



UNIVERSITAS INDONESIA

**PERLAKUAN MEKANOKIMIA BASAH PADA KARBON
AKTIF BATUBARA UNTUK MEDIA PENYIMPANAN
HIDROGEN**

SKRIPSI

**MIA DINIATI
0806331720**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI METALURGI DAN MATERIAL**

**DEPOK
JANUARI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PERLAKUAN MEKANOKIMIA BASAH PADA KARBON
AKTIF BATUBARA UNTUK MEDIA PENYIMPANAN
HIDROGEN**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

**MIA DINIATI
0806331720**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI METALURGI DAN MATERIAL**

**DEPOK
JANUARI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Mia Diniati
NPM : 0806331720
Tanda Tangan : 
Tanggal : 18 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Mia Diniati
NPM : 0806331720
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : **Perlakuan Mekanokimia Basah pada Karbon Aktif Batubara untuk Media Penyimpanan Hidrogen**

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr.Ir. Sri Harjanto

Penguji : Ir. Yunita Sadeli M.Sc

Penguji : Dr.-Ing. Ir. Nasruddin M.Eng

Penguji : Dr. Awaludin Martin

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 18 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan kepada Allah SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya, kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi dengan judul “Perlakuan Mekanokimia Basah pada Karbon Aktif Batubara untuk Media Penyimpanan Hidrogen” yang dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Jurusan Teknik Metalurgi dan Material pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan, dukungan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr.Ir. Sri Harjanto selaku dosen pembimbing atas bimbingan, waktu dan bantuannya kepada saya selama penyusunan skripsi ini.
2. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan dukungan, nasehat, semangat dan doa selama penulis melakukan penyusunan skripsi ini.
3. Latifa Nuraini N, Tryatmaja Matari, Stefano Widy Y, dan teman – teman metalurgi 2008 atas dukungan, perhatian dan bantuan yang telah diberikan kepada saya; serta
4. Yudha Pratesa atas dukungan, bimbingan dan bantuan yang telah diberikan.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi seluruh pihak dan membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, Januari 2012

Penulis

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

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

Nama : Mia Diniati
NPM : 0806331720
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Teknik Metalurgi dan Material
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 :

**PERLAKUAN MEKANOKIMIA BASAH PADA KARBON AKTIF
BATUBARA UNTUK MEDIA PENYIMPANAN HIDROGEN**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Januari 2012

Yang menyatakan



(Mia Diniati)

ABSTRAK

Nama : Mia Diniati
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul : **Perlakuan Mekanokimia Basah pada Karbon Aktif Batubara untuk Media Penyimpanan Hidrogen**

Karbon aktif dari batubara bituminus dengan ukuran submikrometer dan nanometer dikembangkan untuk material penyimpan hidrogen. Pada penelitian ini dilakukan peningkatan keefektifan proses mekanokimia pada sampel karbon aktif batubara dengan menggunakan penggilingan mekanik *planetary ball mill* dengan rasio karbon dan KOH sebesar 1:1 dan aktivasi termal tidak perlu dilakukan. Karbon aktif hasil proses mekanokimia dibuat dalam bentuk pelet dengan penambahan pengikat yang mengandung fruktosa, sukrosa dan oligo dengan cara kompaksi. Hasil proses penggilingan mekanik didapatkan karbon aktif batubara dengan ukuran 414,7 nm dimana mengalami peningkatan sebesar 98,9%. Peningkatan keefektifan dari material penyimpan hidrogen dapat dilihat dari meningkatnya kapasitas adsorpsi hidrogen dimana pada suhu -5 °C terjadi peningkatan sebesar ±386,5 kali dan pada suhu 25 °C terjadi peningkatan sebesar ±398,6 kali dibandingkan dengan sampel sebelum dilakukan perlakuan mekanokimia.

Kata kunci:

Penggilingan Mekanik, Proses Mekanokimia, Peletisasi, Batubara Bituminous

ABSTRACT

Name : Mia Diniati
Study Program : Metallurgy and Material Engineering
Title : **Wet Mechanochemical Treatment on Coal-Based Activated Carbon for Hydrogen Storage**

Activated carbon from bituminous coal with submicrometer and nanometer size was developed for hydrogen storage materials. The purpose of this research is to increase the effectiveness of mechanochemical process on coal-based activated carbon sample used a planetary ball mill with ratio of carbon and KOH 1:1 and thermal activation process is not necessary. Activated carbon results from mechanochemical process will be made in the form of pellets with the addition of binder which is containing fructose, sucrose and oligo of by compacting. After mechanical milling process coal activated carbon obtained by the size of 414.7 nm which increased by 98.9%. Increasing the effectiveness of the hydrogen storage material can be seen from the increased capacity of adsorption of hydrogen at a temperature of -5 °C where there was an increase of ± 386.48 times and at a temperature of -25 °C there was an increase of ± 398.56 times compared with the untreated sample.

Keywords:

Mechanical Milling, Mechanochemical Process, Pelletizing, Bituminous Coal

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	7
1.3 Ruang Lingkup.....	7
1.4 Hipotesis.....	8
II. TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1 Karbon Aktif.....	9
2.2 Struktur Atom Karbon.....	12
2.3 Mekanisme Adsorpsi.....	13
2.4 Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi.....	18
2.4.1 Proses Aktivasi.....	18
2.4.2 Proses Mekanokimia.....	24
2.4.3 Pembentukan Pelet Karbon Aktif.....	27
2.5 Metode Pengujian Adsorpsi.....	28
III. METODOLOGI PENELITIAN	30
3.1 Diagram Alir.....	30
3.2 Bahan.....	31
3.2.1 Material Baku.....	31
3.2.2 Perlakuan Mekanokimia.....	31
3.3 Preparasi Sampel.....	32
3.4 Proses Mekanokimia dengan <i>Planetary Ball Milling</i> (PBM).....	32
3.5 Pencucian dan Pengeringan.....	33
3.6 Pembuatan Pelet.....	33
3.7 Karakterisasi Sampel.....	34
3.7.1 Analisis Material Dasar dengan Pengujian Kadar Tetap Karbon.....	34
3.7.2 Analisis Ukuran Partikel dengan <i>Particle Size Analysis</i> (PSA).....	34
3.7.3 Pengukuran Luas Permukaan Partikel dengan Menggunakan Uji Brunner Emmet Teller (BET).....	35
3.7.4 Karakteristik Analisis Kristalinitas Struktur Permukaan Karbon Aktif dengan <i>X- Ray Diffraction</i> (XRD).....	36

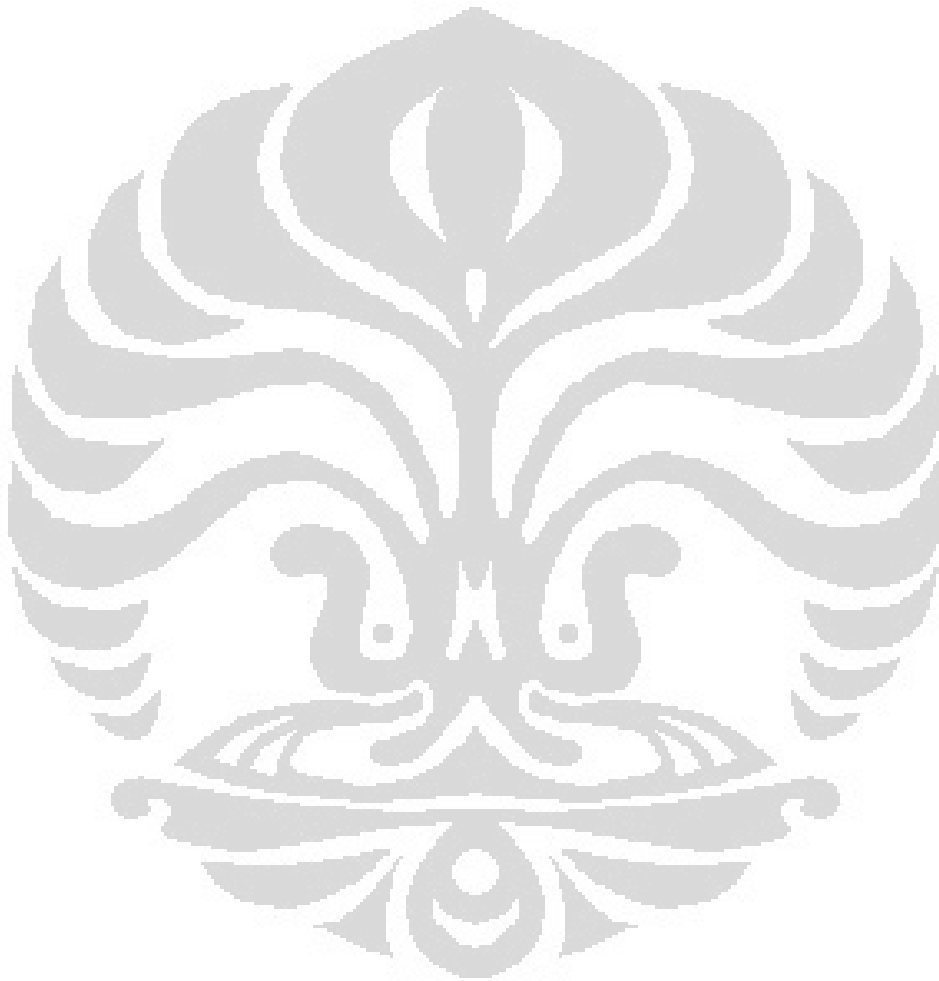
3.7.5 Karakteristik Analisis Morfologi Permukaan Karbon Aktif dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	38
3.7.6 Kapasitas Penyimpanan Hidrogen dengan Uji Adsorpsi Volumetrik.....	41
IV. HASIL DAN DISKUSI	43
4.1 Analisis Material Dasar dengan Pengujian Kadar Tetap Karbon	43
4.2 Distribusi Ukuran Partikel dengan <i>Particle Size Analysis</i> (PSA).....	44
4.3 Pengukuran Luas Permukaan Partikel, Diameter Pori, dan Volume Pori dengan Menggunakan Uji Brunner Emmet Teller (BET).....	45
4.4 Karakteristik Analisis Kristalinitas Struktur Permukaan Karbon Aktif dengan <i>X-Ray Diffraction</i>	49
4.5 Karakteristik Analisis Morfologi Permukaan Karbon Aktif dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	52
4.6 Kapasitas Penyimpanan Hidrogen dengan Uji Adsorpsi Volumetrik	54
V. KESIMPULAN.....	58
DAFTAR REFERENSI	60



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Skema <i>fuel cell</i>	2
Gambar 1.2	<i>Gas storage</i>	3
Gambar 1.3	<i>Liquid storage</i>	3
Gambar 1.4	Proses penyerapan hidrogen pada metal hidrida	4
Gambar 1.5	Kapasitas penyimpanan hidrogen pada beberapa material karbon dengan struktur nano pada suhu ruang dan tekanan hidrogen hingga 85 bar	5
Gambar 2.1	Distribusi ukuran pori untuk karbon aktif, gel silika, alumina aktif, dua molecular sieve carbon (MSC) dan zeolite	10
Gambar 2.2	Struktur atom karbon berbentuk grafit	12
Gambar 2.3	Struktur atom karbon berbentuk amorf	12
Gambar 2.4	Ilustrasi skematik pori pada karbon.....	14
Gambar 2.5	Mekanisme adsorpsi dengan karbon sebagai adsorben	15
Gambar 2.6	Ilustrasi kapasitas daerah pori.....	16
Gambar 2.7	Pengaruh (a) tekanan (b) temperatur pada adsorpsi hidrogen	17
Gambar 2.8	Aktivasi karbon yang dapat menyerap kimia dan gas	18
Gambar 2.9	BET <i>surface area</i> vs KOH/karbon	22
Gambar 2.10	Efek waktu terhadap hasil milling, semakin lama waktu maka mikrostruktur semakin homogen	25
Gambar 2.11	Tipe penggilingan untuk aktivasi mekanik (a) penggilingan bola (b) penggilingan planetari (c) penggilingan getaran (d) penggilingan bola <i>attritor</i> (e) <i>pinmill</i> (f) <i>rollingmill</i>	26
Gambar 2.12	Contoh skema diagram dari <i>Thermobalance Hiden IGA</i> (metode gravimetrik	28
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian.....	30
Gambar 3.2	<i>Planetary Ball Mill</i> seri NQM-4.....	32
Gambar 3.3	Kontainer baja yang digunakan <i>planetary ball mill</i>	33
Gambar 3.4	Pendekatan isoterm adsorpsi BET	36
Gambar 3.5	Alat Pengujian Luas permukaan, volume pori, diameter pori.....	36
Gambar 3.6	Skema jarak antara lapisan (d), tinggi lapisan (Lc), jumlah lapisan (N) dan lebar lapisan (La) aromatik dan unit terkecil penyusun struktur kristalit arang dan arang aktif	37
Gambar 3.7	Prinsip dasar analisis struktur kristal menggunakan XRD.....	38
Gambar 3.8	Skema SEM.....	39
Gambar 3.9	Ilustrasi interaksi elektron-sampel.....	40
Gambar 3.10	Alat <i>Scanning Electron Microscope</i> LEO 420i.....	41
Gambar 3.11	Skema alat uji adsorpsi volumetrik.....	42
Gambar 4.1	Grafik gabungan distribusi ukuran partikel untuk sampel awal dan sampel hasil penggilingan 30jam.....	44
Gambar 4.2	(a) Grafik luas permukaan dan diameter pori dan (b) Grafik volume pori karbon aktif batubara terhadap berbagai jenis sampel.....	46
Gambar 4.3	Hasil pengujian XRD untuk berbagai sampel	49

- Gambar 4.4 Struktur kristal sebelum dilakukan penggilingan (kiri) dan setelah dilakukan penggilingan (kanan) dimana jarak *interlayer* (d) setelah dilakukan penggilingan lebih besar51
- Gambar 4.5 (a) Morfologi sampel awal karbon aktif batubara dengan perbesaran 1000x, morfologi sampel hasil penggilingan 30 jam dengan (b) perbesaran 3000x, (c) perbesaran 7000x, dan morfologi sampel setelah perlakuan mekanokimia (pelet) dengan (d) perbesaran 500x (e) perbesaran 7000x 52
- Gambar 4.6 Kapasitas adsorpsi hidrogen dengan metode volumetrik pada sampel awal karbon aktif batubara dan sampel pelet hasil setelah perlakuan mekanokimia pada temperature-5 °C dan 25 °C.....54



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Klasifikasi ukuran pori berdasarkan IUPAC	13
Tabel 3.1 Komposisi Binder	33
Tabel 4.1 Data analisis proksimat material dasar batubara.....	43



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil Pengujian <i>Fixed Karbon</i> untuk Sampel Awal Karbon Aktif Barubara.....	65
Lampiran 2. Hasil Pengujian Luas Permukaan, Diameter Pori dan Volume Pori dengan BET	66
Lampiran 3. Hasil Pengujian XRD	69
Lampiran 4. Hasil Pengujian SEM	71



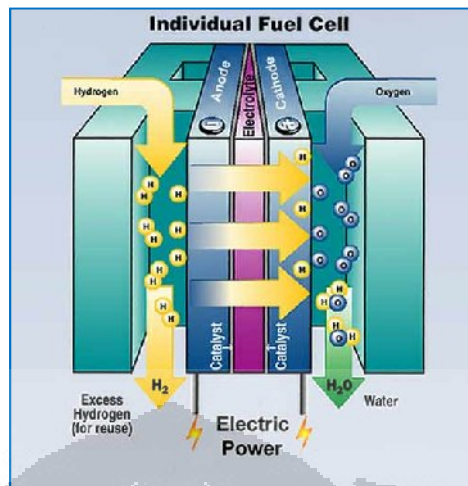
BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Untuk menyediakan bahan bakar yang tidak terbatas dan menghasilkan pembakaran bebas polusi penggunaan hidrogen sebagai bahan bakar yang teroksidasi bersih saat proses pembakaran terjadi. Di saat yang bersamaan apabila kita menggunakan bahan bakar secara umum dimana mengandung elemen C dapat memproduksi CO yang sangat mencemari lingkungan. Hidrogen memiliki energi tertinggi diantara bahan bakar lainnya terhadap rasio berat yaitu sebesar 120 kJ/g. Hidrogen tidak berwarna, berbau, berasa dan tidak beracun pada kondisi normal. Hidrogen ini biasanya dalam bentuk molekul H₂. Hidrogen memiliki nomor atom 1 dan berat molekul sebesar 2,016 g/mol dimensi molekul bervariasi dari 3,1 – 2,4 Å. Berat jenis hidrogen pada tekanan atmosfer pada temperatur ruang adalah 0,09 kg/m³. Hidrogen merupakan bahan bakar yang ideal untuk *fuel cell* dan dapat digunakan untuk pembakaran internal di mesin.

Fuel cell merupakan alat elektrokimia yang mengkonversi hidrogen dan oksigen menjadi air untuk memproduksi listrik. Skema dari *fuel cell* dapat kita lihat pada Gambar 1.1. Teknologi dapat digunakan untuk penyedia energi baik seperti di aplikasi otomotif misalnya untuk kendaraan pribadi dengan *proton exchange membrane fuel cell* (PEMFC), untuk pembangkit di industri dengan *solid oxide fuel cell* (SOFC). Teknologi ini tidak menghasilkan polusi yang dapat menyebabkan efek rumah kaca. Salah satu tantangan terpenting dari perkembangan *fuel cell* untuk aplikasi otomotif adalah penyimpanan hidrogen sebagai bahan bakarnya. Dibutuhkan hidrogen sebanyak 2,9 kg untuk menjalankan hingga 500 km.^[1]



Gambar1.1 Skema *Fuel Cell*^[2]

Pada *fuel cell*, hidrogen akan langsung dikonversi energi kimia dari hidrogen menjadi air, listrik dan panas seperti yang terlihat pada persamaan 1.1.^[3]



Pada *fuel cell* hidrogen dapat ditransmisikan dengan dua cara yaitu yang pertama hidrogen dapat disimpan pada badan kendaraan dalam bentuk gas maupun cair dimana hidrogen cair dengan suhu $-253\text{ }^\circ\text{C}$ dan yang kedua hidrogen dapat diproduksi oleh kendaraan dimana tangki pembakaran kendaraan dengan presentase oktan tinggi.

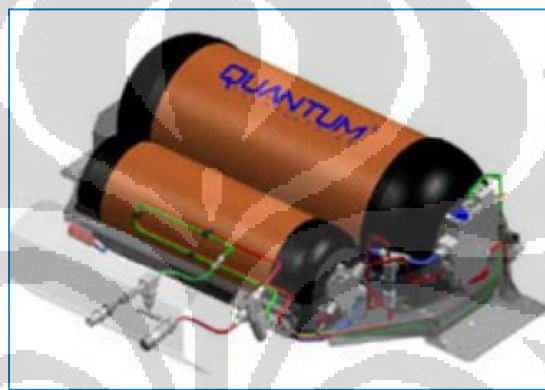
Terdapat 2 hal penting yang harus diperhatikan yaitu produksi hidrogen dan penyimpanan hidrogen. Untuk produksi hidrogen, lebih dari 500 miliar m^3 /tahun hidrogen diproduksi secara global. Lebih dari 90% produksi hidrogen berasal dari bahan bakar fosil, 48% berasal dari *steamreforming* gas alam, 30% dari industri kimia dan pemurnian, 18% dari gasifikasi batubara, 4% dari elektrolisis. Terdapat beberapa kriteria pada penyimpanan hidrogen, yaitu:^[3,4]

- a. Kandungan tertinggi hidrogen ($>6.0\text{ wt}\%$)
- b. Menguntungkan dengan kesesuaian terhadap termodinamika (30-55 kJ/mol H₂)

- c. Pengoperasian dibawah 100 °C untuk pengiriman hidrogen
- d. Pengisian bahan bakar pilihan untuk infrastruktur berbasis hidrogen
- e. Siklus reversibilitas pada temperatur moderat dan sebagainya
- f. Ringan
- g. Murah dan ketersediaan ada

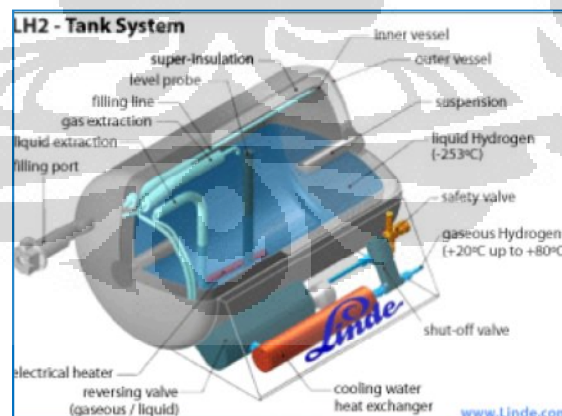
Untuk penyimpanan hidrogen terdapat beberapa tipe penyimpanan hidrogen seperti:^[4]

- a. Gas hidrogen yang disimpan dibawah tekanan tinggi



Gambar1.2 Gas storage^[4]

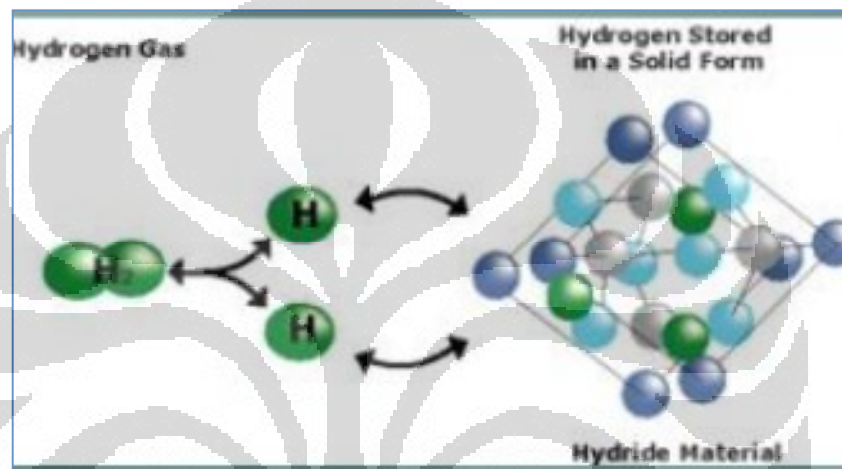
- b. Hidrogen Cair



Gambar 1.3 Liquid storage^[4]

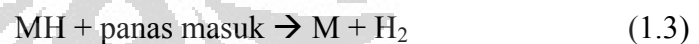
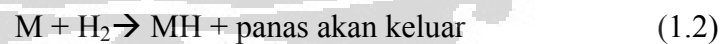
- c. Sebagai hidrida (logam, kompleks, kimia)

Keuntungan dari penggunaan metal hidrida adalah densitas hidrogen tinggi pada tekanan moderate, hidrogen yang dilepaskan sangat murni, desorpsi seluruh hidrogen terjadi pada tekanan yang sama. Namun kelemahan dari metal hidrida adalah hidrida yang baik akan dipengaruhi oleh suhu, untuk dapat menyimpan energi seperti pada tanki bahan bakar diperlukan berat hingga 20 kali lipat. Proses penyerapan hidrogen pada metal hidrida dapat dilihat pada Gambar 1.4. Contohnya FeTi, LaNi₅, Mg₂Ni



Gambar 1.4 Proses penyerapan hidrogen pada metal hidrida^[4]

Reaksi yang terjadi selama proses penyerapan hidrogen di metal hidrida adalah pada persamaan 1.2 dan 1.3

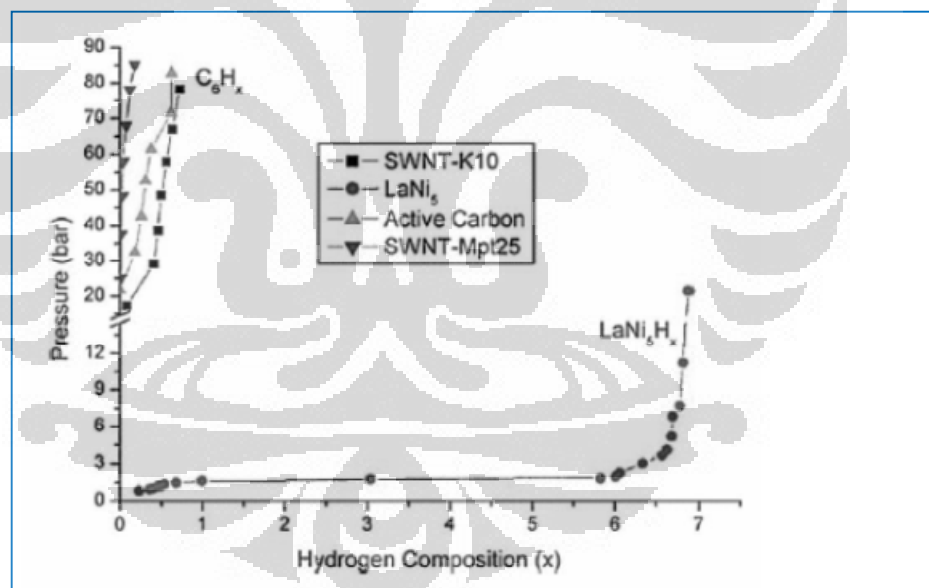


- d. Gas yang diadsorpsi padatan (*carbon nanotubes, inorganic nanotubes, metal organic frameworks* atau material berpori).^[4]

Selain itu harus diperhatikan berdasarkan penelitian oleh Yan li bahwa penyimpanan hidrogen di dalam material karbon dapat terjadi dalam beberapa mekanisme yaitu tipe 1 adalah hidrogen dapat teradsorpsi

ke permukaan material dan tipe 2 molekul hidrogen akan tersisip di jarak antara lapisan karbon.

Diantara semua penyimpanan hidrogen tersebut, material karbon berpori merupakan tipe penyimpanan hidrogen yang memiliki keuntungan paling baik karena beratnya yang ringan, kinetika yang cepat, *complete reversibility*, murah, dan luas permukaan yang tinggi. Dengan luas permukaan yang tinggi, volume mikropori yang tinggi, dan struktur pori yang sesuai maka kapasitas penyimpanan hidrogen akan meningkat. Terdapat beberapa teknik baru penyimpanan hidrogen seperti *template carbonization* dan teknik *carbide derived car* namun kedua teknik tersebut tetap memiliki keterbatasan sehingga tetap membuat material karbon berpori tetap menjadi penyimpanan hidrogen dengan preparasi yang mudah misalnya karbon aktif.^[5]



Gambar 1.5 Kapasitas penyimpanan hidrogen pada beberapa material karbon dengan struktur nano pada suhu ruang dan tekanan hidrogen hingga 85 bar.^[6]

Dari Gambar 1.5 dimana merupakan hasil penelitian oleh Billur, dapat diketahui bahwa material karbon aktif dengan ukuran nano menghasilkan luas permukaan spesifik yang tinggi, mikroporositas yang baik, dan ringan. Dimana dari hasil studi yang dilakukan bahwa kapasitas

penyimpanan baik pada suhu rendah dan suhu kamar tidak terlalu tergantung dari struktur nano itu sendiri. Namun dari gambar 1.5 ditunjukkan bahwa karbon aktif memiliki kapasitas penyimpanan hidrogen yang sangat kecil walaupun pada tekanan yang sangat tinggi dibandingkan LaNi_5 . Oleh sebab itu, penelitian dan perkembangan dilakukan agar karbon aktif yang murah dan mudah diproses ini dapat memiliki kapasitas penyimpanan hidrogen yang baik.^[6]

Karbon aktif dapat didapatkan diproduksi dari seluruh material yang memiliki unsur karbon, seperti tempurung kelapa, kayu, batubara, dan lainnya. Dalam pemilihan material untuk karbon aktif terdapat beberapa hal yang harus diperhatikan dimana material karbon aktif harus mengandung unsur karbon, memiliki ketersediaan yang baik dan juga murah.

Batu bara merupakan salah satu material untuk pembuatan karbon aktif yang cukup potensial karena ketersediaannya cukup banyak di Indonesia dan juga relatif murah sehingga apabila kita menggunakan batubara sebagai material karbon aktif maka nilai ekonomi batubara akan meningkat. Menurut Pusat Kajian Energi Universitas Indonesia, 2006 cadangan terbesar batubara Indonesia adalah berasal dari jenis kalori rendah yaitu sebesar 56.959 miliar ton, sedangkan untuk jenis kalori menengah sebesar 2,443 miliar ton dan untuk jenis kalori tinggi sebesar 8,3369 miliar ton dengan perbesaran di beberapa pulau besar di Indonesia dan yang paling banyak terdapat di pulau Kalimantan dan Sumatera. Hal tersebut menunjukkan bahwa penggunaan batu bara sebagai material karbon aktif memiliki potensi yang sangat baik.^[7]

Beberapa pembuatan karbon aktif berbahan dasar batubara telah dilakukan sebelumnya menggunakan material batu bara bituminus dan antrasit sebagai material karbon aktif dan dibuat dengan metode aktivasi kimiawi dengan KOH dan NaOH sebagai *activating agents* dan menggunakan material batubara bituminus dan pembuatan karbon aktif dengan metode aktivasi fisika dengan CO_2 sebagai *activating agent*.^[8]

Proses aktivasi pada karbon aktif juga telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya dimana dengan proses tersebut menggunakan KOH pada material karbon aktif didapatkan mikroporositas yang semakin meningkat dan menyediakan tempat untuk tempat penyimpanan hidrogen.^[5,9]

1.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

- a. Membuat karbon aktif berukuran submikrometer dan nanometer yang terbuat dari karbon aktif berbahan dasar batubara Indonesia kelas rendah dengan penyerapan terhadap hidrogen yang tinggi
- b. Mengetahui efek proses penggiligan mekanik terhadap peningkatan luas permukaan, diameter pori, dan volume pori.
- c. Mengetahui efek perlakuan mekanokimia terhadap peningkatan luas permukaan, diameter pori, dan volume pori.
- d. Mengetahui kapasitas penyerapan hidrogen pada material karbon aktif hasil perlakuan mekanokimia dalam bentuk pelet dengan temperatur yang berbeda dan variabel tekanan.

1.3 Ruang Lingkup

Ruang lingkup penelitian ini adalah menghasilkan adsorben karbon aktif yang terbuat dari karbon aktif batubara Indonesia kelas rendah jenis batubara bituminus dimana akan dijadikan partikel submikrometer dan nanometer dengan menggunakan perlakuan mekanokimia. Proses mekanokimia ini akan menggunakan *planetary ball mill* (PBM) yang bertujuan untuk memperbaiki densitas energi terhadap volume penyimpanan hidrogen dan menggunakan KOH sebagai *activating agents*. Dengan proses mekanokimia ini maka proses aktivasi termal tidak dilakukan. Karbon aktif pada penelitian ini akan dibentuk pelet dimana diharapkan bisa mendapatkan kapasitas penyimpanan hidrogen yang lebih baik.

1.4 Hipotesis

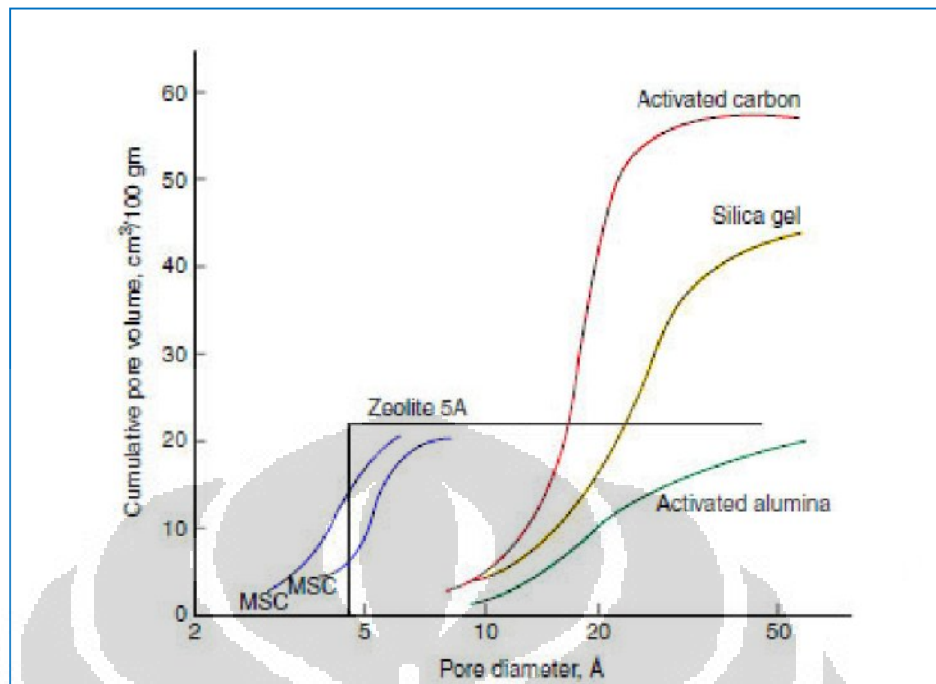
Salah satu cara untuk meningkatkan daya adsorpsi dari suatu adsorben adalah dengan menjadikan sebanyak mungkin pori adsorben yang termasuk kategori mikropori yang sesuai dengan ukuran molekul hidrogen yang menjadi adsorbat. Dengan perlakuan mekanokimia diharapkan akan didapatkan karbon aktif dalam ukuran submikrometer dan nanometer dan didapatkan peningkatan luas permukaan karbon aktif dan terbentuk struktur pori seperti yang diharapkan. Seperti yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya bahwa proses mekanokimia dapat menghasilkan karbon aktif batubara dengan *yield* yang tinggi dengan harga yang lebih murah dan kualitas lebih baik dibanding prosedur aktivasi termal.^[10] Dan dengan dibentuknya pelet karbon aktif diharapkan penyerapan hidrogen akan semakin meningkat dibandingkan dalam bentuk serbuk.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karbon Aktif

Karbon aktif merupakan material karbon yang memiliki porositas yang tinggi dan luas permukaan internal yang tinggi dan tidak dapat dikarakterisasi dengan formula kimia.^[11] Salah satu fungsi utama dari karbon aktif adalah kontrol polusi dimana karena memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi dan harga yang murah, karbon aktif digunakan untuk menghilangkan polusi dalam bentuk gas maupun cair. Karena proses adsorpsi merupakan proses permukaan maka harus didapatkan kemungkinan terbaik karakteristik permukaan untuk adsorpsi. Karakteristik optimum ini tergantung dari tipe molekul yang diserap namun secara umum tergantung dari karbon yang memiliki luas permukaan yang besar dan volume mikropori yang maksimum. Oleh sebab itu, berdasarkan adsorbat, modifikasi permukaan karbon mungkin dilakukan dengan merusaknya menggunakan asam atau basa sehingga dapat mengubah karakter nonpolar dari permukaan karbon.^[9]

Karbon aktif merupakan jenis adsorben yang banyak digunakan pada sistem adsorpsi, hal tersebut dikarenakan karbon aktif memiliki volum mikropori dan mesopori yang relatif besar sehingga memiliki luas permukaan dan volume total pori yang besar sehingga memungkinkan dapat menyerap adsorbat dalam jumlah yang cukup banyak. Dari Gambar 2.1 dapat terlihat bila dibandingkan dengan adsorben lain maka karbon aktif memiliki diameter pori yang hampir sama dengan alumina aktif dan gel silika namun memiliki volum pori kumulatif yang lebih tinggi dibandingkan alumina aktif dan gel silika.^[12]



Gambar 2.1 Distribusi ukuran pori untuk karbon aktif, gel silika, alumina aktif, dua *molecular sieve carbon* (MSC) dan zeolite^[12]

Karbon aktif merupakan atom karbon yang terbentuk *aromatic sheets cross-linked* dengan susunan acak dan heteroatom lainnya seperti oksigen, nitrogen, sulfur atau hidrogen tergantung dari bahan baku yang digunakan dan perlakuan yang diterapkan. Susunan dari *aromatic sheets* secara acak dan memberikan tempat intersitisi diantar sheet tersebut (porositas).^[9]

Karbon aktif banyak digunakan pada teknologi adsorben sehubungan karena memiliki tekstur pori yang tinggi dan kapasitas adsorpsi yang tinggi. Oleh sebab itu, pengontrolan ukuran pori dan distribusi ukuran pori menjadi hal penting dalam mengaplikasikan material karbon aktif. Tekstur pori dari karbon aktif tergantung dari proses aktivasi dan material dasarnya.^[13]

Produksi secara komersial dari karbon aktif dilakukan dengan pirolisis dan aktivasi kayu, *petroleum coke*, *antrachite* dan batu bara bituminous yang memiliki kandungan karbon yang tinggi. Selain itu limbah agrikultural, sekam almond, *hazelnut*, kelapa dan *stones of olives*, *apricots*, *peach* dapat digunakan untuk memproduksi karbon aktif.^[9]

Karbon aktif dapat dihasilkan dari berbagai macam bahan baku. Namun diantara itu semua, batu bara merupakan prekursor yang paling sering digunakan karena harganya yang murah dan ketersediaannya yang banyak dan juga memiliki sifat mekanik yang jauh lebih baik dibandingkan material *lignocellulosic*.^[14]

Daya serap karbon aktif umumnya bergantung kepada jumlah senyawaan karbon yang berikatan antara 85% - 95% karbon bebas.^[15] Karbon aktif dapat didefinisikan sebagai karbon aktif yang efektif apabila memiliki luas permukaan minimal 5 m²/gr, namun untuk karbon aktif yang digunakan pada dunia industri luas permukaan karbon aktif bisa di atas 2000 m²/gr.^[15] Menurut Yang, luas permukaan karbon aktif sebesar 300 m²/gr hingga 4000 m²/gr.^[12]

Terdapat beberapa tipe dari karbon aktif berdasarkan karakteristik permukaan, sifat, dan metode persiapannya, yaitu:^[17]

a. *Powdered Activated Carbon (PAC)*

Bentuk granular halus dan ukurannya kurang dari 1 mm dan diameter pori 0,15 – 0,25 mm. PAC jarang digunakan karena kehilangan tekanan pada aplikasi sangat tinggi

b. *Granular Activated Carbon (GAC)*

Ukurannya lebih besar dibanding PAC namun luas permukaannya lebih kecil dibanding PAC. Biasanya digunakan untuk aplikasi fasa gas

c. *Extruded Activated Carbon (EAC)*

EAC berbentuk silinder dengan diameter 0,8 – 130 mm.

d. *Impregnated Carbons (IC)*

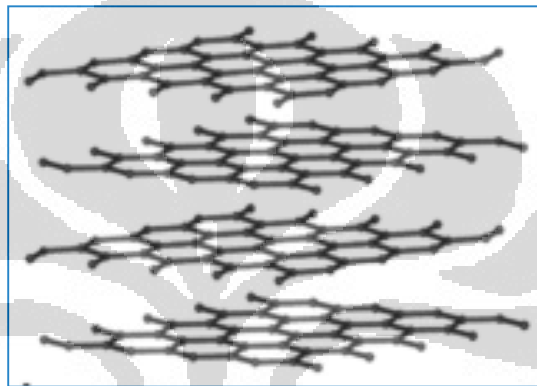
Logam inorganik seperti aluminium, magnesium, besi seng, lithium dan kalsium di impregnasikan untuk aplikasi spesifiknya pada pengontrolan polusi. Di impregnasi dengan *antimicrobial/antiseptic agents*.

e. *Polymer Coated Carbon (PCC)*

Merupakan proses persiapan polimer biokompatibel yang memberikan lapisan permeable tanpa menghalangi pori. Biasanya digunakan pada dunia kesehatan.

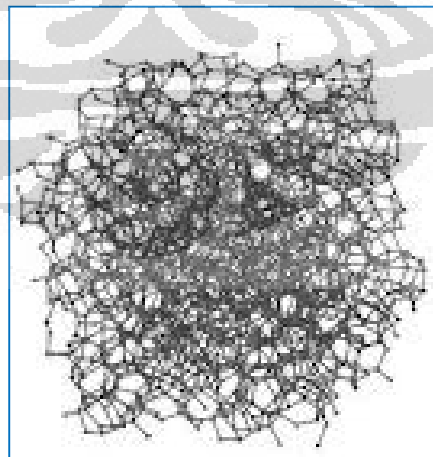
2.2 Struktur Atom Karbon

Struktur atom karbon dapat berupa kristal, *graphite* dan amorf. Untuk struktur atom karbon berbentuk kristal merupakan alotrop dengan kekerasan yang paling tinggi dan cukup stabil hingga tekanan 6 GPa pada temperatur ruang. Untuk struktur atom karbon berbentuk *graphite* kekerasannya tidak terlalu tinggi dimana struktur atom berbentuk lapisan – lapisan heksagonal seperti yang dapat terlihat pada Gambar 2.2.^[18]



Gambar 2.2 Struktur atom karbon berbentuk grafit^[18]

Sedangkan untuk struktur atom amorf, susunan atom karbon tidak beraturan dimana karbon aktif memiliki struktur atom karbon amorf seperti yang terlihat pada Gambar 2.3.^[7]



Gambar 2.3 Struktur atom karbon berbentuk amorf^[7]

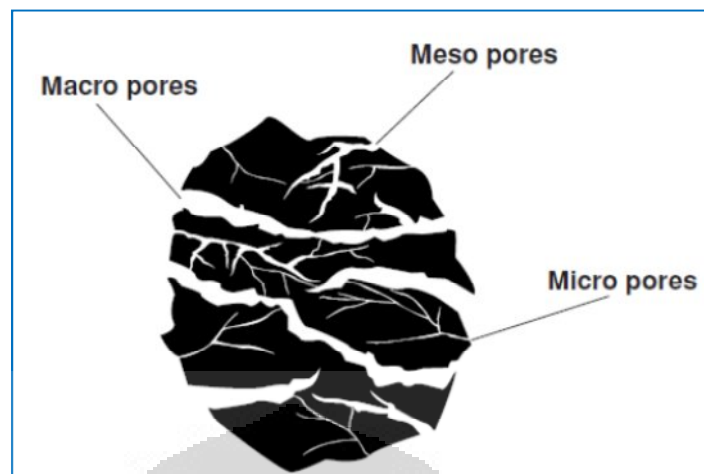
Dari hasil pengujian XRD didapatkan bahwa karbon aktif merupakan mikrokristalin dimana berbentuk grafit dalam lapisan enam rantai karbon, yang secara random berorientasi dengan karbon yang tidak terorganisir. Perbedaan antara struktur karbon aktif dan grafit adalah ketebalan lapisan (mikrokristalin) dan persilangan rantai karbon, dimana pada karbon aktif ada 2 – 3 kali dan 10 – 14 kali untuk grafit.^[19]

2.3 Mekanisme Adsorpsi

Adsorpsi merupakan fenomena fisik yang terjadi saat molekul gas atau cair dikontakkan dengan suatu permukaan padatan dan sebagian dari molekul – molekul tersebut mengembun pada permukaan padatan tersebut. Adsorben merupakan zat atau material yang memiliki kemampuan untuk mengikat dan mempertahankan cairan atau gas didalamnya.^[20] Adsorben yang baik adalah adsorben yang memiliki kapasitas penyerapan yang tinggi dan cepat dalam proses penyerapannya. Oleh sebab itu adsorben yang baik harus memiliki luas permukaan atau volume mikropori yang tinggi dan memiliki jaringan pori (mesopori) yang besar sehingga molekul gas atau adsorbat dapat masuk ke bagian dalam adsorben. Klasifikasi ukuran pori sebagaimana yang direkomendasikan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) dapat dilihat dari Tabel 2.1 dan dari Gambar 2.4 gambaran akan ukuran pori dapat terlihat lebih jelas.^[13]

Tabel 2.1 Klasifikasi ukuran pori berdasarkan IUPAC^[14]

Diameter Pori (nm)	Jenis Pori
$d < 2$	Mikropori
$2 < d < 50$	Mesopori
$d > 50$	Makropori



Gambar 2.4 Ilustrasi Skematik pori pada karbon^[14]

Pada proses adsorpsi terdapat dua jenis yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia.

a. Adsorpsi Fisika

Pada saat adsorpsi fisika terjadi, kondensasi uap ke padatan tanpa adanya kelarutan secara padatan atau kimia. Pada adsorpsi fisika, adsorbat memiliki ikatan yang sangat lemah, dimana interaksi antara molekul adsorbat dengan atom adsorben hanya dikarenakan oleh adanya gaya van der Waals.^[21] Adsorpsi fisika bersifat *reversible* sehingga mudah untuk memisahkan antara molekul yang terserap dengan adsorben.

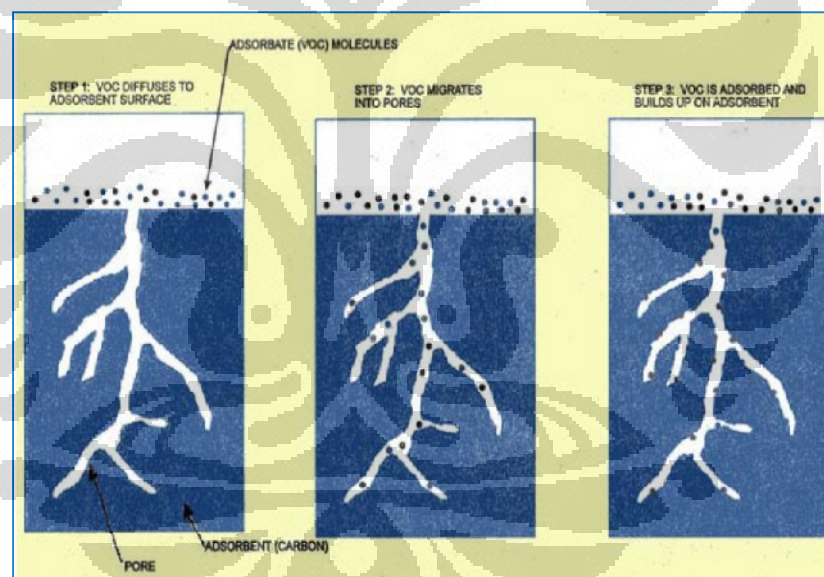
b. Adsorpsi Kimia

Sedangkan pada adsorpsi kimia, molekul adsorbat terikat sangat kuat dengan atom atau molekul permukaan adsorben dan kedua molekul bereaksi secara kimia dan adsorpsi jenis ini bersifat *irreversible*, sehingga sulit untuk memisahkan antara molekul yang terserap dengan adsorben.^[21]

Jika interaksi antara padatan dan molekul yang mengembun relatif lemah, maka proses ini disebut adsorpsi fisik. Walaupun adsorpsi biasanya dikaitkan dengan perpindahan dari suatu gas atau cairan ke suatu permukaan padatan, perpindahan dari suatu gas ke suatu permukaan cairan juga terjadi. Substansi yang terkonsentrasi pada permukaan disebut juga

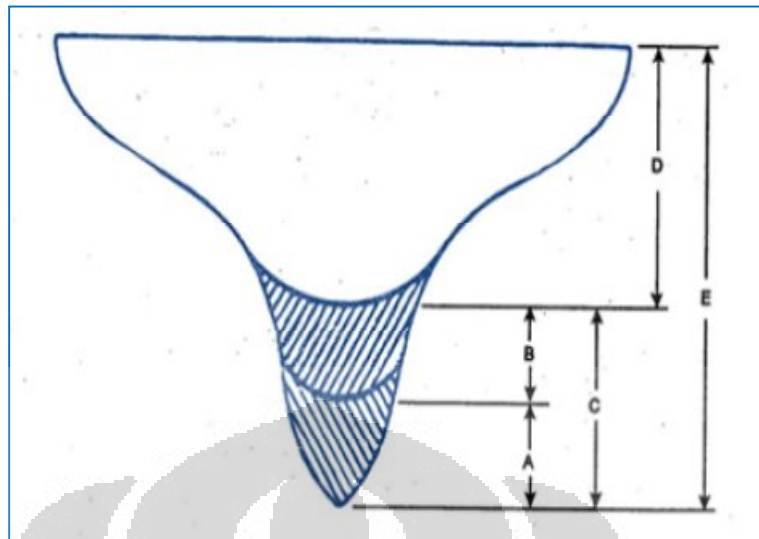
sebagai adsorbat dan material dimana adsorbat terakumulasi disebut sebagai adsorben dan proses lepasnya adsorbat dari permukaan adsorben disebut dengan proses desorpsi.

Dari Gambar 2.5 dapat kita amati bagaimana mekanisme dari adsorpsi dengan karbon. Hidrogen atau bisa juga senyawa lainnya akan berdifusi ke permukaan karbon hingga karbon pelet dan kemudian ke pori – pori karbon. Senyawa tersebut akan berdifusi dari pori dengan ukuran besar ke pori dengan ukuran kecil. Senyawa tersebut terus berdifusi semakin dalam ke pori yang lebih kecil sampai diameter senyawa tersebut setidaknya setengah dari diameter pori. Sehingga pada titik ini, senyawa ini tidak punya energi yang cukup untuk keluar dari pori karena gaya nya tertahan oleh dinding pori. Selanjutnya material karbon akan terus menyerap senyawa hingga sejumlah senyawa terserap.^[22]



Gambar 2.5 Mekanisme adsorpsi dengan karbon sebagai adsorben^[22]

Kapasitas dari penyerapan hidrogen dapat diilustrasikan dengan Gambar 2.6. Adsorbat yang tertinggal di karbon setelah regenerasi disebut juga dengan *heel* yang ditunjukkan oleh daerah A. *Working capacity* ditunjukkan daerah B dimana merupakan kapasitas yang tersedia untuk menyerap adsorbat. Jumlah A dan B merupakan kapasitas setimbang yang ditunjukkan C. Daerah D merupakan daerah pori yang kosong dan daerah E menunjukkan jumlah daerah pori (kapasitas total).^[22]



Gambar 2.6 Ilustrasi kapasitas daerah pori^[22]

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu:^[23]

a. Luas permukaan

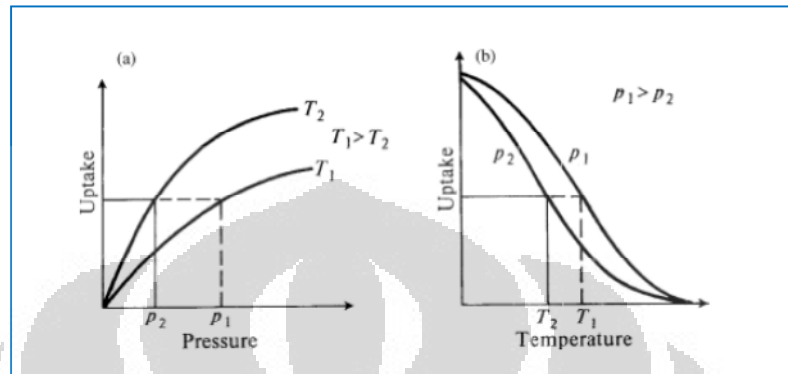
Material dengan luas permukaan yang besar akan menyerap lebih banyak. Luas permukaan ini dihubungkan dengan berbagai jenis porositas dan sifat kimia permukaan

b. Adsorbat

Pada penelitian ini hidrogen akan bertindak sebagai adsorbat. Ukuran molekul yang sesuai merupakan hal yang penting agar proses adsorpsi terjadi. Molekul adsorbat yang dapat diadsorpsi oleh adsorben adalah molekul dengan diameter lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben. Apabila diameter molekul adsorbat sama dengan diameter pori adsorben maka molekul-molekul non polar yang lebih kuat diadsorpsi oleh adsorben daripada molekul-molekul yang polar. Molekul - molekul yang non-polar dapat menggantikan molekul-molekul yang polar yang telah lebih dulu teradsorpsi. Karbon aktif adalah molekul non-polar.

c. Temperatur dan tekanan

Jumlah hidrogen yang terserap menurun dengan peningkatan temperatur dan penurunan tekanan. Hal tersebut dapat terlihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pengaruh (a) tekanan (b) temperatur pada adsorpsi hidrogen^[23]

d. Sifat adsorben

Material karbon aktif adalah material non polar berbentuk padatan berpori yang telah diaktivasi dengan larutan kimia. Adsorben yang memiliki kemurnian lebih tinggi akan memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik. Serta jumlah molekul adsorbat yang diserap oleh adsorben akan meningkat dengan bertambahnya luas permukaan dan volume pori dari adsorben. Sehingga seringkali adsorben diberi perlakuan awal seperti karbonisasi dan aktivasi untuk meningkatkan luas permukaan dan volume porinya.

Material karbon sebagai adsorben yang baik harus memiliki kapasitas adsorpsi yang cukup tinggi dalam basis volumetrik. Untuk mendapatkan hal tersebut, maka karbon:

- a. Menaikan jumlah mikropori, karena mikropor merupakan komponen yang banyak menyerap molekul yang kecil
- b. Memiliki bentuk yang sangat kompak, hal ini akan meningkatkan *bulkdensity* dan akhirnya juga *volumetric storage capacity*
- c. Memiliki ukuran pori yang sempit, yang akan mengoptimalkan fasa zat yang teradsorpsi

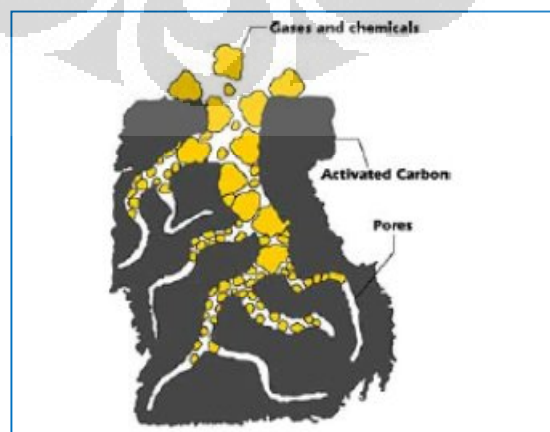
- d. Memiliki *mesoporosity* yang relatif rendah, karena mesopori memiliki kontribusi yang kecil terhadap kapasitas adsorpsi dan mengurangi *bulkdensity*
- e. Memiliki *global heat and mass transfer* dari material karbon yang cukup tinggi

2.4 Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi performa dari adsorpsi yaitu material yang bertindak sebagai adsorban dimana pada penelitian ini menggunakan karbon aktif sehingga dibutuhkan perlakuan khusus untuk meningkatkan performa karbon aktif sebagai adsorban dimana perlakuan – perlakuan tersebut akan dibahas di bawah ini.

2.4.1 Proses Aktivasi

Proses aktivasi bertujuan untuk memperbesar distribusi pori dan pori terutama untuk mesopori dan mikropori sehingga akan memperbesar luas permukaan karbon aktif dengan cara pembakaran yang tidak sempurna (*partial combustion*). Proses aktivasi dilakukan untuk mendapatkan masa jenis mikropori yang tinggi.^[24] Gambaran proses aktivasi karbon yang dapat menyerap gas dan senyawa kimia dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Aktivasi karbon yang dapat menyerap kimia dan gas^[24]

Terdapat 2 proses yang berbeda terkait dengan preparasi karbon aktif, yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia.

a. Aktivasi Fisika

Aktivasi fisika melibatkan karbonisasi dari prekursor karbon yang diikuti oleh gasifikasi dari karbon dihasilkan atau aktivasi langsung dari material dengan menggunakan *activating agent* berupa CO₂, *steam* atau kombinasi keduanya. Proses karbonisasi dapat dilakukan pada temperatur 400-500 °C dimana hal tersebut bertujuan untuk menghilangkan material yang mudah menguap (*volatile matter*) dari bahan dasar.^[12]

Proses gasifikasi atau aktifasi ini akan mengeliminasi secara selektif atom karbon yang paling reaktif dan akan menghasilkan porositas. Pada proses aktivasi fisika ini terdapat beberapa hal yang akan mempengaruhi hasilnya, yaitu laju aliran kalor, laju aliran gas inert, temperatur proses, *activating agents*, lama proses aktivasi, dan alat yang digunakan pada penelitian tersebut.^[18]

Proses aktivasi fisika pada material batubara bituminus(Australia) telah dilakukan oleh Teng dimana menggunakan CO₂ sebagai *activating agent* dengan temperatur aktivasi sebesar 900 °C dan menghasilkan luas permukaan sampai dengan 1171 m²/gr dengan presentasi *burn-off* sebesar 70%. Selain itu lamanya proses aktivasi juga divariasikan dimana dari hasil penelitiannya diperoleh hasil bahwa semakin lama proses aktivasi maka semakin banyak kandungan batubara yang terbakar sehingga luas permukaan juga akan semakin besar.^[8]

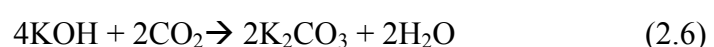
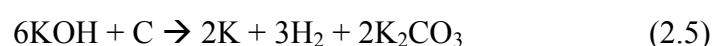
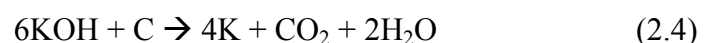
Pada proses aktivasi fisika terdapat reaksi yang mungkin terjadi, yaitu^[25]:



b. Aktivasi Kimia

Sedangkan pada aktivasi kimia, *precursor* akan di impregnasi pada suatu zat kimia dan kemudian akan terpirolisis. Hasil dari proses pirolisis adalah dihasilkan material dengan kadar karbon yang lebih tinggi dengan struktur yang lebih teratur dan setelah *chemical agent* dihilangkan dengan perlakuan panas maka akan dihasilkan porositas yang semakin banyak. Beberapa zat kimia yang telah digunakan sebagai *activating agent* adalah asam fosfat, zink klorida, senyawa logam alkalin. Asam fosfat dan zink klorida merupakan *activating agent* yang biasanya digunakan untuk aktivasi material *lignocellulosic* yang belum pernah dikarbonasi. Sedangkan senyawa logam alkalin, biasanya KOH, digunakan untuk aktivasi prekursor batu bara atau karbon. Salah satu studi terdahulu tentang proses aktivasi menggunakan *spanish anthracite* dengan KOH dan NaOH menghasilkan bahwa penggunaan KOH lebih efektif dibandingkan NaOH untuk aktivasi dan metode aktivasi kimiawi lebih efektif dibandingkan metode aktivasi fisika namun tidak untuk sistem NaOH. Dari penelitian yang telah dilakukan tersebut, disebutkan bahwa KOH merupakan senyawa yang paling efektif dalam memproduksi aktif karbon.^[13]

Walaupun mekanisme dari proses aktivasi ini belum terlalu dimengerti namun beberapa literatur mengindikasikan bahwa pembentukan K_2CO_3 dan K_2O dari KOH menyebabkan pemisahan *carbon layer* yang mengakibatkan peningkatan porositas dan luas permukaan dari karbon. Pada aktivasi kimia dengan KOH sebagai *activating agent* terdapat kemungkinan reaksi kimia yang mungkin terjadi yang dapat dilihat pada persamaan 2.4, 2.5, dan 2.6.^[26]



Hasil akhir struktur pori dan luas permukaan yang dihasilkan tergantung dari bahan baku yang digunakan dan faktor – faktor karbonisasi yang diterapkan seperti laju pemanasan, suhu akhir, atmosfer, *activating agent*, rasio aktivasi, dan lain – lain. Selain dipengaruhi oleh struktur ini, adsorpsi juga sangat dipengaruhi oleh adanya grup asam atau basa seperti karbonil, fenol, lakton, dan lain – lain di karbon. Dengan adanya perubahan karakter nonpolar sehingga menyebabkan lebih atau kurang hidrofilik dan dapat merubah poindari *zero charge density* dan *negative charge density*.^[9]

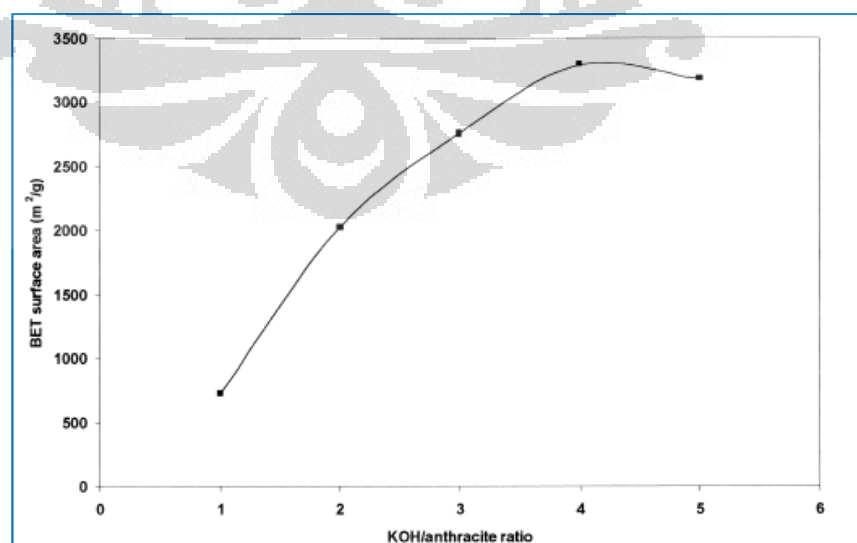
Keuntungan dari proses aktivasi kimia adalah proses ini menggunakan temperatur yang lebih rendah dan proses yang lebih cepat bila dibandingkan proses aktivasi fisika. Selain itu dengan proses aktivasi kimia bisa didapatkan karbon aktif dengan luas permukaan yang tinggi. Selain itu, *yield* dari karbon yang dihasilkan proses aktivasi kimia akan lebih tinggi dibandingkan aktivasi fisika karena *chemical agents* yang digunakan dengan sifat dehidrogenasi menghambat pembentukan tar dan mengurangi pembentuk produk yang mudah menguap. Namun mekanisme proses aktivasi kimia secara umum belum terlalu jelas seperti pada proses aktivasi fisika.

Pada proses aktivasi kimia ini terdapat beberapa keterbatasan yaitu proses pencucian akan menjadi sangat penting karena adanya *chemical agent* yang dapat menjadi pengotor dan mempengaruhi sifat kimia dari karbon aktif dan korosi . Dari literatur dapat terlihat pula bahwa tekstur pori yang dihasilkan dengan proses aktivasi kimia dan proses aktivasi fisika akan berbeda.^[14]

Pada proses aktivasi kimia untuk mengetahui efek dari rasio *activating agent* dengan karbon, harus diperhatikan volume mikropori, luas permukaan, distribusi ukuran mikropori. Dari literatur yang telah ada terdapat 2 mekanisme berbeda dari proses aktivasi kimia yaitu terbentuknya mikropori dimulai pada saat penambahan zat kimia pada material dan perbesaran pori karena efek kimiawi di dalam pori yang terbuka. Perbesaran pori biasanya dimulai ketika terdapat pori yang

terbuka di struktur. Semakin kecil kontribusi mikropori maka mengindikasikan distribusi ukuran pori yang mengalami perbesaran (*widening*).^[13]

Proses aktivasi kimia dengan metode impregnasi telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya dengan material yang digunakan berupa *spanish anthracite* dengan ukuran 600-1000 μm diaktivasi dengan KOH yang dicampur dengan 10ml air dengan rasio KOH dengan karbon adalah 1-5:1 selama 2 jam pada suhu 60 °C kemudian dikeringkan semalaman dengan suhu 110 °C dan hasilnya akan di karbonisasi di horizontal furnace dan dipanaskan 5-20 °C per menit dari temperatur ruang hingga temperatur karbonisasi dengan dialirkan gas nitrogen (80,200, 400, 800ml/min) dan sampel akan ditahan pada temperatur akhir dengan waktu karbonisasi yang berbeda (0,5,1,2 jam) sebelum didinginkan dengan nitrogen. Sampel yang dihasilkan tersebut kemudian dicuci dengan 5 M HCl kemudian dengan air yang telah terdistilasi untuk menghilangkan ion klorida. Dari hasil penelitian tersebut didapatkan bahwa ratio KOH dengan karbon paling optimum pada perbandingan 4:1 dimana BET *surface area* sebesar 3290 m^2/g dimana dari 1:1 – 4:1 kapasitas adsorpsi meningkat namun pada 5:1 luas permukaan akan kembali menurun dengan nilai 3183 m^2/g seperti yang dapat terlihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 BET *surface area* vs KOH/karbon^[13]

Dari hasil penelitian tersebut laju pemanasan rendah 5 °C/min akan lebih baik karena memungkinkan terjadinya kontak yang baik antara karbon dengan KOH dan juga dapat mengontrol evolusi produk gas yang dihasilkan pada proses sehingga menghasilkan mikroporositas yang lebih baik. Dari hasil penelitian tersebut juga diketahui bahwa karbon dengan volume mikropori yang lebih tinggi akan dihasilkan apabila menggunakan suhu yang lebih tinggi dan waktu yang lebih lama (800 °C selama 1 jam dimana menghasilkan BET 2085 m²/g untuk ratio KOH dengan karbon 2:1. Selain itu efek aliran nitrogen juga akan mempengaruhi terbentuknya tekstur pori yaitu pada laju aliran nitrogen 800 ml/min dengan ratio KOH dengan karbon 4:1 perlakuan panas 700° C selama 1 jam dihasilkan BET sebesar 3290 m²/g. Dimana pada suhu 700 °C terjadi deposisi kalium yang apabila dihilangkan dengan aliran nitrogen dengan cepat maka derajat reaksi antara karbon dan KOH akan meningkat.

Pencucian menjadi sangat penting karena dari hasil penelitian yang telah ada sebelumnya apabila hasil proses tidak dicuci maka adsorpsi dari nitrogen tidak ada karena poros yang terbentuk pada karbon aktif terhalang senyawa kalium. Dan volume mikropori yang lebih tinggi didapatkan pada saat dilakukan pencucian menggunakan 5 M HCl dan diikuti oleh air yang terdistilasi. Namun apabila hanya menggunakan air yang terdistilasi saja tidak terlalu bermasalah karena volume mikropori yang dihasilkan tidak terlalu berbeda jauh.^[13]

Studi dengan metode aktivasi kimia juga telah dilakukan sebelumnya dengan menggunakan batubara bituminous dengan kandungan *medium ash* sebanyak 10 g di campur dengan KOH selama 5 menit dan dihasilkan *slurry* yang akan dikeringkan 110 °C selama 14 jam. Lalu dilakukan karbonisasi dan dicuci dengan 0,5 N HCl, air panas, dan aquades untuk menghilangkan organik sisa dan dikeringkan kembali pada suhu 110° C. Hasil dari penelitian tersebut adalah dengan rasio 100% dari 10 g nilai BET yang dihasilkan 779 m²/gr. Luas permukaan akan semakin meningkat apabila terbentuknya mesopori. Semakin kecil

ukuran partikel maka kehilangan berat akan semakin tinggi dan luas permukaan dan volume pori akan semakin terbentuk juga.^[14]

Dari studi literatur, dengan mengaktivasi karbon aktif dengan metode impregnasi maka akan diperoleh peningkatan yang pesat dari luas permukaan dan porositas terutama ketika diaktivasi dengan jumlah KOH yang optimum dan suhu pirolisis yang maksimum (1073K). Temperatur pirolisis ini menjadi faktor yang sangat penting pada pembentukan luas permukaan dan porositas karena hanya pada temperatur tinggi sejumlah KOH dapat mempengaruhi porositas karbon. Pembentukan dari porositas dan luas permukaan tersebut disebabkan karena adanya perubahan KOH menjadi K_2CO_3 yang mengakibatkan pemisahan lameral di karbon. Pada penelitian tersebut dikatakan dapat dihasilkan nilai BET yang tinggi karena terbentuknya struktur pori baik secara mikro maupun mesopori dengan distribusi yang baik.^[9]

2.4.2 Proses Mekanokimia

Proses mekanokimia merupakan proses dengan penggunaan energi mekanik untuk mengaktifasi reaksi kimia dan merubah struktur sehingga diharapkan akan didapatkan material karbon aktif dengan luas permukaan yang tinggi dan struktur pori yang diharapkan. Proses mekanokimia ini dapat membentuk agregasi yang spontan, adsorpsi atau rekristalisasi di sistem yang aktif dimana hal tersebut dapat muncul pada saat grinding atau setelah proses grinding selesai. Proses mekanokimia ini dibagi menjadi penggilingan mekanik (*mechanical milling*), pemaduan mekanik (*mechanical alloying*), reaksi penggilingan (*reaction milling*).

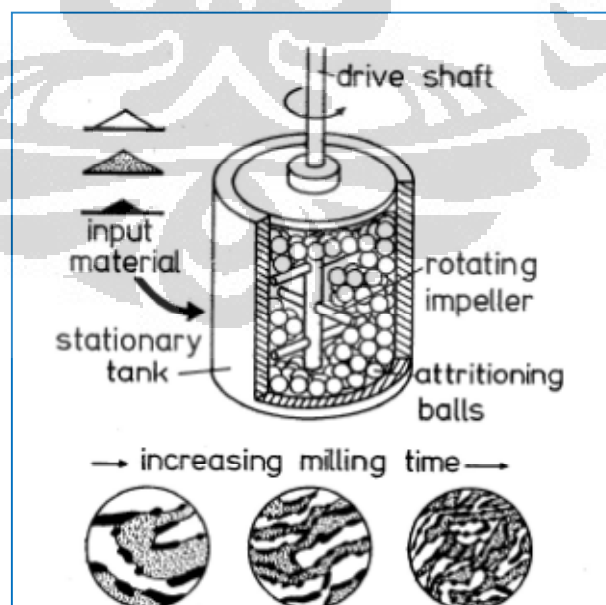
Pada proses mekanokimia, reaksi kimia *non-thermal* terjadi karena adanya deformasi dan perusakan padatan yang secara teknis disebabkan oleh penggilingan material.^[10]

Pada penelitian yang telah dilakukan peningkatan proses adsorpsi hidrogen pada karbon aktif dapat disebabkan hancurnya pori dan

kombinasi dengan *dangling bonds* yang merupakan cacat struktur elektronik yang disebabkan oleh *mechanical milling*.^[27]

Milling merupakan tumbukan mekanik menggunakan bola keras yang dapat berupa logam atau keramik pada material yang rapuh. Kecepatan perputaran wadah disesuaikan untuk menghasilkan energi impact yang maksimum dimana kecepatan perputaran wadah harus cukup untuk membawa bola di ujung atas wadah. Apabila perputaran terlalu lambat maka bola akan menggeling di bagian bawah wadah. Sedangkan apabila perputaran cepat maka bola bergerak sentrifugal di dinding wadah. Kecepatan optimum bervariasi terhadap se per akar diameter mill. Makin kecil ukuran yang diinginkan maka akan semakin besar waktu dan energi yang diperlukan. Lamanya ball milling juga akan mempengaruhi hasil mikrostruktur yang didapatkan dimana hal tersebut dapat terlihat pada Gambar 2.10.

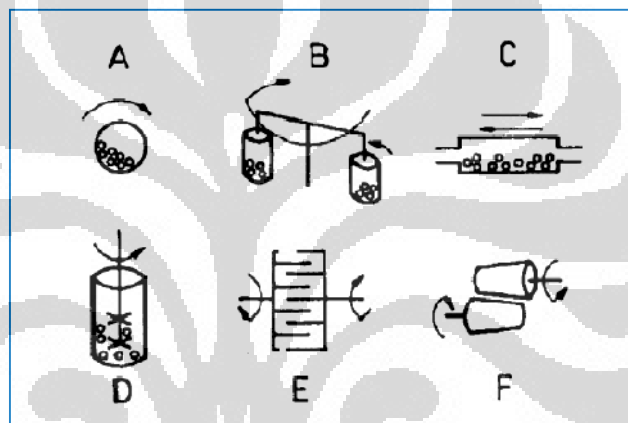
Teknik *milling* umumnya diaplikasikan untuk menghasilkan oksida sub-mikron dengan sebaran yang halus. Salah satu kesulitan menghasilkan paduan berpenguat yang tersebar adalah distribusi seragam penguat di seluruh material. Kelemahan proses dalam bentuk kontaminasi bisa diatasi dengan menggunakan material yang sama dengan serbuk.^[28]



Gambar 2.10 Efek waktu terhadap hasil *milling*, semakin lama waktu maka mikrostruktur semakin homogen^[28]

Proses mekanokimia pada penelitian ini akan menggunakan *planetary ball mill* (PBM) sebagai alat untuk *mechanical milling* dan dengan mencampurkan dengan *chemical activation agent* dengan metode basah. PBM berfungsi untuk menggiling dan mencampur partikel pada dengan granulitas yang berbeda dan material, kondisi suspensi dan pasta atau dengan metode kering dan basah, dalam keadaan vakum atau gas inert. PBM dapat mereduksi ukuran material hingga 30 nanometer tergantung dari parameter yang digunakan.

Pada Gambar 2.11 dapat terlihat tipe- tipe penggilingan untuk mekanokimia yang dapat kita gunakan.^[10]



Gambar 2.11 Tipe penggilingan untuk aktivasi mekanik (a) penggilingan bola (b) penggilingan planetari (c) penggilingan getaran (d) penggilingan bola attritor (e) *pin mill* (f) *rolling mill*^[10]

PBM memiliki 4 tangki *ball mill* pada sebuah talangan besar dimana pada saat talangan besar berevolusi maka *ball mill* akan berotasi sesuai axis dan membentuk pergerakan episiklik. Fungsi gerakan episiklik ini adalah di dalam tangki, material dan bola akan saling bertumbukan satu sama lain dibawah fungsi esentrik dan menghancurkan atau mengecilkan dan juga mencampurkan. Satu putaran revolusi dari talangan besar akan membuat dua putaran rotasi.

Parameter proses yang paling penting dan harus dikontrol selama tahapan penggilingan basah meliputi viskositas *pulp*, massa jenis dan *load turn over*. Dalam penggilingan basah, efek umum rasio padat dari pulp, distribusi ukuran partikel, media kimia, dan viskositas tercakup dalam efek

reologi *pulp*. Viskositas mengkarakterisasi *pulp* dari partikel dalam sautu fluida dan geseka internal atau ketahanan aliran. Karena viskositas dari *pulp* menignkat, maka fluiditas akan menurun.^[29]

Seperti pada studi yang dilakukan sebelumnya bahwa batubara dapat diaktivasi dengan proses *milling* atau *grinding*. Hal tersebut disebabkan kerusakan oleh gaya mekanik yang diberikan menyebabkan adanya reaksi dengan zat kimia yang diberikan baik asam, basa, air atau oksigen. Proses ini dapat menghasilkan batubara aktif dengan *yield* yang tinggi dengan harga yang lebih murah dan kualitas lebih baik dibanding prosedur aktivasi termal. Dengan penggunaan zat kimia yang dilarutkan dengan air dapat meningkatnya *yield* dari karbon dan juga air akan mengindikasikan adanya proses hidrolisis yang berperan pada proses.^[10]

2.4.3 Pembentukan Pelet Karbon Aktif

Karbon aktif berbentuk pelet (*pellet activated carbon*) biasanya digunakan pada operasi dengan tekanan tinggi dan *high volumetric adsorption*. Sesuai dengan namanya, struktur karbon aktif ini padat, keras dan memiliki luas permukaan yang sangat tinggi untuk adsorpsi. Panjang karbon aktif berbentuk pelet ini biasanya 20 – 40 mm dan diameter 5 - 10 mm.

Alasan utama menggunakan bentuk pelet untuk adsorpsi adalah distribusi pori yang unik. Mesoporositas dari pelet meningkat sangat tinggi dan memberikan efek yang sangat baik pada proses adsorpsi gas. Namun, karena terdapat beberapa produksi yang fluktuatif, pelet ini juga dapat digunakan untuk adsorpsi liquid juga. Aplikasi dan fungsi utama dari karbon aktif dapat dikarakterisasi dengan BET *surface area*, SEM, dan lainnya.

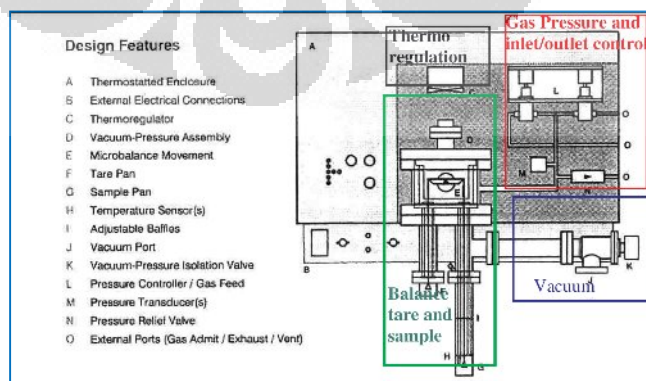
Dari penelitian terdahulu dengan menggunakan arang batok sebagai karbon aktif terbukti bahwa karbon aktif berbentuk pelet lebih banyak menyerap adsorbat dibandingkan karbon aktif yang tidak dipelet. Hal penelitian tersebut menunjukkan bahwa luas permukaan akan semakin

meningkat dengan pembuatan pelet pada karbon aktif. Dengan bentuk pelet tersebut maka karbon aktif mendapatkan *packing densitas* yang tinggi yang akan mempengaruhi kapasitas penyerapan yang semakin tinggi.^[17]

2.5 Metode Pengujian Adsorpsi

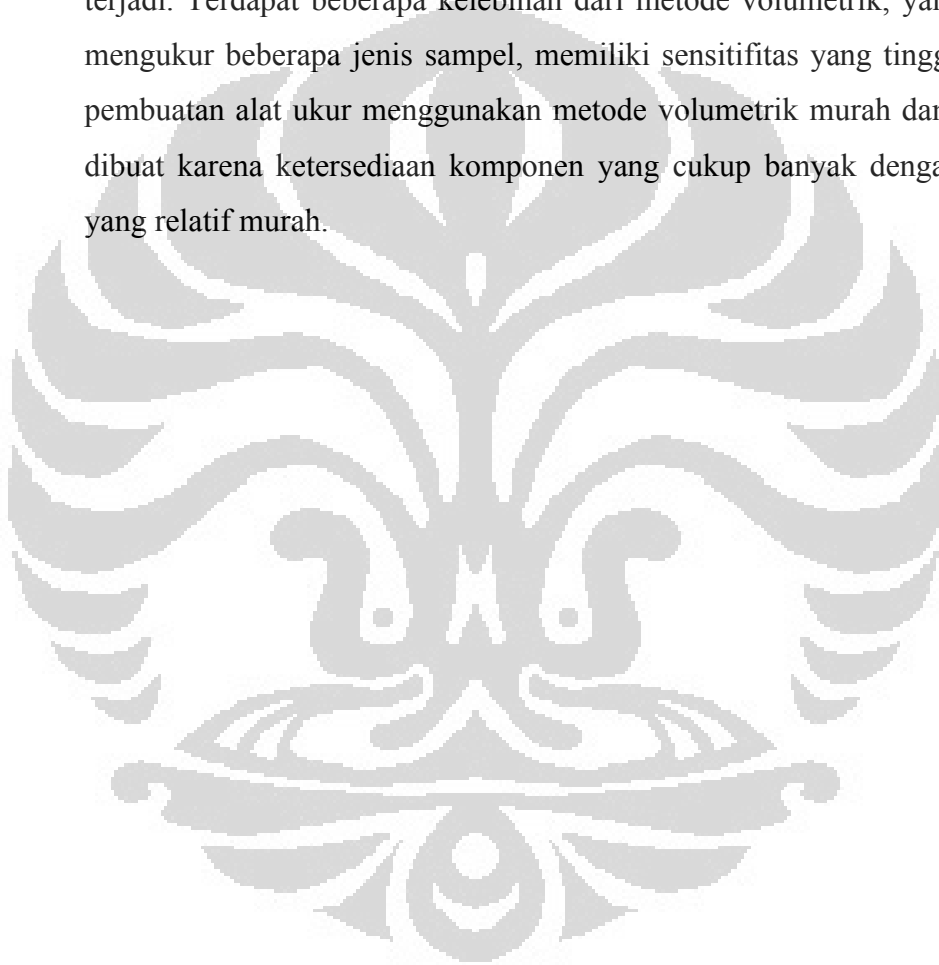
Terdapat empat metode pengukuran adsorpsi yang telah digunakan dan diakui secara internasional, yaitu metode *carrier-gas*, metode volumetrik, metode gravimetrik, dan metode kalorimetrik.^[21] Namun metode yang paling sering digunakan adalah metode gravimetrik dan metode volumetrik.

Metode gravimetrik memiliki akurasi untuk pengukuran paling tinggi diantara metode lain pada pengukuran adsorpsi isothermal. Pengukuran adsorpsi isothermal yang dapat dilakukan dengan menggunakan metode gravimetrik, antara lain, massa yang terserap pada adsorben, tekanan gas dan temperatur. Alat yang digunakan untuk mengukur adsorpsi isothermal adalah *Thermograph Microbalance Aparatus* (TMA). Pada pengujian adsorpsi dengan metode ini membutuhkan investasi yang cukup besar karena untuk memiliki TGA dengan keakurasian tinggi memerlukan dana hingga jutaan dolar.^[16] Skema diagram dari *Thermobalance Hiden IGA* dapat kita lihat pada Gambar 2.12.^[1]



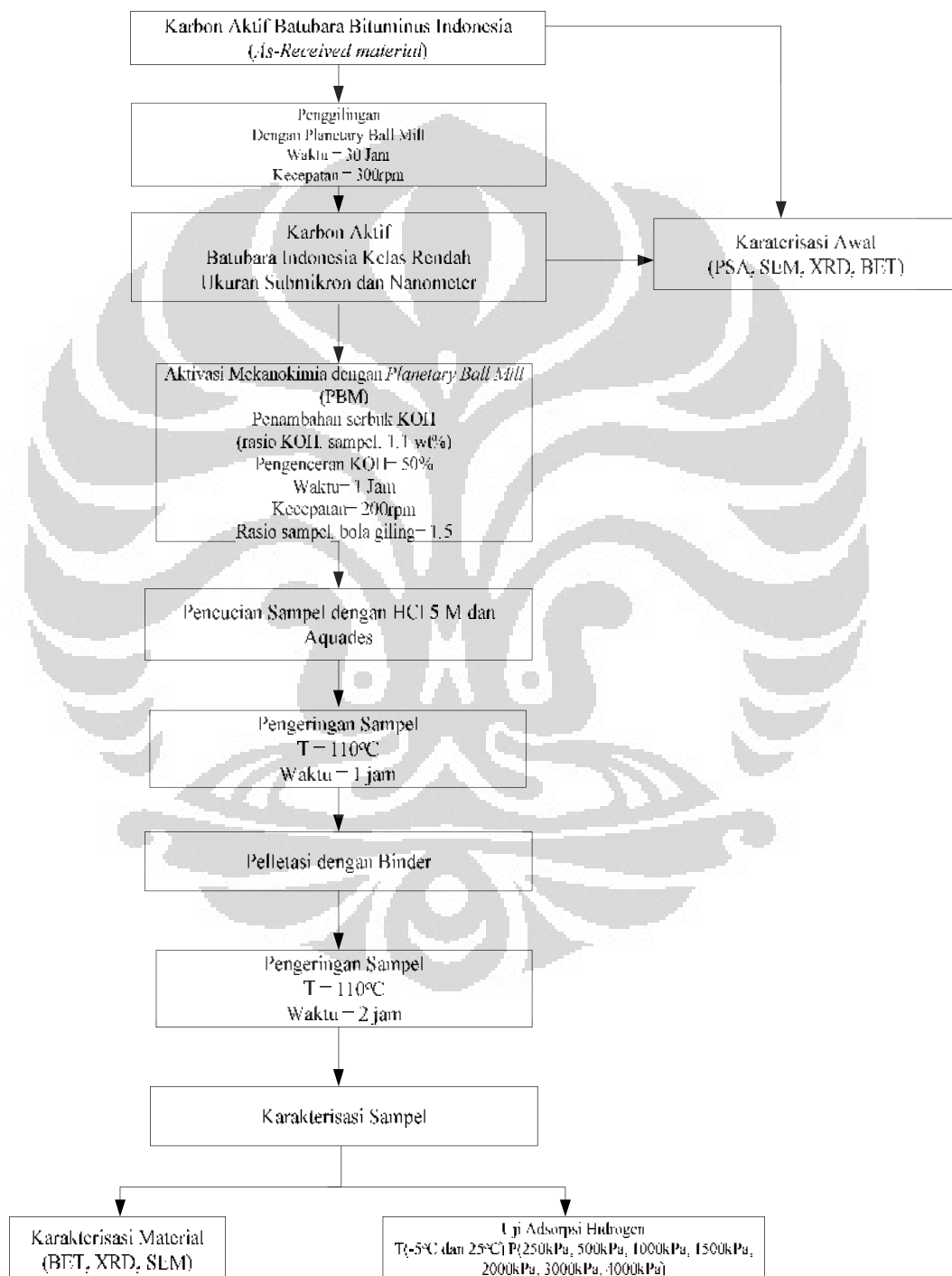
Gambar 2.12 Contoh Skema Diagram dari *Thermobalance Hiden IGA* (metode gravimetrik)^[1]

Metode volumetrik merupakan teknik pengukuran adsorpsi yang paling sering digunakan karena sederhana dan efektif selama alat ukur tekanan dan temperatur dapat memberikan informasi yang dibutuhkan pada proses adsorpsi. Data pengukuran pada metode volumetrik adalah tekanan dan temperatur, dimana data diukur saat adsorbat masuk ke tempat diletakkannya adsorben. Setelah keseimbangan adsorpsi terjadi, jumlah adsorbat yang terserap dihitung dari perubahan tekanan yang terjadi. Terdapat beberapa kelebihan dari metode volumetrik, yaitu dapat mengukur beberapa jenis sampel, memiliki sensitifitas yang tinggi, biaya pembuatan alat ukur menggunakan metode volumetrik murah dan mudah dibuat karena ketersediaan komponen yang cukup banyak dengan harga yang relatif murah.



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Pada diagram alir Gambar 3.1 dapat terlihat bahwa dilakukan proses perlakuan mekanokimia dengan menggunakan *planetary ball mill* yang bertujuan untuk mengecilkan ukuran serta untuk pencampuran dengan KOH sebagai *activating agent*. Proses mekanokimia di PBM ini menggunakan metode basah, dimana KOH akan diencerkan 50%. Untuk mengetahui efektifitas proses mekanokimia sebelum dan sesudah proses perlakuan mekanokimia dengan menggunakan PBM dilakukan karakterisasi seperti uji kristalinitas, uji morfologi, uji BET. Setelah proses mekanokimia sampel dicuci dengan HCl dan aquades serta dikeringkan. Setelah proses pengeringan selesai dilakukan, tahapan selanjutnya adalah dengan melakukan peletisasi pada sampel dengan menggunakan binder dan diikuti dengan pengeringan kembali. Untuk mengetahui efektifitas peletisasi maka dilakukan karakterisasi material lagi.

3.2 Bahan

3.2.1 Material Baku

Bahan baku atau material sampel yang digunakan adalah batubara bituminus Indonesia yang sebelumnya telah diaktivasi secara komersil. Dari pengujian komposisi dengan *energy dispersive spectrometry* (EDS) pada batubara aktif tersebut terdapat unsur – unsur C, O, Mg, Al, Si, P, S, Ca, Mn, Fe sehingga diperkirakan proses aktivasi yang telah diperlakukan pada batubara tersebut dilakukan dengan aktivasi fisika.

3.2.2 Perlakuan Mekanokimia

Pada penelitian ini, perlakuan mekanokimia menggunakan *planetary ball mill* dan KOH (kalium hidroksida) dengan rasio KOH dengan sampel sebesar 1:1 dan KOH akan diencerkan sebesar 50%. Untuk pembuatan pelet menggunakan binder dari pengikat gula cair komersil.

3.3 Preparasi Sampel

Penelitian ini menggunakan sampel batubara bituminus Indonesia yang telah diaktivasi. Sampel tersebut akan digiling menggunakan PBM selama 30 jam dengan kecepatan 300 rpm dengan rasio bola dengan sampel sebesar 1:5. Diharapkan dengan dilakukan penggilingan tersebut maka akan didapatkan ukuran sampel karbon aktif dengan ukuran submikrometer dan nanometer atau kurang dari ukuran $37\ \mu\text{m}$. Untuk memastikan ukuran partikel yang didapatkan maka sampel akan dikarakterisasi dengan PSA. Dan untuk mengetahui karakteristik dari sampel lainnya maka dilakukan karakterisasi dengan SEM, BET, XRD.

3.4 Proses Mekanokimia dengan *Planetary Ball Milling* (PBM)

Proses mekanokimia menggunakan PBM seri NQM-4 seperti yang dapat terlihat pada Gambar 3.2. Volume kontainer baja adalah 100 ml dan kontainer baja yang digunakan pada terlihat pada Gambar 3.3. Kondisi preparasi sampel yang dilakukan adalah metode basah. Disebut dengan metode basah karena KOH yang digunakan diencerkan 50%. Penggilingan dilakukan selama 1 jam dengan kecepatan 200 rpm. Pada proses mekanokimia ini, karbon aktif dicampurkan dengan KOH dengan rasio KOH terhadap karbon aktif sebesar 1:1. Untuk rasio penggilingan sampel karbon aktif terhadap bola sebesar 1:5.



Gambar 3.2 *Planetary Ball Mill* seri NQM-4



Gambar 3.3 Kontainer baja yang digunakan *planetary ball mill*

3.5 Pencucian dan Pengeringan

Setelah proses perlakuan mekanokimia selesai dilakukan tahapan selanjutnya adalah proses pencucian dengan HCl 5 M dan diikuti dengan aquades beberapa kali. Proses pencucian ini menjadi penting karena berfungsi untuk menghilangkan KOH. Apabila proses pencucian ini tidak dilakukan maka KOH akan menutupi pori sehingga akan tidak didapatkan luas permukaan yang optimum. Setelah proses pencucian selesai dilakukan proses pengeringan dengan suhu 110 °C selama 1 jam.

3.6 Pembuatan Pelet

Setelah sampel dicuci dan dikeringkan, tahapan selanjutnya adalah pencampuran sampel dengan binder. Binder yang digunakan berupa gula cair komersil dimana komposisi binder yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Komposisi Binder

Zat yang Terkandung	Persen
Fruktosa	55%
Glukosa	38%
Oligo	7%

Tahapan pembuatan pelet adalah mula – mula sampel yang telah dikeringkan dicampurkan secara manual dengan binder. Setelah terbentuk adonan, pelet akan dibuat dengan menggunakan alat pencetak bertekanan. Setelah sampel berbentuk pelet dilakukan pengeringan pelet di dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam.

3.7 Karakterisasi Sampel

Terdapat beberapa macam karakterisasi sampel yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan penyerapan hidrogen setelah dilakukan pemrosesan. Berikut beberapa karakterisasi yang dilakukan.

3.7.1 Analisis Material Dasar dengan Pengujian Kadar Tetap Karbon

Untuk mengetahui material dasar yang akan digunakan sebagai karbon aktif maka dilakukan pengujian analisis proksimat. Analisis proksimat dari batubara akan menentukan distribusi produk yang akan diperoleh pada saat sampel batubara dipanaskan pada kondisi yang spesifik. Hal tersebut terdapat pada ASTM D121, dan hasil pengujian terbagi menjadi 4 grup, yaitu:

- a. *Moisture*: kandungan air di dalam sampel
- b. *Volatile matter*: gas dan uap yang hilang dari sampel selama proses pemanasan berlangsung
- c. *Fixed carbon*: fraksi *nonvolatile* dari sampel (kandungan karbon pada sampel)
- d. *Ash*: residu inorganik hasil pembakaran (*inert matter* yang terkandung di dalam sampel)

3.7.2 Analisis Ukuran Partikel dengan *Particle Size Analysis* (PSA)

Pengujian distribusi ukuran partikel dengan PSA ini dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dari sampel karbon aktif sebelum dan

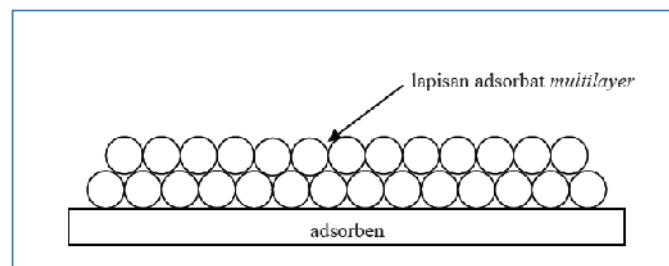
sesudah dilakukan proses *ball milling*. Metode pengujian PSA yang paling sering digunakan adalah dengan *wet dispersion* dengan *laser diffraction*. Metode analisis basah ini menggunakan dispersi pada sampel di berbagai ukuran partikel, mulai dari sub-mikron melalui pasir dan sedimen. Pada partikel besar atau distribusi dengan polidispersi, kekentalan dari *wet dispersant* memastikan bahwa pengukuran tanpa bias dapat dihasilkan, karena efek sedimentasi partikel mudah terbentuk. Dispersi dapat didapatkan untuk sistem partikel yang beragam karena rentang yang luas dengan pengukuran menggunakan difraksi laser. Analisis basah ini biasanya merupakan metode yang paling sering digunakan. Pada penelitian ini, menggunakan Beckmen Coulter dimana pelarut yang digunakan berupa air.

3.7.3 Pengukuran Luas Permukaan Partikel dengan Menggunakan Uji Brunner Emmet Teller (BET)

BET merupakan singkatan dari nama – nama ilmuwan yang menemukan teori luas permukaan pada suatu material. Mereka adalah Brunauer, Emmet, dan Teller. BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu material yang meliputi *surface area* (SA, m^2/g), diameter pori (D) dan volume pori (Vpr, cc/gr). Teori BET menjelaskan bahwa adsorpsi terjadi di atas lapisan adsorbat monolayer. Sehingga, isoterm adsorpsi BET dapat diaplikasikan untuk adsorpsi multilayer dimana pendekatan isoterm adsorpsi BET dapat dilihat pada Gambar 3.4.

Keseluruhan proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai berikut:

- a. Penempelan molekul pada permukaan padatan membentuk lapisan monolayer
- b. Penempelan molekul pada lapisan monolayer membentuk lapisan multilayer



Gambar 3.4 Pendekatan isotherm adsorpsi BET

Pengujian ini menggunakan gas nitrogen sebagai adsorbat. Alat pengujian luas permukaan, volume pori, diameter pori menggunakan NOVA Instruments 1004-2003 dapat dilihat pada Gambar 3.5.



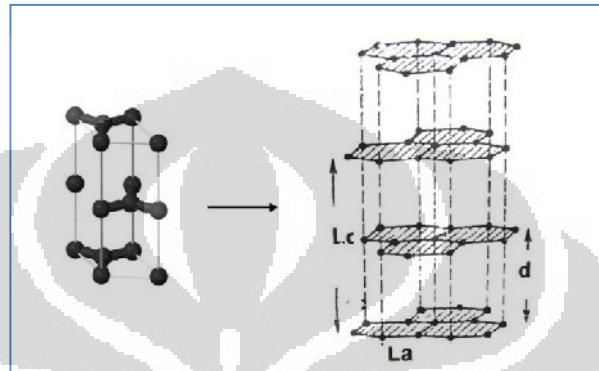
Gambar 3.5 Alat Pengujian Luas permukaan, volume pori, diameter pori

3.7.4 Karakteristik Analisis Kristalinitas Struktur Permukaan Karbon Aktif dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakteristik difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui parameter kisi, struktur kristal dan derajat kekristalan dalam suatu sampel yang berhubungan dengan kemampuan penyerapan hidrogen. Pada penelitian ini menggunakan alat SHIMADZU XRD-7000 merupakan teknik analisis yang biasanya digunakan untuk identifikasi fasa dari

material kristalin dan dapat memberikan informasi mengenai dimensi unit cell.

Untuk mengetahui derajat kristalinitas(x), jarak antar lapisan (d), tinggi (Lc), dan lebar (La) antar lapisan aromatik serta jumlah (N) lapisan aromatik dapat menggunakan difraksi sinar x dimana skemanya dapat dilihat pada Gambar 3.6.^[30]



Gambar 3.6 Skema jarak antara lapisan (d), tinggi lapisan (Lc), jumlah lapisan (N) dan lebar lapisan (La) aromatik dan unit terkecil penyusun struktur kristalit arang dan arang aktif^[30]

Prinsip dasar dari XRD adalah difraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi – kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Å. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron dan neutron.

Sinar X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 – 2,5Å. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD. ^[31]

Hasil difraksi maksimum dan minimum dari sinar-X selanjutnya ditangkap oleh detektor dalam bentuk cps (*counter per second*). Puncak terdeteksi untuk sudut tertentu berkaitan dengan indeks Miller (hkl). Jarak bidang dan hkl pada kristal kubik dirumuskan seperti pada persamaan 3.1.

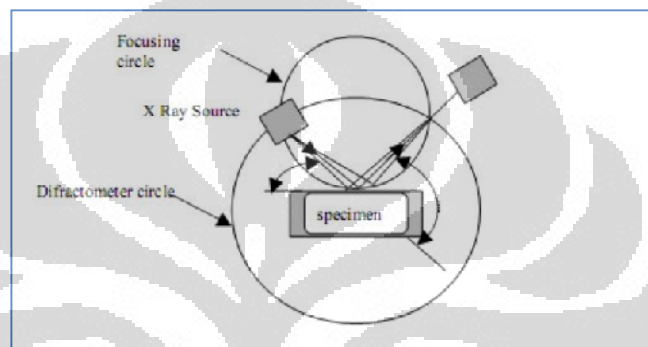
$$1/d_2^2 = h_2^2 + k_2^2 + l_2^2/a_2^2 \quad (3.1)$$

Adapun jarak interlayer dihitung dengan persamaan *braggs* seperti pada persamaan 3.2

$$d = n \lambda / 2 \sin \theta \quad (3.2)$$

dimana, λ adalah panjang gelombang dan θ adalah sudut difraksi untuk posisi puncak atau *peak*.

Jarak interlayer yang tinggi akan meningkatkan daya adsorpsi. Prinsip kerja penentuan karakteristik bahan khususnya struktur kristal menggunakan sinar-X diperlihatkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Prinsip dasar analisis struktur kristal menggunakan XRD

Tahapan pelaksanaan uji struktur kristal dengan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel diletakkan pada sampel *holder* dari difraktometer sinar-X.
2. Proses difraksi sinar-X dimulai dengan menyalakan difraktometer. Pengambilan data pola difraksi dengan cara kontinyu pada daerah sudut hamburan yang diinginkan
3. Diperoleh hasil berupa hubungan antara sudut difraksi 2θ dan intensitas sinar-X yang dipantulkan.

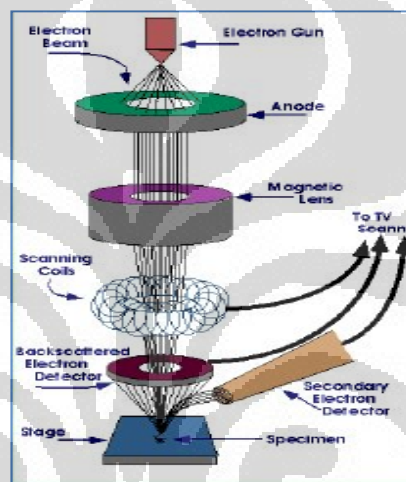
3.7.5 Karakteristik Analisis Morfologi Permukaan Karbon Aktif dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah satu jenis mikroskop elektron dimana gambar dari suatu sampel dihasilkan dengan cara memindai permukaan sampel dengan *high-energy beam of electrons*. Elektron-elektron berinteraksi dengan atom-atom sehingga menghasilkan

sinyal yang memberikan informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi kimia (menggunakan EDS), struktur kristal, dan sifat-sifat lainnya seperti konduktivitas listrik.

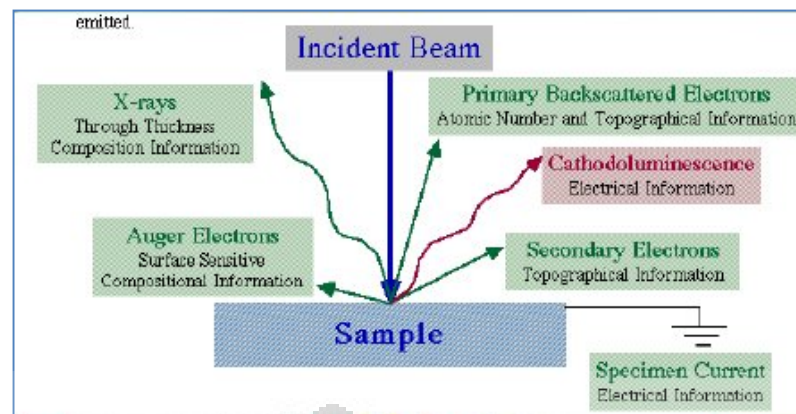
Karakterisasi SEM ini dilakukan dengan tujuan hasil dari gambar SEM akan menggambarkan pori – pori dan sifat permukaan karbon aktif.

Jenis sinyal dihasilkan oleh SEM meliputi *secondary electrons*, *back-scattered electrons*, karakteristik sinar X, *light (cathodoluminescence)*, *specimen current* dan *transmitted electrons*. Skema dari SEM dapat dilihat pada Gambar 3.8.^[32]



Gambar 3.8 Skema SEM

Secondary electron berguna untuk menghasilkan gambar SEM. *Secondary electron* ini sangat penting untuk menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel. Sedangkan *backscattered electron* untuk menggambarkan kontras dalam komposisi pada sampel multifasa. Semakin besar nomor atom maka semakin terang gambar yang dihasilkan. *X-Ray* dihasilkan oleh tumbukan inelastis dari elektron-elektron dalam *discrete orbital* dari atom-atom dalam sampel. Karena elektron tereksitasi kembali ke energi yang lebih rendah, menghasilkan sinar X dari panjang gelombang tetap. Karakteristik sinar X dihasilkan untuk masing-masing elemen dalam suatu material yang “tereksitasi” oleh *electron beam*. Ilustrasi interaksi antara elektron dengan sampel dapat dilihat pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 Ilustrasi interaksi elektron-sampel

Sampel yang ingin diuji dengan SEM harus memiliki konduktivitas yang baik, semakin baik konduktivitasnya maka akan menghasilkan gambar yang baik pula. Bila sampel tidak cukup konduktif maka sampel harus dilapisi dengan Pt, Au, atau C (*inert*). Ukuran sampel juga kecil karena disesuaikan dengan tempat sampelnya, sampel berukuran maksimal 1 inch dalam diameter dan 1 cm (tinggi max). Sampel diletakkan pada *stub*. Biasanya sampel diberi *carbon tape* konduktif agar sampel tidak bergerak saat dilakukan pengujian. Selain itu, *carbon tape* ini juga berfungsi untuk mengalirkan listrik ke sampel agar sampel tetap konduktif.

Setelah preparasi sampel selesai, sampel akan dimasukkan ke *electron chamber* yang kemudian akan *electron beam* akan ditembakkan oleh *electron gun* untuk proses *scanning*. Elektron yang berinteraksi dengan atom akan menghasilkan gambar yang akan diamati dengan monitor. Perbesaran dapat dilakukan untuk kualitas gambar yang lebih baik dan pengamatan permukaan yang lebih detail. Dengan menggunakan SEM maka dapat terlihat pori dan permukaan dari karbon aktif. Alat SEM yang digunakan pada penelitian ini berupa LEO 420i dimana dapat dilihat pada Gambar 3.10.



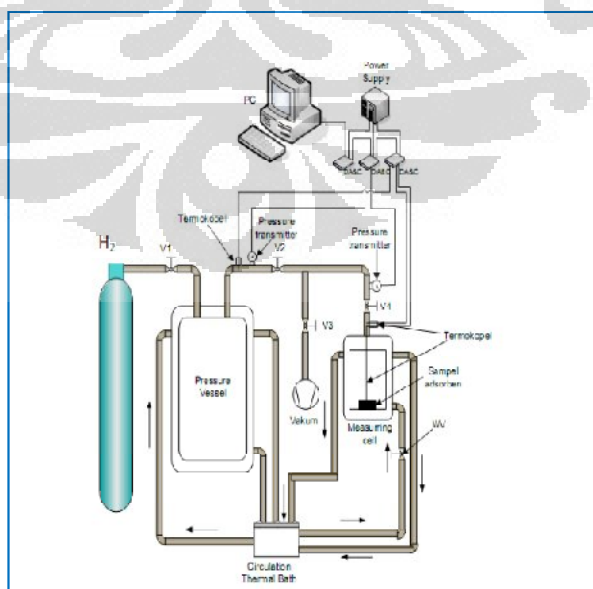
Gambar 3.10 Alat *Scanning Electron Microscope* LEO 420i

3.7.6 Kapasitas Penyimpanan Hidrogen dengan Uji Adsorpsi Volumetrik

Alat uji adsorpsi yang digunakan merupakan uji adsorpsi volumetrik dimana terdapat dua buah silinder yang terbuat dari SS 304 yang bertindak sebagai *charging cell* dan *measuring cell*. Kedua tabung tersebut akan terhubung menggunakan *tube stainless steel* dan kedua silinder tersebut terendam pada fluida dengan temperatur yang dikontrol oleh *circulating Thermal Bath* merk HUBER dengan akurasi 0,1 °C. Tekanan pada kedua silinder diukur dengan menggunakan *pressure transmitter*, kisaran pengukuran 0-40 bar absolut (*DRUCK PTX 1400*), akurasi hingga 0,15 %. *Thermocouple* kelas A tipe K digunakan untuk mengukur temperatur adsorbat (gas H₂) dan adsorben (karbon aktif). Data tekanan dan temperatur di rekam melalui data akuisisi *National Instrument*.

Setelah karbon aktif dimasukkan kedalam *measuring cell*, antara *measuring cell* dan *charging cell* telah terhubung akan dilakukan proses *degassing* selama 8 jam dimana sistem vakum dengan pompa vakum tingkat ARUKI hingga mendekati tekanan 0,01 mbar. Proses *degassing* berfungsi untuk mengeluarkan seluruh unsur atau zat pengotor (*impurity*) yang kemungkinan terserap oleh karbon aktif selama penyimpanan. Selama proses *degassing*, *measuring cell* dililitkan dengan pemanas

(heater) untuk menjaga temperatur karbon aktif pada kisaran 130–140 °C. Kemudian Gas Helium (He) akan dimasukkan kedalam sistem hingga tekanan 7 bar untuk meningkatkan proses pengeluaran zat pengotor pada karbon aktif. Setelah proses *degassing*, *charging cell* dan *measuring cell* akan direndam dengan air yang disirkulasikan oleh *circulating Thermal Bath HUBER* dengan akurasi 0,1 °C untuk menjaga agar temperatur pada sistem konstan pada temperatur tertentu. Setelah temperatur sistem konstan (*isothermal*), gas hidrogen (H₂) dimasukkan kedalam *charging cell* yang sebelumnya katup penghubung antara *charging cell* dan *measuring cell* ditutup. Setelah temperatur pada *charging cell* kembali ke temperatur *isothermal* katup penghubung tersebut dibuka, proses ini adalah proses awal adsorpsi *isothermal*. Setelah proses tersebut Gas H₂ kembali diisikan pada tekanan berikutnya kedalam *chargingcell* setelah temperatur pada *charging cell* kembali pada temperatur semula. Proses tersebut berlangsung sampai dengan tekanan pengisian 3,5 MPa. Proses diatas dilakukan kembali untuk tiap temperatur *isothermal* yang berbeda. Pada penelitian ini menggunakan temperatur sebesar -5° C dan 25 °C dengan variabel tekanan sebesar 250 kPa, 500 kPa, 1000 kPa, 1500 kPa, 2000 kPa, 3000 kPa, 4000 kPa. Skema alat pengujian adsorpsi hidrogen yang digunakan pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Skema alat uji adsorpsi volumetrik

BAB IV HASIL DAN DISKUSI

Pada penelitian ini telah dilakukan beberapa pengujian pada beberapa jenis sampel seperti yang dapat terlihat pada Gambar 3.1. Pengujian - pengujian tersebut bertujuan untuk mengetahui efek perlakuan mekanokimia dengan metode basah pada sampel karbon aktif batubara untuk material penyimpanan hidrogen dimana seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa penelitian ini menggunakan *planetary ball milling* (PBM) untuk melakukan pemrosesan mekanokimia tersebut dan juga melibatkan proses peletasi pada sampel. Dengan pengujian – pengujian tersebut kita dapat mengetahui komposisi sampel, ukuran partikel dari sampel, kapasitas penyimpanan hidrogen, kristalinitas, luas permukaan, diameter pori, volume pori, morfologi dari sampel sebelum dan sesudah dilakukan pemrosesan. Berikut ini merupakan hasil dari pengujian yang telah dilakukan.

4.1 Analisis Material Dasar dengan Pengujian Kadar Tetap Karbon

Analisis material dasar dengan pengujian kadar tetap karbon menggunakan analisis proksimat dimana analisis ini bertujuan untuk menentukan distribusi produk yang akan diperoleh pada saat sampel batubara dipanaskan pada kondisi yang spesifik. Hasil karakteristik analisis proksimat material dasar dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data analisis proksimat material dasar karbon aktif batubara

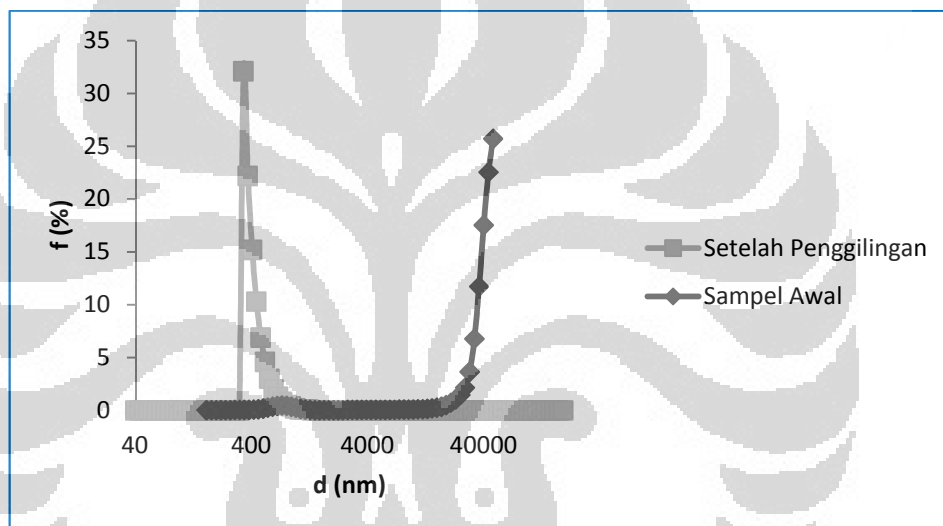
Sampel	Kadar Kelembaban (% _{ADB})	Kadar Abu (% _{ADB})	Kadar Zat Terbang (% _{ADB})	Kadar Karbon Padat (% _{ADB})	Kadar Belerang Total (% _{ADB})	Nilai Kalori (Cal/g, ADB)
Batubara	21,1	10,9	6,6	61,3	0,63	5068

Dari Tabel 4.1 dapat terlihat bahwa material dasar karbon aktif berbahan dasar batubara memiliki kadar kelembaban sebesar 21,1%, kadar

abu sebesar 10,9%, kadar zat terbang sebesar 6,6%, kadar karbon padat sebesar 61,3%, kadar belerang total sebesar 0,63%, dan nilai kalori sebesar 5068 Cal/g.

4.2 Distribusi Ukuran Partikel dengan *Particle Size Analysis* (PSA)

Pengujian distribusi ukuran partikel dengan PSA ini dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dari sampel karbon aktif sebelum dan sesudah dilakukan proses *ball milling*. Hasil dari pengujian PSA dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik gabungan distribusi ukuran partikel untuk sampel awal dan sampel hasil penggilingan 30 jam

Dari Gambar 4.1 dapat terlihat bahwa sampel hasil penggilingan selama 30 jam mengalami penurunan ukuran partikel dibandingkan sampel awal karbon aktif batubara. Ukuran partikel rata – rata sampel awal sebesar 38807,202 nm dan ukuran partikel rata – rata sampel hasil penggilingan selama 30 jam sebesar 414,7 nm dengan ukuran partikel terkecil sebesar 340,5 nm. Ukuran partikel rata – rata sampel hasil penggilingan selama 30 jam mengalami penurunan ukuran sebesar 98,9%. Penurunan hingga 98,9% tersebut menunjukkan bahwa proses penggilingan merupakan proses yang efektif untuk mendapatkan ukuran

partikel yang lebih kecil dimana pada penelitian ini menginginkan ukuran partikel hingga submikrometer dan nanometer.

Seperti yang diketahui bahwa material dengan ukuran kecil hingga nanometer dapat mempengaruhi penyerapan hidrogen secara termodinamik dan kinetik dimana laju difusi akan semakin meningkat dan tentu saja akan menghasilkan material penyimpan hidrogen yang ringan.^[3]

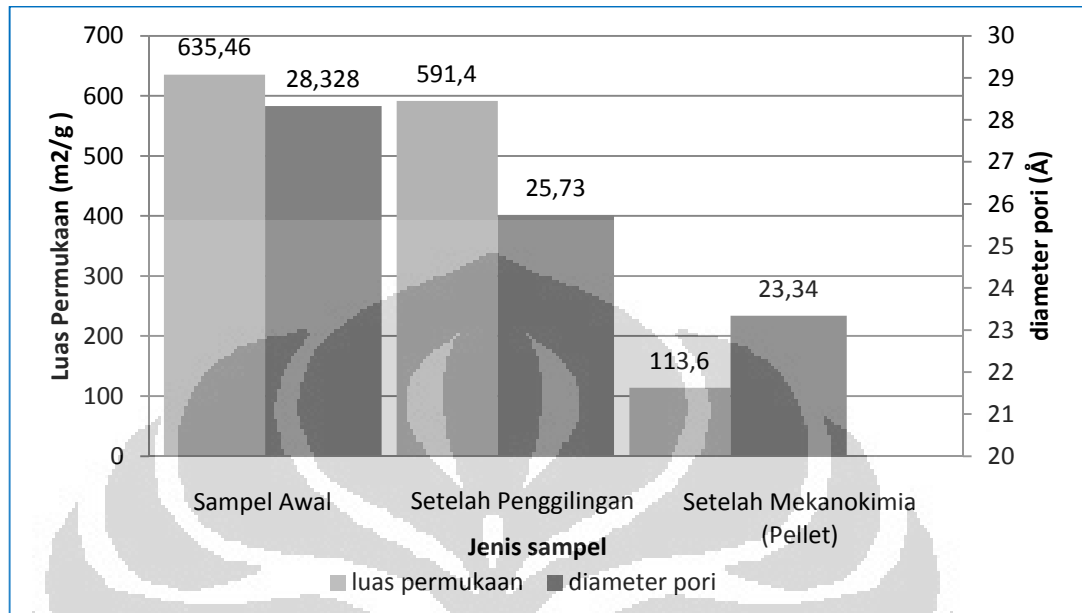
Apabila kita melihat dari tujuan penelitian ini dimana dengan didaptkannya distribusi ukuran partikel yang lebih kecil hingga submikrometer dan nanometer maka akan didapatkan luas permukaan yang lebih tinggi dan didapatkan material dengan kapasitas penyerapan hidrogen yang lebih tinggi dan lebih baik. Hal tersebut juga sesuai dengan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Mustanir dimana ukuran partikel yang semakin kecil maka hidrogen yang dapat diserap akan lebih banyak karena daerah permukaan material akan semakin luas dan akan memudahkan hidrogen berinteraksi dan terserap. Pada penelitian tersebut juga memperlihatkan bahwa teknik *mechanical milling* menggunakan *ball mill* merupakan teknologi yang menjanjikan untuk preparasi sampel yang berskala nanokristal.^[33]

Selain itu dengan ukuran partikel yang semakin kecil juga akan berpengaruh terhadap mekanisme adsorpsi hidrogen yaitu hidrogen sebagai adsorbat akan berdifusi hingga saat diameter adsorbat setidaknya setengah dari diameter pori dimana hal tersebut tentu saja lebih mudah didapatkan pada material dengan ukuran partikel yang lebih kecil karena akan berpengaruh pada luas permukaan karbon aktif tersebut.^[22,23]

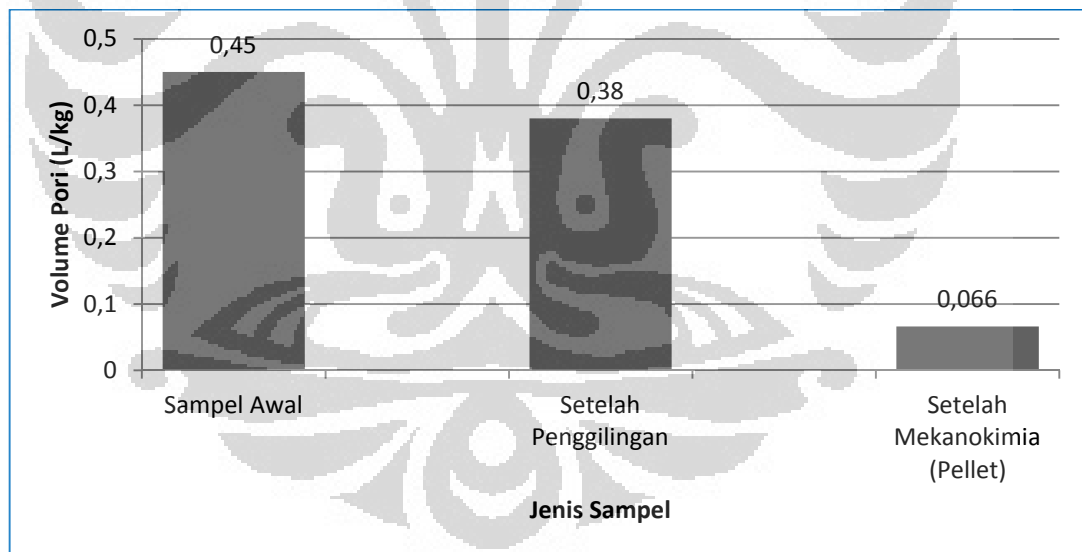
4.3 Pengukuran Luas Permukaan Partikel, Diameter Pori, dan Volume Pori dengan Menggunakan Uji Brunner Emmet Teller (BET)

Pengujian BET pada penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengkarakterisasi permukaan sampel awal, sampel hasil penggilingan 30 jam dan sampel setelah perlakuan mekanokimia dimana akan didapatkan hasil berupa luas permukaan (m^2/g), diameter pori (\AA) dan volume pori

(L/kg). Berikut ini merupakan hasil pengujian BET untuk sampel awal, sampel hasil penggilingan 30 jam dan sampel setelah perlakuan mekanokimia. Hasil pengujian tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.2.



(a)



(b)

Gambar 4.2 (a) Grafik luas permukaan dan diameter pori dan (b) Grafik volume pori karbon aktif batubara terhadap berbagai jenis sampel

Dari Gambar 4.2 dapat dilihat grafik berbagai sampel terhadap luas permukaan, diameter pori dan volume pori. Pada Gambar 4.2a dapat terlihat bahwa sampel karbon aktif batubara awal (*as-received*) memiliki

luas permukaan sebesar $635,5 \text{ m}^2/\text{g}$, sampel hasil penggilingan 30 jam memiliki luas permukaan sebesar $591,4 \text{ m}^2/\text{g}$ dan sampel setelah perlakuan mekanokimia (bb basah pelet) memiliki luas permukaan sebesar $113,6 \text{ m}^2/\text{g}$. Luas permukaan tersebut mengalami penurunan dari sampel awal sebesar 6,9% untuk sampel hasil penggilingan selama 30 jam dan sebesar 82,1% untuk sampel setelah perlakuan mekanokimia. Penurunan luas permukaan juga terjadi pada sampel setelah perlakuan mekanokimia apabila dibandingkan dengan sampel hasil penggilingan 30 jam yaitu sebesar 80,8%.

Dari Gambar 4.2a tersebut dapat dilihat pula grafik berbagai sampel terhadap diameter pori setiap sampel tersebut. Pada gambar tersebut dapat terlihat bahwa sampel karbon aktif batubara awal (*as-received*) memiliki diameter pori sebesar $28,3 \text{ \AA}$, sampel hasil penggilingan 30 jam memiliki diameter pori sebesar $25,7 \text{ \AA}$ dan sampel setelah perlakuan mekanokimia (bb basah pelet) memiliki diameter pori sebesar $23,2 \text{ \AA}$. Diameter pori tersebut mengalami penurunan dari sampel awal sebesar 9,17% untuk sampel hasil penggilingan selama 30 jam dan sebesar 17,7% untuk sampel setelah perlakuan mekanokimia. Penurunan diameter pori juga terjadi pada sampel setelah perlakuan mekanokimia apabila dibandingkan dengan sampel hasil penggilingan 30 jam yaitu sebesar 9,28%.

Dari Gambar 4.2b tersebut juga dapat terlihat grafik berbagai sampel terhadap volume pori setiap sampel tersebut. Pada gambar tersebut dapat terlihat bahwa sampel karbon aktif batubara awal (*as-received*) memiliki volume pori sebesar $0,45 \text{ L/kg}$, sampel hasil penggilingan 30 jam memiliki volume pori sebesar $0,38 \text{ L/kg}$ dan sampel setelah perlakuan mekanokimia (bb basah pelet) memiliki volume pori sebesar $0,06 \text{ L/kg}$. Volume pori tersebut mengalami penurunan dari sampel awal sebesar 15,5% untuk sampel hasil penggilingan selama 30 jam dan sebesar 85,3% untuk sampel setelah perlakuan mekanokimia. Penurunan diameter pori juga terjadi pada sampel setelah perlakuan mekanokimia apabila dibandingkan dengan sampel hasil penggilingan 30 jam yaitu sebesar

82,6%. Dari penelitian ini dapat dilihat bahwa volume pori juga mengalami penurunan seiring dengan penurunan luas permukaan dan diameter pori.

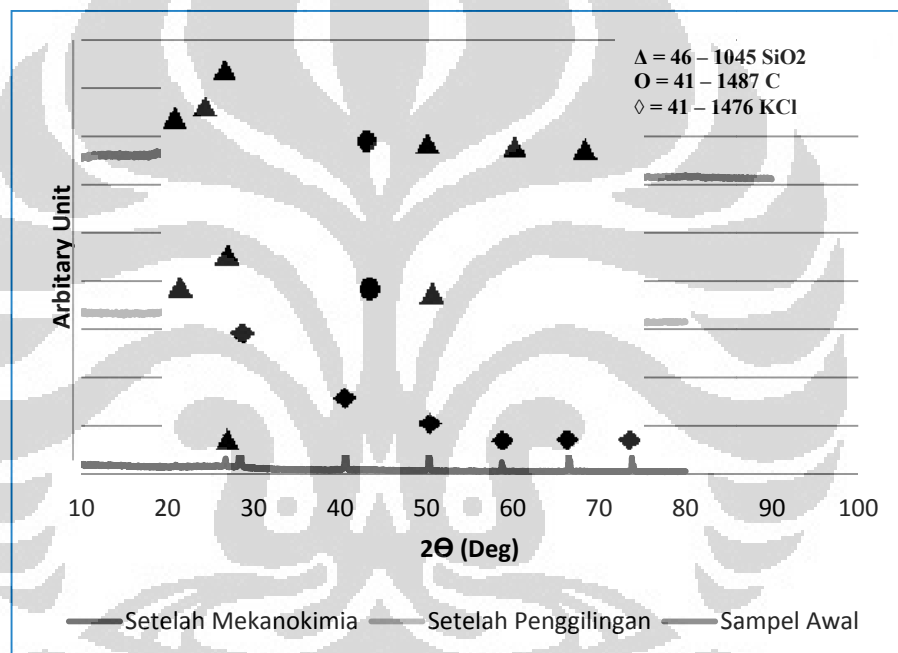
Baik luas permukaan maupun diameter pori terus mengalami penurunan dari sampel awal diikuti sampel hasil penggilingan 30 jam dan memiliki nilai terkecil pada sampel setelah perlakuan mekanokimia. Penurunan luas permukaan pada sampel hasil penggilingan 30 jam dapat disebabkan karena beberapa hal. Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh N.J Welham bahwa terjadi penurunan diameter pori dan luas permukaan dimana hal tersebut menunjukkan bahwa penggilingan dapat mengurangi densitas pori kemungkinan karena adanya kompaksi selama impak. Selain itu apabila waktu penggilingan terlalu lama dapat menyebabkan aglomerasi dari partikel kecil menjadi partikel yang besar sehingga luas permukaan dari sampel akan turun.^[34]

Pada penelitian ini didapatkan hasil bahwa sampel setelah perlakuan mekanokimia berbentuk pelet tersebut memiliki diameter pori yang lebih kecil bila dibandingkan diameter pori sampel awal dimana hal tersebut menunjukkan penyerapan hidrogen yang semakin efektif pula karena menurut penelitian oleh R Strobel bahwa diameter pori rata – rata yang paling efektif untuk penyerapan karbon aktif ada diantara 0,5 – 1,0nm. Apabila didapatkan diameter pori yang lebih besar dari nilai tersebut maka kapasitas penyerapan hidrogen akan terus menurun.^[23]

Pada penelitian ini dapat terlihat bahwa sampel setelah perlakuan mekanokimia yang berbentuk pelet justru memiliki luas permukaan dan volume pori yang semakin kecil dibandingkan sampel awal dimana hal tersebut dapat dikarenakan oleh pengaruh binder yang digunakan. Seperti pada penelitian sebelumnya oleh Ruth Ubago-Perez bahwa adanya binder dapat memberikan efek negatif terhadap luas permukaan dan juga volume pori.^[35]

4.4 Karakteristik Analisis Kristalinitas Struktur Permukaan Karbon Aktif dengan *X-Ray Diffraction*

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui struktur derajat kristalinitas dari sampel dimana hal tersebut akan berpengaruh terhadap penyerapan hidrogen. Seperti pada penelitian sebelumnya oleh Yinghe Zhang bahwa jarak *interlayer*, lebar lapisan kristalit akan mempengaruhi kapasitas penyerapan hidrogen.^[36] Hasil pengujian XRD dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil pengujian XRD untuk berbagai sampel

Pada Gambar 4.3 dapat terlihat gabungan hasil pengujian XRD untuk berbagai sampel karbon aktif batubara. Dari hasil pengujian XRD tersebut untuk sampel awal ditemukan SiO_2 dan juga C. Senyawa SiO_2 tersebut kemungkinan berasal dari abu yang terkandung di sampel awal karbon aktif batubara. Untuk sampel setelah penggilingan selama 30 jam dapat terlihat bahwa sampel hasil penggilingan 30 jam memiliki *peak* pada sudut difraksi yang sama seperti pada sampel awal. Selain itu juga ditemukan pula senyawa yang sama seperti yang ditemukan dalam sampel awal karbon aktif batubara yaitu senyawa SiO_2 dan juga C. Namun

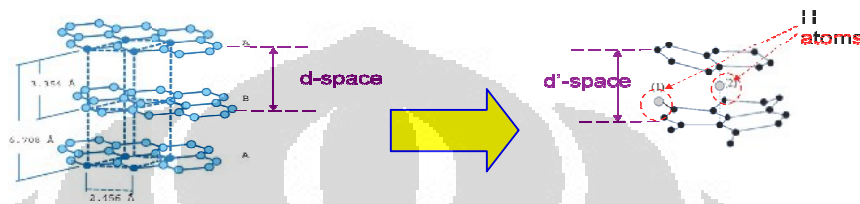
perbedaannya dari sampel awal adalah intensitas yang dimiliki oleh sampel hasil penggilingan 30 jam lebih rendah dibandingkan *peak* yang dimiliki sampel awal dimana hal tersebut menunjukkan derajat kristalinitas dari sampel hasil penggilingan 30 jam mengalami penurunan seperti pada yang ditunjukkan oleh penelitian sebelumnya dan juga menunjukkan struktur nanokristalin (<50 nm).^[30]

Pada Gambar 4.3 tersebut juga dapat terlihat hasil pengujian XRD untuk sampel setelah perlakuan mekanokimia. Hasil pengujian XRD untuk sampel setelah perlakuan mekanokimia memiliki sudut difraksi baru dan berbeda dengan hasil pengujian XRD untuk sampel awal maupun sampel hasil penggilingan 30 jam. Hal tersebut juga terlihat dari senyawa berbeda yang ditemukan dari hasil pengujian XRD tersebut yaitu senyawa KCl dan SiO₂. Senyawa KCl tersebut dapat terbentuk mengingat sampel setelah perlakuan mekanokimia ini telah melalui pemrosesan dengan menggunakan KOH dan diikuti dengan penggunaan HCl untuk mencucinya sehingga ada kemungkinan untuk terbentuknya senyawa KCl dimana kemungkinan hal tersebut berkaitan dengan kurang efektifnya pencucian yang dilakukan.

Dari hasil pengujian XRD tersebut dapat terlihat bahwa derajat kristalinitas untuk sampel hasil penggilingan selama 30 jam mengalami penurunan dibandingkan sampel awal karena seperti yang diketahui penggilingan dengan penggilingan akan merusak tingkat keteraturan atau kristalinitas sampel awal dan menjadi amorf. Dapat dilihat juga bahwa sampel setelah perlakuan mekanokimia menunjukkan kristalinitas yang sangat rendah atau bisa dikatakan amorf. Perubahan ini menyebabkan tingkat keteraturan yang semula tinggi (kristalin) berubah menjadi tidak beraturan sehingga celah diantara kristalin pun semakin besar. Seperti pada penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Gustan Pari bahwa apabila bentuk kristalit yang terbentuk akan semakin kecil (amorf) maka jarak antara lapisan aromatik akan semakin besar.^[30]

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya oleh Yinghe zhang bahwa waktu penggilingan oleh penggilingan akan mempengaruhi jarak

interlayer dari sampel dimana jarak *interlayer* yang semakin tinggi akan meningkatkan daya serap hidrogen seperti yang terlihat pada Gambar 4.4 dimana merupakan struktur kristal sebelum dilakukan penggilingan dan setelah dilakukan penggilingan. Namun apabila waktu penggilingan dengan penggilingan terlalu cepat atau terlalu lama dimana belum didapatkannya jarak *interlayer* atau jarak *interlayer* akan mengecil kembali maka daya serap hidrogen akan menurun kembali.^[36]



Gambar 4.4 Struktur kristal sebelum dilakukan penggilingan (kiri) dan setelah dilakukan penggilingan (kanan) dimana jarak *interlayer* (*d*) setelah dilakukan penggilingan lebih besar^[36]

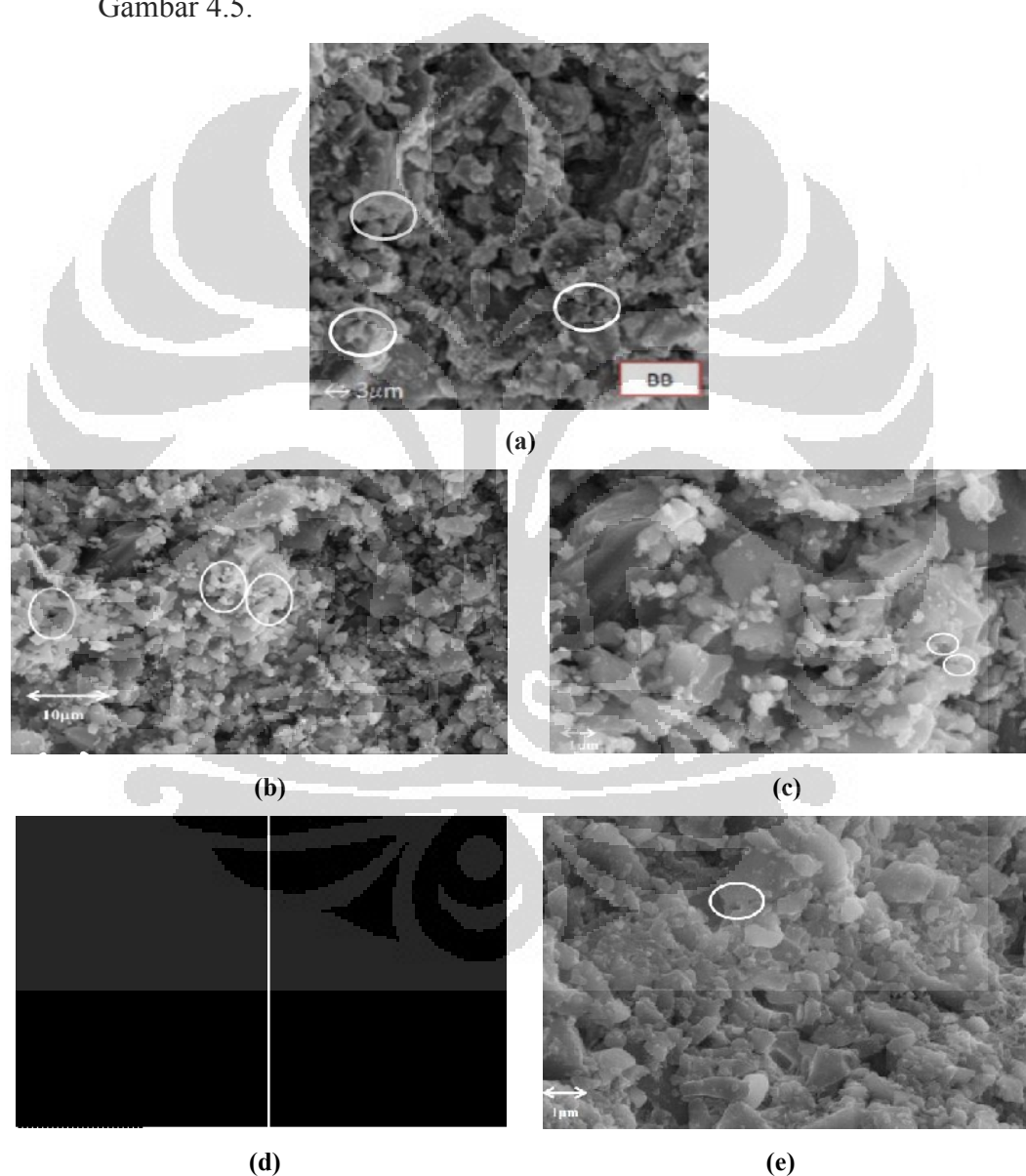
Hasil pengujian XRD ini juga akan berkaitan dengan luas permukaan karbon aktif dari setiap sampel. Dari hasil penelitian yang dilakukan seperti yang sudah dibahas sebelumnya bahwa luas permukaan sampel selalu mengalami penurunan dari sampel awal diikuti sampel hasil penggilingan 30 jam dan sampel setelah perlakuan mekanokimia dan dari hasil pengujian XRD pun menunjukkan bahwa sampel setelah perlakuan mekanokimia memiliki kristalinitas yang paling rendah (amorf).

Seperti yang telah disimpulkan oleh Manivannan dan Pari bahwa apabila luas permukaan karbon aktif semakin meningkat maka lebar lapisan kristalit (*L_a*) akan semakin kecil dan akan memperpanjang tinggi lapisan kristalit (*L_c*) atau derajat kristalinitas meningkat begitu juga sebaliknya. Lebar lapisan kristalit dan tinggi lapisan kristalit dapat kita lihat pada Gambar 3.6 Pada penelitian ini luas permukaan pada sampel setelah perlakuan mekanokimia terus menurun atau lebih kecil dibandingkan dengan sampel awal dan sampel hasil penggilingan 30 jam dimana hal tersebut diikuti dengan kristalinitas dari sampel tersebut yang menurun dimana seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa sifat

amorf tersebut merupakan efek dari pelebaran jarak antar lapisan aromatik.^[36-38]

4.5 Karakteristik Analisis Morfologi Permukaan Karbon Aktif dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Hasil karakterisasi SEM pada berbagai sampel dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 (a) Morfologi sampel awal karbon aktif batubara dengan perbesaran 1000x, morfologi sampel hasil penggilingan 30 jam dengan (b) perbesaran 3000x, (c) perbesaran 7000x, dan morfologi sampel setelah perlakuan mekanokimia (pelet) dengan (d) perbesaran 500x (e) perbesaran 7000x

Karakterisasi morfologi permukaan karbon aktif dengan menggunakan SEM bertujuan untuk mendapatkan gambar SEM yang akan menunjukkan pori dari karbon aktif.

Pada Gambar 4.5a dapat terlihat hasil karakterisasi SEM untuk sampel awal dengan perbesaran 1000x. Hasil pengujian SEM untuk sampel awal dapat terlihat distribusi pori tidak merata dan hanya sedikit pori yang terlihat dari hasil SEM tersebut dimana pori tersebut ditunjukkan di dalam lingkaran.

Pada Gambar 4.5b dan 4.5c dapat terlihat hasil karakterisasi sampel hasil penggilingan selama 30 jam. Pada gambar tersebut distribusi tidak merata serta bentuk pori tidak seragam dimana pori ditunjukkan di dalam lingkaran. Pada Gambar 4.5c pori terlihat lebih besar dibanding Gambar 4.5b.

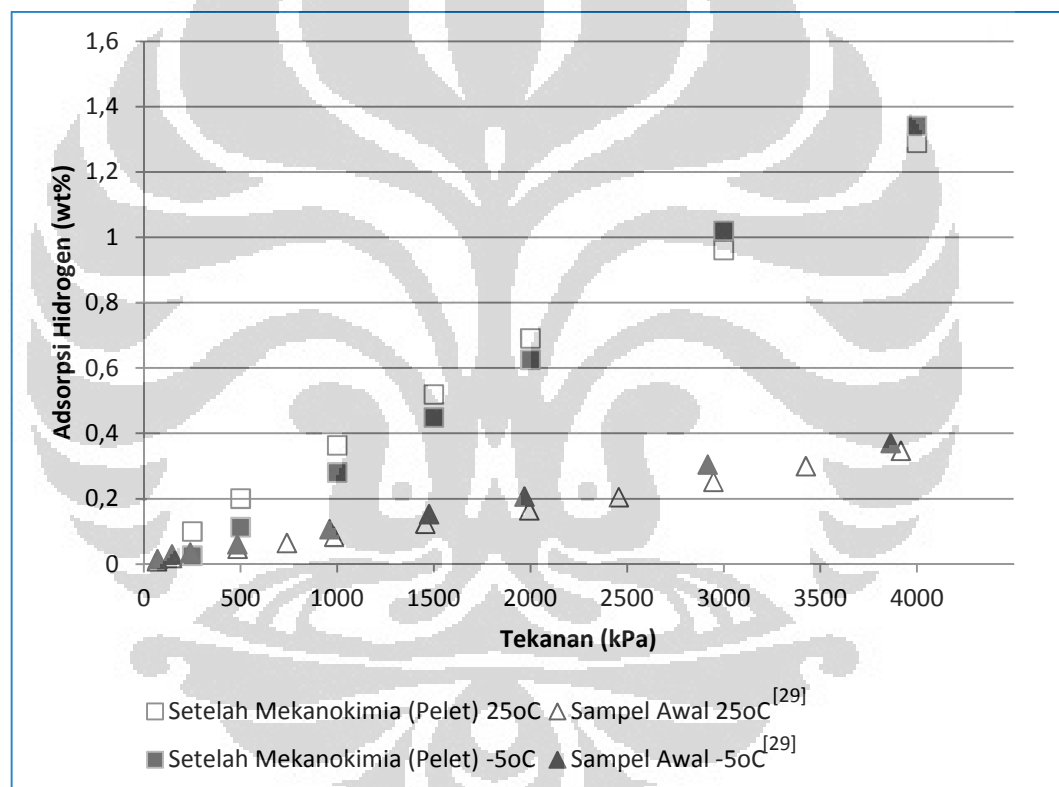
Hasil pengujian SEM untuk sampel pelet setelah perlakuan mekanokimia dapat dilihat pada Gambar 4.5d dan Gambar 4.5e. Pada Gambar 4.5d dengan perbesaran 500x dapat terlihat bahwa pori dari sampel belum dapat terlihat dengan jelas sehingga sulit untuk menentukan distribusi pori dan bentuk pori dimana pori ditunjukkan di dalam lingkaran. Bagian yang ditunjukkan oleh tanda panah putus – putus tersebut setelah dilakukan pengujian EDAX ditemukan bahwa bagian tersebut didominasi oleh unsur C, K, dan Cl dimana unsur K dan Cl dapat terbentuk karena sampel setelah perlakuan mekanokimia tersebut telah melalui proses yang menggunakan KOH dan diikuti pencucian dengan HCl dan aquades dimana aquades tersebut berfungsi untuk menghilangkan KCl yang terbentuk namun ternyata dari hasil yang didapatkan dapat dinyatakan bahwa pencucian yang diikuti oleh aquades tersebut tidak efektif karena masih meninggalkan unsur K dan Cl di dalam sampel.

Pada Gambar 4.5e, porositas dapat lebih terlihat namun sangat kecil sekali seperti yang ditunjukkan di dalam lingkaran. Kecilnya porositas yang terlihat karena apabila kita melihat hasil pengujian diameter pori di pengujian BET dapat terlihat bahwa diameter pori yang ada sangat

kecil sekali yaitu tergolong dalam mikropori yaitu sebesar 23,2 Å atau hanya 0,23 µm dimana skala hasil pengujian SEM masih cukup besar.

4.6 Kapasitas Penyimpanan Hidrogen dengan Uji Adsorpsi Volumetrik

Pengujian adsorpsi dengan metode volumetrik ini bertujuan untuk mengetahui kapasitas penyimpanan hidrogen di dalam setiap sampel yang diteliti. Pengujian adsorpsi ini dilakukan pada 2 suhu yang berbeda yaitu -5 °C dan 25 °C dan dilakukan dengan variabel tekanan. Hasil pengujian adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Kapasitas adsorpsi hidrogen dengan metode volumetrik pada sampel awal karbon aktif batubara dan sampel pelet hasil setelah perlakuan mekanokimia pada temperature -5°C dan 25°C

Pada Gambar 4.6 dapat terlihat bahwa semakin meningkatnya tekanan yang diberikan maka tingkat penyerapan juga akan semakin meningkat. Seperti yang telah dijelaskan oleh Awaluddin Martin bahwa hal tersebut tersebut terjadi dikarenakan bahwa pada proses adsorpsi,

adsorbat yang dialirkan dan menumbuk permukaan karbon aktif sangat bergantung pada tekanan yang diberikan, semakin besar tekanan yang diberikan maka kecepatan atau laju aliran gas yang menumbuk karbon aktif akan semakin besar sehingga kemungkinan jumlah adsorbat yang menempel pada permukaan karbon aktif juga semakin besar.

Pada tekanan 4000 kPa dan pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampel karbon aktif batubara awal memiliki tingkat penyerapan hingga 0,37% dan pada suhu $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampel karbon aktif batubara awal memiliki tingkat penyerapan hingga 0,35%. Dari gambar tersebut juga dapat dilihat bahwa semakin rendah temperatur proses adsorpsi maka penyerapan hidrogen ke sampel akan semakin meningkat. Seperti yang telah dijelaskan juga oleh Awaluddin Martin bahwa hal tersebut terjadi karena pada proses adsorpsi, adsorbat yang dialirkan kepada permukaan karbon aktif akan menumbuk dan menempel pada permukaan karbon aktif kemudian terkondensasi pada permukaan padat berpori tersebut. Sehingga pada temperatur yang lebih rendah jumlah adsorbat yang terkondensasi pada permukaan karbon aktif akan semakin besar, dengan demikian adsorbat yang terserap pada karbon aktif juga semakin besar.^[7]

Pengujian kapasitas adsorpsi hidrogen pada sampel pelet setelah perlakuan mekanokimia menggunakan variabel 7 tekanan yang berbeda yaitu 250 kPa, 500 kPa, 1000 kPa, 1500 kPa, 2000 kPa, 3000 kPa, dan 4000 kPa. Kapasitas adsorpsi hidrogen terhadap sampel karbon aktif batubara setelah perlakuan mekanokimia akan semakin meningkat dengan peningkatan tekanan yang diberikan dan pada temperatur lebih rendah maka kapasitas adsorpsi akan meningkat pula. Namun hingga tekanan 2000 kPa dari hasil penelitian yang dilakukan kapasitas adsorpsi hidrogen untuk suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ justru lebih tinggi apabila dibandingkan dengan suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Namun setelah tekanan 2000 kPa, kapasitas adsorpsi hidrogen lebih tinggi pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dibandingkan pada $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ dimana pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ pada tekanan 4000kPa didapatkan kapasitas penyimpanan hidrogen hingga sebesar 1,3%.

Pada Gambar 4.6 juga menunjukkan kapasitas adsorpsi hidrogen pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ pada sampel awal yang masih berbentuk granular dan sampel akhir setelah perlakuan mekanokimia yang telah berbentuk pelet. Dari gambar tersebut dapat terlihat bahwa sampel akhir setelah perlakuan mekanokimia yang telah berbentuk pelet memiliki kapasitas penyerapan hidrogen yang lebih tinggi apabila dibandingkan sampel awal yang masih dalam bentuk granular. Kapasitas penyerapan hidrogen pada tekanan $\pm 4000\text{ kPa}$ mengalami kenaikan sebesar $\pm 251,3$ kali pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $\pm 248,3$ kali apabila dibandingkan dengan sampel awal yang berbentuk granular.

Pada hasil penelitian sebelumnya disebutkan bahwa semakin meningkatnya luas permukaan dan volume pori maka kapasitas penyerapan hidrogen juga meningkat.^[14] Namun pada penelitian ini dapat terlihat bahwa luas permukaan dan volume pori mengalami penurunan namun kapasitas penyerapan hidrogen mengalami peningkatan dimana hal tersebut dapat disebabkan oleh beberapa hal dimana penurunan luas permukaan dan volume pori tidak lagi terlalu berpengaruh terhadap penyerapan hidrogen.

Hasil – hasil pengujian pada penelitian ini menunjukkan proses perlakuan mekanokimia yang telah dilakukan tersebut membentuk mikropori yang sesuai untuk penyimpanan hidrogen sehingga tempat untuk penyimpanan hidrogen akan semakin meningkat. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa terdapat diameter pori yang optimum untuk penyimpanan hidrogen dimana berupa mikropori dengan ukuran diameter $< 20\text{ Angstrom}$. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat terlihat bahwa diameter pori hasil sampel setelah perlakuan mekanokimia mengalami penurunan diameter pori dibandingkan sampel awal dimana hal tersebut menunjukkan terdapat diameter pori yang lebih optimum pada sampel setelah perlakuan mekanokimia dibandingkan sampel awal untuk penyimpanan hidrogen.

Sampel setelah perlakuan mekanokimia tersebut juga mengalami peningkatan kapasitas penyerapan hidrogen dalam bentuk pelet

dibandingkan dalam bentuk granular. Pembuatan sampel setelah perlakuan mekanokimia dalam bentuk pelet sebelumnya juga telah dilakukan dimana sampel dalam bentuk pelet memiliki kapasitas penyerapan hidrogen yang lebih tinggi dibandingkan sampel dalam bentuk granular. Sehingga walaupun jumlah luas permukaan sedikit dan jumlah volume pori sedikit namun karbon aktif dalam bentuk pelet masih tetap memiliki kemampuan untuk menyerap hidrogen. Hal tersebut diperkuat dengan teori oleh Eric patton dimana salah satu persyaratannya adalah untuk mendapatkan material adsorben yang baik maka material karbon harus memiliki bentuk yang kompak sehingga akan meningkatkan *bulk density* dan akan meningkatkan *volumetric storage capacity* dimana hal tersebut dapat diperoleh dalam bentuk pelet.^[17,22]

Seperti yang telah disebutkan sebelumnya pada hasil pengujian XRD bahwa terdapat unsur KCl pada sampel hasil setelah perlakuan mekanokimia akibat pencucian. Senyawa KCl tersebut menurut penelitian terdahulu dapat meningkatkan kemampuan untuk penyerapan hidrogen karena memiliki energi dipol intrinsik. Hasil penelitian tersebut menyatakan bahwa adanya senyawa ionik yang bereaksi dengan molekul hidrogen akan membentuk *hydrogen cluster* dimana adanya arus listrik dari adsorben sangat diperlukan karena akan berpengaruh terhadap interaksi molekul hidrogen. Seperti yang kita tahu, mekanisme penyerapan hidrogen yang berupa *physisorption* memiliki interaksi yang sangat lemah antara permukaan material dengan hidrogen sehingga dengan adanya peningkatan momen dipol tersebut maka interaksi antara hidrogen dan permukaan juga akan semakin meningkat dan kapasitas penyerapan hidrogen juga semakin meningkat.^[39]

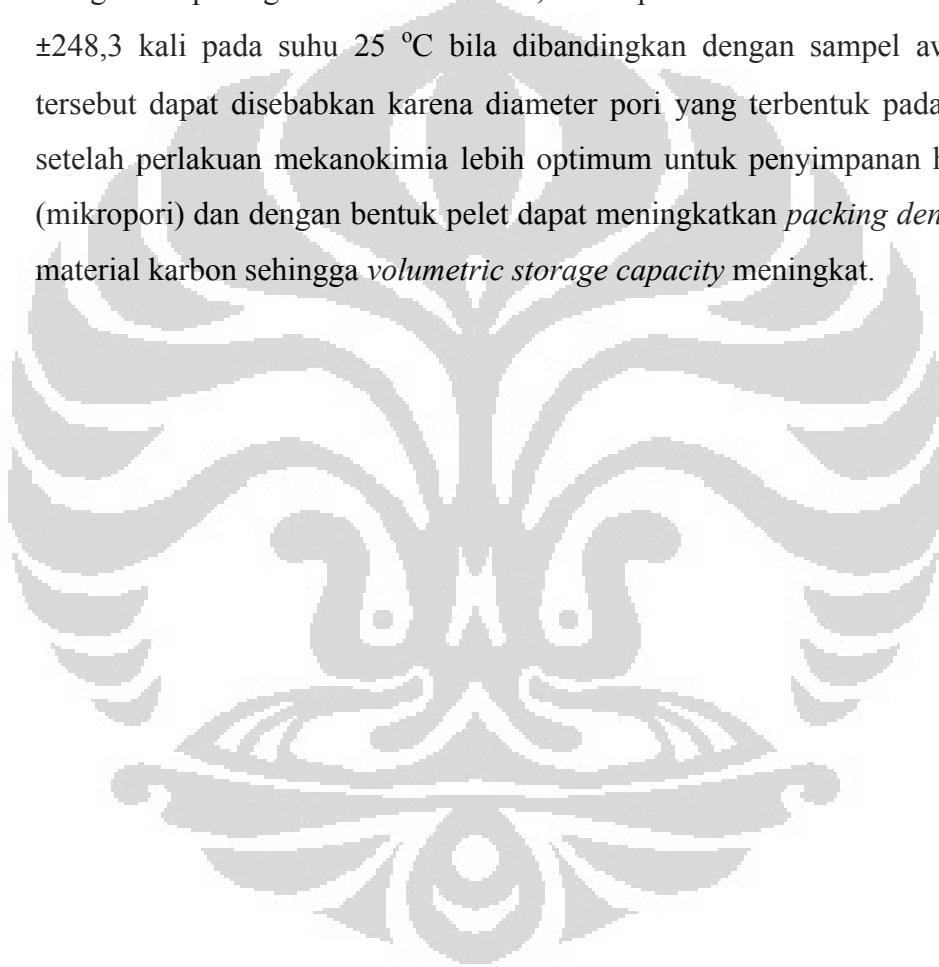
BAB V

KESIMPULAN

1. Pembuatan karbon aktif berukuran submikron dan nanometer dari batubara Indonesia kelas rendah didapatkan dengan menggunakan penggilingan secara mekanik menggunakan *planetary ball mill* dengan kecepatan 300 rpm selama 30 jam dan didapatkan rata – rata ukuran partikel sebesar 414,7 nm dimana terjadi penurunan sebesar 98,9% dari ukuran partikel sampel awal.
2. Luas permukaan, diameter pori, dan volume pori karbon aktif batubara hasil proses penggilingan mekanik mengalami penurunan sebesar 6,9 %, 9,17 %, dan 15,5 % bila dibandingkan dengan sampel awal. Penurunan luas permukaan tersebut dapat disebabkan karena penggilingan mengurangi densitas pori selama adanya kompaksi dan waktu penggilingan terlalu lama memungkinkan partikel kecil teraglomerasi menjadi partikel besar dan luas permukaan akan turun.
3. Luas permukaan, diameter pori, dan volume pori karbon aktif batubara hasil perlakuan mekanokimia mengalami penurunan sebesar 80,8%, 9,28%, dan 82,63% apabila dibandingkan dengan sampel hasil penggilingan 30 jam. Penurunan luas permukaan dan volume pori pada sampel dalam berbentuk pelet tersebut dapat dikarenakan oleh pengaruh binder yang memberikan efek negatif pada luas permukaan dan volume pori dimana dapat menutupi pori yang ada.
4. Efek kristalit pada sampel hasil PBM 30 jam mengalami penurunan setelah dilakukan proses penggilingan dimana hal tersebut disebabkan penggilingan dengan PBM akan merusak tingkat keteraturan atau kristalinitas sampel awal dimana hal tersebut juga ditunjukkan pada sampel setelah perlakuan mekanokimia dimana efek kristalit pada sampel tersebut menunjukkan derajat keteraturan yang paling rendah. Lebar lapisan kristalit yang semakin lebar dimana didapatkan pada keadaan amorf sebanding dengan penurunan luas permukaan karbon aktif.
5. Karakteristik morfologi sampel setelah perlakuan mekanokimia menunjukkan bahwa distribusi pori pada sampel tersebut yang terlihat tidak merata dan

bentuk pori tidak seragam. Hal tersebut disebabkan pori yang ada di dalam sampel berukuran sangat kecil sekali sehingga pengujian SEM kurang dapat menunjukkan distribusi pori dengan jelas.

6. Kapasitas penyimpanan hidrogen mengalami peningkatan seiring dengan peningkatan tekanan. Semakin rendahnya temperatur maka kapasitas penyimpanan juga akan semakin meningkat.
7. Kapasitas penyimpanan dalam bentuk pelet setelah perlakuan mekanokimia mengalami peningkatan sebesar $\pm 251,3$ kali pada suhu $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan sebesar $\pm 248,3$ kali pada suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ bila dibandingkan dengan sampel awal. Hal tersebut dapat disebabkan karena diameter pori yang terbentuk pada sampel setelah perlakuan mekanokimia lebih optimum untuk penyimpanan hidrogen (mikropori) dan dengan bentuk pelet dapat meningkatkan *packing density* dari material karbon sehingga *volumetric storage capacity* meningkat.



DAFTAR REFERENSI

1. Langohr, David. *A study on hydrogen storage through adsorption in nanostructured carbons*. Paris: Ecole Des Demines De Paris, 2004
2. Hydrogen Powered Cars.
diakses pada tanggal 20 Desember 2011 pukul 14.00 WIB
<<http://www.hydrogen-powered-cars.net/blogs/fuel-cell-diagram-big.html>>
3. Niemann, Michael U., Sesha S. Srinivasan, Aala R.Phani, Ashok kumar, D.Yogi Goswarni, Elias K Stefanakos. "Nanomaterials for hydrogen storage applications." *Journal of Nanomaterials*(2008):Article ID 950967
4. Buckley, Craig. *Presentation of The Hydrogen Economy – Hydrogen Storage Options*. Australia: Department of Imaging and Applied Physics, Curtin University
5. Wang, Huanlei, Qiuming Gao, Juan Hu. "High Hydrogen Storage Capacity of Porous Carbons Prepared by Using Activated Carbon." *Journal of The American Chemical Society*(2009)
6. Sakintuna, Billur, Benno Weinberger, Farida Lamari-Darkim, Michael Hirscher, Bilal Dogan. "Comparative study of Hydrogen Storage Efficiency and Thermal Effects of Metal Hydrides vs Carbon Materials." France, (2006)
7. Martin, Awaludin. "Adsorpsi Isotermal Karbondioksida dan Metana pada Karbon Aktif berbahan dasar Batubara Sub Bituminus Indonesia untuk Pemurnian dan Penyimpanan Gas Alam Indonesia". Disertasi, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2010
8. Teng, Hsisheng, Jui-An Ho, Yung-Fu Hsu, and Chien-To Hsieh. "Preparation of Activated Carbons from Bituminous Coals with CO₂ Activation, Effects of Oxygen Content is Raw Coals." *Journal of The American Chemical Society* (1996)
9. Diaz-Teran, J, D.M. Nevskaia, A.J.Lopez-Peinado, A.Jerez. "Porosity and adsorption properties of an activated charcoal." *Elsevier A: Physicochemical and Engineering Aspects* (2001): 187 – 188

10. Beyer, Martin K, Hauke Clausen-Schaumann. "Mechanochemistry: The Mechanical Activation of Covalent Bonds." *Chemical Reviews* Vol.105 No.8, (2004)
11. Cuhadaroglu*, Dilek and Oznur Aydemir Uygun. "Production and characterization of activated carbon from a bituminous coal chemical activation" *African Journal of Biotechnology* Vol.7 (20) (2008): 3703 – 3710
12. Yang, Ralph. *Adsorbents: Fundamentals and Applications*. John Wiley and Sons, 2003
13. Lazano-Castello, D, M.A. Lillo-Rodenas, D. Cazorla-Amoros, A.Linares-Solano. "Preparation of activated carbons from Spanish anthracite I.Activation by KOH." *Pergamon Carbon* 39 (2001): 741 – 749
14. Ahmadpour, A., D.D.Do. "The preparation of Active Carbons from coal by chemical and physical activation." *Carbon* Vol. 34 No. 4 (1996): 471 - 479
15. Bansal, Roop Chand & Meenakshi Goyal. "Activated Carbon Adsorption". CRC Press Taylor & Francis Group, 2005: 1 - 7
16. Rouquerol, Jean, Francois Rouquerol, Kenneth Sing. "Adsorption by Powders and Porous Solids." Academic Press(1998).
17. Dinesh.S. "Development and Characterization of Pellet Activated Carbon from New Precursor." Thesis, Department of Chemical Engineering National Institute of Technology Rourkela, 2010
18. Marsh, Harry, Fransisco Rodriguez-Reinoso. *Activated Carbon*. Elsevier Science and Technology Books, 2006
19. Hasani, Akrom, M. Kurniadi, Heru Priyanto. "Pengaruh Bahan Aktivasi H_3PO_4 dan NaOH terhadap Mutu Karbon Aktif." *Buletin IPT* No.1 Vol. II (1996)
20. Suryawan, Bambang. "Karakteristik Zeolit Indonesia sebagai Adsorben Uap Air." Disertasi, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2004
21. Keller, Jürgen U, Reiner Staudt. "Gas adsorption equilibria: Experimental methods and Adsorptive isotherms." Springer Science Business Media Inc. (2005): 422
22. Patton, Eric, ARB Technical Manual VOC Control Devices/Scrubbers, (1995)

23. Strobel, R., J. Garche., P.T. Moseley., L. Joerissen., & G. Wolf. "Review Hydrogen storage by carbon materials." *Journal of Power Sources* 159 (2006): 781–801.
24. Hirscher, M., & B Panella. "Nanostructures with high surface area for hydrogen storage." *Journal of Alloys and Compounds* (2005): 404–406,399–401.
25. Sricharoenchaikul, Viboon., Chiravoot Pechyen., Duangdao Aht-ong., & Duangduen Atong. "Preparation and Characterization of Activated Carbon from the Pyrolysis of Physic Nut (*Jatropha curcas*l.) Waste." American Chemical Society (2008)
26. Sudibandriyo, M dan Sri Mulyati "Potensi Batubara Lokal Teraktivasi untuk Pengujian Limbah Cair Benzene dan Toluena." *Jurnal Teknologi*, 4 – XXII (2008): 309-316
27. K.Shindo, T.Kondo, M.Arakawa, Y.Sakurai. "Hydrogen adsorption/desorption properties of mechanically milled activated carbon." *Journal of Alloys and Compounds* 359 (2003): 267 - 271
28. Munir, Badrul, Presentasi Kuliah Fabrikasi Serbuk. Depok: DTMM FTUI.
29. Chodijah, Siti. "Pemanfaatan arang batok kelapa dan batubara sebagai karbon aktif untuk material penyimpan hydrogen." Tesis, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2011.
30. Darmawan, S, Tesis, Institut Pertanian Bogor, 2008
31. Alfaruqi, M.Hilmy. "Pengaruh Konsentrasi Hidrogen." Skripsi,Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2008
32. Schweitzer, Jim. *Scanning Electron Microscope*. 2011 diakses pada tanggal 15 Desember pukul 20.15 WIB <<http://www.purdue.edu/rem/rs/sem.htm>,>
33. Mustanir, Zulkarnan Jalil. "Pengaruh Lama Miling terhadap Sifat Absorpsi Material Penyimpan Hidrogen MgH_2 yang Dikatalasi dengan Fe." *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis* 4 (2) (2009): 69 - 72
34. Welham, N.J*., V. Berbenni, P.G. Chapman. "Increased Chemisorption onto activated carbon after ball milling." *Carbon* 40 (2002): 2307 - 2315

35. Ubago-Perez, Ruth, Francisco Carrasco-Marin, David Fairen-Jimenez, Carlos Moreno-Castilla. "Granular and monolithic activated carbons from KOH-activation of olive stones." *Microporous and Mesoporous Materials* 92 (2006): 64 – 70
36. Zhang, Yinghe, Dr David Book, Prof. Rex Harris, Presentation of Hydrogen Storage in Nanostructured Graphite: A Solution for Economic Energy Storage for Low-Carbon Vehicles and The Buffering of Renewable Energy, School of Metallurgy and Materials, University of Birmingham
37. Manivannan, A., Chirila, M., Giles, N.C. and M.S. Seehra. "Microstructure, dangling bonds and impurities in activated carbons." *Carbon*. 37 (1999): 1741-1747
38. Pari, Gustan, Kurnia Sofyan, Wasrin Syafii, Buchari. "Pengaruh Lama Aktivasi Terhadap Struktur Kimia dan Mutu Arang Aktif Serbuk Gergaji Sengon, (2004)
39. Sun, Xiang, Ph.D, "Charge induced enhancement of adsorption for hydrogen storage materials." Disertasi, Michigan Technological University, 2009



Lampiran 1

Hasil Pengujian *Fixed* Karbon untuk Sampel Awal Karbon Aktif Batubara

Laboratorium Pengujian tekMIRA

PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI MINERAL DAN BATUBARA

Jl. Jenderal Sudirman 623 Bandung – 40211

Telepon : (022) 6030483 Faksimile : (022) 6003373 e-mail : lab_urji@tekMIRA.esdm.go.id



F-413.3

SERTIFIKAT ANALISIS
(CERTIFICATE OF ANALYSIS)

Terakreditasi No. LP-051-IDN tel. 19 Juni 2009

Nomor / Number : 1488/LBB/XI/10 Tanggal / Date : 12 November 2010

Dibuat untuk /
Certified for : Siti Chodijah
NPM. 0906579576
Fakultas Teknik UI Kampus Baru UI DEPOK

Jenis contoh /
Type of Sample : Batubara

Sifat / Kondisi Barang yang diuji /
Description of sample : Berbutir Kasar

Asal contoh
Origin of sample : -

Jumlah contoh /
Amount of sample : 2 (Dua)

Nomor Laboratorium /
Laboratory Number : 6424 s.d 6425 / 2010

Contoh diterima tanggal /
Sample received on : 8 November 2010

Waktu pelaksanaan pengujian /
Date of testing : 8 November 2010

HASIL ANALISIS / ANALYSIS RESULT :

No.	No. Lab	Tanda Contoh	Air Lembab	Abu	Zat Terbang	Karbon Padat	Belerang Total	Nilai Kalor
No.	Lab No.	Sample marks	Moisture in Air Dried Sample	Ash	Volatile Matter	Fixed Carbon	Total Sulfur	Calorific Value
			% adb	% adb	% adb	% adb	% adb	Cal/g, adb
1	6424/10	BB-A	21.12	10.96	6.58	61.34	0.63	5068
2	6425/10	BB-B	11.07	10.26	8.59	70.08	0.45	5906
Standar Acuan :			ASTM D.3173	ASTM D.3174	ISO 562	ASTM D.3172	ASTM D.4239	ASTM D.5865

an. Manajer Teknis
Lab Batubara,

Taty Hernawati
NIP. 19550706 197803 2 001

Catatan : 1. Hasil pengujian/analisis ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji

Notes These analysis result are only valid for the tested samples

2. Sertifikat ini tidak boleh diperbanyak (digandakan) tanpa izin dari Manajer Teknis

This Certificate shall not be reproduced (copied) without written permission of the Technical manager

Lampiran 2

Hasil Pengujian Luas Permukaan, Diameter Pori, dan Volume Pori dengan BET

22/03/2011 14:50 65 KPII PROSES PAGE 04


**H A S I L
TEST RESULT**

Nomor Seri : 550/P/13.2/LHU/2010 Nomor Contoh : 2422
 Serial Number Sample Number

Halaman : 2/2
 Page

Identification	Determination	Unit	Result	Method
2422	Surface Area	m ² /gr	035.46	BET
Batubara	Total Pore Vol	cc/gr	4.500 ⁻⁰¹	
A	Diameter Pori	Å	2.83264 ⁺⁰¹ Å	

Catatan :



 Manager
 PT. LEMIGAS
 Jl. Cikamaja No. 1001
 40132, Bandung, Telp. (022) 2507243, 1879091001

Personil Laboratorium LEMIGAS akan memberikan pelayanan yang terbaik untuk anda sebagai pelanggan. Kualitas hasil ini terjamin.
 LEMIGAS Laboratory personnel will exert its best effort to conduct the analysis. The result obtained are based on our standard.

Sampel Awal Karbon Aktif Batubara

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2003, Quantachrome Instruments
version 2.1

Quantachrome
INSTRUMENTS
Optimizing particle performance

*** This report was generated by an unaudited system ***

Analysis	Date: 2011/12/09	Report	Date: 12/16/2011
Operator: Sukardi	Filename: C:\QC\data\physisorb\BB2 OK.qps	Operator: syntha	
Sample ID: B B serbuk 2137	Comment: NONE	Sample Volume: 0.0326 cc	Sample Density: 3.9000 cc/g
Sample Desc:	Sample Temp: 100.0 C	Outgas Temp: 100.0 C	Analysis gas: Nitrogen
Sample weight: 0.1272 g	End of run: 2011/12/09 11:43:30	Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Instrument: Nova Station A
Outgas Time: 15.0 hrs			Equil time: 60/50 sec (ads/des)
Analysis Time: 209.3 min			
Bath Temp: 77.3 K			

Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters

Adsorbate:	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.5400 Å	Eff. cell stem diam. (d): 7.0000 mm
Nitrogen		Temperature: 77.350 K	Liquid Density: 0.808 g/cc
Molecular Wt.: 28.013 g/mol		Cross Section: 16.200 Å ² /mol	

Area-Volume Summary summary Surface Area Data

MultiPoint BET 5.914e+02 m²/g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Diameter
less than 2052.21 Å at P/Po = 0.990615 3.804e-01 cc/g

HK method cumulative pore volume 3.003e-01 cc/g

Pore Size Data

Average pore Diameter 2.573e+01 Å

DA method pore Diameter (Mode) 1.746e+01 Å

HK method pore Diameter (Mode) 1.387e+01 Å

Sampel Karbon Aktif Batubara Hasil Penggilingan 30 Jam

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2003, Quantachrome Instruments
version 2.1



*** This report was generated by an unaudited system ***

Analysis	Report	
Operator: Sukardi	Date: 2011/12/13	Operator: syntha
Sample ID: B B bsh 2138	Filename: C:\QC\data\physisorb\BB 3 OK.qps	Date: 12/16/2011
Sample Desc: Silinder	Comment: Standard long Bulb + Filler Road	
Sample weight: 0.3667 g	Sample Volume: 0.0940 cc	Sample Density: 3.9000 cc/g
Outgas Time: 20.0 hrs	Outgas Temp: 320.0 C	Analysis gas: Nitrogen
Analysis Time: 300.2 min	End of run: 2011/12/13 12:40:11	Instrument: Nova Station A
Bath Temp: 273.0 K	Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)

Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters

Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.5400 Å	Eff. cell stem diam. (d): 7.0000 mm
	Nitrogen	Temperature: 77.350K	
	Molecular Wt.: 28.013 g/mol	Cross Section: 15.200 Å ² /mol	Liquid Density: 0.808 g/cc

Area-Volume Summary summary Surface Area Data

MultiPoint BET.....	1.136e+02 m ² /g
B.J.H. method cumulative adsorption surface area.....	6.613e+00 m ² /g
B.J.H. method cumulative desorption surface area.....	1.408e+01 m ² /g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Diameter less than 2104.95 Å. at P/P ₀ = 0.990609.....	6.629e-02 cc/g
B.J.H. method cumulative adsorption pore volume.....	1.418e-02 cc/g
B.J.H. method cumulative desorption pore volume.....	2.317e-02 cc/g
H.K. method cumulative pore volume.....	5.467e-02 cc/g

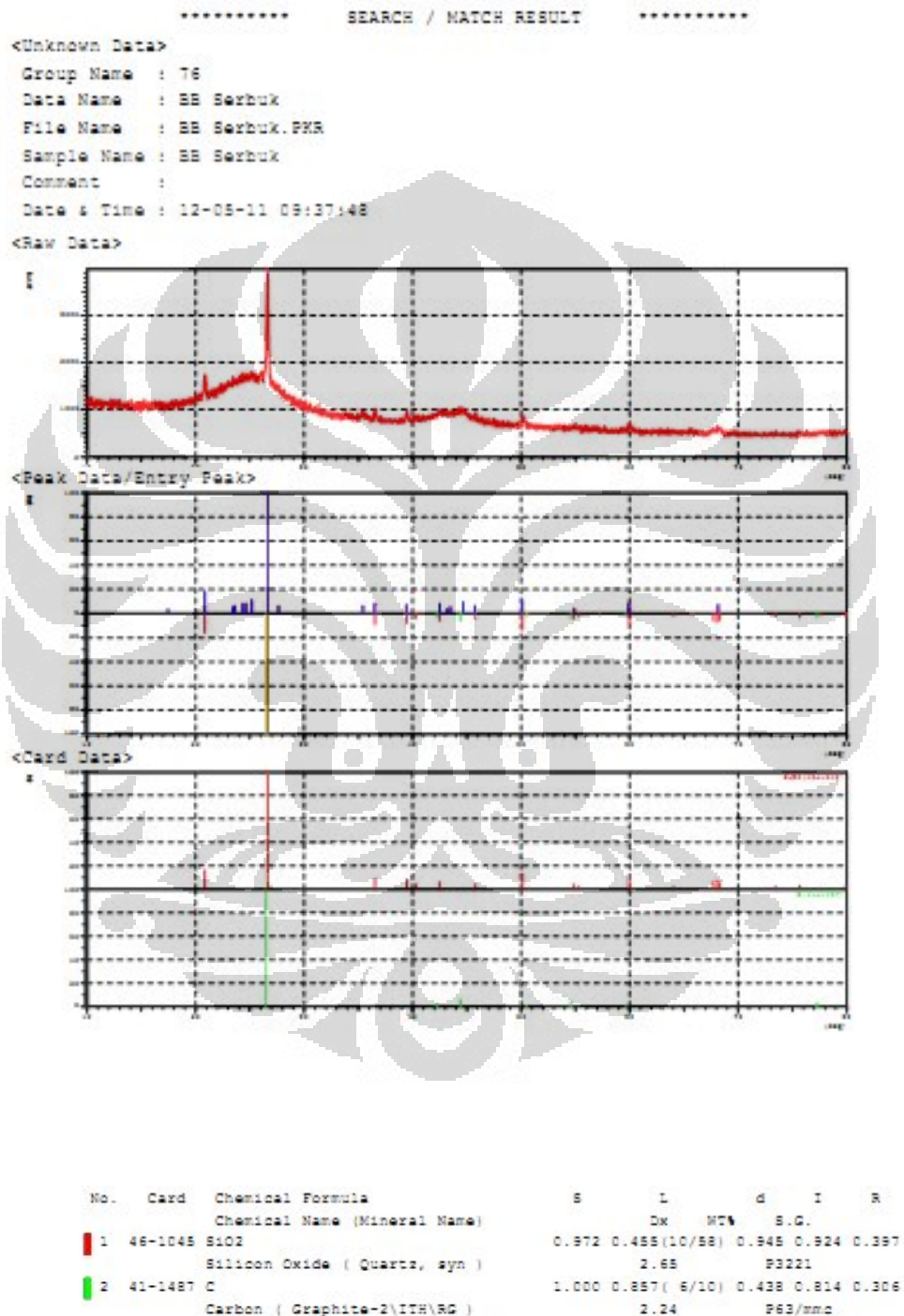
Pore Size Data

Average pore Diameter.....	2.334e+01 Å
B.J.H. method adsorption pore Diameter (Mode).....	3.385e+01 Å
B.J.H. method desorption pore Diameter (Mode).....	3.390e+01 Å
DA method pore Diameter (Mode).....	1.750e+01 Å
HK method pore Diameter (Mode).....	1.397e+01 Å

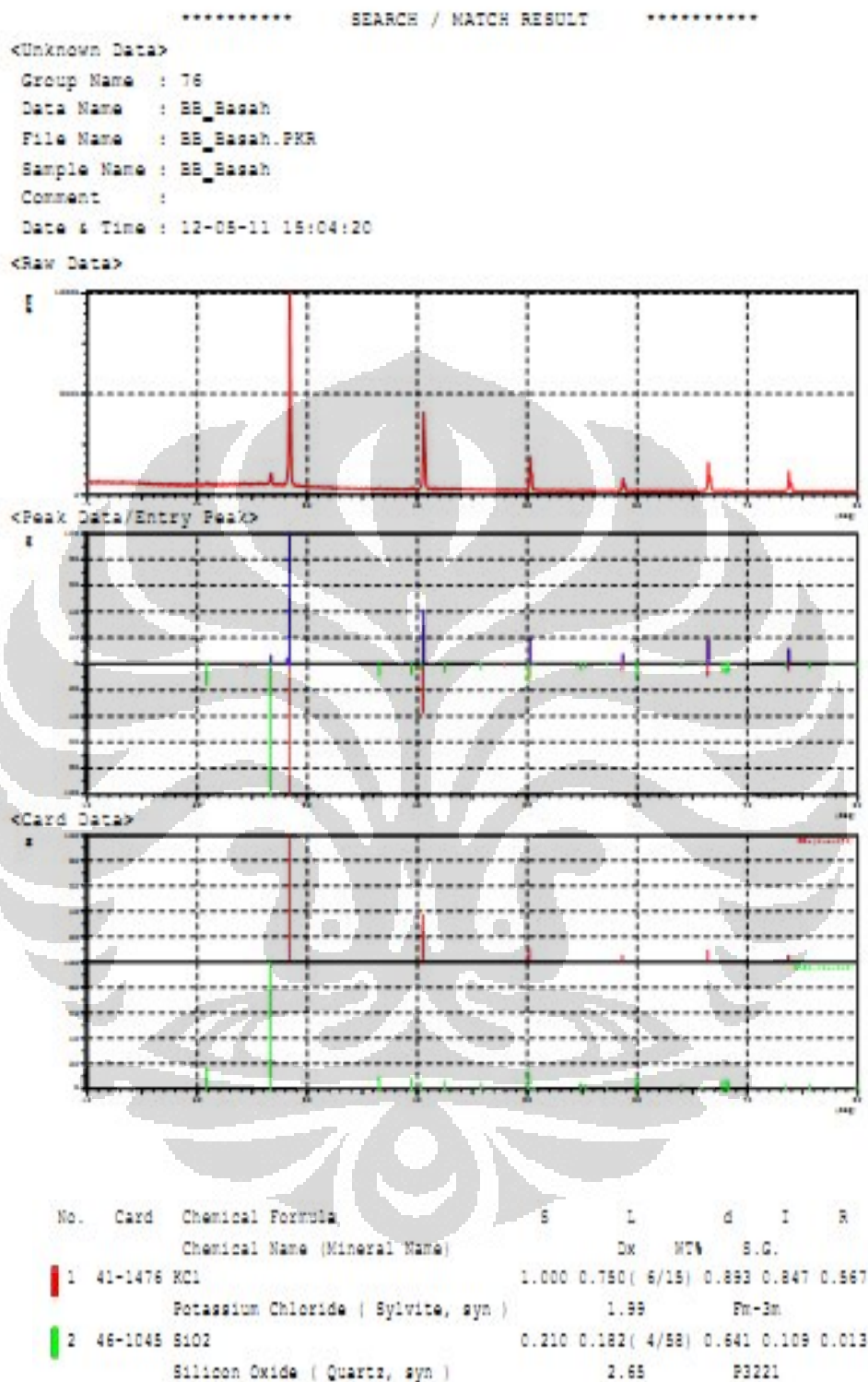
Sampel Karbon Aktif Batubara Pelet Setelah Perlakuan Mekanokimia

Lampiran 3

Hasil Pengujian XRD



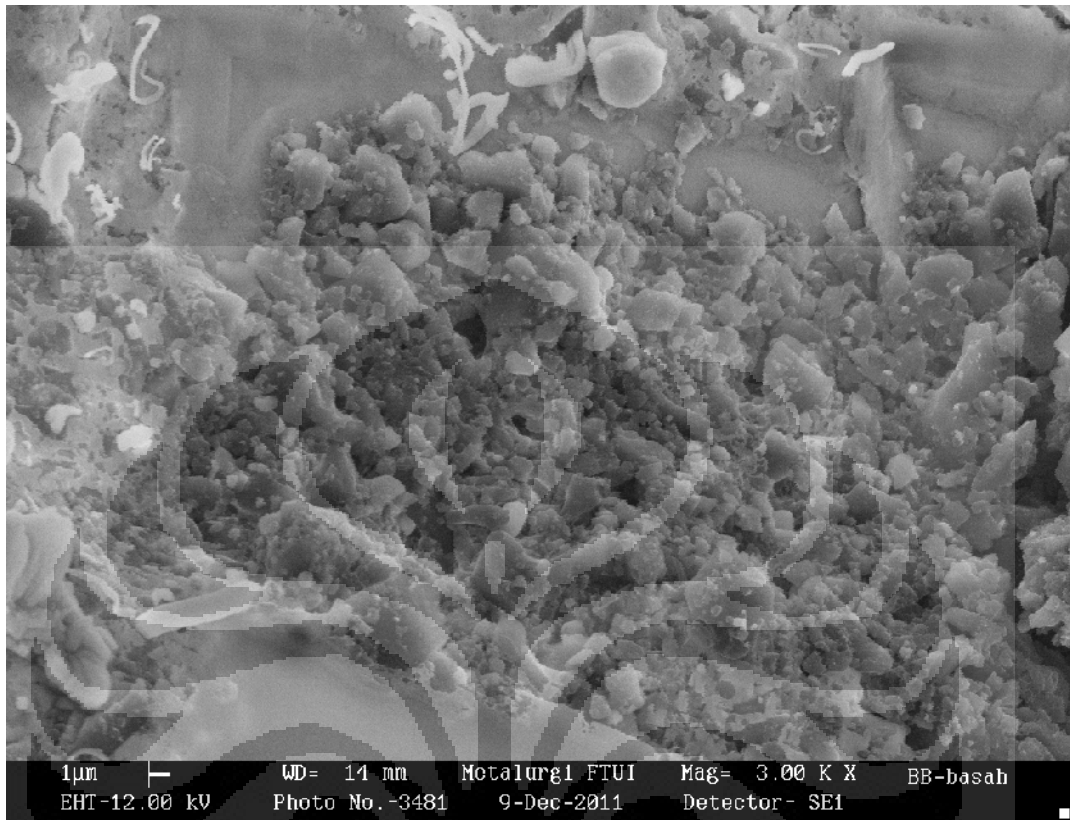
Sampel Karbon Aktif Batubara Hasil Penggilingan 30 Jam



Sampel Karbon aktif Batubara Setelah Perlakuan Mekanokimia

Lampiran 4

Hasil Pengujian SEM



Sampel Karbon Aktif Batubara Setelah Perlakuan Mekanokimia dalam bentuk Pelet perbesaran 3000x