dengan lebih mudah.



**Gambar 4. 18** Pola XRD karbon nanotube dengan variasi waktu ultrasonikasi

Pengaruh waktu ultrasonikasi dengan ukuran kristal karbon yang terbentuk tidak terlalu signifikan sehingga tidak terjadi perubahan kristal karbon nanotube yang terbentuk, baik dari segi struktur maupun ukuran. Perbedaan ukuran kristal yang terjadi disebabkan oleh perbedaan difaksi sinar X oleh sampel saat analisis dilakukan.



**Gambar 4. 19** Pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran kristal

Berdasarkan pengaruh pemanasan dan ultrasonikasi, didapatkan ukuran kristal rata-rata karbon setelah pemurnian adalah 6,1 nm, yang tidak terlalu jauh berbeda dengan ukuran kristal karbon sebelum pemurnian, yaitu sekitar 6,4 nm.

Hal ini membuktikan bahwa proses pemurnian tidak mengubah karbon nanotube, baik dari segi struktur dan ukuran kristal.

#### 4.8 Transmission Electron Microscopy (TEM)

Hasil karakterisasi dengan menggunakan TEM dapat digunakan untuk mengetahui diameter karbon nanotube yang dihasilkan. Setelah dilakukan pemurnian, didapatkan diameter karbon nanotube yang terbentuk sebesar 50 nm. Berdasarkan definisi jenis karbon nanotube, maka kemungkinan karbon nanotube yang dihasilkan adalah tipe *multiwall*, karena diameternya bisa sampai 100 nm, sedangkan untuk *single wall*, diameternya sekitar 5-10 nm.



**Gambar 4. 20** Foto TEM karbon nanotube setelah pemurnian

**Tabel 4. 3** Pengaruh Proses Pemurnian Karbon Nanotube

Keterangan	Analisa	Sebelum Pemurnian	Sesudah Pemurnian
Karbon Amorf	SEM-EDS	Banyak	Sedikit
Logam Katalis	SEM-EDS	Nikel, Tembaga, Aluminium	Sedikit Nikel
Logam Katalis	XRD	Intensitas Peak nikel tinggi	Intensitas Peak nikel rendah
Ukuran Kristal Karbon	XRD	6,4 nm	6,1 nm
Distribusi Karbon Nanotube	SEM-EDS	Banyak Karbon Nanotube yang Menggumpal	Lebih dispersif dan seragam

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. KESIMPULAN**

Dari penelitian ini, kesimpulan yang dapat diambil adalah:

1. Waktu reaksi dapat mempengaruhi kualitas karbon nanotube yang diproduksi. Waktu reaksi 20 menit memberikan hasil karbon nanotube dengan kualitas yang lebih baik.
2. Berdasarkan variasi waktu, konversi metana yang terjadi adalah sekitar 78%, dengan kemurnian Hidrogen 80%.
3. Pemanasan microwave dapat mengurangi jumlah karbon amorf pada karbon nanotube dan memperbaiki struktur karbon nanotube sehingga dihasilkan karbon nanotube dengan distribusi diameter yang lebih kecil dan lebih seragam.
4. Pengadukan Ultrasonik dapat memperbaiki struktur karbon nanotube sehingga dihasilkan karbon nanotube yang lebih dispersif, tidak menggumpal dan ukuran partikel yang lebih kecil.
5. Ukuran kristal karbon setelah pemurnian tidak berubah secara signifikan sehingga dapat disimpulkan bahwa proses pemurnian yang berlangsung tidak mengubah sifat fisik karbon nanotube.
6. Hasil pemurnian yang paling baik didapatkan pada waktu pemanasan 20 menit dan ultrasonikasi 60 menit.

#### **5.2. SARAN**

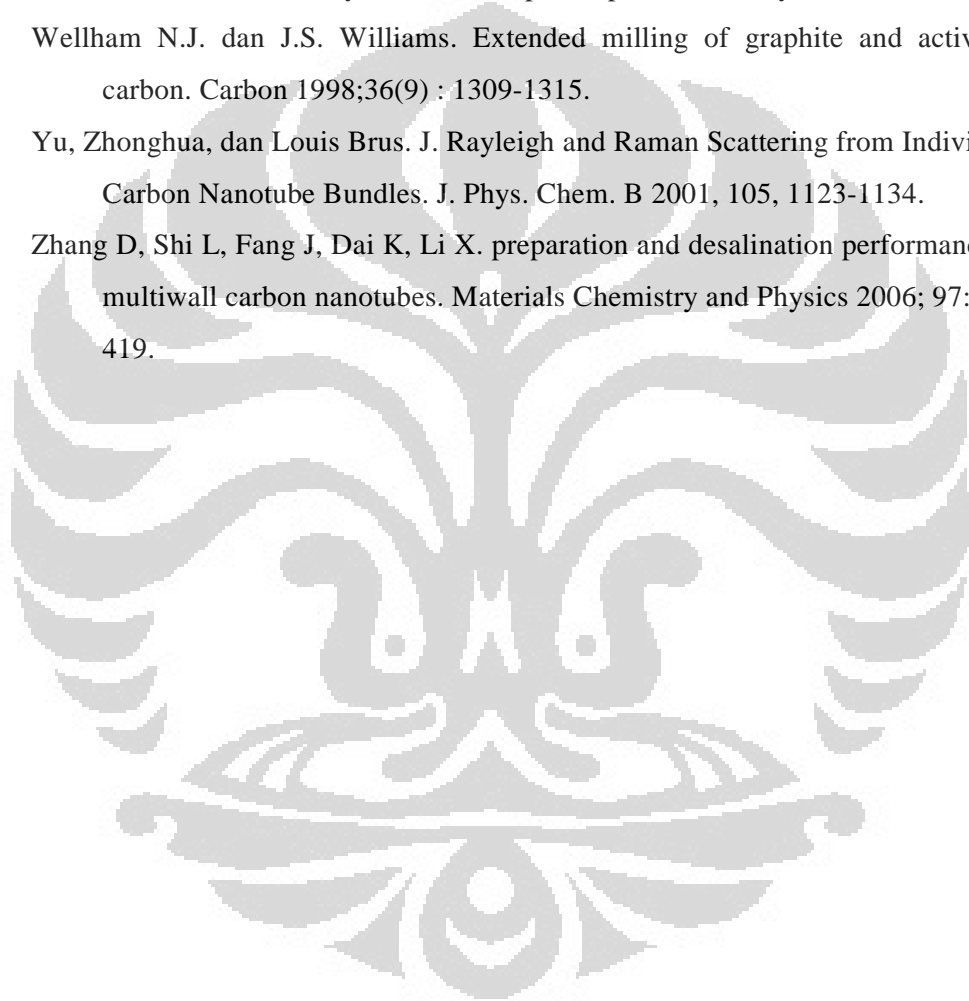
Untuk penelitian selanjutnya, peneliti menyarankan untuk melakukan teknik karakterisasi dan analisa yang lebih kuantitatif seperti menggunakan Thermogravimetry Analysis (TGA) dan Raman Spektra sehingga pengaruh waktu reaksi dan pemurnian karbon nanotube dapat dianalisis dengan lebih kuantitatif.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Borowiak-Palen, et.al. *Chemical Physics Letters*, 363, (5-6), 567-572, 2002
- Chen J, Li Y, Ma Y, Qin Y, Chang L. Formation of bamboo-shaped carbon filaments and dependence of their morphology on catalyst composition and reaction conditions. *Carbon* 2001;39:1467-1475.
- Chen, C.M., M.Chen, F.C Leu, S.Y. Hsu, S.C. Wang, S.C Shi, dan C.F Chen. Purification of multi-walled carbon nanotubes by microwave digestion method. *Diamond and Related Material* 2004; 13:1182-1186.
- Daenan M, de Fouw RD, Hamers B, Janssen PGA, Schouteden K, Veld MAJ. *Wondrous World of Carbon Nanotubes*. Eindhoven University of Technology; 2003.
- Endo, Morinubo and Sumio Ijima. *Carbon Nanotubes*. Oxford, UK: Elsevier Science Ltd. 1996.
- Grujicic M, Cao G, Gersten B. An atomic-scale analysis of catalytically-assisted chemical vapor deposition of carbon nanotubes. *Materials Science and Engineering* 2002.
- Gu, Z, et.al. *Nano Letters*, 2, (9), 1009-1013, 2002
- Gullon IM, Vera J, Conesa JA, Gonzalez JL, Monino C. Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. *Carbon* 2006.
- He C, Zhao N, Shi C, Xiwen D, Li J. Carbon nanotubes and onions from methane decomposition using Ni/Al catalysts. *Materials Chemistry and Physics* 2006; 97:109-115.
- Hong, K.B., A.A. Ismail, M.E. Mahayuddin, A.R. Mohamed, S.H. Zein. Production of high purity multi-walled carbon nanotubes produced from catalytic decomposition of methane. School of Chemical Engineering, Universiti Sains Malaysia. 2006.
- Hou, P.X., C. Liu, Y. Tong, S. Xu, M. Liu dan H.M. Cheng. Purification of single-walled carbon nanotubes synthesized by the hydrogen arc-discharge method. *J. Mater. Res* 2001; 16 : 2526-2530.

- Hou, P.X., S. Bai, Q.H. Yang, C. Liu dan H.M. Cheng. Multi-step purification of carbon nanotubes. *Carbon* 2002; 40 : 81-85.
- Iijima S. Carbon nanotubes: past, present, and future. *Physica B* 2002; 323:1-5.
- Ko, C.J., C.Y Lee, F.H. Ko, H.L Chen dan T.C. Chu. Highly efficient microwave-assisted purification of multi-walled carbon nanotubes. *Microelectronic Engineering* 2004; 73-74:570-577.
- Ko F.H, C.Y Lee, C.J. Ko, H.L Chen dan T.C. Chu. Purification of multi-walled carbon nanotubes through microwave heating of nitric acid in a closed vessel. *Carbon* 2005; 43:727-733.
- Letellier, M. dan H. Budzinski. Microwave Assisted Extraction of Organic Compounds. *Analisis* 1999; 27: 259-271,.
- Li, F., H.M Cheng, Y.T. Xing, P.H. Tan, G. Su. Purification of carbon nanotubes synthesized by the catalytic decomposition of hydrocarbons. *Carbon* 2000 ;38: 2041-2045.
- Kuznetsov, VL. Mechanism of carbon filaments and nanotubes formation on metal catalysts. Bereskov Institute of Catalysis, Lavrentieva 5, Novosibirsk, 630090 Rusia.
- Loupy, A, "*Microwaves in organic synthesis*"  
<http://www.organic-chemistry.org/books/reviews/3527305149.shtm> (2 Juni 2008)
- M.S.R. Endo, M.S. Dressel House, G. Dressel House, in: T.W. Ebberson (Ed.), *Carbon Nanotubes: Preparation and Properties*, CRC Press, Boca Raton, FL, 1997.
- Mandal, Vivekananda, et al. Microwave Assisted Extraction – An Innovative and Promising Extraction Tool for Medicinal Plant Research. *Pharmacognosy Reviews*; 2007:Vol 1, Issue 1.
- Niyogi, S, et.al. *Journal of the American Chemical Society*, 123, (4), 733-734, 2001
- Pettersson J, Ove H. Hydrogen Storage Alternatives – A Technological and Economics Assesment. *KFB Reports* 1999; 27.

- Porro, S., S. Musso, M. Vinante, L. Vanzetti, M. Anderle, F. Trotta, dan A. Tagliaferro. Purification of carbon nanotubes grown by thermal CVD. *Physica E* 2007; 37:58-61.
- Strong, K.L, D.P. Anderson, K. Lafdi, dan J.N. Kuhn. Purification process for single-wall carbon nanotubes. *Carbon* 2003;41: 1477-1488.
- Wang, Huan., et.al. Synthesis of Aligned Carbon Nanotubes on Double-Sided Metallic Substrate by Chemical Vapor Deposition. *J. Phys. Chem. C*, 2007.
- Wellham N.J. dan J.S. Williams. Extended milling of graphite and activated carbon. *Carbon* 1998;36(9) : 1309-1315.
- Yu, Zhonghua, dan Louis Brus. J. Rayleigh and Raman Scattering from Individual Carbon Nanotube Bundles. *J. Phys. Chem. B* 2001, 105, 1123-1134.
- Zhang D, Shi L, Fang J, Dai K, Li X. preparation and desalination performance of multiwall carbon nanotubes. *Materials Chemistry and Physics* 2006; 97:415-419.



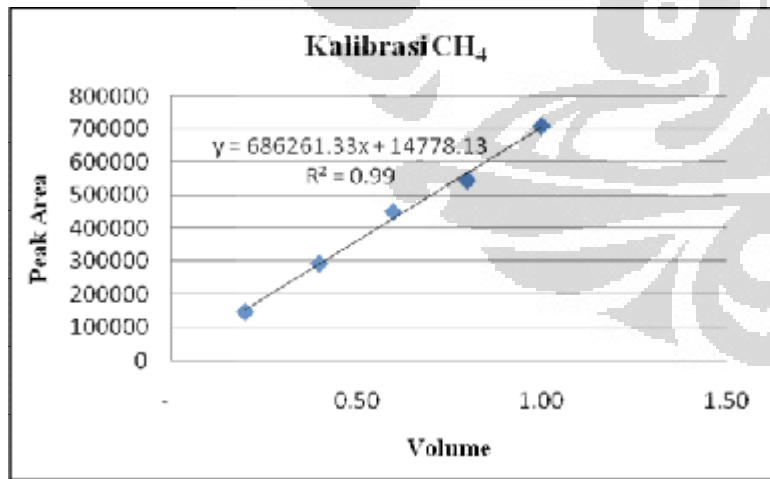


### Lampiran 1. Kalibrasi Gas Kromatografi

Suhu injector = 130°C  
Suhu Kolom = 100°C

Kalibrasi Gas Metana

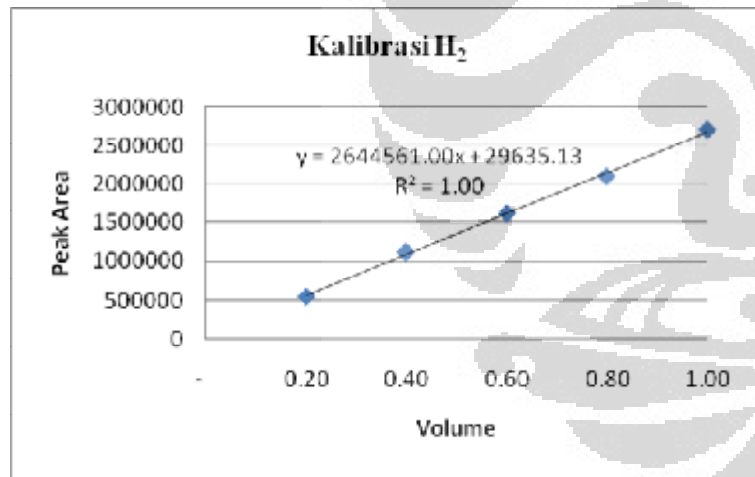
Volum	Konsentrasi			Waktu Retensi			Luas Peak			Mean		
	C1	C2	C3	$\tau_1$	$\tau_2$	$\tau_3$	PA1	PA2	PA3	Konsentrasi	Waktu Retensi	Luas Peak
0.20	96.7454	96.6462	96.6275	1.595	1.603	1.605	152006	144897	140073	96.6730	1.601	145658.67
0.40	97.2264	93.1796	96.9626	1.567	1.557	1.562	307282	270300	296320	95.7895	1.562	291300.67
0.60	96.8614	97.2061	97.1156	1.548	1.538	1.543	451267	445865	444451	97.0610	1.543	447194.33
0.80	90.1496	95.9566	97.9110	1.352	1.513	1.505	465562	564671	595471	94.6724	1.457	541901.33
1.00	95.1340	96.0329	96.8421	1.478	1.490	1.483	703234	700318	716307	96.0030	1.484	706619.67
										96.0398	1.529	426534.93



Universitas Indonesia

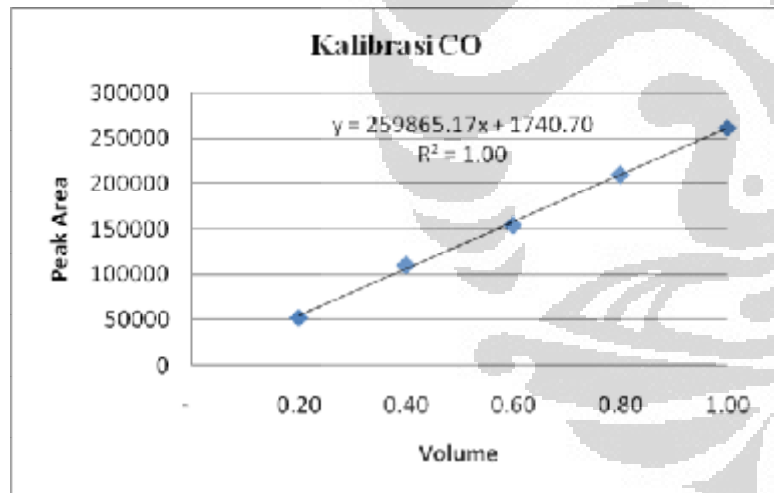
## Kalibrasi Hidrogen

Volum	Konsentrasi			Waktu Retensi			Luas Peak			Mean		
	C1	C2	C3	$\tau_1$	$\tau_2$	$\tau_3$	PA1	PA2	PA3	Konsentrasi	Waktu Retensi	Luas Peak
0.20	99.7634	99.7281	99.8034	0.372	0.370	0.365	550977	555255	551462	99.7650	0.369	552564.67
0.40	100.0000	99.9947	99.9983	0.393	0.403	0.400	1116268	1091501	1133337	99.9977	0.399	1113702.00
0.60	100.0000	100.0000	100.0000	0.415	0.433	0.425	1595651	1627342	1610982	100.0000	0.424	1611325.00
0.80	99.9888	100.0000	100.0000	0.408	0.417	0.417	2158487	2072560	2070695	99.9963	0.414	2100580.67
1.00	99.9906	99.9901	99.9877	0.448	0.398	0.437	2887456	2587275	2636328	99.9895	0.428	2703686.33
										99.9497	0.407	1616371.73



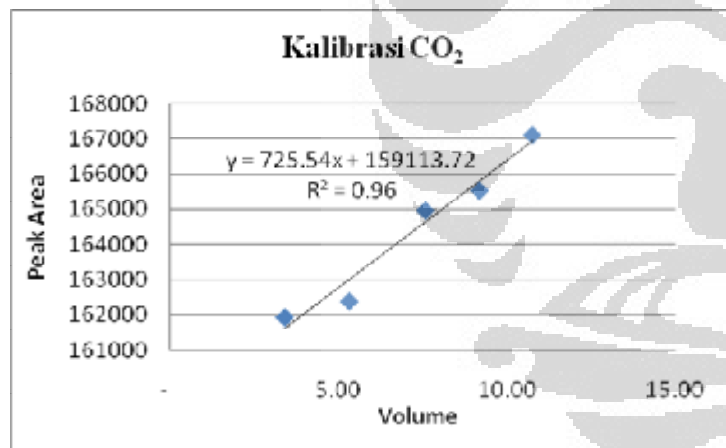
## Kalibrasi Karbon Monoksida

Volum	Konsentrasi			Waktu Retensi			Luas Peak			Mean		
	C1	C2	C3	$\tau_1$	$\tau_2$	$\tau_3$	PA1	PA2	PA3	Konsentrasi	Waktu Reaksi	Luas Peak
0.20	90.0840	90.4767	90.2416	0.872	0.863	0.887	51022	52429	52834	90.2674	0.874	52095.00
0.40	91.4933	96.1045	91.6717	0.867	0.870	0.847	108848	116282	105116	93.0898	0.861	110082.00
0.60	90.5198	90.2098	90.6382	0.842	0.862	0.820	153739	154742	154480	90.4559	0.841	154320.33
0.80	92.7767	92.7375	92.6233	0.845	0.825	0.833	211747	210111	206945	92.7125	0.834	209601.00
1.00	93.2073	92.8072	92.5694	0.815	0.820	0.830	262784	260019	263799	92.8613	0.822	262200.67
										91.8774	0.847	157659.80



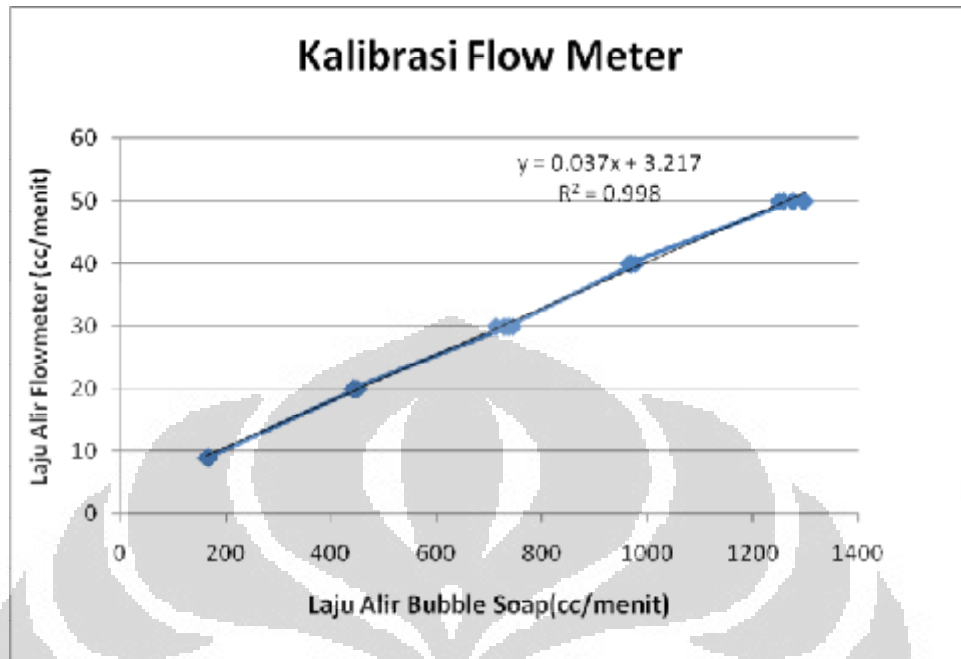
## Kalibrasi Karbon Dioksida

Volum	Konsentrasi			Waktu Retensi			Luas Peak			Mean		
	C1	C2	C3	$\tau_1$	$\tau_2$	$\tau_3$	PA1	PA2	PA3	Konsentrasi	Waktu Retensi	Luas Peak
3.42	97.1913	98.0463	98.2004	3.213	3.232	3.218	160815	162202	162823	97.8127	3.221	161946.67
5.34	97.4001	97.9064	98.1230	3.220	3.217	3.223	161551	162271	163369	97.8098	3.220	162397.00
7.61	99.1436	99.1801	99.2037	3.163	3.225	3.222		164896	165052	99.1758	3.203	164974.00
9.22	99.3458	99.3479	99.3836	3.220	3.212	3.193	165389	165313	165908	99.3591	3.208	165536.67
10.79	99.4798	99.4708	99.5021	2.967	2.960	2.963	167363	166413	167568	99.4842	2.963	167114.67



## Lampiran 2. Kalibrasi Flowmeter

Set Flow Rate	Display Flow Rate (cc/menit)	volume (cc)	waktu (s)	cc/s	Laju alir (cc/menit)	Rata Laju (cc/menit)
9	9	30	10.82	2.772643253	166.358595	165.1412456
9		30	11.11	2.700270027	162.016202	
9		30	10.93	2.74473925	164.684355	
9		50	18.1	2.762430939	165.745856	
9		50	18.05	2.770083102	166.204986	
9		50	18.09	2.763957988	165.837479	
20	19.3	50	6.68	7.48502994	449.101796	443.4959828
20		50	6.77	7.385524372	443.131462	
20		50	6.82	7.331378299	439.882698	
20		80	10.76	7.434944238	446.096654	
20		80	10.85	7.373271889	442.396313	
20		80	10.9	7.339449541	440.366972	
30	30	50	4.07	12.28501229	737.100737	732.1074405
30		50	4.21	11.87648456	712.589074	
30		50	4.03	12.40694789	744.416873	
30		80	6.52	12.26993865	736.196319	
30		80	6.6	12.12121212	727.272727	
30		80	6.53	12.25114855	735.068913	
40	39.4	50	3.07	16.28664495	977.198697	969.6491464
40		50	3.1	16.12903226	967.741935	
40		50	3.1	16.12903226	967.741935	
40		80	4.94	16.19433198	971.659919	
40		80	4.95	16.16161616	969.69697	
40		80	4.98	16.06425703	963.855422	
50	50.4	30	1.41	21.27659574	1276.59574	1276.089294
50		30	1.43	20.97902098	1258.74126	
50		30	1.44	20.83333333	1250	
50		60	2.77	21.66064982	1299.63899	
50		60	2.82	21.27659574	1276.59574	
50		60	2.78	21.58273381	1294.96403	



**Lampiran 3.** Perhitungan Luas Kawat yang dibutuhkan

Ket	nilai
jumlahkatalis per hari	0.5759
Asumsi gr C/gr cat	100
jmlh C yg diperoleh (gr)	57.589
mol C (grmol)	4.7991
konversi reaksi	60%
mol CH <sub>4</sub> yg dibutuhkan (grmol)	7.9985
Volume CH <sub>4</sub> yang dibutuhkan (liter, STP)	195.45
Flowrate CH <sub>4</sub> (l/day)	195.45
Flowrate CH <sub>4</sub> (l/h)	8.1438
Flowrate CH <sub>4</sub> (ml/min)	135.73
mol H <sub>2</sub> (grmol)	9.5982

L. perm wire

D (mm)	0.333
pj V (mm)	993.8
byk V	16
pj H (mm)	25
byk H	604
Lv =	16641.32
Lh =	15803.23
L total (mm <sup>2</sup> )	32444.55
L total (cm <sup>2</sup> )	324.4455

#### Lampiran 4 Perhitungan Kinerja Reaktor

Waktu reaksi = 20 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.3	8.1203	89083	0	0.06035	0.93965	490.0585	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
5	0.083333	30	13.2	8.18182	251457	1387028	0.153469	0.846531	1255.657	6926.161	0.051008	0.281355684	84.58%	84.65%
10	0.166667	30	13.2	8.18182	236987	1379108	0.146642	0.853358	1199.796	6982.022	0.048738	0.28362488	85.27%	85.34%
15	0.25	30	13.5	8	253045	1380950	0.154863	0.845137	1238.902	6761.098	0.050327	0.274650458	84.79%	84.51%
20	0.333333	30	13.5	8	260062	1365290	0.160003	0.839997	1280.028	6719.972	0.051998	0.272979841	84.28%	84.00%

Waktu reaksi = 30 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.3	8.1203	89083	0	0.075387	0.924613	612.1682	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
5	0.083333	30	13.28	8.13253	331927	1092587	0.233011	0.766989	1894.967	6237.564	0.076978	0.253383364	76.73%	76.70%
10	0.166667	30	13.2	8.18182	326669	1136235	0.223302	0.776698	1827.014	6354.804	0.074217	0.258145923	77.57%	77.67%
15	0.25	30	13.18	8.19423	329246	1133575	0.225076	0.774924	1844.326	6349.908	0.074921	0.257947028	77.35%	77.49%
20	0.333333	30	13.3	8.1203	328988	1126169	0.226084	0.773916	1835.872	6284.429	0.074577	0.255287141	77.46%	77.39%
25	0.416667	30	13.26	8.1448	331978	1121202	0.228449	0.771551	1860.673	6284.123	0.075585	0.255274711	77.15%	77.16%
30	0.5	30	13.2	8.18182	335060	1117292	0.230702	0.769298	1887.559	6294.259	0.076677	0.255686464	76.82%	76.93%



Waktu Reaksi = 40 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.47	8.01782	0	0	0	1	0	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
5	0.083333	30	13.47	8.01782	153566	1393881	0.112179	0.887821	899.4308	7118.387	0.036537	0.289164302	88.96%	83.65%
10	0.166667	30	13.3	8.1203	249318	1252477	0.166013	0.833987	1348.078	6772.223	0.054762	0.275102369	83.45%	80.42%
15	0.25	30	13.4	8.0597	294772	1215371	0.195195	0.804805	1573.211	6486.49	0.063907	0.263495294	80.68%	81.70%
20	0.333333	30	13.3	8.1203	295886	1194877	0.19848	0.80152	1611.714	6508.587	0.065471	0.26439292	80.21%	81.04%
25	0.416667	30	13.26	8.1448	307716	1191665	0.205229	0.794771	1671.546	6473.25	0.067902	0.262957476	79.47%	81.25%
30	0.5	30	13.17	8.20046	302655	1190938	0.202636	0.797364	1661.704	6538.752	0.067502	0.265618288	79.60%	80.99%
35	0.583333	30	13.2	8.18182	320608	1153962	0.217425	0.782575	1778.93	6402.888	0.072264	0.260099219	78.16%	80.77%
40	0.666667	30	13.3	8.1203	320199	1149616	0.21785	0.78215	1769.006	6351.294	0.071861	0.258003352	78.28%	80.60%

Waktu Reaksi = 50 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas (y, %)		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.47	8.01782	10511	1104	0.00774	0.99226	62.05431	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
5	0.083333	30	13.3	8.1203	274024	1347578	0.168984	0.831016	1372.197	6748.104	0.055742	0.274122615	83.15%	83.10%
10	0.166667	30	13.4	8.0597	280251	1264730	0.181394	0.818606	1461.985	6597.716	0.059389	0.268013546	82.05%	81.86%
15	0.25	30	13.3	8.1203	301702	1258787	0.193338	0.806662	1569.964	6550.337	0.063775	0.266088902	80.72%	80.67%
20	0.333333	30	13.26	8.1448	309639	1236674	0.200243	0.799757	1630.942	6513.855	0.066252	0.2646069	79.97%	79.98%
25	0.416667	30	13.17	8.20046	315275	1220257	0.20532	0.79468	1683.715	6516.74	0.068396	0.264724128	79.33%	79.47%
30	0.5	30	13.2	8.18182	320574	1213787	0.20893	0.79107	1709.427	6472.391	0.069441	0.262922568	79.01%	79.11%
35	0.583333	30	13.2	8.18182	321843	1201691	0.211248	0.788752	1728.39	6453.428	0.070211	0.262152252	78.78%	78.88%
40	0.666667	30	13.2	8.18182	323342	1196576	0.212736	0.787264	1740.571	6441.247	0.070706	0.261657426	78.63%	78.73%
45	0.75	30	13.1	8.24427	325641	1187137	0.21526	0.78474	1774.665	6469.61	0.072091	0.262809591	78.21%	78.47%
50	0.833333	30	13.2	8.18182	330378	1184261	0.218123	0.781877	1784.645	6397.173	0.072496	0.259867056	78.09%	78.19%

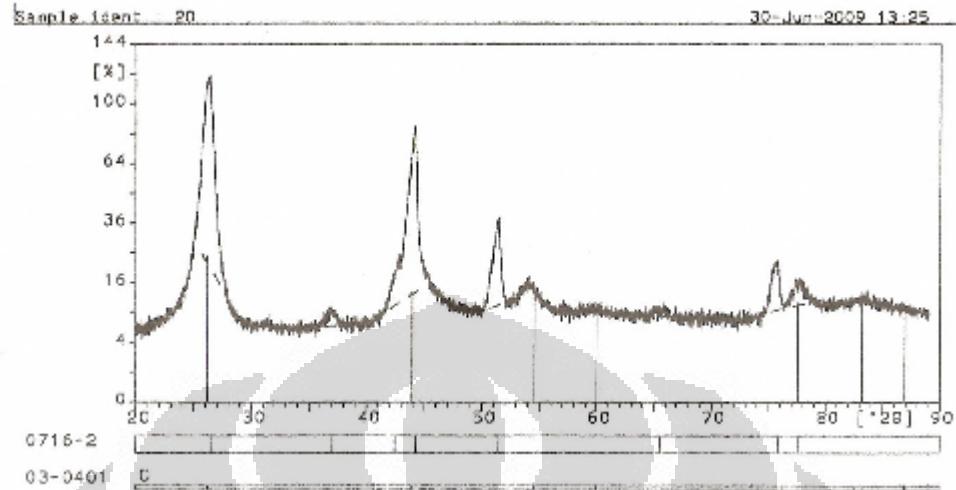
Waktu Reaksi = 60 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas (y, %)		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.2	8.18182		0	0	1	0	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
5	0.083333	30	13	8.30769	300757	1217890	0.198043	0.801957	1645.278	6662.414	0.066835	0.270641718	79.80%	80.20%
10	0.166667	30	13.3	8.1203	306145	1171109	0.207239	0.792761	1682.845	6437.456	0.068361	0.261503417	79.34%	79.28%
15	0.25	30	13.3	8.1203	327425	1187518	0.21613	0.78387	1755.043	6365.258	0.071294	0.258570594	78.45%	78.39%
20	0.333333	30	13.4	8.0597	324741	1164949	0.217992	0.782008	1756.953	6302.748	0.071371	0.25603131	78.43%	78.20%
25	0.416667	30	13	8.30769	331343	1148823	0.223855	0.776145	1859.721	6447.971	0.075546	0.261930584	77.16%	77.61%
30	0.5	30	13.25	8.15094	340818	1134274	0.231049	0.768951	1883.264	6267.679	0.076502	0.254606717	76.87%	76.90%
35	0.583333	30	13.3	8.1203	331704	1149078	0.224006	0.775994	1818.996	6301.305	0.073892	0.255972676	77.66%	77.60%
40	0.666667	30	13.4	8.0597	333127	1146103	0.225203	0.774797	1815.069	6244.633	0.073732	0.253670527	77.71%	77.48%
45	0.75	30	13.11	8.23799	333028	1143304	0.225578	0.774422	1858.308	6379.678	0.075489	0.259156355	77.18%	77.44%
50	0.833333	30	13.14	8.21918	333074	1138500	0.226339	0.773661	1860.317	6358.861	0.07557	0.25831072	77.16%	77.37%
55	0.916667	30	13.3	8.1203	339556	1131149	0.23088	0.76912	1874.813	6245.488	0.076159	0.25370526	76.98%	76.91%
60	1	30	13.37	8.07779	328517	1100997	0.22981	0.77019	1856.358	6221.428	0.075409	0.252727896	77.21%	77.02%

Waktu Reaksi = 240 menit

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Waktu bubble (detik)	Out Flowrate (l/h)	Peak Area		Komposisi gas (y, %)		Volume (cm <sup>3</sup> /h)		Out molar flow rate (kmol/h)		Konversi CH <sub>4</sub> (%)	Kemurnian H <sub>2</sub> (%)
					CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>		
0	0	30	13.4	8.0597	43880	291165	0.03421	0.96579	275.7204	0	0.330818	0	0.00%	0.00%
15	0.25	30	13.13	8.22544	296453	1238795	0.193098	0.806902	1588.314	6637.124	0.064521	0.269614375	80.50%	80.69%
30	0.5	30	13.18	8.19423	327701	1169008	0.218948	0.781052	1794.109	6400.125	0.072881	0.259986962	77.97%	78.11%
45	0.75	30	13.2	8.18182	327701	1228826	0.210533	0.789467	1722.546	6459.272	0.069974	0.26238963	78.85%	78.95%
60	1	30	13.16	8.20669	333246	1228826	0.213336	0.786664	1750.781	6455.906	0.071121	0.262252913	78.50%	78.67%
75	1.25	30	13.25	8.15094	333401	1127338	0.228241	0.771759	1860.382	6290.561	0.075573	0.255536245	77.16%	77.18%
90	1.5	30	13.32	8.10811	341186	1118440	0.233749	0.766251	1895.262	6212.847	0.07699	0.252379305	76.73%	76.63%
105	1.75	30	13.22	8.16944	340556	1114959	0.233976	0.766024	1911.455	6257.985	0.077647	0.254212922	76.53%	76.60%
120	2	30	13.2	8.18182	347599	1113567	0.237892	0.762108	1946.385	6235.433	0.079066	0.253296815	76.10%	76.21%
135	2.25	30	13.2	8.18182	338549	1117887	0.23245	0.76755	1901.866	6279.952	0.077258	0.255105273	76.65%	76.75%
150	2.5	30	13.16	8.20669	341995	1117779	0.234279	0.765721	1922.658	6284.029	0.078103	0.255270893	76.39%	76.57%
165	2.75	30	13.22	8.16944	339798	1118363	0.233032	0.766968	1903.74	6265.7	0.077334	0.254526334	76.62%	76.70%
180	3	30	13.19	8.18802	338975	1117483	0.232739	0.767261	1905.674	6282.347	0.077413	0.255202562	76.60%	76.73%
195	3.25	30	13.25	8.15094	339349	1125964	0.231588	0.768412	1887.661	6263.282	0.076681	0.254428109	76.82%	76.84%
210	3.5	30	13.24	8.1571	339670	1123836	0.232093	0.767907	1893.209	6263.891	0.076906	0.254452846	76.75%	76.79%
225	3.75	30	13.3	8.1203	338958	1118388	0.232586	0.767414	1888.667	6231.634	0.076722	0.253142491	76.81%	76.74%
240	4	30	13.22	8.16944	342508	1117261	0.234632	0.765368	1916.809	6252.631	0.077865	0.253995436	76.46%	76.54%

## Lampiran 5 Data XRD



File: 0716-2.D1 30-Jun-2009 13:36  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 20  
 Data measured at: 29-Jun-2009 11:02:00

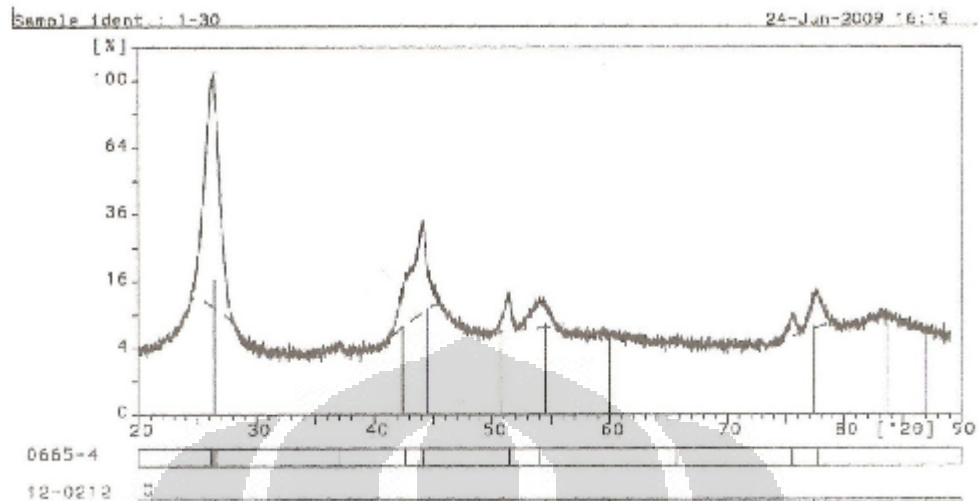
Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 2034.010  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 8

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.460	3.3657	3.3741	0.640	2034	454	100.0	31.52
37.020	2.4263	2.4323	0.640	41	104	2.0	1.83
42.445	2.1279	2.1332	0.480	117	149	5.7	1.53
44.240	2.0456	2.0507	0.120	835	188	41.1	1.39
51.470	1.7740	1.7784	0.100	320	125	15.8	1.02
65.500	1.4239	1.4274	0.960	12	77	0.6	1.19
75.830	1.2535	1.2566	0.200	85	81	4.2	1.12
77.565	1.2298	1.2328	0.960	42	88	2.1	5.47



: 0665-4.DI 24-Jun-2009 12:51  
 -----  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

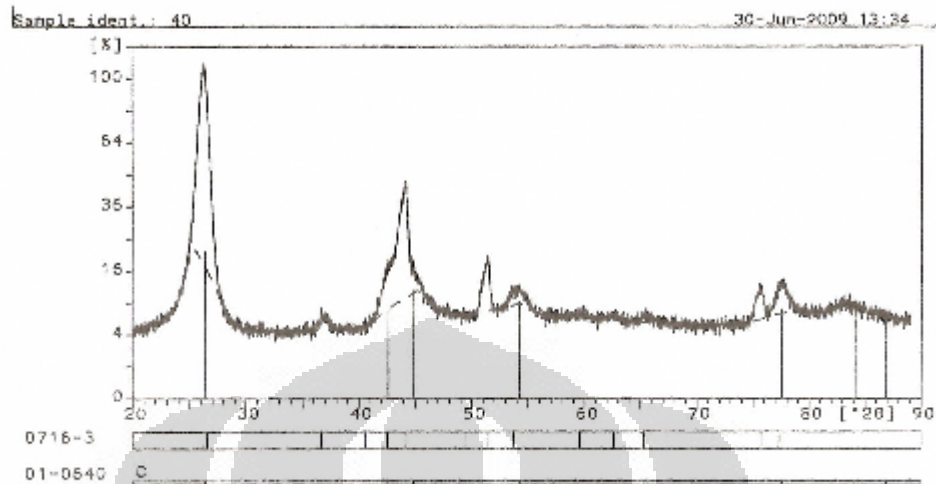
Sample identification: 1-30  
 Data measured at: 24-Jun-2009 12:04:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 3422.250  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS  
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 11

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.150	3.4049	3.4134	0.200	3318	404	96.9	1.69
26.400	3.3732	3.3816	0.080	3422	388	100.0	0.80
26.575	3.3514	3.3597	0.120	2809	376	82.1	1.56
37.085	2.4222	2.4282	0.480	18	98	0.5	1.18
42.610	2.1200	2.1253	0.400	228	169	6.7	1.11
44.180	2.0483	2.0534	0.100	534	219	15.6	0.94
51.520	1.7724	1.7768	0.320	112	123	3.3	4.50
54.060	1.6949	1.6992	0.400	92	125	2.7	0.88
65.695	1.4201	1.4237	0.960	7	71	0.2	0.77
75.585	1.2570	1.2601	0.480	42	77	1.2	3.27
77.735	1.2275	1.2305	0.240	88	94	2.6	0.80



File: 0716-3.DI 29-Jun-2009 13:36  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 40  
 Data measured at: 29-Jun-2009 12:43:00

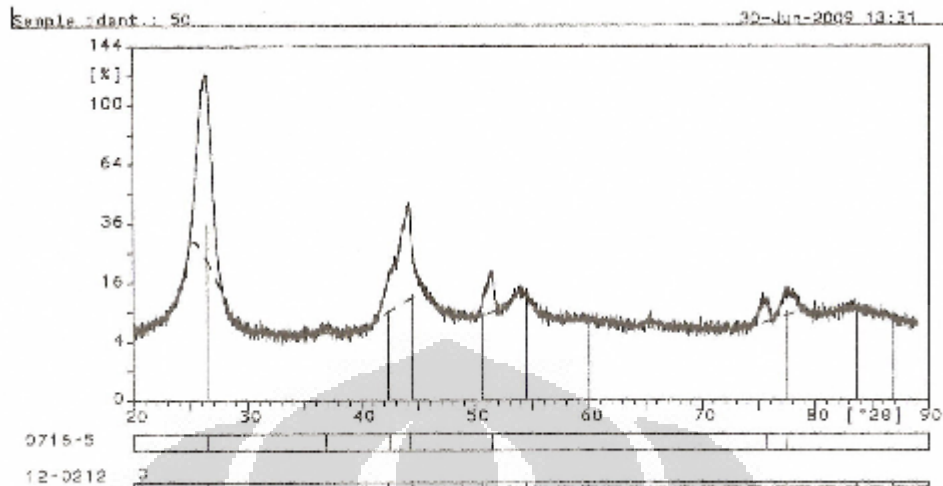
Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 2304.000  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS  
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 14

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.285	3.3877	3.3961	0.360	2304	445	100.0	8.43
26.565	3.3527	3.3610	0.120	1798	408	78.0	1.31
36.705	2.4464	2.4525	0.400	37	86	1.6	0.99
40.630	2.2187	2.2242	0.120	17	88	0.7	1.02
42.525	2.1241	2.1294	0.400	142	125	6.1	1.06
44.225	2.0463	2.0514	0.060	538	159	23.4	1.21
49.365	1.8446	1.8492	0.240	7	94	0.3	0.76
51.475	1.7738	1.7782	0.200	161	100	7.0	2.59
53.680	1.7060	1.7103	0.560	38	110	1.7	1.53
59.550	1.5511	1.5550	0.960	7	77	0.3	1.40
62.590	1.4829	1.4866	0.960	8	67	0.3	1.63
65.335	1.4271	1.4306	0.640	12	62	0.5	0.91
75.750	1.2547	1.2578	0.280	55	59	2.4	1.82
77.365	1.2324	1.2355	0.800	52	66	2.2	8.01





: 0716-5.D1 30-Jun-2009 10:11  
 -----  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 50  
 Data measured at: 30-Jun-2009 9:25:00

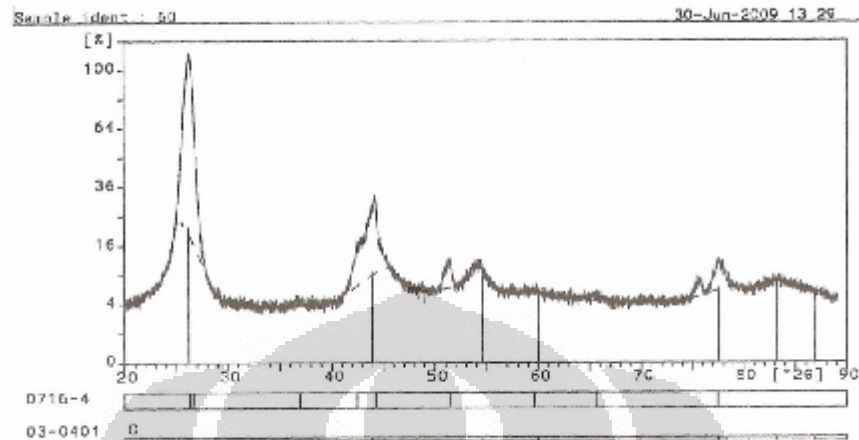
Diffractionmeter type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 2246.760  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS  
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 7

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.455	3.3663	3.3747	0.360	2247	548	100.0	7.28
36.850	2.4371	2.4432	0.960	14	94	0.6	1.08
42.505	2.1250	2.1303	0.640	154	144	6.8	1.62
44.175	2.0485	2.0536	0.240	445	177	19.8	3.52
51.505	1.7729	1.7773	0.120	114	117	5.1	1.39
75.660	1.2559	1.2590	0.640	40	66	1.8	5.21
77.525	1.2303	1.2334	0.480	53	76	2.4	1.54





: 0716-4.D1

29-Jun-2009 14:27

Philips Analytical X-Ray B.V.

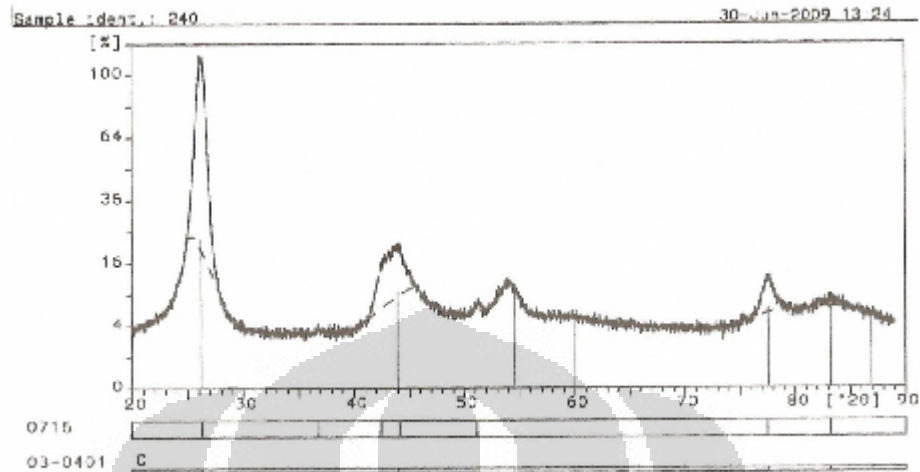
Department of Metallurgy UI

Sample identification: 60  
Data measured at: 29-Jun-2009 13:40:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
Tube anode: Cu  
Generator tension [kV]: 40  
Generator current [mA]: 30  
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
Divergence slit: AUTOMATIC  
Irradiated length [mm]: 12  
Receiving slit: 0.2  
Monochromator used: YES  
Start angle [°2θ]: 20.000  
End angle [°2θ]: 89.000  
Step size [°2θ]: 0.020  
Maximum intensity: 2683.240  
Time per step [s]: 0.800  
Type of scan: CONTINUOUS  
Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
Maximum peak tip width: 1.00  
Peak base width: 2.00  
Minimum significance: 0.75  
Number of peaks: 10

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.285	3.3877	3.3961	0.360	2683	552	100.0	6.45
26.610	3.3471	3.3554	0.240	2043	493	76.1	1.90
36.875	2.4355	2.4416	0.480	15	81	0.6	1.51
42.440	2.1281	2.1334	0.400	156	128	5.8	1.03
44.235	2.0459	2.0509	0.280	380	169	14.2	4.71
51.505	1.7729	1.7773	0.160	81	102	3.0	0.91
59.625	1.5494	1.5532	0.480	8	76	0.3	0.95
65.665	1.4207	1.4242	0.960	8	55	0.3	2.08
75.485	1.2584	1.2615	0.060	38	55	1.4	0.95
77.470	1.2310	1.2341	0.480	58	66	2.2	2.51



: 0716.D1 29-Jun-2009 10:49  
-----  
Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: 240  
Data measured at: 29-Jun-2009 10:02:00

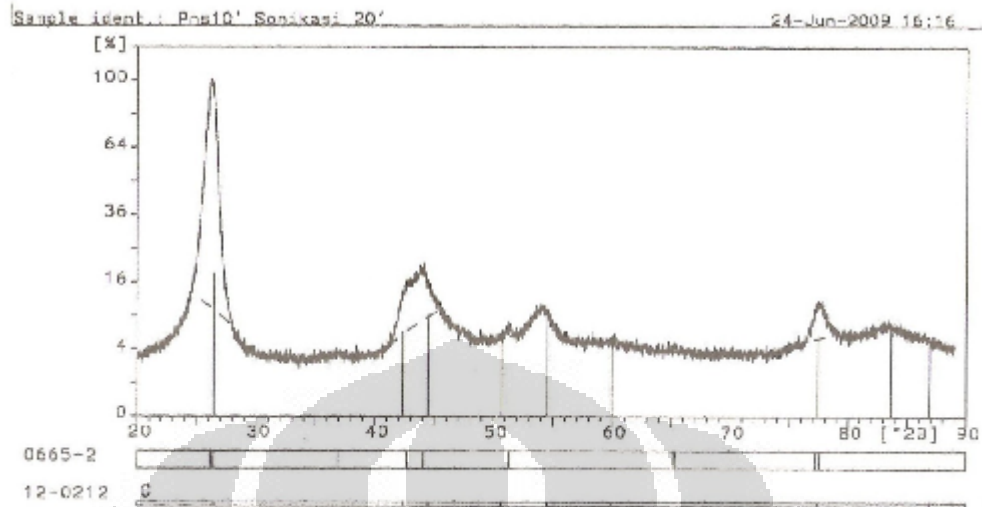
Diffractometer type: PW1710 BASED  
Tube anode: Cu  
Generator tension [kV]: 40  
Generator current [mA]: 30  
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
Divergence slit: AUTOMATIC  
Irradiated length [mm]: 12  
Receiving slit: 0.2  
Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
End angle [°2θ]: 89.000  
Step size [°2θ]: 0.020  
Maximum intensity: 3329.290  
Time per step [s]: 0.800  
Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
Maximum peak tip width: 1.00  
Peak base width: 2.00  
Minimum significance: 0.75  
Number of peaks: 7

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.300	3.3858	3.3942	0.640	3329	692	100.0	36.98
36.825	2.4387	2.4448	0.480	8	83	0.3	0.77
42.430	2.1286	2.1339	0.400	199	151	6.0	0.97
44.095	2.0520	2.0571	0.160	282	196	8.5	0.79
51.150	1.7843	1.7888	0.400	26	114	0.8	1.21
77.475	1.2310	1.2340	0.640	85	76	2.5	6.17
83.240	1.1597	1.1626	0.800	14	85	0.4	0.89



0665-2.D1 24-Jun-2009 10:56  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

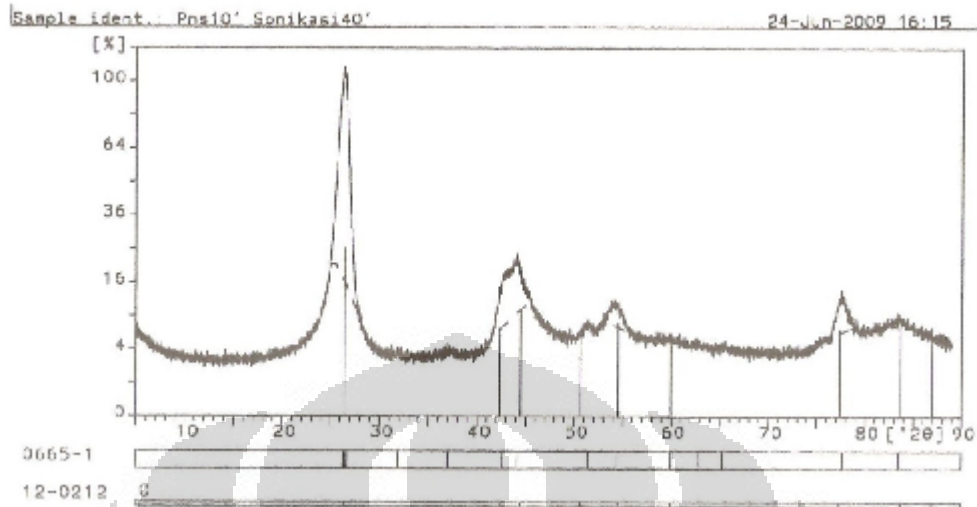
Sample identification: Pns10' Sonikasi 20'  
 Data measured at: 24-Jun-2009 10:10:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 3410.560  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS  
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 9

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.120	3.4088	3.4172	0.100	3411	400	100.0	0.95
26.405	3.3726	3.3810	0.280	3047	376	89.3	4.16
36.915	2.4330	2.4390	0.960	12	83	0.3	1.59
42.655	2.1179	2.1232	0.400	219	151	6.4	1.20
44.080	2.0527	2.0578	0.480	240	190	7.0	2.84
51.355	1.7777	1.7821	0.480	28	112	0.8	1.64
65.270	1.4283	1.4319	0.480	7	61	0.2	0.92
77.265	1.2338	1.2369	0.400	71	74	2.1	1.30
77.605	1.2292	1.2323	0.400	79	76	2.3	1.28



: 0665-1.DI 24-Jun-2009 9:56  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: Pos10' Sonikasi40'  
 Data measured at: 24-Jun-2009 9:00:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

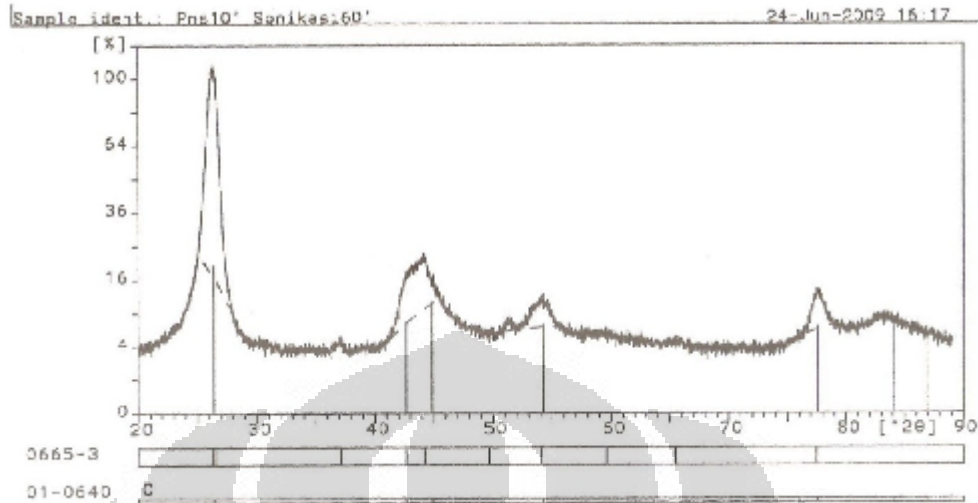
Start angle [°2θ]: 5.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 3540.250  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 13

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.295	3.3865	3.3949	0.400	3540	655	100.0	11.58
26.645	3.3428	3.3511	0.240	2809	581	79.3	2.39
31.885	2.8044	2.8113	0.240	18	104	0.5	0.78
37.025	2.4260	2.4320	0.480	15	92	0.4	1.30
42.670	2.1172	2.1225	0.640	246	177	7.0	5.00
44.125	2.0507	2.0558	0.400	286	228	8.1	2.46
51.400	1.7762	1.7806	0.480	26	130	0.7	1.75
54.430	1.6843	1.6865	0.800	79	139	2.2	4.68
59.955	1.5416	1.5454	0.960	7	90	0.2	0.83
62.900	1.4763	1.4800	0.400	7	77	0.2	0.75
65.275	1.4282	1.4318	0.960	6	67	0.2	1.22
77.710	1.2278	1.2309	0.560	85	92	2.4	3.87
83.495	1.1568	1.1597	0.200	18	96	0.5	0.75





: 0665-3.D1 24-Jun-2009 11:45  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

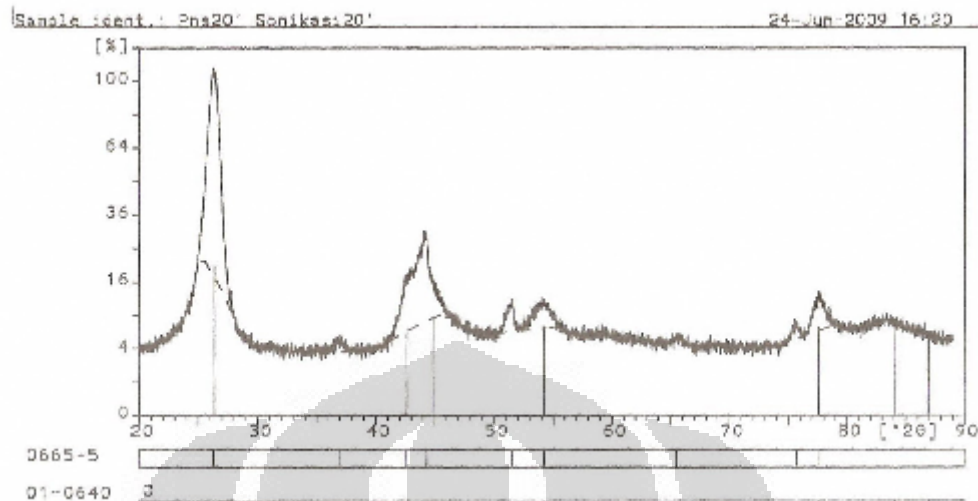
Sample identification: Pns10' Sonikasi60'  
 Data measured at: 24-Jun-2009 10:58:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 3375.610  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS  
 Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 11

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.325	3.3827	3.3911	0.320	3375	620	100.0	6.80
26.535	3.3564	3.3647	0.160	3014	581	89.3	0.96
37.110	2.4206	2.4266	0.640	27	92	0.8	1.19
42.630	2.1191	2.1244	0.240	234	169	6.9	1.13
44.170	2.0487	2.0538	0.320	262	219	7.8	1.39
49.630	1.8354	1.8399	0.120	0	117	0.0	0.81
51.290	1.7798	1.7842	0.320	31	117	0.9	1.05
54.135	1.6928	1.6970	0.480	88	123	2.6	1.49
59.605	1.5498	1.5537	0.960	5	88	0.2	0.98
65.435	1.4251	1.4287	0.960	8	64	0.2	2.62
77.445	1.2314	1.2344	0.880	86	83	2.6	12.68



: 0665-5.D1 24-Jun-2009 14:09  
 =====  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: Pns20' Sonikas120'  
 Data measured at: 24-Jun-2009 13:22:00

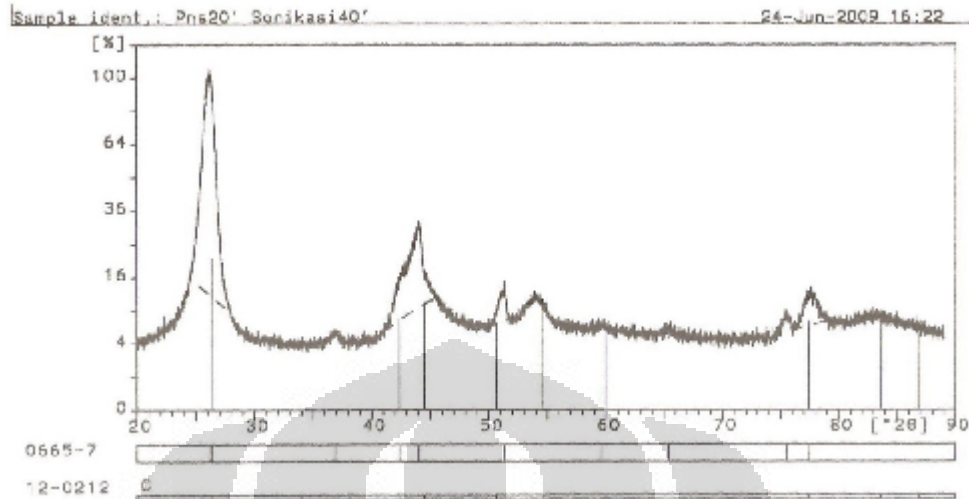
Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 2745.760  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 9

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.285	3.3877	3.3961	0.120	2746	524	100.0	0.90
36.925	2.4323	2.4384	0.800	25	81	0.9	2.15
42.495	2.1255	2.1308	0.320	199	119	7.2	1.26
44.270	2.0443	2.0494	0.400	361	145	13.1	8.26
51.535	1.7719	1.7763	0.240	77	100	2.8	2.22
54.235	1.6899	1.6941	0.240	71	104	2.6	0.89
65.510	1.4237	1.4272	0.800	11	58	0.4	1.18
75.670	1.2558	1.2589	0.480	23	59	0.8	1.51
77.495	1.2307	1.2338	0.120	77	71	2.8	0.79



: 0665-7.DI 24-Jun-2009 15:57  
 Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: Pns20' Sonikasi40'  
 Data measured at: 24-Jun-2009 15:11:00

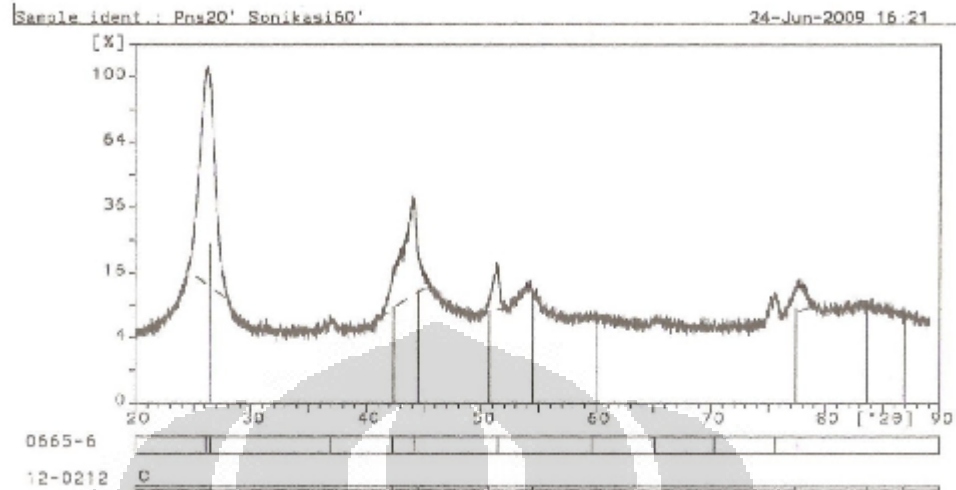
Diffractometer type: PW1710 BASED  
 Tube anode: Cu  
 Generator tension [kV]: 40  
 Generator current [mA]: 30  
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
 Divergence slit: AUTOMATIC  
 Irradiated length [mm]: 12  
 Receiving slit: 0.2  
 Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
 End angle [°2θ]: 89.000  
 Step size [°2θ]: 0.020  
 Maximum intensity: 2652.250  
 Time per step [s]: 0.800  
 Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
 Maximum peak tip width: 1.00  
 Peak base width: 2.00  
 Minimum significance: 0.75  
 Number of peaks: 10

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.140	3.4062	3.4147	0.200	2652	361	100.0	1.55
26.375	3.3764	3.3848	0.240	2314	346	87.2	1.73
36.920	2.4327	2.4387	0.800	26	88	1.0	2.64
42.380	2.1310	2.1363	0.800	151	137	5.7	3.61
44.060	2.0536	2.0587	0.280	388	172	14.6	4.20
51.320	1.7788	1.7832	0.280	90	110	3.4	2.95
59.645	1.5489	1.5527	0.960	7	79	0.3	1.18
65.355	1.4267	1.4302	0.640	11	62	0.4	1.01
75.470	1.2586	1.2617	0.560	30	59	1.1	2.60
77.475	1.2310	1.2340	0.400	61	69	2.3	1.21



: 0665-6.D1 24-Jun-2009 15:03  
-----  
Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: Pns20' Sonikasi60'  
Data measured at: 24-Jun-2009 14:16:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
Tube anode: Cu  
Generator tension [kV]: 40  
Generator current [mA]: 30  
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056  
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439  
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
Divergence slit: AUTOMATIC  
Irradiated length [mm]: 12  
Receiving slit: 0.2  
Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 20.000  
End angle [°2θ]: 89.000  
Step size [°2θ]: 0.020  
Maximum intensity: 2745.760  
Time per step [s]: 0.800  
Type of scan: CONTINUOUS  
Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00  
Maximum peak tip width: 1.00  
Peak base width: 2.00  
Minimum significance: 0.75  
Number of peaks: 11

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
26.090	3.4126	3.4211	0.160	2746	416	100.0	1.02
26.500	3.3607	3.3691	0.640	2480	384	90.3	12.73
36.955	2.4304	2.4365	0.400	31	108	1.1	1.40
42.310	2.1344	2.1397	0.400	137	161	5.0	0.87
44.140	2.0500	2.0551	0.320	511	204	18.6	8.27
51.405	1.7735	1.7779	0.320	121	132	4.4	5.24
59.615	1.5496	1.5534	0.960	6	92	0.2	0.83
65.145	1.4308	1.4343	0.800	8	74	0.3	1.37
70.290	1.3381	1.3414	0.160	8	64	0.3	0.77
75.610	1.2566	1.2597	0.320	49	74	1.8	1.88
77.625	1.2290	1.2320	0.480	52	88	2.3	2.04



**Pengolahan data XRD untuk mengetahui Ukuran kristal**

Waktu Reaksi (menit)	Sudut ( $2\theta$ )	d-value ( $\text{\AA}$ )	$\beta$	B (rad)	D (nm)
20	26.460	3.3657	1.360	0.023736	5.933823
30	26.400	3.3732	1.260	0.021991	6.403974
40	26.285	3.3877	1.240	0.021642	6.505736
50	26.455	3.3663	1.240	0.021642	6.507997
60	26.285	3.3877	1.220	0.021293	6.612387
240	26.300	3.3858	1.100	0.019199	7.333963

Keterangan	Sudut ( $2\theta$ )	d-value ( $\text{\AA}$ )	$\beta$	$\beta$ (rad)	D (nm)
10'-20'	26.12	3.4088	1.28	0.022340	6.300320
10'-40	26.295	3.3865	1.300	0.022689	6.205598
10'-60	26.325	3.3827	1.320	0.023038	6.111947
20'-20	26.285	3.3877	1.300	0.022689	6.205471
20'-40	26.140	3.4062	1.320	0.023038	6.109649
20'-60	26.090	3.4126	1.440	0.025133	5.599944