

UNIVERSITAS INDONESIA

PENGARUH WAKTU REAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKARBON DALAM *CARBON FOAM* HASIL REAKSI DEKOMPOSISI KATALITIK METANA

SKRIPSI

ISDIANA KARINA PUTRI 0706269880

FAKULTAS TEKNIK PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA DEPOK JANUARI 2011

Pengaruh waktu..., Isdiana Karina Putri, FT UI, 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

PENGARUH WAKTU REAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKARBON DALAM *CARBON FOAM* HASIL REAKSI DEKOMPOSISI KATALITIK METANA

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

ISDIANA KARINA PUTRI 0706269880

FAKULTAS TEKNIK PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA DEPOK JANUARI 2011

Pengaruh waktu..., Isdiana Karina Putri, FT UI, 2011

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan-benar. Mama istoinan Karina Putri MM istoina

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,

Universitas Indonesia

ii

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajuka	n oleh	1					
Nama	:	Isdiana Karina Putri					
NPM	:	0706269880					
Program Studi	:	Teknik Kimi	a				
Judul Skripsi	:	Pengaruh	Waktu	Reaksi	terhadap	Kara	kteristik
-		Nanokarbon	dalam	Carbon	Foam	Hasil	Reaks
		Dekomposis	i Katalitil	x Metana			

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

100

A

	DEWAN PENGUJI	
Pembimbing I	: Ir. Praswasti PDK Wulan, M.T ()
Pembimbing II	L: Dr.rer.nat. In Yuswan Muharam, M.T)
Penguji I	: Dr. Ir. Asep Handaya Saputra, M.Eng ()
Penguji II	: Ir. Mahmud Sudibandriyo M.Sc., Ph.D ()
Penguji III	: Dr. Muhamad Sahlan, M.Eng)
Ditetapkan di	: Depok	
Tanggal	: 4 Januari 2011	

k

iii

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan YME atas karunia-Nya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan. Skripsi dengan judul "Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Pertumbuhan Nanokarbon dalam *Carbon Foam* Hasil Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana" ini disusun dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik jurusan Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangat sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- Ir. Praswasti PDK Wulan, MT dan Dr. rer. nat. Yuswan Muharam, MT selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
- 2. Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA sebagai Kepala Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia,
- 3. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberi banyak dukungan moral dan material kepada saya,
- 4. Friska, teman penelitian saya dari semester 5, yang selalu bersama menghadapi suka dan duka skripsi serta penelitian ini,
- 5. Apidz, yang setia menemani dan menghabiskan waktu bersama saya di saat saya menulis skripsi ini maupun di luar waktu lainnya,
- 6. Kang Jajat dan Mang Izal selaku teknisi laboratorium yang telah membantu saya secara teknis,
- 7. Sukma dan Menner yang telah membantu saya dalam melakukan penelitian.

- Kelompok produk saya yang telah menjadi seperti sebuah keluarga kecil, Suci, Wilda, Sukma, dan Tangguh, yang banyak saya tinggalkan saat saya melakukan penelitian.
- 9. Sahabat saya, Lina, Muthia, Zay, Anna, Suci, yang telah banyak menghabiskan waktu bersama saya selama penyelesaian skripsi ini, dan teman-teman lainnya yang tidak bisa saya sebutkan namanya satu persatu.

Akhir kata, saya berharap semoga semoga skripsi ini membawa man**faat** bagi pengembangan ilmu pengetahuan kedepannya.



v

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Isdiana Karina Putri

NPM : 0706269880

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 Waktu Reaksi terhadap Karakteristik Nanokarbon dalam Carbon foam Hasil Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana"

beserta perangkat yang ada. Dengan Hak Bebas Royalti Nonesklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/ formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 4 Januari 2011

Yang menyatakan,

(Isdiana Karina Putri)

ABSTRAK

Nama : Isdiana Karina Putri Program Studi : Teknik Kimia Judul : Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Karakteristik Nanokarbon dalam *Carbon Foam* Hasil Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Carbon foam merupakan material yang menjanjikan sebagai substrat katalis. Namun, ketiadaan mikropori pada *carbon foam* menyebabkan rendahnya luas permukaan untuk deposit katalis. Luas permukaan dapat ditingkatkan dengan menumbuhkan nanokarbon di dalamnya. Metode yang digunakan adalah dekomposisi katalitik metana dengan nikel sebagai katalis, dengan variasi waktu reaksi 2,5 jam; 5 jam; dan 7,5 jam. Karakterisasi yang dilakukan adalah BET, SEM, dan uji adsorpsi gas hidrogen. Substrat nanokarbon-*carbon foam* dengan waktu reaksi lima jam menghasilkan luas permukaan dan kemampuan adsorpsi hidrogen paling tinggi, yaitu 98,19 m²/gram dan 4,2% *wt* hidrogen pada tekanan 250 psia. Waktu reaksi tersebut telah dapat menumbuhkan karbon nanofiber dalam *carbon foam*.

Kata kunci : *Carbon foam*, nanokarbon, reaksi dekomposisi katalitik metana, substrat nanokarbon-*carbon foam*

ABSTRACT

Name: Isdiana Karina PutriStudy Program: Chemical EngineeringTitle: The Effect of Reaction Time on Characteristic of Nanocarbon
in Carbon foam as The Result of Catalytic Decomposition
Reaction of Methane

Carbon foam is a promising material as a catalyst substrate. However, the absence of mikropores on *carbon foam* resulting in low surface area to deposit the catalyst. The surface area can be be increased by growing nanocarbon in it. The method used is the catalytic decomposition of methane, with variations in reaction time of 2.5 hours, 5 hours, and 7.5 hours, and the catalyst used is nickel. Characterization that done is BET, SEM, and hydrogen gas adsorption test. Nanocarbon-*carbon foam* substrate with a reaction time of five hours produces the highest surface area and hydrogen adsorption capacity, that is 98.19 m²/gram; 4.2% wt hydrogen at a pressure of 250 psia. The reaction time has been able to grow carbon nanofiber in the *carbon foam*.

Keywords: Carbon foam, nanocarbon, catalytic decomposition reaction of methane, nanocarbon-carbon foam substrate

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	. iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	.vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	.xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
DAFTAR SINGKATAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Sistematika Penulisan	
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Carbon foam	6
211 Ketebiban Carbon foam	7
2.1.2 Sifat dan Karakteristik <i>carbon foam</i>	9
2.1.3 Aplikasi Carbon foam	10
2.2. Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	15
2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana	15
- 231 Hidrogen	15
2.3.2 Nanokarbon	16
24 Sintesis Nanokarbon	18
2.4.1. Mekanisme Pertumbuhan Nanokarbon nada Dekomposisi	10
Katalitik Metana	20
2.5 Katalis Heterogen	23
2.5 1. Katalis pada/Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	23
2.6 Metode Preparasi Katalis	26
2.6.1 Metode Presipitasi	26
2.7 State of the Art Penelitian Nanokarbon	28
BAB 3 METODOL OGI PENELITIAN	20
3.1 Rancangan Penelitian	30
3.2 Alat Dan Bahan	33
3.2 Alat	33
3.2.1 Ratan	33
3.3 Prosedur Penelitian	34
3.3.1 Preparasi Carbon foam	34
3.3.2 Denosisi Katalis nada Carbon foam	34
3.3.2 Sintesis Nanokarbon pada Carbon foam	3/
3.3.4 Karakterisasi	35
J.J.T IXII (X)(11)(03)1	55

ix

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Deposisi Katalis Nikel Pada <i>Carbon foam</i>	37
4.1.1 Proses Deposisi Katalis Nikel pada Carbon foam	38
4.1.2 Hasil Karakterisasi Deposisi Nikel pada Carbon foam	39
4.2 Sintesis Nanokarbon Pada <i>Carbon foam</i>	41
4.3 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Pertumbuhan Nanokarbon	44
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	56
5.1 Kesimpulan	56
5.2 Saran.	56
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN	60



Х

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Morfologi carbon foam (http://www.cfoam.com) 6
Gambar 2. 2Inversi packed bed berpori menjadi solid foam dengan lapisan karbon
nanofiber (Wennmaker, 2008)7
Gambar 2.3 Kurva tegangan-regangan carbon foam dengan densitas rendah
(http://www.cfoam.com)
Gambar 2.4 Kurva tegangan-regangan carbon foam dengan densitas tinggi
(http://www.cfoam.com)
Gambar 2. 5 Model sel bahan bakar menggunakan elektroda carbon foam
(http://www.cfoam.com)10
Gambar 2. 6 Struktur sel terbuka pada carbon foam (http://www.cfoam.com) 11
Gambar 2. 7 Carbon foam sebagai elektroda baterai (http://www.cfoam.com) 11
Gambar 2. 8 Carbon foam sebagai katalitik converter (http://www.cfoam.com). 12
Gambar 2. 9 Diagram struktur nanokarbon (Wijaya, 2008) 17
Gambar 2. 10 Mekanisme reaksi permukaan katalitik metana (Song, 2005) 20
Gambar 2. 11 Mekanisme pertumbuhan nanokarbon di atas partikel katalis (Hart,
2006)
Gambar 2. 12 Skema pertumbuhan CNF (Chinthaginjala, 2007)
Gambar 2. 13 Mekanisme pembentukan nukleus pada pertumbuhan (a) karbon
nanofilamen; (b) MWNT; dan (c) SWNT (Paramitha, 2009)
Gambar 2. 14 Hubungan antara orbital d kosong dengan aktivitas katalis pada
reaksi dehidrogenasi (kurva volcano) (Yulianti, 2008) 25
Gambar 2. 15 Hubungan antara kelarutan terhadap konsentrasi dan temperatur
dalam proses pengendapan (Richardson, 1989)
Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian
Gambar 3. 2 Skema reaktor
Gambar 3. 3 Reaktor yang terpasang dalam <i>furnace</i>
Gambar 3. 4 Reaktor unggun tetap (<i>fixed bed reactor</i>)
Gambar 3. 5 Skema Alat untuk Uji Adsorpsi Hidrogen (Hasan, 2009)
Gambar 4. 1 Hasil SEM pada permukaan carbon foam setelah deposisi nikel,
dengan perbesaran (a) 100x ; (b) 300x ; (c) 3000x
Gambar 4. 2 Hasil EDX sampel carbon foain setelah deposisi nikel
Gambar 4. 3 Pendistribusian nikel yang tidak merata pada carbon foam
Gambar 4. 4 Rangkaian Peralatan
Gambar 4. 5 Skema Peralatan
Gambar 4. 6 <i>Carbon foam</i> (a) sebelum dan (b) setelah reaksi
Gambar 4. 7 Hasil SEM sampel C1
Gambar 4. 8 Hasil EDX sampel C1
Gambar 4. 9 Hasil SEM sampel C2
Gambar 4. 10 Hasil EDX sampel C2
Gambar 4. 11 Hasil SEM sampel C3 50
Gambar 4. 12 Hasil EDX sampel C3
Gambar 4. 13 Hasil SEM untuk waktu reaksi (a) 2,5 jam; (b) 5 jam; (c) 7,5 jam 52
Gambar 4. 14 Rangkaian peralatan uji adsorpsi
Gambar 4. 15 Kurva adsorpsi gas hidrogen 54

Universitas Indonesia

xi

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Sifat dan Karakteristik <i>Carbon foam</i>	9
Tabel 2. 2 Perbandingan Metode Sintesis Nanokarbon (Wijaya, 2008)	19
Tabel 2. 3 Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya	
Tabel 3. 1 Alat	33
Tabel 3. 2 Bahan	33
Tabel 4. 1 Berat loading katalis pada sampel carbon foam	39
Tabel 4. 2 Luas permukaan spesifik dari carbon foam sebelum dan ses	udah reaksi
Tabel 4. 3 Perbandingan kemampuan adsorpsi <i>carbon foam</i> pada $P = 24$	50 psia., 55



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil Karakterisasi BET	60
1.1 Carbon foam Awal	60
1.2 <i>Carbon foam</i> 2,5 jam	61
1.3 Carbon foam 5 jam	62
1.4 <i>Carbon foam</i> 7,5 jam	63
Lampiran 2. Hasil Uji Adsorpsi	64
2.1 <i>Carbon foam</i> Awal	64
2.2 <i>Carbon foam</i> 2,5 jam	65
2.3 Carbon foam 5 jam	66
2.4 Carbon foam 7,5 jam	67
Lampiran 3. Perhitungan Uji Adsorpsi	68
$\leq 2.4.6 \leq$	r

DAFTAR SINGKATAN

- CNF = Carbon Nanofiber
- CNT = Carbon Nanotube
- SWNT = Single-walled Nanotube
- MWNT = Multi-walled Nanotube
- CVD = Chemical Vapour Deposition
- BET = Brunaeur, Emmet, and Teller
- SEM = Scanning Electron Microscopy
- EDX = Energy Dispersive Using X-Ray



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pemanasan global merupakan permasalahan lingkungan di bumi dalam sepuluh tahun terakhir. Akibat adanya pemanasan global, suhu bumi meningkat secara signifikan sehingga dikhawatirkan akan mengancam kelangsungan hidup umat manusia dan kehidupan makhluk lainnya. Apabila ditelusuri lebih lanjut, ternyata penyebab utama dari permasalahan ini adalah akibat efek gas rumah kaca yang berasal dari limbah hasil aktifitas kehidupan manusia sehari-hari.

Gas-gas polutan, termasuk gas rumah kaca, merupakan gas-gas hasil aktivitas kehidupan manusia. Jumlah gas-gas tersebut selalu meningkat setiap tahunnya. Jika keadaan ini terus dibiarkan begitu saja, dalam beberapa tahun ke depan kondisi cuaca dan iklim bumi ini akan semakin tidak menentu. Untuk mengurangi jumlah kandungan gas-gas polutan tersebut, para peneliti berusaha untuk mencari suatu material yang dapat mengadsorpsi gas polutan, terutama gas rumah kaca.

Saat ini telah dikenal adanya suatu material karbon yang berbentuk foam. Material ini sangat luas penggunaannya, baik dalam aplikast industri maupun dalam kehidupan sehari-hari, diantaranya adalah sebagai sel bahan bakar dan elektroda baterai. *Carbon foam* dikenal beberapa tahun terakhir karena kelebihannya dibandingkan katalis *packed bed* konvensional berbentuk bola. *Carbon foam* memiliki *pressure drop* yang rendah, luas permukaan yang tinggi, dan turbulensi yang tinggi apabila dibandingkan dengan *packed bed* konvensional (Wenmakers, 2008). Ketiadaan mikropori pada *carbon foam* menyediakan luas permukaan yang rendah untuk deposit katalis (mendekati 0.12 m² *support* g⁻¹ *support*). Luas permukaan dapat ditingkatkan dengan *washcoating* atau dengan menumbuhkan nanokarbon dalam *carbon foam*.

Menurut Wenmakers, penumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam* dapat meningkatkan luas permukaan spesifik mencapai 146 m² support g⁻¹ support. Dengan luas permukaan spesifik yang lebih besar, *carbon foam* dapat menjadi

material yang menjanjikan sebagai adsorben polutan di lingkungan sekitar. Karena dengan adanya nanokarbon di dalam *carbon foam*, padatan dan ruang kosong dari *packed bed* berpori saling bertukar sehingga menghasilkan sebuah struktur terbuka dengan luas area permukaan eksternal yang sangat besar. Sebelum ada nanokarbon, katalis bertumpuk pada pori partikel bola berpori. Setelah ada nanokarbon, katalis dapat ditumpuk pada permukaan luar dari nanokarbon, sehingga mencegah terjadinya keterbatasan difusi dan dapat meningkatkan perpindahan massa.

Untuk menghasilkan nanokarbon, terdapat berbagai metode. Metode yang umum digunakan adalah proses arch-discharge, penguapan graphite, dan dekomposisi plasma yang menghasilkan karbon berbentuk *amorph*. Namun, proses-proses ini membutuhkan energi yang sangat besar dan memerlukan pemurnian produk sehingga biaya produksinya-sangat mahal dan sulit di *scale-up* (Li, 2000). Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode dekomposisi katalitik metana untuk sintesis nanokarbon dalam *earbon foam*. Metode ini digunakan karena reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan metode sintesis nanokarbon yang menjanjikan karena harganya yang murah, *yield* produk tinggi, dan mudah dikontrol. Metode ini merupakan salah satu alternatif yang menarik dalam konteks pengembangan produksi hidrogen jangka pendek dan menengah melatui pendekatan dekarbonisasi fosil, yaitu dengan dekomposisi katalitik langsung metana (gas bumi) menjadi hidrogen bebas dan nanokarbon kualitas tinggi dengan reaksi sebagai berikut (Grujicic, 2002).

 $CH_4 \rightarrow C + 2H_2 \quad \Delta H_{298} =+ 75 \text{ kJ/mol}$ [1.1] Dalam proses ini, pemurnian CO tidak diperlukan lagi dan tidak menghasilkan CO_2 (gas rumah kaca) dikarenakan unsur karbon dalam metana dikonversikan menjadi *advanced material* nanokarbon. Proses ini berlangsung pada temperatur yang lebih rendah dengan kebutuhan energi yang lebih sedikit (lebih tidak endotermis) dibandingkan dengan proses *steam reforming of methane* (Ermakova, 2002; Li, 2000; Purwanto,2005).

Nanokarbon yang dihasilkan dari reaksi dekomposisi metana telah diketahui mempunyai banyak manfaat oleh penelitian sebelumnya. Dari semua bentuk nanokarbon yang telah dihasilkan, karbon nanotube adalah nanokarbon yang

paling banyak dikaji dan dikembangkan karena strukturnya dan sifat fisiknya yang unik, serta mempunyai nilai tambah yang tinggi karena dapat digunakan sebagai penyimpan hidrogen, *nanoscale transistor*, *flat-panel display*, superkapasitor, *nanoprobes* dan sensor (Daenan, dkk, 2003), dan katalis (Li, 2006). Kemampuan karbon nanotube untuk mengadsorp hidrogen telah diuji oleh banyak penelitian sebelumnya. Dengan menggunakan karbon aktif sebagai adsorben, dapat diperkirakan bahwa kapasitas penyimpanannya dapat ditingkatkan hingga dua kali lipat dengan tekanan yang hanya 10% dari tekanan senyawa tersebut (Zhou, 1998). Tetapi, karbon nanotube telah terbukti mempunyai kapasitas adsorpsi sekitar dua kali lipat lebih besar dibandingkan dengan karbon aktif pada tekanan yang sama (Sudibandriyo, 2010).

Kualitas karbon nanotube yang dihasilkan dalam reaksi dekomposisi katalitik metana juga dipengaruhi oleh waktu reaksi. Semakin lama waktu reaksi, semakin berkurang kualitas karbon nanotube yang dihasilkan (Wulan, 2009). Kualitas karbon nanotube dilihat dari parameter diameter yang lebih kecil dan mengandung lebih sedikit karbon yang tidak berbentuk.

Katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah nikel karena nikel memiliki tingkat keaktifan paling tinggi dan menghasilkan *yield* karbon yang relatif lebih tinggi daripada logam golongan VIII lainnya (Ermakova, 2001), serta karena titik leleh Ni (1455°C) lebih rendah daripada katalis logam golongan VIII lainnya, seperti Fe (1537°C) dan Co (1495°C), maka penggunaan Ni membuat pembentukan nanokarbon dapat dilakukan pada temperatur yang lebih rendah daripada Fe dan Co. Nikel akan menjadi inti aktif katalis pada *carbon foam* yang akan menjadi tempat penumbuhan nanokarbon.

Dalam penelitian ini, diharapkan dapat diketahui bagaimana pengaruh waktu reaksi terhadap pertumbuhan nanokarbon di dalam *carbon foam*, serta dapat menghasilkan substrat nanokarbon-*carbon foam*, meningkatkan luas permukaan *carbon foam* sebagai substrat katalis, dan kemampuan nanokarbon sebagai *hydrogen storage*.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimanakah pengaruh waktu reaksi dekomposisi katalitik metana terhadap pertumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam*? Pada penelitian ini, karakteristik nanokarbon yang tumbuh dalam *carbon foam* dilihat dari kemampuan sebagai *hydrogen storage* dan morfologi nanokarbon yang terbentuk, serta peningkatan luas permukaan spesifik *carbon foam*.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap pertumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam*.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

- 1. Metode yang digunakan adalah reaksi dekomposisi katalitik metana, dengan
- menggunakan nikel sebagai inti aktif katalis.
- 2. Support katalis yang digunakan adalah carbon foam.
- 3. Preparasi katalis menggunakan metode presipitasi.
- 4. Reaksi yang digunakan untuk sintesis nanokarbon pada *carbon foam* dilakukan pada suhu reaksi 500°C, dengan laju alir gas metana sebesar 20 ml/menit.
- 5. Waktu reaksi dekomposisi katalitik metana divariasikan sebesar 2,5 jam, 5 jam, dan 7,5 jam.
- 6. Karakteristik nanokarbon yang tumbuh di dalam *carbon foam* dilihat dari kemampuan adsorpsinya dan dispersi nanokarbon pada *carbon foam*, serta peningkatan luas permukaan *carbon foam*.
- Karakterisasi yang digunakan adalah SEM, BET, dan uji adsorpsi dengan gas hidrogen.

1.5 Sistematika Penulisan

Adapun sistematika penulisan dari skripsi ini adalah sebagai berikut:

BAB 1 PENDAHULUAN

Menjelaskan tentang latar belakang dari penelitian ini, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tentang prinsip dasar ilmu yang berkaitan dengan penelitian. Bab ini berisi teori mengenai *carbon foam*, reaksi dekomposisi katalitik metana, penggunaan katalis pada reaksi dekomposisi katalitik metana, metode preparasi katalis, serta *state of the art* penelitian sebelumnya mengenai *carbon foam* dan nanokarbon.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Menjelaskan diagram alir penelitian, bahan dan alat yang digunakan dalam penelitian, serta prosedur yang dilakukan pada percobaan.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Menjelaskan hasil reaksi dekomposisi katalitik metana yang didapatkan dan pengaruh variasi waktu reaksi terhadap kualitas nanokarbon yang dihasilkan. Bab-ini juga berisi hasil karakterisasi berupa karakterisasi SEM dan uji adsorpsi dari ketiga variasi waktu tersebut.

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

Berisi kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan dan saran untuk penelitian selanjutnya.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Carbon foam

Carbon foam pertama kali dikembangkan pada akhir tahun 1960 oleh Walter Ford (Li, 2003). Foam dengan sel terbuka ini dibuat melalui proses pirolisis dengan pengaturan temperatur foam polimer untuk mendapatkan kerangka karbon dan dinamakan *reticulated vitreous carbon* (RVC) *foam*. RVC foam memiliki biaya yang rendah untuk insulasi termal, absorpsi tubrukan, dan karakteristik stabilitas dimensional yang dibutuhan dalam dunia luar angkasa dan aplikasi industri lainnya. Pada tahun 1990-an, *Aie Force Research Laboratory* (ARFL) memulai penelitian mengenai produksi *carbon foam* dari prekursor lain, seperti batu bara (Li, 2003).

Mikrosel grafit *carbon foam* yang dihasilkan, diciptakan dengan menggunakan teknik tiupan untuk bagian mesofasa. Baru-baru ini, perkembangan manufaktur baru dilakukan oleh Oakridge National Laboratory (ORNL) (Krause, 2000). Perubahan proses manufaktur menyebabkan peningkatan sifat termal tertentu dan cara untuk menggunakan *carbon foam* dalam beberapa aplikasi manajemen termal.



Gambar 2. 1 Morfologi *carbon foam* (http://www.cfoam.com)

Tetapi, *carbon foam* masih memiliki kekurangan, yaitu ketiadaan mikropori pada *carbon foam* menyebabkan luas area permukaan yang rendah untuk deposisi katalis (mendekati 0.12 m² *support* g⁻¹ *support*). Luas area permukaan dapat ditingkatkan dengan menggunakan *washcoating* atau dengan imobilisasi lapisan karbon nanofiber (CNF).



Gambar 2. 2 Inversi *packed bed* berpori menjadi *solid foam* dengan lapisan karbon nanofiber (hitam merupakan bagian padat dan **putih** adalah bagian kosong) (Wennmaker, 2008)

Gambar 2. 2 menunjukkan perubahan morfologi *carbon foam* yang telah ditumbuhi karbon nanofiber yang menyerupai tampilan terbalik dari *packed bed* dengan partikel bola. Padatan dan ruang kosong dari *packed bed* berpori saling bertukar sehingga menghasilkan sebuah struktur terbuka dengan luas area permukaan eksternal yang sangat besar. Sebelumnya katalis menumpuk pada pori partikel bola berpori, sekarang katalis dapat ditumpuk pada permukaan luar dari karbon nanofiber. Struktur terbuka dari karbon nanofiber mencegah terjadinya keterbatasan difusi. Selain itu, struktur terbuka dari karbon nanofiber juga mengizinkan untuk terjadinya kontak yang lebih lanjut antara cairan yang melalui karbon nanofiber dan katalis yang menumpuk pada karbon nanofiber. Diharapkan, kemampuan akses hidrodinamik dapat meningkatkan perpindahan massa padatancairan.

2.1.1 Kelebihan Carbon foam

Adapun kelebihan karbon berbentuk foam adalah sebagai berikut:

- a. Modulus elastivitas *carbon foam* tinggi-sekitar 366 ksi, kekuatan tekan sebesar 4200 psi, regangan patahan 42% untuk 31 pcf (49g/cc) foam.
- b. 13 pcf foam memiliki kekuatan tekan 400 psi dan regangan patahan melebihi 87%.
- c. Koefisien ekspansi termal mendekati nol, stabil pada temperatur tinggi
- d. Bersifat inert terhadap bahan-bahan kimia
- e. Ketangguhan terhdapat patahan yang sangat baik
- f. Foam berbentuk grafit memiliki regangan tekanan lebih dari 78%



Berikut adalah grafik-grafik sifat carbon foam:

Gambar 2. 4 Kurva tegangan-regangan *carbon foam* dengan densitas tinggi (http://www.cfoam.com)

2.1.2 Sifat dan Karakteristik carbon foam

Berikut adalah tabel sifat-sifat dari salah satu produk *carbon foam* yang dikeluarkan oleh Perusahaan Touchstone, dengan densitas 20 lbs/ft³ dan 25 lbs/ft³.

		Touchstone		
Sifat	Metode Tes	CFOAM®	Unit	
		<u>20</u> 25		
Dongitag	A STM D1622	20 25	lbs/ft ³	
Densitas	ASTM D1022	0.32 0.40	g/cm^3	
Kekuatan	ASTM C 365	>1200 >2000	Psi	
Tekan		8.3 >15	MPa	
Modulus	ASTM C 365	90 120	Ksi	
Tekan	ADIMIC 305	620 830	MPa	
Kekuatan	ASTM C 297	>300 >500	Psi	
Tensil		>2.2>3.5	MPa	
Modulus	ASTM C 297	60 120	Ksi	
Tensil		500 830	MPa	
Kekuatan	Torsional Shear	>250 >300	Psi	
Permukaan	i orsionar offear	1.7 2.1	MPa	
Koefisien		30 30	nnm/°E	
Ekspansi	ASTM E 228	50 50	ppm/°C	
Termal			- ppine C	
		.15 to 16		
Konduktiv itas	ASTM E 1225	.25 to 25	BTU/ft-hr°F	
Termal		dapat	W/m°K	
		disesuaikan		
Temp	eratur	1100 Air		
On	rasi	600 Air	٥F	
Maks	imum	5500 Inert	°C	
33		3000 Inert		
	- All	4E-03 to 4E+06		
Resistivitas	ASTM D 4496	<i>IE-02 to IE+07</i>	ohm-1n	
Elektrik		dapat	ohm-cm	
		disesuaikan		
	ASTM E 1354,	Hasil menunjukka	an <i>carbon foam</i> lulus seluruh	
	ASTME 1515,	tes api, yang meliputi radiasi panel, pembentukan asap, tingkat racun, kalorimeter		
Resistivitas Api	MIL-STD-1623			
	ETD Colle Dert I	kerucu	it dan tes lainnya.	
	FIP Code Part I		•	
	and III			

Tabel 2. 1 Sifat dan Karakteristik Carbon foam

2.1.3 Aplikasi Carbon foam

Carbon foam dapat digunakan dalam berbagai macam aplikasi industri, diantranya adalah:

a. Sel Bahan Bakar

Membran Pertukaran Proton (PEM) sel bahan bakar sedang dikembangkan dan diuji untuk transportasi, alat tulis, dan aplikasi portabel. Sebagian besar produsen otomotif utama sedang mengembangkan kendaraan konsep sel bahan bakar, dan berbagai aplikasi lain dalam pengembangan yang dapat menghasilkan pembangkit kerja kapal di laut dan di ruang angkasa, selain peralatan rumah tangga dan pembangkit listrik.

Salah satu tantangan utama dalam pengembangan sel bahan bakar PEM adalah kebutuhan bahan/pelapis untuk pelat bipolar biaya rendah. Pelat bipolar merupakan komponen utama dari tumpukan sel bahan bakar dan memainkan peran penting dalam kinerja, daya tahan, dan biaya. Dibandingkan dengan teknologi saat ini, plat bipolar yang diproduksi dengan *carbon foam*, murah dan tahan lama dalam lingkungan sel bahan bakar (misalnya, di bawah asam, oksidasi, dan kondisi mengurangi) dan cocok untuk proses manufaktur bervolume tinggi.



Gambar 2. 5 Model sel bahan bakar menggunakan elektroda *carbon foam* (http://www.cfoam.com)

b. Penyaring

Carbon foam relatif inert dan mampu beroperasi pada suhu tinggi. Selain itu, *carbon foam* memiliki struktur sel terbuka, seperti dapat dilihat dari hasil SEM di bawah ini.



Gambar 2. 6 Struktur sel terbuka pada *carbon foam* (http://www.cfoam.com)
Oleh karena itu, *carbon foam* merupakan calon yang ideal untuk digunakan sebagai filter dalam aplikasi ekstrim dari penyaringan pelarut agresif ke penyaringan beberapa logam cair.

c. Elektroda Baterai

Carbon foam dalam konfigurasi sel terbuka, merupakan bahan yang ideal untuk pengembangan elektroda karena memiliki luas permukaan spesifik yang besar, konduktivitas listrik yang tinggi, dan bersifat inert terhadap bahan kimia. *Carbon foam* dapat dilapisi dengan sejumlah bahan aktif untuk membentuk anoda atau katoda.

Baterai memiliki dua elektroda, katoda dan anoda, bersama dengan separator dan media elektrolit untuk membawa ion antara reaktan melalui separator. Faktor pembatas dalam kinerja baterai adalah luas permukaan efektif dari elektroda itu sendiri.



Gambar 2. 7 Carbon foam sebagai elektroda baterai (http://www.cfoam.com)

d. Katalitik Konverter

Kemajuan pada katalitik konverter dan sistem emisi telah mengurangi emisi lebih dari 95% dari periode yang tidak terkendali dari tahun 1960. Dalam rangka efisiensi konverter, gas-gas harus memungkinkan untuk lewat di dekat bahan katalis pada permukaan substrat, dan pada saat yang sama elemen harus membuat pembatasan rendah dalam aliran gas buang.

Selanjutnya, penekanan peningkatan sedang ditempatkan pada waktu yang diperlukan untuk membawa katalitik konverter untuk operasi suhu, selama 60% -80% waktu dari semua emisi hidrokarbon non-metana (NMHC) dan karbon monoksida (CO) terjadi.

Struktur sel terbuka *carbon foam* menyajikan luas permukaan substrat katalis ideal tinggi, yang mengalir melalui jalur busa menciptakan efek pencampuran untuk aliran gas buang. Paparan ini meningkatkan efek pencampuran dari gas buang ke katalis dan dapat meningkatkan efisiensi konverter.

Dengan mengatur tahanan listrik dari substrat busa karbon dan menerapkan saat ini ke elemen katalis, seluruh substrat dapat bertindak sebagai elemen pemanas listrik dan mempersingkat waktu yang dibutuhkan untuk mencapai suhu operasional.Melalui variasi sifat termal, *carbon foam* juga dapat dirancang sebagai kerangka unsur-unsur katalis



Gambar 2. 8 Carbon foam sebagai katalitik converter (http://www.cfoam.com)

e. Sistem Perlindungan Termal

Kombinasi dari sifat termal dan fisik *carbon foam* menjadikannya bahan yang ideal untuk kemajuan sistem perlindungan termal. Fungsi utama dari sistem ini adalah untuk melindungi struktur dasar dari panas berlebihan. Sistem ini juga berfungsi untuk menutupi bagian luar kendaraan, sehingga melindungi permukaan luar.

Carbon foam adalah kandidat yang potensial untuk masa depan TPS, terutama karena sifatnya terhadap suhu tinggi. Sebagai contoh, tanpa adanya oksigen, bahan-bahan tersebut dapat dipanaskan sampai sekitar 3000° C tanpa meleleh dan memiliki ketahanan thermal tinggi dan stabilitas dimensi.

Karbon dan bahan grafit memiliki emisivitas tinggi, rendah koefisien ekspansi termal, dan mandiri pada rezim suhu rendah dan tinggi. Ketika benar dirancang, *carbon foam* dapat disesuaikan untuk secara efektif sebagai perisai dan membawa energi panas dari berbagai alat.

f. Hydrogen Storage

Teknik penyimpanan hidrogen sebagai bahan bakar yang dibutuhkan kendaraan masih menjadi bahasan yang menarik. Sedikitnya dibutuhkan 5 kg hidrogen untuk memiliki kemampuan jarak tempuh yang sama dengan mobil konvensional, dikarenakan berat jenis hidrogen hanya 0,1 g/L pada temperatur ruang. Artinya kita harus bisa mengemas 50.000 liter hidrogen ke dalam tangki mobil. Ada 3 cara untuk melakukan hal ini: sebagai gas bertekanan tinggi, cairan cryogenic, atau sebagai padatan.

Bila dibandingkan dengan mengkompresi gas dengan tekanan ratusan atm kedalam tangki hidrogen; atau mendinginkan gas hidrogen hingga suhu minus 252 °C untuk mencairkannya; hidrogen yang disimpan dalam bentuk padatan menjadi alternatif penyimpanan terbaik dan aman. Penelitian di bidang ini telah mengarahkan pada penyimpanan berdasarkan penyerapan fisis, dimana hidrogen diadsorbsi kedalam permukaan interior dari pori-pori material.

Penyimpanan gas dalam bentuk padat bukan hanya alternatif untuk gas hidrogen, namun juga dapat digunakan untuk gas-gas penting lainnya. Karenanya teknologi penyimpanan ini menjadi teknologi yang sangat penting dengan bidang aplikasi yang sangat luas. Kesimpulannya, media penyimpanan gas dengan material nanoporous merupakan cara yang paling aman. Tantangan yang ada adalah bagaimana merancang material yang memiliki kapasitas absorpsi yang diinginkan.

Ada tiga aspek penting dalam penggunaan gas hidrogen sebagai sumber energi secara ekonomis, yaitu produksi, *storage*, dan distribusi. Dalam permasalahan penyimpanan hidrogen, salah satu cara yang sangat menjanjikan dalam teknologi penyimpanan gas, adalah metoda "*adsorptive storage*", dimana gas tersebut disimpan dalam keadaan teradsorpsi pada suatu "*adsorben*" tertentu. Molekul gas dalam keadaan teradsorpsi mempunyai densitas yang mendekati dengan densitas cairnya. Beberapa penekiti sebelumnya berhasil menemukan kemampuan dari nanokarbon sebagai *hydrogen storage*. Di bawah ini merupakan tabel hasil beberapa penelitian sebelumnya mengenai kemampuan tipe-tipe nanokarbon sebagai *hydrogen storage*.

	Kapasitas	Kond	isi	C .
Adsorben.	Adsorpsi Hidrogen (% berat)	Temperatur (K)	Tekanan (Mpa)	Sumber
SWNT (low purity)	5 - 10	273	0,04	Dillon, dkk.,1997
SWNT (high purity)	3,5 -4,5 -	298	0,04	Dillon, dkk.,1997
SWNT (50% purity)	4	300	12	Liu, dkk.,1999
SWNT	0,1	300 - 520	0,1	Hirscher, dkk.,2002
SWNT	10	300	0,04	Dillon, dkk.,1999
MWNT	5	300	10	Zhu, dkk.,2000
CNF	10	300	10,1	Fan, dkk.,1999
CNF	5	300	10,1	Cheng, dkk.,2000

Tabel 2.1 Kemampuan berbagai tipe nanokarbon se	bagai <i>hydrogen storage</i> (Hasan, 200	09)
--	---	-----

2.2 Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Dekomposisi didefinisikan sebagai salah satu dari reaksi kimia yang menguraikan atau memutuskan ikatan rantai suatu senyawa menjadi unsur-unsur atau senyawa yang lebih sederhana. Definisi ini memiliki arti yang sama dengan perengkahan (*cracking*). Salah satu contohnya adalah dekomposisi metana (hidrokarbon yang paling stabil) yang dapat diartikan sebagai pemutusan ikatan H-C dari metana menjadi komponen yang lebih sederhana yaitu hydrogen dan karbon. Pemilihan metana sebagai reaktan untuk produksi nanokarbon dan hidrogen adalah karena metana merupakan hidrokarbon dengan perbandingan hidrogen/karbon yang paling tinggi. Selain itu, metana bisa didapat langsung dari alam tanpa harus diolah terlebih dahulu, sehingga mengurangi biaya produksi. Adapun reaksi dekomposisi metana atau *Methane Decomposition Reaction* (MDR) adalah sebagai berikut:

$$\operatorname{CH}_4(g) \rightarrow \operatorname{C}(s) + 2\operatorname{H}_2(g) \quad \Delta \operatorname{H}_{298} = +75 \text{ kJ/mol}$$
 (2.1)

Reaksi perengkahan metana (*methane cracking*) dapat dibedakan menjadi dua, yaitu perengkahan metana secara langsung (*direct methane cracking*) dan perengkahan metana secara tidak langsung (*indirect methane cracking*). Reaksi dekomposisi metana tergolong dalam reaksi perengkahan metana secara langsung.

Selain itu, perkembangan penelitian dekomposisi metana secara umum dapat digolongkan menjadi:

- dekomposisi metana secara termal (*thermal cracking*) yang menghasilkan hidrogen dan karbon hitam, dan
- dekomposisi katalitik metana dengan menggunakan katalis berdasar logam transisi (Fe, Co, dan Ni) yang menghasilkan hidrogen dan karbon berukuran nanometer yang biasa disebut sebagai nanokarbon.

2.3 Produk Dekomposisi Katalitik Metana

2.3.1 Hidrogen

Hidrogen adalah bahan baku bebas polutan atau disebut juga sebagai *clean fuel*, karena pembakaran hidrogen hanya menghasilkan air saja. Selain itu energi yang dihasilkan oleh pembakaran hidrogen cukup tinggi, yaitu

sebesar 286 kJ/mol atau 33.886 cal/g. Nilai ini lebih besar daripada energi pembakaran yang dihasilkan oleh bensin, yaitu berkisar 11.100-11.470 cal/g.

Selain diharapkan dapat menjadi bahan bakar alternatif, hidrogen telah banyak digunakan dalam sektor industri, seperti industri petroleum atau kimia. Misalnya dalam produksi amonia yang menggunakan hidrogen sebagai bahan baku utama. Dalam bidang energi, hidrogen digunakan sebagai bahan bakar *fuel cell* (Ruoff, 2003).

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 hidrogen yang cukup tinggi dapat dipenuhi dari proses konversi dari air, gas alam, dan minyak bumi.

2.3.2 Nanokarbon

Nanokarbon didefinisikan sebagai material karbon yang diproduksi dengan ukuran dan struktur berskala nanometer. Material karbon yang paling dikenal adalah intan dan grafit. Intan memiliki karbon dengan empat ikatan sp³ membentuk susunan tiga dirnensi yang simetris dan tersusun rapat. Sedangkan grafit memiliki karbon dengan tiga ikatan sp² membentuk susunan dua dimensi berupa lembaran tersusun dari ikatan heksagonal atomatom karbon sp³ (Takenaka, 2001). Selain kedua jenis bentuk alotropik karbon di atas, ditemui juga bentuk alotropik karbon berukuran nanometer, yaitu:

- Fullerene atau buckministerfullerene atau bucky ball, yaitu lembaran grafit yang membentuk bola (Gambar 2. 9 (a)). Fullerene terdiri dari karbon-karbon sp² dan sp³. Contohnya adalah C₆₀, yaitu fullerene yang terdiri dari 12 cincin pentana dan 20 cincin heksana (Takenaka, 2001).
- 2. *Carbon onions* terdiri dari lapisan grafit yang konsentrik seperti bola (*quasi-spherical*) dan seperti pada Gambar 2. 9(b) (He, 2006).

- 3. Karbon nanofilamen adalah nanokarbon berbenfuk filamen. Secara umum, karbon nanofilamen terdiri dari karbon nanofiber (CNF) dan karbon nanotubes (CNT). Bentuk-bentuk nanofilamen yang diterima secara umum adalah:
 - a. Karbon nanotubes (CNT) berbentuk pipa, merupakan lapisan grafit yang berbentuk silinder (pipa). CNT dapat berupa *single-walled carbon nanotubes* (SWNT) yung hanya terdiri satu lapis lembaran grafit seperti pada Gambar 2. 9(c), maupun *multi-walled carbon nanotubes* (MWNT) yang terdiri dari berlapis-lapis lembaran grafit yang konsentrik seperti pada Gambar 2. 9(d).

b. *Platelet carbon nanofiber*, berupa lapisan grafit kecil yang tegak lurus dengan arah aksial fiber seperti pada Gambar 2. 9(e). Nanofiber ini harus memiliki hidrogen atau atom lainnya dalam jumlah tak terbatas untuk stabilisasi piringan (*plate*). *Platelet carbon nanofiber* dapat pula berbentuk spiral (Gambar 2. 9 (f)). Biasanya, partikel padatah berada pada bagian tengah fiber (Gullon, 2006).

c. Fishbone carbon nanofibers, dimana lapisan grafit memiki kemiringan dari sumbu aksialnya, dan dapat berinti kosong (hollow core) maupun berinti padatan (solid core) seperti pada Gambar 2. 9(g) dan (h) (Gullon, 2006). Seperti platelet, juga dibutuhkan hidrogen untuk menstabilkan bagian ujungnya.



Gambar 2. 9 Diagram struktur nanokarbon (Wijaya, 2008)

- d. *Ribbon carbon nanofibers* berupa lapisan grafit yang lurus dan tidak tergulung yang posisinya sejajar dengan sumbu aksial fiber (Gambar 2. 9 (i)) (Gullon, 2006).
- e. *Stacked cup carbon nanofibers* berupa lapisan spiral grafit yang kontiniu sepanjang sumbu aksial fiber (Gambar 2. 9 (j)) (Gullon, 2006).
- f. *Bamboo-shaped carbon filament*, berbentuk seperti bambu, dimana banyak terdapat ruang kosong dan *joint-joint* (Chen, 2001) seperti yang terlihat pada Gambar 2. 9(k).

Umumnya dalam reaksi dekomposisi metana dihasilkan dua jenis nanokarbon yakni karbon *nanotube* (CNT) dan karbon nanofiber/filamen (CNF). CNT menunjukkan kapasitas elektrokimia empat kali lebih tinggi daripada CNF (Chen, 2004). Hal ini mengindikasikan potensial besar CNT sebagai *hydrogen storage* di masa yang akan datang. Selain itu, CNT yang lebih ringan dengan ketahanan terhadap panas yang lebih tinggi menjadikannya pilihan yang lebih menyakinkan daripada CNF. Kemampuan penyimpanan hidrogen oleh CNT adalah sekitar 280 g/l sedangkan CNF hanya sekitar 14-20 g/l (Grujicic, 2002).

2.4 Sintesis Nanokarbon

Sintesis nanokarbon, baik karbon nanofiber maupun karbon nanotube, dapat dilakukan dengan berbagai metode. Metode-metode tersebut diantaranyta adalah metode arc discharge, laser ablation, dan Chemical Vapour Deposition (CVD), serta reaksi dekomposisi katalitik metana. Tabel 2. 2 menunjukkan perbandingan antara metode - metode tersebut.

Metode	Arc Discharge	CVD	Laser Ablation	Dekomposisi Katalitik Metana
Olah	Ebbesen dan Ajayan,	Endo, Shinsu	Smalley, Rice	
Oleli	NEC, Jepang, 1992	Jepang	University, 1995	
	Menghubungkan dua	Meletakkan substrat	Grafit diuapkan	Gas metana dialirkan
	elektroda grafit pada	pada oven,	oleh sinar laser	dan direaksikan
	sumber listrik,	dipanaskan hingga	untuk membentuk	dengan katalis yang
	dipisahkan sejauh	600°C, dan	gas karbon yang	telah dipersiapkan
	beberapa millimeter.	ditambahkan gas	akan membentuk	dalam reaktor pada
Caranya	Pada arus 100 A,	berkarbon-secara	CNT.	temperatur tinggi dan
	karbon akan	perlahan-lahan. Saat	2.8	akan terben tuk
	menguap dan	gas terdekomposisi,		nanokarbon pada
	membentuk plasma.	atom karbon		permukaan katalis.
		terbebas, dan akan		
		membentuk CNT.		
Yield	30-90%	20-100%	Diatas 70%	Bervariasi
	Tabung pendek	Tabung panjang	Kumpulan	Bervariasi. Namun
	dengan diameter 0.6-	dengan diameter	SWNT, dengan	dihasilkan SWNT jika
SWNT	1.4 nm	0.6-4 nm	panjang 5-20 µm	menggunakan katalis
	Statement of the local division of the local		dan diameter 1-2	berukuran kecil.
<u> </u>			.nm	
	Tabung pendek	Tabung panjang	Produksi MWNT	Bervariasi. Diameter
	dengan diameter	dengan diameter 10-	sangat mahal,	tergantung pada
MWNT	dalam 1-3 nm dan	2 40 nm.	namun masih	ukuran katalis.
	diameter luar hingga		mungkin untuk	
	10 nm		dilakukan.	
	Mudah untuk	Mudah untuk di	Sebagian besar	Paling ekonomis.
	memproduksi	scale-up hingga	menghasilkan	Bahan baku yang
	SWNT dan MWNT.	tahap industry.	SWNT dengan	digunakan tidak
	SWNT memiliki	SWNT panjang,	sedikit defect.	terlalu mahal. Proses
Pro	sedikit <i>defect</i> dan	diameternya dapat	Diameternya	pemurniannya
	MWNT diproduksi	dikontrol, juga	dapat dikontrol	sederhana dan
	tanpa katalis dan	cukup murni.	dan cukup murni.	diameternya dapat
	tidak terlalu mahal.			dikontrol oleh ukuran
	Dapat disintesis pada		Contraction of the local division of the loc	katalis.
	keadaan terbuka.			
	CNT pendek dan	Menghasilkan	Teknik yang	Katalis yang
	memerlukan	sebagian besar	mahal, karena	digunakan akan
Kontra	purifikasi.	MWNT dengan	memerlukan laser	mengalami
		banyak <i>defect</i> .	dan energi yang	deaktivasi.
			besar.	

Tabel 2. 2 Perbandingan Metode Sintesis Nanokarbon (Wijaya, 2008)

2.4.1 Mekanisme Pertumbuhan Nanokarbon pada Dekomposisi Katalitik Metana

Pada reaksi dekomposisi metana, sebuah molekul metana direngkah (*cracking*) menjadi sebuah molekul karbon dan dua buah molekul hidrogen. Gambar 2. 10 menunjukkan mekanisme reaksi pernukaan dekornposisi katalitik metana. Atom hidrogen terputus satu persatu membentuk ion karbonium. Dan pada akhirnya didapatkan sebuah molekul atom karbon dan dua molekul hidrogen pada akhir reaksi.



Gambar 2. 10 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana (Song, 2005)

Salah satu teori mekanisme pertumbuhan nanokarbon menyebutkan bahwa mekanisme perbumbuhan nanokarbon dipengaruhi oleh laju pembentukan lapisan karbon terhadap laju pergerakan metal. Dalam teori itu, Safronov dan Kovaleski menyatakan bahwa mekanisme pertumbuhan karbon diawali dengan pembentukan lapisan karbon yang membungkus partikel katalis yang meleleh, lalu dikuti 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 (Chen, 2001).

Gambar di bawah ini menunjukkan mekanisme pertumbuhan nanokarbon pada partikel katalis.



Gambar 2. 11 Mekanisme pertumbuhan nanokarbon di atas partikel katalis (Hart, 2006)

Teori- mekanisme pertumbuhan oleh Chen 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* itu 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 nanotube 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*).

Penelitian lain menyatakan bahwa faktor yang menentukan jenis karbon yang dihasilkan suatu proses dekomposisi metana adalah proses nukleasi karbon pada logam (Kuznetzov, 2001). 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 tumpukkan lembaran grafit menuju sudut tertentu atau sejajar arah aksial dan fiber (Gambar 2. 13 (a)). Bentuk nanokarbon yang dihasilkan ini dinamakan nanofilamen.

Proses pembentukan karbon nanofiber melibatkan beberapa tahap, yaitu : (i) dekomposisi gas sumber karbon pada permukaan partikel logam yang terekspos, (ii) pelarutan atom karbon di dalam partikel logam, (iii) difusi karbon yang terlarut melalui partikel logam dan presipitasi sebagai tanda penumbuhan CNF pada permukaan sisi yang berbeda. Tahapan ini dapat dilihat pada Gambar 2. 12 di bawah ini.



Gambar 2. 12 Skema pertumbuhan CNF (Chinthaginjala, 2007)

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 nukelus berikutnya akan selalu berikatan dengan pernukaan partikel logam Pada mekanisme pertumbuhan MWNT, sebelum terbentuk nukleus yang baru, terjadi difusi atom karbon membentuk nanotube, begitu seterusnya sehingga didapatkan dinding nanotube yang berlapis-lapis (Gambar 2. 13 (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 2.13 (c)).



Gambar 2. 13 Mekanisme pembentukan nukleus pada pertumbuhan (a) karbon nanofilamen; (b) MWNT; dan (c) SWNT (Paramitha, 2009)

Setelah terjadi reaksi katalitik, terjadi penjenuhan 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 nanotube.

2.5 Katalis Heterogen

Berdasarkan hubungan antara fasa reaktan dan fasa katalis, reaksi katalisis dapat dibagi menjadi tiga bagian, yaitu reaksi katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim.

Dalam reaksi heterogen, katalis memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan (bahan yang bereaksi). Dalam system heterogen ini, pengetahuan mengenai Universitas Indonesia fenomena permukaan, seperti difusi, absorpsi, dan adsorpsi sangat diperlukan untuk menentukan kecepatan reaksi. Pada reaksi heterogen, reaktan akan teradsorpsi terlebih dahulu pada permukaan aktif katalis, selanjutnya akan terjadi interaksi baik berupa reaksi sebenarnya pada permukaan katalis, atau terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorpsi. Setelah reaksi terjadi, molekul hasil reaksi dilepas dari permukaan katalis. Oleh karena itu, katalis yang baik perlu memiliki kemampuan mengadsorpsi dan mendesorpsi yang baik.

Katalis heterogen paling luas penggunaannya dalam bidang industri, hal ini disebabkan sistem katalis heterogen memiliki beberapa keuntungan, misalnya:

- a. Selektivitas terhadap produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan menggunakan sifat selektivitas bentuknya
- b. Aktivitas intrinsik dari inti aktif dapat dimodifikasi oleh struktur padatnya
- c. Komposisi permukaan dapat digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi dari senyawa tertentu
- d. Mudah dipisahkan (tidak memerlukan tahap yang panjang) katalis dari produk-dengan filtrasi dan digunakan kembali tanpa/dengan regenerasi
- e. Mengurangi atau menghilangkan limbah (biasanya garam), yang biasa dihasilkan dari netralisasi katalis homogen asam Bronsted atau Lewis.

2.5.1 Katalis pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Penambahan katalis dalam reaksi dekomposisi rnetana memungkinkan tercapainya konversi yang maksimum pada temperatur yang lebih rendah, karena reaksi dekomposisi metana bersifat endodermis. 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.

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 golongen 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 (Takenaka, 2004).

Tetapi, tidak semua logam tersebut menunjukkan aktivitas yang baik untuk proses dekomposisi metana. Hal ini dapat dijelaskan dengan kurva *volcano* yang menggambarkan kekuatan dehidrogenasi logam golongan transisi seperti terlihat pada Gambar 2. 14.



Dalam kurva tersebut dapat dilihat bahwa logam Pd dan Rh terletak di atas kurva yang berarti kekuatan dehidrogenasinya tinggi. Karena dari aspek harga logam tersebut mahal, maka katalis yang digunakan dalam proses dekomposisi metana adalah katalis yang berbasis Ni. Nikel sering digunakan sebagai inti aktif, karena memiliki kelebihan dari logam lain (seperti Fe dan Co) sebagai berikut (Ermakova, 2000):

- 1. Logam aktif yang biasanya paling banyak digunakan
- Memiliki aktivitas yang relatif tinggi dibanding logam lainnya (Co dan Fe)

- 3. Memiliki kapasitas ukuran pori yang relatif tinggi untuk pertumbuhan karbon
- Yield karbon yang dihasilkan relatif tinggi dibanding logam lainnya (Co dan Fe)
- 5. Memiliki toxicity relatif rendah
- 6. Harga relatif murah

Katalis yang digunakan untuk reaksi ini harus mampu memutus ikatan C-H yang terdapat dalam metana sehingga produk yang diinginkan dapat terbentuk. Kekuatan pemutusannya harus tinggi karena metana bersifat stabil dan sulit untuk diputuskan ikatannya. *Cracking* dapat terjadi melalui mekanisme reaksi radikal bebas pada temperatur tinggi dan dapat dipercepat dengan penggunaan katalis yang bersifat non-asam. Tetapi aktivitas terbaik diperoleh dengan penggunaan katalis yang bersifat asam dimana katalis tersebut mampu melakukan transfer proton yang amat berguna dalam penata-ulangan ion karbonium.

2.6 Metode Preparasi Katalis

Teknik preparasi katalis berpengaruh pada sifat partikel katalis yang dihasilkan, seperti luas permukaan kontak, diameter partikel katalis, dan lain sebagainya. Teknik preparasi yarrg paling sering digunakan preparasi katalik pada dekomposisi katalitik metana adalah impregnasi, presipitasi atau ko-presipitasi, dan sol-gel. Pada penelitian ini akan digunakan metode kopresipitasi, karena metode ini memungkinkan *loading* logam dalam jumlah yang lebih besar daripada metode impregnasi.

2.6.1 Metode Presipitasi

Metode ini bertujuan untuk mengendapkan suatu padatan pada suatu larutan, baik sebagai endapan maupun sebagai gel. Endapan maupun gel yang terbentuk ini merupakan prekursor yang akan menentukan struktur dan sifat katalis.

Pada metode ini digunakan *precipitating agent* yang dapat ditambahkan dalam bentuk larutan atau gas, di mana penambahan dalam

bentuk larutan dilakukan dengan metode titrasi, sedangkan penambahan dalam bentuk gas dilakukan dengan metode injeksi. Presipitan yang sering digunakan adalah hidroksida dan karbonat karena kelarutannya rendah, mudah terdekomposisi, dan juga tingkat racunnya rendah.

Presipitasi suatu padatan, dapat dibagi menjadi tiga tahap, yaitu penjenuhan (*supersaturation*), pembentukan inti (*nucleation*), dan pertumbuhan (*growth*). Seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2. 15, kurva kelarutan merupakan fungsi suhu dan pH. Titik kejenuhan bisa dicapai dengan menambah konsentrasi dari larutan (memindahkan titik A ke C) atau dengan menurunkan temperatur dari sistem (dari titik A ke B). Selain itu bisa pula dengan menaikkan pH dari larutan, sehingga kurva kelarutan bergeser dan titik A berada pada daerah lewat jenuh. Partikel yang sudah berada di daerah lewat jenuh berkembang dalam dua tahap, nukleasi dan pertumbuhan. Proses perkembangan sangat tergantung dari konsentrasi, temperatur, pH, dan kematangan dari larutan tersebut.



TEMPERATURE

Gambar 2. 15 Hubungan antara kelarutan terhadap konsentrasi dan temperatur dalam proses pengendapan (Richardson, 1989)

Tahap awal metode ini diawali dengan pencampuran dua atau lebih larutan atau suspensi dari material yang menyebabkan pengendapan, kemudian diikuti beberapa tahap lainnya, yaitu filtrasi, pencucian, pengeringan, dan kalsinasi.

Jika terdapat dua atau lebih komponen logam dalam suatu bejana, konponen-komponen tersebut mungkin akan mengendap pada laju yang berbeda sehingga mempengaruhi struktur akhir padatan. Pada metode kopresipitasi, komponen-komponen logam tersebut diharapkan mengendap pada saat yang bersamaan, sehingga dispersi partikel dalam ukuran mikro lebih merata.

Secara umum, ada beberapa keuntungan dari metode presipitasi, yaitu: Menghasilkan campuran yang lebih merata pada skala molekular terhadap variasi unsur katalis

2. Distribusi inti aktif katalis merata.

1.

3.

Ukuran dan bentuk katalis tidak dibatasi untuk menjadi bentuk yang diinginkan penyangga.

2.7 State of the Art Penelitian Nanokarbon

Dari penjelasan di atas, beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dapat dilihat pada Tabel 2.3 di bawah ini.

Nama Peneliti/	Reaksi	Kondisi Operasi	Katalis	Support Katalis	Karakterisasi	Waktu Reaksi
Anne Cordier	CCVD	Suhu maksimal	Rubuk larutan	Keramik		Reaksi
7 mile Cordier	Umpan \rightarrow H ₂ -	$1000 ^{\circ}\mathrm{C}$	\mathbf{p} padat $(\mathbf{M}\mathbf{g}_{\prime})$	Foam vang	katalis	
In situ CCVD	CH_4 . CH_4 20%	1000 0	$V_{x}(Co_{0.75}Mo_{0.25})_{x}O$	diimpregna	- BET (adsorpsi	
synthesis of	mol		(x = 0.01, 0.05, 0.1)	si dengan	$N_2 \rightarrow luas$	
carbon nanotubes	-		dan 0.2) dalam	bubuk	permukaan	
within a	Produk \rightarrow CNT		etanol	larutan	spesifik dari	
commercial				padat	keramik foam	
ceramic foam				katalis	- SEM →	
					evaluasi	
		and the second second			kualitas	
					deposit	
Patrick W. A. M.	Dekomposisi	- Reduksi	Nikel	RVC foam	- AAS \rightarrow	Lima
Wenmakers	katalitik etena	dengan 20%			mengetahui	jam
	Umpan→20%	vol gas H ₂			nikel <i>loading</i>	
"Hairy Foam":	etilen dan 7%	dalam nitrogen			dalam RVC	
carbon nanofibers	vol gas H_2 dalam	pada suhu	1 1 1		foam	
grown on solia	nitrogen, KVC	//3K selama 2			- SEM →	
fully accessible	$Produk \rightarrow CNE$	Dooksi			CNIE	
high surface area	dalam RVC	dekomposisi			- Kr-	
oraphitic catalyst	foam	katalitik etena	and the second	Street Street Street	nhysisorption	
support	Touin	selama 5 jam			at 77 K →	
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	pada subu 773		1000	luas	
		K, tekanan 1	Carl Comment		permukaan	
1.1		atm			spesifik dari	
					_RVC foam	
Shantya	Dekomposisi	Suhu 700 ⁰ C	Ni-Cu-Al	-	- XRD \rightarrow	20, 30,
Paramitha	Katalitik Metana				k atalis	40 50,
	berbasis Ni-Cu-				- TEM \rightarrow	60 dan
Aplikasi	AI			100 C	morfologi	240
Pengadukan	Danse A CU		and the second s		produk	menit
Ditrasonik Dan	$Onpan \rightarrow CH_4$				nanokarbon	mome
Femanusan Microwaya Untuk	$Produk \rightarrow CNT$	1. 61		5 - C		
Memurnikan				and the second second		
Karbon Nanotube	3. 3		and the second	6		
Yang Disintesis				100 C		
Dengan Metode						
Dekomposisi						
Katalitik Metana			- 11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11-11			
Tribolet, P.; Kiwi-	Dekomposisi	Suhu 655°C	Ní	Metal fiber	-	-
Minsker, L.	Katalitik Etana					
Carbon	Umpan → 3%					
Nanofibers Grown	C2H6/17%					
on	H2/Ar					
Metallic Filters as	Produk \rightarrow CNF					
Novel Catalytic						
Materials						

 Tabel 2. 3 Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok. Keseluruhan rangkaian penelitian dapat digambarkan melalui diagram alir berikut ini :



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

Preparasi *carbon foam* dilakukan untuk mengoksidasi *carbon foam* agar oksigen yang mengandung gugus permukaan dapat dihasilkan, yang dapat berperan sebagai sisi jangkar (*anchoring sites*), sehingga prekursor nikel dapat tertangkap dengan baik dan dapat menjadi inti aktif. (Wenmakers, 2008). *Carbon foam* yang telah dioksidasi, dikarakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan spesifik *carbon foam* kosong. Selain itu, juga dilakukan uji adsorpsi dengan hidrogen pada *carbon foam* kosong.

Deposisi katalis Ni dilakukan dengan konsentrasi nikel nitrat sebesar 20 g Ni / g *carbon foam*. Setelah deposisi nikel, *carbon foam* dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Kemudian, nanokarbon ditumbuhkan di dalam *carbon foam* dengan mereaksikannya dengan gas metana, setelah sebelumnya direduksi dengan gas hidrogen. Waktu reaksi dengan gas metana ini divariasikan sebesar 2,5 jam; 5 jam; dan 7,5 jam.

Adapun reaktor yang digunakan dalam penelitian ini adalah reaktor unggun tetap (*atmospheric fixed bed reactor*). 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 metana, maupun hidrogen. Sedangkan, umpan yang tidak bereaksi maupun produk gas akan dialirkan melalui pipa yang berada pada bagian bawah tabung. Gambar 3. 2, Gambar 3. 3, dan Gambar 3. 4 menunjukkan skema reaktor dan reaktor yang digunakan selama penelitian berlangsung.



Gambar 3. 2 Skema reaktor



Gambar 3. 3 Reaktor yang terpasang dalam furnace



Hasil *carbon foam* yang télah direaksikan dari ketiga variasi waktu tersebut, dikarakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan spesifik *carbon foam* yang telah ditumbuhi nanokarbon, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), untuk mengetahui morfologi nanokarbon yang tumbuh dalam *carbon foam*, dan dilakukan uji adsorpsi dengan gas hidrogen untuk mengetahui kemampuan *carbon foam* sebagai *hydrogen storage*.

3.2 Alat Dan Bahan

3.2.1 Alat

Tabel 3. 1 Alat

No.	Alat	No.	Alat
1	Main valve	10	pH meter/pH indikator
2	Pressure regulator	11	Plastic wrap
3	Mass flow controller	12	Cawan keramik
4	Tube furnace	13	Timbangan
5	Stopwatch	14	Hot plate
6	Tabung reaktor (kaca kuarsa)	15	Magnetic stirrer
7	Pinset/Penjepit	16	BET
8	Beaker glass	17	SEM
9	Gelas ukur	18	Uji Adsorpsi dengan Cas H ₂

3.2.2 Bahan

Tabel 3. 2 di bawah ini berisi bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian



3.3 Prosedur Penelitian

- 3.3.1 Preparasi Carbon foam
 - 1. Memotong carbon foam dengan ukuran yang seragam.
 - 2. Mengoksidasi *carbon foam* dengan cara merefluksnya menggunakan asam nitrat selama 60 menit.
 - 3. Mencuci *carbon foam* dengan *demineralized water* dan merendam di dalam demin water sebelum digunakan.
 - 4. Mengeringkan carbon foam, kemudian menimbang beratnya
 - 5. Melakukan BET dan uji adsorpsi pada carbon foam.

3.3.2 Deposisi Katalis pada Carbon foam

- Menyiapkan bahan katalis (Ni nitrat), dengan konsentrasi nikel nitrat dari 20 g Ni/g *carbon foam*.
- 2. Melarutkan Ni nitrat yang telah ditimbang dalam demineralized water.
- 3. Memanaskan larutan tersebut sampai suhu 90°C
- 4. Mengatur pH larutan menjadi 3,5 dengan menggunakan larutan asam nitrat (tetap pada suhu 90°C).
- 5. Merendam *carbon foam* di dalam larutan tersebut dan menambahkan precipitating agent, yaitu amonia, sedikit demi sedikit hingga mencapai perbandingan 1 ; 3 (mol nikel : mol amonia).
- 6. Mendeposisi larutan selama lima jam.
- Mengeluarkan *carbon foam* dari larutan dan dan memibilas dengan *demin water*. Setelah dibilas, mengeringkan *carbon foam* semalaman pada suhu 100°C.
- 8. Mengkarakterisasi-carbon foam dengan Scanning Electron Microscopy (SEM).

3.3.3 Sintesis Nanokarbon pada Carbon foam

- 1. Menimbang berat carbon foam yang telah dikeringkan.
- 2. Memasukkan carbon foam ke dalam reaktor.
- Mereduksi *carbon foam* dengan mengalirkan gas H₂ selama dua jam dengan laju alir 20 ml/menit pada suhu 500°C.

- Setelah reduksi, mengganti gas dengan metana dengan laju alir 20 ml/menit.
- 5. Memvariasikan waktu reaksi selama 2,5 jam; 5 jam; dan 7,5 jam.
- 6. Mendinginkan reaktor sampai temperatur ruang.
- 9. Mengkarakterisasi *carbon foam* yang telah ditumbuhi nanokarbon dengan BET dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).
- 7. Melakukan uji adsorpsi pada *carbon foam* yang telah ditumbuhi nanokarbon.

3.3.4 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan analisis :

a. BET

Pada penelitian ini, analisis dengan menggunakan metode BET dilakukan dua tahap. Tahap yang pertama bertujuan untuk mengetahui luas permukaan spesifik dari *carbon foam* kosong. Analisis dengan metode BET tahap dua dilaksanakan setelah sintesis nanokarbon pada *carbon foam*, dengan tujuan mengetahui luas permukaan spesifik *carbon foam* yang telah ditumbuhi nanokarbon. Dengan dilaksanakannya kedua tahap analisis metode BET, diharapkan perbandingan luas permukaan spesifik antara *carbon foam* kosong dan *carbon foam* yang telah ditumbuhi uanokarbon dapat diketahui, Analisis BET dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dari Bahan Alam Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.

b. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi ini dilakukan sebanyak dua kali. Karakterisasi SEM yang pertama dilakukan pada *carbon foam* setelah dideposisi dengan nikel, dengan tujuan melihat persebaran dan pemerataan nikel yang terdeposisi di dalam *carbon foam*. Karakterisasi SEM yang kedua dilakukan untuk melihat morfologi dari *carbon foam* yang telah ditumbuhi nanokarbon. SEM memeriksa stuktur *carbon foam* dengan menembakkan sinar *scanning electron* lalu mengumpulkan elektron-elektron yang

diregenerasi. Elektron-elektron ini dikumpulkan, diamplifier, dan ditampilkan di *cathode ray tube* (CRT). Sinar elektron dan hasil scan CRT disinkronisasi sehingga gambar permukaan dari spesimen tersebut dapat ditampilkan. Morfologi permukaan dari *carbon foam* diinvestigasi dengan mikroskop *scanning electron*. Untuk meningkatkan kualitas dari gambar yang dihasilkan, sebuah lapisan tipis dari lapisan karbon dipercikkan ke sampel tersebut. Analisis SEM dilakukan di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Serpong.

c. Uji Adsorpsi dengan Gas Hidrogen

Uji adsorpsi dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam, Departemen Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Alat uji adsorpsi yang dipakai dalam penelitian ini merupakan modifikasi dari peralatan uji adsorpsi yang ada, dengan mengganti alat sampling cylinder pada alat tersebut dengan *hydrogen storage* yang dibuat. Selain itu, sinyal keluaran *transducer* dihubungkan dengan data aquisisi, sehingga dapat diamati perubahan tekanan adsorpsi setiap waktu. Gambar 3.5 di bawah ini menunjukkan skema alat uji adsorpsi yang digunakan.



Gambar 3. 5 Skema Alat untuk Uji Adsorpsi Hidrogen (Hasan, 2009)

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Deposisi Katalis Nikel Pada Carbon foam

Deposisi nikel pada *carbon foam* berfungsi untuk menyediakan tempat nanokarbon untuk tumbuh di dalam *carbon foam*. Katalis yang digunakan sebagai inti aktif pada penelitian ini adalah nikel, sedangkan prekursor yang digunakan adalah nikel nitrat heksahidrat. Nikel berfungsi sebagai tempat tumbuhnya nanokarbon.

Sebelum tahap deposisi dimulai, dilakukan tahap preparasi yang bertujuan untuk mempersiapkan *carbon foam* sebagai tempat deposisi katalis sebelum dilakukan reaksi katalitik metana. Bagian yang penting pada tahap preparasi ini adalah oksidasi *carbon foam* dengan cara direfluks menggunakan asam nitrat pekat. Oksidasi pada tahap persiapan *carbon foem* bertujuan untuk menghasilkan oksigen yang mengandung gugus permukaan yang dapat berperan sebagai sisi jangkar (*anchoring sites*), sehingga prekursor nikel dapat tertangkap dengan baik dan dapat menjadi inti aktif (Wenmakers, 2008). Oksidasi dengan asam nitrat juga mempengarthi luas permukaan spesifik *carbon foam*. *Carbon foam* yang dioksidasi mempunyai luas permukaan spesifik yang lebih besar dibandingkan dengan yang tidak diberi perlakuan oksidasi terlebih dahulu (Wu, 1995).

Setelah dioksidasi, *carbon foam* dicuci dengan *demineralized water* dan direndam di dalam demin water sebelum digunakan. Hal ini dilakukan untuk menetralkan *carbon foam* yang sebelumnya telah direndam dengan asam nitrat. Pencucian dilakukan hingga bersih dan menjadi netral kembali.

Perbandingan berat nikel terhadap berat *carbon foam* pada penelitian ini adalah 20 g Ni/g *carbon foam*. Perbandingan berat yang digunakan merupakan perbandingan yang paling bagus dengan *loading* katalis yang paling banyak dan merata menurut Wenmakers (2008).

37

4.1.1 Proses Deposisi Katalis Nikel pada Carbon foam

Sebelum dilakukan deposisi, *carbon foam* ditimbang terlebih dahulu. Berat *carbon foam* yang terhitung akan dibandingkan dengan berat *carbon foam* setelah deposisi, sehingga didapatkan berat *loading katalis* pada *carbon foam*. Pada penelitian ini, disiapkan tiga sampel *carbon foam*, yang akan mewakili ketiga variasi waktu reaksi dekomposisi katalitik metana.

Pada tahap deposisi, pengadukan antara *demineralized water* dan prekursor nikel dilakukan pada suhu yang mencapai 90°C, dimana suhu ini merupakan suhu yang dianggap optimal untuk proses pelarutan nikel sehingga dapat menjadi larutan yang homogen. Setelah itu, *carbon foam* dimasukkan ke dalam larutan. Sambil tetap diaduk, ke dalam larutan diberikan *precipitating ageni* berupa amoniak. *Precipitating agent* berperan sebaai penjenuh larutan dan bertujuan untuk membentuk endapan nikel, agar nikel dapat terdeposisi di seluruh permukaan *carbon foam*. Penambahan dilakukan setetes demi setetes untuk menjaga agar laju pengendapan tidak terlalu besar. Pada saat pemberian *precipitating agent*, larutan dijaga pada suhu 90°C dan diaduk. Hal ini dilakukan agar larutan tetap honiogen dan tidak langsung mengendap. *Carbon foam* dimasukkan sebelum pemberian *precipitating agent* bermaksud agar pengendapan nikel dapat lebih merata lagi dan dapat masuk hingga ke bagian dalam lapisan *carbon foam*.

Carbon foam dalam larutan nikel didiamkan selama lima jam. Waktu ini diambil berdasarkan penelitian sebelumnya, yaitu Wenmakers (2008), dimana lima jam merupakan waktu yang paling optimal agar nikel dapat terdeposisi maksimal di dalam *carbon foam*. Setelah didiamkan selama lima jam, ketiga sampel *carbon foam* dikeringkan selama kurang lebih delapan jam pada suhu 100°C untuk menghilangkan cairan yang masih terdapat *carbon foam*.

Tabel 4. 1 menunjukkan berat *loading* katalis untuk masing-masing sampel setelah mengalami tahap deposisi.

Sampel	Berat Awal (g)	Berat setelah Deposisi (g)	Loading Katalis (g/g carbon foam)
C1	0,1800	0,1978	0,0989
C2	0,2300	0,2520	0,0957
C3	0,1800	0,1959	0,0883

Tabel 4. 1 Berat loading katalis pada sampel carbon foam

4.1.2 Hasil Karakterisasi Deposisi Nikel pada Carbon foam

Jenis karakterisasi yang digunakan adalah *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Karakterisasi ini bertujuan untuk melihat hasil deposisi nikel pada *carbon foam*, dengan melihat pendistribusian dan pemerataan nikel pada *carbon foam*. Gambar 4. 1 di bawah ini menunjukkan hasil SEM dari *carbon foam* dengan perbandingan berat nikel dan *carbon foam* sebesar 20 gNi / g *carbon foam*, setelah dideposisi selama lima jam.



Gambar 4. 1 Hasil SEM pada permukaan *carbon foam* setelah deposisi nikel, dengan perbesaran (a) 100x ; (b) 300x ; (c) 3000x

Gambar di atas menunjukkan distribusi nikel oksida pada *carbon foam* setelah mengalami tahap deposisi nikel. Terlihat bahwa nikel telah terdeposisi pada permukaan *carbon foam*. Hasil EDX di bawah ini akan menunjukkan kandungan dari yang bahan yang menempel pada *carbon foam* tersebut.



Gambar 4. 2 Hasil EDX sampel carbon foam setelah deposisi nikel

Yang terdeteksi pada hasil EDX di atas adalah nikel (Ni), karbon (C), dan O. Hal ini menunjukkan bahwa endapan yang dihasilkan adalah NiO, yang akan dihilangkan kandungan oksidanya dengan reduksi sebelum memasuki tahap reaksi. Karbon juga terlihat dari hasil EDX disebabkan karena kandungan utama dari *carbon foam* itu sendiri adalah karbon, dan **Universitas Indonesia** berarti masih ada tempat kosong, dimana permukaan *carbon foam* tidak tertutup oleh nikel setelah melalui tahap deposisi nikel. Dari Gambar 4. 3 di bawah ini juga terlihat bahwa pendistribusian nikel yang menempel di permukaan *carbon foam* tidak terlalu merata. Partikel nikel yang dihasilkan pun besar. Hal ini bisa disebabkan karena laju pengendapan saat meneteskan amoniak terlalu besar. Laju pengendapan yang terlalu besar menyebabkan larutan langsung jenuh dan terjadi endapan,sehingga menyebabkan banyak nikel yang diteteskan terlalu besar konsentrasinya, sehingga seharusnya amoniak diencerkan terlebih dahulu.



Gambar 4. 3 Pendistribusian nikel yang tidak merata pada carbon foam

4.2 Sintesis Nanokarbon Pada Carbon foam

Tahap ini dimulai dengan merangkai peralatan seperti pada Gambar 4. 4 di bawah ini. Tabung gas dengan *valve* induk dan *pressure regulator* disambungkan dengan *flowmeter* dan *mass flow controller*, lalu gas dialirkan ke dalam tabung reaktor yang berada di dalam *tube furnace*, dengan aliran gas dari atas ke bawah. Aliran keluar reaktor menuju *soap bubbler* dengan tujuan untuk mengetahui laju alir keluaran, yang kemudian disambungkan dengan *vent* untuk membuang gas ke luar laboratorium dengan aman.



Selama dua jam pertama, reduksi dilakukan pada *carbon foam* dengan mengalirkan gas hidrogen ke dalam reaktor. Reduksi bertujuan untuk mendapatkan bentuk atom logam pada inti aktif katalis, yaitu Ni, bukan dalam bentuk nikel oksida (NiO). Hal ini penting karena pada reaksi dekomposisi metana, partikel yang berperan sebagai tempat tumbuhnya karbon adalah partikel inti aktifnya. Bentuk nikel oksida tidak aktif pada reaksi dekomposisi katalitik metana sehingga dapat menyebabkan *yield* dan kualitas nanokarbon yang rendah (Takenaka dkk, 2004).

Setelah direduksi, gas hidrogen diganti dengan gas metana untuk memulai reaksi dekomposisi katalitik metana. Gas metana dialirkan dengan tiga variasi waktu, yaitu 2,5 jam; 5 jam; dan 7,5 jam. Wenmakers (2008) berhasil membuktikan bahwa dengan mereaksikan katalis terstruktur *carbon foam* dengan etilen selama lima jam dapat menumbuhkan karbon nanofiber di permukaan *carbon foam*. Variasi waktu 2,5 jam dan 7,5 jam dipakai untuk mengetahui pengaruhnya terhadap pertumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam*. Reaksi dilakukan pada suhu 500°C. Suhu 500°C diketahui merupakan suhu optimum untuk terbentuknya nanokarbon. Laju alir yang digunakan untuk gas hidrogen maupun untuk metana adalah 20 ml/menit. Laju ahr tersebut disesuaikan dengan dimensi reaktor karena diperlukan aliran gas yang tidak terlalu cepat maupun terlalu lambat untuk reaksi dekomposisi metana.

Setelah direaksikan, terjadi perubahan dari fisik *carbon foam* yang telah direaksikan. *Carbon foam* menjadi lebih hitam dan banyak serbuk karbon yang menempel pada *carbon foam*. Perbandingan ini dapat dilihat pada Gambar 4. 6 di bawah ini :



Gambar 4. 6 Carbon foam (a) sebelum dan (b) setelah reaksi

Hal ini sesuai dengan persamaan reaksi dekomposisi katalitik metana. Pada saat direaksikan dengan metana, terjadi reaksi di bawah ini (Grujicic, 2002) :

$$CH_4 \rightarrow C + 2H_2$$
 [4.1]

Gas metana akan terputus ikatannya menjadi gas hidrogen dan nanokarbon. Pada penelitian ini, gas hidrogen yang terbentuk akan keluar melalui aliran gas keluaran menuju *vent* dan nanokarbon akan tumbuh di permukaan *carbon foam* yang telah terdeposisi dengan nikel. Nanokarbon hasil reaksi akan dianalisis dengan beberapa jenis karakterisasi yang akan dijelaskan pada subbab berikut ini.

4.3 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Pertumbuhan Nanokarbon

Setelah dilakukan reaksi dekomposisi katalitik metana pada *carbon foam*, dilakukan tiga karakterisasi, yaitu BET, SEM, dan uji adsorpsi dengan gas hidrogen. Karakterisasi BET bertujuan untuk mengetahui luas permukaan spesifik *carbon foam*., dan morfologi *carbon foam* setelah reaksi serta bentuk nanokarbon yang dihasilkan dapat dilihat dengan melakukan analisis SEM. Karakterisasi SEM yang dilakukan merupakan jenis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) and *Energy Dispersive Using X-Ray* (EDX). EDX bertujuan untuk mengetahui kandungan dari titik tertentu dari sampel. Sedangkan, uji adsorpsi bertujuan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi hidrogen dari sampel *carbon foam* pada suhu tertentu. Hasil karakterisasi digunakan sebagai bahan analisis pengaruh waktu reaksi dekomposisi katalitik metana terhadap pertumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam*.

Dengan karakterisasi BET, pengaruh waktu reaksi dapat dibandingkan berdasarkan perbedaan luas permukaan spesifik yang didapatkan. Berikut adalah perbandingan luas permukaan spesifik dari ketiga sampel dengan waktu reaksi yang berbeda dan *carbon foam* awal yang belum diberi perlakuan apa pun.

Sampel	Waktu Reaksi	Luas Permukaan Spesifik (m ² /gram)
C0	0 (carbon foam awal)	0,00
C1	2,5 jam	0,00
C2	5,0 jam	98,19
C3	7,5 jam	38,99

Tabel 4. 2 Luas permukaan spesifik dari carbon foam sebelum dan sesudah reaksi

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa telah terjadi peningkatan luas permukaan spesifik *carbon foam* sebelum dan setelah direaksikan dengan metana. Hal ini berarti telah ada sesuatu yang mengisi permukaan *carbon foam*, sehingga luas permukaan spesifik *carbon foam* dari 0 m²/gram meningkat hingga 98,19 m²/gram. Berdasarkan Wenmakers (2008); dengan mereaksikan menggunakan etilen, luas permukaan *carbon foam* yang telah ditumbuhi karbon nanofiber meningkat dari 0,12 m²/gram menjadi 146 m²/gram.

Dari ketiga sampel *carbon foam* setelah reaksi, didapatkan luas permukaan spesifik *carbon foam* yang berbeda-beda. Pada waktu reaksi 2,5 jam, luas permukaan *carbon foam* belum mengalami peningkatan. Pada hasil SEM (Gambar 4. 7), terlihat bahwa dengan waktu reaksi 2,5 jam belum terbentuk karbon nanofiber pada *carbon foam*. Sedangkan, pada waktu reaksi lima jam dan 7,5 jam telah terbentuk karbon nanofiber (Gambar 4. 9 dan Gambar 4. 11). Hal ini berarti untuk meningkatkan luas permukaan *carbon foam*, diperlukan karbon nanofiber dalam *carbon foam*, karena dengan tumbuhnya nanokarbon saja belum dapat menambah luas permukaan spesifik dari *carbon foam*.

Pertumbuhan nanokarbon dalam *carbon foam* untuk masing-masing waktu reaksi dapat dilihat dengan hasil SEM, seperti pada Gambar 4. 7, Gambar 4. 9, dan Gambar 4. 11.

Gambar 4. 7 di bawah ini menunjukkan hasil karakterisasi SEM dari *carbon foam* setelah reaksi dengan gas metana selama 2,5 jam (C1).





001

Dari hasil EDX terbukti bahwa nanokarbon telah tumbuh di dalam *carbon foam*. Namun, nanokarbon yang terbentuk tersebut belum dapat terdeteksi jenisnya. Agar dapat diteliti lebih lanjut, diperlukan karakterisasi yang dapat memperjelas morfologi jenis nanokarbon yang tumbuh, seperti menggunakan *Raman Spectra*. Hal ini berarti, waktu reaksi dengan gas metana selama 2,5 jam telah bisa menumbuhkan nanokarbon, tetapi belum dapat menumbuhkan karbon nanofiber di dalam *carbon foam*. Untuk waktu reaksi 2,5 jam, menurut Rahman (2006), diperlukan suhu yang lebih tinggi untuk dapat menumbuhkan karbon nanofiber.



Gambar 4. 9 di bawah ini menunjukkan hasil SEM dari *carbon foam* dengan waktu reaksi lima jam.

Gambar 4. 9 Hasil SEM sampel C2, dengan perbesaran (a) 23000x; (b)33000x; (c)35000x

Hasil SEM menunjukkan bahwa karbon yang tumbuh di permukaan *carbon foam* mulai berbentuk serabut. Serabut karbon mulai terlihat, namun masih sangat sedikit dan kurang jelas. Hal ini berarti waktu reaksi lima jam telah dapat menghasilkan karbon nanofiber walaupun hanya sedikit. Gambar 4. 10 di bawah ini merupakan hasil EDX dari salah satu titik di *carbon foam*. Hasil EDX tersebut membuktikan bahwa karbon telah terbentuk dan hanya sedikit nikel yang masih terkandung.



Gambar 4. 10 Hasil EDX sampel C2



Gambar 4. 11 di bawah ini menunjukkan hasil foto SEM dari *carbon foam* dengan waktu reaksi 7,5 jam.

Gambar 4. 11 Hasil SEM sampel C3, dengan perbesaran (a) 30000x; (b)35000x; (c)35000x



008

Dari foto terlihat bahwa karbon nanofiber telah terbentuk. Bukti bahwa yang terbentuk adalah karbon dapat dilihat dari Gambar 4. 12 yang menunjukkan bahwa kandungan terbesar dari bentuk serabut-di dalam *carbon foam* adalah karbon.

Dari hasil EDX ketiga sampel dengan waktu reaksi yang berbeda, seperti terlihat pada Gambar 4. 8, Gambar 4. 10, dan Gambar 4. 12, masih terdapat kandungan nikel di titik yang menjadi target EDX. Hal ini berarti pada nanokarbon yang dihasilkan belum murni karena masih mengandung partikel nikel, sehingga diperlukan pengolahan yang lebih lanjut untuk memurnikan nanokarbon yang dihasilkan. Proses pemurnian ini, misalnya dapat dilakukan dengan oksidasi menggunakan asam nitrat (Chinthaginjala, 2007).

<u>a</u>` 20kV 35,000 000 (b)C

Perbandingan hasil SEM dari ketiga waktu reaksi yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4. 13 di bawah ini.

Gambar 4. 13 Hasil SEM untuk waktu reaksi (a) 2,5 jam; (b) 5 jam; (c) 7,5 jam Universitas Indonesia

0000

11 30 SEI

X35,000 0.5µm

20k\

Tahap pertumbuhan karbon nanofiber dimulai dengan dekomposisi karbon yang terkandung dalam gas pada permukaan katalis logam, atom karbon berdifusi ke dalam katalis logam, kemudian terjadi pertumbuhan karbon nanofiber (Chinthaginjala, 2007). Oleh karena itu, kemampuan karbon berdifusi dalam katalis sangat mempengaruhi pertumbuhan karbon nanofiber. Hal ini juga dipengaruhi oleh diameter katalis logam yang terdeposisi dalam *carbon foam*. Semakin besar diameter nikel yang terdeposisi, maka kapasitas nikel untuk menampung karbon dari gas akan lebih besar, sehingga waktu yang diperlukan agar nikel jenuh akan semakin lama dan akhirnya memerlukan waktu reaksi yang lebih lama untuk menumbuhkan karbon nanofiber.

Gambar 4. 3 menunjukkan bahwa pendistribusian partikel nikel saat deposisi katalis kurang merata dan partikel nikel yang terdeposisi besar. Oleh karena itu, akan membutuhkan waktu yang lebih lama untuk menumbuhkan karbon nanofiber dalam *carbon foam*. Hal inilah yang menyebabkan pada waktu 2,5 jam karbon nanofiber belum dapat terbentuk dan karbon nanofiber mulai terbentuk pada waktu lima jam.

Proses nukleasi juga merupakan faktor yang penting karena menentukan jenis karbon yang dihasilkan pada reaksi dekomposisi katalitik metana. Proses nukleasi merupakan proses presipitasi beberapa karbon pada permukaan partikel logam yang jenuh karbon. Apabila inti aktif katalis nikel menjadi tidak jenuh oleh karbon, nukleus yang dihasilkan berukuran relatif besar dan tumbuh secara berkesinambungan menghasilkan pembentukan lembaran grafit yang menutupi sebagian besar permukaan katalis (Kuznetzov, 2001). Hal ini juga menyebabkan pertumbuhan nanokarbon yang dihasilkan tidak-maksimal.

Untuk menunjang analisis, dilakukan uji adsorpsi hidrogen berdasarkan perbedaan waktu reaksi. Uji adsorpsi dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimiadan Bahan Alam Departemen Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Alat adsorpsi yang digunakan berupa satu buah *dozing cylinder*, satu buah *sampling cylinder*, 3 buah valve, pipa-pipa rangkaian peralatan, *transducer* yang digunakan untuk membaca tekanan pada *dozing* dan *sampling cylinder*, termokopel yang digunakan untuk membaca suhu pada sistem, *device Advantech* dan *software Adam view*, sehingga tekanan dan temperatur dapat diamati secara visual pada

 Gambar 4. 14 Rangkaian peralatan uji adsorpsi

komputer. Adapun rangkaian peralatan dari uji adsorpsi ini dapat dilihat pada

Gambar 4. 14 di bawah ini.

Pada penelitian ini, uji adsorpsi dilakukan dengan kondisi temperatur yang dijaga agar mendekati isotermal. Gambar 4. 15 menunjukkan kurva adsorpsi gas hidrogen yang dihasilkan dari ketiga sampel dan *carbon foam* awal.



Gambar 4. 15 Kurva adsorpsi gas hidrogen

Kemampuan adsorpsi gas hidrogen dalam *carbon foam* dipengaruhi oleh luas permukaan spesifik *carbon foam*. Semakin besar luas permukaan spesifik *carbon foam*, maka akan semakin besar kemampuan *carbon foam* untuk mengadsorpsi hidrogen.

Dari Gambar 4. 15 dapat dilihat bahwa kecenderungan kemampuan adsorpsi tertinggi dimiliki sampel C2, diikuti dengan sampel C1, kemudian C3, dan yang terakhir adalah C0. Berdasarkan Tabel 4. 2, seharusnya kemampuan adsorpsi gas hidrogen dari sampel C3 lebih tinggi dibandingkan dengan C1, karena pada C3 telah terbentuk karbon nanofiber (Gambar 4. 11). Hal ini dapat disebabkan pada C3 masih mengandung partikel logam nikel yang lebih banyak dari C1 dan C2 (Gambar 4. 12) dan di samping terbentuk karbon nanofiber, juga terbentuk karbon amorf. Berdasarkan Paramitha (2009), semakin lama waktu reaksi akan meningkatkan jumlah karbon amorf yang terbentuk, karena katalis yang digunakan telah tertutupi oleh karbon sehingga pertumbuhan karbon pada waktuwaktu reaksi yang lama tidak menempel pada katalis secara langsung.

Dari Gambar 4. 15 dapat dibuat tabel kemampuan adsorpsi dari keempat sampel *carbon foam* di berbagai tekanan. Namun, karena terdapat ketidakstabilan beberapa data, data yang dipakai sebagai pembanding adalah data adsorpsi yang cukup stabil pada tekanan tertentu, yaitu sekitar 250 psia.

Sampel	Adsorption (mmol/g)	%wt hidrogen
<u>C</u> 0	6,5	1,3
C1	17,0	3,4
C2	21,0	4,2
C3 -	7,5 -	1,5

Tabel 4.3 Perbandingan kemampuan adsorpsi *carbon foam* pada P = 250 psia

Dari Tabel 4. 3 di atas, kemampuan adsorpsi tertinggi (P=250 psia) adalah pada sampel C2, yaitu sekitar 21 mmol/gram *carbon foam* atau 4,2 %*wt* hidrogen. Dari tabel tersebut, kemampuan adsorpsi hidrogen meningkat dari *carbon foam* awal hingga waktu reaksi lima jam, dan terjadi penurunan kemampuan pada waktu reaksi 7,5 jam. Apabila dibandingkan dengan luas permukaan yang dimiliki oleh *carbon foam*, terjadi ketidaksesuaian dengan data luas permukaan yang didapat, seperti yang telah dibahas sebelumnya.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

- 1. Waktu reaksi dekomposisi katalitik metana selama 2,5 jam sudah dapat menumbuhkan nanokarbon, namun belum dapat menumbuhkan karbon nanofiber dalam *carbon foam*. Karbon nanofiber mulai tumbuh pada waktu reaksi lima jam.
- 2. Peningkatan luas permukaan spesifik *carbon foam* dipengaruhi oleh tumbuhnya karbon nanofiber dalam *carbon foam*.
- Kemampuan adsorpsi *carbon foam* dipengaruhi luas permukaan spesifik *carbon foam*. Semakin besar luas permukaan spesifik yang dimiliki *carbon foam*, maka akan semakin besar kemampuan adsorpsi *carbon foam* tersebut.
 Luas permukaan spesifikdan kemampuan adsorpsi tertinggi dimiliki oleh *carbon foam* setelah direaksikan dengan metana selama lima jam, yaitu sebesar 98,19 m²/gram, serta mampu mengadsorpsi gas hidrogen sebesar 21 mmol/gram hidrogen atau 4,2% *wt* hidrogen pada tekanan 250 psia.

5.2 Saran

Adapun beberapa saran untuk penelitian ini adalah:

1. Untuk menunjang analisis kualitatif, diperlukan jenis karakterisasi yang dapat memperjelas morfologi dari *carbon foam*, seperti menggunakan TEM atau *Raman Spectra*.

- 2. Sebaiknya suhu reaktor dinaikkan secara perlahan-lahan hingga mencapai suhu reaksi, agar *carbon foam* tidak menjadi rapuh dan mudah rontok.
- 3. Sebaiknya *precipitating agent*, yaitu amoniak, diencerkan terlebih dahulu, agar laju pengendapan tidak terlalu besar, dan tidak terlalu banyak nikel yang mengendap di luar *carbon foam*, sehingga nikel akan terdeposisi lebih merata dengan diameter yang lebih kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. *Microcellular Carbon/Graphite Foams & Microcellular Carbon/Carbon Composites.* http://www.wrightmat.com/prod02.htm. [diakses 19 Juni 2010]
- Chen J, Li Y, Ma Y, Qin Y, Chang L. Formation of bamboo-shaped carbon filaments and dependence of their morphology on catalyst composition and reaction conditions. Carbon 2001;39:1467-1475.
- Chen J, Li Y, Li Z, Zhang X. Production of Cox-free hydrogen and nanocarbon by direct decomposition of undiluted methane on Ni-Cu-alumina catalysts. Applied Catalysis A 2004;269:179-186.
- Chinthaginjala J K, Seshan K, Lefferts L. Preparation and Application of Carbon-Nanofiber Based Microstrustured Materials as Catalyst Supports. 2007.
- Cordier A, Flahaut E, Viazzi C, Laurent C, Peigney A. Insitu CCVD Synthesis of Carbon Nanotubes within a Commercial Ceramic Foam. 2005.
- Daenan M, de Fouw RD, Hamers B, Janssen PGA, Schouteden K, Veld MAJ. Woundrous World of Carbon Nanotubes. Eindhoven University of Technology; 2003.
- Ermakova MA, Ermakov DY, Kushinov GG, Plyasova LM: New nickel catalyst for the formation of the filamentous carbon in the reaction of methane decomposition. Journal of Catalysis 1999;187:77-84.
- Ermakova MA, Ermakov DY; Chuvilin AL, Kushinov GG. Decomposition of methane over iron catalysts at the range of moderate temperatures: the influence of structure of the catalystic systems and the reaction conditions on the yield of carbon and morphology of carbon filaments. Journal of Catalysis 2001;201:183-197.
- Gullon IM, Vera J, Conesa JA, Gonzalez JL, Monino C. Diferrences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. Carbon 2006;xxx:xxx-xxx (Article in Press).
- Grujicic M, Cao G, Gersten B. An atomic-scale analysis of catalytically-assisted chemical vapor deposition of carbon nanotubes. Materials Science and Engineering 2002;B94:247-259.
- Hart, F. Preparation of Carbon Nano-fiber Washcoat on Porous Silica Foam as Structured Catalyst Support. Dayton : 2006.
- Hasan, F. Kapasitas Gas Hidrogen Menggunakan Nanotube Karbon Sebagai Adsorben. Skripsi, Departemen Teknik Kimia FTUI: 2009.
- He C, Zhao N, Shi C, Xiwen D, Li J. Carbon nanotubes and onions from methane decomposition using Ni/Al catalysts. Materials Chemistry and Physics 2006;97:109-115.
- Krause, C. 2000. ORNL's graphite foam may aid transportation. *Oak Ridge National Laboratory Review*, **33**:26-27.
- Kuznetzov VL. Mechanism of carbon filaments and nanotubes formation on metal catalysts. Bereskov Institute of Catalysis, Lavrentieva 5, Novosibirsk, 630090 Rusia.
- Li Y, Zhang XB, Tao XY, Xu JM, Huang WZ, Luo JH, Luo ZQ, Li T, Liu F, Bao Y, Geise HJ. Mass production of high-quality multi-walled carbon nanotube bundles on a Ni/Mo/MgO catalyst. Carbon 2005;43:295-301.
- Paramitha, S. Aplikasi Pengadukan Ultrasonik Dan Pemanasan Microwave Untuk Memurnikan Karbon Nanotube Yang Disintesis Dengan Metode Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Kimia FTUI: 2009.
- P.W.A.M. Wenmakers, J. van der Scraaf, B.F.M. Kuster, J.C. Schouten, 'Hairy Foam'': carbon nanofibers grown on solid carbon foam 18 (2008), 2426-2436.

- Richardson JT. Principle of catalyst development (Fundamental and applied catalysis). New York: Plenum Press, 1989.
- Ruoff RS, Qian D, Liu WK. Mechanical properties of carbon nanotubes: theoretical predictions and experimental measurements. CR Physique 2003;4:933-1008.
- Song L. Pengaruh keasaman katalis berbasis Ni-Cu terhadap kinerja reaksi dekomposisi katalitik metana menjadi hidrogen dan nanokarbon. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI; 2005.
- Sudibandriyo M, Purwanto W, PDK Praswasti. Hydrogen Adsorptive Storage Using Nanotube Carbon Adsorbent. ISFAChE 2010. Depok: 2010.
- Takehaka S, Ogihara H, Yamanaka I, Otsuka K. Decomposition of methane over supported-Ni catalysts: effects of the supports on the catalystic lifetime.
 Applied Catalysis A: General 2001;217:101-110.
- Touchstone Research Laboratory. Carbon fam from Touchstone Research Laboratory. http://www.cfoam.com [diakses tanggal 19 Juni 2010]
- Wijaya, F. Pengaruh Perlakuan Ultrasonik Pada Preparasi Katalis Ni/Cu/Al2o3
 Dengan Metode Kopresipitasi Terhadap Kualitas Karbon Nanotube Pada Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Kimia FTUI; 2008.
- Wulan PDK, Muharam Y, Puçwanto W. The Effect Of Reaction Time To The Quality Of Hydrogen And Carbon Nanotubes Produced Through Catalytic Decomposition Of Methane. ISSEEP. 2009.
- Yulianti, I. Perancangan Reaktor Katalis Terstruktur Untuk Produksi Karbon Nanotube Dan Hidrogen Melalui Proses Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Kimia FTUI; 2008.

Lampiran 1 : Hasil Uji BET

1.1 Carbon foam Awal



60

1.2 Carbon foam 2,5 jam

Date: 12/30/2010



Universitas Indonesia

Page 1

1.3 Carbon foam 5 jam



1.4 Carbon foam 7,5 jam



Lampiran 2 : Hasil Uji Adsorpsi

	Uncalibrated*	Calibrated			
Vvoid	16.4				H2
V dozing	23		71.76649204	MW	2.00
Dozing Temp	76.82	77.5		Ads.phase dens	0.998
Mass NTC	0.06			g/cm ³	
%moisture sample, mol H20	0	0.0000			
R, gas constant	669.9542893	(pst cm³)/ (mol °R)			
100.00	-	and the second	-		
Density Pump, mol/cc	0		56.10	Dead Pump Volume	
adsorpsi					
Sampling Press*	16.05	109.28	207.76	306.5	403.86
Calibrated	14.6	108.0	206.7	305.6	403.1
Initial P dozing	996.1	996.1	920.6	847.12	775.8
Final P dozing	996.1	920.6	847.12	775.8	706.4
Cal Final P dozing	996.9774521	921.468943	847.9686746	776.6176938	707.17685
Sampling Temp*	76.8	76.5	76.6	76.6	77.0
Calibrated	76.82	76.46	76.64	76.64	77.0
density _{cell} , (g/cm ³)	8.93E-05	6.07E-04	1.15E-03	1.69E-03	2.22E-03
Z dozing awal	1.025877E+00	1.025877E+00	1.023791E+00	1.021773E+00	1.02E+00
Z dozing final	1.025 <mark>877E+00</mark>	1.023791E+00	1.02177	1.01983	1.02E+00
Z _{cell}	1.00038	1.00264	1.00507	1.00755	1.01002
n _{inj}	0,00000	0.00460	0.00909	0.01346	0.01773
N _{unads}	0.00073	0.00498	0.00944	0.01389	0.01824
N _{solub}	0.0000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
n _{ads}	0.00000	-0.00038	-0.00035	-0.00042	-0.00051
n _{adsgibbs} (mmol/g _{dryeoal})	0.0000	5.4000	6.3000	7.0679	8.4302
Nabsolute (mmol/gdrycoal)	0.0000	5.4033	6.3073	7.0799	8.4491

2.1 Carbon foam Awal

	Uncalibrated*	Calibrated					
Vvoid	16.01				H2		
V dozing	23		67.58942486	MW	2.00		
Dozing Temp	77	77.5	Ads.phase dens		0.998		
Mass NTC	0.047			g/cm ³			
%moisture sample, mol H20	0	0.0000					
R, gas constant	669.9542893	(psi cm ³)/ (mol °R)					
Density Pump, mol/cc	0	1999	56.10	Dead Pump Volume			
adsorpsi							
Sampling Press*	16.05	105.87	20 <mark>2.3</mark>	309.6	411.7	50 <mark>1.5</mark>	571.2
Calibrated	14.6	104.6	201.2	308.7	411.0	500.9	570.7
Initial P dozing	1014.5	1014.5	943.3	878.4	783.9	69 <mark>8.9</mark>	625.9
Final P dozing	1014.5	943.3	878.4	783.9	69 <mark>8.9</mark>	62 <mark>5.9</mark>	570.5
Cal Final P dozing	1015.377634	944.1728138	879.2587482	784.7217731	699.67181	626.61627	571.16633
Sampling Temp*	77.0	77.9	78.3	78.3	78.1	78.1	78.1
Calibrated	77.00	77.90	78.26	78.26	78.1	78 <mark>.1</mark>	78.1
density _{cell} , (g/cm³)	8.92E-05	5.86E-04	1.12E-03	1.71E-03	2.26E-03	2.75 E-03	3.13E-03
Z dozing awal	1.026388E+00	1.026388E+00	1.024403E+00	1.022616E+00	1.02E+00	1.02 <mark>E+00</mark>	1.02E+00
Z dozing final	1.026388E+00	1.024403E+00	1.02262	1.02004	1.02E+00	1.01 <mark>581</mark>	1.01435
Z _{cell}	1.00038	1.00256	1.00494	1.00762	1.01022	1.01 <mark>255</mark>	1.01437
n _{inj}	0.00000	0.00432	0.00826	0.01404	_0.01926	0.02376	0.02719
n _{unads}	0.00071	0.004 <u>6</u> 9	0.00894	0.01365	0.01811	0.02201	0.02502
n _{solub}	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
n _{ads}	0.00000	-0.00038	-0.00068	0.00039	0.00115	0.00175	0.00217
n _{adsgibbs} (mmol/g _{drycoal})	0.0000	8.0400	14.4440	20.0000	24.4567	37.3 <mark>146</mark>	46.1679
nabsolute (mmol/gdrycoal)	0.0000	8.0447	14.4602	20.0342	24.5123	37.4 <mark>177</mark>	46.3130

2.2 Carbon foam 2,5 Jam

(9)

2.3 Carbon foam 5 jam

	Uncalibrated*	Calibrated				
Vvoid	17.65				H2	
V dozing	23		65.97553344	MW	2.00	
Dozing Temp	75.56	77.5		Ads.phase dens	0.998	
Mass NTC	0.07			g/cm ³		
%moisture sample, mol H20	0	0.0000				
R, gas constant	669.9542893	(psi cm³)/ (mol °R)				
				Dood Rump		
Density Pump, mol/cc	0		56.10	Volume		
adsorpsi				1000.ec		
Sampling Press*	16.05	1 <u>04.</u> 2	203.94	302.43	407.17	589.16
Calibrated	14.6	102.9	202.9	301.5	406.4	588.7
Initial P dozing	1014.8	101 <mark>4.</mark> 8	945.3	871 <mark>.</mark> 2	800.8	723.4
Final P dozing	1014.8	945.3	871.2	800.8	723.4	595
Cal Final P dozing	1015.677631	946.1731008	872,0566193	801.6298216	724.18783	595.68924
Sampling Temp*	75.6	75.6	75.7	75.9	75.7	78.1
Calibrated	75.56	75.60	75.74	75.92	75.7	78.1
density _{cell} , (g/cm³)	8.95E-05	5.80E-04	1.13E-03	1.67E-03	2.25E-03	3.22E-03
Z dozing awal	1.026412E+00	1.026412E+00	1.024481E+00	1.022439E+00	1.02E+0 <mark>0</mark>	1.02E+00
Z dozing final	1.026412E+00	1.024481E+00	1.02244	1.02052	1.02E+0 <mark>0</mark>	1.01500
Z _{cell}	1.00038	1.00252	1.00498	1.00744	1 <mark>.0101</mark> 1	1.01484
n _{inj}	0.00000	0.00423	0.00876	0.01308	0.01785	0.02577
n _{unads}	0.00079	0.00512	0. 0099 9	0.01 477	0.01984	0.02844
n _{solub}	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
n _{ads}	0.00000	-0.00088	-0.00122	-0.00169	-0.0019 9	-0.00267
n _{adsgibbs} (mmol/g _{drycoal})	0.0000	12.6311	17.4983	24.0990	28.389 <mark>2</mark>	38.1267
n _{absolute} (mmol/g _{drycoal)}	0.0000	12.6384	17.5182	24.1395	28.453 <mark>2</mark>	38.2502



Uncalibrated* Calibrated 15.47 Vvoid H2 MW 2.00 V dozing 23 89.28120454 **Dozing Temp** 77 77.5 Ads.phase dens 0.998 0.045 g/cm³ Mass NTC %moisture sample, 0.0000 mol H20 0 (psi cm³)/ (mol 669.9542893 °R) R, gas constant Dead Pump Density Pump, mol/cc Volume 0 56.10 adsorpsi Sampling Press* 16.05 132.3 237.1 441.4 507.<mark>15</mark> 589.3 13**1.1** Calibrated 14.6 236.1 440.7 506.**6** 588.8 Initial P dozing 1018.8 1018.8 924.8 846.6 698<mark>.1</mark> 650.6 Final P dozing 1018.8 924.8 846.6 698.1 590.59 650<mark>.6</mark> Cal Final P dozing 925.6697443 847.4484891 698.8712628 1019.67757 651.33**637** 591.27521 76.8 Sampling Temp* 77.0 76.8 76.1 75.**7** 75.6 76.82 Calibrated. 77.00 76.82 76.06 75.<mark>7</mark> 75.6 density_{cell}, (g/cm³) 8.92E-05 7.34E-04 1.31E-03 2.43E-03 2.79E-03 3.24E-03 1.026507E+00 1.023903E+00 1.021758E+00 1.02E+00 Z dozing awal 1.0265<u>07E+00</u> 1.02E<mark>+00</mark> Z dozing final 1.026507E+00 1.023903E+00 1.02176 1.01775 1.02E+00 1.01489 1.00038 1.00321 Z_{cell} 1.00580 1.01099 1.01270 1.01485 0.00000 0.01049 0.01963 0.00571 0.02257 0.02630 n_{inj} 0.00568 0.01015 0.01882 0.02160 0.02505 0.00069 n_{unads} 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 n_{solub} 0.00000 0.00004 0.00034 0.00081 0.00097 0.00125 n_{ads} 0.0000 0.8242 18.0446 21.6395 27.7441 n_{ads} _{gibbs} (mmol/g 7.627 0.0000 0.8248 21.7002 27.8344 n_{absolute} (mmol/g_c 7.6376 18.0887

2.4 Carbon foam 7,5 jam



Lampiran 3 : Perhitungan Uji Adsorspi