



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PROMOTOR TEKSTURAL DAN KOMPOSISI
KATALIS PADA KUALITAS DAN KUANTITAS PRODUK
DEKOMPOSISI KATALITIK METANA**

SKRIPSI

DANIEL

0606076236

**FAKULTAS TEKNIK
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PROMOTOR TEKSTURAL DAN KOMPOSISI
KATALIS PADA KUALITAS DAN KUANTITAS PRODUK
DEKOMPOSISI KATALITIK METANA**

SKRIPSI

DANIEL

0606076236

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

FAKULTAS TEKNIK

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA

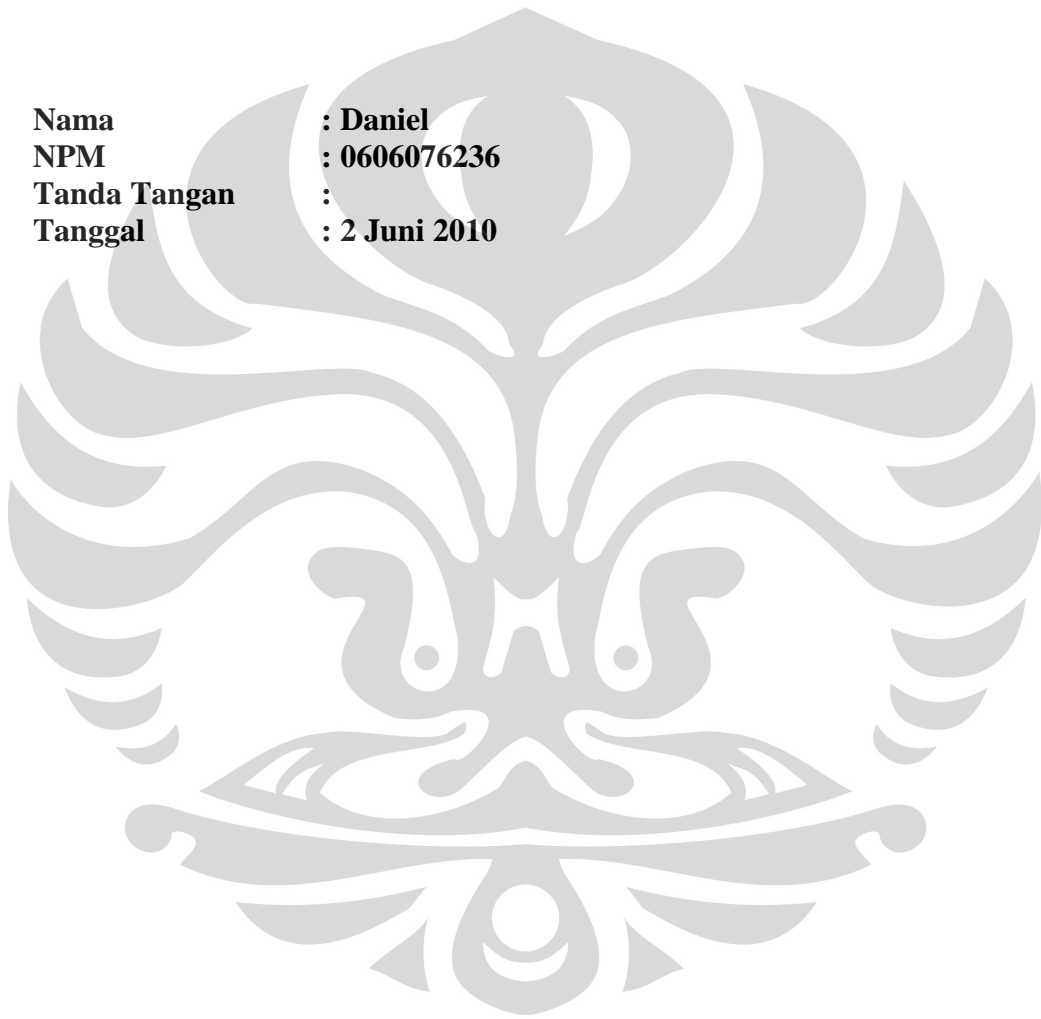
DEPOK

JUNI 2010

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Daniel
NPM : 0606076236
Tanda Tangan :
Tanggal : 2 Juni 2010



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Daniel
NPM : 0606076236
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pengaruh Promotor Tekstural dan Komposisi Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

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

Pembimbing : Dr. rer. nat. Ir. Yuswan Muharam, MT. ()

DEWAN PENGUJI

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

Penguji : Ir. Dijan Supramono, MSc ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 2 Juni 2010

KATA PENGANTAR

Puji syukur yang sebesar-besarnya kepada Tuhan YME, atas berkat rahmat karunianya penulis dapat menyelesaikan tugas seminar tepat pada waktunya. Tugas seminar dengan judul **Pengaruh Promotor Tekstural dan Komposisi Katalis pada Kualitas dan Kuantitas Produk Dekomposisi Katalitik Metana** ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis dalam meraih gelar Sarjana Teknik di Departemen Teknik Kimia FTUI.

Dalam penyusunan seminar ini, penulis banyak mendapatkan bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA, selaku ketua Departemen Teknik Kimia FTUI.
2. Bapak Dr. rer. nat. Ir. Yuswan Muharam, M.T. selaku dosen pembimbing.
3. Kedua orangtua, kakak-kakak saya, dan Christine Angelia Herci Marlina atas kasih sayang, perhatian, doa dan dukungan yang selalu diberikan.
4. Kakak Senior, pembimbing, dan sekaligus rekan kerja saya: Felany dan Marno atas kerja sama dan bantuannya selama penyusunan seminar ini.
5. Teman-teman sekalian dan pihak-pihak lainnya yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tak ada gading yang tak retak sama seperti manusia yang tiada sempurna. Oleh karena itu, penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya jika ada kesalahan dalam penulisan maupun materi baik yang sengaja maupun tidak sengaja. Penulis juga mengharapkan masukan, saran dan kritik yang berharga bagi perbaikan penulisan di masa yang akan datang.

Depok, Juni 2010
Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Daniel
NPM : 0606076236
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:

PENGARUH PROMOTOR TEKSTURAL DAN KOMPOSISI KATALIS PADA KUALITAS DAN KUANTITAS PRODUK DEKOMPOSISI KATALITIK METANA

beserta 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, Jawa Barat

Pada tanggal : 2 Juni 2010

Yang menyatakan

(Daniel)

ABSTRAK

Nama : Daniel
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Penelitian : **Pengaruh Promotor Tekstural dan Komposisi Katalis pada Kualitas dan Kuantitas Produk Dekomposisi Katalitik Metana**

Variasi promotor tekstural dan komposisi katalis telah dilakukan untuk melihat pengaruhnya pada reaksi dekomposisi katalitik metana. Dalam penelitian ini, promotor tekstural ditambahkan ke dalam katalis yang berbasis Ni dan Cu dengan metode preparasi impregnasi. Selanjutnya katalis dimasukkan ke dalam reactor unggun tetap yang terpasang online dengan alat kromatografi gas. Temperatur dalam reactor sebesar 700°C. Variasi yang dilakukan adalah pada textural promoter yang digunakan dan komposisinya. Hasil yang dianalisis adalah karakter katalis, produk konversi, dan hasil karbon nanotube yang dihasilkan. Dari penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa promotor tekstural terbaik adalah Al₂O₃, selanjutnya variasi komposisi menunjukkan bahwa komposisi terbaik Ni:Cu:Al₂O₃ = 56,8:27,1:16,1

Kata kunci:

Carbon nanotube, impregnasi, *textural promoter*, dekomposisi katalitik

ABSTRACT

Name : Daniel
Study Program : Chemical Engineering
Judul Penelitian : **The Effects of Textural Promoter and Catalyst Compositions on The Quality and Quantity of The Products of Catalytic Decomposition of Methane**

Variation of textural promoter and catalyst compositions have been performed to see its effect on catalytic decomposition of methane reaction. In this study, the textural promoter was added to the catalysts based on Ni and Cu with impregnation preparation method. Further catalyst was inserted into a fixed bed reactor directly connected with gas chromatography equipment. Temperature in the reactor was 700°C. The results that were being analyzed were the character of catalyst, conversion products, and the carbon nanotubes which were produced. From the research that has been done, it is known that the best textural promoter is Al₂O₃. Further the variations of compositions showed that the best composition of Ni: Cu: Al₂O₃ were 56.8: 27.1:16.1

Keywords:

Carbon nanotube, impregnation, textural promoter, catalytic decomposition of methane

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Urgensi dan Keutamaan Penelitian	4
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Umum Dekomposisi Katalitik Metana	5
2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana.....	7
2.2.1 Hidrogen.....	7
2.2.2 Karbon Nanotube (CNT)	9
2.3 Mekanisme Pertumbuhan Karbon Nanotube pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	11
2.4 Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	15
2.4.1 Inti Aktif	15
2.4.2 Penyangga (<i>support</i>)	16
2.4.3 Promotor.....	16
2.5 Preparasi Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	19
BAB III. METODE DOLE PENELITIAN	20
3.1 Tahapan Penelitian	20
3.2 Bahan dan Peralatan Penelitian	21
3.3 Prosedur Preparasi Katalis	22
3.4 Karakterisasi Katalis	25
3.5 Uji Kinerja Pada Reaktor.....	26
3.6 Karakterisasi Produk Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	28
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1 Hasil Penelitian Tahap I	
4.1.1 Karakterisasi Katalis	29
4.1.1.1 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF).....	29

4.1.1.2 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)	30
4.1.2 Uji Aktivitas Katalis	32
4.1.3 Hasil Karakterisasi Nanokarbon	34
4.2 Hasil Penelitian Tahap II	36
4.2.1 Karakterisasi Katalis	37
4.2.1.1 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)	37
4.2.1.2 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)	38
4.2.2 Uji Aktivitas Katalis	40
4.2.3 Hasil Karakterisasi Nanokarbon	42

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN..... 45

DAFTAR PUSTAKA..... 47

LAMPIRAN..... 51

LAMPIRAN A Kalibrasi Kromatografi Gas..... 52

LAMPIRAN B Kalibrasi Flowmeter..... 54

LAMPIRAN C Perhitungan Komposisi Gas..... 56

LAMPIRAN D DATA XRF..... 58

D.1 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃..... 58

D.2 Data XRF Katalis Ni-Cu-MgO..... 59

D.3 Data XRF Katalis Ni-Cu-SiO₂..... 60

D.4 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ Komposisi 62,6 : 22,4 : 15..... 61

D.5 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ Komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1... 62

LAMPIRAN E DATA XRD..... 63

E.1 Data XRD Katalis Ni-Cu-Al₂O₃..... 64

E.2 Data XRD Katalis Ni-Cu-MgO..... 66

E.3 Data XRD Katalis Ni-Cu-SiO₂..... 68

E.4 Data XRD Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ Komposisi 62,6 : 22,4 : 15..... 70

E.5 Data XRD Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ Komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1... 71

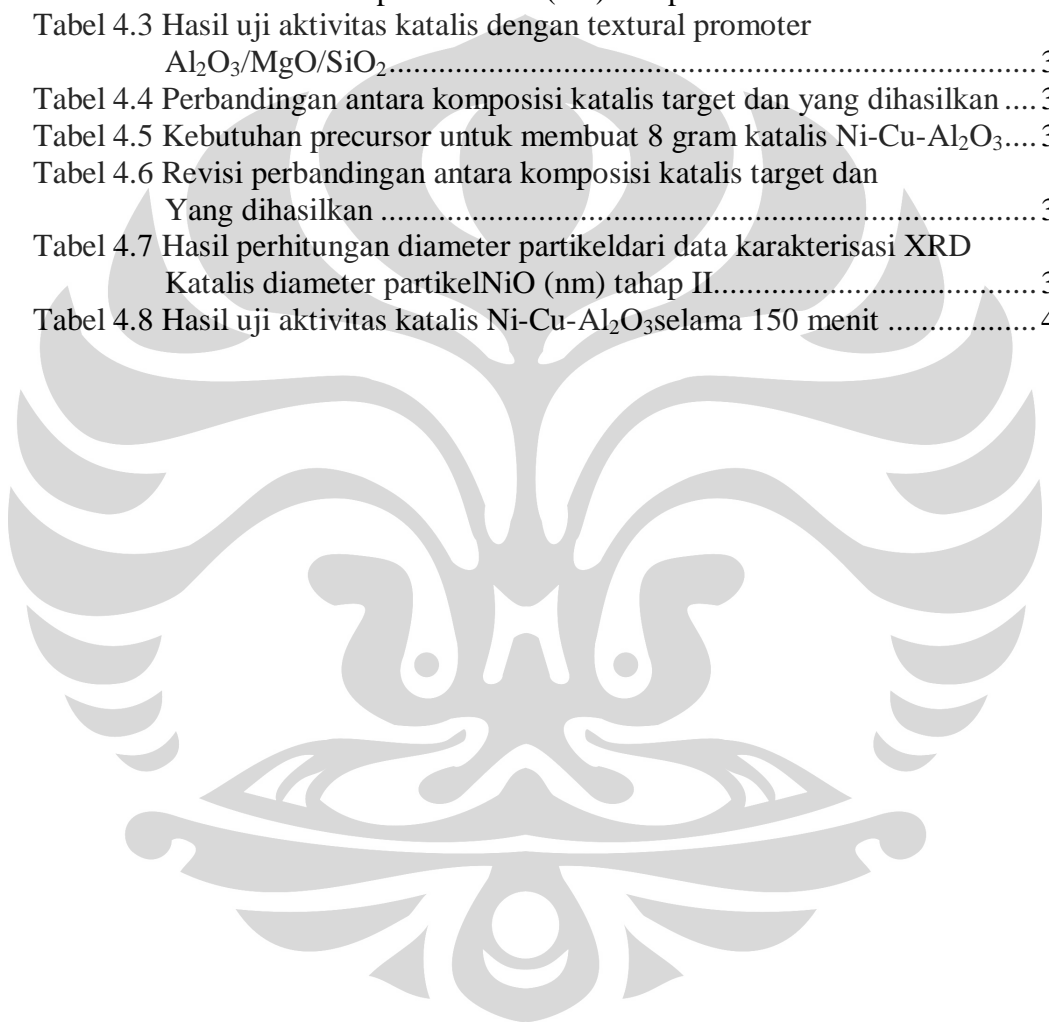
LAMPIRAN F DATA UJI AKTIVITAS KATALIS..... 72

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Ilustrasi karbon nanotube	10
Gambar 2.2 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana	12
Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan nukleus.....	14
Gambar 2.4 Skema pertumbuhan karbon nanotubes	14
Gambar 2.5 Susunan promotor tekstural HRO pada struktur matriks NiO.....	17
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian tahap I	20
Gambar 3.2 Diagram alir penelitian tahap I	21
Gambar 3.3 Skema Reaktor.....	26
Gambar 3.4 Reaktor unggun tetap yang terpasang online dengan alat kromatografi gas	27
Gambar 4.1 Katalis Ni-Cu-Al ₂ O ₃ /SiO ₂ /MgO.....	29
Gambar 4.2 Perbandingan konversi CH ₄ tahap I.....	33
Gambar 4.3 Produk Nanokarbon.....	34
Gambar 4.4 Hasil karakterisasi produk nanokarbon.....	35
Gambar 4.5 Perbandingan konversi CH ₄ tahap II	41
Gambar 4.6 Produk nano karbon yang sudah dicoating dan siap di SEM.....	42
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi produk nanokarbon katalis Ni-Cu-Al ₂ O ₃	43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Promotor tekstural dan titik leburnya.....	18
Tabel 4.1 Perbandingan komposisi desain dan komposisi actual katalis Ni-Cu-Al ₂ O ₃ /MgO/SiO ₂	30
Tabel 4.2 Hasil perhitungan diameter partikel dari data karakterisasi XRD katalis diameter partikel NiO (nm) tahap I.....	31
Tabel 4.3 Hasil uji aktivitas katalis dengan textural promoter Al ₂ O ₃ /MgO/SiO ₂	32
Tabel 4.4 Perbandingan antara komposisi katalis target dan yang dihasilkan	37
Tabel 4.5 Kebutuhan precursor untuk membuat 8 gram katalis Ni-Cu-Al ₂ O ₃	38
Tabel 4.6 Revisi perbandingan antara komposisi katalis target dan Yang dihasilkan	38
Tabel 4.7 Hasil perhitungan diameter partikel dari data karakterisasi XRD Katalis diameter partikel NiO (nm) tahap II.....	39
Tabel 4.8 Hasil uji aktivitas katalis Ni-Cu-Al ₂ O ₃ selama 150 menit	40



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Nanoteknologi digunakan untuk memproduksi material ataupun alat yang berukuran nano. Selama beberapa tahun terakhir ini, nanoteknologi secara global telah berkembang pesat. Riset mengenai nanoteknologi telah berkembang lima kali lipat dari 1997 hingga 2002 [1]. Selain itu, pertumbuhan industri nanoteknologi diramalkan akan berkembang dari \$225 juta menjadi \$700 milyar dari tahun 2005 hingga tahun 2007 [2]. Salah satu nanoteknologi adalah nanokarbon.

Nanokarbon merupakan material padat yang terdiri atas ikatan rantai karbon yang berbentuk bulat maupun pipa, yang berukuran kecil dalam skala nanometer. Berdasarkan bentuknya, nanokarbon terbagi menjadi tiga, yaitu *fullerence* yang berbentuk bulat, karbon nanotube yang berbentuk pipa, dan yang terakhir karbon nanofiber yang berbentuk serabut dan tidak teratur [3].

Dari semua bentuk nanokarbon yang dihasilkan, karbon nanotube adalah nanokarbon yang paling banyak dikaji dan dikembangkan karena strukturnya dan sifat fisiknya yang unik [4], serta mempunyai nilai tambah yang tinggi karena dapat digunakan sebagai adsorben [5], penyimpan hidrogen [6], [9], katalis [7], komposit [8], *electrostatic painting* [8], *nanoscale transistor* [9],[9], *flat-panel display* [9].

Produksi karbon berbentuk nanotube dalam jumlah yang besar telah banyak dilakukan dengan menggunakan metode *arch discharge*, *laser ablation*, *chemical vapour deposition* (CVD) [9]. Akan tetapi proses ini membutuhkan energi yang sangat besar dan memerlukan pemurnian produk sehingga biaya produksinya sangat mahal dan sulit di *scale-up* [11].

Metode lain dalam memproduksi karbon nanotubes adalah reaksi dekomposisi katalitik metana. Reaksi dekomposisi katalitik metana ($\text{CH}_4 \rightarrow \text{C} + 2\text{H}_2$ $\Delta H_{298\text{K}} = +75 \text{ kJ mol}^{-1}$ [12],[13]) bersifat endotermis sehingga

membutuhkan temperatur yang tinggi agar terjadi reaksi dekomposisi. Oleh karena itu, digunakan katalis untuk menurunkan energi aktivasi sehingga konversi maksimum dapat dicapai pada suhu yang lebih rendah.

Produksi karbon nanotube dengan menggunakan reaksi dekomposisi katalitik metana tidak memerlukan pemurnian produk, namun untuk mendapatkan kualitas bentuk yang diinginkan (nanotube berdiameter kecil dan seragam) dibutuhkan temperatur operasi yang cukup tinggi ($>700^{\circ}\text{C}$) [16][17]. Hal ini selain tidak ekonomis juga tidak dikehendaki karena pada temperatur tinggi katalis mudah terdeaktivasi, akibat deposit karbon yang menutupi permukaan katalis, sehingga menyebabkan *lifetime* katalis tidak berlangsung lama.

Besarnya *yield* yang dihasilkan dari dekomposisi katalitik metana sangat bergantung pada keaktifan logam utama dan luas permukaan katalis. Sedangkan diameter katalis juga mempengaruhi kualitas karbon nanotube yang dihasilkan [18]. Diketahui bahwa partikel logam Fe, Co, dan Ni menghasilkan karbon filamen yang diameternya hampir sama dengan diameter partikel logam itu sendiri [19].

Penggunaan Ni membuat pembentukan karbon nanotube dapat dilakukan pada temperatur yang lebih rendah dibandingkan katalis Fe dan Co, karena titik lelehnya yang lebih rendah. Katalis berbasis Ni menghasilkan *yield* yang lebih besar daripada katalis berbasis Fe atau Co, walaupun nanokarbon yang dihasilkan pada penelitian tersebut bukan nanotube melainkan nanofilamen [16],[20][21][22]. Hal ini terjadi karena temperatur reaksi pada penelitian tersebut tidak memungkinkan katalis berada dalam keadaan cair yang merupakan syarat untuk terbentuknya karbon nanotube [17],[20]. Keadaan cair dari suatu katalis baru dapat terjadi pada temperatur sedikit di bawah titik leleh inti aktif katalis tersebut. Penambahan logam kedua sebagai promotor struktural dipercaya dapat menurunkan titik leleh suatu katalis [23] disamping dapat meningkatkan aktivitas katalis .

Penelitian dengan menggunakan katalis berbasis Ni-Cu telah dilakukan dengan menggunakan promotor tekstural (HRO) seperti: alumina[21],[22],[24], silika[21], silika-alumina atau niobium oksida [25]. Katalis ini dipreparasi dengan metode ko-presipitasi. Pada penelitian tersebut hanya katalis berpromotor alumina

yang menghasilkan produk nanokarbon berbentuk nanotube, katalis berpromotor niobium oksida tidak menghasilkan karbon nanotube sama sekali meskipun dioperasikan pada temperatur yang tinggi (700°C), sedangkan untuk katalis Ni-Cu berpromotor silika dan silika-alumina yang diteliti oleh Lisa [14] belum sempat diuji karakterisasi karbon yang dihasilkan.

Katalis yang digunakan pada penelitian yang telah disebutkan sebelumnya dipreparasi dengan metode ko-presipitasi. Namun, belum pernah dilakukan penelitian dengan menggunakan katalis berbasis Ni-Cu dengan variasi promotor tekstural yang dipreparasi dengan metode impregnasi. Oleh karena itu, penelitian ini berfokus pada pembuatan karbon nanotube melalui dekomposisi katalitik metana dengan menggunakan katalis berbasis nikel yang dipreparasi dengan metode impregnasi.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan di atas, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah “Bagaimana pengaruh promotor tekstural dan komposisi katalis terhadap kuantitas dan kualitas karbon nanotubes yang dihasilkan?”

I.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai pengaruh promotor tekstural dan komposisi katalis terhadap kuantitas dari jumlah karbon nanotube yang dihasilkan dan kualitas dari diameter karbon nanotube yang dihasilkan.

I.4 Batasan Masalah

Batasan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Katalis yang digunakan adalah nikel sebagai inti aktif dengan penambahan Cu sebagai promotor struktural.
2. Promotor tekstural yang divariasikan MgO, Al₂O₃, dan SiO₂.
3. Komposisi Ni : Cu : *textural promoter* yang digunakan adalah 65-25-10 persen mol.

4. Katalis yang divariasikan komposisinya adalah katalis dengan promotor tekstural yang terbaik.
5. Komposisi katalis yang akan divariasikan adalah 65:25:10, 65:20:15, dan 65:15:20 persen mol.
6. Katalis yang digunakan dipreparasi dengan metode impregnasi.
7. Reaktor untuk uji aktivasi adalah reaktor unggun tetap.

I.5 Urgensi dan Keutamaan Penelitian

Karbon nanotube perlu dikaji dan dikembangkan karena strukturnya dan sifat fisiknya yang unik [4], serta mempunyai nilai tambah yang tinggi karena dapat digunakan sebagai adsorben [5], penyimpan hidrogen [6], [9], katalis [7], komposit [8], *electrostatic painting* [8], *nanoscale transistor* [9],[9], *flat-panel display* [9]. Produksi karbon nanotube dengan menggunakan reaksi dekomposisi katalitik metana tidak memerlukan pemurnian produk, namun untuk mendapatkan kualitas bentuk yang diinginkan (nanotube berdiameter kecil dan seragam) dibutuhkan temperatur operasi yang cukup tinggi ($>700^{\circ}\text{C}$) [16][17]. Penggunaan logam Ni membuat pembentukan karbon nanotube dapat dilakukan pada temperatur yang lebih rendah dibandingkan katalis Fe dan Co, karena titik lelehnya yang lebih rendah. Oleh karena itu, riset ini perlu dilakukan agar karbon nanotube yang memiliki nilai tambah tinggi dapat diproduksi secara ekonomis, tanpa proses pemurnian produk dan memiliki *lifetime* katalis yang tinggi.

1.6 Sistematika Penulisan

Susunan penulisan akan mengacu pada sistematika berikut:

- Bab I PENDAHULUAN
Berisi latar belakang sebagai dasar penelitian dilakukan, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.
- Bab II TINJAUAN PUSTAKA
Berisi landasan teori umum yang digunakan untuk menjelaskan masalah yang dibahas.
- Bab III METODE PENELITIAN

Berisi tentang metode penelitian serta langkah-langkah yang dilakukan dalam menjalankan penelitian untuk mencapai tujuan.

- **Bab IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Berisi tentang data hasil penelitian, pengolahan data, analisa dan pembahasan terhadap hasil yang diperoleh.

- **Bab V KESIMPULAN DAN SARAN**

Berisi tentang kesimpulan penelitian secara keseluruhan serta saran yang diperlukan untuk kelanjutan penelitian berikutnya.

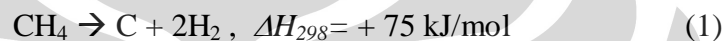


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum Dekomposisi Katalitik Metana

Dekomposisi didefinisikan sebagai salah satu reaksi kimia yang menguraikan atau memutuskan ikatan rantai suatu senyawa menjadi unsur-unsur atau senyawa yang lebih sederhana [13]. Salah satu contohnya adalah dekomposisi metana atau yang dikenal dengan *methane decomposition reaction* (MDR) yang memutuskan ikatan H-C dari metana menjadi komponen yang lebih sederhana yaitu hidrogen dan karbon. Reaksinya:



Hasil analisis termodinamika reaksi dekomposisi metana di atas menurut Perry [38] menyatakan bahwa nilai untuk energi bebas Gibbs (ΔG_r^0) dan energi penguraian metana (ΔH_r^0) pada suhu 298K, masing-masing sebesar 50,8 kJ/mol dan 75 kJ/mol. Adapun nilai energi Gibbs pada temperatur reaksi yang akan dilakukan ($\pm 1000\text{K}$) adalah sebesar 19,720 kJ/mol, menunjukkan reaksi tidak dapat berjalan secara spontan. Dan nilai ΔH_r^0 yang positif menandakan reaksi bersifat endotermis. Konversi akan meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi sehingga reaksi ini harus dilakukan pada temperatur 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 hidrogen bebas CO-CO₂ dan material karbon dengan jenis yang berbeda. Perkembangan MDR pertama kalinya bertujuan untuk mendapatkan gas H₂ 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, 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.

Untuk selanjutnya pada tinjauan pustaka ini akan dijelaskan mengenai dekomposisi katalitik metana.

2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana

2.2.1 Hidrogen

Hidrogen adalah bahan bakar bebas polutan atau disebut juga sebagai *clean fuel*, karena pembakaran hidrogen tidak menimbulkan polutan seperti CO dan CO₂ yang timbul akibat pembakaran bahan bakar dari minyak bumi. Pembakaran hidrogen ($2\text{H}_2(\text{g}) + \text{O}_2(\text{g}) \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}(\text{l}) + 572 \text{ kJ}$) hanya menghasilkan air saja. 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 dan kimia. Misalnya dalam produksi amonia yang menggunakan hidrogen sebagai bahan baku utama. Dalam bidang energi, hidrogen digunakan sebagai bahan bakar *fuel cell* [37].

Walaupun hidrogen banyak terdapat di alam dalam bentuk persenyawaan dengan zat lain, misalnya air dan hidrokarbon, hidrogen dalam bentuk gas hanya berada dalam konsentrasi kecil di atmosfer bumi. Hal ini disebabkan karena berat

molekulnya yang kecil, sehingga lebih mudah terlepas dari atmosfer bumi dibandingkan dengan gas lain yang lebih berat. Kebutuhan gas hydrogen yang cukup tinggi dapat dipenuhi dari proses konversi dari air, gas alam, dan minyak bumi.

Gas hidrogen murni dapat diproduksi dari air dengan menggunakan proses elektrolisis. Hanya saja proses ini membutuhkan biaya yang mahal karena efisiensinya masih rendah [28]. Selain itu, hidrogen dapat diproduksi dari bahan baku gas bumi (metana) melalui reaksi-reaksi reformasi kukus/metana, oksidasi parsial metana dan reformasi CO₂/metana. Semua reaksi diatas menghasilkan produk gas sintesis yaitu campuran H₂ dan CO dengan berbagai rasio H₂/CO mulai dari 1 sampai dengan 3.

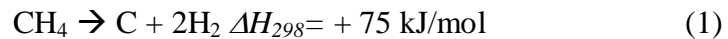
Gas sintesis yang memiliki kandungan CO, digunakan sebagai bahan baku petrokimia terutama untuk sintesis metanol seperti pada *Fischer-Tropsch* [29]. Akan tetapi apabila yang diinginkan hidrogen murni maka masih memerlukan reaksi lanjutan (*water gas shift*) atau separasi untuk mendapatkan hidrogen tersebut. Penelitian reaksi-reaksi tersebut secara aktif telah dilakukan terutama menyangkut aspek pengembangan katalisnya terutama katalis nikel, logam mulia dan nikel berpromotor [29],[30],[31],[32].

Produksi hidrogen yang paling banyak digunakan pada skala komersial adalah *Steam Reforming of Methane* (SRM). Proses ini mereaksikan metana dengan kukus pada suhu tinggi untuk menghasilkan gas sintesis dengan reaksi sebagai berikut :



Pada reaksi ini terdapat *byproduct* berupa CO, yang harus dihilangkan karena bersifat beracun. Penghilangan CO dapat dilakukan proses pemurnian yang meliputi: *water gas shift* (WGS) dan *pressure swing adsorption* (PSA) [33].

Alternatif lain untuk memproduksi hidrogen adalah dengan cara memutuskan ikatan H-C dari metana menjadi hidrogen dan karbon dengan bantuan katalis. Proses ini dikenal dengan *Methane Decomposition Reaction* (MDR). Adapun reaksinya adalah sbb:



Pada proses ini tidak terbentuk CO₂ dan tidak diperlukan proses penghilangan CO, serta berlangsung pada suhu yang lebih rendah dan lebih hemat energi karena bersifat kurang endotermis dibanding SRM, sehingga lebih ekonomis. Konsentrasi produk gas hidrogen biasanya dinyatakan dalam % volume.

2.2.2 Karbon Nanotube

Karbon nanotube pertama kali ditemukan oleh Sumio Iijima pada tahun 1991. Karbon nanotube merupakan lembaran grafit yang digulung membentuk tube/silinder. Lembaran grafit ini tersusun dari ikatan heksagonal atom-atom karbon sp³. Selain itu, karbon nanotube memiliki rasio panjang/diameter lebih dari 10000.

Karbon nanotube terdiri dari 2 jenis yaitu:

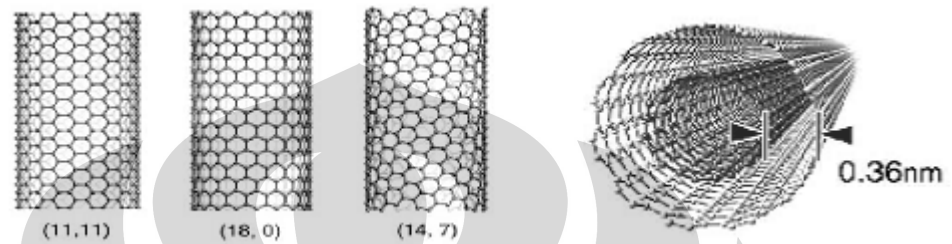
1. *Single-Walled Carbon Nanotube* (SWNT)

SWNT atau sering juga disingkat SWCNT memiliki diameter yang bervariasi antara 0,4 nm hingga 2,5 nm dan panjang beberapa micrometer sampai beberapa milimeter. Karena diameternya yang sangat kecil, karbon jenis ini banyak diaplikasikan sebagai *hydrogen storage* untuk *fuel cell*. Karbon nanotube jenis SWNT memiliki 3 jenis bentuk struktur yang berbeda antara lain: (11,11) *armchair type*, (18,0) *zig-zag type*, dan (14,7) *helical type* (Gambar 2.1(a)) [34].

Karbon nanotube jenis SWNT memiliki sifat-sifat yang lebih unggul daripada bentuk MWNT, namun sintesisnya tidaklah mudah. Produksi tahunan untuk SWNT yang dilakukan oleh beberapa perusahaan besar seperti: Mitsui & Co.Ltd., Hyperion Catalysis, Nanotech, Nanoledge, Nanocyl, Rosseter, Arkema, Bayer or Thomas Swan [35],[5] hanya menghasilkan beberapa kilo SWNT dan beberapa kilo MWNT. Oleh sebab itu, harga untuk 1 kg dapat mencapai €100-5000 [35].

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

MWNT merupakan SWNT yang tersusun secara aksial konsentris dengan jarak antara SWNT yang satu dengan yang lainnya sekitar 0.36 nm (Gambar 2.1(b)). Lapisan SWNT pada MWNT bervariasi jumlahnya dari dua sampai beberapa puluh lapisan, sehingga memungkinkan diameter eksternalnya mencapai 100 nm [5].



Gambar 2. 1 Ilustrasi karbon nanotube

(a) single-walled carbon nanotube; (b) multi-walled carbon nanotube [34]

Karbon nanotube memiliki struktur dan sifat fisik yang unik dan unggul, sehingga dalam beberapa tahun terakhir ini produk karbon nanotube banyak dimanfaatkan dalam dunia industri untuk menggantikan beberapa material yang digunakan untuk beberapa aplikasi. Dan diketahui bahwa karbon nanotubes yang berkualitas baik adalah nanotube yang *single walls* (diameternya kecil), panjang, dan seragam [13].

Adapun sifat-sifat yang dimiliki oleh karbon nanotube dan pemanfaatannya dalam bidang industri [9], antara lain:

1. 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. Sedangkan karbon nanotube jenis MWNT, memiliki kekuatan tensil dan modulus Young masing-masing sebesar 11-63 GPa dan 270-950 GPa.

2. Memiliki konduktivitas elektronik yang besar.

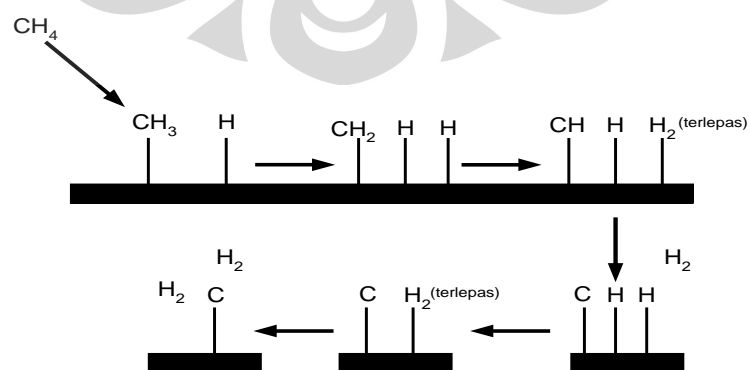
Penambahan karbon nanotube dalam konsentrasi kecil pada bahan plastik dapat memberikan efek konduktivitas elektrik. Hal ini memungkinkan pengerjaan *electrostatic painting* dalam proses pelapisan *sparepart* otomotif.

3. Memiliki ratio panjang terhadap diameter yang tinggi sehingga memungkinkan aplikasi karbon nanotube sebagai bahan komposit.
4. Karbon nanotube dapat digunakan sebagai pelapis anti-statis untuk mencegah bahaya sensitivitas komponen elektronik ketika sedang dalam penyimpanan dan proses perkapalan.

Selain dekomposisi katalitik metana, untuk produksi nanokarbon umumnya menggunakan proses *arch-discharge*, *laser ablation*, dan CVD (*Chemical Vapour Deposition*) [9] yang menghasilkan karbon *nanotubes* berbentuk SWNT maupun MWNT. Akan tetapi proses ini membutuhkan energi yang sangat besar dan memerlukan pemurnian produk sehingga biaya produksinya sangat mahal dan sulit di *scale-up* [11].

2.3 Mekanisme Pertumbuhan Karbon Nanotube pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Pada reaksi dekomposisi metana, sebuah molekul metana direngkahkan (*cracking*) menjadi sebuah molekul karbon dan dua buah molekul hidrogen. Gambar 2.2 menunjukkan mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana. Atom hydrogen terputus satu persatu membentuk ion karbonium. Dan pada akhirnya didapatkan sebuah molekul atom karbon dan dua molekul hydrogen pada akhir reaksi.



Gambar 2. 2 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana

Salah satu teori mekanisme pertumbuhan nanokarbon, menyebutkan bahwa mekanisme pertumbuhan nanokarbon dipengaruhi oleh laju pembentukan lapisan karbon terhadap laju pergerakan metal. Dalam teori itu, Safronov dan Kovalski seperti yang disitir Chen, Jiuling dkk [17] menyatakan bahwa mekanisme pertumbuhan karbon diawali dengan pembentukan lapisan karbon yang membungkus partikel katalis yang meleleh, lalu diikuti dengan pecahnya lapisan karbon tersebut akibat tekanan uap logam katalis dan impuls mekanik yang diterima katalis. Selanjutnya mereka berpendapat bahwa jika kecepatan partikel logam lebih cepat dari pembentukan lapisan karbon maka nanokarbon yang diperoleh berbentuk *nanochains* atau *torn shells*, namun jika hal yang sebaliknya terjadi maka nanokarbon yang diperoleh adalah *bamboo-shaped carbon*. Karbon nanotube baru diperoleh bila laju pembentukan lapisan karbon dan laju pergerakan logam sama.

Teori mekanisme pertumbuhan oleh Chen, Jiuling dkk [17] menyatakan bahwa laju pembentukan karbon dan laju pergerakan katalis dipengaruhi oleh keadaan katalis pada saat reaksi terjadi dan juga oleh komposisi umpan. Karbon *bamboo-shaped* baru terbentuk bila partikel logam berada dalam keadaan *quasi-liquid*, yaitu keadaan dimana logam setengah meleleh. Keadaan quasi-liquid ini memungkinkan logam untuk bergerak sepanjang struktur grafit, namun karena hanya sedikit meleleh, laju pergerakan logamnya tidak lebih cepat daripada laju pembentukan lapisan karbon.

Berdasarkan kedua teori di atas, agar terbentuk karbon nanotubes diperlukan laju pembentukan lapisan karbon dan laju pergerakan logam sama. Agar laju pergerakan logam sama dengan laju pembentukan lapisan karbon, diperlukan keadaan partikel logam yang meleleh (*liquid*).

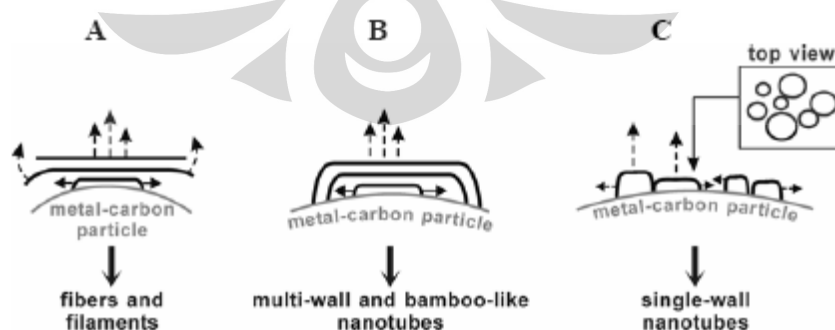
Menurut Kuznetsov [20], faktor yang menentukan jenis karbon yang dihasilkan suatu proses dekomposisi metana adalah proses nukleasi karbon pada logam. Proses nukleasi ini merupakan proses presipitasi beberapa karbon pada permukaan partikel logam yang jenuh karbon (*carbon-saturated metal particles*). Partikel logam yang jenuh karbon ini dicapai pada saat logam berada dalam fasa

liquid yaitu pada temperatur sedikit di bawah temperatur eutektik. Karbon-karbon tersebut selanjutnya bergabung membentuk ikatan heksagonal yang kemudian bertransformasi menjadi lembaran grafit.

Apabila permukaan partikel logam kurang jenuh karbon, nukleus yang dihasilkan berukuran relatif besar dan tumbuh secara berkesinambungan menghasilkan pembentukan lembaran grafit yang menutupi sebagian besar permukaan partikel logam. Karena permukaan logam kurang jenuh karbon, nukleus berikutnya tumbuh di bawah nukleus yang pertama tanpa berikatan dengan partikel logam di permukaan. Hal ini berlangsung terus-menerus sehingga didapatkan tumpukan lembaran grafit menuju sudut tertentu atau sejajar arah aksial dari *fiber* (Gambar 2.3(a)). Bentuk nanokarbon yang dihasilkan ini dinamakan nanofilamen.

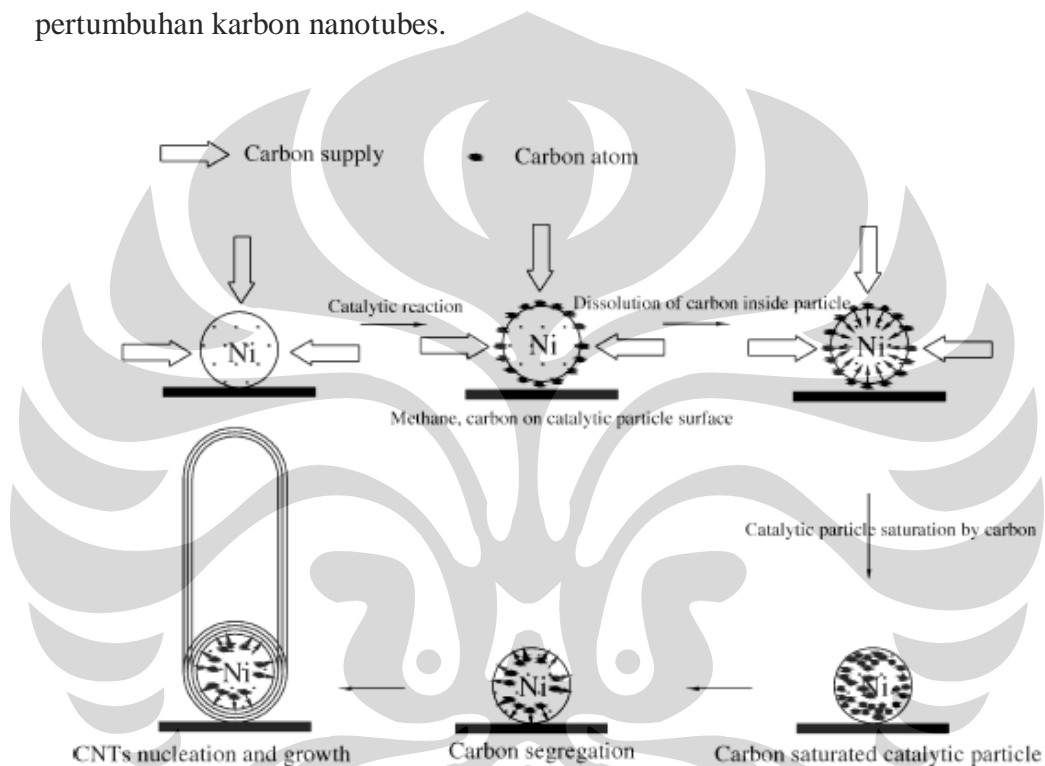
Proses pembentukan multi-walled nanotube (MWNT) hampir sama dengan pembentukan nanofilamen. Hanya saja MWNT terbentuk pada permukaan partikel logam yang lebih jenuh karbon. Selain itu, ujung dari nukleus berikutnya akan selalu berikatan dengan permukaan partikel logam. Pada mekanisme pertumbuhan MWNT, sebelum terbentuk nucleus yang baru, terjadi difusi atom karbon membentuk nanotube, begitu seterusnya sehingga didapatkan dinding nanotube yang berlapis-lapis (Gambar 2.3(b)).

Berbeda dengan proses pertumbuhan nanofilamen dan MWNT, pada pertumbuhan SWNT, beberapa nukleus mengendap pada permukaan partikel logam yang sama. Hal ini dapat terjadi jika karbon permukaan partikel logam sangat jenuh karbon (Gambar 2.3(a)).



Gambar 2. 3 Mekanisme pembentukan nukleus pada pertumbuhan (a) karbon nanofilamen; (b) MWNT(b); (c) dan SWNT [20]

He, Chunan dkk [36] menggambarkan mekanisme pertumbuhan karbon nanotubes seperti pada Gambar 2.4. Setelah terjadi reaksi katalitik, terjadi penjumlahan karbon pada partikel nikel yang digunakan sebagai katalis. Pada suatu saat, partikel nikel akan jenuh dengan karbon dan pemisahan karbon terjadi. Dengan pemisahan karbon yang terjadi secara berkesinambungan, terjadi pertumbuhan karbon nanotubes.



Gambar 2. 4 Skema pertumbuhan karbon nanotubes [36]

2.4 Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Penambahan katalis dalam reaksi dekomposisi metana memungkinkan tercapainya konversi yang maksimum pada temperatur yang lebih rendah, karena reaksi dekomposisi metana bersifat endotermik. Hal ini berpengaruh terhadap banyaknya yield produk yang dihasilkan. Selain berpengaruh terhadap kuantitas, katalis juga berperan dalam hal kualitas nanokarbon. Katalis yang efisien untuk reaksi ini adalah yang paling tahan terhadap adanya akumulasi karbon dalam jumlah besar sesuai dengan konversi metana yang bersangkutan.

Berikut akan dijelaskan tentang bagian-bagian dari katalis yang akan digunakan pada reaksi dekomposisi metana pada penelitian ini.

2.4.1 Inti aktif

Inti aktif suatu katalis merupakan unsur utama penentu aktivitas katalis dalam reaksi. Pada penelitian reaksi dekomposisi katalitik metana, sebagai inti aktif digunakan logam-logam transisi dari golongan VIII, seperti Ni, Co, dan Fe. Hal ini dikarenakan ketiga logam tersebut memiliki harga yang tidak terlalu tinggi dibandingkan logam golongan VIII lainnya (Pd, Rh, Ru, Pt, Ir, dan Os). Selain itu, dalam dekomposisi hidrokarbon, partikel logam Fe, Co, dan Ni menghasilkan karbon filamen yang diameternya hampir sama dengan diameter partikel logam itu sendiri [19]. Dan telah diketahui bahwa karbon nanotubes yang kualitasnya tinggi adalah karbon nano yang ukuran diameternya kecil dan bahkan single-walled [13].

Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa karbon nanotubes baru terbentuk pada keadaan meleleh. Karena titik leleh Ni (1455°C) yang lebih rendah daripada Fe (1537°C) dan Co (1495°C), maka penggunaan Ni membuat pembentukan karbon nanotubes dapat dilakukan pada temperature yang lebih rendah daripada katalis Fe dan Co. Selain itu, di antara ketiga logam tersebut, Ni memiliki tingkat keaktifan paling tinggi [23] dan menghasilkan yield karbon yang relatif lebih tinggi daripada Co dan Fe [21].

2.4.2 Penyangga (*support*)

Selain inti aktif, katalis juga terdiri dari *support* atau penyangga. Jenis penyangga yang sering digunakan dalam dekomposisi katalitik metana seperti SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , TiO_2 , dan ZrO_2 [21]. Penggunaan penyangga hanya memungkinkan *loading* inti aktif yang sedikit, sehingga jumlah inti aktif pada katalis berpenyangga lebih sedikit dibandingkan katalis tidak berpenyangga. Banyaknya inti aktif secara langsung mempengaruhi *yield* karbon. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa katalis yang tidak berpenyangga menghasilkan lebih banyak *yield* daripada katalis berpenyangga. Namun di sisi lain, katalis berpenyangga

memberikan kualitas nanokarbon yang lebih baik daripada katalis tidak berpenyangga karena partikel sangat terdispersi, seperti yang dihasilkan oleh [16].

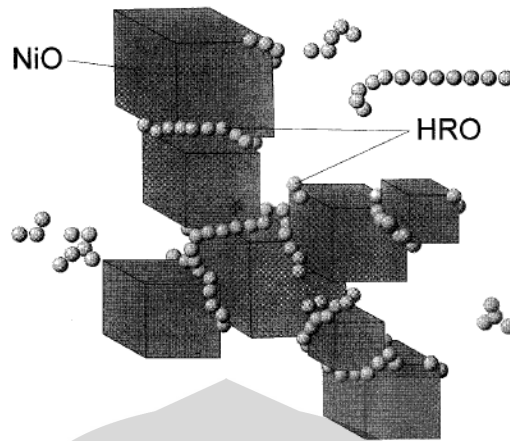
2.4.3 Promotor

Permasalahan yang masih timbul dalam dekomposisi katalitik metana, salah satunya adalah umur katalis yang pendek atau dengan kata lain katalis cepat terdeaktivasi. Untuk menyelesaikan masalah ini maka diperlukan suatu usaha atau pendekatan untuk meningkatkan stabilitas dari katalis yang digunakan.

Salah satu alternatif yang mungkin adalah dengan penambahan promotor. Penambahan promotor pada saat preparasi dalam jumlah yang relative sedikit meningkatkan aktivitas, selektivitas, ataupun stabilitas [26]. Secara umum, promotor dapat diklasifikasikan menjadi dua, yaitu promotor tekstural dan promotor struktural.

- ***Promotor tekstural***

Promotor tekstural lebih bersifat sebagai penstabil (*stabilizer*), yang merupakan bahan inert yang mencegah terjadinya *sintering* pada partikel katalis yang berbentuk mikrokristal. *Sintering* ini dapat menyebabkan penurunan luas area inti aktif katalis. Material-material sebagai promotor tekstural memisahkan partikel-partikel inti aktif katalis dengan cara berada di antara partikel yang satu dengan yang lain (Gambar 2.5), sehingga tidak terjadi kontak antara partikel-partikel tersebut yang dapat menyebabkan partikel-partikel tersebut melebur menjadi satu.



Gambar 2. 5 Susunan promotor tekstural HRO pada struktur matriks NiO [21]

Penggunaan promotor tekstural pada katalis berbasis Ni sangat signifikan. Apabila digunakan promotor tekstural, ukuran rata-rata partikel NiO tidak berubah selama kalsinasi hingga 800°C. Sebaliknya, apabila tidak digunakan promotor tekstural, ukuran partikel meningkat menjadi lima kali setelah kalsinasi pada suhu yang sama [21].

Agar efektif, ukuran promotor tekstural harus lebih kecil daripada inti aktif [21],[26]. Selain itu, juga harus terdispersi dengan baik, dan tidak bereaksi atau membentuk larutan padat dengan inti aktif katalis, serta memiliki titik lebur yang tinggi karena jumlahnya yang sedikit[26].

Keseluruhan sifat yang harus dimiliki oleh material promotor tekstural tersebut terdapat pada senyawa oksida logam, seperti Al₂O₃, SiO₂, ZrO₂, CrO₂, CeO₂, MgO₂, dan TiO₂. Senyawa-senyawa oksida logam di atas disebut sebagai *Hard-to-Reduced Oxide* (HRO) [21],[22]. Titik lebur senyawa oksida logam yang telah disebutkan di atas dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Promotor tekstural dan titik leburnya

Oksida logam	Titik lebur (°C)
Al ₂ O ₃	2027
SiO ₂	1700
ZrO ₂	2687
Cr ₂ O ₃	2435
CeO ₂	2600
MgO	2802
TiO ₂	1855

- **Promotor struktural**

Apabila promotor tekstural mempengaruhi sifat fisik dari katalis, promotor struktural mempengaruhi sifat kimia dari katalis. Hal ini terjadi karena promotor struktural mengubah komposisi kimia dari katalis tersebut.

Pada reaksi dekomposisi katalitik metana, promotor struktural yang digunakan adalah logam transisi seperti Cu dan Mo. Dibanding logam Mo, pemakaian logam Cu lebih banyak digunakan dalam penelitian reaksi dekomposisi katalitik metana [22],[23]. Hal ini disebabkan sifat logam Cu yang memiliki afinitas yang tinggi terhadap struktur grafit yang dapat menghambat terbentuknya lapisan grafit pada permukaan inti aktif [22] sehingga deaktivasi katalis yang disebabkan pembungkusan katalis akibat akumulasi karbon yang terlalu cepat dapat dihindari.

Selain itu, logam Cu memiliki titik leleh yang lebih rendah (1084°C [17]) daripada logam Mo (2623°C). Hal ini memungkinkan terbentuknya katalis berfasa liquid, yang merupakan syarat terbentuknya karbon nanotube, pada temperatur reaksi yang lebih rendah.

Penambahan Cu juga memberikan meningkatkan yield karbon atas perannya dalam meningkatkan kemurnian partikel Ni karena Cu mempermudah proses reduksi NiO menjadi Ni. Namun terlalu banyak penambahan Cu juga tidak baik karena akan menurunkan stabilitas [22].

2.5 Preparasi Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Teknik preparasi katalis berpengaruh pada sifat partikel katalis yang dihasilkan, seperti luas permukaan kontak, diameter partikel katalis, dan lain sebagainya. Teknik preparasi yang paling sering digunakan preparasi katalik pada dekomposisi katalitik metana adalah impregnasi, presipitasi atau ko-presipitasi, dan sol-gel.

Metode yang digunakan di penelitian ini adalah metode impregnasi. Metode impregnasi adalah metode preparasi katalis yang paling sederhana. Impregnasi dapat terjadi dengan mengisi pori pada support dengan larutan garam dari logam yang diinginkan. Lalu dikeringkan, dan katalis di aktivasi. Pada penelitian ini, dilakukan impregnasi promotor tekstural pada komponen aktif, yaitu nikel seperti yang telah dilakukan oleh Ermakova dkk.(1999) [21].

Teknik preparasi impregnasi memerlukan peralatan yang lebih sedikit daripada metode presipitasi karena tidak diperlukan filtrasi dan pembentukan. Namun, pada teknik ini, pengeringan harus dilakukan untuk mengkristalisasi garam yang ada pada permukaan pori. Jika tidak dilakukan dengan sesuai, distribusi konsentrasi menjadi tidak seragam dan tidak merata.

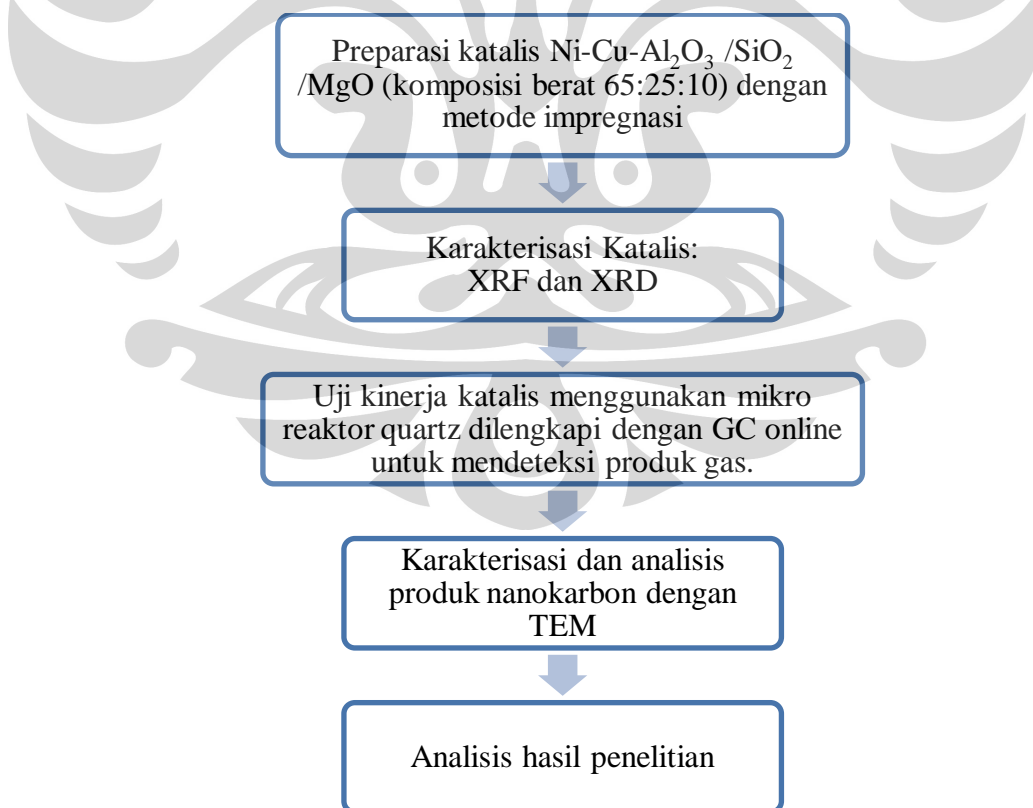
Selain pengeringan, kalsinasi sangat penting pada metode ini. Garam yang terkristalisasi terdistribusi kembali saat katalis yang telah dikeringkan terpapar lingkungan yang lembab. Kalsinasi mengkonversi garam menjadi oksida atau logam dan menghentikan terjadinya distribusi.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

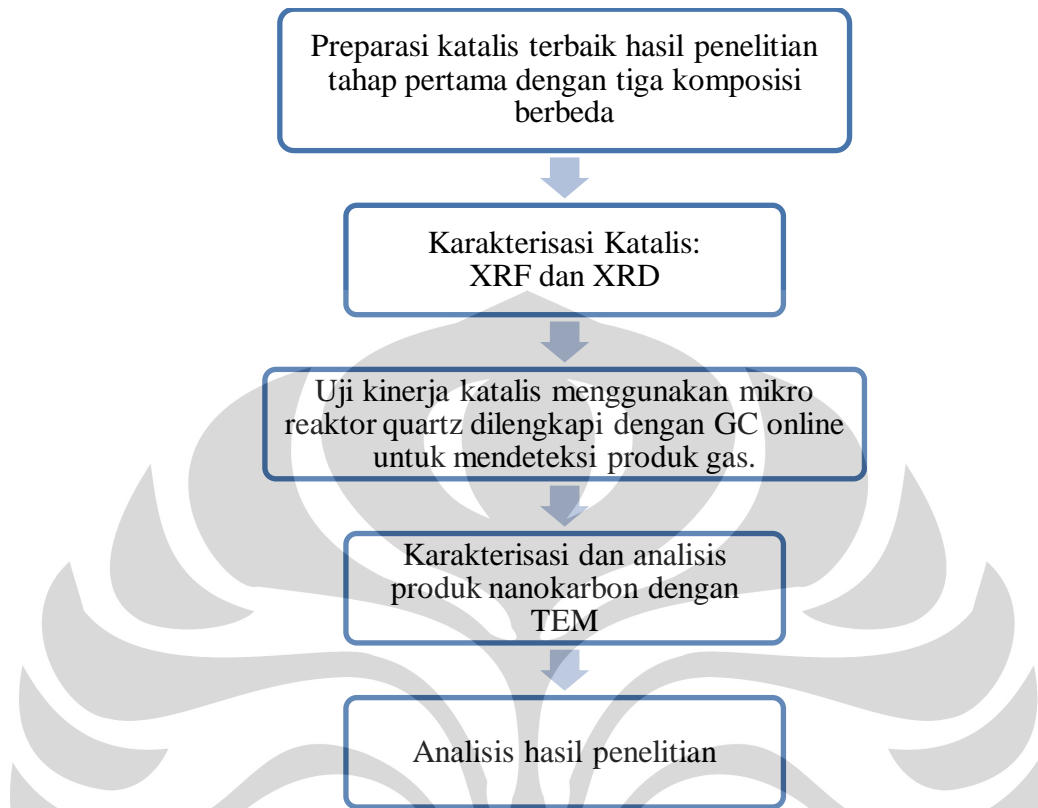
Penelitian telah dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam (RPKA) Departemen Teknik Kimia, Depok. Penelitian dilakukan 2 tahap, tahapan pertama untuk memvariasikan promotor tekstural yang digunakan dan promotor tekstural yang memberikan hasil terbaik akan digunakan untuk tahap selanjutnya yang memvariasikan komposisi. Penelitian diawali dengan tahap kalibrasi alat dan preparasi katalis yang kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi serta uji aktivitas dan stabilitas katalis serta produk nanokarbon yang dihasilkan.

Adapun diagram alir untuk penelitian tahap pertama adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian tahap I

Diagram alir untuk penelitian tahap kedua adalah sebagai berikut:



Gambar 3.2 Diagram alir penelitian tahap II

3.2 Bahan dan Peralatan Penelitian

Pada penelitian ini, bahan dan alat yang digunakan sama dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Siregar [24]. Adapun peralatan yang akan digunakan adalah sebagai berikut:

- *Beaker Glass* (1000 ml dan 500 ml)
- Gelas ukur (100 ml, 250 ml)
- Pipet ukur (25 ml)
- Spatula
- Botol Aquades
- *Hotplate plus stirrer*
- Timbangan
- Termometer

- *Stopwatch*
- *Magnetic stirrer*
- *Buchner funnel*
- Kaca arloji
- Cawan keramik

Dan bahan-bahan yang digunakan adalah sebagai berikut:

- *Nickel nitrate hexahydrate* ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 99%, Merck
- *Aluminium nitrate nonahydrate* ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 98.5%, Merck
- *Copper nitrate trihydrate* ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 99.5%, Merck
- TEOS (SiOC_2O_5)₄ 98%, Merck
- Magnesium nitrate hexahydrate pro analyst, Merck
- Etanol 95%
- Larutan amonia 25%
- *Deionized water*

3.3 Prosedur Preparasi Katalis

Katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah katalis Ni-Cu- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2/\text{MgO}$ dengan perbandingan komposisi 65:25:10 (persen molar). Ketiga katalis tersebut akan dipreparasi dengan metode impregnasi.

Prosedur preparasi untuk Ni-Cu- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ adalah:

1. Prekursor inti aktif dilarutkan ke dalam *deionized water* hingga membentuk larutan garamnya. Proses pelarutan dibantu dengan *magnetic stirrer* dalam *waterbath* dengan mempertahankan temperatur 50°C.
2. *Precipitating agent*, yakni larutan NH_4OH dengan konsentrasi tertentu dimasukkan tetes demi tetes ke dalam larutan garam tersebut sambil tetap diaduk dan sambil diukur keasamannya dengan pHmeter digital.
3. Setelah dicapai $\text{pH} = 7$, penambahan *precipitating agent* dihentikan, larutan tetap diaduk selama kurang lebih 90 menit.
4. Larutan didiamkan dalam temperatur dan tekanan ruang selama kurang lebih 12 jam. Selama proses ini akan terbentuk endapan.
5. Endapan yang terbentuk disaring dengan *buchner funnel*.

6. *Wetcake* yang didapat selama penyaringan vakum dicuci dengan *deionized water*. Lakukan sebanyak kurang lebih lima kali pencucian ulang.
7. *Wetcake* yang telah dicuci dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
8. Inti aktif yang terbentuk lalu dikalsinasi secara bertahap pada temperatur 250°C, 450°C, dan 700°C masing-masing selama 1 jam.
9. Setelah dikalsinasi partikel nikel yang diperoleh dihaluskan sampai 80-100 mesh.
10. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sebagai promotor struktural dilarutkan dalam deionized water hingga membentuk larutan garamnya dibantu dengan *magnetic stirrer* pada *hotplate* bertemperatur 50°C.
11. Partikel nikel ditambahkan pada larutan garam promotor struktural sambil terus diaduk dan temperatur dinaikkan hingga 100°C hingga sebagian besar larutan terevaporasi dan membentuk pasta padat.
12. Pasta padat ini kemudian dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
13. promotor tekstural dilarutkan dalam deionized water hingga membentuk larutan garamnya dibantu dengan *magnetic stirrer* pada *hotplate* bertemperatur 50°C.
14. Partikel inti aktif dan promotor structural ditambahkan pada larutan promotor tekstural sambil terus diaduk dan temperatur dinaikkan hingga 100°C hingga sebagian besar larutan terevaporasi dan membentuk pasta padat.
15. Pasta padat ini kemudian dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
16. Katalis yang terbentuk lalu dikalsinasi secara bertahap pada temperatur 250°C, 450°C, dan 700°C masing-masing selama 1 jam.
17. Setelah dikalsinasi katalis yang diperoleh dihaluskan sampai 80-100 mesh.

Sedangkan untuk katalis Ni-Cu-SiO₂, prosedurnya:

1. Prekursor inti aktif dilarutkan ke dalam *deionized water* hingga membentuk larutan garamnya. Proses pelarutan dibantu dengan *magnetic stirrer* dalam *waterbath* dengan mempertahankan temperatur 50°C.

2. *Precipitating agent*, yakni larutan NH_4OH dengan konsentrasi tertentu dimasukkan tetes demi tetes ke dalam larutan garam tersebut sambil tetap diaduk dan sambil diukur keasamannya dengan pHmeter digital.
3. Setelah dicapai $\text{pH} = 7$, penambahan *precipitating agent* dihentikan, larutan tetap diaduk selama kurang lebih 90 menit.
4. Larutan didiamkan dalam temperatur dan tekanan ruang selama kurang lebih 12 jam. Selama proses ini akan terbentuk endapan.
5. Endapan yang terbentuk disaring dengan *buchner funnel*.
6. *Wetcake* yang didapat selama penyaringan vakum dicuci dengan *deionized water*. Lakukan sebanyak kurang lebih lima kali pencucian ulang.
7. *Wetcake* yang telah dicuci dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
8. Inti aktif yang terbentuk lalu dikalsinasi secara bertahap pada temperatur 250°C , 450°C , dan 700°C masing-masing selama 1 jam.
9. Setelah dikalsinasi partikel nikel yang diperoleh dihaluskan sampai 80-100 mesh.
10. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sebagai promotor struktural dilarutkan dalam deionized water hingga membentuk larutan garamnya dibantu dengan *magnetic stirrer* pada *hotplate* bertemperatur 50°C .
11. Partikel nikel ditambahkan pada larutan garam promotor struktural sambil terus diaduk dan temperatur dinaikkan hingga 100°C hingga sebagian besar larutan terevaporasi dan membentuk pasta padat.
12. Pasta padat ini kemudian dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
13. Partikel inti aktif dan structural promoter dicampurkan dengan 6,7 ml TEOS, 7,14 etanol, dan 3,203 ml *deionized water* pada temperatur 50°C selama dua jam dan temperatur dinaikkan hingga 100°C hingga sebagian besar larutan terevaporasi dan membentuk pasta padat.
14. Pasta padat ini kemudian dikeringkan dengan pemanasan dalam oven dengan temperatur 120°C selama kurang lebih 5 jam.
15. Katalis yang terbentuk lalu dikalsinasi secara bertahap pada temperatur 250°C , 450°C , dan 700°C masing-masing selama 1 jam.

16. Setelah dikalsinasi katalis yang diperoleh dihaluskan sampai 80-100 mesh.

3.4 Karakterisasi Katalis

Katalis yang telah dipreparasi, dikarakterisasi komposisi dan strukturnya. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan metode analisa sebagai berikut:

- **X-Ray Fluorescence (XRF)**

Karakterisasi katalis dengan XRF dilakukan sebelum katalis direduksi. Tujuannya adalah untuk mengetahui komposisi unsur dari katalis yang telah dibuat. Pengujian karakterisasi XRF menggunakan mesin JEOL Element Analyzer JSX-3211 yang terdapat di *Research Center of Material Science* FMIPA UI, Salemba.

- **X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi katalis dengan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal katalis dan ukuran partikel setiap fasa kristal tersebut. Analisa XRD dilakukan dengan menggunakan *diffractometer* Phillips PW 3819 yang terdapat di *Centre for Material Processing and Failure Analysis* dan Departemen Metalurgi FTUI. Struktur kristal katalis dapat diketahui dengan mencocokkan pola *peak* hasil analisa XRD dengan pola *peak* berbagai macam zat yang terdapat dalam PC PDFWIN. Sedangkan ukuran kristal pada setiap fasa dihitung dengan menggunakan persamaan *Scherer*, yaitu:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

dimana: L = ukuran kristal

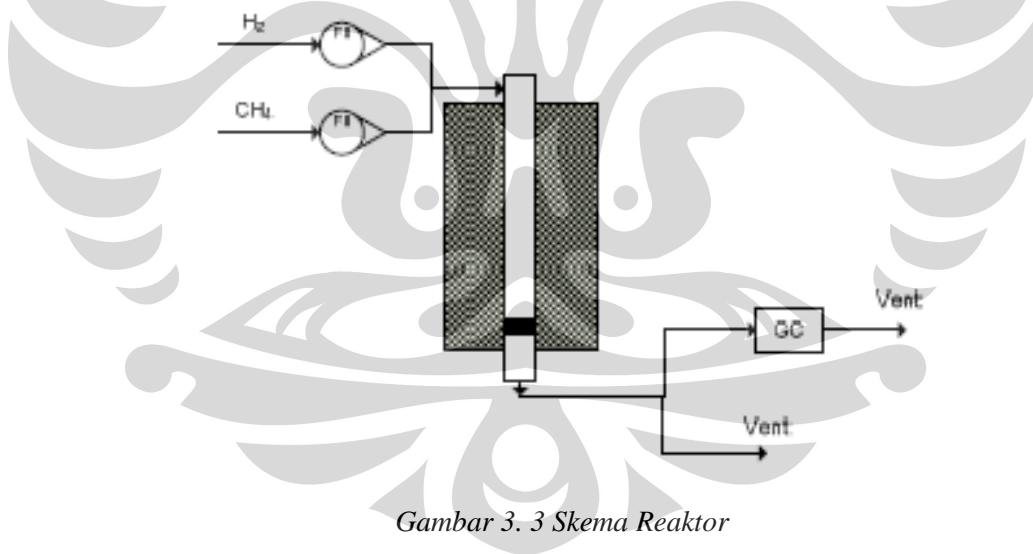
λ = panjang gelombang radiasi sinar X (Co $K\alpha$ = 0.178896 nm)

K = 0.89

β = lebar setengah tinggi *peak* tertinggi (rad)

3.5 Uji Kinerja dalam Reaktor

Uji aktivitas katalis dilakukan pada reaktor unggun tetap (*atmospheric fixed bed reactor*) pada suhu 700°C. Reaktor yang digunakan pada penelitian ini adalah tabung reaktor kuarsa berdiameter 16 mm pada *furnace*. Pada bagian atas tabung terdapat pipa yang akan menjadi tempat masuknya umpan. Sedangkan umpan yang tidak bereaksi maupun produk gas akan dialirkan melalui pipa yang berada pada bagian bawah tabung. Gambar 3.2 menunjukkan skema reaktor yang digunakan dalam penelitian ini dan Gambar 3.3 menunjukkan reaktor yang digunakan selama uji aktivitas. Pengambilan data (*sampling*) dilakukan setiap 10 menit pada sehingga tidak semua aliran produk dan sisa gas umpan dialirkan ke GC-TCD Shimadzu. Oleh karena itu, pada aliran keluaran terdapat *bypass* yang mengalirkan gas-gas buangan langsung ke *vent*. Gas argon digunakan sebagai *carrier gas* pada GC dengan laju alir sebesar 20 mL/menit dengan menggunakan kolom karbon aktif yang dioperasikan pada temperatur 100°C untuk kolomnya dan 130°C di injektornya.



Gambar 3. 3 Skema Reaktor



Gambar 3. 4 Reaktor unggun tetap yang terpasang online dengan alat kromatografi gas

Pada reaksi ini digunakan katalis sebanyak 0,2 gram. Setelah suhu reaksi tercapai, katalis direduksi dengan mengalirkan gas hidrogen dengan laju alir sekitar 60 mL/menit selama satu jam. Kemudian, gas metana dialirkan ke dalam reaktor dengan laju alir 27 mL/menit. Setiap 10 menit gas keluaran reaktor diukur laju alirnya dengan metode *bubble soap* dan dianalisa komposisinya dengan menginjeksikan gas keluaran ke GC yang terpasang online dengan reaktor. Uji aktivitas katalis diakhiri saat *pressure drop* sangat tinggi (mendekati 1 kgf/cm²) sehingga umpan tidak dapat dialirkan masuk lagi.

Parameter yang ingin dievaluasi dari uji aktivitas adalah besarnya konversi reaksi dan *yield* karbon. Konversi didefinisikan sebagai rasio jumlah mol metana yang bereaksi dengan jumlah mol gas metana yang masuk ke reaktor. Secara matematis, persamaan konversi adalah:

$$X_{\text{CH}_4} = \frac{\Sigma(\text{CH}_{4\text{in}} - \text{CH}_{4\text{out}})}{\Sigma \text{CH}_{4\text{in}}} \times 100\% \quad (3.2)$$

Persen *yield* hidrogen menunjukkan rasio jumlah mol gas hidrogen yang dihasilkan (aktual) terhadap jumlah mol gas hidrogen yang diprediksi akan dihasilkan (teoritis). Jumlah mol gas hidrogen yang akan dihasilkan secara teoritis

didasarkan pada jumlah mol reaktan pembatas, yaitu gas metana, yang dikonsumsi. Persamaan *yield* hidrogen adalah:

$$Y_H = \frac{\Sigma(H_2)_{\text{produk}}}{2 \times \Sigma(CH_{4in})} \times 100\% \quad (3.3)$$

Sedangkan *yield* karbon didefinisikan sebagai berat berat karbon yang dihasilkan per gram katalis. Secara matematika:

$$Y_c = \frac{\text{massa karbon}}{\text{massa katalis}} \text{ gr C/gr cat.} \quad (3.4)$$

3.6 Karakterisasi Produk Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Setelah dilakukan pengukuran berat nanokarbon yang dihasilkan oleh reaksi dekomposisi metana. Produk nanokarbon ini lalu dikarakterisasi morfologinya dengan menggunakan TEM untuk mengetahui morfologi nanokarbon dan diameternya.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian Tahap I

4.1.1 Karakterisasi Katalis

Katalis yang dihasilkan berwarna hitam kecoklatan seperti yang terlihat pada Gambar 4. 1. Semua katalis yang telah dipreparasi dikarakterisasi untuk mengetahui komposisinya. Adapun karakterisasi yang dilakukan terhadap katalis yang telah dipreparasi meliputi komposisi katalis dengan menggunakan XRF dan diameter partikel NiO dengan XRD.



Gambar 4. 1 Katalis Ni-Cu-Al₂O₃/SiO₂/MgO

4.1.1.1 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi aktual dari katalis yang telah dipreparasi. Diharapkan komposisi aktual katalis sesuai dengan komposisi yang didesain pada saat preparasi katalis. Hal ini bertujuan untuk memastikan bahwa diantara ketiga katalis yang diujicobakan tidak terdapat perbedaan komposisi yang signifikan sehingga menyebabkan yang menjadi *driven*

factor dari perbedaan karakter katalis adalah komposisinya bukan jenis *textural promoter*-nya. Tabel 4.1 menampilkan perbandingan komposisi desain dan komposisi aktual dari katalis.

Tabel 4.1 Perbandingan komposisi desain dan komposisi aktual katalis Ni-Cu-Al₂O₃/MgO/SiO₂

Katalis	Komposisi desain katalis	Komposisi aktual katalis
Ni-Cu-Al ₂ O ₃	65 : 25 : 10	63.6 : 27.5 : 8.9
Ni-Cu-MgO	65 : 25 : 10	67.5 : 25.4 : 9.5
Ni-Cu-SiO ₂	65 : 25 : 10	64.6 : 24.4 : 11

Hasil karakterisasi XRF memperlihatkan bahwa terdapat sedikit penyimpangan antara desain dengan aktual dan adanya perbedaan komposisi pada masing-masing katalis, namun demikian, penyimpangan yang terjadi tidak terlalu signifikan (~1%) sehingga tidak akan mempengaruhi karakter katalis secara signifikan pula.

4.1.1.2 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi *textural promoter* terhadap ukuran partikel katalis. Dengan menggunakan PC PDFWin, terdeteksi keberadaan kristal NiO. Tidak ditemukan adanya Ni karena karakterisasi XRD ini dilakukan tanpa proses reduksi katalis terlebih dahulu sehingga senyawa yang terdeteksi adalah NiO. NiO (111) berada pada sekitar 37°, NiO (200) pada 43°, NiO (220) pada 62°, NiO (311) pada 75°, dan NiO (222) pada 79°. Dari hasil karakterisasi tidak terdeteksi adanya kristal NiAl₂O₄, yang merupakan bentuk tidak aktif dari Ni.

Ukuran partikel NiO dihitung menggunakan persamaan Scherrer pada tiga *peak* dengan intensitas tertinggi, yaitu NiO (111), NiO (200), dan NiO (220). Hasil perhitungan diameter partikel ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil perhitungan diameter partikel dari data karakterisasi XRD

katalis diameter partikel NiO (nm) tahap I

Ni-Cu-Al₂O₃ Diameter rata-rata 35,27 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.485	2.3973	0.26	0.00454	31.906611
43.55	2.0764	0.22	0.00384	38.451878
63.105	1.472	0.26	0.00454	35.45653

Ni-Cu-MgO Diameter rata-rata 37,70 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.325	2.4072	0.24	0.00419	34.549161
43.37	2.0846	0.26	0.00454	32.515841
62.91	1.4761	0.2	0.00349	46.045441

Ni-Cu-SiO₂ Diameter rata-rata 55 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.255	2.4115	0.22	0.00384	37.682226
43.29	2.0833	0.24	0.00419	35.215727
62.92	1.4759	0.1	0.00175	92.095798

Dari tabel 4.2 di atas dapat diketahui bahwa textural promoter mempengaruhi diameter partikel katalis meskipun tidak sangat signifikan kecuali pada katalis Ni-Cu-SiO₂ yang mempunyai diameter yang lumayan berbeda dengan katalis lainnya. Ukuran partikel ini selanjutnya menjadi faktor penting dalam memperoleh nanokarbon berkualitas tinggi seperti karbon nanotube. Dalam banyak penelitian disebutkan bahwa karbon nanotube hanya ditemui pada katalis dengan diameter partikel katalis yang kecil, hal ini akan didukung oleh hasil karakterisasi Nanokarbon.

4.1.2 Uji Aktivitas Katalis

Semua jenis katalis yang telah dipreparasi diuji keaktifannya dalam reaksi dekomposisi katalitik metana menghasilkan nanokarbon dan gas H₂. Selain itu, pengujian dilakukan menggunakan unggun tetap (*fixed bed reactor*) yang terbuat dari kuarsa dengan kondisi yang sama, yaitu:

Tekanan operasi : Atmosferik

Temperatur operasi : 700°C

Adapun waktu tinggal yang digunakan adalah sampai reaktor tidak dapat menahan tekanan dalam reaktor dikarenakan *pressure drop* yang terlalu besar hingga tutup reaktor terlontar. Perbandingan hasil uji aktivitas katalis dengan *textural promoter* yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 4. 3.

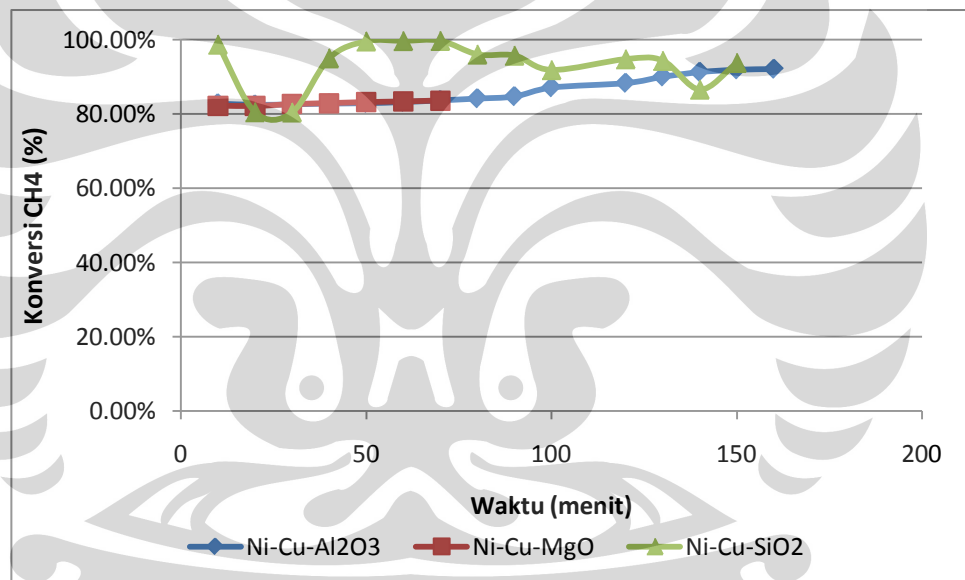
Tabel 4. 3 Hasil uji aktivitas katalis dengan *textural promoter* Al₂O₃/MgO/SiO₂

Katalis	Loading Ni (% wt)	X _{CH₄} (%)	Y _{H₂} (%)	Y _c (gr.C/gr.cat)	Lifetime (menit)
Ni-Cu-Al ₂ O ₃	63.6	85.95	78.61	3.9	160
Ni-Cu-MgO	67.5	82.83	95.25	3.65	70
Ni-Cu-SiO ₂	64.6	93.30	93.63	3.75	150

Keaktifan katalis digambarkan oleh besarnya konversi yang dicapai. Konversi sendiri didefinisikan sebagai jumlah gas metana yang bereaksi dibagi gas metana yang masuk reaktor. Keaktifan katalis sendiri ternyata dipengaruhi oleh jenis *textural promoternya*. Secara berurutan, keaktifan katalis dari yang terbesar adalah sebagai berikut: Ni-Cu-SiO₂ > Ni-Cu-Al₂O₃ > Ni-Cu-MgO. Berbeda dengan hasil penelitian Siregar [24], dinyatakan bahwa keaktifan katalis yang dipreparasi oleh metode kopresipitasi secara berurutan adalah Ni-Cu-SiO₂ > Ni-Cu-MgO > Ni-Cu-Al₂O₃.

Persen *yield* hidrogen menunjukkan rasio jumlah mol gas hidrogen yang dihasilkan (aktual) terhadap jumlah mol gas hidrogen yang diprediksi akan

dihasilkan (teoritis). Dari Tabel 4.3 , dapat dilihat bahwa katalis yang menghasilkan *yield* hydrogen tertinggi secara berurutan adalah Ni/Cu/MgO > Ni/Cu/SiO₂ > Ni/Cu/Al₂O₃. *Yield* hidrogen bergantung pada konversi metana. Apabila konversi metana semakin tinggi, maka semakin banyak metana yang bereaksi, sehingga hidrogen yang dihasilkan pun semakin banyak pula. Penyimpangan data ini mungkin disebabkan oleh perbedaan morfologi katalis yang dihasilkan akibat preparasi impregnasi. Katalis yang dipreparasi dengan metode impregnasi memiliki kecenderungan untuk memiliki ketidakmerataan distribusi partikel, berbeda dengan metode preparasi kopresipitasi yang menghasilkan distribusi partikel yang lebih merata karena molekul-molekul prekursor diijinkan mengendap secara bersamaan [8].



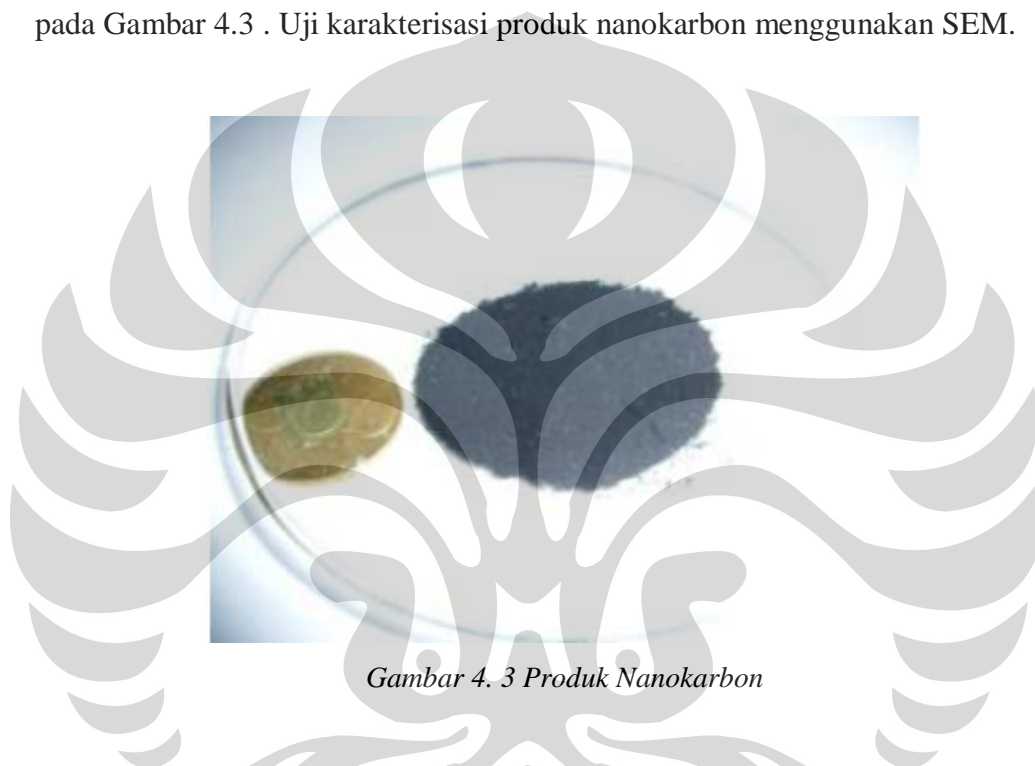
Gambar 4. 2 Perbandingan konversi CH₄ tahap I

Yield karbon menunjukkan rasio massa produk karbon yang dihasilkan terhadap massa katalis yang digunakan. Sedangkan *yield* karbon tertinggi secara berturut-turut dihasilkan oleh katalis Ni-Cu-Al₂O₃ > Ni-Cu-SiO₂ > Ni-Cu-MgO. Besarnya *yield* karbon ini dipengaruhi oleh lifetime katalis. Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ memiliki lifetime yang paling lama sehingga menghasilkan karbon yang paling banyak. Sebaliknya katalis yang Ni-Cu-MgO memiliki lifetime tercepat sehingga karbon yang dihasilkan pun lebih

sedikit dibandingkan yang lainnya. Dari gambar 4.2 dapat dilihat konversi oleh Ni-Cu-SiO₂ pada 50 menit pertama terjadi penurunan yang kemungkinan besar dikarenakan pada menit ke 20 alat GC digunakan secara bersamaan dengan peneliti lain yang menggunakan gas yang berbeda.

4.1.3 Hasil Karakterisasi Nanokarbon

Produk nanokarbon hasil reaksi dekomposisi katalitik metana dapat dilihat pada Gambar 4.3 . Uji karakterisasi produk nanokarbon menggunakan SEM.

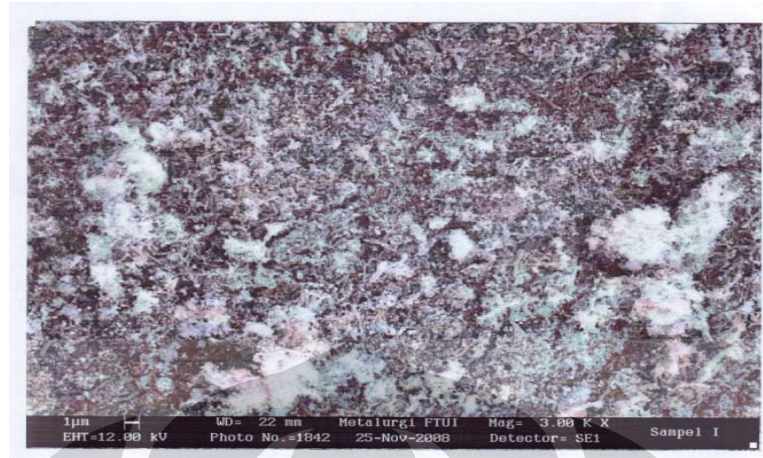


Gambar 4. 3 Produk Nanokarbon

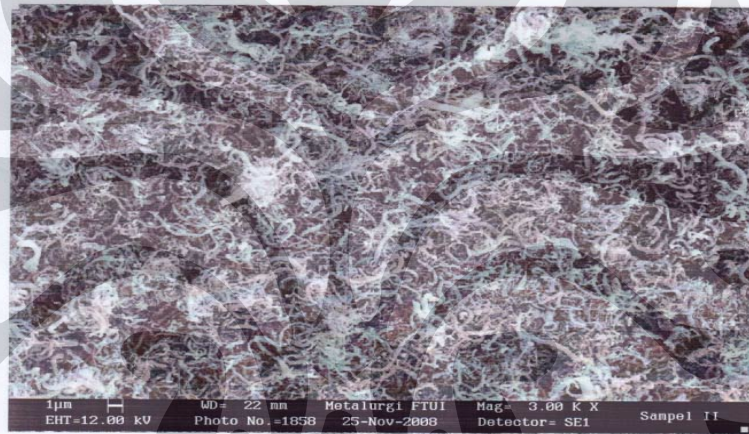
Hasil uji karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 4. 4. Dapat dilihat bahwa produk nanokarbon yang dihasilkan oleh katalis Ni-Cu-Al₂O₃ mempunyai diameter sekitar 100-250 nm, katalis Ni-Cu-MgO berdiameter 250-500 nm, dan katalis Ni-Cu-SiO₂ berdiameter 330-500 nm. Struktur dari produk nanokarbon yang dihasilkan tidak diketahui karena tiadanya data hasil TEM yang memiliki perbesaran yang lebih tinggi daripada SEM.

Dari data yang telah ada dapat dilihat bahwa katalis Ni-Cu-Al₂O₃ menghasilkan nanokarbon yang berkualitas lebih baik dari segi diameter nanokarbon daripada produk katalis Ni-Cu-MgO dan Ni-Cu-SiO₂. Hal ini juga menunjukkan kesesuaian dengan besarnya partikel katalis seperti pada karakterisasi katalis dengan XRD.

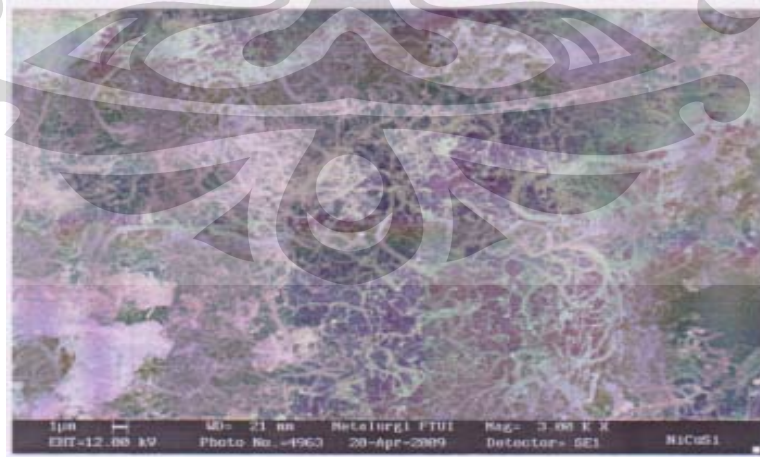
Berikut merupakan data hasil karakterisasi SEM:



a) *Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:Al₂O₃*



b) *Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:MgO*



c) *Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:SiO₂*

Gambar 4. 4 Hasil karakterisasi produk nanokarbon katalis Ni-Cu-Al₂O₃, Ni-Cu-MgO, dan Ni-Cu-SiO₂

4.2 Hasil Penelitian Tahap II

Untuk mendapatkan katalis Ni-Cu-Al₂O₃ dengan komposisi molar berbeda, yaitu 65-25-10, 65-20-15 dan 65-15-20, diperlukan massa prekursor dengan perbandingan yang tepat. Ketiga prekursor katalis adalah Ni(NO₃)₂·6H₂O sebagai prekursor inti aktif Ni, Cu(NO₃)₂·3H₂O sebagai prekursor promotor struktural Cu dan Al(NO₃)₃·9H₂O sebagai prekursor promotor tekstural Al₂O₃.

Pada penelitian ini, ketiga katalis dengan komposisi berbeda itu masing-masing dibuat sebanyak 5 gram. Melalui perhitungan stoikiometri, massa prekursor yang diperlukan dapat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Kebutuhan prekursor untuk membuat 8 gram katalis

Ni-Cu-Al ₂ O ₃ (mol)	Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O (gram)	Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O (gram)	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O (gram)
65-25-10	14,713	4,702	5,840
65-20-15	14,286	3,652	8,506
65-15-20	13,883	2,662	11,021

4.2.1 Karakterisasi Katalis

4.1.1.1 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)

Setiap katalis dipreparasi dengan metode impregnasi melalui tahap-tahap sebagaimana tercantum pada Bab 3. Katalis ini selanjutnya dikarakterisasi XRF untuk mengetahui komposisi komponen penyusunnya. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Perbandingan antara komposisi katalis target dan yang dihasilkan

Komposisi target	Komposisi yang dihasilkan
65-25-10	63,6 : 27,5 : 8,9
65-20-15	62,6 : 22,4 : 15
65-15-20	85,6 : 6,7 : 6,6

Dari Tabel 4.4 terlihat bahwa komposisi katalis yang dihasilkan, jika dibandingkan dengan komposisi target, ternyata memiliki deviasi yang signifikan. Hal ini terjadi karena perbedaan besaran angka hanya terjadi pada promotor Cu dan Al₂O₃ yang satu sama lain berselisih 5. Margin ini tentunya terlalu kecil bagi teknik preparasi katalis impregnasi untuk mencapai komposisi target karena preparasi katalis dengan teknik ini pada dasarnya adalah semacam metode shooting. Apabila dengan rasio prekursor-prekursor tertentu, walaupun sesuai dengan perhitungan stoikiometri, komposisi yang dihasilkan masih menyimpang dari komposisi target, maka proses preparasi dilakukan kembali (iterasi) dengan menggunakan rasio prekursor-prekursor yang baru. Proses berlangsung sampai komposisi yang dihasilkan mendekati komposisi target. Oleh karena itu, dalam penelitian ini, dilakukan preparasi katalis kembali, namun kali ini dengan komposisi komponen katalis yang disparitasnya cukup signifikan.

Untuk katalis dengan komposisi target 65-25-10 dan 65-20-15, komposisi hasil sudah sangat baik sehingga preparasi tidak perlu diulang. Sedangkan untuk katalis dengan komposisi 65-15-20, preparasinya perlu diulang, dan komposisi targetnya diubah menjadi 55-25-20. Kebutuhan prekursor untuk membuat katalis dengan komposisi target tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Kebutuhan prekursor untuk membuat 8 gram katalis Ni-Cu-Al₂O₃

Ni-Cu-Al ₂ O ₃ (mol)	Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O (gram)	Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O (gram)	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O (gram)
55-25-20	18,662	7,048	17,509

Hasil karakterisasi XRF kedua katalis dengan komposisi target yang berbeda itu dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan Gambar 4.6 (ditampilkan bersama hasil karakterisasi XRF katalis 63,6 : 27,5 : 8,9. Terlihat bahwa dengan disparitas komposisi yang signifikan, komposisi yang dihasilkan hampir mendekati komposisi target. Oleh karena itu, untuk melaksanakan tahap selanjutnya pada penelitian ini, tiga katalis yang digunakan adalah katalis yang memiliki komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9, 62,6 : 22,4 : 15 dan 56,8 : 27,1 : 16,1.

Tabel 4.6. Revisi perbandingan antara komposisi katalis target dan yang dihasilkan

Komposisi target	Komposisi yang dihasilkan
55-25-20	56,8 : 27,1 : 16,1

4.1.1.1 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Setelah karakterisasi XRF, langkah selanjutnya adalah melakukan karakterisasi XRD terhadap ketiga katalis tersebut untuk mengetahui struktur kristal katalis. Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi komposisi terhadap ukuran partikel katalis.

Dengan menggunakan PC PDFWin, terdeteksi keberadaan kristal NiO. Tidak ditemukan adanya Ni karena karakterisasi XRD ini dilakukan tanpa proses reduksi katalis terlebih dahulu sehingga senyawa yang terdeteksi adalah NiO. NiO (111) berada pada sekitar 37°, NiO (200) pada 43°, NiO (220) pada 62°, NiO (311) pada 75°, dan NiO (222) pada 79°. Dari hasil karakterisasi tidak terdeteksi adanya kristal NiAl₂O₄, yang merupakan bentuk tidak aktif dari Ni.

Tabel 4.7 Hasil perhitungan diameter partikel dari data karakterisasi XRD katalis diameter partikel NiO (nm) tahap II

a) 63,6 : 27,5 : 8,9 Diameter rata-rata 35,27 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.485	2.3973	0.26	0.00454	31.906611
43.55	2.0764	0.22	0.00384	38.451878
63.105	1.472	0.26	0.00454	35.45653

b) 62,6 : 22,4 : 15 Diameter rata-rata 31,72 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.222	2.4136	0.239	0.00454	39.281856
43.26	2.0897	0.324	0.00384	30.097358
62.761	1.4793	0.354	0.00454	25.785918

c) 56,8 : 27,1 : 16,1 Diameter rata-rata 29,69 nm

Sudut (2θ)	d-value (Å)	β	β (rad)	D (nm)
37.2	2.415	0.274	0.00454	34.358088
43.22	2.0915	0.328	0.00384	29.962641
62.741	1.4797	0.369	0.00454	24.747718

Tabel 4.7 menunjukkan bahwa urutan ukuran diameter dari yang terbesar ke yang terkecil adalah dari komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 > 62,6 : 22,4 : 15 > 56,8 : 27,1 : 16,1. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa ukuran diameter berkaitan erat dengan komposisinya.

4.2.2 Uji Aktivitas Katalis

Ketiga katalis dengan komposisi berbeda selanjutnya diuji aktivitasnya dalam reaksi dekomposisi katalitik metana yang menghasilkan nanokarbon dan gas H₂. Pengujian dilakukan menggunakan reaktor unggun tetap (*fixed bed reactor*) yang terbuat dari kuarsa dengan kondisi sebagai berikut:

Tekanan operasi : atmosferik

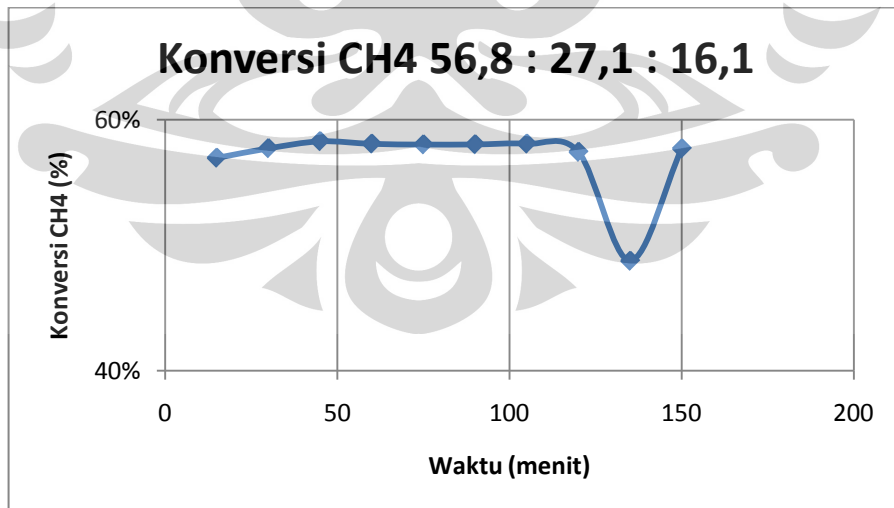
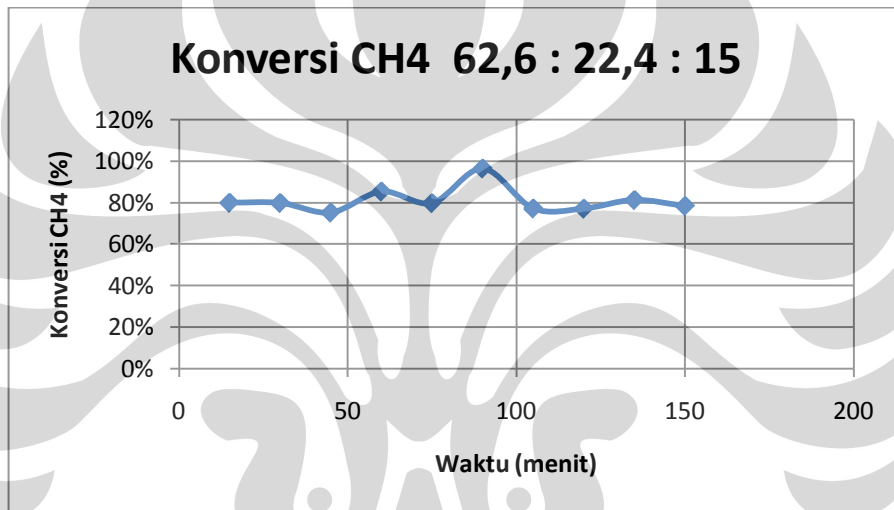
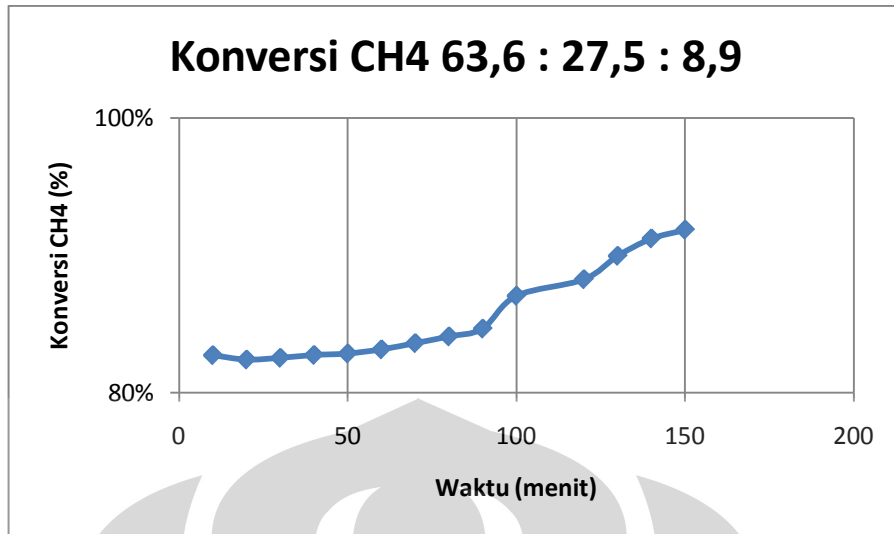
Temperatur operasi : 700°C

Adapun waktu reaksi yang digunakan adalah 150 menit. Waktu ini cukup bagi reaktor untuk mengonversi metana menjadi produk carbon nanotube berkualitas baik. Perbandingan hasil uji aktivitas katalis dengan komposisi yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Hasil uji aktivitas katalis Ni-Cu-Al₂O₃ selama 150 menit

Komposisi Katalis	Konversi CH₄ (%)	Yield H₂ (%)	Yield karbon (gr.C/gr.cat)
63,6 : 27,5 : 8,9	85,52	80,81	2,9
62,6 : 22,4 : 15	80,93	81,06	0,65
56,8 : 27,1 : 16,1	56,91	76,76	0,4

Aktivitas katalis digambarkan oleh besarnya konversi yang dicapai pada waktu yang telah ditentukan. Konversi didefinisikan sebagai banyaknya metana yang bereaksi dibandingkan metana yang masuk ke dalam reaktor. Tabel 4.7 memperlihatkan konversi rata-rata selama 150 menit. Sebagaimana terlihat pada Tabel 4.7 aktivitas katalis dipengaruhi oleh komposisinya. Aktivitas katalis terbesar terjadi dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9. Hal ini terjadi karena jumlah inti aktif nikel di dalam katalis tersebut adalah yang terbesar dibandingkan katalis-katalis yang lain dan didukung Cu yang meningkatkan kinerja inti aktif terbesar. Katalis dengan komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1 memiliki aktivitas katalis terkecil karena memiliki inti aktif terkecil. Urutan katalis dengan tingkat konversi semakin menurun adalah katalis dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 > 62,6 : 22,4 : 15 > 56,8 : 27,1 : 16,1.



Gambar 4.5 Perbandingan konversi CH₄

Yield hidrogen merupakan perbandingan antara mol gas hidrogen yang dihasilkan (aktual) dengan mol gas hidrogen yang diprediksi secara teoritis. Dari Tabel 4.7 terlihat bahwa katalis yang menghasilkan *yield* hidrogen dengan urutan yang semakin menurun adalah katalis dengan komposisi 62,6 : 22,4 : 15 > 63,6 : 27,5 : 8,9 > 56,8 : 27,1 : 16,1. *Yield* hidrogen bergantung pada konversi metana. Semakin tinggi konversi metana, semakin banyak metana yang bereaksi, dan semakin banyak hidrogen yang dihasilkan.

Yield karbon merupakan perbandingan massa karbon yang dihasilkan dengan massa katalis yang digunakan. *Yield* karbon tertinggi dihasilkan oleh katalis dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 Urutan katalis dari yang memberikan *yield* yang semakin menurun adalah katalis dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 > 62,6 : 22,4 : 15 > 56,8 : 27,1 : 16,1.

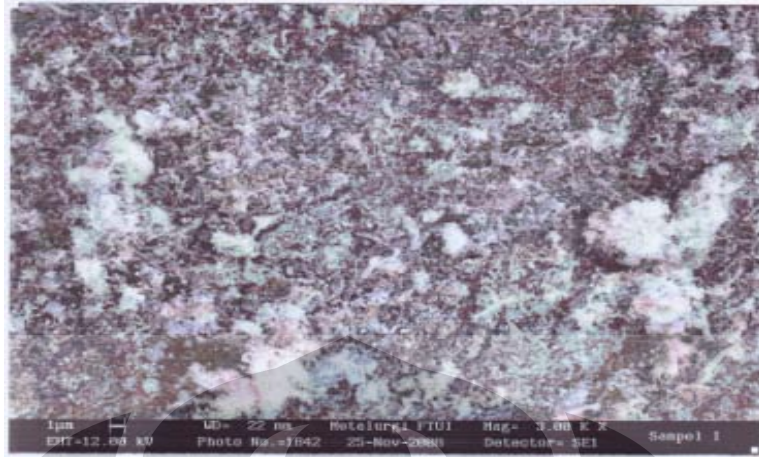
4.2.3 Hasil Karakterisasi Nanokarbon

Produk nanokarbon hasil reaksi dekomposisi katalitik metana dapat dilihat pada Gambar 4.6 Uji karakterisasi produk nanokarbon dilakukan menggunakan alat SEM di PUSPITEK SERPONG.

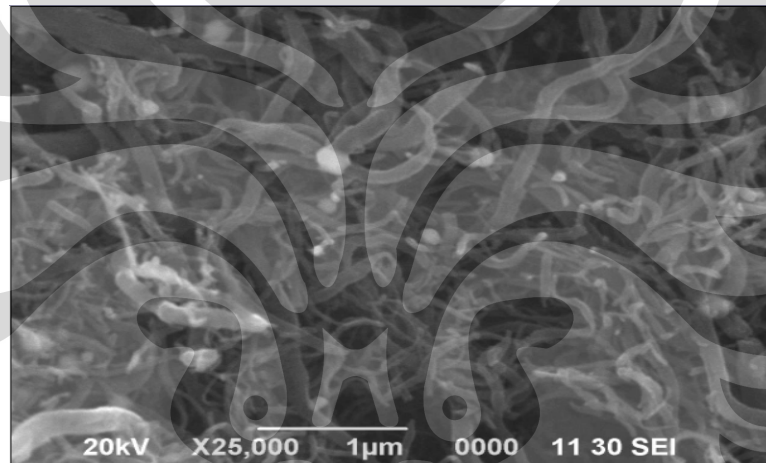


Gambar 4.6 Produk nanokarbon yang sudah dicoating dan siap di SEM

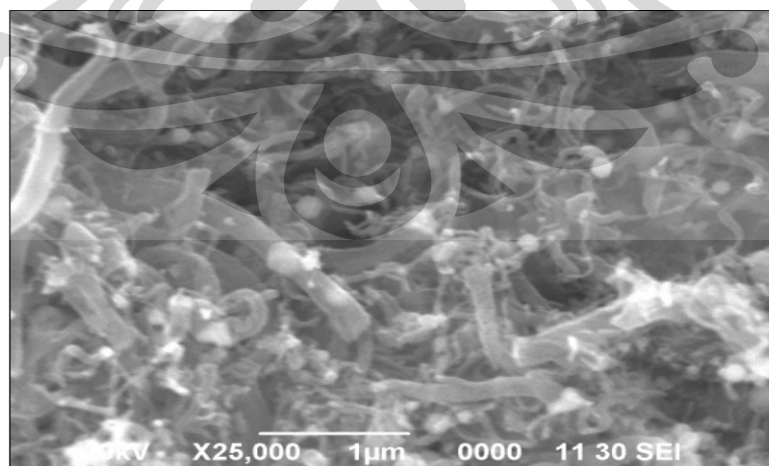
Berikut merupakan data hasil karakterisasi SEM:



a) Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:Al₂O₃ (63,6 : 27,5 : 8,9)



b) Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:Al₂O₃ (62,6 : 22,4 : 15)



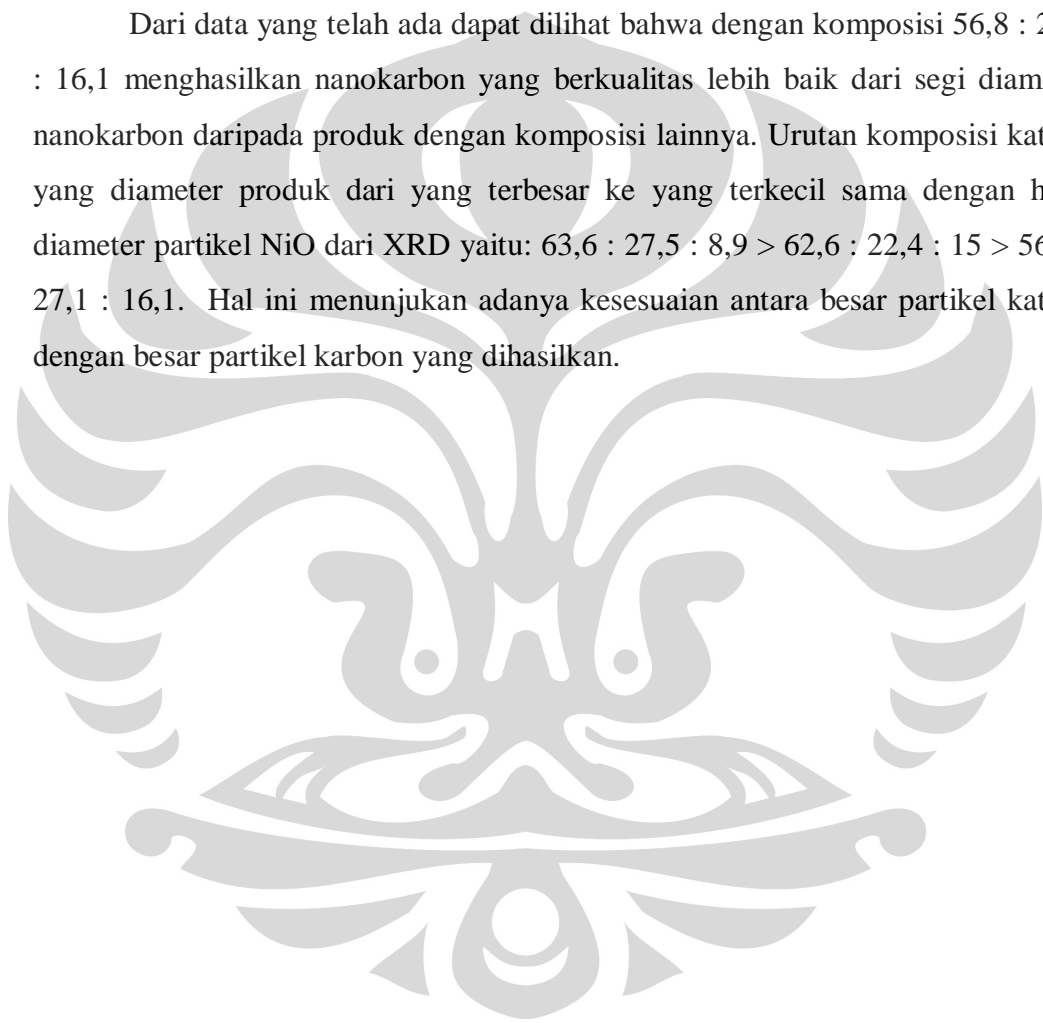
c) Karakterisasi SEM katalis Ni:Cu:Al₂O₃ (56,8 : 27,1 : 16,1)

Gambar 4.7 Hasil Karakterisasi Produk Nanokarbon

Katalis Ni-Cu-Al₂O₃

Hasil uji karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 4.7. Dapat dilihat bahwa produk nanokarbon yang dihasilkan oleh katalis Ni-Cu-Al₂O₃ dengan komposisi 62,6 : 22,4 : 15 mempunyai diameter sekitar 100-250 nm, komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 berdiameter 62,5-195,3125 nm, dan komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1 berdiameter 31,25-187,5 nm. Struktur dari produk nanokarbon yang dihasilkan tidak diketahui karena tiadanya data hasil TEM yang memiliki perbesaran yang lebih tinggi daripada SEM.

Dari data yang telah ada dapat dilihat bahwa dengan komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1 menghasilkan nanokarbon yang berkualitas lebih baik dari segi diameter nanokarbon daripada produk dengan komposisi lainnya. Urutan komposisi katalis yang diameter produk dari yang terbesar ke yang terkecil sama dengan hasil diameter partikel NiO dari XRD yaitu: 63,6 : 27,5 : 8,9 > 62,6 : 22,4 : 15 > 56,8 : 27,1 : 16,1. Hal ini menunjukkan adanya kesesuaian antara besar partikel katalis dengan besar partikel karbon yang dihasilkan.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan Tahap I

1. Promotor tekstural yang berbeda memberikan pengaruh terhadap besarnya partikel katalis sehingga mempengaruhi kualitas karbon yang terbentuk.
2. Promotor tekstural mempengaruhi keaktifan katalis. Katalis dengan promotor tekstural Ni-Cu-SiO₂ merupakan katalis teraktif dengan konversi CH₄ rata-rata selama uji aktivitas yaitu sebesar 93.30%.
3. Dari karakterisasi hasil uji aktivasi katalis penelitian tahap I diketahui bahwa katalis dengan promotor tekstural alumina menghasilkan carbon dengan diameter yang lebih kecil (100-250 nm).
4. Metode impregnasi menghasilkan katalis yang memiliki lifetime yang relatif rendah.

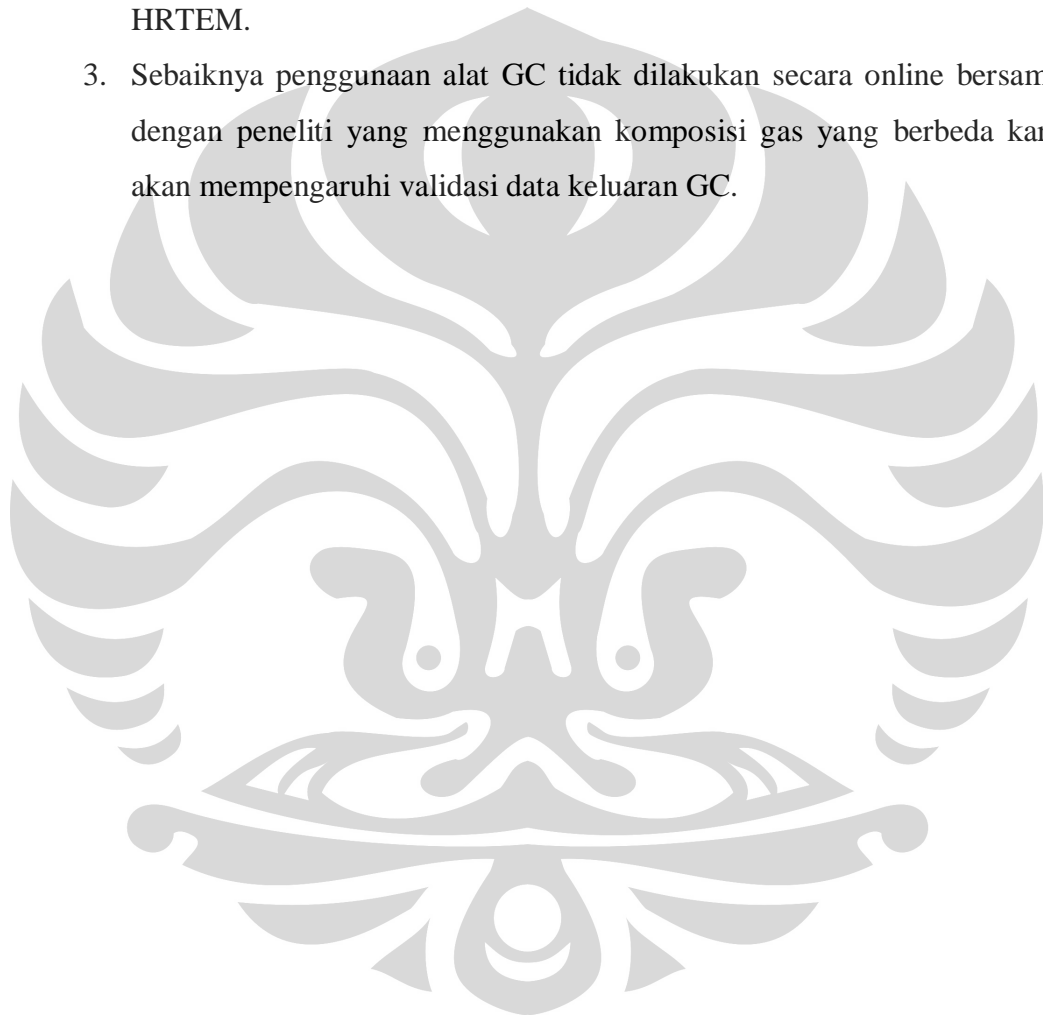
5.2 Kesimpulan Tahap II

1. Komposisi katalis Ni-Cu-Al₂O₃ yang berbeda memberikan pengaruh yang berbeda pada aktivitas katalis. Katalis dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 merupakan katalis yang paling aktif dengan konversi CH₄ rata-rata sebesar 85,52, disusul 62,6 : 22,4 : 15 (80,93) dan 56,8 : 27,1 : 16,1 (56,91).
2. Katalis yang menghasilkan *yield* hidrogen secara berurutan dari tinggi ke rendah adalah katalis dengan komposisi 62,6 : 22,4 : 15 > 63,6 : 27,5 : 8,9 > 56,8 : 27,1 : 16,1.
3. *Yield* karbon dari penelitian tahap ke II dengan urutan dari tinggi ke rendah dihasilkan oleh katalis dengan komposisi 63,6 : 27,5 : 8,9 > 62,6 : 22,4 : 15 > 56,8 : 27,1 : 16,1.
4. Besarnya partikel katalis dipengaruhi oleh komposisi penyusun katalisnya, komposisi NiO yang lebih sedikit menghasilkan partikel katalis yang berukuran lebih kecil.

5. Dari karakterisasi hasil uji aktivasi katalis diketahui bahwa katalis dengan komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1 menghasilkan carbon dengan diameter yang lebih kecil sesuai dengan ukuran partikel inti aktif katalisnya.

5.3 Saran

1. Sebelum dikarakterisasi XRD sebaiknya katalis direduksi terlebih dahulu.
2. Karakterisasi nanokarbon sebaiknya dilakukan dengan menggunakan HRTEM.
3. Sebaiknya penggunaan alat GC tidak dilakukan secara online bersamaan dengan peneliti yang menggunakan komposisi gas yang berbeda karena akan mempengaruhi validasi data keluaran GC.



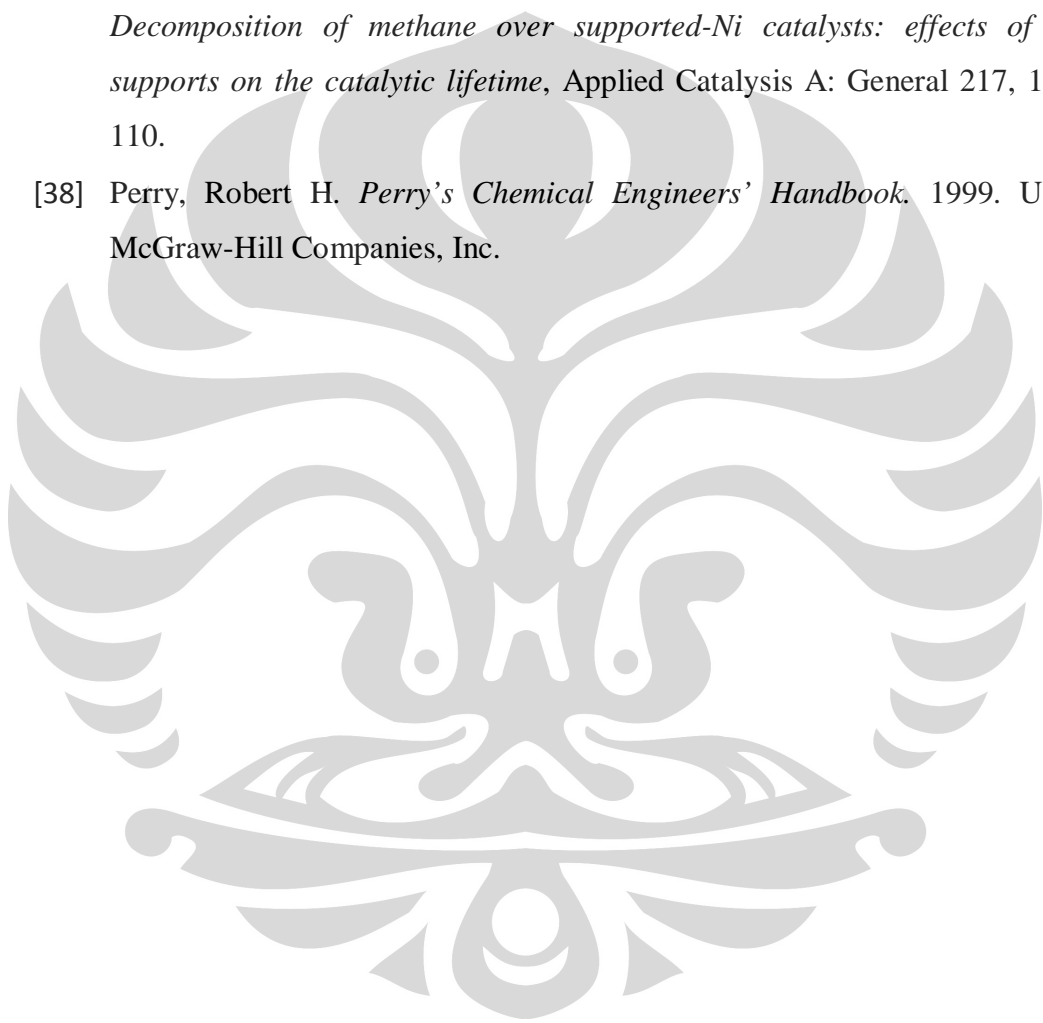
DAFTAR PUSTAKA

- [1] <http://www.researchandmarkets.com/reports/37902>
- [2] <http://www.researchandmarkets.com/reports/10810>, *Nanotechnology-The Coming Revolution RNCOS*, Feb 2005, Pages: 60.
- [3] Pettersson, Joakim., Ove H., (1999), *Hydrogen Storage Alternatifs-A Technological and Economics Assessment*. KFB Reports 27.
- [4] B.C. Li, et al., (2003), *Synthesis of single- and double-walled carbon nanotubes by catalytic decomposition of methane*, *Chemical Physics Letters* 373, 465-479.
- [5] Serp, P., et al., (2003), *Carbon nanotubes and nanofibers in catalysis*, *Applied Catalysis A: General* 253, 337-358.
- [6] Harcouet, P. dan Demoment, J. *Hoe to Stock hydrogen dafely and efficiently*, CLEFS CEA-N° 44-WINTER 2000-2001
- [7] <http://www.nanoscape.de>
- [8] <http://www.AzoNano.com>
- [9] Van Hove, M.A., (2006), *Review From surface science to nanotechnology*, *Catalysis Today* xxx, xxx-xxx.
- [10] Popov, Valentin N., (2004), *Carbon nanotubes: properties and application*, *Material Science and Engineering R* Vol. 43, 61-102.
- [11] Li, Yong *et al.*, (2000), *Simultaneous Production of Hydrogen and Nanocarbon from Decomposition of Methane on a Nickel-Based Catalyst*, *Energy & fuels*, 14, 1188-1194.
- [12] J.I. Villacampa, et al., (2003), *Catalytic decomposition of methane over Ni-Al₂O₃ coprecipitated catalysts Reaction and regeneration studies*, *Applied Catalysis A* Vol. 252, 363-383.
- [13] M, Grujicic, et al., (2002), *An atomic-scale analysis of catalytically-assisted chemical vapor deposition of carbon nanotubes*, Department of Mechanical Engineering, Program in Materials Science and Engineering, Clemson University, Clemson, SC 29634, USA.

- [14] Lisa, (2005), *Pengaruh keasaman katalis berbasis Ni-Cu terhadap kinerja reaksi dekomposisi katalitik metan menjadi hidrogen dan nanokarbon*, Script, Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI.
- [15] Saputra, E., (2005), *Studi pengaruh partikel nikel terhadap kinerja katalis Ni-Cu/Al pada reaksi dekomposisi katalitik metana*, Script, Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI.
- [16] Yongdan, Li., (2005), *Mass production of high-quality multi-walled carbon nanotube bundles on a Ni/Mo/MgO catalyst*, Carbon 43, 295 –301.
- [17] Chen, Juiling, et al., (2001), *Formation of bamboo-shaped carbon filaments and dependence of their morphology on catalyst composition and reaction conditions*, Carbon 39, 1467–1475.
- [18] Govindaraj, A. et al., (1999), *An investigation of carbon nanotubes obtained from the decomposition of methane over reduced $Mg_{1-x}M_xAl_2O_4$ spinel catalyst*, Journal of Materials Research
- [19] Takenaka, Sakae, et al., (2004), *Formation of filamentous carbons over supported Fe catalysts through methane decomposition*, Journal of Catalysis 222, 520-531.
- [20] Kuznetsov, V. L. *Mechanism of Carbon Filaments and Nanotubes Formation on Metal Catalysts*, Boreskov Institute of Catalysis, Lavrentieva 5, Novosibirsk, 630090 Russia.
- [21] Ermakova, M. A. et al. (1999). *New Nickel Catalyst for the Formation of Filamentous Carbon in the Reaction of Methane Decomposition*. Journal of Catalysis, 187, 77 – 84.
- [22] Ermakova, M.A. et al., (2001), *Decomposition of methane over iron catalysts at the range of moderate temperatures: the influence of structure of the catalytic systems and the reaction conditions on the yield of carbon and morphology of carbon filaments*, Journal of catalysis, 201, 183-197
- [23] Reshetyenko, T.V, et al., (2004), *Coprecipitated iron-containing catalysts ($Fe-Al_2O_3$, $Fe-Co-Al_2O_3$, $Fe-Ni-Al_2O_3$) for methane decomposition at moderate temperatures Part II. Evolution of the catalysts in reaction*, Applied Catalysis A: General 270, 87-99.

- [24] Reshетенko, T.V., (2003), *Carbon capacious Ni-Cu-Al₂O₃ catalysts for high-temperature methane decomposition*, Applied Catalysis A: General 247, 51–63.
- [25] Li, Jianzhong. et al., (2004), *Active Nb₂O₅-supported nickel and nickel–copper catalysts for methane decomposition to hydrogen and filamentous carbon*, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 221, 105–112
- [26] Satterfield, Charles N., (1991), *Heterogeneous Catalysis in industrial parctical*, 2nded, McGraw Hill.
- [27] Chen, Jiuling., et al., (2004), *Production of CO_x-free Hydrogen and Nanocarbon by Direct Decomposition of Undiluted Methane on Ni-Cu-Alumina Catalyst*, Applied Catalysis A: 269, 179-186.
- [28] Purwanto, W.W., Yuswan M., Wong T.T., (1997), *Simulasi Reaktor Uap Air/Metana*. Prosiding Seminar Teknik Kimia Soehadi Reksowardoyo, ITB.
- [29] Purwanto W.W., Yuswan M., Arbianti R., Mursal M.N, (1999), *New approach in converting CO₂ and CH₄ into synthesis gas by redox of cerium oxide*, Proceedings Quality in Research FTUI'99 Seminar, Vol IV, Process Engineering and Environmental Engineering, Depok., p.IV.105-112.
- [30] Purwanto, W. W. dan B. Irawan, (1996), *Kinerja Katalis 1% Pt-Al₂O₃ dan 1% Pt-ZrO pada Reaksi Reformasi CO/CH₄*, Warta Insinyur Kimia, Vol. 10 No. 1, p.9.
- [31] Slamet, et al., (1996), *Performance of Ni-Based Catalysts Supported on Alumina on Carbondioxide Reforming of Methane*, Proceeding of Regional Symposium on Chemical Engineering. JSPS-DGHE. Jakarta, p.3.19.-
- [32] Slamet dan W. W. Purwanto., (1997), *Kinetics Development of CO₂ Reforming of Methane over Ni-Al₂O₃ Catalyst*, Proceeding of Regional on Chemical Engineering. Johor Malaysia. Vol. 2, p. 191-
- [33] Kiyoshi Otsuka., Sakae Takenaka, Hiroshi Ohtsuki., (2004), *Production of pure hydrogen by cyclic decomposition of methane and oxidative elimination of carbon nanofibers on supported-Ni-based catalysts*, Applied Catalysis A: General 273, 113–124.
- [34] Ijima, Sumio, (2002), *Carbon nanotubes: past, present, and future*, Phycica B 323, 1-5.

- [35] Morançais, Aurore et al. (2007). *A parametric study of the large scale production of multi-walled carbon nanotubes by fluidized bed catalytic chemical vapor deposition*, Carbon 45, 624-635.
- [36] He, C., Zhao, N., Shi, C., Du, X., & Li, J. (2006). Carbon nanotubes and onions from methane decomposition using Ni/Al catalyst, *Materials Chemistry and Physics* 97, 109-115.
- [37] Takenaka S., Ogihara H., Yamanaka, Kiyoshi Otsuka, (2001), *Decomposition of methane over supported-Ni catalysts: effects of the supports on the catalytic lifetime*, Applied Catalysis A: General 217, 101–110.
- [38] Perry, Robert H. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. 1999. USA: McGraw-Hill Companies, Inc.





LAMPIRAN A

KALIBRASI KROMATOGRAFI GAS

Perhitungan Relative Response Factor (RRF)

Perhitungan *Relative response factor* dilakukan dengan cara menginjeksikan semua gas yang akan dikalibrasi, baik reaktan maupun produknya. Injeksi dilakukan dengan menggunakan *syringe* dan *Gas Chromatography* dioperasikan pada kondisi yang sama dengan kondisi pada saat digunakan untuk uji aktivitas katalis. Injeksi pada kolom karbon aktif ini juga bertujuan untuk mengetahui *retention time* dari masing-masing zat.

Gas yang akan diinjeksikan pada kolom karbon aktif adalah CH₄, CO, dan H₂. *Response area* hasil analisis kolom karbon aktif digunakan untuk menghitung *relative response factor*, dengan cara memplot data *response area* dengan volume gas yang disuntikkan. Dan faktor korelasi yang dihasilkan haruslah mendekati nilai 1.

Response Factor untuk masing-masing zat dapat dihitung dengan:

$$RF_i = \frac{A_i}{n_i} \quad (\text{A.1})$$

Untuk 1 mL gas pada temperature dan tekanan yang diketahui:

$$n_i = \frac{1}{22400} \times \frac{P_i}{P} \times \frac{T}{T_i} \quad (\text{A.2})$$

Dimana P dan T adalah pada kondisi standar.

Jika injeksi pada volume yang berbeda dilakukan pada kondisi tekanan dan temperature yang sama, maka slope atau kemiringan kurva volume versus *peak area* adalah *response factor* untuk masing-masing zat.

Perhitungan *response factor* didasarkan atas RRF gas CH₄, sehingga RRF masing-masing zat adalah:

$$RRF_i = \frac{RF_i}{RF_{CH_4}} \quad (\text{A.3})$$

Dari hasil kalibrasi didapat RRF untuk masing-masing zat, yaitu:

Gas	Response Factor	RRF
CH ₄	1271557.33	1.0000000
H ₂	4370820.17	3.43737562
CO	588599.00	0.46289616
CO ₂	371839.50	0.29242842



LAMPIRAN B

KALIBRASI *FLOWMETER*

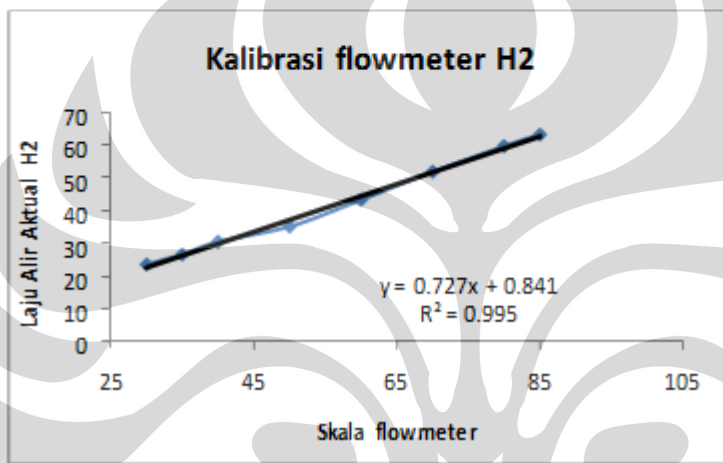
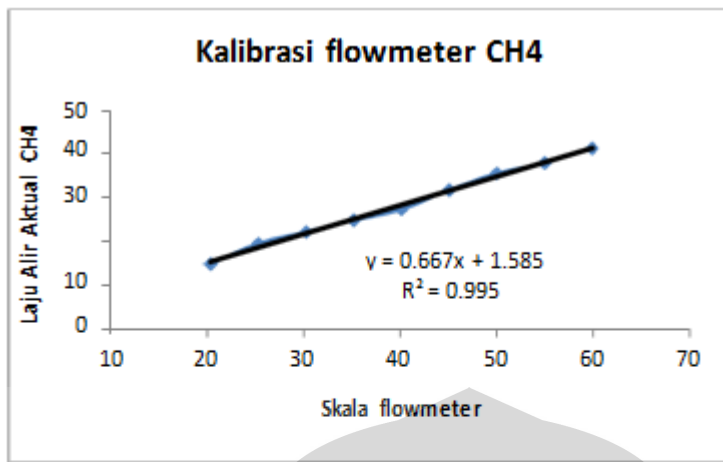
Volume aktual *bubble soap* untuk skala 0-5 adalah 4,335 mL.

Gas CH₄

Skala <i>flowmeter</i>	T _{Bubble} for 5 mL			<i>Mean</i>	Laju Alir Aktual
	1	2	3		
20	18.09	18.09	17.96	18.047	14.4132
25	13.61	13.5	13.56	13.557	19.1869
30	11.82	11.83	11.96	11.87	21.9132
35	10.53	10.49	10.62	10.547	24.6627
40	9.5	9.59	9.56	9.55	27.2366
45	8.17	8.17	8.21	8.1833	31.7853
50	7.25	7.29	7.35	7.2967	35.6478
55	6.88	6.82	6.74	6.8133	38.1766
60	6.25	6.24	6.27	6.2533	41.5954

Gas H₂

Skala <i>flowmeter</i>	T _{Bubble} for 5 mL			<i>Mean</i>	Laju Alir Aktual
	1	2	3		
30	10.78	11.05	11.23	11.02	23.6034
35	9.71	9.77	9.81	9.7633	26.6415
40	8.53	8.51	8.53	8.5233	30.5174
50	7.36	7.49	7.35	7.4	35.15
60	5.99	5.98	6.03	6	43.3516
70	5.04	5.01	5	5.0167	51.8491
80	4.42	4.34	4.32	4.36	59.6582
85	4.17	4.06	4.11	4.1133	63.2358



LAMPIRAN C

PERHITUNGAN KOMPOSISI GAS

Komposisi keluaran reactor dianalisa menggunakan GC dengan kolom karbon aktif.

Dengan basis 1 menit, komposisi gas keluar dihitung berdasarkan persamaan:

$$y_i = \frac{\frac{A}{(RF_i / RRF_{CH_4})}}{\sum \frac{A}{(RF_i / RRF_{CH_4})}}$$

Dimana: A = peak area

RF_i = *response factor* gas i (slope kurva kalibrasi masing-masing gas)

RRF_{CH_4} = *relative response factor* terhadap CH_4

Sehingga komposisi volume gas keluar masing-masing komponen adalah:

$$V_i = y_i F_{out}$$

Dimana F_{out} adalah laju produk keluar reaktor yang diukur dengan *bubble soap*.

Komposisi mol gas keluar masing-masing adalah:

$$n_i = \frac{V_i}{22400} \times \frac{P_i}{P} \times \frac{T}{T_i}$$

Dimana: P dan T pada kondisi standar

V_i = volume gas i

P_i = tekanan gas i (1 atm)

T_i = temperatur gas i (30°C)

Konversi CH_4 dihitung dengan persamaan berikut ini:

$$X_{CH_4} = \frac{\sum (CH_{4in} - CH_{4out})}{\sum CH_{4in}} \times 100\%$$

Selektivitas H_2 dihitung dengan persamaan:

$$S_{H_2} = \frac{\sum (H_2)_{produk}}{2 \times \sum (CH_{4in} - CH_{4out})} \times 100\%$$

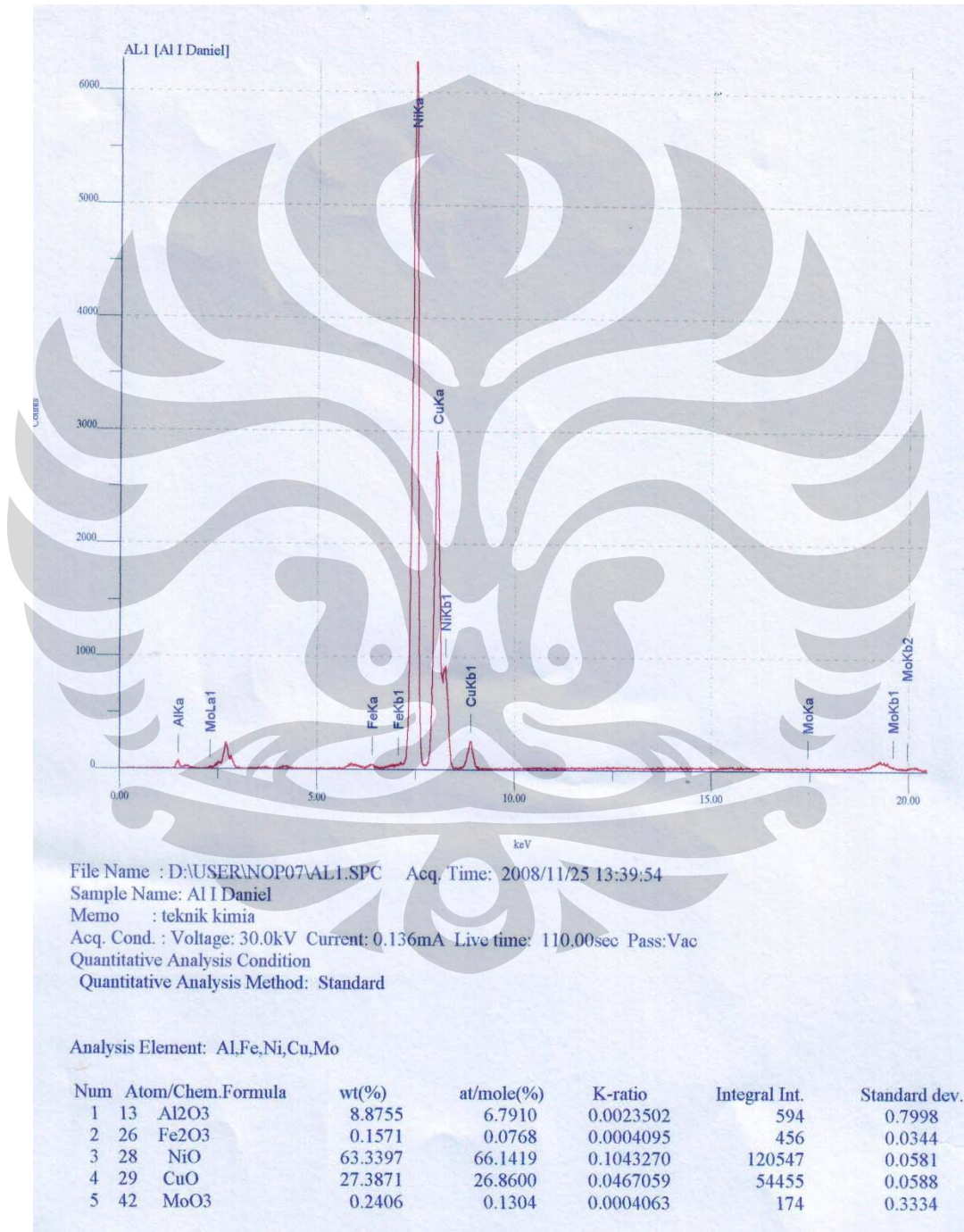
Sedangkan *yield* H₂ dihitung dengan persamaan:

$$Y_{H_2} = \frac{\sum (H_2)_{produk}}{2 \times \sum (CH_{4in})} \times 100\%$$

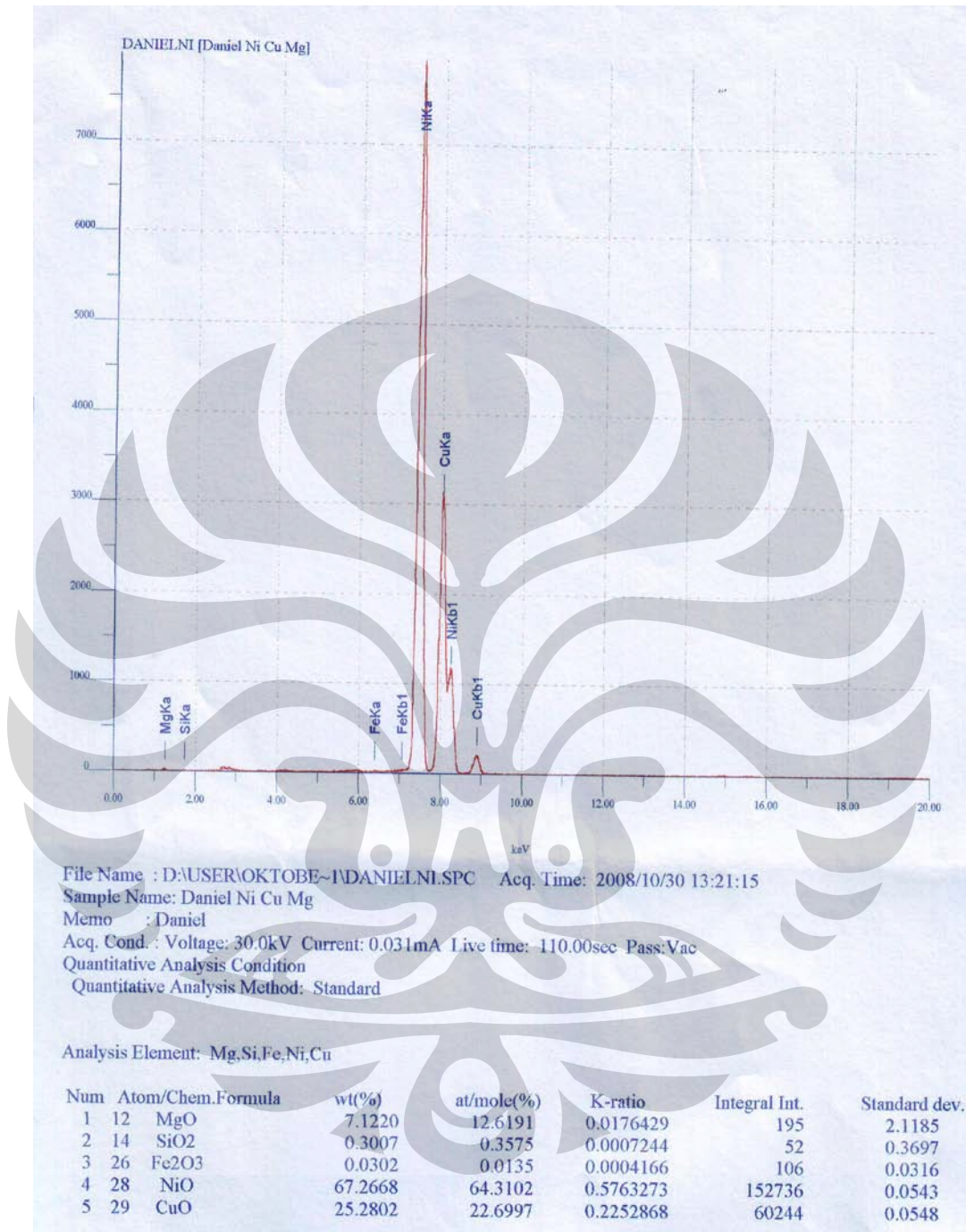


LAMPIRAN D DATA XRF

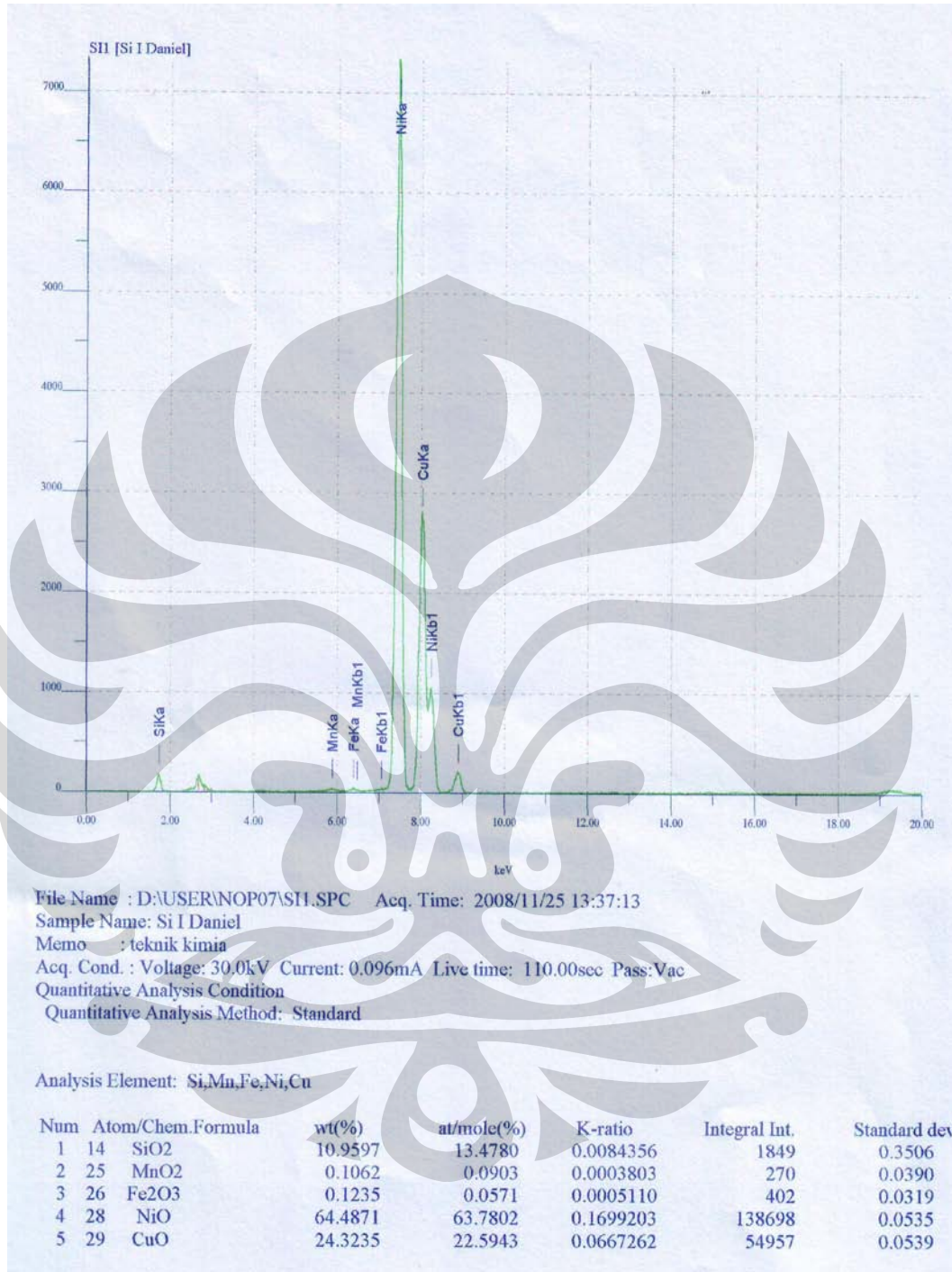
D.1 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃



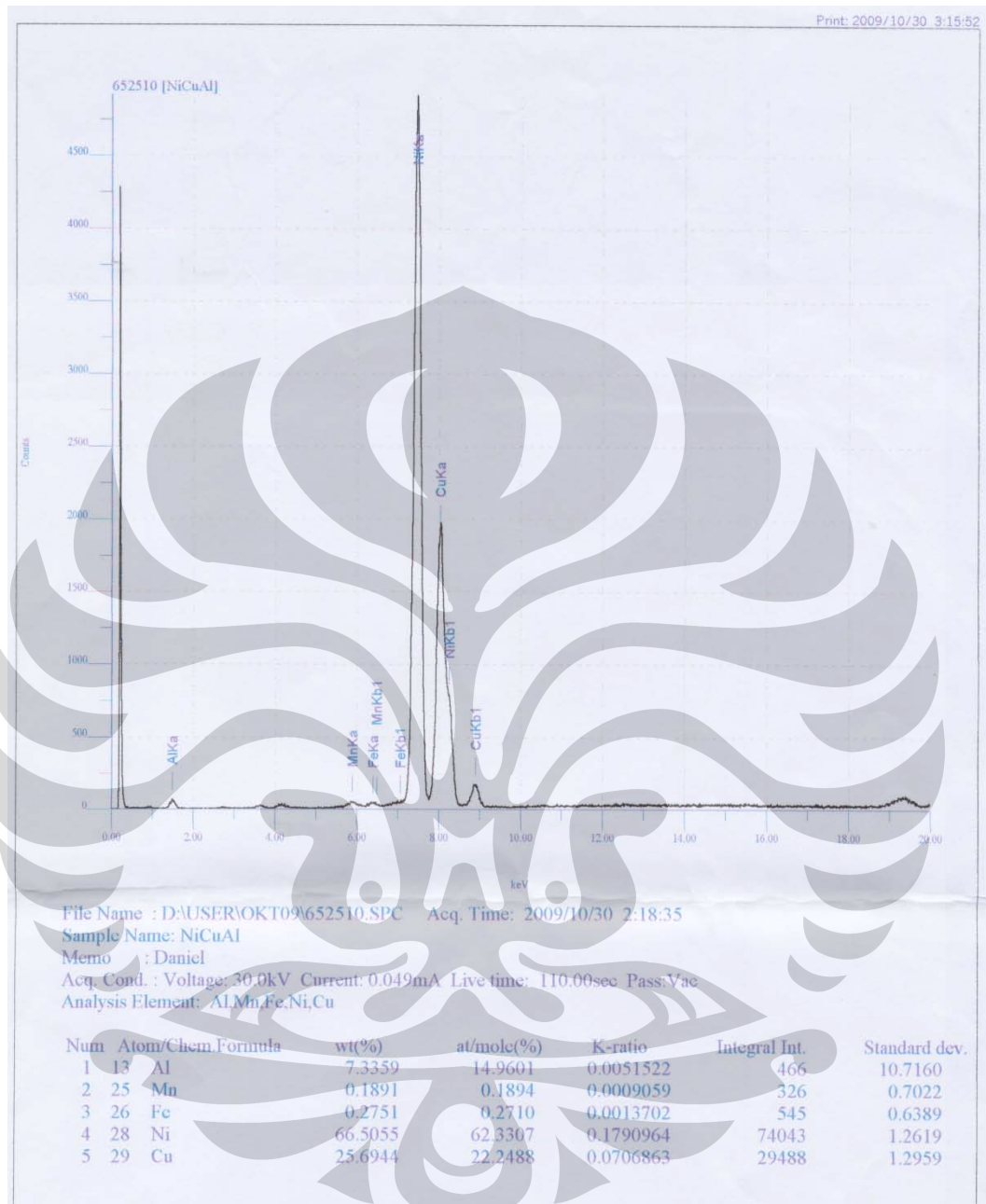
D.2 Data XRF Katalis Ni-Cu-MgO



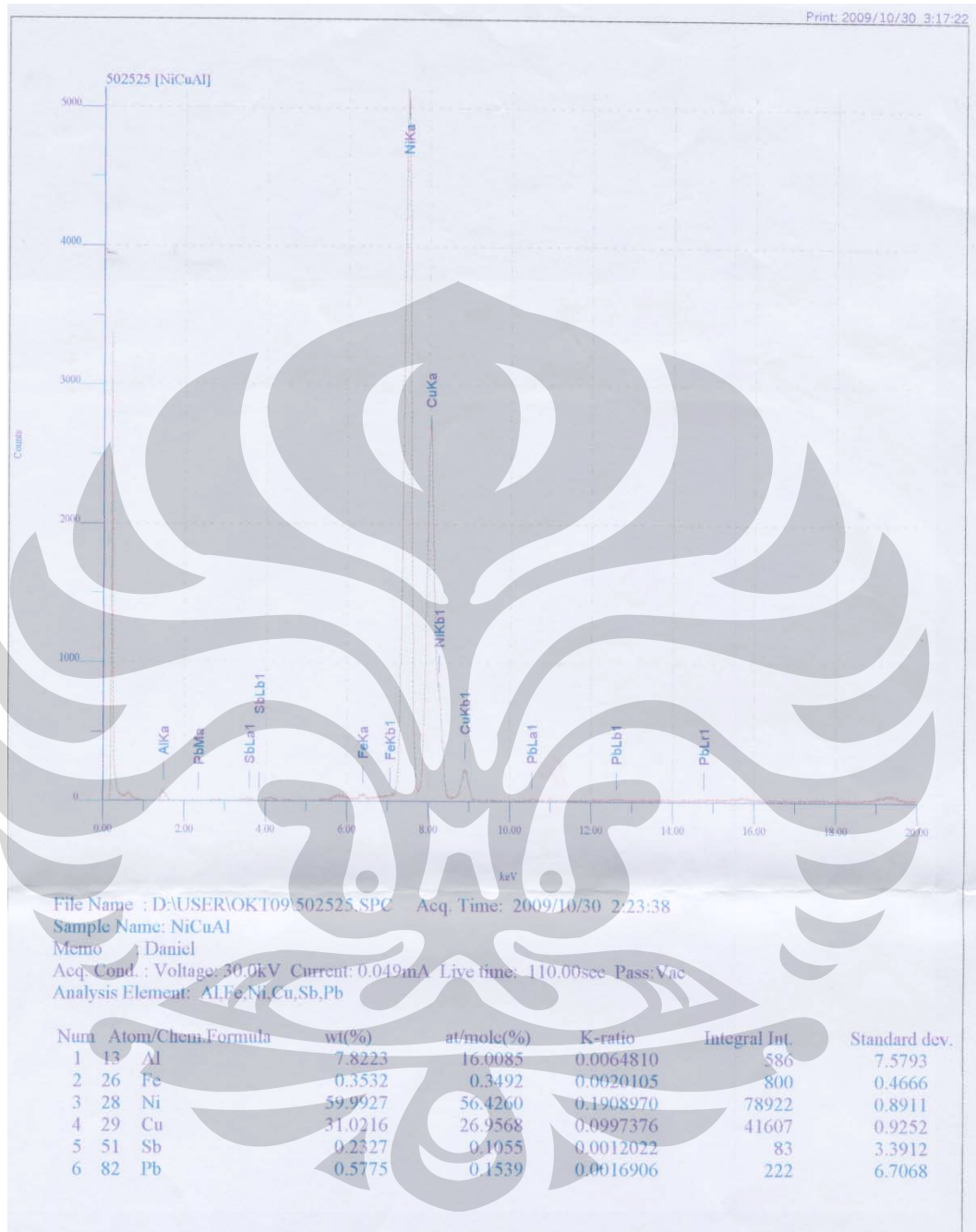
D.3 Data XRF Katalis Ni-Cu-SiO₂



D.4 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ dengan Komposisi 62,6 : 22,4 : 15



D.5 Data XRF Katalis Ni-Cu-Al₂O₃ dengan komposisi 56,8 : 27,1 : 16,1



LAMPIRAN E

PERHITUNGAN DIAMETER PARTIKEL DAN HASIL KARAKTERISASI XRD

Diameter partikel NiO dihitung dari hasil karakterisasi XRD dengan persamaan erikut:

(E.1)

Dengan:

λ = panjang gelombang dari berkas sinar X yang tergantung dari tabung anoda dari generator penghasil sinar X yang dipakai (Cu $K\alpha$ = 0,154056 nm)

n = bilangan bulat yang menyatakan fasa dimana fraksi menghasilkan terang (n=1)

d = lebar celah

θ = sudut difraksi

Ukuran Kristal dihitung dengan menggunakan persamaan Scherer, yaitu:

(E.2)

Dengan:

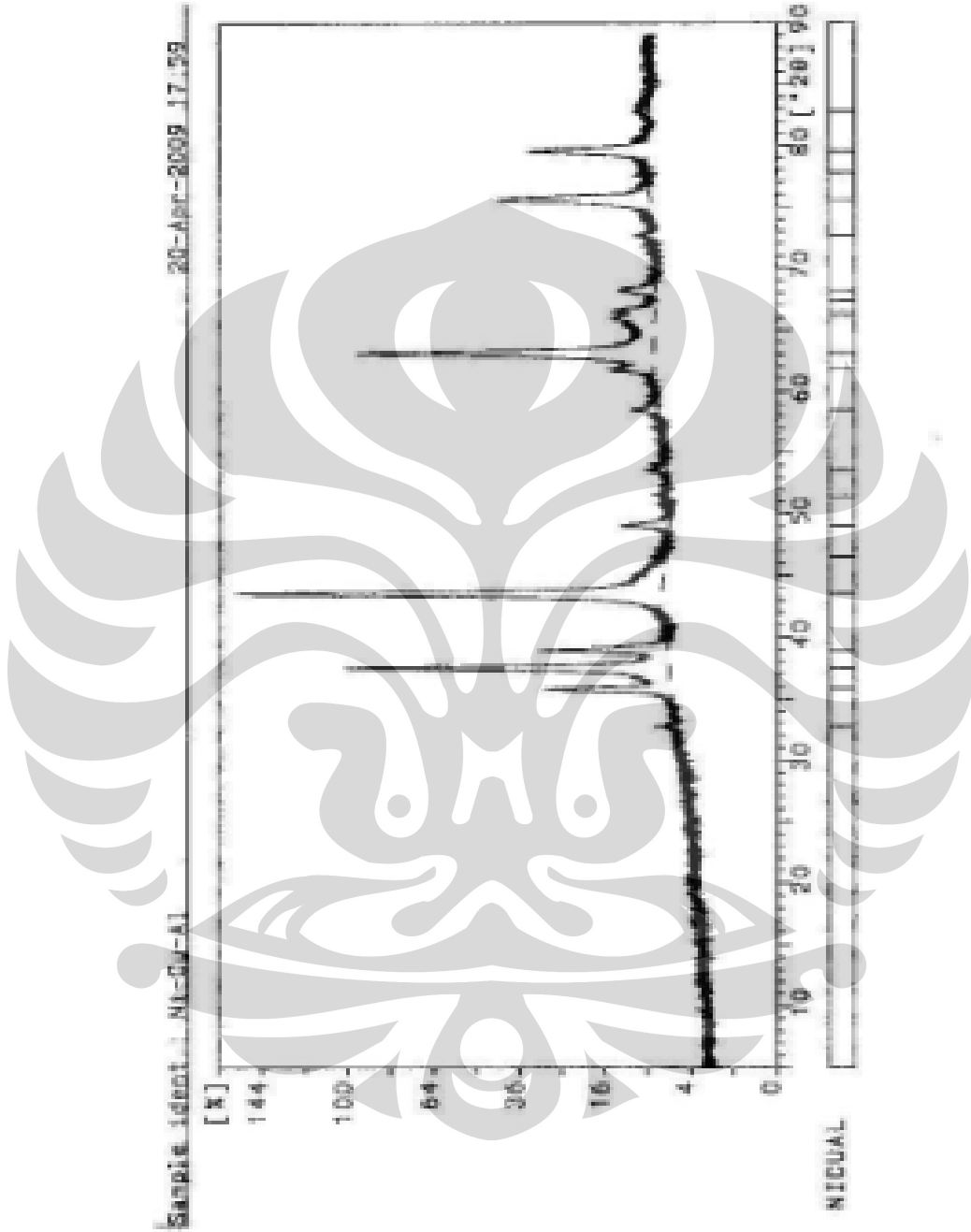
L = ukuran kristal

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

K = 0.89

β = lebar setengah tinggi *peak* tertinggi (rad)

E.1 DATA XRD KATALIS Ni-Cu-Al₂O₃



Sample identification: Ni-Cu-Al
Data measured at: 20-Apr-2009 14:16:00

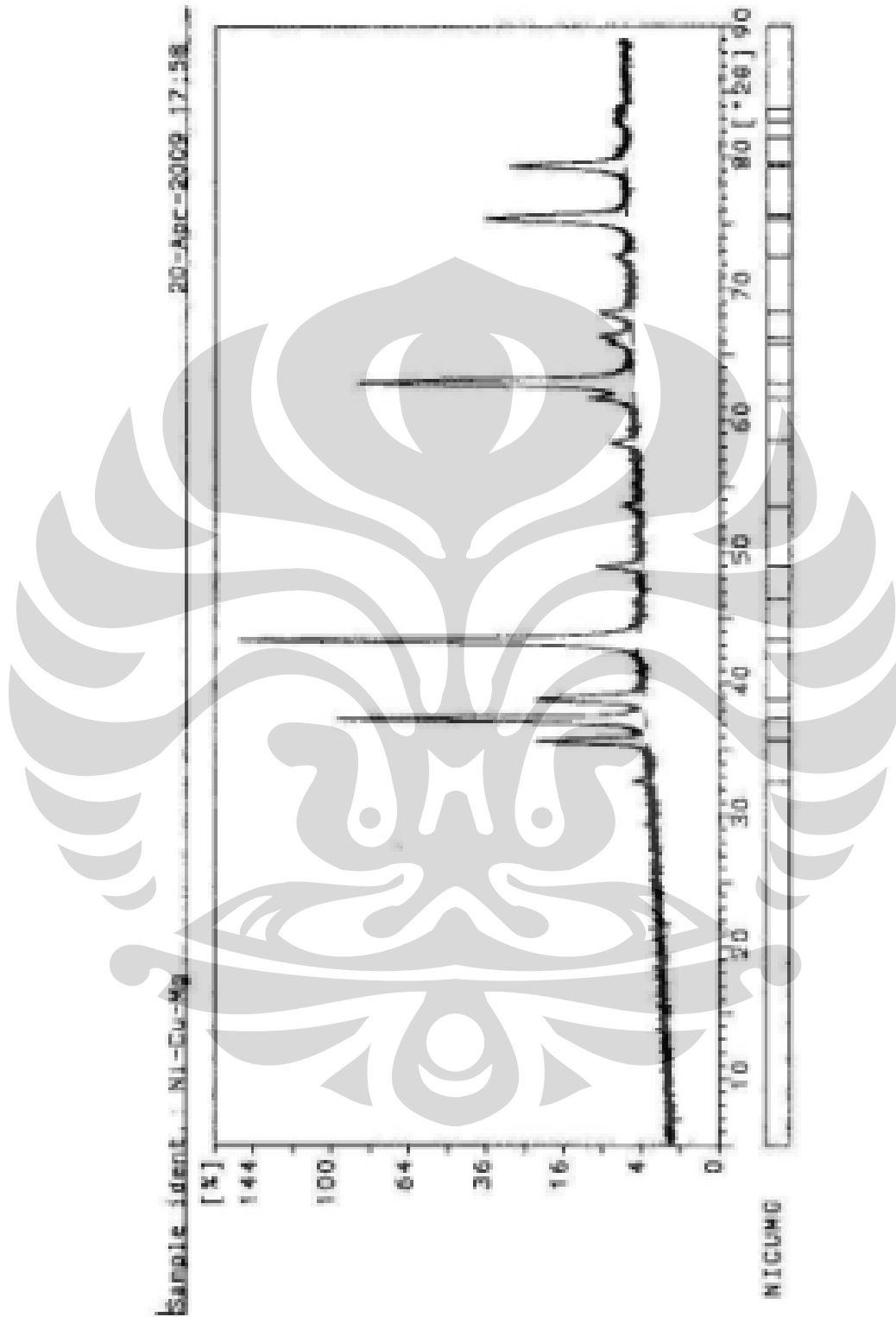
Diffractometer type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [2θ]: 5.000
End angle [2θ]: 89.000
Step size [2θ]: 0.020
Maximum intensity: 3564.090
Time per step [s]: 1.000
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: 21

Angle [2θ]	d-value α_1 [Å]	d-value α_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
32.765	2.7310	2.7378	0.160	67	174	1.9	1.17
35.845	2.5031	2.5093	0.120	590	182	16.6	2.54
37.485	2.3973	2.4032	0.260	2642	180	74.1	44.63
38.945	2.3107	2.3164	0.120	655	177	18.4	3.14
43.550	2.0764	2.0816	0.220	3564	177	100.0	35.29
46.540	1.9498	1.9546	0.160	23	154	0.6	0.76
49.030	1.8564	1.8610	0.100	144	139	4.0	0.94
51.425	1.7754	1.7798	0.960	10	135	0.3	1.10
53.590	1.7087	1.7129	0.320	27	135	0.8	0.91
58.465	1.5773	1.5812	0.240	67	139	1.9	1.92
61.770	1.5006	1.5043	0.200	110	144	3.1	1.77
63.105	1.4720	1.4757	0.260	1475	142	41.4	30.42
66.020	1.4139	1.4174	0.200	102	135	2.9	0.81
66.505	1.4048	1.4083	0.200	100	132	2.8	1.33
67.395	1.3884	1.3918	0.100	15	130	0.4	0.77
68.145	1.3749	1.3783	0.240	72	128	2.0	1.89
72.600	1.3011	1.3044	0.320	25	123	0.7	1.06
75.555	1.2574	1.2605	0.120	471	125	13.2	1.88
77.770	1.2270	1.2301	0.060	24	128	0.7	1.04
79.495	1.2047	1.2077	0.100	324	128	9.1	1.44
82.795	1.1648	1.1677	0.640	18	119	0.5	0.94

E.2 DATA XRD KATALIS Ni-Cu-MgO



Sample identification: Ni-Cu-Mg
Data measured at: 20-Apr-2009 15:27:00

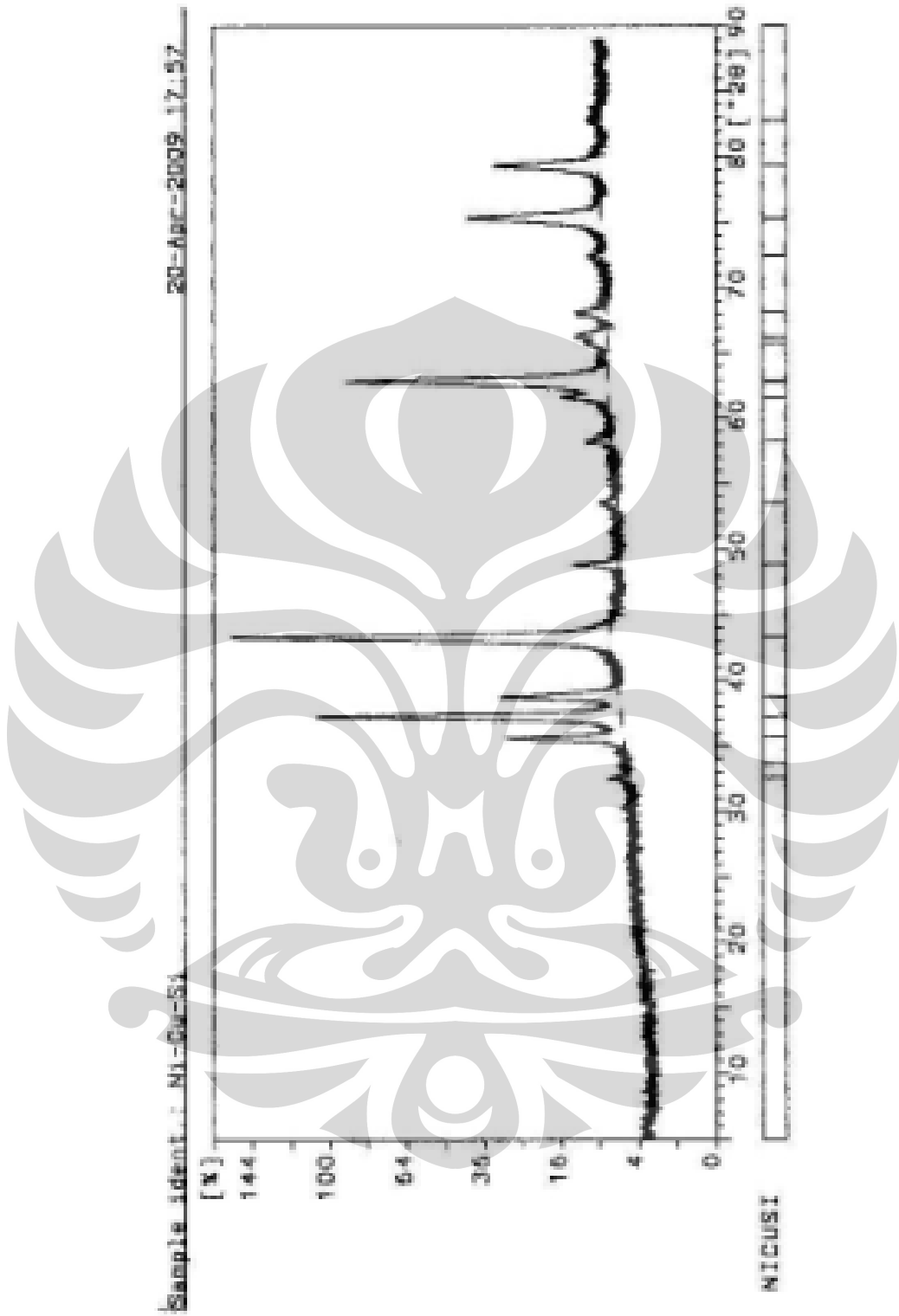
Diffractometer type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.000
End angle [$^{\circ}2\theta$]: 89.000
Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020
Maximum intensity: 5212.840
Time per step [s]: 1.000
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: 23

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
32.620	2.7428	2.7496	0.240	69	144	1.3	2.23
35.710	2.5123	2.5185	0.260	718	146	13.8	19.10
37.325	2.4072	2.4132	0.240	3019	146	73.3	56.73
38.750	2.3219	2.3276	0.080	671	146	12.9	1.50
38.865	2.3153	2.3210	0.060	734	146	14.1	1.34
43.370	2.0846	2.0898	0.260	5213	156	100.0	72.00
46.425	1.9543	1.9592	0.480	18	132	0.3	1.58
49.000	1.8575	1.8621	0.120	174	128	3.3	1.58
53.525	1.7106	1.7149	0.400	36	125	0.7	2.54
58.475	1.5771	1.5810	0.200	56	128	1.1	0.79
61.645	1.5033	1.5071	0.280	130	128	2.5	3.93
62.910	1.4761	1.4798	0.200	2052	125	39.4	17.58
65.870	1.4168	1.4203	0.240	62	125	1.2	1.38
66.380	1.4071	1.4106	0.240	102	123	2.0	2.34
68.220	1.3736	1.3770	0.360	96	123	1.8	5.23
72.455	1.3034	1.3066	0.480	29	121	0.6	2.96
75.330	1.2606	1.2637	0.080	625	123	12.0	0.84
75.600	1.2568	1.2599	0.140	441	123	8.5	1.54
79.345	1.2066	1.2096	0.180	475	121	9.1	6.39
79.560	1.2039	1.2069	0.120	324	121	6.2	1.25
81.485	1.1802	1.1831	0.140	11	119	0.2	0.96
82.775	1.1651	1.1680	0.480	22	117	0.4	1.56

E.3 DATA XRD KATALIS Ni-Cu-SiO₂



Sample identification: Ni-Cu-Si
Data measured at: 20-Apr-2009 16:44:00

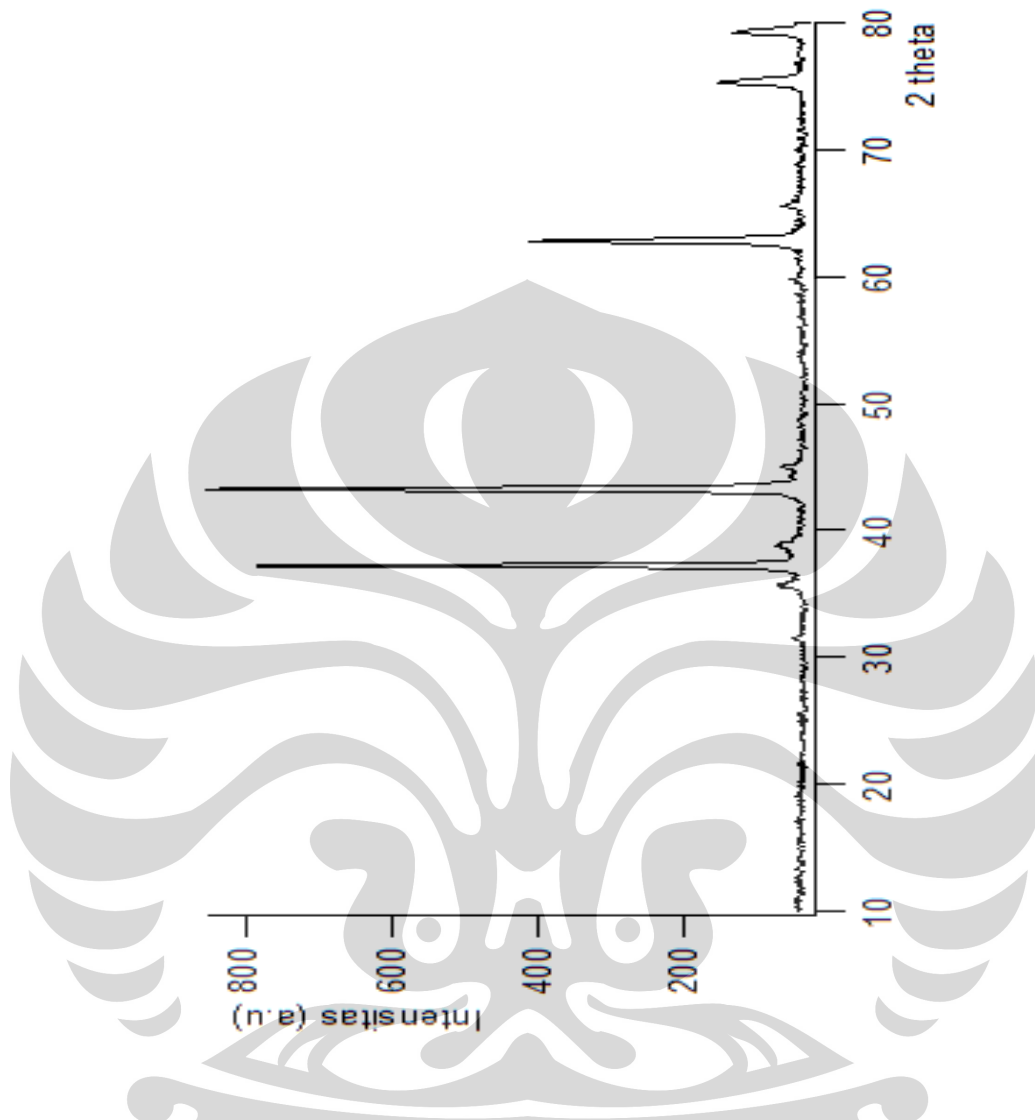
Diffraction type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.000
End angle [$^{\circ}2\theta$]: 89.000
Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020
Maximum intensity: 3492.810
Time per step [s]: 1.000
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: 19

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
32.550	2.7486	2.7554	0.200	66	159	1.9	1.39
33.660	2.6604	2.6670	0.200	11	161	0.3	0.79
35.635	2.5174	2.5236	0.100	676	164	19.4	1.96
37.255	2.4115	2.4175	0.220	2777	164	79.5	31.16
38.745	2.3222	2.3279	0.220	625	166	17.9	11.31
43.290	2.0883	2.0935	0.240	3493	180	100.0	38.84
48.890	1.8614	1.8660	0.240	146	132	4.2	4.22
53.550	1.7099	1.7141	0.400	41	128	1.2	2.45
58.245	1.5827	1.5867	0.320	62	130	1.8	2.37
61.570	1.5050	1.5087	0.200	123	132	3.5	1.72
62.800	1.4784	1.4821	0.100	1384	132	39.6	2.37
62.920	1.4759	1.4796	0.100	1325	132	37.9	1.27
65.755	1.4190	1.4225	0.320	48	128	1.4	0.99
66.270	1.4092	1.4127	0.160	74	128	2.1	0.87
68.165	1.3746	1.3780	0.480	69	125	2.0	4.43
72.430	1.3038	1.3070	0.320	30	125	0.9	1.20
75.360	1.2602	1.2633	0.280	458	125	13.1	8.46
79.385	1.2061	1.2091	0.400	306	125	8.8	16.71
82.795	1.1648	1.1677	0.640	17	117	0.5	1.32

E.4 DATA XRD KATALIS Ni-Cu-Al₂O₃ 62,6 : 22,4 : 15



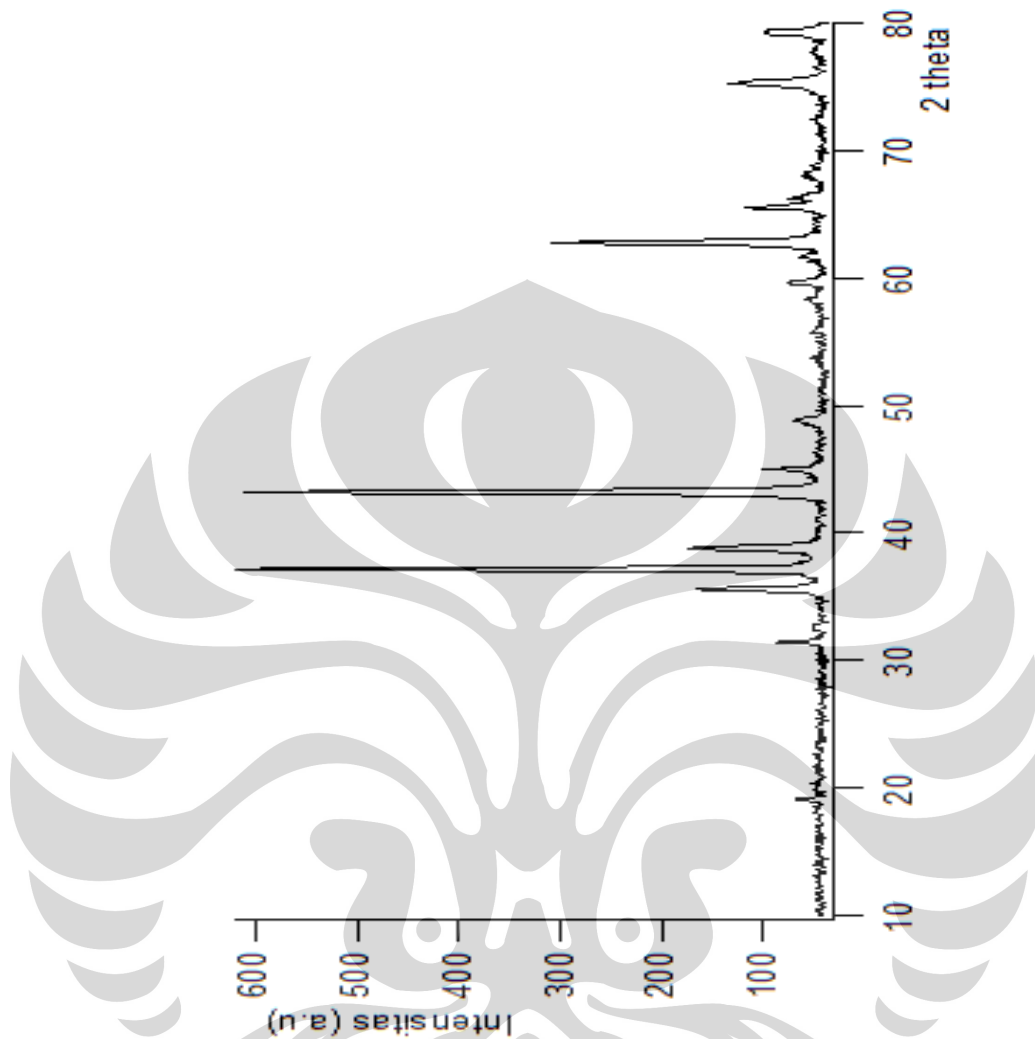
Peak Search Report (6 Peaks, Max P/N = 14.2)

[LUM-0294.RD]

PEAK: 23-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summit

2-Theta	d(A)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
37.222	2.4136	52	783	91.8	220.3	67.8	0.239
43.26	2.0897	47	853	100	325	100	0.324
45.107	2.0083	47	32	3.8	7	2.2	0.187
62.761	1.4793	46	399	46.8	166.3	51.2	0.354
75.283	1.2613	49	120	14.1	54.8	16.9	0.388
79.221	1.2082	47	97	11.4	38.9	12	0.341

E.5 DATA XRD KATALIS Ni-Cu-Al₂O₃ 56,8 : 27,1 : 16,1



Peak Search Report (12 Peaks, Max P/N = 11.9)

[LUM-0293.RD] 50 : 25 : 25

PEAK: 23-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summit

2-Theta	d(A)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
19.161	4.6281	44	32	5.3	6	2.6	0.16
31.438	2.8432	44	50	8.2	11.4	5	0.194
35.639	2.5171	46	131	21.5	49.2	21.4	0.319
37.2	2.415	51	609	100	196.1	85.4	0.274
38.801	2.319	50	152	25	59.6	26	0.334
43.22	2.0915	45	595	97.7	229.6	100	0.328
45.037	2.0113	51	49	8	14.2	6.2	0.246
59.752	1.5464	43	40	6.6	14.4	6.3	0.305
62.741	1.4797	49	268	44	116.5	50.7	0.369
65.558	1.4228	51	72	11.8	24.2	10.5	0.285
75.316	1.2608	45	99	16.3	54.1	23.6	0.464
79.436	1.2054	46	62	10.2	30.8	13.4	0.422

LAMPIRAN F

DATA UJI AKTIVITAS KATALIS

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/Al₂O₃ dalam Produksi Nanokarbon
Katalis: Ni-Cu-Al₂O₃

T_{Reduksi} 650 C t_{bubble} 4.36666667 s QH₂ 59.5671 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 Rasio CH₄ 1 0 T_{bubble} 8.23666667 s T_{column} 100 C
 Q total 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{reaktor} 973 K
 Q CH₄ 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{sampling} 301 K
 Q N₂ 0 mL/min W/F_{reaktor} 0.00633
 Katalis 0.2 gr P_{reaktor} 1 atm

Gas	RF slope	RRF
CH ₄	1.27E+06	1.000000
H ₂	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO ₂	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4.33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA				KOMPOSISI GAS (%) (yi)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH ₄ (%)	S H ₂ (%)	Y H ₂ (%)	Neraca Atom H		
				CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂				In	Out	% loss
10	8.36	31.10	0.00125920	643,533	3,028,023			17.5275%	82.4725%	0.0000%	0.0000%	5.45127	25.64993	0.00000	0	0.00022	0.00104	0	0	82.74%	49.08%	98.17%	3.1E+21	1.8E+21	42.13%
20	8.37	31.06	0.00125770	651,334	2,992,318			17.8759%	82.1241%	0.0000%	0.0000%	5.55297	25.51110	0.00000	0	0.00022	0.00103	0	0	82.42%	49.01%	98.02%	3.1E+21	1.8E+21	42.02%
30	8.55	30.42	0.00123171	660,298	2,983,329			18.1220%	81.8780%	0.0000%	0.0000%	5.51311	24.90908	0.00000	0	0.00022	0.00101	0	0	82.54%	47.78%	95.56%	3.1E+21	1.8E+21	43.10%
40	8.70	29.89	0.00121001	662,186	2,970,786			18.2271%	81.7729%	0.0000%	0.0000%	5.44740	24.43883	0.00000	0	0.00022	0.00099	0	0	82.75%	46.76%	93.52%	3.1E+21	1.7E+21	44.06%
50	8.79	29.59	0.00119808	664,698	2,968,591			18.2947%	81.7053%	0.0000%	0.0000%	5.41368	24.17788	0.00000	0	0.00022	0.00098	0	0	82.86%	46.20%	92.40%	3.1E+21	1.7E+21	44.58%
60	8.87	29.34	0.00118772	660,092	2,980,578			18.1297%	81.8703%	0.0000%	0.0000%	5.31847	24.01721	0.00000	0	0.00022	0.00097	0	0	83.16%	45.73%	91.46%	3.1E+21	1.7E+21	45.13%
70	9.02	28.84	0.00116753	658,277	2,986,925			17.9443%	82.0557%	0.0000%	0.0000%	5.17459	23.66241	0.00000	0	0.00021	0.00096	0	0	83.61%	44.81%	89.61%	3.1E+21	1.7E+21	46.15%
80	9.21	28.24	0.00114344	651,151	3,010,176			17.7782%	82.2218%	0.0000%	0.0000%	5.02094	23.22116	0.00000	0	0.0002	0.00094	0	0	84.10%	43.72%	87.43%	3.1E+21	1.6E+21	47.33%
90	9.38	27.72	0.00112232	643,906	3,011,483			17.4665%	82.5335%	0.0000%	0.0000%	4.84178	22.87862	0.00000	0	0.0002	0.00093	0	0	84.67%	42.78%	85.57%	3.1E+21	1.6E+21	48.44%
100	10.78	24.13	0.00097691	631,661	3,042,616			16.9385%	83.0615%	0.0000%	0.0000%	4.08708	20.04184	0.00000	0	0.00017	0.00081	0	0	87.06%	36.45%	72.90%	3.1E+21	1.4E+21	55.33%
120	11.61	22.41	0.00090733	623,715	3,097,478			16.5412%	83.4588%	0.0000%	0.0000%	3.70694	18.70344	0.00000	0	0.00015	0.00076	0	0	88.26%	33.55%	67.10%	3.1E+21	1.3E+21	58.65%
130	13.15	19.78	0.00080064	606,312	3,146,968			16.0252%	83.9748%	0.0000%	0.0000%	3.16902	16.60618	0.00000	0	0.00013	0.00067	0	0	89.96%	29.23%	58.45%	3.1E+21	1.1E+21	63.67%
140	14.65	17.75	0.00071868	596,396	3,177,172			15.6048%	84.3952%	0.0000%	0.0000%	2.76999	14.98090	0.00000	0	0.00011	0.00061	0	0	91.23%	26.00%	52.00%	3.1E+21	1E+21	67.51%
150	15.47	16.82	0.00068089	581,489	3,225,476			15.2743%	84.7257%	0.0000%	0.0000%	2.56875	14.24869	0.00000	0	0.0001	0.00058	0	0	91.87%	24.56%	49.12%	3.1E+21	9.5E+20	69.31%
160	15.86	16.40	0.00066387	583,037	3,219,774			15.3317%	84.6683%	0.0000%	0.0000%	2.51393	13.88298	0.00000	0	0.0001	0.00056	0	0	92.04%	23.88%	47.76%	3.1E+21	9.2E+20	70.06%

Berat produk + katalis 0.98 gr
 Berat produk 0.78 gr
 Yield karbon 3.9 gr C/gr cat.

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/MgO dalam Produksi Nanokarbon

Katalis: Ni-Cu-MgO

$T_{Reduksi}$ 650 C t_{bubble} 4.35 s QH2 59.795 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 $T_{Reaktor}$ 973 K
 $T_{Sampling}$ 301 K
 $W/f_{reaktor}$ 0.0064
 $P_{reaktor}$ 1 atm
 T_{bubble} 8.29
 T_{column} 100 C
Rasio CH4:† 1 0
Q total 31.38 mL/min 0.00127034 mol/min
Q CH4 31.38 mL/min 0.00127034 mol/min
Q N2 0 mL/min
Katalis 0.2 gr

Gas	RF =slope	RRF
CH4	1.27E+06	1.000000
H2	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO2	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4:33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA			KOMPOSISI GAS (%) (y)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH4 (%)	S H2 (%)	Y H2 (%)	Neraca Atom H		
				CH4	H2	CO	CH4	H2	CO	CH4	H2	CO	CH4	H2	CO	In	Out	% loss						
10	8.36	31.10	0.00125920	660,225	3,012,837	1,162	17.9691%	81.9993%	0.0316%	0.0000%	5.58861	25.50276	0.00984	0	0.00023	0.00103	4E-07	0	82.19%	49.45%	98.89%	3.05898E+21	1.78802E+21	41.55%
20	8.42	30.90	0.00125122	665,096	2,992,660	1,251	18.1770%	81.7889%	0.0342%	0.0000%	5.61743	25.27613	0.01057	0	0.00023	0.00102	4.3E-07	0	82.10%	49.06%	98.13%	3.05898E+21	1.77979E+21	41.82%
30	8.52	30.52	0.00123556	657,575	3,017,406	29	17.8931%	82.1061%	0.0000%	0.0008%	5.46052	25.05661	0.00000	0.00024	0.00022	0.00101	0	9.75E-09	82.60%	48.34%	96.68%	3.05898E+21	1.75379E+21	42.67%
40	8.70	29.90	0.00121047	658,413	3,001,747	844	17.9845%	81.9925%	0.0231%	0.0000%	5.37694	24.51384	0.00689	0	0.00022	0.00099	2.8E-07	0	82.86%	47.14%	94.29%	3.05898E+21	1.71918E+21	43.80%
50	8.69	29.93	0.00121187	648,420	3,021,835		17.6669%	82.3331%	0.0000%	0.0000%	5.28807	24.64401	0.00000	0	0.00021	0.001	0	0	83.15%	47.23%	94.46%	3.05898E+21	1.71686E+21	43.87%
60	8.78	29.64	0.00119990	647,630	3,018,890		17.6633%	82.3367%	0.0000%	0.0000%	5.23480	24.40171	0.00000	0	0.00021	0.00099	0	0	83.32%	46.67%	93.34%	3.05898E+21	1.69986E+21	44.43%
70	8.97	29.01	0.00117447	575,661	2,664,066	472	17.7662%	82.2192%	0.0146%	0.0000%	5.15372	23.85058	0.00423	0	0.00021	0.00097	1.7E-07	0	83.57%	45.48%	90.95%	3.05898E+21	1.66509E+21	45.57%

Berat produk + katalis 0.93 gr
 Berat produk 0.73 gr
 Yield karbon 3.65 gr C/gr cat.

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/Al2O3 dalam Produksi Nanokarbon

Katalis: Ni-Cu-SiO2

T_{Reduksi} 650 C t_{bubble} 4.35 s QH2 59.7953448 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 Rasio CH4 1 0 T_{bubble} 8.246666667 T_{column} 100 C
 Q total 31.54 mL/min 0.00127702 mol/min T_{reaktor} 973 K
 Q CH4 31.54 mL/min 0.00127702 mol/min T_{sampling} 301 K
 Q N2 0 mL/min W/f_{reaktan} 0.00634091
 Katalis 0.2 gr P_{reaktor} 1 atm

Gas	RF =slope	RRF
CH4	1.27E+06	1.000000
H2	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO2	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4.33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA				KOMPOSISI GAS (%) (yi)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH4 (%)	S H2 (%)	Y H2 (%)	Neraca Atom H		
				CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2				In	Out	% loss
10	8.23	31.62	0.00128012	4,015	294,402			1.3454%	98.6546%	0.0000%	0.0000%	0.42540	31.19248	0.00000	0	1.7E-05	0.00126	0	0	98.65%	50.12%	100.25%	3.1E+21	1.6E+21	49.20%
20	8.27	31.44	0.00127290	652,101	2,680,393	735	649	19.5598%	80.3987%	0.0220%	0.0195%	6.14952	25.27696	0.00693	0.00612	0.00025	0.00102	2.8E-07	2.5E-07	80.50%	49.77%	99.55%	3.1E+21	1.8E+21	40.43%
30	8.26	31.50	0.00127547	660,727	2,710,455	704	747	19.5908%	80.3661%	0.0209%	0.0221%	6.17170	25.31774	0.00658	0.00698	0.00025	0.00103	2.7E-07	2.8E-07	80.43%	49.90%	99.80%	3.1E+21	1.8E+21	40.30%
40	8.26	31.50	0.00127547	130,016	2,451,803			5.0358%	94.9642%	0.0000%	0.0000%	1.58644	29.91656	0.00000	0	6.4E-05	0.00121	0	0	94.97%	49.94%	99.87%	3.1E+21	1.6E+21	47.55%
50	8.35	31.15	0.00126121	12,616	2,507,513			0.5006%	99.4994%	0.0000%	0.0000%	0.15594	30.99492	0.00000	0	6.3E-06	0.00125	0	0	99.51%	49.38%	98.76%	3.1E+21	1.5E+21	50.37%
60	8.42	30.90	0.00125122	10,262	2,574,196			0.3971%	99.6029%	0.0000%	0.0000%	0.12271	30.78142	0.00000	0	5E-06	0.00125	0	0	99.61%	48.99%	97.97%	3.1E+21	1.5E+21	50.82%
70	8.53	30.49	0.00123460	9,104	2,534,389			0.3611%	99.6389%	0.0000%	0.0000%	0.11012	30.38340	0.00000	0	4.5E-06	0.00123	0	0	99.65%	48.33%	96.67%	3.1E+21	1.5E+21	51.49%
80	8.69	29.94	0.00121233	110,097	2,511,789	70		4.2263%	95.7710%	0.0027%	0.0000%	1.26550	28.67726	0.00080	0	5.1E-05	0.00116	3.3E-08	0	95.99%	47.36%	94.72%	3.1E+21	1.5E+21	50.53%
90	8.86	29.35	0.00118817	123,926	2,494,892	37		4.6365%	95.3621%	0.0014%	0.0000%	1.36066	27.98565	0.00041	0	5.5E-05	0.00113	1.6E-08	0	95.69%	46.36%	92.73%	3.1E+21	1.5E+21	51.32%
100	8.97	29.01	0.00117447	250,984	2,548,875	426		8.8995%	91.0854%	0.0151%	0.0000%	2.58161	26.42253	0.00438	0	0.0001	0.00107	1.8E-07	0	91.82%	45.62%	91.24%	3.1E+21	1.5E+21	49.93%
120	9.30	27.98	0.00113278	165,378	2,568,797			5.9492%	94.0508%	0.0000%	0.0000%	1.66452	26.31430	0.00000	0	6.7E-05	0.00107	0	0	94.72%	44.04%	88.08%	3.1E+21	1.4E+21	53.01%
130	9.49	27.42	0.00111010	195,887	2,614,455			6.5613%	93.4387%	0.0000%	0.0000%	1.79900	25.61946	0.00000	0	7.3E-05	0.00104	0	0	94.30%	43.07%	86.14%	3.1E+21	1.4E+21	53.68%
140	9.66	26.92	0.00108980	491,668	2,789,623			15.7374%	84.2626%	0.0000%	0.0000%	4.23607	22.68111	0.00000	0	0.00017	0.00092	0	0	86.57%	41.53%	83.07%	3.1E+21	1.5E+21	50.61%
150	9.92	26.23	0.00106196	214,686	2,632,527			7.5402%	92.4598%	0.0000%	0.0000%	1.97776	24.25179	0.00000	0	8E-05	0.00098	0	0	93.73%	41.02%	82.03%	3.1E+21	1.4E+21	55.28%

Berat produk + katalis 0.95 gr
 Berat produk 0.75 gr
 Yield karbon 3.75 gr C/gr cat.

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/Al2O3 dalam Produksi Nanokarbon

Katalis: 63,6 : 27,5 : 8,9

T_{Reduksi} 650 C t_{bubble} 4.36666667 s QH2 59.5671 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 Rasio CH₄ 1 0 T_{bubble} 8.23666667 T_{column} 100 C
 Q total 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{reaktor} 973 K
 Q CH4 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{sampling} 301 K
 Q N2 0 mL/min W/t_{reaktor} 0.00633
 Katalis 0.2 gr P_{reaktor} 1 atm

Gas	RF =slope	RRF
CH4	1.27E+06	1.000000
H2	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO2	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4.33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA				KOMPOSISI GAS (%) (yt)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH4 (%)	S H2 (%)	Y H2 (%)	Neraca Atom H		
				CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2				In	Out	% loss
10	8.36	31.10	0.00125920	643,533	3,028,023			17.5275%	82.4725%	0.0000%	0.0000%	5.45127	25.64993	0.00000	0	0.00022	0.00104	0	0	82.74%	49.08%	98.17%	3.1E+21	1.8E+21	42.13%
20	8.37	31.06	0.00125770	651,334	2,992,318			17.8759%	82.1241%	0.0000%	0.0000%	5.55297	25.51110	0.00000	0	0.00022	0.00103	0	0	82.42%	49.01%	98.02%	3.1E+21	1.8E+21	42.02%
30	8.55	30.42	0.00123171	660,298	2,983,329			18.1220%	81.8780%	0.0000%	0.0000%	5.51311	24.90908	0.00000	0	0.00022	0.00101	0	0	82.54%	47.78%	95.56%	3.1E+21	1.8E+21	43.10%
40	8.70	29.89	0.00121001	662,186	2,970,786			18.2271%	81.7729%	0.0000%	0.0000%	5.44740	24.43883	0.00000	0	0.00022	0.00099	0	0	82.75%	46.76%	93.52%	3.1E+21	1.7E+21	44.06%
50	8.79	29.59	0.00119808	664,698	2,968,591			18.2947%	81.7053%	0.0000%	0.0000%	5.41368	24.17788	0.00000	0	0.00022	0.00098	0	0	82.86%	46.20%	92.40%	3.1E+21	1.7E+21	44.58%
60	8.87	29.34	0.00118772	660,032	2,980,578			18.1297%	81.8703%	0.0000%	0.0000%	5.31847	24.01721	0.00000	0	0.00022	0.00097	0	0	83.16%	45.73%	91.46%	3.1E+21	1.7E+21	45.13%
70	9.02	28.84	0.00116753	658,277	2,986,925			17.9443%	82.0557%	0.0000%	0.0000%	5.17459	23.66241	0.00000	0	0.00021	0.00096	0	0	83.61%	44.81%	89.61%	3.1E+21	1.7E+21	46.15%
80	9.21	28.24	0.00114344	651,151	3,010,176			17.7782%	82.2218%	0.0000%	0.0000%	5.02094	23.22116	0.00000	0	0.0002	0.00094	0	0	84.10%	43.72%	87.43%	3.1E+21	1.6E+21	47.33%
90	9.38	27.72	0.00112232	643,906	3,011,483			17.4665%	82.5335%	0.0000%	0.0000%	4.84178	22.87862	0.00000	0	0.0002	0.00093	0	0	84.67%	42.78%	85.57%	3.1E+21	1.6E+21	48.44%
100	10.78	24.13	0.00097691	631,661	3,042,616			16.9385%	83.0615%	0.0000%	0.0000%	4.08708	20.04184	0.00000	0	0.00017	0.00081	0	0	87.06%	36.45%	72.90%	3.1E+21	1.4E+21	55.33%
120	11.61	22.41	0.00090733	623,715	3,097,478			16.5412%	83.4588%	0.0000%	0.0000%	3.70694	18.70344	0.00000	0	0.00015	0.00076	0	0	88.26%	33.55%	67.10%	3.1E+21	1.3E+21	58.65%
130	13.15	19.78	0.00080064	606,312	3,146,968			16.0252%	83.9748%	0.0000%	0.0000%	3.16902	16.60618	0.00000	0	0.00013	0.00067	0	0	89.96%	29.23%	58.45%	3.1E+21	1.1E+21	63.67%
140	14.65	17.75	0.00071868	596,396	3,177,172			15.6048%	84.3952%	0.0000%	0.0000%	2.76999	14.98090	0.00000	0	0.00011	0.00061	0	0	91.23%	26.00%	52.00%	3.1E+21	1E+21	67.51%
150	15.47	16.82	0.00068089	581,489	3,225,476			15.2743%	84.7257%	0.0000%	0.0000%	2.56875	14.24869	0.00000	0	0.0001	0.00058	0	0	91.87%	24.56%	49.12%	3.1E+21	9.5E+20	69.31%

85.52% 40.40% 80.81%

Berat produk + kata 0.78 gr
 Berat produk 0.58 gr 0.048289068 mol
 Yield karbon 2.9 gr C/gr cat.

Neraca atom C		% loss
In	Out	
0.19178	0.07607	60.34%
		0.39663

Klarifikasi Penurunan Laju Alir
 Dilakukan pada suhu ruangan

	Bubble	Q
Input	10.35	25.1314
Output	12.43	20.926

Time	ΔQ
0	0
150	4.205411405

Gradien: 0.028036076

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/Al₂O₃ dalam Produksi Nanokarbon

Katalis: 62,6 : 22,4 : 15

T_{Reduksi} 650 C t_{bubble} 4.396666667 s QH₂ 59.1607 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 Rasio CH₄:N₂ 1 0 T_{bubble} 8.236666667 T_{column} 100 C
 Q total 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{reaktor} 973 K
 Q CH₄ 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{sampling} 301 K
 Q N₂ 0 mL/min W/f_{reaktan} 0.00633
 Katalis 0.2 gr P_{reaktor} 1 atm

Gas	RF =slope	RRF
CH ₄	1.27E+06	1.000000
H ₂	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO ₂	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4.33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA				KOMPOSISI GAS (%) (yi)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH ₄ (%)	S H ₂ (%)	Y H ₂ (%)	Neraca Atom H		
				CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂				In	Out	% loss
15	9.42	27.60	0.00111756	418,578	1,395,753			23.0707%	76.9293%	0.0000%	0.0000%	6.36813	21.23460	0.00000	0	0.00026	0.00086	0	0	79.83%	42.11%	84.23%	3.1E+21	1.7E+21	46.21%
30	9.46	27.49	0.00111283	436,656	1,436,504			23.3112%	76.6888%	0.0000%	0.0000%	6.40733	21.07873	0.00000	0	0.00026	0.00085	0	0	79.71%	41.87%	83.74%	3.1E+21	1.7E+21	46.34%
45	9.63	27.00	0.00109320	1,043,599	2,539,133			29.1286%	70.8714%	0.0000%	0.0000%	7.86501	19.13600	0.00000	0	0.00032	0.00077	0	0	75.09%	40.35%	80.69%	3.1E+21	1.7E+21	44.80%
60	9.63	27.01	0.00109357	227,350	1,089,879			17.2597%	82.7403%	0.0000%	0.0000%	4.66191	22.34845	0.00000	0	0.00019	0.0009	0	0	85.24%	41.51%	83.03%	3.1E+21	1.5E+21	49.85%
75	9.70	26.82	0.00108606	440,375	1,398,475			23.9484%	76.0516%	0.0000%	0.0000%	6.42407	20.40058	0.00000	0	0.00026	0.00083	0	0	79.66%	40.55%	81.10%	3.1E+21	1.6E+21	47.36%
90	9.70	26.82	0.00108606	62,803	1,283,815	103,250		4.3316%	88.5470%	7.1213%	0.0000%	1.16195	23.75244	1.91027	0	4.7E-05	0.00096	7.7E-05	0	96.32%	39.04%	78.09%	3.1E+21	1.3E+21	58.71%
105	9.72	26.76	0.00108345	511,941	1,380,892			27.0463%	72.9537%	0.0000%	0.0000%	7.23766	19.52261	0.00000	0	0.00029	0.00079	0	0	77.08%	40.10%	80.20%	3.1E+21	1.7E+21	46.17%
120	9.77	26.63	0.00107827	514,006	1,369,017			27.2969%	72.7031%	0.0000%	0.0000%	7.26981	19.36259	0.00000	0	0.00029	0.00078	0	0	76.98%	39.82%	79.65%	3.1E+21	1.7E+21	46.32%
135	9.80	26.54	0.00107460	393,810	1,362,203			22.4264%	77.5736%	0.0000%	0.0000%	5.95237	20.58945	0.00000	0	0.00024	0.00083	0	0	81.15%	40.17%	80.34%	3.1E+21	1.6E+21	48.55%
150	9.80	26.53	0.00107424	478,023	1,369,951			25.8674%	74.1326%	0.0000%	0.0000%	6.86334	19.66944	0.00000	0	0.00028	0.0008	0	0	78.27%	39.79%	79.58%	3.1E+21	1.6E+21	47.12%
																				80.93%	40.53%	81.06%			

Berat produk + katalis 0.33 gr
 Berat produk 0.13 gr 0.010823412 mol 1468270
 Yield karbon 0.65 gr C/gr cat. 1070863 2539133

Neraca atom C		% loss
In	Out	
0.191784838	0.04855	74.68%
		0.25315

Klarifikasi Penurunan Laju Alir
 Dilakukan pada suhu ruangan

	Bubble	Q
Input	10.35	25.1314
Output	12.43	20.926

Time	ΔQ
0	0
150	4.205411405

Gradien: 0.028036076

Pengolahan Data Uji Aktivitas Katalis Ni-Cu/Al2O3 dalam Produksi Nanokarbon

Katalis: 56,8 : 27,1 : 16,1

T_{Reduksi} 650 C t_{bubble} 4.39666667 s QH2 59.1607 mL/min
 R 82.057 atm.mL/gmol.K
 Rasio CH4:N2 1 0 T_{bubble} 8.23666667 T_{column} 100 C
 Q total 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{reaktor} 973 K
 Q CH4 31.58 mL/min 0.00127857 mol/min T_{sampling} 301 K
 Q N2 0 mL/min W/f_{reaktar} 0.00633
 Katalis 0.2 gr P_{reaktor} 1 atm

Gas	RF =slope	RRF
CH4	1.27E+06	1.000000
H2	4.37E+06	3.437376
CO	5.89E+05	0.462896
CO2	3.72E+05	0.292428

Kalibrasi bubblesoap 4.33516 mL untuk skala 0 - 5

waktu (menit)	Bubble	Flow (mL/min)	Flow (mol/min)	PEAK AREA				KOMPOSISI GAS (%) (yi)				VOLUME (mL/min)				MOL (mol/min)				X CH4 (%)	S H2 (%)	Y H2 (%)	Neraca Atom H		
				CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2	CH4	H2	CO	CO2				In	Out	% loss
15	9.14	28.47	0.00115262	601,517	658,422			47.7418%	52.2582%	0.0000%	0.0000%	13.59150	14.87728	0.00000	0	0.00055	0.0006	0	0	56.96%	41.35%	82.71%	3.1E+21	2.1E+21	33.41%
30	9.43	27.57	0.00111637	608,536	648,264			48.4195%	51.5805%	0.0000%	0.0000%	13.35093	14.22254	0.00000	0	0.00054	0.00058	0	0	57.72%	39.01%	78.02%	3.1E+21	2E+21	35.20%
45	9.41	27.64	0.00111914	361,177	396,615			47.6618%	52.3382%	0.0000%	0.0000%	13.17459	14.46725	0.00000	0	0.00053	0.00059	0	0	58.28%	39.30%	78.61%	3.1E+21	2E+21	35.38%
60	9.53	27.28	0.00110466	487,931	517,734			48.5182%	51.4818%	0.0000%	0.0000%	13.23783	14.04641	0.00000	0	0.00054	0.00057	0	0	58.08%	38.29%	76.58%	3.1E+21	2E+21	35.84%
75	9.57	27.19	0.00110081	334,461	351,567			48.7533%	51.2467%	0.0000%	0.0000%	13.25561	13.93357	0.00000	0	0.00054	0.00056	0	0	58.02%	38.02%	76.04%	3.1E+21	2E+21	35.96%
90	9.57	27.19	0.00110081	166,121	174,683			48.7439%	51.2561%	0.0000%	0.0000%	13.25305	13.93612	0.00000	0	0.00054	0.00056	0	0	58.03%	38.02%	76.04%	3.1E+21	2E+21	35.97%
105	9.57	27.18	0.00110043	328,142	345,653			48.7006%	51.2994%	0.0000%	0.0000%	13.23667	13.94303	0.00000	0	0.00054	0.00056	0	0	58.08%	38.01%	76.01%	3.1E+21	2E+21	36.01%
120	9.59	27.12	0.00109814	603,226	613,898			49.5616%	50.4384%	0.0000%	0.0000%	13.44260	13.68042	0.00000	0	0.00054	0.00055	0	0	57.43%	37.71%	75.43%	3.1E+21	2E+21	35.77%
135	9.53	27.30	0.00110544	773,012	531,240			59.2686%	40.7314%	0.0000%	0.0000%	16.18231	11.12103	0.00000	0	0.00066	0.00045	0	0	48.76%	36.11%	72.23%	3.1E+21	2.1E+21	31.15%
150	9.56	27.20	0.00110120	374,199	387,697			49.1142%	50.8858%	0.0000%	0.0000%	13.35839	13.84025	0.00000	0	0.00054	0.00056	0	0	57.70%	37.98%	75.96%	3.1E+21	2E+21	35.79%
																				56.91%	38.38%	76.76%			

Berat produk + katalis 0.28 gr
 Berat produk 0.08 gr
 Yield karbon 0.4 gr C/gr cat.

0.006660561 mol

Neraca atom C		% loss
In	Out	
0.191784838	0.089305169	53.43%
		0.46565

Klarifikasi Penurunan Laju Alir

Dilakukan pada suhu ruangan

	Bubble	Q
Input	10.35	25.1314
Ouput	12.43	20.926

Time	ΔQ
0	0
150	4.205411405
Gradien: 0.028036076	