



UNIVERSITAS INDONESIA

**IDENTIFIKASI PENGARUH VARIABEL PROSES DAN
PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DEKOMPOSISI
KATALITIK METANA DENGAN METODE RESPON
PERMUKAAN**

SKRIPSI

ERNAWATI

0906604174

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI EKSTENSI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JULI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**IDENTIFIKASI PENGARUH VARIABEL PROSES DAN
PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DEKOMPOSISI
KATALITIK METANA DENGAN METODE RESPON
PERMUKAAN**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

ERNAWATI

0906604174

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI EKSTENSI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JULI 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 : Ernawati

NPM : 0906604174

Tanda Tangan : 

Tanggal : 4 Juli 2012

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

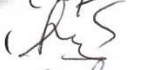
Nama : Ernawati
NPM : 0906604174
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Identifikasi Pengaruh Variabel Proses dan Penentuan Kondisi Optimum Dekomposisi Katalitik Metana Dengan Metode Respon Permukaan

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr.Ir. Praswasti P.D.K Wulan, M.T ()

Penguji I : Dianursanti, ST., MT ()

Penguji II : Ir. Mahmud Sudibandriyo, MSc., PhD ()

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

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 4 Juli 2012

KATA PENGANTAR

Rasa syukur yang besar penulis panjatkan kehadirat Allah SWT sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Dengan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan makalah skripsi dengan judul “**Identifikasi Pengaruh Variabel Proses dan Penentuan Kondisi Optimum Dekomposisi Katalitik Metana Dengan Metode Respon Permukaan**”. Disusunnya skripsi ini untuk memenuhi salah satu syarat pencapaian gelar Sarjana Teknik di Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia.

Kontribusi nyata yang saya terima dari berbagai pihak membantu saya dalam menyelesaikan skripsi. Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA selaku Ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
2. Dr.Ir. Praswasti P.D.K Wulan, M.T selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Para dosen Departemen Teknik Kimia FTUI dan Dewan Penguji yang telah memberikan ilmu dan wawasannya serta koreksi untuk perbaikan dan menyempurnakan penyusunan makalah skripsi ini,
4. Orang tua dan keluarga yang selalu memberikan dukungan, doa dan semangat untuk selalu berusaha dan berjuang.
5. Sahabat Eva Herawati Hutagaol dan Efniarsi S. Panggalo yang selalu memberikan semangat dan dukungan moril untuk terus berusaha dan pantang menyerah. Teman – teman seperjuangan angkatan 2009 teknik kimia ekstensi serta semua pihak yang tidak dapat dituliskan satu persatu.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan. Penulis mengharapkan saran dan kritik untuk menyempurnakan skripsi ini. Semoga makalah skripsi ini memberikan manfaat yang berarti bagi pengembangan ilmu keteknikan.

Penulis

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

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

Nama : Ernawati

NPM : 0906604174

Program Studi : Teknik Kimia

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik

Jenis Karya : Skripsi

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

**“Identifikasi Pengaruh Variabel Proses dan Penentuan Kondisi Optimum
Dekomposisi Katalitik Metana Dengan Metode Respon Permukaan”**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2012

Yang Menyatakan,



(Ernawati)

ABSTRAK

Nama : Ernawati

Program Studi : Teknik Kimia

Judul : Identifikasi Pengaruh Variabel Proses dan Penentuan Kondisi Optimum Dekomposisi Katalitik Metana Dengan Metode Respon Permukaan

Nanokarbon merupakan salah satu produk nanoteknologi yang dapat diperoleh melalui Dekomposisi Katalitik Metana atau *Methane Decomposition Reaction (MDR)*. Penentuan kondisi optimum proses diperlukan untuk menghasilkan nanokarbon dengan kualitas baik. Pada penelitian ini dilakukan analisis korelasi dan signifikansi variabel proses terhadap respon konversi metana menggunakan metode ANOVA. Kondisi operasi yang divariasikan adalah suhu reaksi dengan rentang 650°C-750°C, waktu reaksi rentang 5-40 menit dan laju alir metana pada 120 mL/menit – 160 mL/menit. Proses penentuan kondisi optimum dilakukan dengan metode respon permukaan. Eksperimen dilakukan dalam 2 tahap, yaitu orde I dan orde II. Desain eksperimen pada tahap orde satu menggunakan desain faktorial dua level, sedangkan desain eksperimen pada tahap orde dua menggunakan *Central Composite Design (CCD)*. Hasil penelitian menunjukkan aplikasi metode respon permukaan pada eksperimen mendapatkan konversi optimum nanokarbon pada suhu reaksi 716°C dengan laju alir 118 mL/menit dan waktu reaksi 20 menit.

Kata Kunci :

Nanokarbon, ANOVA, Signifikansi, Factorial Desain, Respon Permukaan, SPSS, Minitab

ABSTRACT

Name : Ernawati

Study Programi : Chemical Engineering

Title : Identification Influence of Process Variables and Determination of Optimum Condition on the Catalytic Decomposition of Methane Using Response Surface Methodology

Nanocarbon, as one of the nanotechnology product is produced by *Methane Decomposition Reaction (MDR)*. Identification of optimum process required to produce nanocarbon with good quality. In this experiment conducted a correlation analysis and significance of process variable on the response of methane conversion using ANOVA method. Operation parameter for reaction temperature was varied in the range 650°C-750°C, reaction time on the range 5-40 minutes and methane flow rate at 120 mL/minute – 160 mL/minute. Optimum process was conducted with Response Surface Methodology. The experiments was done in two steps, that's first orde and second orde. Design of experiment on the first orde was done with two level factorial design and design of experiment on the second orde was done using Central Composite Design (CCD). The results of experiment show that response surface methodology application in experiment give optimum conversion of the methane at 716°C reaction temperature with a flow rate 118 mL/minute and reaction time 20 minutes.

Keywords :

Nanocarbon, ANOVA, Significance, Factorial Design, Response Surface Methodology, SPSS, Minitab

DAFTAR ISI

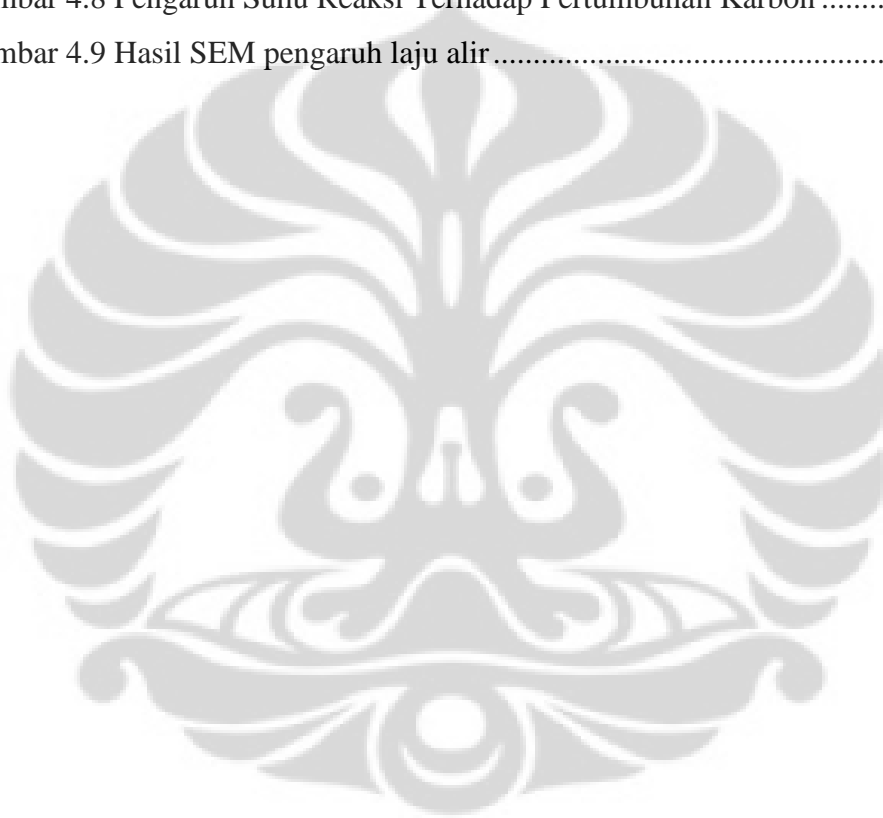
| | |
|--|----------|
| HALAMAN JUDUL..... | i |
| HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS..... | ii |
| LEMBAR PENGESAHAN | iii |
| KATA PENGANTAR | iv |
| HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI..... | v |
| ABSTRAK | vi |
| ABSTRACT..... | vii |
| DAFTAR ISI..... | viii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL..... | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xiii |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah..... | 4 |
| 1.3 Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.4 Batasan Masalah | 4 |
| 1.5 Sistematika Penulisan..... | 5 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... | 6 |
| 2.1 Proses Dekomposisi Katalitik Metana..... | 6 |
| 2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana..... | 7 |
| 2.3 Mekanisme Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana..... | 9 |
| 2.4 Pengaruh Kondisi Operasi | 12 |
| 2.4.1 Suhu Reaksi..... | 12 |
| 2.4.2 Waktu Reaksi | 13 |
| 2.4.3 Laju alir umpan | 14 |
| 2.5 <i>Response Surface Methodology</i> (RSM)..... | 14 |
| 2.5.1 Rancangan Respon | 14 |
| 2.5.2 Desain Eksperimen..... | 15 |
| 2.5.3 <i>Factorial Design</i> | 16 |
| 2.5.3.1 <i>Fractional Factorial Design</i> | 17 |
| 2.5.3.2 <i>Two Level Factorial Design</i> | 17 |
| 2.6 <i>Analysis of Variance</i> (ANOVA)..... | 18 |
| 2.6.1 Dasar pengujian ANOVA | 19 |
| 2.7 Metode Respon Permukaan | 20 |
| 2.7.1 Desain Model Orde 1 | 22 |

| | | |
|--|--|-----------|
| 2.7.1.1 | Uji kelengkungan | 22 |
| 2.7.1.2 | Uji <i>Steepest Ascent</i> | 23 |
| 2.7.2 | Desain Model Orde 2 | 24 |
| 2.7.3 | <i>Central Composite Design (CCD)</i> | 24 |
| 2.7.4 | <i>Rotatability</i> | 25 |
| 2.7.5 | Lokasi Titik Stasioner dan Grafik Permukaan Respon | 26 |
| 2.7.6 | Pengujian Model | 28 |
| 2.7.7 | Pemeriksaan Asumsi Residual | 29 |
| 2.8 | Software SPSS | 30 |
| 2.9 | Software Minitab | 30 |
| 2.10 | <i>State Of The Art</i> | 32 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | | 34 |
| 3.1 | Tahap Penelitian | 34 |
| 3.2 | Alat dan Bahan | 36 |
| 3.3 | Pengolahan Data Dengan SPSS | 37 |
| 3.4 | Pengolahan Data Dengan Minitab | 40 |
| 3.4.1 | Penentuan Desain Eksperimen | 40 |
| 3.4.2 | Aplikasi Orde II | 41 |
| 3.4.3 | Analisis Orde II | 43 |
| 3.4.4 | Pembuatan Plot Kontur | 44 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | | 46 |
| 4.1 | Korelasi | 46 |
| 4.2 | Uji Signifikansi | 49 |
| 4.3 | Penentuan Variabel Optimum | 51 |
| 4.3.1 | Rancangan Eksperimen (<i>Design of Experiment</i>) | 52 |
| 4.3.2 | Desain dan Analisis Eksperimen Orde 1 | 53 |
| 4.3.3 | Desain dan Analisis Eksperimen Orde II | 55 |
| 4.3.4 | Analisis Karakteristik Permukaan Respon | 64 |
| 4.4 | Analisis Variabel Proses Terhadap Konversi Metana | 67 |
| 4.4.1 | Analisis Variabel Suhu Reaksi Terhadap Konversi Metana | 67 |
| 4.4.2 | Analisis Variabel Laju Alir Terhadap Konversi Metana | 68 |
| 4.5 | Perbandingan Hasil optimasi dengan Kondisi Awal | 70 |
| BAB V KESIMPULAN | | 71 |
| 5.1 | Kesimpulan | 71 |
| 5.2 | Saran | 71 |
| DAFTAR PUSTAKA | | 72 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1 Struktur Karbon <i>Nanotube</i> | 8 |
| Gambar 2.2 Struktur nanokarbon..... | 9 |
| Gambar 2.3 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana | 9 |
| Gambar 2.4 Skema diagram CVD sederhana | 11 |
| Gambar 2.5 Mekanisme pertumbuhan CNT | 11 |
| Gambar 2.6 Mekanisme metode CoMoCAT | 12 |
| Gambar 2.7 Bentuk umum diagram proses..... | 16 |
| Gambar 2.8 Central Composite Design (CCD)..... | 24 |
| Gambar 2.9 CCD yang <i>rotatable</i> untuk dua variabel | 26 |
| Gambar 2.10 Permukaan respon | 27 |
| Gambar 3.1 Diagram alir penelitian..... | 34 |
| Gambar 3.2 Diagram alir desain eksperimen..... | 35 |
| Gambar 3.3 Rangkaian peralatan penelitian | 36 |
| Gambar 3.4 Input variabel pada menu SPSS | 37 |
| Gambar 3.5 Input data parameter pada SPSS | 37 |
| Gambar 3.6 Analisis ANOVA pada SPSS..... | 38 |
| Gambar 3.7 Kotak dialog Univariate ANOVA..... | 38 |
| Gambar 3.8 Hasil <i>output</i> Analisis Uji ANOVA pada SPSS | 39 |
| Gambar 3.9 Kotak dialog penentuan <i>desain of experiment</i> | 40 |
| Gambar 3.10 Kotak dialog penentuan jumlah faktor dan desain faktor | 41 |
| Gambar 3.11 Kotak dialog penentuan jenis variabel pada desain eksperimen | 41 |
| Gambar 3.12 Kotak dialog masuk orde II..... | 42 |
| Gambar 3.13 Kotak dialog penentuan jumlah faktor dan faktor desain orde II.... | 42 |
| Gambar 3.14 Kotak dialog penentuan jenis faktor orde II..... | 43 |
| Gambar 3.15 Kotak dialog analisis orde II | 43 |
| Gambar 3.16 Kotak dialog penentuan responden <i>confidence level</i> orde II..... | 44 |
| Gambar 3.17 Kotak dialog pembuatan plot kontur..... | 44 |
| Gambar 3.18 Kotak dialog penentuan <i>setting</i> pada plot kontur dan plot permukaan | 45 |

| | |
|---|----|
| Gambar 4.1 Hasil SEM (50 nm) Pengaruh waktu reaksi terhadap pertumbuhan karbon..... | 58 |
| Gambar 4.2 Hasil Pengamatan Morfologi CNT dengan Mapping Waktu Reaksi | 59 |
| Gambar 4.3 Hubungan residual dengan <i>fitted value</i> untuk konversi metana..... | 62 |
| Gambar 4.4 <i>Autocorrelation Function</i> untuk Konversi Metana | 63 |
| Gambar 4.5 Uji kenormalan residual model <i>response surface</i> | 64 |
| Gambar 4.6 <i>Plot Contour</i> Konversi vs Laju, Suhu | 65 |
| Gambar 4.7 Plot permukaan respon | 66 |
| Gambar 4.8 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Pertumbuhan Karbon | 68 |
| Gambar 4.9 Hasil SEM pengaruh laju alir | 69 |



DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1 Susunan Rancangan <i>Two Level Factorial Design</i> | 18 |
| Tabel 2.2 <i>Central Composite Design</i> | 26 |
| Tabel 2.3 <i>State of the Art</i> | 32 |
| Tabel 4.1 Korelasi tiga variabel proses terhadap respon konversi CH ₄ | 47 |
| Tabel 4.2 Korelasi variabel proses dengan laju tetap (120 mL/min) | 48 |
| Tabel 4.3 Korelasi variabel proses dengan suhu tetap (700°C) | 49 |
| Table 4.4 Hasil pengujian ANOVA dengan SPSS melalui <i>Test of Between-Subjects Effects</i> | 50 |
| Tabel 4.5 Rancangan <i>Two Level Factorial Design</i> | 52 |
| Tabel 4.6 Rancangan Desain Tiga Faktor dan Dua <i>Level</i> | 53 |
| Tabel 4.7 Rancangan Desain Tiga Faktor dan Dua <i>Level</i> | 54 |
| Tabel 4.8 Kode Level dan Nilai Level Eksperimen II | 56 |
| Tabel 4.9 Data Pengkodean Variabel Independen | 56 |
| Tabel 4.10 Analisis Regresi Orde II dan ANOVA | 57 |
| Tabel 4.11 Analisis Regresidan ANOVA Orde II (Tahap 2)..... | 60 |
| Tabel 4.12 Perbandingan kondisi awal dengan hasil optimasi | 70 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--|----|
| LAMPIRAN A. Penentuan F_{tabel} Pada Uji Anova | 74 |
| LAMPIRAN B. F Tabel Statistik..... | 75 |
| LAMPIRAN C. Tabel Kuantil Uji Statistik Kolmogorov - Smirnov | 76 |



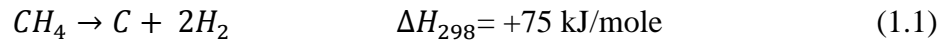
BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanosains dan nanoteknologi (iptek nano) merupakan pengembangan teknologi dalam skala nanometer. Teknologi nano adalah pembuatan dan penggunaan materi dengan ukuran sangat kecil. Materi ini berada pada kisaran ukuran 1 sampai 100 nanometer (nm). Satu nm sama dengan satuper milyar meter (0.000000001 m). Bahan dengan ukuran pada skala 1 hingga 100 nm ini disebut sebagai skala nano (*nanoscale*), dan material yang berada pada kisaran ini disebut sebagai Kristal nano (*nanocrystals*) atau material nano (*nanomaterials*). Istilah nanoteknologi pertama kali diresmikan oleh Prof. Norio Taniguchi dari Tokyo Science University tahun 1974 dalam makalahnya yang berjudul “*On the Basic Concept of ‘Nano-Technology’*,” Proc. Intl. Conf. Prod. Eng. Tokyo, Part II, *Japan Society of Precision Engineering, 1974*”. Teknologi nano saat ini sedang tumbuh dengan pesat, dimana penerapan teknologi nano akan membawa pengaruh yang penting di bidang medis dan kesehatan, automotif, farmasi, kosmetik, kebersihan dan lingkungan hidup serta elektronik maupun komputer.

Salah satu contoh produk nanoteknologi tersebut adalah nanokarbon. Berdasarkan bentuknya, nanokarbon terbagi menjadi tiga, yaitu *fullerene* yang berbentuk bulat, karbon nanotube yang berbentuk pipa, dan karbon nanofiber yang berbentuk serabut dan tidak teratur [Peterson dkk, 1999]. Salah satu metode untuk mendapatkan nanokarbon tersebut adalah dekomposisi katalitik metana atau *Methane Decomposition Reaction* (MDR) dengan sintesis *Chemical Vapour Deposition* (CVD). Metode CVD merupakan metode yang paling menarik untuk dilakukan dengan alasan lebih murah karena memerlukan suhu reaksi di bawah 1000°C, mudah, dan kemungkinan aplikasi untuk skala yang lebih besar. *Methane Decomposition Reaction* adalah reaksi yang memutuskan ikatan H-C dari metana menjadi komponen yang lebih sederhana yaitu hidrogen dan karbon (Muradov, 2000) melalui reaksi endotermis.



Beberapa upaya dilakukan dengan menggunakan katalis untuk mengurangi suhu maksimum pada dekomposisi metana (Calahan 1974, Muradov 1993). Mayoritas logam dengan jumlah tertentu menunjukkan aktivitas katalitik terhadap dekomposisi metana, seperti Ni, Fe, Cu, Al maupun Co. Selain pengaruh katalis, kondisi operasi juga merupakan faktor yang berpengaruh terhadap *yield* nanokarbon yang dihasilkan

Proses penentuan kondisi optimum merupakan salah satu parameter yang berkaitan dengan nanokarbon berkulitas tinggi. Kondisi operasi yang berpengaruh terhadap kualitas nanokarbon diantaranya suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir gas umpan. Untuk meneliti besarnya pengaruh variabel atau parameter proses tersebut diperlukan evaluasi dan penentuan metode yang paling efektif. Dari hasil penelitian, belum terlihat jelas efek interaksi antar variabel pada nanokarbon yang dihasilkan. Oleh karena itu, diperlukan suatu studi eksperimental untuk menjelaskan variabel-variabel yang berpengaruh.

Pada desain eksperimen, selalu dilakukan analisis. Beberapa analisis seperti ANOVA untuk mengetahui faktor-faktor signifikan dalam eksperimen. Desain faktorial merupakan solusi paling efisien pada eksperimen yang menggunakan pengaruh dari dua atau lebih faktor. Serta metode *Response Surface* yang dapat digunakan untuk membuat model dan menganalisa beberapa variabel untuk mengoptimalkan respon.

Pada penelitian ini, ANOVA digunakan untuk menguji signifikansi variabel yang berpengaruh pada proses dekomposisi katalitik metana. Analisis varians (ANOVA) dilakukan pada 95% *confidence interval*. ANOVA merupakan metode analisis yang telah terbukti dapat menyeleksi faktor-faktor berdasarkan signifikansi dan responnya terhadap sistem atau proses kimia (Lazic, 2004). Prinsipnya adalah mempergunakan desain ANOVA yang digunakan ketika peneliti ingin mempelajari efek dari dua atau lebih perlakuan variabel.

Selain ANOVA, salah satu metode statistika yang sering digunakan untuk proses penentuan kondisi optimum adalah metode respon permukaan (*response surface methodology*) yang merupakan sekumpulan teknik matematika dan

statistika untuk menganalisis permasalahan dimana beberapa variabel independen mempengaruhi hasil dan tujuan akhirnya adalah untuk mengoptimalkan respon. Dengan metode respon permukaan dapat menentukan nilai variabel-variabel independen yang menyebabkan nilai respon menjadi optimal. Dalam percobaan ini, respon berupa persentase konversi metana (y) dipengaruhi oleh tiga variabel independen yaitu suhu (x_1), waktu (x_2) dan laju alir umpan (x_3). Dengan menggunakan formulasi model yang tepat, maka dapat diperoleh nilai variabel independen (x_1 , x_2 , dan x_3) yang menyebabkan nilai konversi metana menjadi optimal.

Perhitungan ANOVA dapat diakomodasi dengan perangkat lunak (*software*) statistik SPSS (*Statistical Package for Social Science*). SPSS merupakan sistem yang lengkap, menyeluruh, terpadu dan sangat fleksibel untuk analisis statistik dan manajemen data. Keunggulan SPSS diantaranya menampilkan data dalam kotak dialog antar muka (*dialog interface*) yang memudahkan untuk menyimpan data (*data entry*), memberikan perintah dan sub-perintah analisis hingga menampilkan hasilnya.

Untuk RSM sendiri digunakan software minitab. Minitab merupakan software komputer yang dirancang untuk melakukan pengolahan analisis statistik yang kompleks. Meskipun metode ANOVA dan *Respon Surface Methodology* telah digunakan untuk mengukur parameter proses pada penelitian sebelumnya, namun belum ada yang meneliti korelasi, signifikansi atau pengaruh variabel serta penentuan kondisi optimum proses terhadap pertumbuhan nanokarbon melalui dekomposisi katalitik metana. Hal ini disebabkan dalam dekomposisi katalitik metana terdiri dari beberapa variabel bebas yang dalam pelaksanaan prosesnya akan saling berkaitan dan berpengaruh terhadap respon konversi metana. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan analisis terhadap variabel yang paling berperan serta nilai optimum dari suatu variabel agar dapat diterapkan pada penelitian selanjutnya untuk mengoptimalkan kondisi operasi dekomposisi katalitik metana.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah ini berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan diatas adalah bagaimana menentukan korelasi, besarnya signifikansi atau pengaruh variabel serta kondisi optimum proses terhadap respon konversi metana dalam dekomposisi katalitik metana menggunakan metode *respon surface methodology* (RSM).

1.3 Tujuan Penelitian

1. Menganalisis dan menentukan korelasi serta besarnya pengaruh variabel terhadap proses dekomposisi katalitik metana secara signifikan.
2. Menentukan kondisi optimum konversi metana dengan metode *respon surface methodology* (RSM).

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Analisis signifikansi pengaruh variabel proses menggunakan metode ANOVA, sedangkan proses optimasinya menggunakan *Respon Surface Methode*(RSM)
2. Uji ANOVA dilakukan dengan menggunakan software statistik SPSS 17, dengan *Confidence Level* 95%. Sedangkan RSM menggunakan software Minitab 16.
3. Proses dekomposisi metana dievaluasi dengan variabel suhu reaksi, waktu reaksi, dan laju alir umpan
4. Katalis yang digunakan adalah Ni : Cu : Al dengan perbandingan 2 : 1 : 1
5. Pada proses RSM, regresi orde 1 berdasarkan desain faktorial $2^2 + 6$ titik pusat. Sedangkan regresi orde 2 menggunakan *Central Composite Design*.

1.5 Sistematika Penulisan

BAB I PENDAHULUAN

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

BAB II Tinjauan Pustaka

Berisi tinjauan literatur atau prinsip dasar ilmu yang berkaitan dengan penelitian

BAB III Metode Penelitian

Berisi diagram alir penelitian, prosedur penelitian, variabel penelitian, dan alat serta bahan untuk mencapai tujuan penelitian

BAB IV Hasil dan Pembahasan

Berisi hasil penelitian dan analisis interaksi antar variabel proses, signifikansi pengaruh antar variabel serta aplikasi software Minitab 16 dalam penentuan kondisi optimum untuk menghasilkan respon berupa nanokarbon.

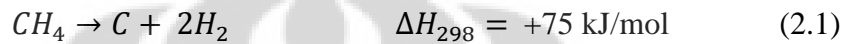
BAB V Kesimpulan

Berisi kesimpulan dari analisis yang telah dilakukan sesuai tujuan penelitian serta saran-saran untuk penelitian berikutnya.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Proses Dekomposisi Katalitik Metana

Dekomposisi merupakan reaksi kimia yang memutus ikatan suatu senyawa menjadi unsur-unsur atau senyawa yang lebih sederhana. Reaksi ini lebih dikenal dengan *Methane Decomposition Reaction* (MDR). Dalam dekomposisi metana, terjadi pemutusan ikatan C-H menjadi hidrogen dan karbon dengan reaksi sebagai berikut :



Proses yang terjadi bersifat endotermik sehingga suhu reaksinya tinggi (Song, 2005), sehingga diperlukan katalis untuk menurunkan energi aktivasi. Sehingga dapat dicapai konversi maksimum pada suhu yang lebih rendah.

Proses dekomposisi katalitik metana ini memiliki beberapa keunggulan yaitu mampu memproduksi hidrogen dan karbon berukuran nano secara simultan, bebas produk samping gas CO dan CO₂ serta kebutuhan energi dan suhu operasi yang lebih rendah dibandingkan proses-proses lainnya seperti *methane steam reforming* maupun *arch discharge*. Beberapa masalah dalam pengembangan proses perengkahan metana secara katalitik adalah *yield* karbon yang masih rendah dan terjadinya deaktivasi katalis yang disebabkan oleh pembentukan karbon tersebut.

Metana mempunyai rasio H/C yang tinggi dibandingkan hidrokarbon lain sebagai sumber hidrogen. Toleransi CO dalam aliran hidrogen relatif rendah. Produksi karbon *nanotube* melalui reaksi dekomposisi katalitik metana tidak memerlukan pemurnian produk, namun untuk mendapatkan kualitas karbon yang diinginkan (*nanotube* berdiameter kecil dan seragam) dibutuhkan suhu operasi yang cukup tinggi (>700°C) (Li, 2005). Padahal, pada temperatur tinggi katalis mudah terdeaktivasi, selain deposit karbon yang menutupi permukaan katalis, yang menyebabkan *lifetime* katalis tidak berlangsung lama.

2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana

Dalam proses dekomposisi dihasilkan nanokarbon, yang berdasarkan bentuknya, terbagi menjadi tiga, yaitu *fullerene* yang berbentuk bulat, karbon *nanotube* yang berbentuk pipa, dan karbon *nanofiber* yang berbentuk serabut dan tidak teratur [Peterson, 1999]. Beberapa bentuk nanokarbon diantaranya :

1. Fullerene

Ditemukan sekitar tahun 1985. Contoh bentuk *fullerene*, merupakan karbon yang terdiri dari 60 karbon (C₆₀) yang dengan 32 permukaan yaitu 12 *pentagon* dan 20 *hexagon*. Suatu bentuk *fullerene* anionik adalah zat pereduksi yang kuat dan dapat mengkatalisis reduksi nitrogen untuk amonia. Selain itu, bahan oksida C₆₀ dapat meningkatkan kompleksasi dengan logam, meskipun ini dengan kondisi pada suhu lebih dari 600 K (Edward, 2008).

2. Carbon Nanotube (CNT)

Istilah *nanotube* muncul karena ukuran diameternya yang mempunyai orde nanometer, dengan rasio panjang dan diameter menyebabkan seakan-akan karbon *nanotube* berdimensi satu (Adrian, 2007).

Proses pertumbuhan CNT telah banyak dipelajari baik untuk SWNT (Lee, 1997 dan Murakami, 2004) dan MWNT (Kwon, 1997). Kondisi secara tepat tergantung pada teknik yang digunakan dalam pembentukan karbon *nanotube*. Terdapat dua tipe umum karbon *nanotube* :

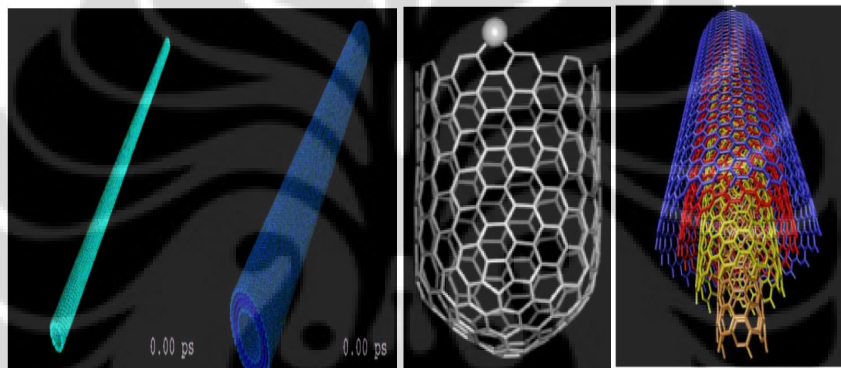
➤ *Single-Walled Nanotube* (SWNT)

SWNT terbentuk dari sebuah lembaran grafit yang dilengkungkan. Sebuah SWNT terdiri dari dua bagian yang mempunyai sifat fisis dan kimia yang berbeda. Bagian pertama adalah bagian sisi dinding silinder dan bagianlain adalah ujung-ujung silinder. SWNT yang memiliki satu lapisan grafit dengan diameter *nanotube* karbon 0.4 nm – 2.5 nm dan panjang beberapa mikrometer hingga beberapa millimeter. Jenis SWNT

ini mempunyai 3 jenis struktur yang berbeda, antara lain : *armchair*, zig zag dan *chiral*.

➤ *Multi-Walled Nanotube* (MWNT)

MWNT terbentuk dari gabungan beberapa SWNT dengan diameter yang berbeda-beda. Panjang dan diameter MWNT sangat berbeda dengan SWNT, sehingga sifat fisis dan kimianya pun akan sangat berbeda. MWNT dapat diperoleh secara kontinyu dari *xylena* pada 675°C (Andrews, 1999). Jarak antara satu SWNT dengan lapisan lainnya sekitar 0,36 nm.



Single dan Multi-walled nanotubes.

SWNT

MWNT

Gambar 2.1 Struktur Karbon *Nanotube*

(Nanotechnology team, NASA, 2003)

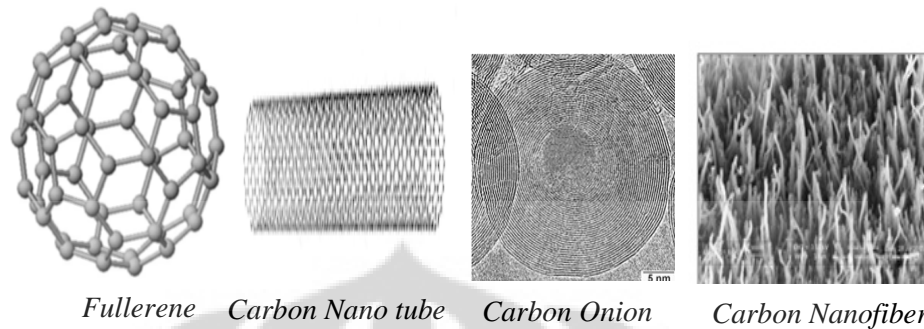
3. *Carbon Nanofiber* (CNF)

Merupakan alotrop karbon *nanotube* (CNT) dengan struktur inti pusat dan dinding struktur multilayer luar (mirip dengan *multiwall l* CNT). Namun, tidak seperti *multiwall* CNT, CNF tidak memiliki rongga interior.

4. *Carbon Onion*

Merupakan karbon nanomaterial dengan permukaan melengkung yang terdiri dari lembaran grafit bola konsentris dan merupakan anggota dari *fullerene*. Penelitian yang berhubungan dengan karbon onion masih

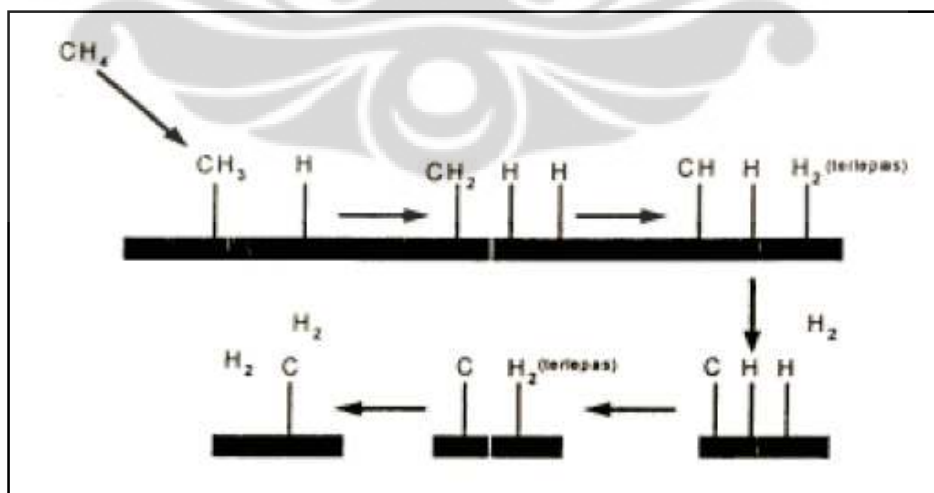
jarang dilakukan dibandingkan dengan dengan *single-layer fullerenes* maupun *nanotube*, hal ini karena struktur multi-lapisan yang rumit dan distribusi ukuran luas karbon onion sendiri.



Gambar 2.2 Struktur nanokarbon

2.3 Mekanisme Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Pada reaksi dekomposisi metana, sebuah molekul metana direngkah menjadi sebuah molekul karbon dan dua buah molekul hidrogen. Berikut mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana. Atom hidrogen terputus satu persatu membentuk ion karbonium. Dan pada akhirnya didapatkan sebuah atom karbon dan dua molekul hidrogen pada akhir reaksi.



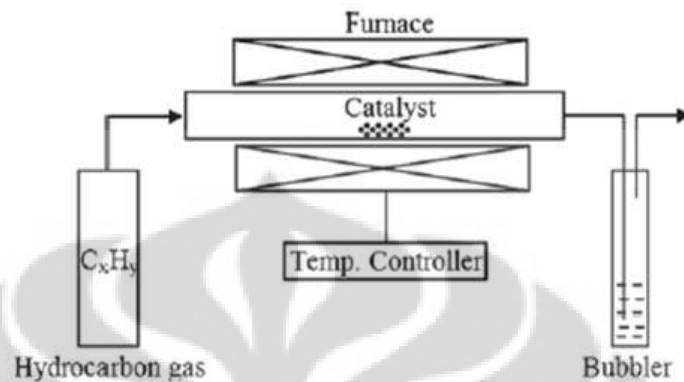
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana

Salah satu teori mekanisme pertumbuhan nanokarbon menyebutkan bahwa mekanisme pertumbuhan nanokarbon dipengaruhi oleh laju pembentukan lapisan karbon terhadap laju pergerakan metal. Dalam teori itu, Safronov dan Kovaleski menyatakan bahwa mekanisme pertumbuhan karbon diawali dengan pembentukan lapisan karbon yang membungkus partikel katalis yang meleleh, lalu diikuti dengan pecahnya lapisan karbon tersebut akibat tekanan uap logam katalis dan impuls mekanik yang diterima katalis. Mereka berpendapat bahwa jika kecepatan partikel logam lebih cepat dari pembentukan lapisan karbon maka nanokarbon yang diperoleh berbentuk *nanochain* atau *torn shell*, namun jika hal yang sebaliknya terjadi maka nanokarbon yang diperoleh adalah karbon berbentuk bambu. *Nanotube* baru diperoleh bila laju pembentukan lapisan karbon dan laju pergerakan logam sama.

Menurut Kuznetzov (2001), faktor yang menentukan jenis karbon yang dihasilkan pada dekomposisi metana adalah proses nukleasi karbon pada logam. Proses nukleasi ini merupakan proses presipitasi karbon pada permukaan partikel logam yang jenuh akan karbon. Partikel logam yang jenuh karbon ini dicapai pada saat logam berada dalam fasa *liquid*, yaitu pada temperatur sedikit di bawah temperatur *eutektik*. Karbon-karbon tersebut selanjutnya bergabung membentuk ikatan *heksagonal* yang kemudian bertransformasi menjadi lembaran grafit. Apabila permukaan partikel logam kurang jenuh akan karbon, nukleus yang dihasilkan berukuran relatif besar dan tumbuh secara berkesinambungan menghasilkan pembentukan lembaran grafit yang menutupi sebagian besar permukaan partikel logam. Karena permukaan logam kurang jenuh karbon, nukleus berikutnya tumbuh di bawah nukleus yang pertama tanpa berikatan dengan partikel logam di permukaan. Hal ini berlangsung terus-menerus sehingga didapatkan tumpukan lembaran grafit menuju sudut tertentu atau sejajar arah aksial dan fiber.

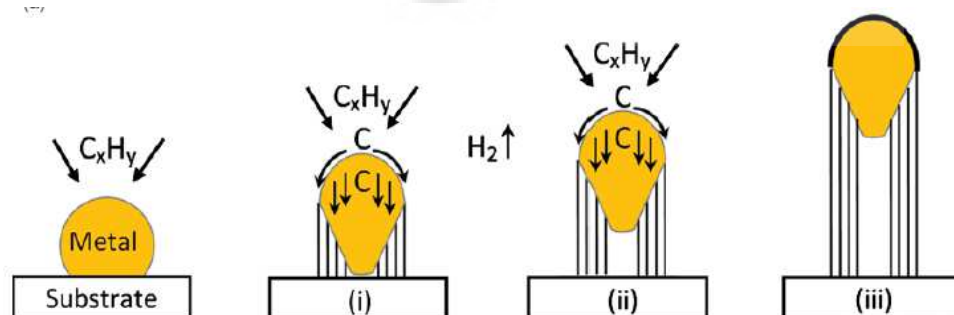
Mekanisme pertumbuhan CNT dengan metode CVD dijelaskan seperti pada Gambar 2.4. Uap hidrokarbon dialirkan dan kontak dengan logam nanopartikel panas, dan terdekomposisi menjadi karbon dan

hidrogen. Hidrogen dilepaskan sedangkan karbon larut dalam logam. Setelah batas kelarutan karbon pada logam tercapai, karbon sebagai presipitat terlarut keluar dan mengkristal dalam bentuk silinder. Karena pergerakan partikel katalis konstan dalam reaktor, maka kontak antara gas hidrokarbon dan katalis yang terjadi sangat efisien (Mukul & Ando, 2010).



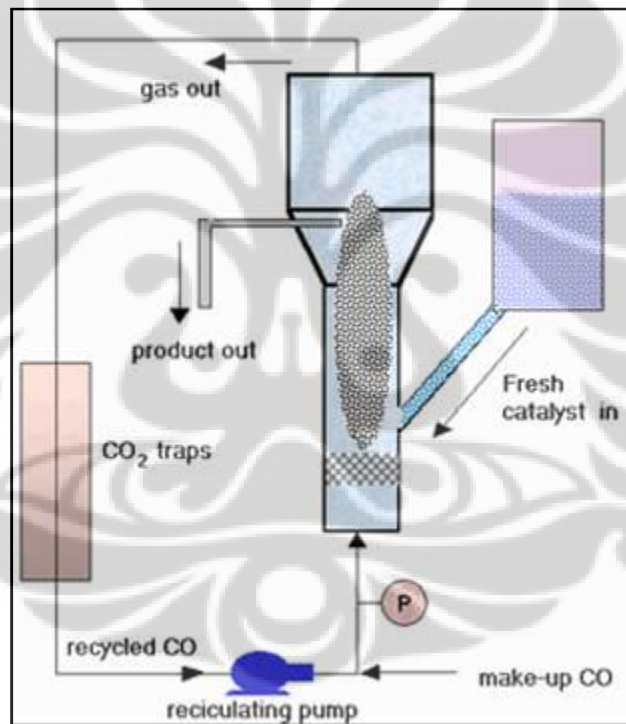
Gambar 2.4 Skema diagram CVD sederhana

Mekanisme pembentukan *nanotube* dengan sudut kontak logam dan substrat yang kecil menyebabkan hidrokarbon terurai pada permukaan logam. Kemudian karbon berdifusi kebawah melalui logam dan mulai terbentuk CNT didasar logam (i). Selama logam bagian atas masih terbuka untuk terjadi dekomposisi hidrokarbon (memungkinkan terjadinya difusi karbon), maka CNT akan terus tumbuh (ii). Setelah seluruh permukaan logam tertutupi oleh karbon, terjadi deaktivasi katalis dan pertumbuhan nanokarbon akan berhenti (iii). Mekanisme ini dikenal sebagai “*tip-growth model*” (Mukul & Ando, 2010).



Gambar 2.5 Mekanisme pertumbuhan CNT

Southwest Nano Technologies Inc. (SWeNT) di Norman, Oklahoma juga mengembangkan metode CoMoCAT yang menghasilkan SWNT kualitas tinggi dengan selektivitas yang sangat tinggi, dan distribusi dalam *tubular fluidized bed reactor* seperti terlihat pada Gambar 2.6 dibawah. Dalam metode ini SWNT ditanam oleh disproporsionasi CO(dekomposisi ke C dan karbon dioksida) pada suhu 700°C-950°C dalam aliran CO murni pada tekanan total yang biasanya berkisar dari 1 sampai 10 atm. Selain menyediakan kecepatan ruang yang tinggi, reaktor ini memiliki kelebihan lain untuk produksi SWNT. Sebagai contoh, karena partikel-partikel katalis berada dalam gerakan konstan dalam suatu reaktor, kontak yang terjadi antara karbon dan katalis sangat efisien.



Gambar 2.6 Mekanisme metode CoMoCAT

2.4 Pengaruh Kondisi Operasi

2.4.1 Suhu Reaksi

Suhu merupakan salah satu faktor yang dapat mempercepat terjadinya reaksi. Pada dekomposisi katalitik metana, laju reaksi akan semakin meningkat dengan kenaikan suhu hingga tercapai kesetimbangan.

Untuk dekomposisi metana non-katalis membutuhkan suhu reaksi yang sangat tinggi diatas 1000°C untuk mencapai kesetimbangan (Muradov, 2005)

Pada percobaan Diefendorf, 1960, mengindikasikan bahwa dekomposisi metana dengan grafit berlebih, lebih disukai daripada proses katalitis. Sifat inert grafit terhadap dekomposisi metana lebih mudah dilakukan, yang ditunjukkan bahwa pada suhu 800°C tidak terdapat konversi metana.

Sedangkan Sivakumar, 2010 pada suhu reaksi 850°C yang meneliti sintesis karbon *nanotube* melalui dekomposisi metana dengan metode CVD menunjukkan bahwa suhu reaksi antara 650°C sampai 750°C menghasilkan konversi metana yang rendah dan formasi karbon *nanotube* yang sedikit.

Shuanglin Zhan, 2007 dalam proses untuk menghasilkan CNT dengan dekomposisi metana dan katalis Ni-Mg/MgO pada waktu reaksi konstan 60 menit dan laju alir CH_4/H_2 40/20 mL/min menunjukkan bahwa karbon meningkat seiring kenaikan suhu, maksimum pada 900°C dan mulai menurun pada suhu diatas 900°C . Tidak ada karbon yang dihasilkan pada suhu 600°C , karena katalis sudah tidak aktif pada suhu tersebut. Proses dekomposisi metana merupakan reaksi endotermik, meskipun *yield* karbon akan semakin naik dengan kenaikan suhu, tetapi pada suhu yang lebih tinggi laju pembentukan karbon diatas permukaan katalis melebihi laju pembentukan CNT sehingga menghasilkan *encapsulating* partikel katalis aktif (Piao, Li, chen, Chang & Lin, 2020 ; Snoeck, Froment & fowles, 1997).

2.4.2 Waktu Reaksi

Waktu reaksi merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi kondisi optimal untuk memperoleh produk nanokarbon.

Choudhary menjelaskan pada aktivitas konversi metana, katalis tidak mengalami deaktivasi hingga beberapa jam. Untuk katalis

Ni/Al₂SO₃/SiO₂ masih menunjukkan konversi yang stabil selama 15 jam karena permukaan spesifik area yang luas.

Shuanglin Zhan, 2007 meneliti pembentukan karbon melalui dekomposisi metana, pada 900°C dan laju umpan 40/20 mL/min menunjukkan bahwa optimum waktu reaksi 60 menit, dimana hasil karbon meningkat dengan semakin lama waktu reaksi. Meskipun pada 240 menit kenaikan ini belum berhenti, tetapi masih mengindikasikan bahwa katalis masih tetap aktif untuk waktu yang lebih lama. Laju pertumbuhan karbon menurun setelah 60 menit, karena berkurangnya aktivitas katalis karena reaksi.

2.4.3 Laju alir umpan

Pada penelitian ini digunakan laju alir umpan 120 mL/min, 140 mL/min dan 160 mL/min. Pengaruh laju alir umpan pada dekomposisi katalitik metana dapat dilihat melalui beberapa parameter diantaranya perubahan massa spesifik karbon, laju pembentukan karbon, konversi metana dan karakteristik morfologinya. Laju alir juga berpengaruh terhadap limitasi tahanan eksternal.

Pada dekomposisi katalitik metana, dengan basis waktu 60 menit, suhu 900°C dan laju H₂O 20 mL/min, produk karbon akan meningkat dengan penurunan konversi metana dan kenaikan laju alir CH₄. Konversi metana hampir konstan pada laju CH₄ 70 sampai 100 mL/min, tetapi mulai turun pada laju diatas 100 mL/min.

2.5 *Response Surface Methodology (RSM)*

2.5.1 Rancangan Respon

Perancangan respon menyangkut pemilihan sifat atau karakteristik satuan percobaan yang akan digunakan untuk menilai atau mengukur pengaruh perlakuan serta bagaimana cara melakukan penilaian atau pengukuran tersebut.

Yang perlu diperhatikan adalah apakah sifat atau karakteristik yang dipilih relevan dan dapat mencerminkan pengaruh berbagai perlakuan yang diamati.

Respon yang digunakan untuk menilai pengaruh variabel dapat berupa sifat fisik (kuantitatif) karena dapat dilakukan secara objektif dan alat ukur sudah tersedia. Sedangkan jika respon yang diukur berupa data kualitatif maka sering kali pengukuran tidak mudah karena bersifat subjektif serta pedoman pelaksanaan pengukuran belum baku.

2.5.2 Desain Eksperimen

Desain faktorial merupakan solusi paling efisien bila eksperimen meneliti pengaruh dari dua atau lebih faktor, karena semua kemungkinan kombinasi tiap *level* dari faktor dapat diselidiki secara lengkap. Kelebihan desain faktorial adalah:

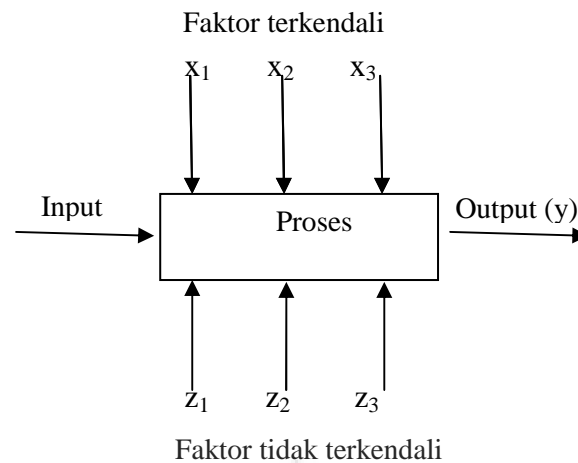
- a. Lebih efisien dibanding dengan metode *one-factor-ata-time*,
- b. Mampu menunjukkan efek interaksi antar faktor atau variabel,
- c. Dapat memberikan perkiraan efek dari suatu variabel pada kondisi *level* yang berbeda-beda dari suatu faktor lain.

Pada desain eksperimen, terdapat *input*, proses dan *output*. Proses akan melakukan suatu rangkaian operasi terhadap faktor *input* untuk menghasilkan *output* y dimana *output* dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor terkontrol (x_1, x_2, \dots, x_p) maupun faktor tak terkontrol (z_1, z_2, \dots, z_p).

Desain eksperimen digunakan untuk :

- (i) Menentukan variabel yang paling berpengaruh terhadap respon y ,
- (ii) Pengaturan harga x yang berpengaruh sehingga y berada disekitar nilai nominal yang diinginkan
- (iii) Variabilitasnya kecil dan pengaruh variabel tidak terkontrol minimal.

Manfaat yang dapat diperoleh dari desain eksperimen yaitu (i) dapat memperbaiki hasil proses, (ii) mengurangi biaya total produksi.



Gambar 2.7 Bentuk umum diagram proses

2.5.3 Factorial Design

Factorial design adalah suatu metode statistik untuk menguji pengaruh beberapa macam faktor dengan level yang berbeda satu sama lain. Banyaknya jumlah kombinasi diperoleh dari perkalian antara jumlah level yang dimiliki suatu faktor atau variabel dengan *level* faktor atau variabel yang lain. Faktorial yang dikenal saat ini adalah *two level factorial design* (2^k), *two level fractional factorial design* (2^{k-p}), dan *three level factorial design* (3^k).

Faktor dalam hal ini adalah suatu variabel pengamatan. Misalnya pengamatan dengan dua faktor adalah pengamatan dengan menggunakan dua variabel. Dua *level* artinya adalah bahwa dalam setiap faktor didesain dalam dua nilai perubahan. Untuk memudahkan, digunakan istilah nilai rendah (-1) dan nilai tinggi (+1). Sehingga diperlukan pengkodean dari data skala pengamatan ke data kode nilai rendah dan tinggi.

Faktorial desain digunakan apabila eksperimen terdiri atas dua faktor atau lebih. Faktorial desain memungkinkan kita melakukan kombinasi antar *level* faktor. Diperlukan desain faktorial apabila interaksi antar faktor mempengaruhi respon dan apabila menghilangkan interaksi antar respon mungkin mempengaruhi kesimpulan.

2.5.3.1 Fractional Factorial Design

Desain faktorial merupakan solusi paling efisien bila eksperimen meneliti pengaruh dari dua atau lebih faktor, karena semua kemungkinan kombinasi tiap *level* dari faktor-faktor dapat diselidiki secara lengkap. Untuk mengetahui variabilitas dari respon apakah benar-benar disebabkan oleh faktor dan interaksi yang dipilih dapat digunakan koefisien determinasi atau dengan analisis *residual* untuk melihat apakah model desain sudah sesuai.

Fractional factorial design merupakan bagian dari *factorial design* dimana kombinasi yang diperoleh dari perkalian jumlah *level* tidak perlu dilakukan seluruhnya melainkan setengah, seperempat (kelipatan $\frac{1}{2}$). Jika terdapat alasan untuk mengasumsikan bahwa interaksi tingkat tinggi dapat diabaikan, maka informasi tentang efek-efek utama dan interaksi tingkat rendah dapat diperoleh hanya dengan melakukan percobaan sebagian saja dari percobaan faktorial lengkap. Desain ini banyak digunakan dalam perancangan produk dan proses, serta untuk perbaikan proses (*process improvement*).

2.5.3.2 Two Level Factorial Design

Merupakan rancangan faktorial dimana setiap faktor dibatasi oleh dua *level* yaitu *level* rendah dan tinggi. Rotasi untuk kedua *level* tersebut adalah :

- *Level* rendah dinotasikan sebagai -1 atau (-)
- *Level* tinggi dinotasikan sebagai +1 (+)

Untuk *two level factorial design*, jumlah kombinasi yang dibutuhkan adalah sebesar 2^k (k menunjukkan jumlah faktor, $k > 1$). Untuk memudahkan penggunaan *two level factorial design*, maka disusun dengan tabel :

Tabel 2.1 Susunan Rancangan *Two Level Factorial Design*

| Run | A | B | Respon |
|-------|---|---|--------|
| 1 | - | - | y_1 |
| 2 | + | - | y_2 |
| 3 | - | + | y_3 |
| 4 | + | + | y_4 |
| · | · | · | · |
| 2^k | · | · | y_5 |

2.6 Analysis of Variance (ANOVA)

Analisis ragam atau *analysis of variance* (ANOVA) adalah suatu metode untuk menguraikan keragaman total data menjadi komponen-komponen yang mengukur berbagai sumber keragaman. Secara aplikatif, ANOVA digunakan untuk menguji rata-rata lebih dari dua sampel berbeda secara signifikan atau tidak. Konsep analisis didasarkan pada konsep distribusi F dan biasanya dapat diaplikasikan untuk berbagai macam kasus maupun dalam analisis hubungan antara berbagai variabel yang diamati.

Dalam perhitungan statistik, analisis variansi sangat dipengaruhi asumsi-asumsi yang digunakan seperti kenormalan dari distribusi, homogenitas variansi dan kebebasan dari kesalahan. Asumsi kenormalan distribusi memberi penjelasan terhadap karakteristik data setiap kelompok. Asumsi adanya homogenitas variansi menjelaskan bahwa variansi dalam masing-masing kelompok dianggap sama. Sedangkan asumsi bebas menjelaskan bahwa variansi masing-masing terhadap rata-ratanya pada setiap kelompok bersifat saling bebas.

Asumsi – asumsi yang digunakan dalam analisis ANOVA :

- Populasi yang dikaji memiliki distribusi normal
- Pengambilan sampel dilakukan secara acak dan setiap sampel independen/tidak terikat sampel lain
- Populasi dimana nilai sampel diperoleh memiliki nilai varian populasi yang sama.

Dalam bentuk yang sederhana, ANOVA menyajikan uji statistik yang dapat menjelaskan apakah mean dari beberapa kelompok cenderung sama atau tidak, dan lebih luas disebut sebagai uji t-2 sampel untuk sampel lebih dari 2

kelompok. ANOVA sangat membantu karena memiliki keuntungan khusus untuk uji t-2 sampel karena menyebabkan peningkatan peluang terjadinya error (galat), dan dalam hal ini ANOVA sangat berguna dalam membandingkan 3 atau lebih mean.

2.6.1 Dasar pengujian ANOVA

Analisis varians digunakan untuk menguji hipotesis komparatif rata-rata k sampel bila datanya berbentuk interval atau ratio. Satu sampel k dalam k kejadian/pengukuran berarti sampel tersebut berpasangan. Misal, satu sampel diberi perlakuan sampai lima kali, ini berarti sudah lima sampel berpasangan. Sedangkan k sampel dalam dalam satu kejadian berarti sampel independen (lima sampel diberi satu kali perlakuan, adalah merupakan lima sampel independen).

ANOVA biasa digunakan dengan menggunakan uji t dan uji F. Uji t digunakan untuk menguji kebebasan parameter secara individual. Sedang uji F digunakan untuk membandingkan antara komponen-komponen dari total deviasi.

a. Uji t

Uji t menunjukkan seberapa jauh pengaruh variabel bebas dalam menerangkan variabel terikat. Untuk menguji hipotesis tersebut digunakan rumus :

$$t = \frac{b}{sb} \quad (2.2)$$

Dimana b merupakan parameter dan Sb adalah standar error dari b . Standar error masing-masing parameter dihitung dari akar varian masing-masing. Untuk mengetahui kebenaran hipotesis digunakan kriteria :

- Bila t hitung $>$ t tabel, maka H_0 ditolak dan H_1 diterima.

Artinya ada pengaruh antara variabel bebas terhadap variabel terikat dengan derajat keyakinan yang biasa digunakan 1%, 5% atau 10%.

- Bila t hitung $<$ t tabel, maka H_0 diterima dan H_1 ditolak.

Artinya tidak ada pengaruh antara variabel bebas terhadap variabel terikat.

b. Uji F

Untuk menguji kebenaran hipotesis alternatif, maka dilakukan uji F dengan mengikuti prosedur (Montgomery, 2005) :

Uji F untuk efek faktor A :

$$F = \frac{MS_A}{MS_E} \quad (2.3)$$

Uji F untuk efek faktor B :

$$F = \frac{MS_B}{MS_E} \quad (2.4)$$

Uji F untuk efek interaksi faktor A dan B :

$$F = \frac{MS_{AB}}{MS_E} \quad (2.5)$$

Keterangan :

$MS_A = \text{mean square A}$ (rata-rata kuadrat faktor A)

$MS_B = \text{mean square B}$ (rata-rata kuadrat faktor B)

$MS_{AB} = \text{mean square AB}$ (rata-rata kuadrat interaksi faktor A dan B)

$MS_E = \text{mean square error}$ (rata-rata kuadrat error)

2.7 Metode Respon Permukaan

Metode *response surface* adalah suatu metode yang menggabungkan teknik matematika dengan teknik statistika yang digunakan untuk membuat model dan menganalisis suatu respon yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas atau faktor, dengan tujuan mengoptimalkan respon tersebut (Montgomery, 2001). Ide

dasar metode ini adalah memanfaatkan desain eksperimen dengan bantuan statistika untuk mencari nilai optimal dari suatu respon. Metode permukaan respon yang dikemukakan oleh Box dan Wilson pada 1950 merupakan salah satu alat yang efektif untuk mengkaji hubungan antara respon dan variabel input tersebut (Kleijnen, 2008). Dengan menyusun suatu model matematika, peneliti dapat mengetahui nilai variabel-variabel independen yang menyebabkan nilai variabel respon menjadi optimal. Hubungan antara respon y dan variabel input x adalah :

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_k) + \varepsilon \quad (2.6)$$

Dimana :

y = respon

x_i = variabel bebas / input ($i=1,2,3,\dots,k$)

ε = error

Metode *response surface* sangat erat kaitannya dengan percobaan faktorial. Percobaan faktorial adalah suatu percobaan yang perlakuannya terdiri atas semua kemungkinan kombinasi taraf dari beberapa faktor. Tujuan utama dari percobaan faktorial adalah untuk melihat interaksi antar faktor-faktor yang diuji.

Keuntungan menggunakan *Respon Surface Methode* ini adalah dapat mempermudah pencarian wilayah optimum. Bila tidak menggunakan metode tersebut, harus dilakukan eksperimen berulang-ulang dimana eksperimen tersebut membutuhkan biaya dan waktu yang banyak sehingga tidak efektif dan efisien.

Permasalahan umum pada metode *response surface* adalah bentuk hubungan yang terjadi antara perlakuan dengan respon tidak diketahui. Jadi langkah pertama yang dilakukan adalah mencari bentuk hubungan antara respon dengan perlakuannya. Bentuk hubungan linier merupakan bentuk hubungan yang pertama kali dicobakan untuk menggambarkan hubungan tersebut. Jika ternyata bentuk hubungan antara respon dengan perlakuan adalah linier maka pendekatan fungsinya disebut *first-order model*, jika bentuk hubungannya merupakan kuadrat maka pendekatan fungsinya disebut *second-model order*. Sehingga dalam RSM eksperimen dilakukan dalam dua tahap yaitu eksperimen orde I dan orde II. Eksperimen orde I merupakan tahap penyaringan faktor (*screening*), sedangkan eksperimen orde II merupakan tahap optimasi (Jeff Wu, 2000:390).

2.7.1 Desain Model Orde 1

Dalam metode respon permukaan dibutuhkan penentuan titik optimum untuk perubahan eksperimen orde I ke orde II. Hal ini dilakukan jika pada orde I terdapat lengkungan maka digantikan oleh orde II (Jeff Wu, 2000:392). Desain faktorial 2^k (*Two Level factorial Design*) adalah desain yang sesuai untuk mengestimasi model orde I, artinya setiap variabel memiliki dua *level*. Dimana k menyatakan jumlah variabel dan diberi kode -1 untuk *level* rendah dan +1 untuk *level* tinggi.

Langkah pertama dari metode permukaan respon adalah menemukan hubungan antara respon y dengan variabel independen x_i melalui persamaan polinomial orde satu (model orde I). Dinotasikan variabel-variabel independen dengan x_1, x_2, \dots, x_k . Variabel-variabel tersebut diasumsikan terkontrol dan mempengaruhi variabel respon y . Jika respon dimodelkan secara baik dengan fungsi linier dari variabel-variabel independen x_i , maka aproksimasi fungsi dari model orde I adalah:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon \quad (2.7)$$

Dimana :

y = variabel dependen (respon)

x_i = variabel independen (variabel bebas), $i = 1, 2, \dots, k$

ε = error

k = jumlah faktor atau variabel

2.7.1.1 Uji kelengkungan

Jika orde I didasarkan pada desain faktorial 2^k , uji kelengkungan dilakukan dengan metode penambahan titik pusat dengan ukuran n_f dan n_c dimana “f” adalah desain faktorial dengan kode “-“ untuk level rendah dan “+” untuk level tinggi, sedangkan “c” adalah titik pusat dengan kode “0”. Misalkan \bar{y}_f adalah rata-rata sampel faktorial dan \bar{y}_c adalah rata-rata sampel pada titik pusat. Selisih \bar{y}_f dan \bar{y}_c dapat digunakan untuk menguji adanya lengkungan kuadrat.

- ❖ Jika nilai $\bar{y}_f - \bar{y}_c$ kecil, maka titik pusat dekat bidang yang dilewati titik faktorial, dan pada bidang tersebut tidak terdapat lengkungan kuadrat

- ❖ Jika nilai $\bar{y}_f - \bar{y}_c$ besar, maka terdapat lengkungan kuadrat. Menurut Montgomery, 2001:272, jumlah kuadrat (*sum of square*) untuk lengkungan kuadrat dengan $dk = 1$ adalah :

$$SS = \frac{n_f n_c (\bar{y}_f - \bar{y}_c)^2}{n_f - n_c} \quad (2.8)$$

Untuk menguji lengkung kuadrat murni maka nilai ini dibagi kuadrat tengah *mean of square error*. Dengan pengujian ANOVA melalui uji hipotesis :

$$H_0 = \sum_{j=1}^k \beta_{jj} = 0 \quad (2.9)$$

$$H_1 = \sum_{j=1}^k \beta_{jj} \neq 0 \quad (2.10)$$

Dimana :

Jika H_0 diterima, berarti tidak terdapat lengkungan kuadrat pada eksperimen sehingga uji kelengkungan tidak signifikan. Dengan arti lain, orde I dapat dilanjutkan dengan metode *Steepest Ascent*.

2.7.1.2 Uji *Steepest Ascent*

Apabila kondisi optimum dari suatu eksperimen adalah nilai maksimum respon maka metode disebut *Steepest Ascent*. Sedangkan jika kondisi optimum yang diharapkan adalah nilai minimum respon, metode disebut *Steepest Descent*.

Menurut Sudjana (2002:363), dasar kerja dari metode *Steepest Ascent* adalah melakukan sebuah eksperimen sederhana pada bagian permukaan respon yang luasnya sempit atau bidang. Kemudian menentukan persamaan bidang ini dan kemudian eksperimen diambil sedemikian rupa agar bergerak ke arah optimum pada permukaan respon. Karena eksperimen berikutnya diharapkan bergerak ke arah mendaki paling cepat menuju titik optimum atau sekitar optimum pada permukaan respon, maka metode ini dinamakan *Lintas Pendakian Tercuram (Steepest Ascent)*.

2.7.2 Desain Model Orde 2

Jika eksperimen orde I sudah dinyatakan tidak cocok, maka pendekatan regresi orde II bisa digunakan. Pada keadaan mendekati respon, model orde II atau lebih biasanya disyaratkan untuk mengaproksimasi respon karena adanya lengkungan (*curvature*) dalam permukaannya.

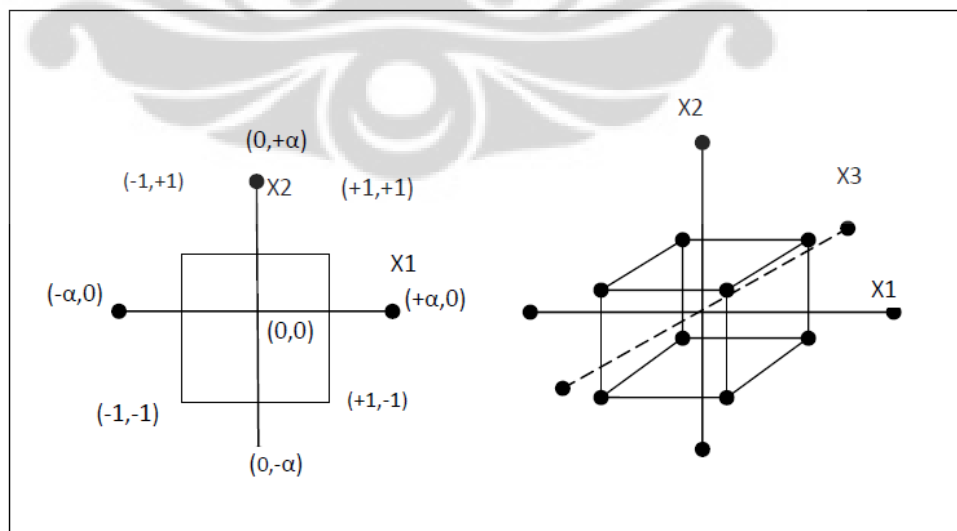
Analisis respon permukaan orde dua sering disebut analisis kanonik. Model orde II dinyatakan sebagai berikut :

$$\hat{y} = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \hat{\beta}_i x_i + \sum_{i=1}^k \hat{\beta}_{ii} x_i^2 + \sum_i \sum_j \beta_{ij} x_i x_j, \quad i < j \quad (2.11)$$

Eksperimen orde II akan didesain setelah daerah sekitar optimum respon dari orde I diketahui. Pada eksperimen yang baru, digunakan model regresi orde II untuk mengetahui adanya lengkungan kuadrat pada permukaan respon (Kuehl, 2000:431).

2.7.3 Central Composite Design (CCD)

Central Composite Design (CCD) adalah sebuah rancangan percobaan yang terdiri dari rancangan 2^k faktorial dengan ditambahkan beberapa *center runs* dan *axial run* (*star runs*). CCD untuk $k=2$ dan $k=3$ secara *visual* ditunjukkan oleh Gambar 2.9 berikut (Vardeman, 1998) :



Gambar 2.8 Central Composite Design (CCD)

Untuk estimasi model respon permukaan orde II, digunakan *Central Composite Design* (CCD). Misalnya k buah variabel input dalam bentuk kode ditunjukkan dengan $x = (x_1, \dots, x_k)$, CCD terdiri dari tiga bagian berikut (Jeff Wu, 2002:412) :

1. Rancangan 2^k faktorial (*Runs/Cube point*) = n_f , dimana k adalah banyaknya faktor, yaitu percobaan pada titik $(\pm 1, \pm 1, \dots, \pm 1)$
2. *Center Runs* (n_c) yaitu percobaan pada titik pusat $(0, 0, \dots, 0)$
3. *Star runs / axial runs*, yaitu percobaan pada titik-titik $(\alpha, 0, \dots, 0)$, $(-\alpha, 0, \dots, 0)$, $(0, \alpha, \dots, 0)$, $(0, -\alpha, \dots, 0)$, \dots $(0, 0, \dots, \alpha)$ dan $(0, 0, \dots, -\alpha)$ dengan menggunakan *axial* atau *star point* α yang nilainya ditentukan oleh jumlah variabel faktor dan jenis CCD yang digunakan, dimana nilai $\alpha = (2)^{\frac{n_f}{4}}$

Pada *Central Composite Design* (CCD), agar kualitas dari prediksi menjadi lebih baik, maka rancangannya selain memiliki sifat ortogonal juga harus *rotatable*. Suatu rancangan dikatakan *rotatable* jika ragam dari variabel respon yang diestimasi merupakan fungsi dari x_1, x_2, \dots, x_k yang hanya bergantung pada jarak dari pusat rancangan dan tidak bergantung dari arahnya (letak titik percobaan). Dengan kata lain ragam dari variabel respon yang diduga sama untuk semua titik asalkan titik-titik tersebut memiliki jarak yang sama dari pusat rancangan (*center runs*).

2.7.4 Rotatability

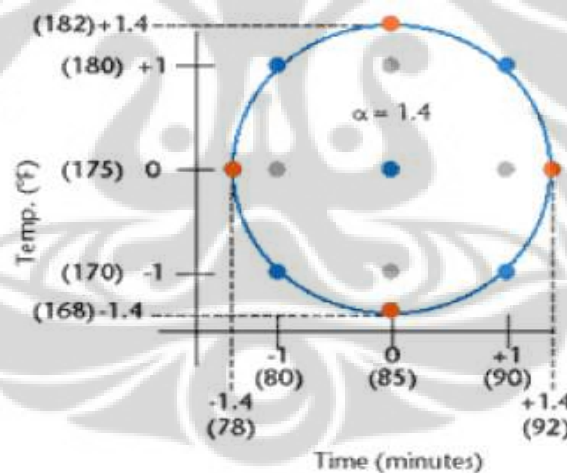
Untuk mendapatkan orde II yang bagus dalam menghasilkan nilai prediksi, model diharuskan mempunyai variansi yang stabil dan konsisten yang layak pada titik x. Desain respon permukaan orde II sebaiknya harus *rotatable* artinya pada semua titik x jaraknya harus sama terhadap desain pusat. Dengan kata lain, variansi pada nilai prediksi respon adalah konstan di lingkaran. Desain CCD dibuat *rotatable* dengan pemilihan α . Nilai α untuk *rotatability* bergantung dari jumlah titik pada *factorial portion* dalam desain, dimana $\alpha = (n_f)^{\frac{1}{4}}$ menghasilkan *rotatable* CCD dimana n_f adalah jumlah titik pada *factorial portion*.

Berikut tabel desain CCD sampai k = 6 variabel *input* (Devor, Tsong How, dan Sutherland; 2007).

Tabel 2.2 *Central Composite Design*

| | Jumlah variabel, k | | | | |
|-------------------------------------|--------------------|------------|------------|------------|------------|
| | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| n_f (untuk 2^k atau 2^{k-p}) | 4 | 8 | 16 | 32 | 64 |
| Banyak titik aksial = $2k$ | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 |
| $\alpha = (n_f)^{\frac{1}{4}}$ | 1.414 | 1.682 | 2.000 | 2.378 | 2.828 |
| n_c | n_c | n_c | n_c | n_c | n_c |
| Total | $8 + n_c$ | $14 + n_c$ | $24 + n_c$ | $42 + n_c$ | $76 + n_c$ |

Gambar berikut menyajikan CCD yang *rotatable* untuk dua variabel (misal waktu dan temperatur). Dengan CCD membutuhkan lima level dari masing-masing faktor kodenya, yaitu $-\alpha, -1, 0, 1, \alpha$.

**Gambar 2.9** CCD yang *rotatable* untuk dua variabel

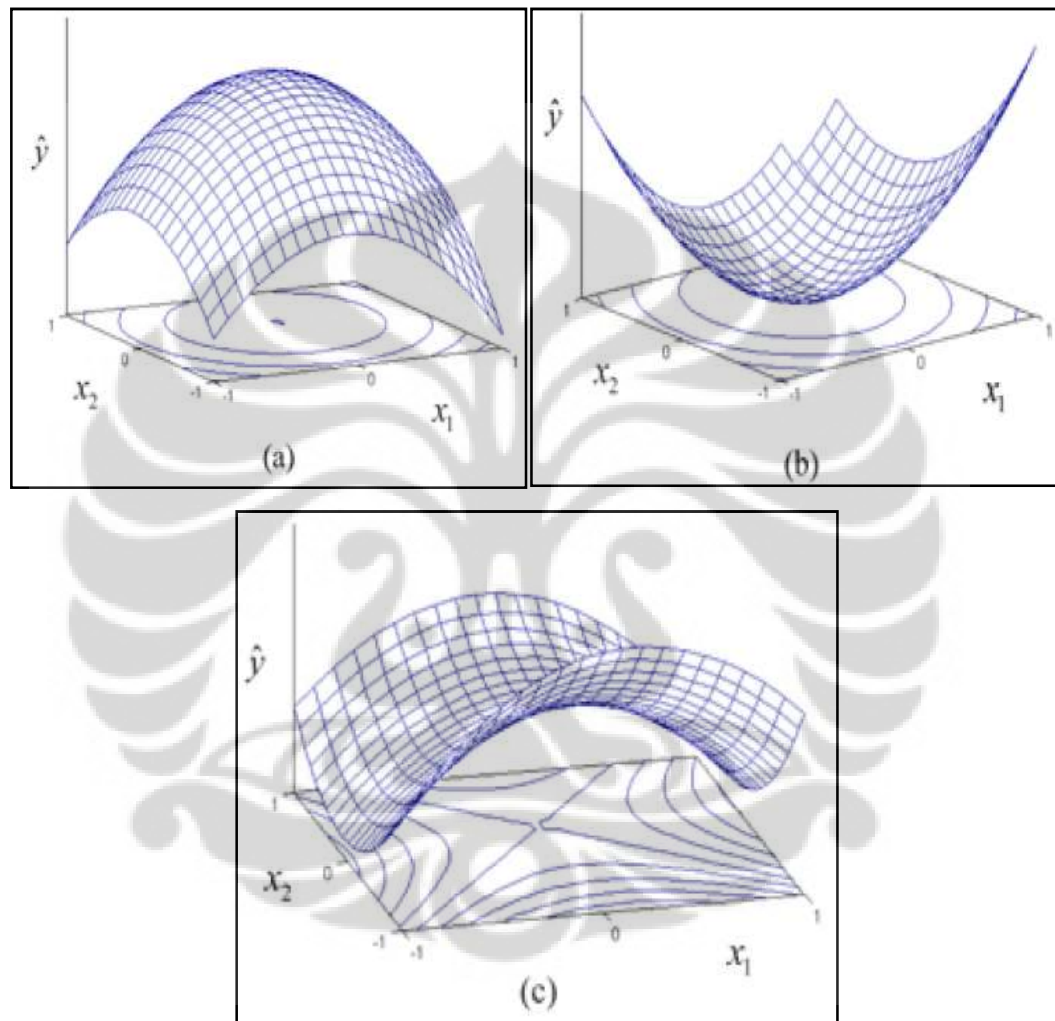
(Sumber : Laporan Akhir Universitas Pendidikan Indonesia)

2.7.5 Lokasi Titik Stasioner dan Grafik Permukaan Respon

Titik stasioner harus memenuhi salah satu dari kemungkinan berikut :

- ❖ Titik maksimum respon
- ❖ Titik minimum respon
- ❖ Titik pelana

Grafik hasil model yang telah dioptimasi dapat dilukiskan dalam ruang berdimensi tiga seperti pada gambar 2.11 berikut. Permukaan respon merepresentasikan variabel x_1 dan x_2 berada pada sumbu mendatar yang tegak lurus. Sedangkan peta kontur merepresentasikan garis-garis yang menunjukkan nilai ekspektasi y dari yang minimum hingga yang maksimum.



Gambar 2.10 Permukaan respon untuk (a) Titik maksimum (b) titik minimum
(c) titik pelana

(Sumber : Laporan Akhir Universitas Pendidikan Indonesia)

Jika variabel lebih dari dua, belum dapat divisualisasikan kecuali jika dimisalkan bahwa nilai variabel input lainnya konstan. Oleh karena itu hubungan antara variabel input dan variabel respon dapat dinyatakan dalam bentuk regresi.

Model regresi yang digunakan bisa berupa model orde I (model regresi linier) ataupun model orde II (model regresi kuadrat).

2.7.6 Pengujian Model

Pengujian model dilakukan dengan uji *lack of fit*, uji serentak dan uji individual. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui apakah faktor-faktor yang digunakan memiliki pengaruh terhadap model. Pengujiannya adalah sebagai berikut.

a. Uji *Lack of fit*

Suatu percobaan sering menimbulkan dua atau lebih pengamatan pada respon untuk pengaturan variabel independen yang sama. Pengamatan berulang yang terjadi dapat diperiksa dengan uji *lack of fit* (Myers dan Montgomery, 2002). Hipotesis yang digunakan untuk uji *lack of fit* adalah:

H_0 : Tidak Terdapat *lack of fit* (model sesuai)

H_1 : Terdapat *lack of fit* (model tidak sesuai)

Lack of fit merupakan ketidaksesuaian model. Artinya jika H_0 diterima, berarti model sudah cukup menggambarkan data.

b. Uji Serentak

Uji serentak adalah uji signifikansi model secara keseluruhan. Hipotesis yang digunakan untuk uji serentak adalah sebagai berikut :

$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = \dots = \beta_k = 0$

H_1 : paling sedikit ada satu $\beta_i \neq 0 ; i = 1, 2, \dots, k$

Statistik uji yang digunakan adalah uji F dengan rumus sebagai berikut :

$$F_{hitung} = \frac{MS_{regresi}}{MS_{residual}} \quad (2.12)$$

Keputusan tolak H_0 jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ yang berarti model signifikan.

c. Uji Individu

Uji individu merupakan uji signifikansi masing-masing parameter dalam model. Hipotesis untuk uji individu adalah sebagai berikut :

$$H_0 : \beta_j = 0; j = 1, 2, \dots, k$$

$$H_0 : \beta_j \neq 0; j = 1, 2, \dots, k$$

Statistik uji yang digunakan adalah statistik uji t yang didapatkan dengan rumus sebagai berikut :

$$t_{hitung} = \frac{b_j}{se(b_j)} \quad (2.13)$$

Keterangan :

b_j = penaksir parameter ke $-j$

$se(b_j)$ = standar error penaksir parameter ke $-j$

2.7.7 Pemeriksaan Asumsi Residual

Residual adalah selisih antara nilai yang sebenarnya diamati dan nilai yang diprediksi oleh model regresi yang sudah sesuai. Pemeriksaan asumsi residual adalah asumsi identik, independen, dan normal.

a. Asumsi Identik

Pengujian asumsi identik bertujuan untuk memeriksa apakah varians residual dari model yang diperoleh sama penyebarannya (*homokedastisitas*).

H_0 : residual identik

H_1 : residual tidak identik

Asumsi identik terpenuhi jika semua parameter faktor tidak berpengaruh signifikan (Gujarati, 1992).

b. Asumsi Independen

Pemeriksaan asumsi independen bertujuan untuk mengetahui apakah ada dependensi antara residual pada pengamatan ke- t dengan pengamatan ke- $t+k$ dengan selisih waktu t . Asumsi ini dapat diperiksa dengan plot *autocorrelation function* (ACF).

c. Asumsi Kenormalan

Pemeriksaan asumsi kenormalan dilakukan dengan membuat plot antara residual dengan nilai probabilitas normal. Asumsi ini dapat diperiksa dengan

menggunakan uji Kolmogorov-Smirnov dengan hipotesis sebagai berikut (Daniel, 1989):

H_0 : residual berdistribusi normal

H_1 : residual tidak berdistribusi normal

2.8 SOFTWARE SPSS

SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) merupakan software analisis statistik dan manajemen pengolahan data yang lengkap. SPSS dapat mengolah data dari berbagai tipe dan dapat menghasilkan tabulasi hasil seperti *report*, grafik, trend grafik distribusi, statistik deskriptif, dan analisis statistik kompleks.

Beberapa menu utama yang penting dalam SPSS adalah :

- *File* : berisi fasilitas pengelolaan atau manajemen data dan file
- *Transform* : digunakan untuk memanipulasi data
- *Analyze* : digunakan untuk menganalisis data
- *Graph* : digunakan untuk memvisualkan data
- *Utilities* : digunakan berkaitan dengan utilitas dalam SPSS

Dengan bantuan SPSS, dapat dilakukan berbagai macam analisis statistik secara cepat dan mudah, antara lain analisis data untuk :

- Uji persyaratan (uji normalitas, uji homogenitas, uji linieritas)
- Uji hipotesis (analisis regresi, ANOVA maupun ANAKOVA)

2.9 Software Minitab

Paket program Minitab merupakan salah satu software yang sangat besar kontribusinya sebagai media pengolahan data statistik. Minitab dikembangkan di *Pennsylvania State University* oleh Barbara F. Ryan, Thomas A. Ryan, Jr., dan Brian L. Joiner pada tahun 1972. Software ini menyediakan berbagai jenis perintah yang memungkinkan proses pemasukan data, manipulasi data, pembuatan grafik dan berbagai analisis statistik.

Minitab mempunyai dua layar primer, yaitu *worksheet* (lembar kerja) untuk melihat dan mengedit lembar kerja, serta sesi *Command* yang merupakan layar untuk menampilkan hasil. Perintah-perintah Minitab dapat diakses melalui menu, kotak dialog maupun perintah interaktif.

Minitab memberikan beberapa keunggulan dalam mengolah data dan dapat dibagi dalam 2 keunggulan :

1. Keunggulan dari segi manfaat minitab

Minitab memiliki keunggulan dari pengolahan data statistik, misalnya *analysis of variance* (ANOVA), desain eksperimen, analisis *multivariate* dan lain-lain. Minitab memberikan fasilitas membuat grafik statistik secara mudah dan menampilkannya dalam bentuk lebih informatif.

2. Keunggulan dari segi aplikasi Minitab

- Minitab menyediakan *stat guide* yang menjelaskan cara melakukan interpretasi tabel dan grafik statistik dengan cara yang mudah dipahami.
- Minitab memiliki dua layar primer yaitu *worksheet* (lembar kerja) dan *sesi command* (layar untuk menampilkan hasil).
- Minitab menyediakan fasilitas makro untuk membuat program yang berulang kali dipakai, memperluas fungsi minitab serta mendesain perintah sendiri.

2.10 State Of The Art Pengaruh Variabel Proses Terhadap Kondisi Optimum Konversi Metana

Tabel 2.3 *State of the Art* Pengaruh Variabel Proses Terhadap Kondisi Optimum Konversi Metana

| Peneliti (Tahun) | Tahun | Penelitian | Reaksi/Metode | Variabel | Hasil |
|---|-------|--|---|--|---|
| Shuanglin Zhan, Yajun Tian, Yanbin Cui, Hao Wu, Yonggang Wang, Shufeng Ye, Yunfa Chen | 2007 | Effect of Process Conditions on the Synthesis of Carbon Nanotubes by Catalytic Decomposition of Methane | Fixed Bed reactor Umpan : CH ₄ :H ₂ Produk : CNT | Katalis : Ni-Mo/MgO Suhu : 600-1100°C Waktu Reaksi : 0-80 menit Laju alir metana : 40-200 mL/min | Yield CNT tertinggi dihasilkan pada : Suhu 900°C Waktu reaksi : 60 menit Flow rate ratio CH ₄ :H ₂ = 100:20 mL/min |
| Nabeel A. Jarrah | 2009 | Studying the Influence of Process Parameter on the Catalytic Carbon Nanofibers Formation Using Factorial Design | Factorial design & RSM Umpan : C ₂ H ₂ /H ₂ Produk : CNF | Katalis : Ni-Mo/MgO Suhu Laju alir C ₂ H ₂ Laju alir H ₂ Full 2 ³ factorial design | Suhu : 500-600°C Laju alir C ₂ H ₂ : 100-200 mL/min Laju alir H ₂ : 0-100 mL/min |
| Jangam Ashok, Machiraju Subrahmanyam, Akula Venugopal | 2008 | Hydrotalcite Structure Derived Ni-Cu-Al catalyst for the Production of H ₂ by CH ₄ Decomposition | Dekomposisi Metana | Suhu : 600-700°C Komposisi Ni-Cu-Al : 65:00:35 ; 60:05:35 ; 60:10:30 ; 60:15:25 ; 60:20:20 ; 60:25:15 ; 60:30:10 | Yield H ₂ paling tinggi dihasilkan oleh Ni-Cu-Al pada komposisi 60:25:15 |

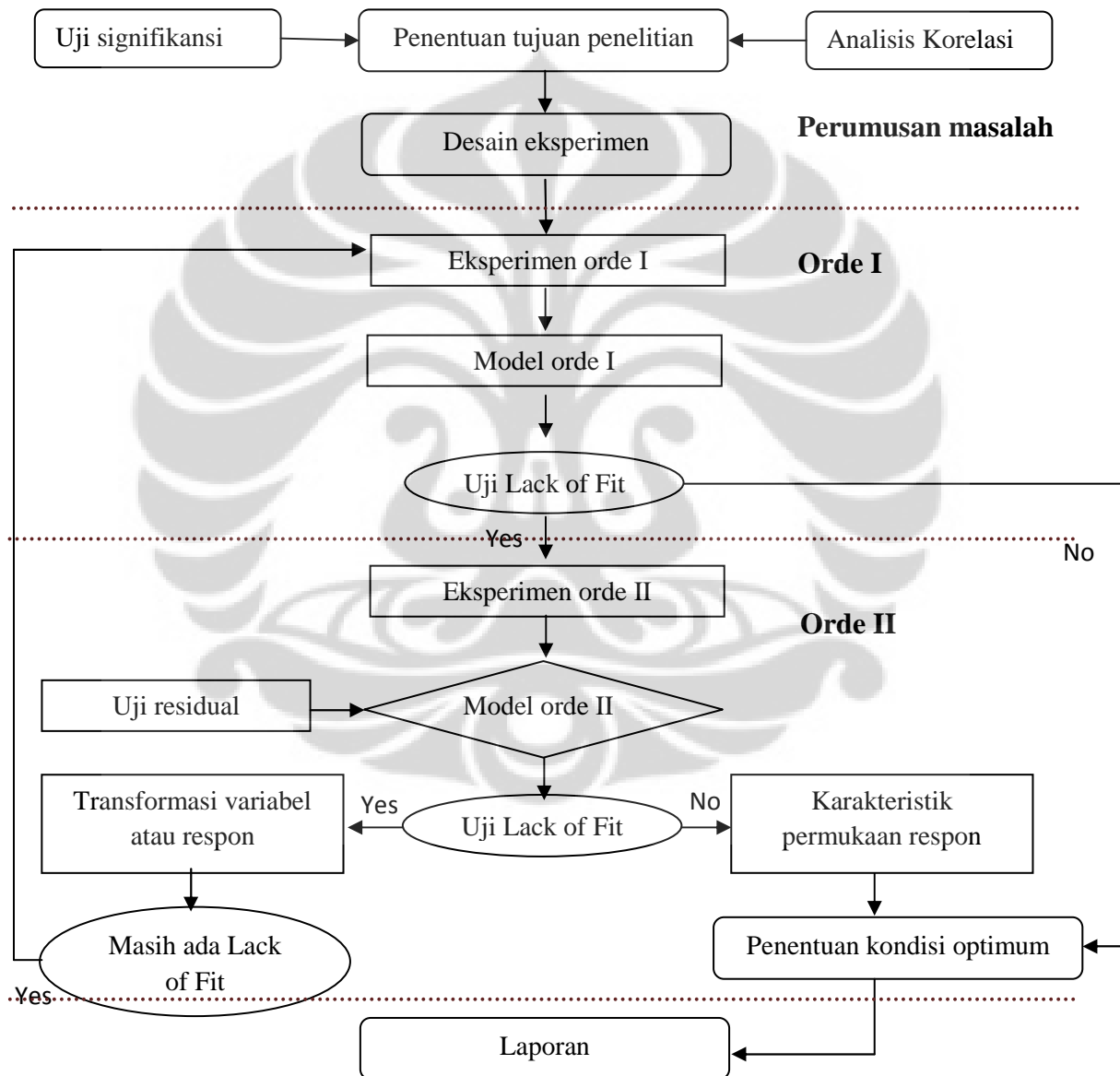
Tabel 2.3 *State of the Art* Pengaruh Variabel Proses Terhadap Kondisi Optimum Konversi Metana

| Peneliti (Tahun) | Tahun | Penelitian | Reaksi/Metode | Variabel | Hasil |
|---|-------|--|-------------------|------------------------------------|--|
| I Suelves, M.J Lazaro, R. Moliner, B.M Corbella, J.M Palacios | 2005 | Hydrogen Production by Thermocatalitic Decomposition of Methane on Ni-based Catalyst : Influence of Operating Conditions on Catalyst Deactivation and Carbon Characteristics | Fixed Bed Reactor | Suhu : 550 - 700°C Katalis : Ni | Deaktivasi katalis bergantung pada kondisi operasi. Pada suhu dan laju alir yang tinggi, maka lifetime katalis akan semakin pendek. Konversi CH ₄ pada : T = 550°C = 25% T = 650°C = 54% T = 700°C = 67% |

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tahap Penelitian

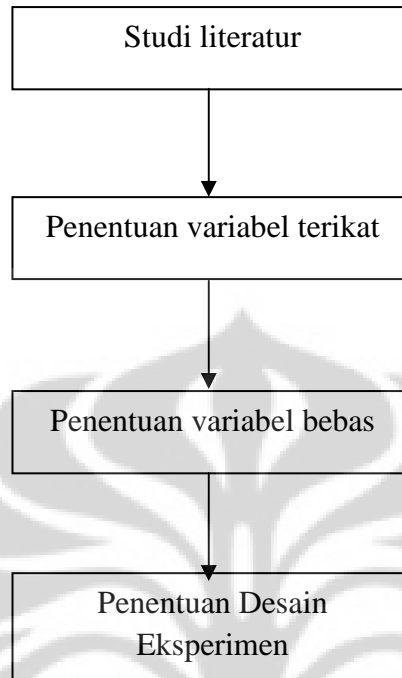
Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode statistik yang diakomodasi dengan software SPSS dan Minitab. Prosedur yang dilakukan dibagi menjadi beberapa tahap. Diagram alir penelitian adalah :



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

Berikut penjelasan mengenai diagram alir :

➤ Desain eksperimen



Gambar 3.2 Diagram alir desain eksperimen

- Studi Literatur

Dilakukan studi mengenai hal-hal yang berkaitan dengan materi yang diperlukan. Literatur mengenai nanokarbon, dekomposisi katalitik metana, maupun parameter kondisi operasi, dengan sumber literatur utama adalah jurnal. Dari studi literatur diharapkan akan diperoleh dasar penentuan variabel terikat dan variabel bebas dalam penelitian.

- Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini bersifat kuantitatif dan *measurable* (terukur). Secara morfologi, pembentukan nanokarbon (misal karbon *nanotube*) merupakan hasil dari pengaruh variabel bebas, tetapi tidak dijadikan ukuran dalam penelitian sehingga tidak dianalisis menggunakan metode statistik. Selain itu, perubahan morfologi berbeda-beda disetiap *level* variabel. Dalam penelitian ini variabel terikat adalah konversi metana.

- Variabel Bebas

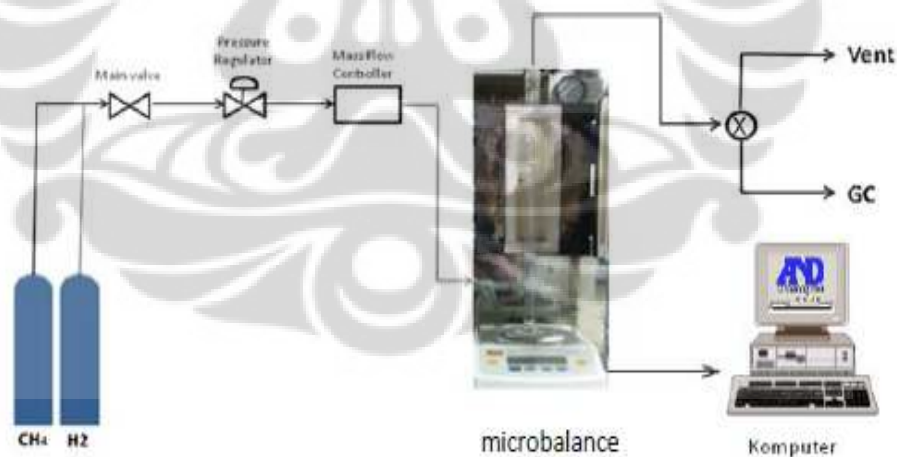
Berupa parameter yang berpengaruh terhadap proses dekomposisi katalitik metana, yaitu suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir umpan. Untuk suhu reaksi, pengambilan sampel dilakukan secara kontinyu dan tidak ada *residence time*.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan dan bahan yang digunakan dalam penelitian adalah :

- Alat yang digunakan untuk uji signifikansi adalah software SPSS 17
- Alat yang digunakan untuk uji orde I dan orde II adalah Minitab 16
- Bahan yang digunakan berupa data variabel proses atau parameter yang mempengaruhi proses dekomposisi metana, yaitu suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir umpan.

Adapun skema alat yang digunakan saat penelitian dekomposisi katalitik metana di Laboratorium DTK FTUI adalah :

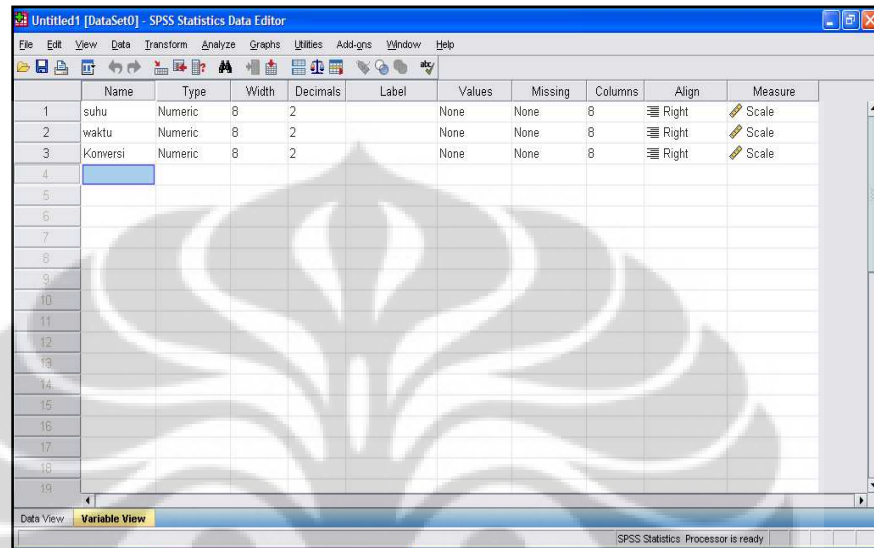


Gambar 3.3 Rangkaian peralatan penelitian

3.3 Pengolahan Data Dengan SPSS

Untuk pengolahan data dengan uji ANOVA, berikut contoh langkah-langkah pengerjaan uji signifikansi dalam SPSS 17 :

1. Input data parameter proses yang akan diamati pada tab “*variabel view*”. Dalam contoh berikut misalnya korelasi antara suhu reaksi dengan waktu reaksi yang menghasilkan konversi CH_4



Gambar 3.4 Input variabel pada menu SPSS

2. Masukkan data hasil penelitian untuk parameter suhu reaksi, waktu reaksi serta hasil konversi CH_4 pada tab “*data view*”

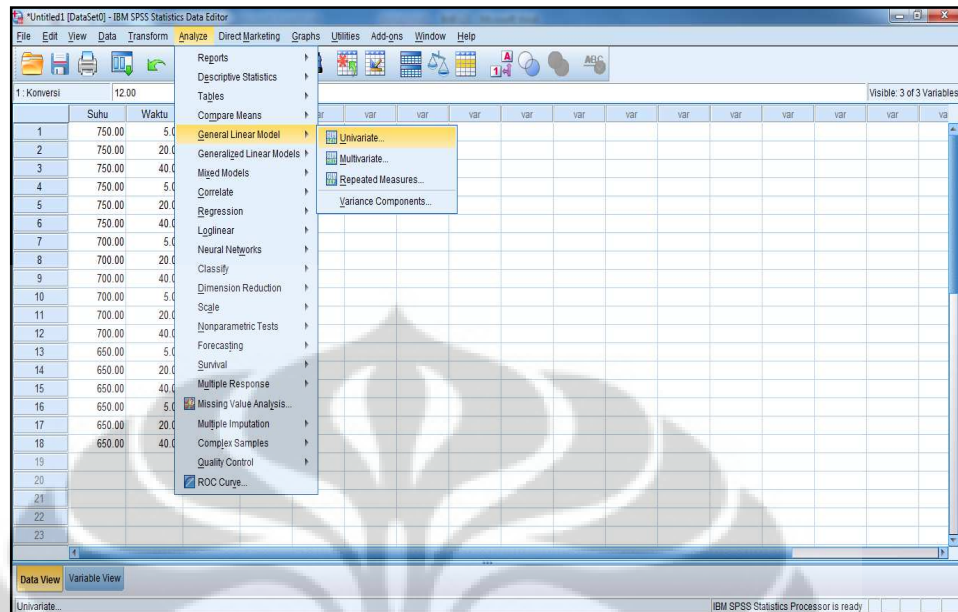
The screenshot shows the SPSS Data View window with the following data entered:

| | Suhu | Waktu | Konversi |
|----|--------|-------|----------|
| 1 | 750.00 | 5.00 | 12.00 |
| 2 | 750.00 | 20.00 | 21.00 |
| 3 | 750.00 | 40.00 | 28.00 |
| 4 | 750.00 | 5.00 | 32.00 |
| 5 | 750.00 | 20.00 | 37.00 |
| 6 | 750.00 | 40.00 | 42.00 |
| 7 | 700.00 | 5.00 | 46.00 |
| 8 | 700.00 | 20.00 | 48.00 |
| 9 | 700.00 | 40.00 | 51.00 |
| 10 | 700.00 | 5.00 | 54.00 |
| 11 | 700.00 | 20.00 | 56.00 |
| 12 | 700.00 | 40.00 | 57.00 |
| 13 | 650.00 | 5.00 | 59.00 |
| 14 | 650.00 | 20.00 | 61.00 |
| 15 | 650.00 | 40.00 | 62.00 |
| 16 | 650.00 | 5.00 | 64.00 |
| 17 | 650.00 | 20.00 | 67.00 |
| 18 | 650.00 | 40.00 | 69.00 |

Gambar 3.5 Input data parameter pada SPSS

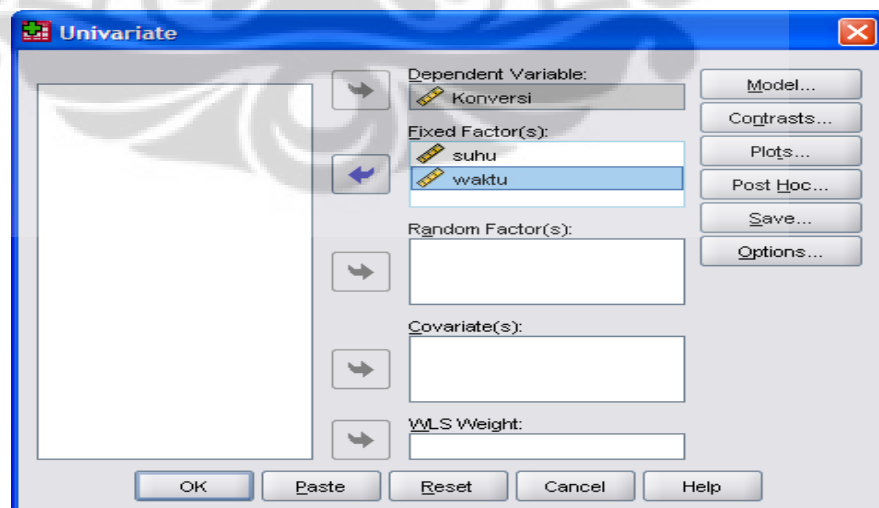
3. Uji signifikansi ANOVA

- Pada tampilan tab “Data View”, klik menu analyze - GLM (*General Linier Model*) – univariate



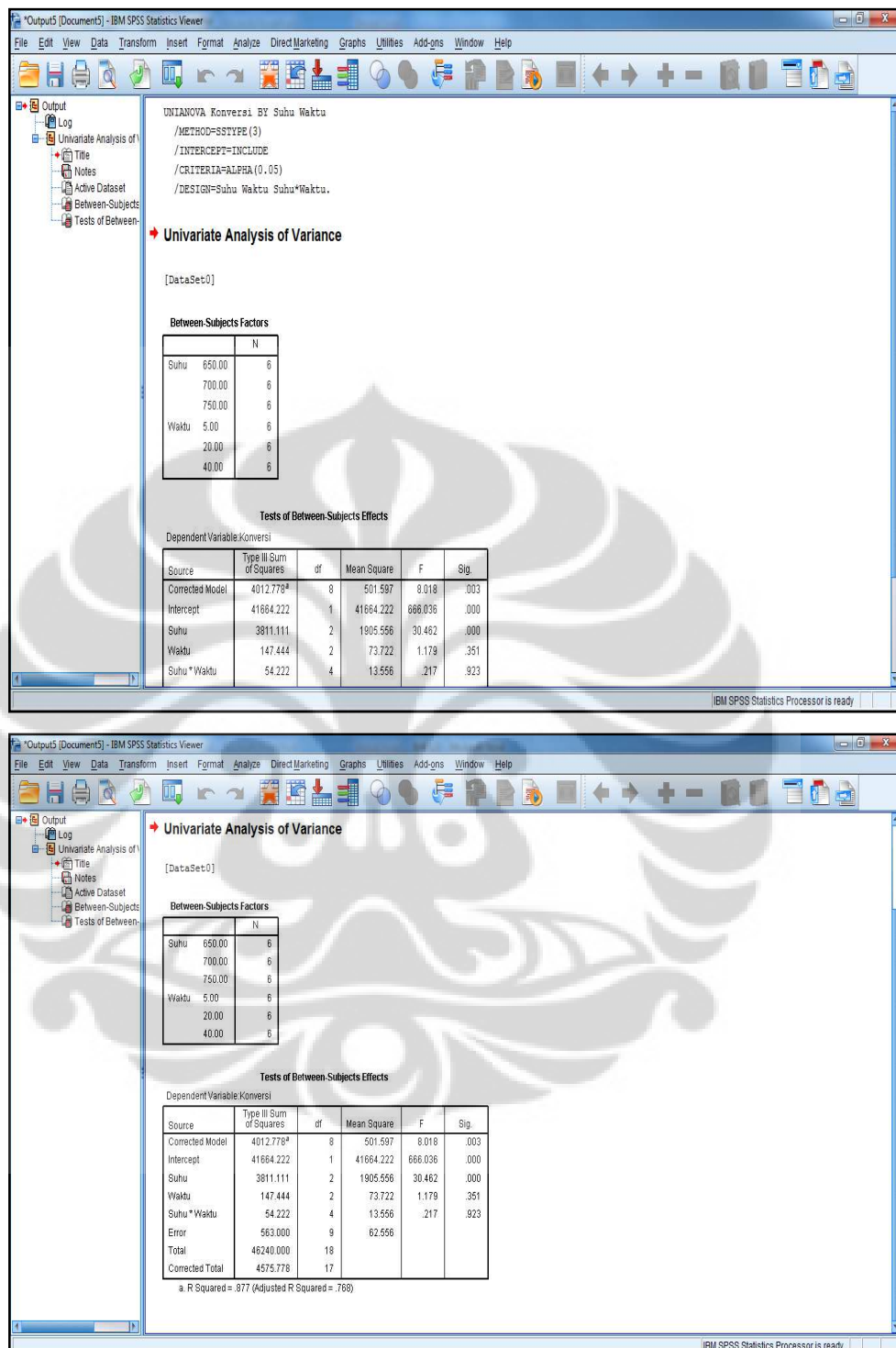
Gambar 3.6 Analisis ANOVA pada SPSS

- Muncul kotak dialog univariate. Pada kotak *Dependent Variable* (variabel terikat) masukkan pilihan konversi dengan klik tanda “panah ke kanan” untuk memindahkan, dan masukkan parameter yang akan diuji signifikansi (suhu dan waktu) ke kotak “*Fixed Factor*”.



Gambar 3.7 Kotak dialog Univariate ANOVA

- Setelah proses, akan muncul hasil analisis perhitungan ANOVA berikut :



Gambar 3.8 Hasil *output* Analisis Uji ANOVA pada SPSS

Penentuan hasil analisis dilakukan dengan melihat harga F dan signifikansinya. Untuk menginterpretasikan hasil analisis di atas dilakukan mekanisme sebagai berikut.

a. Susun hipotesis :

$$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_1 : \mu_1 \neq \mu_2 = \mu_3 \text{ atau } \mu_1 = \mu_2 \neq \mu_3 \text{ atau } \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

b. Tetapkan signifikansi, misalnya $\alpha = 0,05$.

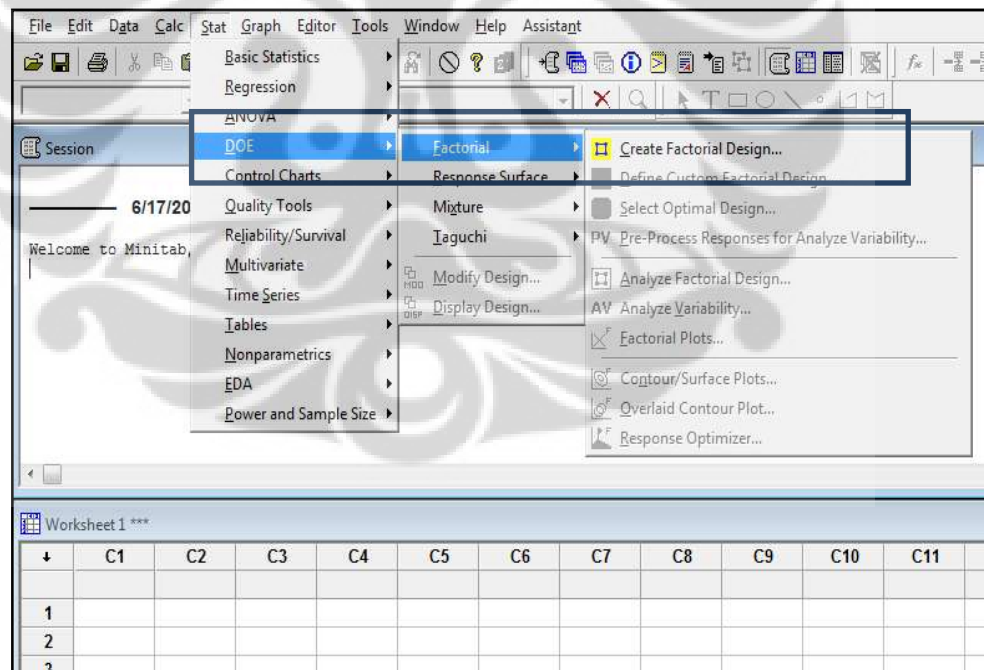
c. Bandingkan α dengan signifikansi yang diperoleh (sig). Apabila $\alpha < \text{sig.}$, maka H_1 diterima, sebaliknya bila $\alpha \geq \text{sig.}$, maka H_0 diterima.

d. Jika hasil analisis menunjukkan bahwa $\alpha < 0,05$, maka H_0 ditolak dan H_1 diterima. Berarti terdapat perbedaan hasil parameter uji.

3.4 Pengolahan Data Dengan Minitab

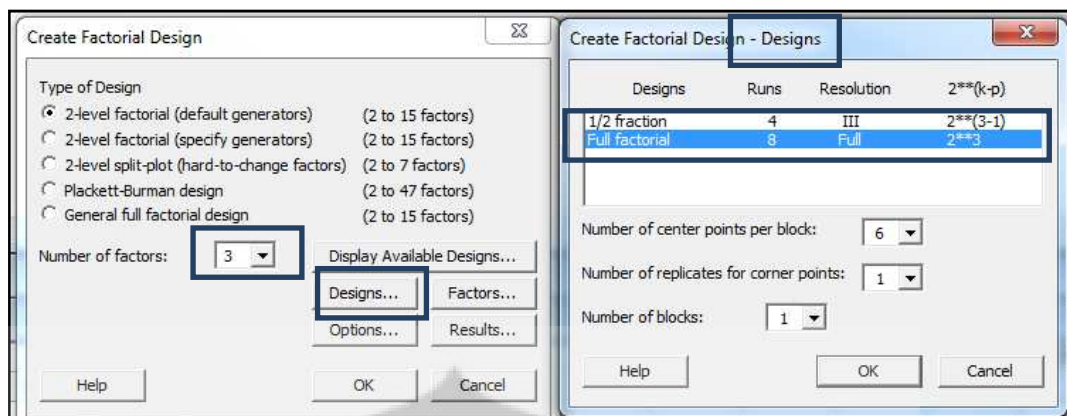
3.4.1 Penentuan Desain Eksperimen

a. Klik Stat – DOE – Factorial – Create Factorial Design



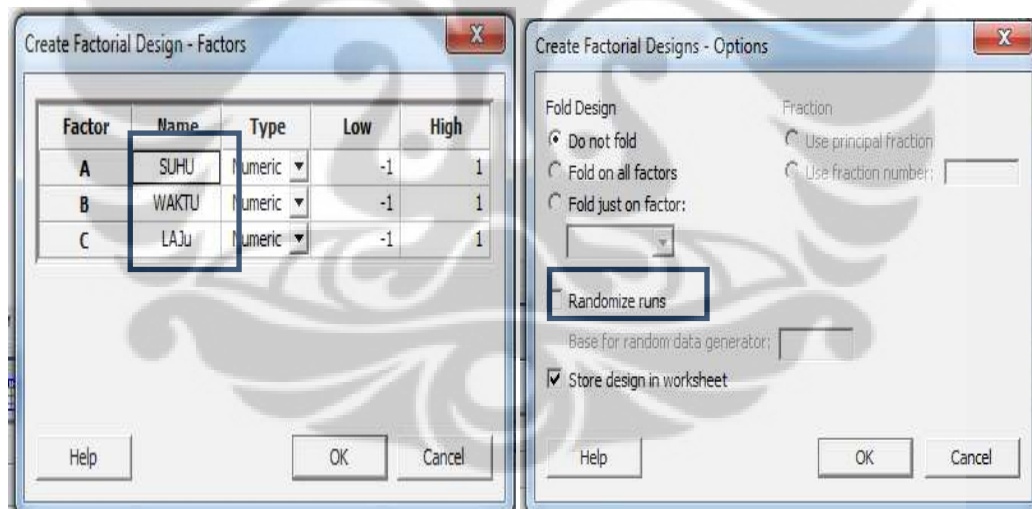
Gambar 3.9 Kotak dialog penentuan *desain of experiment*

- b. Pilih *Number of factors* : 3 (jumlah variabel), pada menu *design* pilih *Full Factorial* serta jumlah *center point* 6



Gambar 3.10 Kotak dialog penentuan jumlah faktor dan desain faktor

- c. Pilih menu *Factors* dan masukkan ketiga variabel. Pada menu *Options* unthick *Randomize runs* agar datanya berurutan. Kemudian pilih OK, maka hasil desain eksperimen akan keluar.

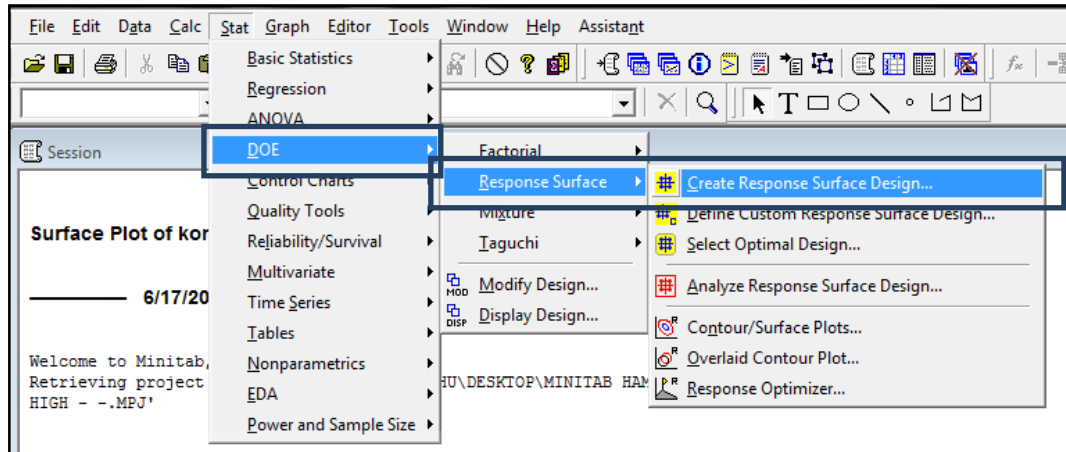


Gambar 3.11 Kotak dialog penentuan jenis variabel pada desain eksperimen

3.4.2 Aplikasi Orde II

Setelah semua data dimasukkan, maka penentuan model dan uji *lack of fit* dilakukan dengan :

- a. Klik Stat – DOE – *Response Surface* – *Create Response Surface Design*



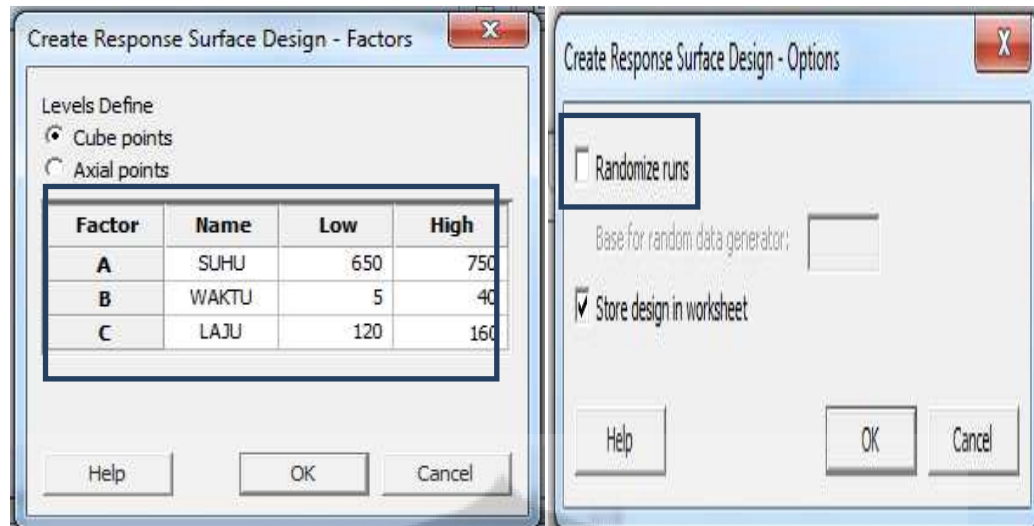
Gambar 3.12 Kotak dialog masuk orde II

b. Klik Stat – DOE – *Response Surface* – *Create Response Surface Design*



Gambar 3.13 Kotak dialog penentuan jumlah faktor dan faktor desain orde II

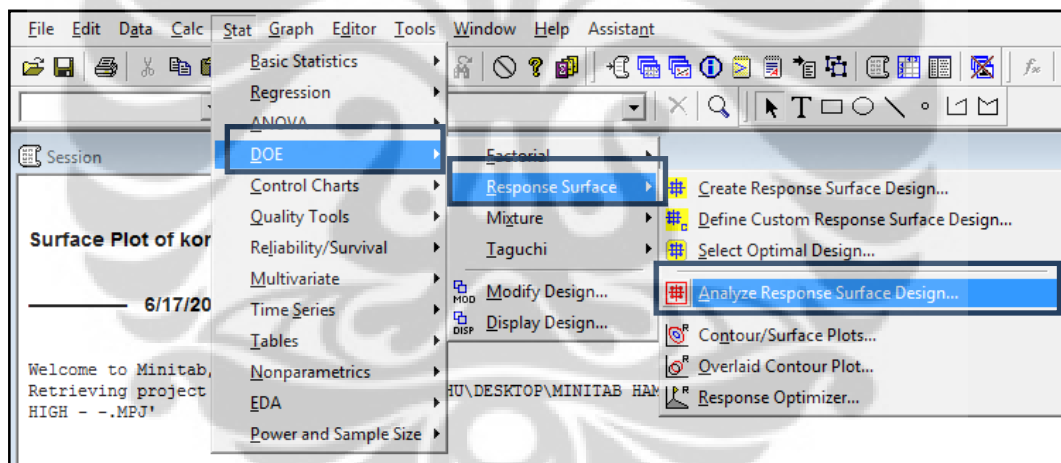
c. Pada menu *factors*, masukkan ketiga variabel. Sedangkan pada menu *Option* pilih *unthick* kotak *Rundomize run*. Kemudian pilih OK.



Gambar 3.14 Kotak dialog penentuan jenis faktor orde II

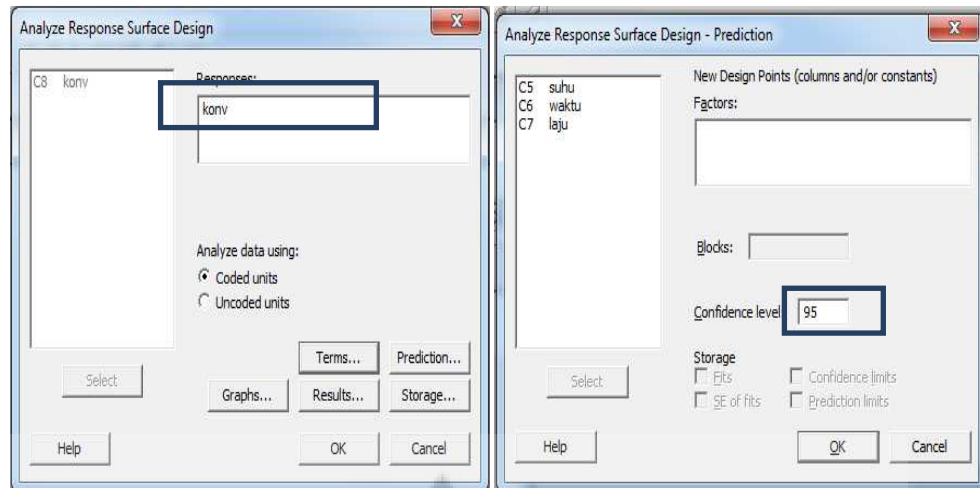
3.4.3 Analisis Orde II

- a. Klik Stat – DOE – *Response Surface* – *Analyze Response Surface Design*



Gambar 3.15 Kotak dialog analisis orde II

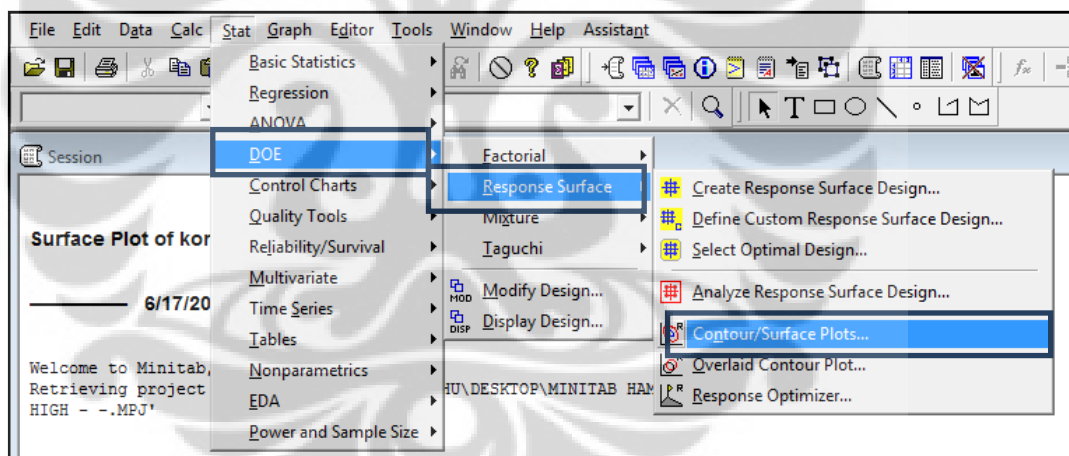
- b. Pada menu *design* pindahkan konversi CH_4 ke kotak *responses*. Pada menu *Terms* pastikan memilih *full quadratic* ataupun *linear + squares*. Sedangkan pada menu *prediction* pastikan angka *confidence level* 95. Kemudian klik OK.



Gambar 3.16 Kotak dialog penentuan respondan *confidence level* orde II

3.4.4 Pembuatan Plot Kontur

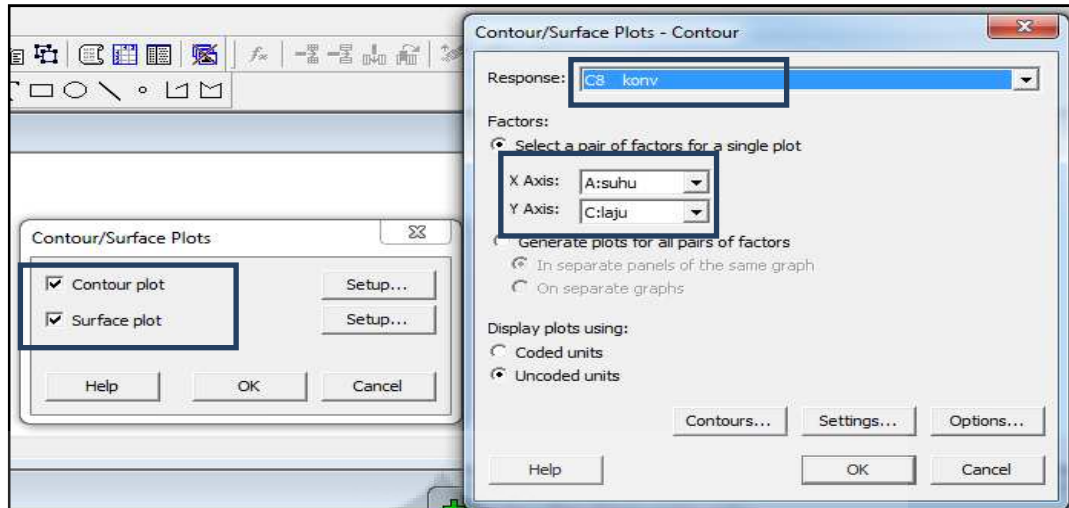
- a. Klik Stat – DOE – *Response Surface* – *Contour/Surface Plots*



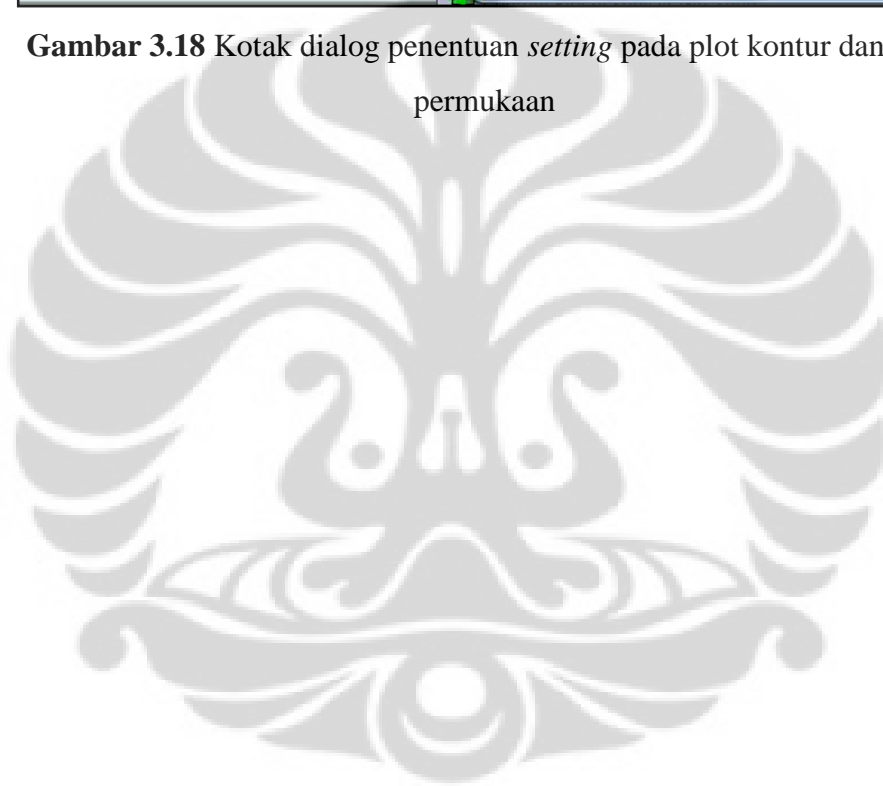
Gambar 3.17 Kotak dialog pembuatan plot kontur

- b. *Thick Contour plot* dan *Surface Plots* .

Pada menu *contour*, pastikan response sudah benar konversi CH_4 dan Y axis maupun X axisnya adalah dua variabel yang akan di analisis. Hal yang sama dilakukan pada *surface plot*. Pastikan *setting* yang lain telah sesuai.



Gambar 3.18 Kotak dialog penentuan *setting* pada plot kontur dan plot permukaan



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk memberikan analisis terhadap parameter yang paling berperan dalam proses gabungan antar parameter, dengan kata lain penentuan kondisi optimum yang berkaitan dengan kondisi proses. Hasil proses dapat dilihat dari besarnya metana yang terkonversi menjadi nanokarbon. Parameter yang akan divariasikan antara lain suhu reaksi 650°C, 700°C, 750°C, waktu proses 5 menit, 20 menit dan 40 menit serta laju alir 120 mL/min, 140 mL/min dan 160 mL/min.

4.1 Korelasi

Analisis korelasi mencoba mengukur kekuatan hubungan antara dua variabel melalui sebuah bilangan yang disebut koefisien korelasi. Menurut Robert F. Walpole, 1996, koefisien korelasi merupakan ukuran hubungan linier antara dua peubah x dan y , yang disimbolkan dengan " r ". Koefisien korelasi mempunyai kisaran nilai antara "-1" (hubungan linier sempurna negatif), "0" (tidak ada hubungan dalam variabel) serta "1" (hubungan linier sempurna positif). Bila r mendekati +1 atau -1, hubungan antara kedua variabel kuat dan terdapat korelasi yang tinggi antara keduanya. Akan tetapi, bila r mendekati nol hubungan antar variabel sangat lemah atau mungkin tidak ada sama sekali. Berikut adalah hasil uji korelasi antar parameter dengan SPSS 17.

Tabel 4.1 Korelasi tiga variabel proses terhadap respon konversi CH₄

| | | SUHU | WAKTU | LAJU ALIR | KONV. CH ₄ |
|-----------------------|---------------------|-------|-------|-----------|-----------------------|
| SUHU | Pearson Correlation | 1 | .000 | .000 | .221 |
| | Sig. (2-tailed) | | 1.000 | 1.000 | .267 |
| | N | 27 | 27 | 27 | 27 |
| WAKTU | Pearson Correlation | .000 | 1 | .000 | -.124 |
| | Sig. (2-tailed) | 1.000 | | 1.000 | .536 |
| | N | 27 | 27 | 27 | 27 |
| LAJU ALIR | Pearson Correlation | .000 | .000 | 1 | -.953** |
| | Sig. (2-tailed) | 1.000 | 1.000 | | .000 |
| | N | 27 | 27 | 27 | 27 |
| KONV. CH ₄ | Pearson Correlation | .221 | -.124 | -.953** | 1 |
| | Sig. (2-tailed) | .267 | .536 | .000 | |
| | N | 27 | 27 | 27 | 27 |

Dari output SPSS pada Tabel 4.1 diatas, korelasi antar variabel dapat dilihat dengan 3 interpretasi :

❖ Angka koefisien korelasi dan tanda **

Dengan tabulasi silang antara konversi CH₄ terhadap tiap variabel, maka suhu mempunyai angka koefisien korelasi paling besar terhadap konversi metana. Dapat dilihat nilai korelasinya 0,221 dibandingkan dengan waktu -0,124 dan laju alir -0,953**. Hal ini berarti suhu mempunyai korelasi paling besar diantara dua variabel lainnya. Dimana suhu reaksi sangat berpengaruh pada terjadinya reaksi kimia. Laju reaksi kimia termasuk dekomposisi metana akan bertambah dengan naiknya suhu hingga tercapai kesetimbangan. Hal ini terjadi karena reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan reaksi endotermik, sehingga peningkatan suhu reaksi akan mengakibatkan konversi metana semakin naik. Signifikan tidaknya korelasi dua variabel dapat dilihat dari adanya tanda ** pada pasangan data yang dikorelasikan. Dari Tabel 4.1 terlihat pada variabel laju alir terdapat tanda ** sehingga dapat disimpulkan antara kedua variabel tersebut berkorelasi secara signifikan, meskipun korelasinya berlawanan arah.

❖ Signifikansi hubungan antar variabel

Pengujian signifikansi ditujukan untuk mengetahui apakah terdapat hubungan signifikan atau tidak antar variabel. Pada percobaan ini dipilih signifikansi 0,05 yang didasarkan pada tingkat kepercayaan (*confidence level*) untuk memperoleh kebenaran 95%. Dari output diatas, dapat dilihat signifikansi suhu dan konversi CH₄ 0,267 > 0,05, yang menunjukkan masih terdapat korelasi meskipun cukup kecil (73,3%). Nilai ini masih lebih tinggi dibandingkan dengan waktu dan laju alir, dimana signifikansi korelasi waktu dengan respon konversi CH₄ 0,536 > 0,05.

❖ Melihat arah korelasi

Arah korelasi dapat dilihat dari positif atau negatif angka koefisien korelasi (Tabel 4.1). Penafsiran hasil suhu pada angka 0,221 mempunyai korelasi yang positif atau berbanding lurus dengan respon konversi metana, artinya semakin besar suhu maka konversi metana akan semakin besar. Sebaliknya korelasi laju alirserta waktu pada nilai-0,953** dan -0,124 dengan konversi metana berbanding terbalik, artinya semakin besar laju alir dan waktu, maka konversi metana akan semakin kecil.

Tabel 4.2 Korelasi variabel proses dengan laju tetap (120 mL/min)

| | | SUHU | WAKTU | % KONV. CH ₄ |
|-------------------------|---------------------|--------|-------|-------------------------|
| SUHU | Pearson Correlation | 1 | .000 | .843** |
| | Sig. (2-tailed) | | 1.000 | .004 |
| | N | 9 | 9 | 9 |
| WAKTU | Pearson Correlation | .000 | 1 | -.507 |
| | Sig. (2-tailed) | 1.000 | | .164 |
| | N | 9 | 9 | 9 |
| % KONV. CH ₄ | Pearson Correlation | .843** | -.507 | 1 |
| | Sig. (2-tailed) | .004 | .164 | |
| | N | 9 | 9 | 9 |

Tabel 4.2 menunjukkan korelasi variabel proses pada laju tetap 120 mL/min. Untuk variabel laju alir tetap (120 mL/min), korelasi suhu jauh lebih besar terhadap respon yaitu sebesar 0,843**. Hal ini menunjukkan korelasi yang cukup besar antara persentase konversi metana dengan suhu, dimana semakin besar suhu maka konversi metana akan semakin besar. Berbanding

terbalik dengan waktu sebesar -0,507 dimana semakin lama waktu, maka respon outputnya menjadi kurang bagus. Hal ini menunjukkan korelasi antara variabel suhu dan konversi CH₄ sangat kuat, signifikan dan searah (berbanding lurus).

Tabel 4.3 Korelasi variabel proses dengan suhu tetap (700°C)

| | | LAJU ALIR | WAKTU | % KONV. CH4 |
|-------------|---------------------|-----------|-------|-------------|
| LAJU ALIR | Pearson Correlation | 1 | .000 | -.991** |
| | Sig. (2-tailed) | | 1.000 | .000 |
| | N | 9 | 9 | 9 |
| WAKTU | Pearson Correlation | .000 | 1 | -.106 |
| | Sig. (2-tailed) | 1.000 | | .787 |
| | N | 9 | 9 | 9 |
| % KONV. CH4 | Pearson Correlation | -.991** | -.106 | 1 |
| | Sig. (2-tailed) | .000 | .787 | |
| | N | 9 | 9 | 9 |

Tabel 4.3 menyajikan korelasi variabel proses pada suhu tetap 700°C. Untuk variabel suhu tetap, korelasi waktu sebesar -0,106 jauh lebih besar terhadap respon dibandingkan dengan laju alir dengan nilai korelasi -0,991**. Artinya semakin besar laju alir, maka respon outputnya menjadi kurang bagus. Tampak dengan angka korelasi yang mempunyai hubungan berbanding terbalik sangat kuat (tanda minus dan nilai korelasi mendekati minus satu), dimana semakin besar laju alir maka konversi metana akan semakin kecil.

4.2 Uji Signifikansi

Signifikansi adalah besarnya probabilitas atau peluang untuk memperoleh kesalahan dalam mengambil keputusan. Uji signifikansi melalui pengujian ANOVA ini bertujuan untuk mengetahui apakah ada pengaruh dari berbagai variabel yang diuji terhadap konversi metana. Dalam penelitian ini ditetapkan nilai α (tingkat signifikansi) yang menunjukkan error yang diizinkan adalah 1–*confidence level*. *Confidence level* yang digunakan adalah 95% sehingga diperoleh nilai $\alpha = 0,05$. Artinya jika pengujian menggunakan tingkat signifikansi 0,05 berarti hasil riset mempunyai kesempatan atau tingkat

kepentingan (*confidence interval*) untuk benar 95% serta peluang memperoleh kesalahan maksimal 5% (toleransi kesalahan).

Table 4.4 Hasil pengujian ANOVA dengan SPSS melalui *Test of Between-Subjects Effects*

| Source | Type III Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|-----------------|-------------------------|----|-------------|----------|------|
| Corrected Model | 9743.670 ^a | 6 | 1623.945 | 121.199 | .000 |
| Intercept | 16691.651 | 1 | 16691.651 | 1245.741 | .000 |
| SUHU | 492.129 | 2 | 246.065 | 18.364 | .000 |
| WAKTU | 163.729 | 2 | 81.865 | 6.110 | .008 |
| LAJUALIR | 9087.812 | 2 | 4543.906 | 339.123 | .000 |
| Error | 267.979 | 20 | 13.399 | | |
| Total | 26703.300 | 27 | | | |
| Corrected Total | 10011.649 | 26 | | | |

a. R Squared = .973 (Adjusted R Squared = .965)

Tabel 4.4 memperlihatkan hasil pengujian ANOVA dengan menggunakan SPSS 17. Pengujian ANOVA dilakukan dengan uji F atau distribusi data. Untuk uji F, dirumuskan hipotesis :

H_0 : tidak ada pengaruh independen variabel terhadap konversi metana

H_1 : terdapat pengaruh independen variabel terhadap konversi metana

Seperti terlihat pada Tabel 4.4 pada tampilan *Test of Between-Subjects Effects*, F_{hitung} masing-masing variabel lebih besar daripada F_{tabel} (3,4028) (Duwi Priyatno, 2012; Lampiran A) dimana suhu mempunyai $F_{hitung} > F_{tabel}$ (18,364 > 3,4028). Demikian juga untuk waktu dan laju alir masing-masing mempunyai F_{hitung} 6,110 dan 339,123. Dari hipotesis diatas, maka H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh antara ketiga variabel terhadap konversi metana.

Nilai signifikansi pada Tabel 4.4 untuk variabel suhu dan laju alir adalah 0,000 dan variabel waktu 0,008, maka baik suhu, waktu dan laju alir mempunyai pengaruh signifikan yang besar terhadap konversi metana, dengan signifikansi tiga variabel < 0.05. Pengujian signifikansi ini membuktikan bahwa pertumbuhan nanokarbon khususnya CNT sangat dipengaruhi oleh ketiga variabel ini.

Shuanglin Zhan (2007) meneliti pengaruh beberapa parameter eksperimen seperti waktu reaksi, suhu reaksi, konsentrasi H₂, rasio laju alir CH₄/H₂ terhadap *yield* untuk mendapatkan kondisi pertumbuhan yang optimum. Hal ini diperkuat oleh penelitian lain yang menyatakan bahwa parameter reaksi seperti suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir reaktan mempunyai peranan penting dalam penentuan tipe CNT yang terbentuk maupun *yield*-nya (Wulan, 2011).

R square (R²) atau kuadrat R menunjukkan koefisien determinasi, berkisar antara 0-1. Semakin kecil R² hubungan antara variabel semakin lemah, sebaliknya jika R² semakin mendekati 1, maka hubungan antara variabel semakin kuat. Angka ini akan diubah kedalam bentuk persen untuk mempermudah penentuan besar kecilnya pengaruh variabel, yang berarti persentase sumbangan pengaruh variabel independen terhadap variabel dependen. Dari tabel, nilai R² sebesar 0,973 artinya sumbangan pengaruh suhu, waktu dan laju alir terhadap persen konversi metana sebesar 97,3%, sedangkan sisanya dipengaruhi oleh variabel lain yang tidak dimasukkan dalam model / variabel independen tersebut. Besarnya pengaruh faktor lain disebut sebagai *error* (e) yang dirumuskan :

$$e = 1 - R^2$$

Error ini berupa tekanan, jenis katalis dan metode preparasi yang tidak diperhitungkan dalam penelitian ini.

Terlihat pada Tabel 4.4 *adjusted Rsquare* merupakan R yang sudah disesuaikan sebesar 0,965. Angka ini juga menunjukkan pengaruh variabel independen terhadap variabel dependen. *Adjusted R square* biasanya untuk mengukur sumbangan pengaruh jika digunakan lebih dari dua variabel.

4.3 Penentuan Variabel Optimum

Untuk mengetahui model hubungan variabel proses terhadap respon, maka dilakukan variasi parameter berdasar rancangan percobaan atau *design of experiment* pada minitab (Didik Wahjudi, 1999). Dalam penelitian ini terdapat tiga variabel independen yang diperhatikan sebagai variabel yang

mempengaruhi proses konversi metana, yaitu suhu reaksi (x_1), waktu reaksi (x_2) dan laju reaksi (x_3).

4.3.1 Rancangan Eksperimen (*Design of Experiment*)

Seperti yang dijelaskan pada Tabel 2.1 (Bab 2), rancangan eksperimen akan menggunakan *factorial design*. Pada desain orde 1 digunakan rancangan *full factorial design* 2^3 diperoleh 8 *run* dan 6 *center point*. Rancangan orde 1 digunakan untuk membuat model dan menganalisa suatu respon yang dipengaruhi oleh beberapa faktor atau variabel x .

Faktor dalam hal ini adalah variabel pengamatan, sehingga pengamatan dengan tiga faktor adalah pengamatan dengan menggunakan tiga variabel. Sedangkan dua *level* artinya bahwa dalam setiap faktor didesain dalam dua nilai perubahan. Sehingga desain dengan tiga faktor dan dua *level* akan tampak seperti pada Tabel 4.5 dan 4.6 berikut ini :

Tabel 4.5 Rancangan Two Level Factorial Design

| Full Factorial Design | | | |
|-----------------------------------|----|---------------------|------|
| Factors: | 3 | Base Design: | 3, 8 |
| Runs: | 14 | Replicates: | 1 |
| Blocks: | 1 | Center pts (total): | 6 |
| All terms are free from aliasing. | | | |
| Design Table | | | |
| Run | A | B | C |
| 1 | - | - | - |
| 2 | + | - | - |
| 3 | - | + | - |
| 4 | + | + | - |
| 5 | - | - | + |
| 6 | + | - | + |
| 7 | - | + | + |
| 8 | + | + | + |
| 9 | 0 | 0 | 0 |
| 10 | 0 | 0 | 0 |
| 11 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | 0 | 0 | 0 |
| 13 | 0 | 0 | 0 |
| 14 | 0 | 0 | 0 |

Tabel 4.5 menunjukkan kekuatan model rancangan desain 2 level dan 3 faktor dengan 6 *center point*. Dimana jumlah *run* sebanyak 8 data yang merupakan perhitungan dari $2^3 = 8$ *run*. Desain tabel diatas merupakan kode dari nilai minimum dan maksimum masing-masing *level* dari ketiga variabel A, B dan C. Desain pada tabel 4.5 diatas di *generate* oleh software minitab secara otomatis.

Tabel 4.6 Rancangan Desain Tiga Faktor dan Dua Level

| StdOrder | RunOrder | CenterPt | Blocks | x ₁ | x ₂ | x ₃ | SUHU | WAKTU | LAJU |
|----------|----------|----------|--------|----------------|----------------|----------------|------|-------|------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | -1 | -1 | -1 | 650 | 5 | 120 |
| 2 | 2 | 1 | 1 | 1 | -1 | -1 | 750 | 40 | 120 |
| 3 | 3 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 | 650 | 5 | 120 |
| 4 | 4 | 1 | 1 | 1 | 1 | -1 | 750 | 40 | 120 |
| 5 | 5 | 1 | 1 | -1 | -1 | 1 | 650 | 5 | 160 |
| 6 | 6 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 | 750 | 40 | 160 |
| 7 | 7 | 1 | 1 | -1 | 1 | 1 | 650 | 5 | 160 |
| 8 | 8 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 750 | 40 | 160 |
| 9 | 9 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |
| 10 | 10 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |
| 11 | 11 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |
| 12 | 12 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |
| 13 | 13 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |
| 14 | 14 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 700 | 22.5 | 140 |

Tabel 4.6 diatas menunjukkan nilai dari masing-masing kode dan dinyatakan dalam nilai *level* pada masing-masing variabel.

Dengan tiga variabel bebas atau faktor, *level* pada masing-masing variabel independen dikodekan sedemikian hingga *level* rendah berhubungan dengan -1 dan level tinggi berhubungan dengan 1 untuk mempermudah perhitungan. Tabel diatas sudah menunjukkan nilai variabel percobaan sesuai susunan *two level factorial design*.

4.3.2 Desain dan Analisis Eksperimen Orde 1

Desain eksperimen yang digunakan dalam eksperimen tahap 1 adalah desain faktorial dua level (2^3) ditambah dengan 6 *center point*. Untuk mengetahui apakah variabel *input* pada tabel diatas berpengaruh signifikan,

maka dilakukan analisis statistik ANOVA. Seperti pada umumnya uji ANOVA perlu dibuat hipotesis yang akan diuji yaitu H_0 dan H_1 dengan definisi :

H_0 : tidak terdapat efek antar variabel input dan tidak terdapat efek interaksi antar variabel input yang berpengaruh terhadap respon.

H_1 : paling sedikit ada satu variabel input yang berpengaruh.

Pengolahan data pada eksperimen tahap 1 diperoleh hasil seperti ditunjukkan pada Tabel 4.7:

Tabel 4.7 Rancangan Desain Tiga Faktor dan Dua *Level*

| Analysis of Variance for KONV | | | | | | | |
|-------------------------------|----|---------|---------|---------|-------|-------|------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P | |
| Regression | 6 | 4439.63 | 4439.63 | 739.94 | 1.92 | 0.206 | |
| Linear | 3 | 4262.68 | 4262.68 | 1420.89 | 3.69 | 0.070 | |
| SUHU | 1 | 229.43 | 229.43 | 229.43 | 0.60 | 0.465 | |
| WAKTU | 1 | 82.10 | 82.10 | 82.10 | 0.21 | 0.658 | Tidak |
| LAJU | 1 | 3951.16 | 3951.16 | 3951.16 | 10.27 | 0.015 | Signifikan |
| Interaction | 3 | 176.94 | 176.94 | 58.98 | 0.15 | 0.924 | |
| SUHU*WAKTU | 1 | 3.71 | 3.71 | 3.71 | 0.01 | 0.924 | |
| SUHU*LAJU | 1 | 121.35 | 121.35 | 121.35 | 0.32 | 0.592 | |
| WAKTU*LAJU | 1 | 51.88 | 51.88 | 51.88 | 0.13 | 0.724 | |
| Residual Error | 7 | 2691.91 | 2691.91 | 384.56 | | | |
| Lack-of-Fit | 2 | 1503.45 | 1503.45 | 751.73 | 3.16 | 0.130 | Signifikan |
| Pure Error | 5 | 1188.46 | 1188.46 | 237.69 | | | |
| Total | 13 | 7131.54 | | | | | |

| Estimated Regression Coefficients for KONV using data in uncoded units | |
|--|--------------|
| Term | Coef |
| Constant | -252.318 |
| SUHU | 0.669889 |
| WAKTU | -0.656711 |
| LAJU | 1.45145 |
| SUHU*WAKTU | -7.78506E-04 |
| SUHU*LAJU | -0.00389477 |
| WAKTU*LAJU | 0.00727579 |

Model yang diperoleh dari eksperimen orde 1 adalah :

$$y = -252.318 + 0.6698x_1 - 0.6567x_2 + 1.4514x_3 - 7.788E-04x_1x_2 - 0.0039x_1x_3 + 0.007276x_2x_3 \quad (4.1)$$

Dari uji ANOVA diatas, memperlihatkan p_{value} yang merupakan signifikansi besarnya pengaruh variabel. Hampir semua p_{value} yang diperoleh lebih dari angka signifikansi yang ditetapkan yaitu 0,05. Hal ini berarti pada orde I hanya terdapat satu variabel yang berpengaruh yaitu laju alir dengan nilai signifikansi 0,015. p_{value} untuk suhu dan waktu juga mempunyai nilai $> 0,05$. Hal ini berarti masih ada variabel yang signifikan berpengaruh terhadap respon sehingga dapat disimpulkan H_1 diterima dan H_0 ditolak.

Kemudian dilakukan pengujian kesesuaian model dengan menggunakan uji *Lack of-Fit* (ketidaksesuaian model). Hipotesis yang digunakan :

H_0 : Tidak ada *lack of-fit* dalam model orde I

H_1 : Ada *lack of-fit* dalam model orde I

Dari hasil analisa data tabel ANOVA diatas diperoleh *Lack of Fit* signifikan ($p_{value} > \alpha$) = 0,130 sehingga H_0 diterima, artinya terdapat kesesuaian model.

Dari uji parameter regresi secara serentak diperoleh $p_{value} = 0,206$ atau lebih dari derajat signifikansi $\alpha = 0,05$, berarti secara keseluruhan variabel independen tidak mewakili. Hal ini mengindikasikan bahwa model orde I tidak cocok untuk wilayah eksperimen dan model dengan orde yang lebih tinggi dibutuhkan untuk analisis. Karena model orde I tidak sesuai maka analisis dilanjutkan pada pendugaan model eksperimen tahap II.

4.3.3 Desain dan Analisis Eksperimen Orde II

Tabel 4.8 menyajikan nilai pengkodean untuk masing-masing variabel. Pada eksperimen tahap II digunakan *Central Composite Design* (CCD). Pada desain ini digunakan tiga variabel independen (k), sehingga perlu ditambahkan titik aksial sebanyak 6 ($2k = 2 \times 3$) untuk membentuk suatu *central composite design* dan nilai rotabilitasnya = $(2^3)^{1/4} = 1,682$ untuk mendapatkan CCD yang *rotatable* (mempunyai pendekatan yang tepat dari *center* pusat berupa titik-titik yang mengisi ruang sekitar lingkaran). Oleh

karena itu nilai $\pm 1,682$ termasuk nilai yang digunakan untuk pengkodean. Pengkodean variabel-variabel independen dihitung menggunakan persamaan :

$$x_{1,2,3} = \frac{\eta_1 - \text{nilai tengah variabel}}{\text{selisih antar variabel}} \quad (4.2)$$

Dimana η_1 menyatakan nilai sesungguhnya dari variabel suhu, waktu dan laju alir. Nilai pengkodean eksperimen II untuk variabel x_1 , x_2 dan x_3 seperti terlihat pada tabel 4.8 berikut :

Tabel 4.8 Kode Level dan Nilai Level Eksperimen II

| Kode Level | -1.682 | -1 | 0 | 1 | 1.682 |
|------------|---------|-----|------|-----|---------|
| x_1 | 615.910 | 650 | 700 | 750 | 784.089 |
| x_2 | -6.932 | 5 | 22.5 | 40 | 51.932 |
| x_3 | 106.364 | 120 | 140 | 160 | 173.636 |

Pengolahan data pada eksperimen tahap II diperoleh hasil yang ditunjukkan pada tabel 4.9 berikut :

Tabel 4.9 Data Pengkodean Variabel Independen

| SUHU | WAKTU | LAJU | KONV | |
|--------|--------|--------|---------|------------------|
| -1 | -1 | -1 | 43 | Factorial Points |
| 1 | -1 | -1 | 63 | |
| -1 | 40 | -1 | 33 | |
| 1 | 40 | -1 | 50 | |
| -1 | -1 | 1 | 1.387 | |
| 1 | -1 | 1 | 5.532 | |
| -1 | 40 | 1 | 1.298 | |
| 1 | 40 | 1 | 2.994 | |
| -1.682 | 0 | 0 | 18.156 | Axial Points |
| 1.682 | 0 | 0 | 30.401 | |
| 0 | -1.682 | 0 | -38.615 | |
| 0 | 1.682 | 0 | 29.567 | |
| 0 | 0 | -1.682 | 41.659 | |
| 0 | 0 | 1.682 | 1.711 | |
| 0 | 0 | 0 | 24.799 | Center Points |
| 0 | 0 | 0 | 63 | |
| 0 | 0 | 0 | 43 | |
| 0 | 0 | 0 | 33 | |
| 0 | 0 | 0 | 50 | |
| 0 | 0 | 0 | 62 | |

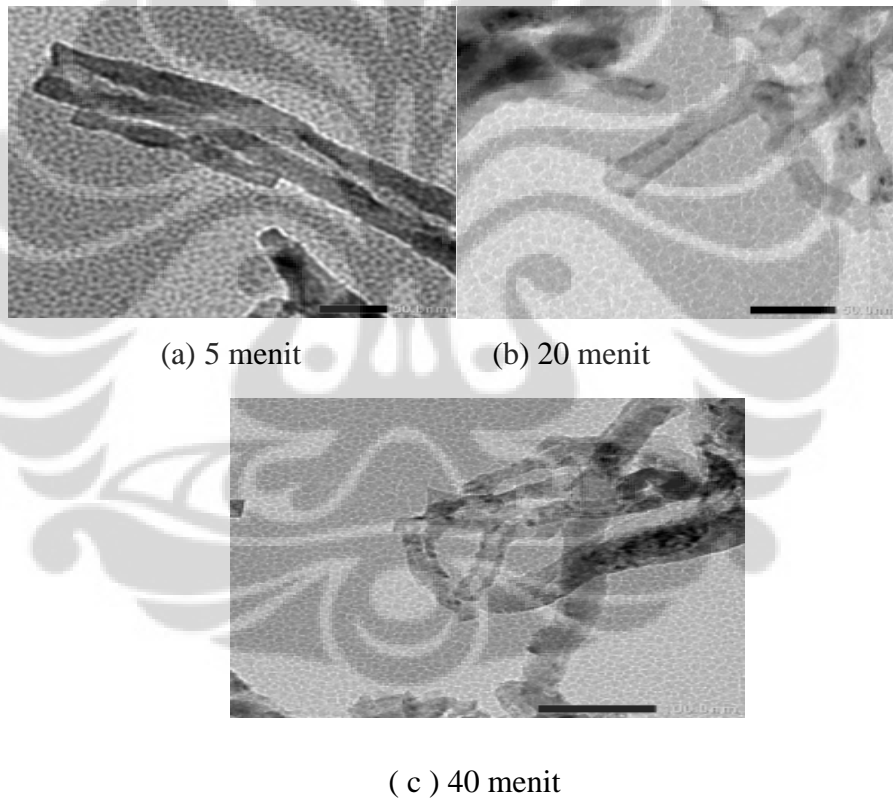
Pada eksperimen ini, dilakukan replikasi (pengulangan data) sebanyak dua kali agar dapat meningkatkan ketepatan eksperimen. Selain itu, analisis data input dilakukan dengan metode *full quadratic* (sesuai model orde 2) dengan pengulangan *running*. Setiap *run* dilakukan eliminasi variabel yang tidak berpengaruh untuk mendapatkan respon yang sesuai. Interpretasi output *response surface* seperti ditunjukkan pada tabel 4.10. Output menunjukkan beberapa bagian seperti estimasi koefisien regresi maupun tabel ANOVA yang digunakan untuk menguji kecocokan model dengan data.

Tabel 4.10 Analisis Regresi Orde II dan ANOVA

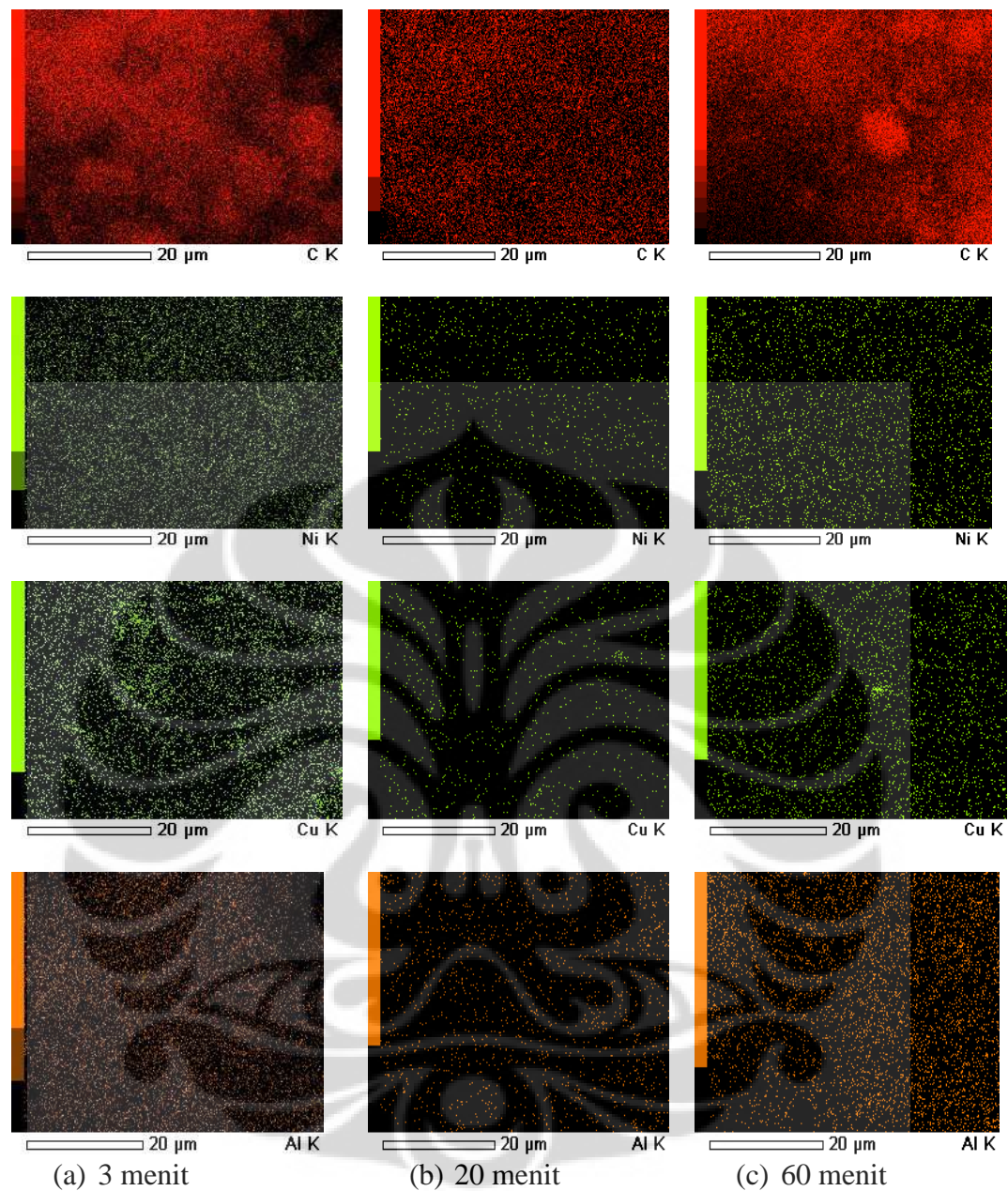
| Response Surface Regression: konv versus suhu, waktu, laju | | | | | | |
|--|----------|---------|---------|---------|-------|-------|
| The analysis was done using coded units. | | | | | | |
| Estimated Regression Coefficients for konv | | | | | | |
| Term | Coef | SE Coef | T | P | | |
| Constant | -1773.69 | 409.809 | -4.328 | 0.000 | | |
| suhu | 4.29 | 1.115 | 3.851 | 0.000 | | |
| waktu | -0.22 | 0.127 | -1.704 | 0.097 | | |
| laju | 4.99 | 1.396 | 3.577 | 0.001 | | |
| suhu*suhu | -0.00 | 0.001 | -3.770 | 0.001 | | |
| laju*laju | -0.02 | 0.005 | -4.231 | 0.000 | | |
| S = 10.7199 PRESS = 5068.88 | | | | | | |
| R-Sq = 76.86% R-Sq(pred) = 69.98% R-Sq(adj) = 73.45% | | | | | | |
| Analysis of Variance for konv | | | | | | |
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Regression | 5 | 12975.6 | 12975.6 | 2595.12 | 22.58 | 0.000 |
| Linear | 3 | 9594.7 | 3132.5 | 1044.17 | 9.09 | 0.000 |
| suhu | 1 | 589.3 | 1703.9 | 1703.93 | 14.83 | 0.000 |
| waktu | 1 | 216.9 | 333.7 | 333.74 | 2.90 | 0.097 |
| laju | 1 | 8788.5 | 1470.3 | 1470.28 | 12.79 | 0.001 |
| Square | 2 | 3380.9 | 3380.9 | 1690.44 | 14.71 | 0.000 |
| suhu*suhu | 1 | 1323.9 | 1633.2 | 1633.18 | 14.21 | 0.001 |
| laju*laju | 1 | 2057.0 | 2057.0 | 2056.97 | 17.90 | 0.000 |
| Residual Error | 34 | 3907.1 | 3907.1 | 114.92 | | |
| Lack-of-Fit | 9 | 1530.2 | 1530.2 | 170.03 | 1.79 | 0.121 |
| Pure Error | 25 | 2376.9 | 2376.9 | 95.08 | | |
| Total | 39 | 16882.7 | | | | |

Dari hasil *run* menggunakan 20 data pada orde 2, dapat dilihat pada Tabel 4.10 variabel waktu mempunyai signifikansi diatas 0,05, sehingga variabel ini akan dikeluarkan. Berdasarkan peneliti sebelumnya secara laboratorium, bahwa waktu 20 menit merupakan waktu terbaik (Wulan, 2011). Beliau melaporkan

bahwa pada pada menit ke-20 terlihat kualitas CNT yang lebih baik daripada menit yang lainnya seperti pada Gambar 4.1. Hal ini diperkuat dengan ‘mapping’ waktu reaksi yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Jumlah karbon yang terdeposisi lebih banyak pada waktu 20 menit sekitar 86% dengan katalis hampir seluruhnya digunakan untuk produksi karbon. Pada menit ke-40 terlihat bahwa CNT mulai dipengaruhi oleh karbon berkualitas rendah. Bertambahnya waktu reaksi akan meningkatkan yield karbon. Kecenderungan laju pertumbuhan rata-rata menunjukkan penurunan produktivitas sesudah 40 menit karena hilangnya aktivitas katalis selama reaksi dan berimplikasi pada cacatnya struktur CNT. Semakin lama waktu reaksi maka morfologi CNT akan terlihat semakin banyak karbon amorf terbentuk akibat deaktivasi katalis.



Gambar 4.1 Hasil SEM (50 nm) Pengaruh waktu reaksi terhadap pertumbuhan karbon



Gambar 4.2 Hasil Pengamatan Morfologi CNT dengan Mapping Waktu Reaksi a) 3 menit b) 20 menit c) 60 menit

Dengan berkurangnya variabel waktu, maka dilakukan perbaikan model. Perbaikan model dilakukan setelah diketahui faktor-faktor yang signifikan karena model baru hanya berisi faktor yang berpengaruh. Tabel 4.11 adalah model *Analysis of Variance* setelah perbaikan :

Tabel 4.11 Analisis Regresidan ANOVA Orde II (Tahap 2)

Response Surface Regression: konv versus suhu, laju

The analysis was done using coded units.

Estimated Regression Coefficients for konv

| Term | Coef | SE Coef | T | P |
|-----------|----------|---------|--------|-------|
| Constant | -1741.20 | 420.354 | -4.142 | 0.000 |
| suhu | 4.21 | 1.143 | 3.678 | 0.001 |
| laju | 4.89 | 1.432 | 3.412 | 0.002 |
| suhu*suhu | -0.00 | 0.001 | -3.600 | 0.001 |
| laju*laju | -0.02 | 0.005 | -4.049 | 0.000 |

S = 11.0076 PRESS = 5322.18
R-Sq = 74.88% R-Sq(pred) = 68.48% R-Sq(adj) = 72.01%

Analysis of Variance for konv

| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
|----------------|----|---------|--------|--------|-------|-------|
| Regression | 4 | 12641.9 | 12642 | 3160.5 | 26.08 | 0.000 |
| Linear | 2 | 9377.8 | 2799 | 1399.4 | 11.55 | 0.000 |
| suhu | 1 | 589.3 | 1639 | 1639.5 | 13.53 | 0.001 |
| laju | 1 | 8788.5 | 1410 | 1410.4 | 11.64 | 0.002 |
| Square | 2 | 3264.0 | 3264 | 1632.0 | 13.47 | 0.000 |
| suhu*suhu | 1 | 1277.6 | 1570 | 1570.0 | 12.96 | 0.001 |
| laju*laju | 1 | 1986.4 | 1986 | 1986.4 | 16.39 | 0.000 |
| Residual Error | 35 | 4240.9 | 4241 | 121.2 | | |
| Lack-of-Fit | 4 | 1083.6 | 1084 | 270.9 | 2.66 | 0.051 |
| Pure Error | 31 | 3157.3 | 3157 | 101.8 | | |
| Total | 39 | 16882.7 | | | | |

Estimated Regression Coefficients for konv using data in uncoded units

| Term | Coef |
|-----------|-------------|
| Constant | -1741.20 |
| suhu | 4.20553 |
| laju | 4.88565 |
| suhu*suhu | -0.00293759 |
| laju*laju | -0.0206519 |

Dari Tabel 4.11 diatas pendugaan model orde kedua untuk konversi metana terhadap variabel respon dapat dilakukan beberapa uji :

1. Pengujian Koefisien Regresi

a. Pengujian koefisien regresi secara individu

Diketahui bahwa masing-masing variabel berpengaruh cukup besar terhadap respon konversi metana. Pada pengujian dengan $\alpha = 0,05$ seluruh variabel konversi metana mempunyai $p_{\text{value}} < \alpha$. Hal ini berarti

variabel-variabel tersebut mempunyai pengaruh signifikan terhadap respon.

b. Pengujian koefisien regresi secara serentak

Selain itu untuk memeriksa signifikansi model orde II, dapat dilihat dari *regression* pada Tabel 4.11 dimana p_{value} untuk regresi linier maupun kuadrat lebih kecil dari nilai α . Hal ini berarti bahwa terdapat variabel dari suhu maupun laju yang memberikan kontribusi signifikan terhadap model yang terbentuk.

2. Pengujian Kesesuaian Model

Interpretasi hasil uji *Lack of Fit* ditunjukkan melalui tabel ANOVA dimana p_{value} hasil uji *lack of fit* bernilai 0,051. Dengan hipotesis :

H_0 = tidak ada *lack of fit*

H_1 = ada *lack of fit*

Karena digunakan α sebesar 0,05 maka keputusannya menerima H_0 dan menolak H_1 . Artinya terdapat kesesuaian model.

Tabel *Estimated Regression coefficient for* Konversi menunjukkan hasil taksiran parameter model pada Tabel 4.11. Berdasarkan analisis modelnya adalah :

$$y = -1741.2 + 4.20553 x_1 + 4.88565x_3 - 0.00294x_1^2 - 0.02065x_3^2 \quad (4.3)$$

Uji parameter model menunjukkan variabel suhu, laju, kuadrat suhu reaksi dan kuadrat laju mempunyai pengaruh terhadap konversi metana.

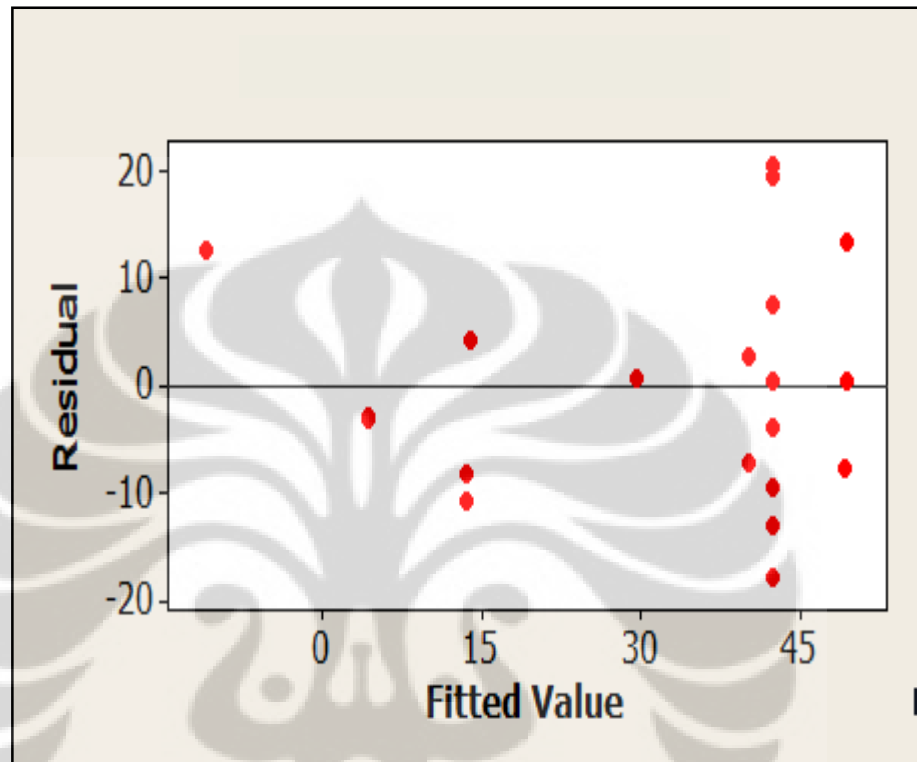
3. Pengujian Asumsi Residual

Dalam menduga model diperlukan asumsi bahwa residual bersifat identik, independen dan berdistribusi normal.

a. Uji identik

Pengujian asumsi identik bertujuan untuk memeriksa apakah varians residual dari model yang diperoleh sama penyebarannya (*homokedastisitas*).

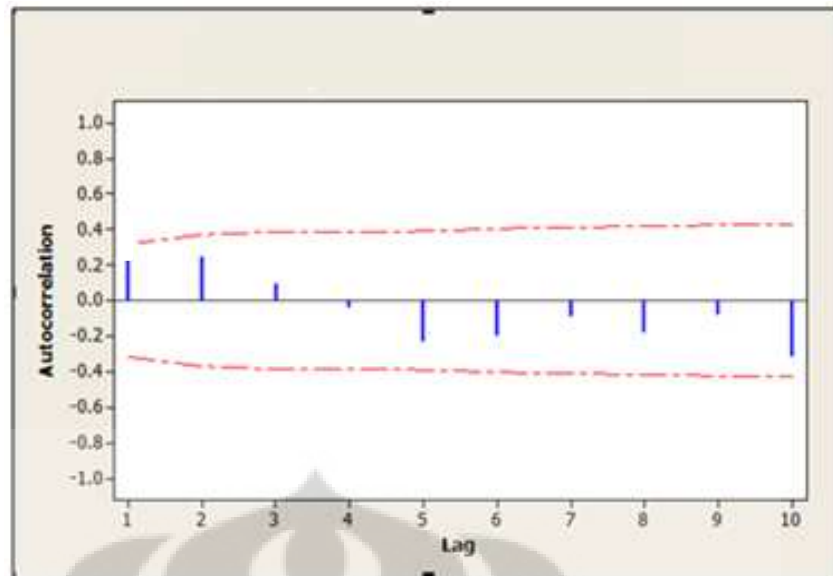
Pada Gambar 4.3 dibawah, dapat dilihat hubungan plot residual dengan *fitted value*. Residual tersebar secara acak dan tidak membentuk pola tertentu. Hal ini menunjukkan bahwa asumsi residual identik terpenuhi.



Gambar 4.3 Hubungan residual dengan *fitted value* untuk konversi metana (keluaran uji identik dari minitab 16)

b. Uji Independen

Pemeriksaan asumsi independen bertujuan untuk mengetahui apakah ada dependensi antara residual pada pengamatan dengan waktu tertentu.

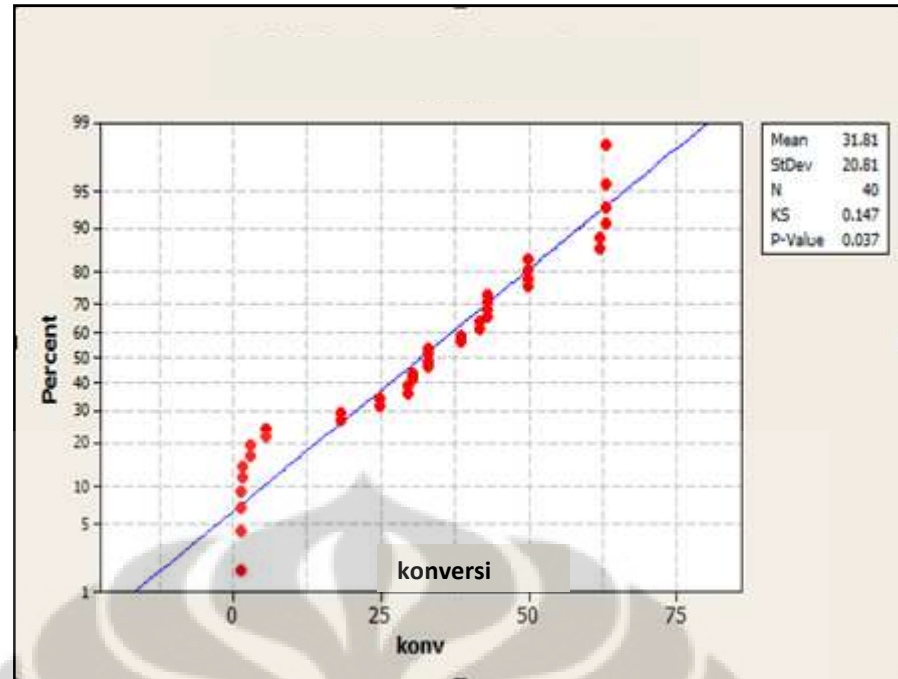


Gambar 4.4 *Autocorrelation Function* untuk Konversi Metana

Residual akan independen bila nilai *Autocorrelation Function* (ACF) nya berada pada interval $\pm \frac{2}{\sqrt{n}}$. Untuk model diatas dengan jumlah pengamatan $n = 40$ residual, maka asumsi independen telah terpenuhi karena nilai ACF berada pada interval 0,632 seperti pada Gambar 4.4 diatas.

c. Uji Distribusi Normal

Uji distribusi normal dilakukan untuk mengamati penyimpangan model. Residual dikatakan telah mengikuti distribusi normal jika pada plot kenormalan residual, titik residual yang dihasilkan telah sesuai atau mendekati garis lurus yang ditentukan. Pada Gambar 4.5 dibawah menunjukkan hasil statistik Kolmogorov-Smirnov (KS) untuk uji distribusi normal. Nilai statistik Kolmogorov-Smirnov adalah 0,147 kurang dari nilai statistik Kolmogorov pada lampiran C (Nur Iriawan, 2006 ; Lampiran C) sebesar 0,210 sehingga uji kenormalan residual telah mengikuti distribusi normal.



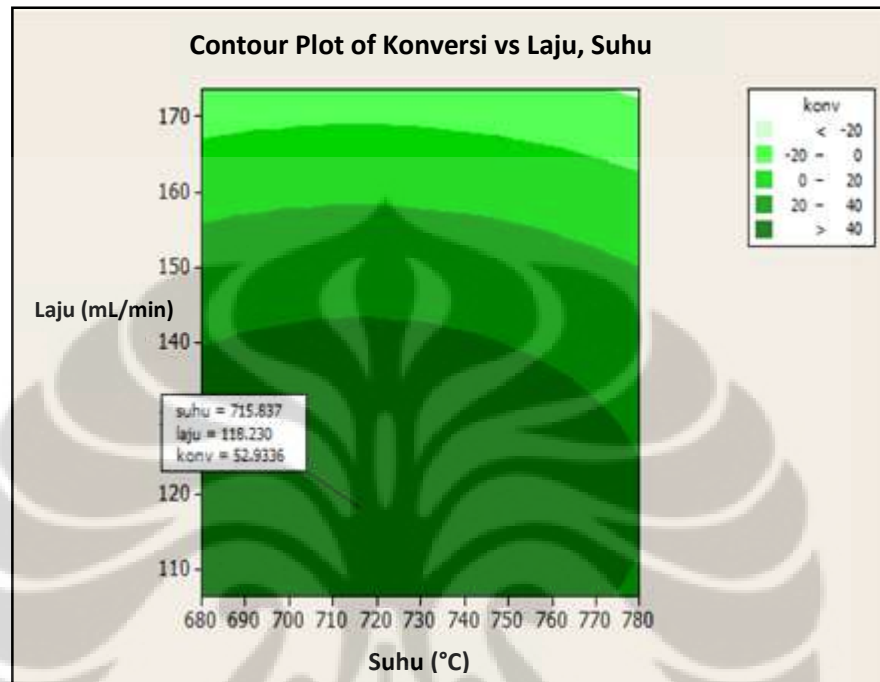
Gambar 4.5 Uji kenormalan residual model *response surface*

Dengan ketiga analisis residual diatas, dapat disimpulkan bahwa uji residual bersifat identik, independen dan berdistribusi normal telah terpenuhi.

4.3.4 Analisis Karakteristik Permukaan Respon

Seperti dijelaskan pada bab 2.7, metode *response surface* adalah suatu metode yang menggabungkan teknik matematika dengan teknik statistika yang digunakan untuk membuat model dan menganalisis suatu respon yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas atau faktor, dengan tujuan mengoptimalkan respon tersebut (Montgomery, 2001). Salah satu cara untuk menunjukkan model *response surface* adalah membuat plot kontur respon (konversi metana) dengan tiga faktor yang mempengaruhi respon yaitu fungsi suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir. Untuk menggambarkan hasil plot kontur, respon hanya dapat digambarkan dalam tiga dimensi, sehingga akan dipilih salah satu faktor sebagai patokan, yang merupakan bentuk penyederhanaan (simplifikasi). Sesuai hasil pemodelan orde dua awal, dimana waktu mempunyai angka p_{value} paling besar yaitu 0,097 dibandingkan dua

variabel lainnya sebesar 0,000 untuk suhu dan 0,001 untuk laju alir, maka variabel waktu akan dimanfaatkan sebagai patokan. Hasil *running* untuk program *response surface* menghasilkan dua gambar berupa grafik *contour* dan grafik *surface* seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 berikut ini.



Gambar 4.6 Plot Contour Konversi vs Laju, Suhu

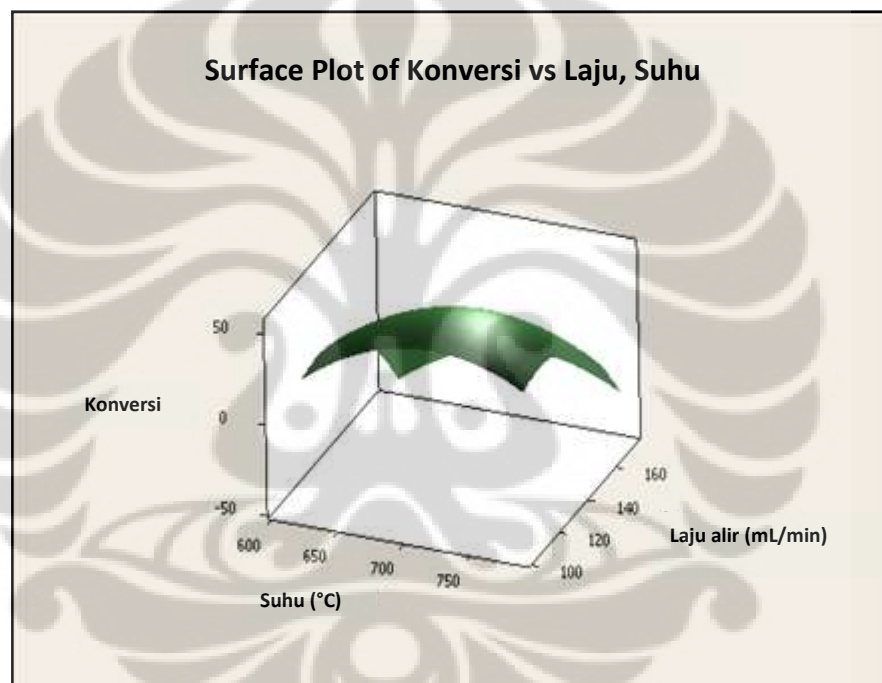
Gambar 4.6 menunjukkan *plot contour* yang dihasilkan terdiri dari berbagai variasi warna. Dimana masing-masing variasi menunjukkan *range* besarnya respon yang dihasilkan. Kondisi paling maksimal untuk plot diatas berada di warna hijau tua dengan nilai konversi diatas 40%. *Range* warna inilah yang akan memberi garis besar petunjuk letak titik optimum variabel.

Untuk penentuan kombinasi *level-level* variabel proses yang dapat menghasilkan respon yang optimal, dilakukan dengan bantuan *plant flag* yang ada pada minitab melalui random di pusat kontur optimum. Berdasarkan gambar 4.6 diatas, respon konversi metana akan semakin besar bila berada di *range* laju 110 ml/min – 130 ml/min dan suhu reaksi berkisar antara 710°C - 720°C. Dengan mengambil *range* suhu reaksi dan laju alir pada level tersebut, maka akan diperoleh konversi metana melebihi 50%.

Dari beberapa kombinasi yang diperoleh, dapat ditentukan titik optimum dari masing-masing faktor. Nilai dari masing-masing faktor optimum untuk mendapatkan nilai respon 52,93% tersebut adalah :

- 118 mL/min untuk laju alir
- 716°C untuk suhu reaksi.

Penentuan kondisi optimum dari faktor diatas dibuktikan dengan bentuk kurva tiga dimensi yang membentuk puncak optimum seperti ditunjukkan pada Gambar 4.7 dibawah ini :



Gambar 4.7 Plot permukaan respon

Gambar *plot surface* dalam Gambar 4.7 menampilkan *plot contour* dalam tiga dimensi. Sama halnya dengan *plot contour*, terlihat pada gambar diatas bahwa konversi metana akan semakin besar apabila suhu berada diantara level 700-750°C sedangkan laju alir berada antara 100 mL/min – 120 mL/min. Namun masih sulit mengetahui dengan jelas besarnya variabel independen (x_1 dan x_3) yang mengoptimalkan respon dengan plot permukaan respon. Hasil yang diperoleh berupa *range* data yang cukup besar.

4.4 Analisis Variabel Proses Terhadap Konversi Metana

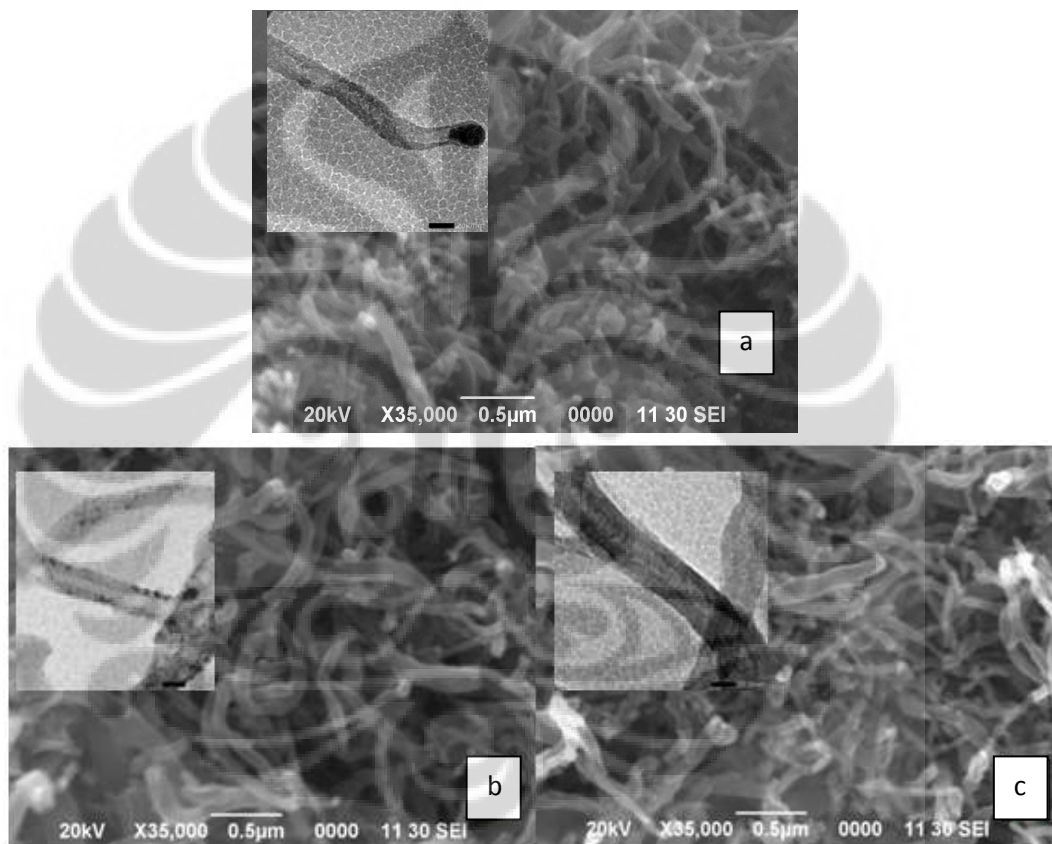
Dari hasil optimasi diatas diperoleh kondisi optimum untuk suhu reaksi dan laju alir. Berikut akan dijabarkan hasil analisa untuk masing-masing variabel.

4.4.1 Analisis Variabel Suhu Reaksi Terhadap Konversi Metana

Suhu reaksi sangat berpengaruh pada terjadinya reaksi kimia. Laju reaksi kimia termasuk dekomposisi metana, akan bertambah dengan naiknya temperatur hingga tercapainya kondisi kesetimbangan. Hal ini terjadi karena reaksi dekomposisi metana merupakan reaksi endotermik sehingga peningkatan suhu reaksi mengakibatkan konversi semakin tinggi. Pengaruh suhu reaksi terhadap laju spesifik pembentukan karbon adalah bahwa laju reaksi awal semakin tinggi namun juga semakin cepat turun seiring meningkatnya suhu (Sergei, 2004). Tetapi semakin tinggi suhu, pembentukan karbon berlebih akan menutupi permukaan katalis sehingga menyebabkan terjadinya enkapsulasi partikel katalis (Piao, Li, Chen, Chang, & Lin, 2002; Snoeck, Froment, & Fowles, 1997). Semakin tinggi suhu reaksi, maka semakin cepat terjadinya deaktivasi.

Hasil RSM menunjukkan bahwa suhu optimum yang mempengaruhi besarnya konversi metana adalah 716°C. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Purwanto (2009) dalam proses pembentukan nanotube karbon dengan menggunakan katalis Ni/Cu/Al dan umpan CH₄, dimana *yield* paling tinggi diperoleh pada suhu 700°C dibandingkan suhu 750°C dan 800°C. Disamping juga karakterisasi secara morfologi dimana bentuk nanokarbon bervariasi, dimana salah satu parameter yang mempengaruhi adalah suhu reaksi. Pada suhu 700°C terlihat bentuk dan diameter nanokarbon lebih seragam.

Hasil kondisi optimum juga diperkuat oleh penelitian Wulan (2011), dimana pada suhu 600°C besarnya konversi CH₄ adalah 15,737% dan pada suhu 750°C sebesar 22,243%. Pertambahan suhu reaksi setelah 700°C akan menurunkan kualitas karbon yang terbentuk. Sedangkan meningkatnya suhu reaksi akan meningkatkan deposisi karbon dan relatif konstan mulai suhu 700°C. Kemurnian H₂ dan konversi CH₄ mencapai nilai maksimal pada suhu 700°C yaitu 44,057 % dan 34,744 %. Secara morfologi, pengaruh suhu reaksi terhadap pertumbuhan karbon ditunjukkan pada Gambar 4.8 berikut :



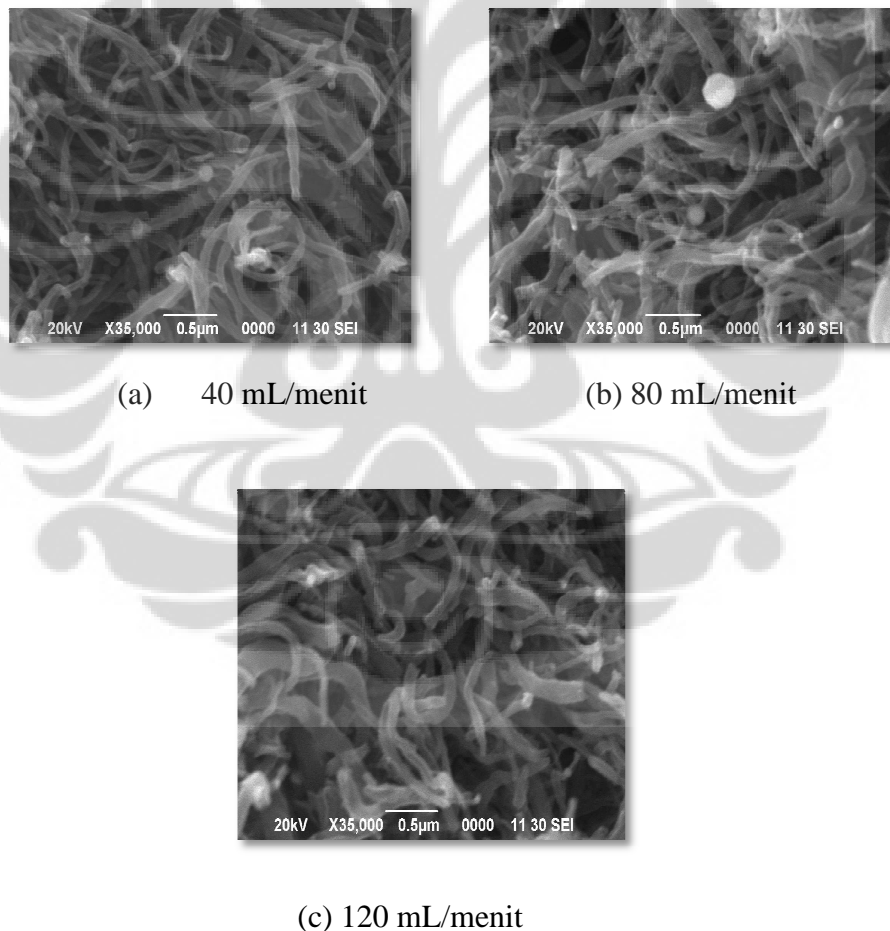
Gambar 4.8 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Pertumbuhan Karbon (a) 650 °C
(b) 700 °C (c) 750 °C

4.4.2 Analisis Variabel Laju Alir Terhadap Konversi Metana

Variasi laju alir umpan diperlukan karena kenaikan laju alir umpan akan meningkatkan konversi CH₄ (Anindya, 2010). Hal ini disebabkan adanya peningkatan tumbukan antar molekul reaktan. Namun, pada nilai laju alir

tertentu, konversi akan cenderung konstan walaupun laju alir terus ditingkatkan karena laju difusi eksternal telah mencapai maksimum. Produk karbon akan semakin bertambah dan konversi metana berkurang dengan peningkatan laju alir CH_4 (Shuanglin Zhan, 2007).

Wulan (2011) melaporkan bahwa peningkatan laju alir metana (F) dengan berat katalis (W) 0,01 gram menunjukkan bahwa semakin pendeknya waktu kontak (W/F) akan meningkatkan *yield* karbon. Sejumlah MWCNT terbentuk pada laju alir yang dilakukan seperti terlihat pada Gambar 4.9 (a) – (c). Terlihat bahwa dari Gambar 4.9, peningkatan laju alir di antara 40 - 120 mL/menit akan mendorong ke arah reaksi dekomposisi sehingga diperoleh CNT lebih banyak.



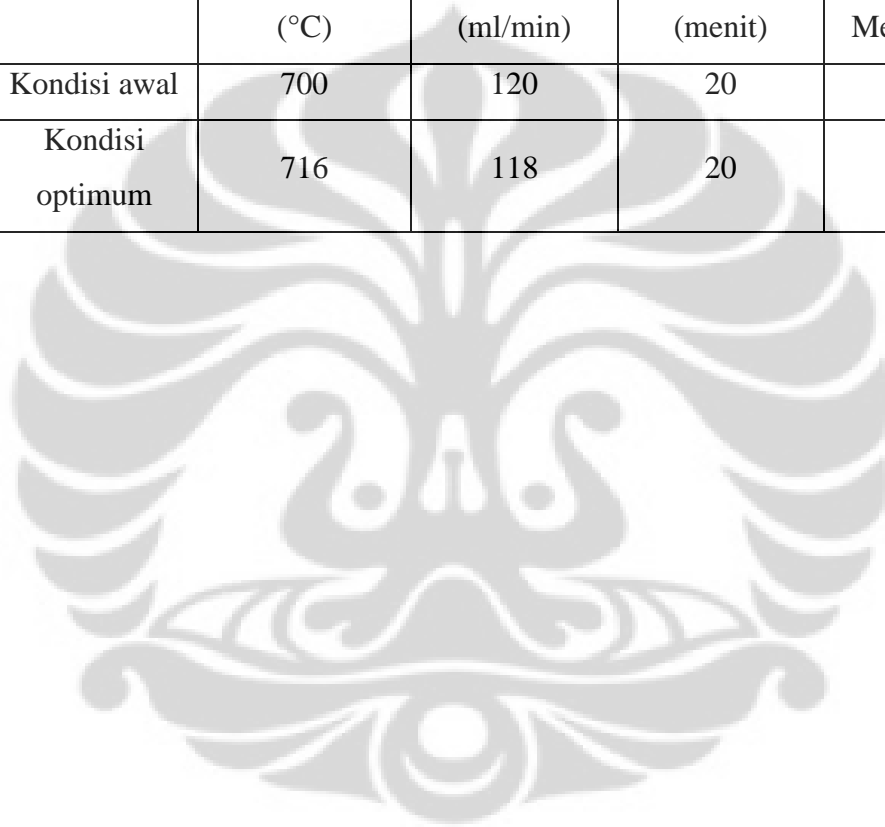
Gambar 4.9 Hasil SEM pengaruh laju alir

4.5 Perbandingan Hasil optimasi dengan Kondisi Awal

Analisis statistik dengan *response surface* menghasilkan nilai optimum untuk parameter proses suhu reaksi dan laju alir. Berikut perbandingan kondisi awal dan setelah optimasi :

Tabel 4.12 Perbandingan kondisi awal dengan hasil optimasi

| | Parameter Proses | | | Respon |
|-----------------|---------------------|-----------------------|-------------------------|------------------------|
| | Suhu reaksi (°C) | Laju alir (ml/min) | Waktu reaksi (menit) | Konversi Metana (%) |
| Kondisi awal | 700 | 120 | 20 | 48 |
| Kondisi optimum | 716 | 118 | 20 | 52,93 |



BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal berikut :

1. Variabel suhu reaksi, waktu reaksi dan laju alir umpan mempunyai korelasi terhadap konversi metana, nilai korelasi suhu reaksi adalah 0,221; waktu reaksi -0,124 dan untuk laju alir umpan sebesar -0,953**
2. Ketiga variabel mempunyai pengaruh terhadap respon secara signifikan, dengan nilai α (tingkat signifikansi) pada variabel suhu reaksi 0,000; waktu reaksi 0,008 dan laju alir umpan 0,000 (dengan *confidence level* 95%)
3. Komposisi masing-masing variabel pada proses dekomposisi katalitik metana untuk mendapatkan konversi metana yang optimum adalah pada suhu 716°C, waktu reaksi 20 menit dan laju alir umpan 118 mL/menit.
4. Komposisi masing-masing variabel pada konversi metana menunjukkan optimasi dengan bentuk kurva tiga dimensi yang memuncak (maksimum)

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, peneliti menyarankan untuk pembuktian optimasi agar dilakukan praktikum secara laboratorium sesuai hasil yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

- V. M. SIVAKUMAR, A.Z.ABDULLAH, A.R.MOHAMED, S.P.CHAI. 2010. *Studies on Carbon Nanotube Synthesis via Methane CVD Process Using CoOx as Catalyst on Carbon Support*. Journal of Nanomaterials and Biostructure
- Pembangun Dyah Kencana Wulan, Praswasti. 2011. Reaksi Dekomposisi Metana Dengan Katalis Ni-Cu-Al Untuk Produksi Carbon Nanotube : Kinetika Reaksi dan Pemodelan Reaktor. Disertasi. Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- Yuni Parinduri, Wilda. 2011. Pengaruh Kondisi Operasi Terhadap Pertumbuhan Nanokarbon Melalui Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- Muradov, Nazim. 2000. *Termocatalytic CO₂-Free Production of Hydrogen From Hydrocarbon Fuels*. Journal of Proceedings of the 2000 Hydrogen Program Review, NREL/CP-570-28890
- Nuryadi, Ratno. 2009. Carbon Nanotube dan Teknologi Nano. (diunduh 14 Desember 2011). <http://www.sinarharapan.co.id/berita/0406/29/ipt01.html>
- Furimsky, Edward. 2008. *Carbons and Carbon-Supported Catalyst in Hydroprocessing*. Canada: IMAF GROUP
- Shuanglin Zhan, Yajun Tian, Yanbin Cui, Hao Wu, Yonggang Wang, Shufeng Ye, Yunfa Chen. 2007. Effect Process Conditions on the Synthesis of Carbon Nanotubes by Catalytic Decomposition of Methane. China Particuology; 213-219
- Wahjudi, Didik. Aplikasi Metode Response Surface Untuk Optimasi Kualitas Warna Minyak Goreng. Center for Quality Improvement Fakultas Teknik Industri Universitas Kristen Petra

- Jarrah, Nabel. 2009. Studying the Influence of Process Parameters on the Catalytic Carbon Nanofibers Formation Using Factorial Design. *Chemical engineering Journal* 151: 367-371
- Jangan Ashok, Machiraju Subrahmanyam, Akula Venugopal. 2008. Hydrotalcite Structure Derived Ni-Cu-Al catalyst for the Production of H₂ by CH₄ Decomposition. *Hydrogen Energy*: 2704-2713
- I Suelves, M.J Lazaro, R. Moliner, B.M Corbella, J.M Palacios. 2005. Hydrogen Production by Thermocatalytic Decomposition of Methane on Ni-based Catalyst : Influence of Operating Conditions on Catalyst Deactivation and Carbon Characteristics. *Hydrogen Energy*: 1555-1567
- Harinaldi. 2005. *Prinsip-Prinsip Statistik Untuk Teknik dan Sains*. Jakarta : Erlangga
- Nur Iriawan dan Septin, PA.2006. *Mengolah data Statistik Dengan Mudah Menggunakan Minitab 14*. ANDI OFFSET, Yogyakarta
- Sugiyono. 2010. *Statistika Untuk Penelitian*. Bandung : Alfabeta
- Momen, Awad A., Zachariadis, George, N. Anthemidis, Aristidis & Stratis, John. 2006. Use of Fractional Factorial Design For Optimization of Digestion Procedure Followed by Multi-Element Determination of Essential and Non-Essential Elements in Nuts Using ICP-OES Technique. *Statistics* ; 77 : 443-451
- Nuryanti dan Djati H Salimy.2008. Metode Permukaan Respon dan Aplikasinya Pada Optimasi Eksperimen Kimia. *Risalah Lokakarya Komputasi dalam Sains dan Teknologi Nuklir* ; 373-391
- Montgomery C, Douglas. 2005. *Design and Analysis of Experiments* 6th edition, New York : John Wiley and Sons
- Sun, D.X & Wu, C.F.J. 1993. Interaction Graphs For 3-Level Fractional Factorial Designs. *Journal IIQP Research Report*, RR-93-04
- Santoso, Singgih. 2010. *Statistik Non Parametrik Konsep dan Aplikasi Dengan SPSS*. Jakarta : Elex Media Komputindo
- Sarwono, Jonathan. 2011. *IBM SPSS Statistics 19*. Jakarta : Gramedia

LAMPIRAN A. PENENTUAN F_{TABEL} PADA UJI ANOVAAnalisis KomparasiOutput ANOVA

Output ini menjelaskan tentang uji varian satu jalan. Dalam contoh ini, tujuannya adalah untuk mengetahui apakah ada perbedaan motivasi kerja antara bagian keuangan, produksi, dan distribusi.

Langkah-langkah uji varian satu jalan adalah sebagai berikut.

1. Merumuskan hipotesis

H_0 : Tidak ada perbedaan motivasi kerja antara bagian keuangan, produksi, dan distribusi

H_a : Ada perbedaan motivasi kerja antara bagian keuangan, produksi, dan distribusi

2. Menentukan F hitung

Dari output didapat nilai F hitung adalah 9,007

3. Menentukan F tabel

F tabel dicari pada signifikansi 0,05, df 1 (jumlah kelompok data-1) = 2, dan df 2 (n-3) atau 20-3 = 17, hasil diperoleh untuk F tabel sebesar 3,592 (lihat pada lampiran).

LAMPIRAN B. F TABEL STATISTIK

F Table Statistics
(Level Of Significance 0.05)

| df2 | df1 | | | | | df2 | df1 | | | | |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 17 | 4.451 | 3.967 | 3.197 | 2.985 | 2.810 | 77 | 3.985 | 3.115 | 2.725 | 2.490 | 2.330 |
| 18 | 4.414 | 3.935 | 3.162 | 2.958 | 2.773 | 78 | 3.983 | 3.114 | 2.722 | 2.489 | 2.329 |
| 19 | 4.381 | 3.907 | 3.127 | 2.935 | 2.740 | 79 | 3.982 | 3.112 | 2.720 | 2.487 | 2.328 |
| 20 | 4.351 | 3.883 | 3.098 | 2.916 | 2.711 | 80 | 3.980 | 3.111 | 2.719 | 2.486 | 2.328 |
| 21 | 4.325 | 3.867 | 3.072 | 2.890 | 2.681 | 81 | 3.958 | 3.105 | 2.717 | 2.484 | 2.327 |
| 22 | 4.301 | 3.843 | 3.049 | 2.867 | 2.661 | 82 | 3.957 | 3.106 | 2.716 | 2.483 | 2.328 |
| 23 | 4.279 | 3.822 | 3.028 | 2.846 | 2.640 | 83 | 3.956 | 3.107 | 2.715 | 2.482 | 2.324 |
| 24 | 4.260 | 3.803 | 3.009 | 2.828 | 2.621 | 84 | 3.955 | 3.105 | 2.713 | 2.480 | 2.323 |
| 25 | 4.242 | 3.785 | 2.991 | 2.799 | 2.603 | 85 | 3.953 | 3.104 | 2.712 | 2.479 | 2.322 |
| 26 | 4.225 | 3.769 | 2.975 | 2.783 | 2.587 | 86 | 3.952 | 3.103 | 2.711 | 2.479 | 2.321 |
| 27 | 4.210 | 3.754 | 2.960 | 2.728 | 2.572 | 87 | 3.951 | 3.101 | 2.709 | 2.478 | 2.319 |
| 28 | 4.198 | 3.740 | 2.947 | 2.714 | 2.558 | 88 | 3.949 | 3.100 | 2.708 | 2.475 | 2.318 |
| 29 | 4.189 | 3.728 | 2.934 | 2.701 | 2.545 | 89 | 3.948 | 3.099 | 2.707 | 2.474 | 2.317 |
| 30 | 4.171 | 3.716 | 2.922 | 2.690 | 2.534 | 90 | 3.947 | 3.098 | 2.706 | 2.471 | 2.316 |
| 31 | 4.160 | 3.705 | 2.911 | 2.679 | 2.523 | 91 | 3.946 | 3.097 | 2.705 | 2.472 | 2.315 |
| 32 | 4.148 | 3.695 | 2.901 | 2.668 | 2.512 | 92 | 3.945 | 3.096 | 2.704 | 2.471 | 2.313 |
| 33 | 4.138 | 3.685 | 2.890 | 2.658 | 2.503 | 93 | 3.944 | 3.094 | 2.703 | 2.470 | 2.312 |
| 34 | 4.128 | 3.676 | 2.883 | 2.650 | 2.494 | 94 | 3.943 | 3.093 | 2.701 | 2.469 | 2.311 |
| 35 | 4.121 | 3.667 | 2.874 | 2.641 | 2.485 | 95 | 3.941 | 3.092 | 2.700 | 2.467 | 2.311 |
| 36 | 4.115 | 3.659 | 2.866 | 2.634 | 2.477 | 96 | 3.940 | 3.091 | 2.699 | 2.466 | 2.309 |
| 37 | 4.106 | 3.652 | 2.859 | 2.626 | 2.470 | 97 | 3.939 | 3.090 | 2.698 | 2.465 | 2.308 |
| 38 | 4.099 | 3.645 | 2.852 | 2.619 | 2.463 | 98 | 3.938 | 3.089 | 2.697 | 2.465 | 2.307 |
| 39 | 4.091 | 3.638 | 2.845 | 2.612 | 2.456 | 99 | 3.937 | 3.088 | 2.696 | 2.464 | 2.306 |
| 40 | 4.084 | 3.632 | 2.839 | 2.606 | 2.449 | 100 | 3.936 | 3.087 | 2.695 | 2.463 | 2.305 |
| 45 | 4.070 | 3.620 | 2.833 | 2.600 | 2.443 | 105 | 3.935 | 3.086 | 2.695 | 2.462 | 2.304 |
| 50 | 4.057 | 3.609 | 2.827 | 2.594 | 2.438 | 110 | 3.934 | 3.085 | 2.694 | 2.461 | 2.303 |
| 60 | 4.047 | 3.601 | 2.822 | 2.589 | 2.432 | 120 | 3.933 | 3.085 | 2.693 | 2.460 | 2.302 |
| 70 | 4.038 | 3.594 | 2.817 | 2.584 | 2.427 | 130 | 3.932 | 3.084 | 2.692 | 2.459 | 2.302 |
| 80 | 4.030 | 3.588 | 2.812 | 2.579 | 2.422 | 140 | 3.932 | 3.083 | 2.691 | 2.458 | 2.301 |
| 90 | 4.022 | 3.583 | 2.807 | 2.574 | 2.417 | 150 | 3.931 | 3.082 | 2.690 | 2.457 | 2.300 |
| 100 | 4.015 | 3.578 | 2.802 | 2.570 | 2.412 | 160 | 3.930 | 3.081 | 2.689 | 2.457 | 2.299 |
| 120 | 4.007 | 3.573 | 2.797 | 2.565 | 2.407 | 180 | 3.929 | 3.080 | 2.688 | 2.456 | 2.298 |
| 140 | 4.000 | 3.568 | 2.792 | 2.561 | 2.402 | 200 | 3.928 | 3.079 | 2.687 | 2.454 | 2.297 |
| 160 | 3.993 | 3.563 | 2.787 | 2.557 | 2.397 | 250 | 3.927 | 3.078 | 2.686 | 2.453 | 2.296 |
| 180 | 3.987 | 3.558 | 2.783 | 2.553 | 2.393 | 300 | 3.926 | 3.077 | 2.685 | 2.452 | 2.295 |
| 200 | 3.981 | 3.553 | 2.779 | 2.549 | 2.389 | 400 | 3.925 | 3.077 | 2.685 | 2.452 | 2.295 |
| 300 | 3.975 | 3.548 | 2.775 | 2.545 | 2.385 | 500 | 3.924 | 3.076 | 2.684 | 2.451 | 2.294 |
| 400 | 3.970 | 3.543 | 2.771 | 2.541 | 2.381 | 600 | 3.923 | 3.074 | 2.683 | 2.450 | 2.293 |
| 500 | 3.965 | 3.538 | 2.767 | 2.537 | 2.377 | 700 | 3.923 | 3.074 | 2.683 | 2.450 | 2.293 |

LAMPIRAN C. TABEL KUANTIL UJI STATISTIK KOLMOGOROV-
SMIRNOV



Lanjutan Tabel Kuantil Uji Statistik Kolmogorov-Smirnov

