

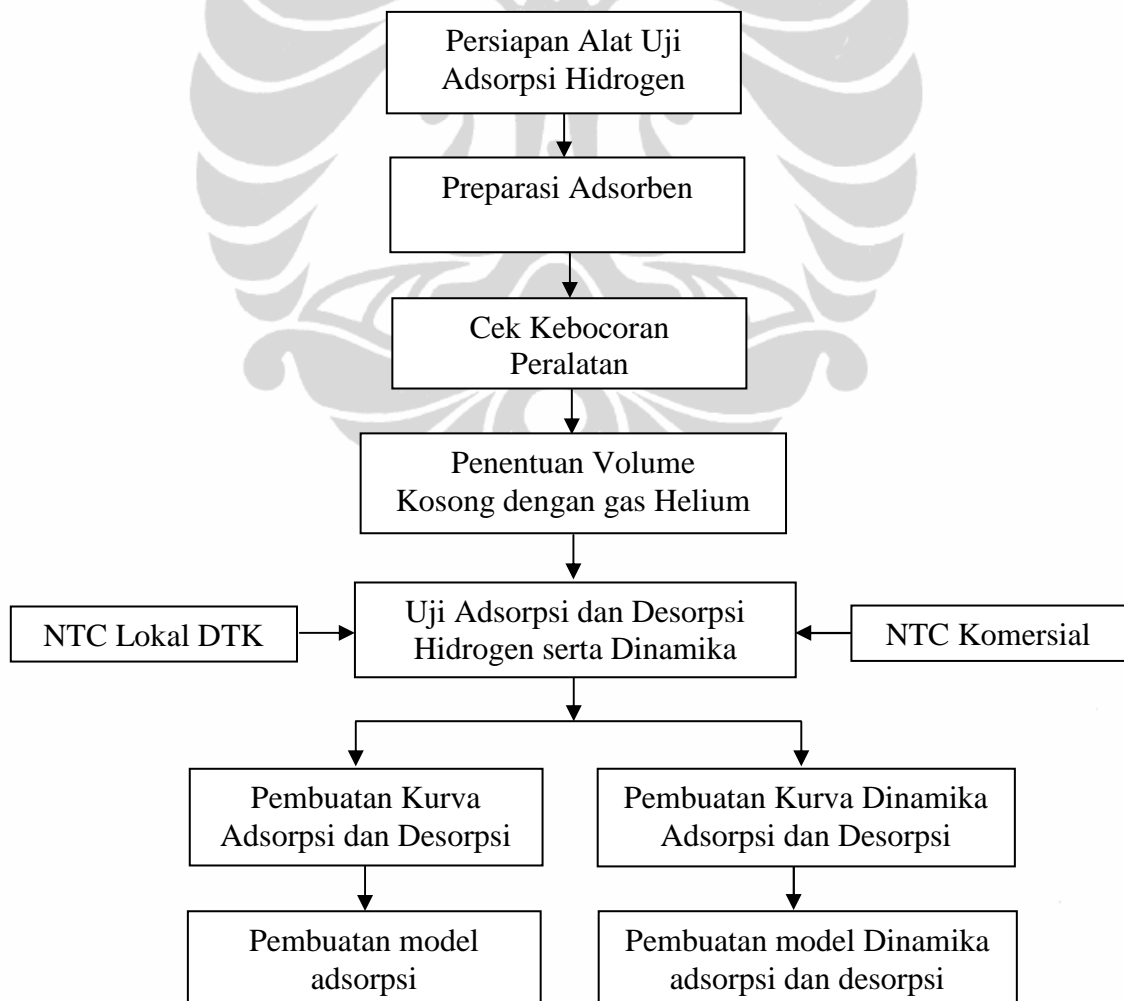
### BAB 3

## METODOLOGI PENELITIAN

Dalam bab ini akan dibahas diagram alir proses penelitian, peralatan dan bahan yang digunakan dan prosedur penelitian. Penelitian dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam (RPKA), Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan seperti diagram alir proses yang dapat dilihat pada gambar di bawah ini. Untuk langkah-langkah yang lebih jelas dan lebih detail dapat dilihat pada bagian prosedur penelitian.



**Gambar 3.1.** Diagram Alir Penelitian

## 3.2 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu persiapan alat uji adsorpsi hidrogen dan bahan uji, cek kebocoran alat uji, prosedur pengujian dan permodelan adsorpsi dan desorpsi hidrogen serta dinamikanya.

### 3.2.1 Persiapan Alat dan Bahan

#### 3.2.1.1 Alat

1. *Dozing cylinder*.
2. *Sampling cylinder*
3. *Data acquisition (Advantech USB 4718)*
4. *Pressure transducer (Omegadyne)*
5. *Power Suply Regulator*
6. *PC (Personal Computer)*
7. *Needle valve*
8. Lampu pijar 100 watt
9. *Termocouple*
10. Timbangan analitik.

#### 3.2.1.2 Bahan

1. MWNTC Produksi Lokal (Departemen Teknik Kimia)
2. MWNTC Komersial (Timesnano)
3. *Glass Woll (Merck)*
4. Gas Helium *High Purity (99,995 %)*
5. Gas Hidrogen *High Purity (99,995 %)*

### 3.2.2 Persiapan Alat Uji Adsorpsi Hidrogen

Alat uji adsorpsi hidrogen yang akan dipakai dalam penelitian ini merupakan modifikasi dari peralatan uji adsorpsi yang ada di Laboratorium Teknologi Energi Berkelanjutan Departemen Teknik Kimia. Rangkaian alat uji adsorpsi hidrogen tersusun sebagai berikut :

1. *Dozing Cylinder*

*Dozing cylinder* dibuat berukuran mini dimana volumenya kira-kira dua kali dari volume tabung penyimpanan hidrogen (atau disebut *sampling cylinder*). Silinder ini terbuat dari pipa *stainlees steel* ¼ inch dengan panjang 50 cm

Universitas Indonesia

dan dihubungkan dengan tabung gas bertekanan, *pressure transducer* dan tabung penyimpan hidrogen melalui pipa *stainless steel* 1/8 inch. Pada masing-masing sambungan *dozing cylinder* dengan gas bertekanan dan tabung penyimpan hidrogen dipasang *needle valve* untuk menutup dan membuka aliran gas yang masuk maupun keluar. *Dozing cylinder* digunakan untuk mengetahui jumlah gas hidrogen yang diinjeksikan atau yang dilepaskan ke atau dari dalam *sampling cylinder*.

Setelah rangkaian alat *dozing cylinder* terpasang, maka selanjutnya dilakukan penentuan volume aktual rangkaian ini dengan cara mengukur volume air yang dibutuhkan untuk memenuhi seluruh ruang dalam rangkaian alat *dozing cylinder*.

## 2. *Sampling Cylinder*

Pada percobaan ini, *sampling cylinder* dibuat berukuran mini untuk kapasitas NTC sebanyak  $\pm 2$  gram. Bahan silinder ini terbuat dari pipa *stainlees steel* 1/4 inch dengan panjang 24 cm. silinder ini dihubungkan dengan *Dozing cylinder* dan *pressure transducer* pada ujung depan dan selang buangan gas pada ujung belakang.



**Gambar 3.2** *Sampling Cylinder*

## 3. *Pressure Transducer*

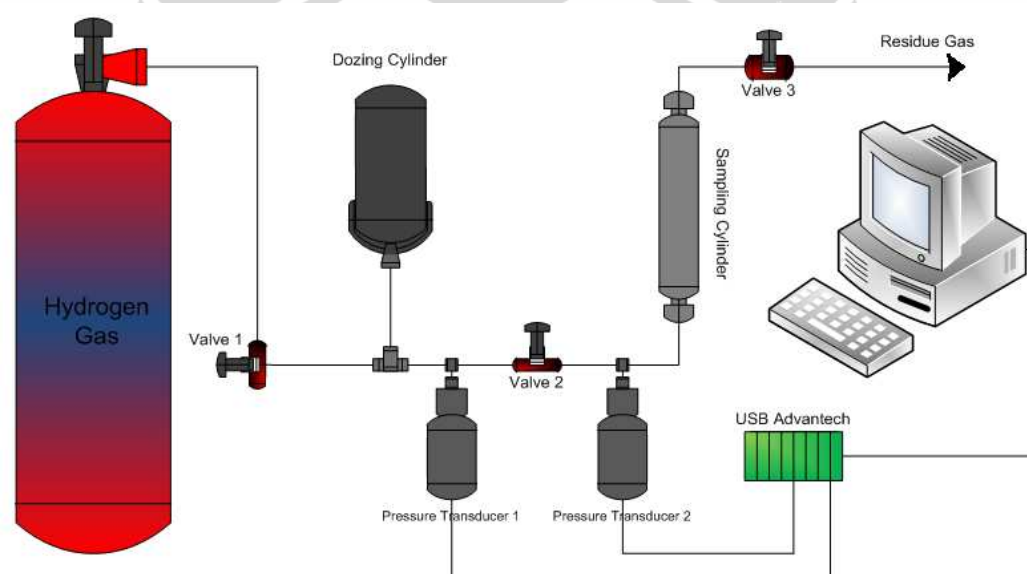
Dua buah *pressure transducer* dihubungkan dengan *dozing cylinder* dan *sampling cylinder* melalui pipa *stainlees steel* 1/8 inch untuk mengetahui tekanan gas pada masing-masing silinder. *Pressure transducer* juga dihubungkan dengan power suply regulator dan *data acquisition* yang masing-masing terhubung melalui dua buah kabel positif-negatif. Kedua *pressure transducer* yang digunakan sebelumnya telah dikalibrasi pada

**Universitas Indonesia**

interval tekanan 14,7 sampai 1014,7 psia dengan voltase input dari power supply diatur sebesar 10 volt. Hasil kalibrasi ini didapat persamaan garis linier antara tekanan terhadap milivolt yang dihasilkan dari sinyal output *pressure transducer*.

#### 4. Data Acquisition

Alat mirip multimeter ini dihubungkan dengan dua buah *pressure transducer* dan komputer berturut-turut melalui dua buah kabel positif-negatif dan satu kabel USB. Sinyal listrik keluaran dari *pressure transducer* dideteksi oleh data acquisition dan nilainya dibaca melalui program Adam View berupa milivolt di komputer. Dengan memasukkan besar milivolt yang dihasilkan ke dalam persamaan garis linier antara tekanan terhadap voltase, maka besar tekanan baik pada *dozing cylinder* maupun *sampling cylinder* dapat diketahui nilainya.



**Gambar 3.3** Skema Alat untuk Uji Adsorpsi Hidrogen

### 3.2.3 Persiapan Nanotube Karbon

Bahan nanotube karbon yang digunakan adalah produk dari penelitian sebelumnya yang dilakukan di Departemen Teknik Kimia dan NTC komersial dari *Chinese Academy of Sciences*. Kedua bahan ini ditimbang kira-kira 2 gram,

lalu masing-masing dimasukkan ke silinder pengujian untuk kemudian diuji kemampuan adsorpsi gas hidrogennya serta diamati perilaku dinamis adsorpsi dan desorpsinya. Sebelum bahan-bahan tersebut diuji, dipanaskan terlebih dahulu pada temperatur 50°C dan kondisi vakum selama 5 jam untuk menghilangkan uap air kesetimbangan yang mungkin terperangkap dalam bahan.

### 3.2.4 Cek Kebocoran Peralatan

Setelah semua rangkaian alat uji penyimpanan hidrogen tersusun dengan benar dan nanotube karbon telah siap dipreparasi, maka selanjutnya dilakukan uji kebocoran peralatan untuk mengetahui kesiapan dan kualitas alat uji dalam pengujian adsorpsi yang akan dilakukan. Pada uji ini, gas helium diinjeksikan ke dalam rangkaian alat uji penyimpanan hidrogen sampai tekanan kira-kira 950 psia. Lalu diamati kestabilan tekanan pada *dozing cylinder* dan *sampling cylinder*.

### 3.2.5 Pengujian Adsorpsi Hidrogen

Pada analisis ini adsorbat yang dipakai adalah gas hidrogen. Prosedur penelitiannya adalah sebagai berikut [36] :

#### 1. Kalibrasi volume void *Sampling Cylinder*

Pada *sampling cylinder* terdapat nanotube karbon sebagai adsorben dengan massa karbon yang dimasukan sekitar 2 gram. Volume void dari *Sampling Cylinder* adalah volume total dari ruang kosong yang terdapat pada *Sampling Cylinder*.

$$V_{\text{void}} = V_{\text{SC}} - V_{\text{ruang yang terisi NTC}} + V_{\text{pori-pori NTC}} \quad (3.1)$$

Prosedur pencarian volume void dari *Sampling Cylinder* adalah sebagai berikut:

- a) Mengisi *dozing cylinder* dengan gas He sampai penuh dengan cara membuka valve V-1 dan mengalirkannya gas He ke dalam alat tersebut. Sementara itu, valve V-2 dalam keadaan tertutup dan semua pompa vakum dalam keadaan mati. Valve V-1 ditutup ketika *dozing cylinder* terisi penuh. Setelah itu, mencatat temperatur ( $T_i$ ) dan tekanan ( $P_i$ )  $H_2$  di *dozing cylinder*. Dengan data ini, maka kita bisa mengetahui jumlah mol He yang terdapat pada *dozing cylinder* menurut persamaan berikut ini:

$$n = \frac{P_i V_{\text{dozing cylinder}}}{Z_{\text{He}i} RT_i} \quad (3.2)$$

Pada prosedur ini  $V_{\text{dozing cylinder}} = V_{\text{He}}$

- b) Membuka valve V-2 dan mengalirkan gas He tersebut ke dalam *Sampling Cylinder*. Ketika semua gas He telah masuk ke dalam *Sampling Cylinder*, valve V-2 ditutup serta mencatat temperatur ( $T_f$ ) dan tekanan ( $P_f$ ) dari *Dozing Cylinder*. Dengan data ini, maka kita akan dapat mengetahui jumlah mol ( $n_i$ ) dari gas He yang dimasukkan ke *Sampling Cylinder* dengan persamaan:

$$n = \left( \frac{P_i}{Z_{\text{He}i} RT_i} - \frac{P_f}{Z_{\text{He}f} RT_f} \right) V_{\text{dozing cylinder}} \quad (3.3)$$

- c) Mencari volume void dari *sampling cylinder*. Data yang sudah diketahui adalah temperatur *sampling Cylinder* ( $T_f$ ), tekanan *sampling cylinder* ( $P_f$ )

$$V_{\text{void}} = \frac{n_i Z_{\text{He}} RT_f}{P_f} \quad (3.4)$$

- d) Mengeluarkan gas He dari *sampling cylinder* dengan menyalakan pompa vakum.

## 2. Adsorpsi Gas Hidrogen

- a) Mengisi *dozing cylinder* dengan gas hidrogen dengan membuka valve V-1 dan mengalirkannya ke *dozing cylinder* sampai tekanan yang diinginkan. Setelah tekanan tercapai, valve V-1 ditutup dan mencatat temperatur ( $T_i$ ) dan tekanan ( $P_i$ )  $H_2$  di *dozing cylinder*.
- b) Mengalirkan gas hidrogen ke *sampling cylinder* dengan membuka valve V-2. Ketika semua gas  $H_2$  telah masuk ke dalam *sampling cylinder*, menutup valve V-2 dengan cepat serta mencatat temperatur ( $T_f$ ) dan tekanan ( $P_f$ )  $H_2$  pada *sampling cylinder* setelah mencapai kesetimbangan.
- c) Mencari jumlah mol zat yang teradsorpsi dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$n_{H_2 \text{ teradsorp}} = n_{H_2, i} - n_{H_2 \text{ tidak teradsorp}}$$

$$n_{H_2 \text{ teradsorp}} = \left[ \left( \frac{P_i}{Z_{H_2, i} RT_i} - \frac{P_f}{Z_{H_2, f} RT_f} \right) V_{\text{dozing cylinder}} \right] - \left[ \frac{P_f V_{\text{void}}}{Z_{H_2, f} RT_f} \right] \quad (3.5)$$

- d) Menentukan jumlah gas hidrogen teradsorpsi pada NTC dalam bentuk % excess adsorpsi dan % kapasitas penyimpanan :

$$\% \text{ excess adsorpsi} = \frac{m_{H_2 \text{ teradsorpsi}}}{m_{H_2 \text{ teradsorpsi}} + m_{NTC}} \times 100\% \quad (3.6)$$

$$\% \text{ kapasitas penyimpanan} = \frac{m_{H_2 \text{ total}}}{m_{H_2 \text{ total}} + m_{NTC}} \times 100\% \quad (3.7)$$

Prosedur di atas dilakukan untuk masing-masing nanotube karbon sampai diperoleh kurva adsorpsi isothermal dengan tekanan 0-1000 Psia.

### 3.2.6 Pengujian Desorpsi Hidrogen

Pada analisis ini tekanan adsorpsi tertinggi pada *sampling cylinder* merupakan tekanan awal proses desorpsi gas hidrogen. Prosedur penelitiannya adalah sebagai berikut:

- Menurunkan tekanan *dozing cylinder* dengan membuka valve V-1 dan mengalirkannya ke *residue gas*. Setelah tekanan pada *dozing* sekitar 1 Mpa, valve V-1 ditutup dan mencatat tekanan H<sub>2</sub> di *dozing cylinder*.
- Mengalirkan gas hidrogen dari *sampling cylinder* ke *dozing cylinder* dengan membuka valve V-2. Ketika semua gas H<sub>2</sub> telah masuk ke dalam *dozing cylinder*, menutup valve V-2 serta mencatat temperatur dan tekanan H<sub>2</sub> pada *dozing* dan *sampling cylinder*.

Prosedur di atas dilakukan untuk setiap produk kondisi nanotube karbon (curah dan pelet) sampai diperoleh kurva adsorpsi isothermal dengan penurunan tekanan 1000 Psia sampai pada tekanan 100 Psia.

### 3.2.7 Pembuatan Kurva Adsorpsi dan Desorpsi

Kurva adsorpsi hidrogen pada nanotube karbon dibuat dengan cara menghubungkan jumlah mol hidrogen yang teradsorp (didapat dari persamaan 3.5) per gram nanotube karbon terhadap tekanan silinder penyimpanan hidrogen yaitu 0 sampai 1000 Psia. Sedangkan kurva desorpsi hidrogen pada nanotube karbon dibuat dengan cara menghubungkan jumlah mol hidrogen yang masih teradsorpsi per gram nanotube karbon (setelah dilakukan proses desorpsi) terhadap tekanan silinder penyimpanan hidrogen.

### 3.2.8 Pembuatan Kurva Dinamika Adsorpsi dan Desorpsi

Untuk membuat kurva dinamika adsorpsi dan desorpsi, mula-mula dilakukan pembuatan profil tekanan adsorpsi dan desorpsi terhadap waktu terlebih dahulu seperti Gambar 2.4. Hal ini ditujukan untuk mengetahui tekanan awal ( $P_0$ ) dimulainya proses adsorpsi atau desorpsi dan tekanan akhir ( $P_f$ ) dimana telah tercapai kesetimbangan adsorpsi atau desorpsi.

Kemudian kurva dinamika adsorpsi hidrogen pada nanotube karbon dibuat dengan cara menghubungkan antara jumlah mol hidrogen yang teradsorpsi per gram nanotube karbon dari tekanan inisial sampai tekanan final adsorpsi terhadap waktu. Sedangkan kurva dinamika desorpsi hidrogen pada nanotube karbon dibuat dengan cara menghubungkan antara jumlah mol hidrogen yang masih teradsorpsi per gram nanotube karbon dari tekanan inisial sampai tekanan final desorpsi terhadap waktu.

### 3.2.9 Pembuatan Model Adsorpsi

Model adsorpsi gas hidrogen pada nanotube karbon yang digunakan dalam penelitian ini adalah model adsorpsi Langmuir. Pengolahan data dalam membuat model ini menggunakan program microsoft excel. Adapun langkah-langkah dalam menentukan konstanta model adsorpsi langmuir sebagai berikut :

1. Menentukan jumlah mol adsorpsi gibbs ( $n_{\text{adsgibbs}}$ ) pada setiap tekanan adsorpsi dengan memasukkan harga coba-coba konstanta  $b$  dan kapasitas adsorpsi maksimum ( $n_{\text{maks}}$ ) ke dalam persamaan berikut :

$$n_{\text{ads}}^{\text{abs}} = n_{\text{maks}} \frac{bP}{1 + bP} \quad (3.8)$$

2. Menentukan % AAD (*absolute average deviation*) dari jumlah mol adsorpsi gibbs yang didapat dari persamaan model di atas ( $n_{\text{model}}$ ) dengan jumlah mol adsorpsi gibbs dari data eksperimen ( $n_{\text{eksp}}$ ). Persamaannya sebagai berikut :

$$\% \text{AAD} = \frac{\sum_i^N \left| \frac{n_{\text{eksp}} - n_{\text{model}}}{n_{\text{eksp}}} \right| \times 100}{N} \quad (3.9)$$



3. Dengan bantuan goal sheek, dilakukan minimalisasi nilai % AAD dengan merubah konstanta  $b$  dan  $n_{maks}$  sehingga didapat jumlah mol adsorpsi gibbs dari model yang sama dengan jumlah mol adsorpsi gibbs dari eksperimen.

### 3.2.10 Pembuatan Model Dinamika Adsorpsi dan Desorpsi

Model yang digunakan dalam menggambarkan dinamika adsorpsi dan desorpsi gas hidrogen pada nanotube karbon mengikuti model yang digunakan oleh Gasem dan Robinson dalam menggambarkan adsorpsi gas pada sampel batubara dan dibuat dengan bantuan program microsoft excecel. Adapun langkah-langkah dalam pembuatan model dinamika adsorpsi dan desorpsinya adalah sebagai berikut [20]:

1. Menentukan nilai fraksi teradsorpsi ( $\theta$ ) dari tekanan inisial sampai tekanan final adsorpsi atau desorpsi dengan memasukkan sembarang harga konstanta  $\beta$ ,  $a$ ,  $b$ , dan  $c$ .

$$\theta = \frac{\beta_t (ap^2 + bp + 0.5)c}{1 + \beta_t (ap^2 + bp + 0.5)c} \quad (3.10)$$

2. Menentukan jumlah mol hidrogen teradsorpsi model ( $n_t$  model) dari tekanan inisial sampai tekanan final adsorpsi atau desorpsi dengan memasukkan nilai fraksi teradsorpsi di atas pada persamaan berikut :

$$n_t \text{ model} = \theta(n_f - n_i) + n_i \quad (3.11)$$

Dimana  $n_i$  adalah jumlah mol hidrogen pada tekanan inisial sedangkan  $n_f$  adalah jumlah mol hidrogen pada tekanan final

3. Menentukan % AAD dari jumlah mol hidrogen teradsorpsi model ( $n_t$  model) dengan jumlah mol hidrogen teradsorpsi eksperimen ( $n_t$  eksp) dari tekanan inisial sampai tekanan final adsorpsi atau desorpsi.
4. Dengan bantuan goal sheek, dilakukan minimalisasi nilai % AAD dengan merubah konstanta  $\beta$ ,  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  sehingga didapat  $n_t$  model yang sama dengan  $n_t$  eksp.