



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PENAMBAHAN GAS HIDROGEN PADA
UMPAN DALAM REAKSI DEKOMPOSISI KATALITIK
METANA TERHADAP KUALITAS DAN KUANTITAS CNT
YANG DIHASILKAN**

SKRIPSI

KANYA ANINDYAJATI TRIHAPSARI

0806333234

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JUNI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PENAMBAHAN GAS HIDROGEN PADA
UMPAN DALAM REAKSI DEKOMPOSISI KATALITIK
METANA TERHADAP KUALITAS DAN KUANTITAS CNT
YANG DIHASILKAN**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

KANYA ANINDYAJATI TRIHAPSARI

0806333234

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JUNI 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 : Kanya Anindyajati Trihapsari

NPM : 0806333234

Tanda tangan :

Tanggal : 20 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Kanya Anindyajati Trihapsari
NPM : 0806333234
Program Studi : Teknik Kimia
Dengan Judul : Pengaruh Penambahan Gas Hidrogen Pada Umpan Dalam Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana Terhadap Kualitas dan Kuantitas CNT yang Dihasilkan

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

Pembimbing I : Dr. Ir. Praswasti PDK Wulan, MT.
Pembimbing II : Dr. rer. nat. Ir. Yuswan Muharam, MT.
Penguji I : Ir. Dijan Supramono, M.Sc
Penguji II : Ir. Mahmud Subandriyo, M.Sc, PhD
Penguji III : Dr. Ir. Tania Surya Utami, MT.



Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 2 Juli 2012

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan rahmat-Nya skripsi ini dapat diselesaikan tepat pada waktunya. Skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis dalam meraih gelar Sarjana Teknik di Program Studi Teknik Kimia pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Pada penulisan skripsi ini, penulis mendapatkan banyak bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Tuhan Yang Maha Esa
2. Dr. Ir. Praswasti PDK Wulan, MT dan Dr. rer. nat Yuswan Muharam, MT selaku pembimbing skripsi.
3. Kang Jajat dan Mang Ijal atas bantuannya merangkai alat dan masukan selama di laboratorium RPKA.
4. Papa, Mama, Mba Anggi – Mas Boyke, Mba Santi atas support dan segala perhatiannya selama ini.
5. Inggit , Haryo, Najma, Mia, Adet dan Yeni rekan satu penelitian atas segala bentuk perhatian dan semangatnya selama penelitian berlangsung.
6. Tias, Ibnu, Lolita, Yos dan teman-teman Teknik Kimia UI angkatan 2008 atas segala canda tawa penghilang stres selama penelitian.
7. Ira Yulianti dan Dwi. Y atas bantuan ilmu dan literatur yang telah diberikan.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Untuk ini, saran dan kritik sangat diharapkan penulis untuk memperbaiki penulisan di masa mendatang. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Depok, Juni 2012

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Kanya Anindyajati Trihapsari

NPM : 0806333234

Program Studi : Teknik Kimia

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik

Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-***

***Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

PENGARUH PENAMBAHAN GAS HIDROGEN PADA UMPAN DALAM
REAKSI DEKOMPOSISI KATALITIK METANA TERHADAP KUANTITAS
DAN KUALITAS CNT YANG DIHASILKAN

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 20 juni 2012

Yang menyatakan,



(Kanya Anindyajati Trihapsari)

ABSTRAK

Nama : Kanya Anindyajati Trihapsari

Program Studi : Teknik Kimia

Judul : Pengaruh Penambahan Gas Hidrogen Pada Umpa Dalam Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana Terhadap Kualitas dan Kuantitas CNT yang Dihasilkan

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan gas hidrogen pada umpa terhadap kualitas dan kuantitas CNT yang dihasilkan melalui reaksi dekomposisi katalitik metana. Katalis yang digunakan adalah Ni-Cu-Al 2:1:1. Katalis ini dilapisi pada *pelat stainless steel 316* yang telah dibentuk dengan metode *dip-coating*. Awal penelitian dilakukan variasi suhu untuk mendapat suhu terbaik untuk penumbuhan CNT, yaitu 700 °C, 750 °C, dan 800 °C. Reaksi dilakukan dengan mengalirkan metana dan hidrogen dengan tiga ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$, yaitu 1 : 0, 1 : 1, dan 1 : 2 pada suhu 700 °C & 750°C selama 5 jam. Suhu 800 °C tidak dipilih dikarenakan terlalu banyak menghasilkan *amorphous carbon*. Kuantitas CNT dilihat berdasar jumlah yield karbon reaksi yang dihasilkan. Pada suhu 700 °C yield karbon terbesar pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ yaitu 3 gram karbon/gram katalis sedangkan pada 750°C pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ yaitu 5,2 gram karbon/gram katalis. Kualitas CNT berdasar besar ukuran diameter dan jenis nanokarbon yang terbentuk. Analisis TEM dan XRD dilakukan untuk mengetahui kualitas CNT yang terbentuk. Dari hasil kedua analisis tersebut, pada suhu 700°C dan 750°C kualitas CNT terbaik ada pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$. Penambahan gas hidrogen pada reaksi mempengaruhi kualitas dan kuantitas CNT yang dihasilkan. Dari penelitian ini juga diketahui, profil %Volume gas CH_4 dan H_2 terhadap jarak.

Kata kunci : reaksi dekomposisi katalitik metana, CNT, hidrogen, ratio .

ABSTRACT

Nama : Kanya Anindyajati Trihapsari

Study Program : Chemical Engineering

Judul : The Effect Adding Hydrogen On Feed Stream To The Quality and Quantity CNTs formed by Decomposition Catalytic Methane.

This research was conducted to determine the effect of adding hydrogen on feed stream to the quality and quantity of CNTs that produced by catalytic decomposition reaction of methane. The catalyst that we used is Ni-Cu-Al 2:1:1. This catalyst is coated on a stainless steel plate 316 by dip-coating method. In the beginning of research, we do temperature variations on 700 °C, 750 °C, dan 800 °C. The effect of adding hydrogen was systematically investigated with different combinations of methane and hydrogen which are 1: 0, 1: 1 and 1: 2 at two reaction temperatures, 700 °C and 750°C for 5 hours. Temperature 800 °C has been eliminated because too many amorphous carbon formed. The quantity of CNT can be seen by the number of yield carbon from reaction. At 700 °C , the highest yield of CNT was found on the ratio of CH₄: H₂ = 1: 2 which is 3 grams of carbon / g catalyst and when 750°C the ratio of CH₄: H₂ = 1: 1 was formed highest yield of CNT as much as 5.2 g carbon / g catalyst. The quality of cnts depend on diameter size and type of yield nanocarbon. Furthermore, TEM and XRD analysis performed to determine the quality of CNTs were formed. These analysis found that best quality of CNTs formed at ratio of CH₄: H₂ = 1: 1 for both temperature. The addition of hydrogen gas made a remarkably effect to the quality and quantity of CNTs formed. This research also revealed profile of %volume gas CH₄ and H₂ in several x axis distances.

Keyword : Decomposition catalytic of methane, CNT, hydrogen, ratio

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 LATAR BELAKANG MASALAH	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penelitian	4
BAB II	6
TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Dekomposisi Katalitik Metana	6
2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana	7
2.2.1 Hidrogen	7
2.2.2 Nanokarbon	8
2.2.2.1 Sintesis Karbon Nanotube	10
2.3 Peranan Gas Hidrogen Dalam Proses Penumbuhan CNT	13
2.4 Katalis Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana	15
2.5 Deaktivasi Katalis	18
2.6 Preparasi Katalis Dengan Metode Sol-Gel	19
2.7 Teknik Pelapisan <i>Dip Coating</i>	19
2.8 Suhu Reaksi	21

2.9 Space Time.....	22
BAB III	23
3.1 Tahap Penelitian	23
3.2. Alat dan Bahan	25
3.3. Prosedur Penelitian.....	26
BAB IV	30
HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1 Hasil Preparasi dan Karakterisasi Katalis.....	30
4.2 Pelapisan Katalis Pada Pelat Sejajar.....	32
4.3 Uji Kinerja Reaktor Katalis Terstruktur Pelat Sejajar Selama 5 Jam.....	34
4.3.1 Pengaruh Variasi Suhu	35
4.3.1.1 Pengaruh Suhu Terhadap Persentase Konversi CH_4	35
4.3.1.2 Pengaruh Suhu Pada Kemurnian Hidrogen	36
4.3.1.3 Pengaruh Suhu Pada Yield Karbon	37
4.3.1.4 Pengaruh Suhu Terhadap CNT yang Terbentuk	38
4.3.2 Pengaruh Ratio Umpan Terhadap Kualitas dan Kuantitas Hasil Produksi CNT	42
4.3.2.1 Pengaruh Ratio Umpan Pada Suhu 700°C	42
4.3.2.1.1 Yield Karbon.....	42
4.3.2.1.2 Analisis TEM dan XRD Hasil Deposisi Karbon	43
4.3.2.2 Pengaruh Ratio Umpan Pada Suhu 750°C	47
4.3.2.2.1 Yield Karbon.....	47
4.3.2.2.2 Analisis TEM dan XRD Hasil Deposisi Karbon	49
4.4 Profil %Volume Gas CH_4 dan H_2 Terhadap Jarak Pada Reaktor	53
4.4.1 Profil %Volume Gas CH_4 dan H_2 Pada Suhu 700°C	53
4.4.2 Profil %Volume Gas CH_4 dan H_2 Pada Suhu 750°C	55
4.5 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Pengaruh Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$	58
BAB V.....	61
KESIMPULAN & SARAN	61
DAFTAR PUSTAKA	63
LAMPIRAN	67
1. Kalibrasi Laju Alir.....	67

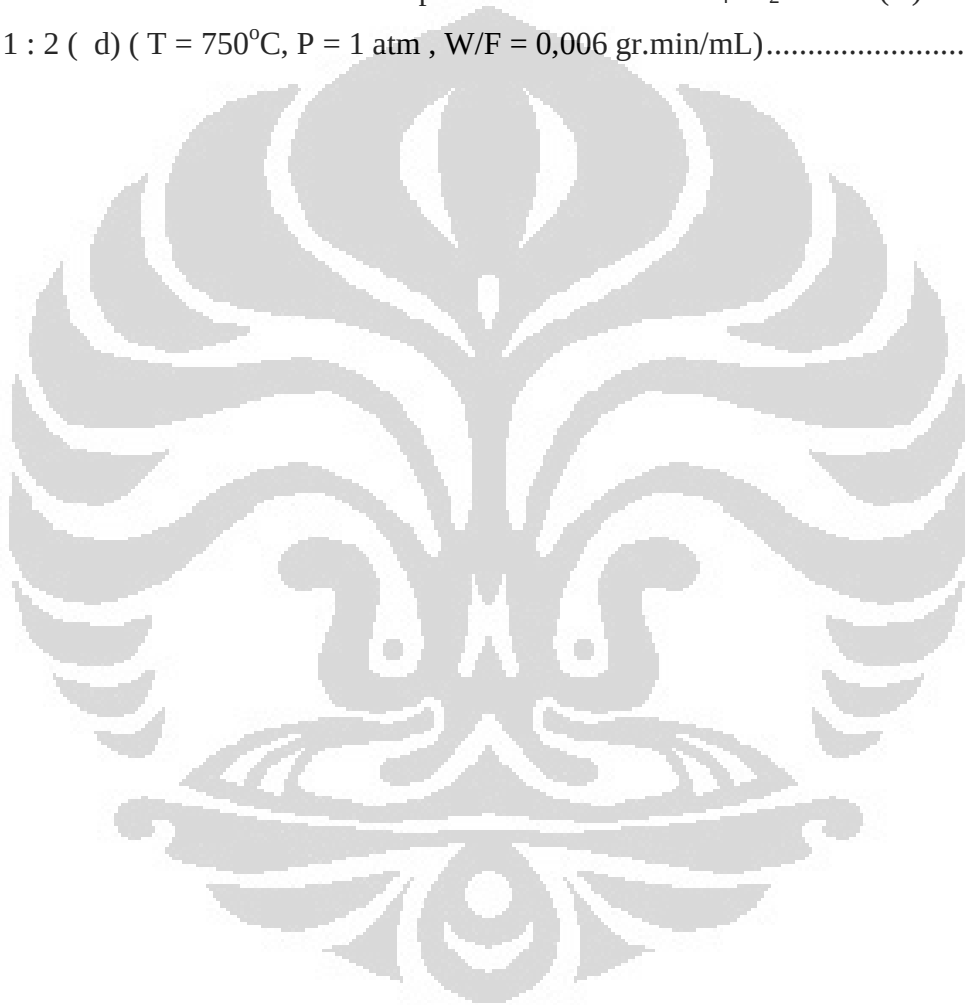
2. Kalibrasi Gas Chromatography.....	68
3. Kalibrasi H ₂	69
4. Kalibrasi CO	70
5. Kalibrasi CO ₂	71
6. Perhitungan Kebutuhan Katalis.....	72
7. Data Hasil Uji Kinerja.	73
a. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , Suhu 700 °C.....	73
b. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 750°C.....	74
c. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 800 °C.....	75
8. Gambar Hasil Eksperimen.....	77
a. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1) , 700 °C.....	77
b. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2) , 700 °C.....	77
c. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2) , 750 °C.....	78
d. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1) , 750 °C	78
e. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 700 °C.....	78
f. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 750 °C	79
g. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 800 °C	79
9. Hasil Analisis XRD.....	80
a. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 700 °C	80
b. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1) , 700 °C	81
c. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2) , 700 °C	82
d. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 750 °C	83
e. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1) , 750 °C	84
f. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2) , 750 °C	85
g. Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , 800 °C	86
10. Perhitungan Konsentrasi.....	87
12. Profil Konsentrasi CH ₄ dan H ₂ Terhadap Jarak	101
13. Tabel Suhu dan Grafik Suhu Reaktor Kosong.....	106

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana (Yulianti, 2008)	7
Gambar 2. 2. Beragam struktur nanokarbon [Rao, 2001, He, 2006, Gullon, 2006]	10
Gambar 2. 3. Proses Penumbuhan CNT Pada Dua Suhu Berbeda ((a). Suhu optimum (600 °C – 700°C) dan (b). Suhu Tinggi (800 °C) (Maneerung, 2011)	13
Gambar 2. 4. Perbandingan Yield Produk terhadap Suhu Reaksi (Lisa, 2005)	21
Gambar 3. 1 Diagram Produksi CNT Dengan Penambahan Gas Hidrogen Pada Umpan	24
Gambar 3. 2 Set-up Rangkaian Reaktor	26
Gambar 4. 1 Larutan Katalis Ni-Cu-Al	31
Gambar 4. 2 Katalis Ni-Cu-Al Berbentuk Serbuk	31
Gambar 4. 3 Hasil XRD Pada Katalis Ni-Cu-Al (+ = NiO , ● = CuO, ◆ = CuAlO)	32
Gambar 4. 4 Proses Perendaman Pelat	33
Gambar 4. 5 Pengaruh Suhu Terhadap % Konversi CH ₄ Rasio CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 (P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	36
Gambar 4. 6 Kemurnian Hidrogen Pada Variasi Suhu (P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	37
Gambar 4. 7 Besar Yield Karbon Pada Variasi Suhu (P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	38
Gambar 4. 8 Hasil TEM Pada Variasi Suhu dengan perbesaran 200 nm dan 100 nm , yaitu 700 °C (a dan b) , 750 °C (c dan d), dan 800 °C (e dan f)	39
Gambar 4. 9 Hasil Karakterisasi XRD Pada Suhu 700 °C , 750 °C dan 800 °C (★ = peak CNT dan ● = <i>amorphous carbon</i>)	40

Gambar 4. 10 Perbandingan Besar Diameter Nanokarbon Terhadap Jenisnya. (Shaffer, 2009)	41
Gambar 4. 11 Perbandingan Besar Yield Karbon Pada Variasi Umpan Suhu 700 °C , P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL.....	42
Gambar 4. 12 Hasil TEM Struktur CNT Pada Variasi Umpan di Suhu 700 °C P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL ((a). Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , (b) Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1), dan (c) Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2)).....	44
Gambar 4. 13 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 (T = 700 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	44
Gambar 4. 14 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 2 (T = 700 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	45
Gambar 4. 15 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 2 (T = 700 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	46
Gambar 4. 16 Perbandingan <i>Yield</i> Karbon Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 750 °C (P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	47
Gambar 4. 17 Hasil TEM Struktur CNT Pada Ratio Umpan di Suhu (T = 750 °C , P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL ((a). Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 0) , (b) Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 1), dan (c) Ratio CH ₄ : H ₂ (1 : 2))	49
Gambar 4. 18 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 (T = 750°C , P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	50
Gambar 4. 19 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 2 (T = 750 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	50
Gambar 4. 20 Hasil Karakterisasi XRD Ratio CH ₄ : H ₂ = 1 : 1 (T = 750 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)).....	51
Gambar 4. 21 Profil % Volume CH ₄ Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (a) , CH ₄ :H ₂ = 1 : 1 (b) , dan CH ₄ :H ₂ = 1 : 2 (c) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL).....	53
Gambar 4. 22 Profil %Volume H ₂ Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (a) , CH ₄ :H ₂ = 1 : 1 (b) , dan CH ₄ :H ₂ = 1 : 2 (c) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL).....	55

Gambar 4. 23 Profil %Volume CH ₄ Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (a) dan CH ₄ : H ₂ = 1 : 2 (b) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	56
Gambar 4. 24 Profil %Volume H ₂ Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (a) , CH ₄ :H ₂ = 1 : 2 (b) (T = 750°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	57
Gambar 4. 25 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (a) , CH ₄ :H ₂ = 1 : 1 (b), CH ₄ :H ₂ = 1 : 2 (c) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)	58
Gambar 4. 26 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Ratio CH ₄ :H ₂ = 1 : 0 (c) dan CH ₄ :H ₂ = 1 : 2 (d) (T = 750°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL).....	59



DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Perbandingan Metode Sintesis CNT (Wijaya, 2008)	11
Tabel 2. 2. <i>State Of The Art</i> Pengaruh Penambahan Gas Hidrogen Dalam Proses Penumbuhan CNT	15
Table 4. 1 Kualitas Pelapisan Katalis	34
Table 4. 2 Rangkuman Data Pada Variasi Suhu	40
Table 4. 3 Diameter dan Struktur CNT Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 700 °C.....	46
Table 4. 4 Diameter dan Struktur CNT Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 750 °C, P = 1 atm & W/F = 0,006 gr.min/mL	52

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG MASALAH

Saat ini, karbon *nanotubes* (CNT) merupakan jenis nanokarbon filamen yang paling banyak diteliti dan dikembangkan dari semua jenis nanokarbon yang ada. Hal ini dikarenakan, CNT memiliki sifat elektrik yang unik, mempunyai kekuatan mekanik yang sangat baik, memiliki konduktifitas yang efisien terhadap listrik dan panas, dan memiliki kemampuan yang sangat baik sebagai penghasil medan elektron dan penghantar energi. Selain mempunyai sifat yang unik, CNT dapat diaplikasikan ke berbagai macam hal diantaranya adalah sebagai penyimpan hidrogen, transistor skala nano, superkapasitor, sensor, dan sebagai alat penghasil emisi medan electron (Safitri, 2005).

Proses yang dilakukan untuk memproduksi CNT dapat dilakukan dengan berbagai macam metode, seperti laser ablation, arch discharge, perengkahan langsung metana atau dengan teknologi plasma (Ermakova, 2002). Proses produksi CNT dengan menggunakan proses *arc-discharge*, penguapan graphite dan dekomposisi plasma dapat menghasilkan karbon berbentuk amorph, akan tetapi proses ini membutuhkan energi yang sangat besar dan memerlukan pemurnian produk sehingga biaya produksinya sangat mahal dan sulit di *scale-up* (Li, 2000)..

Dekomposisi katalitik metana merupakan proses sintesis nanokarbon yang paling ekonomis di antara metode lainnya. Selain ekonomis, reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan metode sintesis nanokarbon yang menjanjikan karena *yield* produk yang tinggi dan mudah dikontrol (Paramitha, 2009). Reaksi yang terjadi pada proses dekomposisi katalitik metana adalah sebagai berikut (Grujicic, 2002).



Reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan jenis reaksi endotermis, dimana reaksi ini tidak membutuhkan energi yang besar. Pada reaksi ini, hidrogen yang dihasilkan bebas kontaminan gas berbahaya CO, tidak menghasilkan CO₂ (gas rumah kaca), dan menghasilkan CNT kualitas tinggi. Selain itu, gas hidrogen yang dihasilkan pada reaksi ini kemudian dapat digunakan sebagai salah satu sumber alternatif energi yang ramah lingkungan. Oleh karena itu, reaksi ini sangat menjanjikan dan menguntungkan.

Dalam proses penumbuhan CNT dengan menggunakan metode dekomposisi metana, penambahan gas hidrogen (H₂) ke dalam gas umpan merupakan salah satu hal yang terpenting. Dimana, besar gas H₂ yang dimasukkan ke dalam reaksi harus memiliki rasio yang optimal dengan gas hidrokarbon, seperti metana. Beberapa riset sebelumnya menunjukkan dengan adanya variasi H₂ terhadap gas metana menunjukkan adanya perubahan terhadap ukuran CNT seperti, struktur, morfologi atau densitasnya. (Behr, 2010). Namun, apabila besar ratio gas H₂ yang dihasilkan ke dalam umpan terlalu besar dapat menyebabkan menurunnya laju dekomposisi metana sehingga yield yang akan dihasilkan juga rendah (Rao, 2007). Selain itu, apabila terlalu sedikit akan menyebabkan terdeaktivasinya katalis karena telah teracuni karbon hasil dekomposisi metana. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan menggunakan variasi ratio gas Metana dengan H₂ untuk mengetahui efek terhadap kualitas dan kuantitas CNT yang dihasilkan.

Pada penelitian ini, katalis yang digunakan dalam reaksi dekomposisi katalitik metana adalah nikel. Nikel merupakan katalis yang paling aktif untuk reaksi dekomposisi katalitik metana diantara logam-logam lainnya, namun mudah terdeaktivasi dan sintering sehingga menyebabkan diameter partikel Ni membesar yang akan mempengaruhi kualitas nanotube karbon (Yulianti, 2003). Beberapa penelitian katalis berbasis nikel selanjutnya diarahkan untuk mengatasi deaktivasi dan terjadinya sintering (Ermakova, 1999, 2000, 2002; Purwanto, 2005a,b dan Muharam, 2007a,b). Dari hasil penelitian tersebut memperlihatkan bahwa katalis multimetal Ni-Cu-Alumina merupakan katalis yang paling baik ditinjau dari dengan kualitas produk karbon nanotube maupun yield produk hidrogen serta *life time*. Promotor Cu mempunyai peran pencegah *sintering* dikarenakan partikel Cu akan menyisip diantara partikel Ni dan promotor tekstural alumina berperan sebagai *stronger-metal-interaction* (SMI) sehingga

mencegah terjadinya sintering sehingga diameter partikel Ni tetap kecil. Oleh karena itu, pada usulan penelitian ini digunakan katalis Ni-Cu-Alumina.

Pada penelitian ini jenis reaktor yang digunakan adalah katalis pelat terstruktur. Pelat katalis terstruktur yang digunakan adalah pelat *stainless steel* tipe 316. Dimana dengan digunakannya pelat sebagai katalis terstruktur diharapkan pertumbuhan CNT pada substrat lebih rapih dan rata sehingga kualitas nanokarbon yang dihasilkan lebih baik. Selain itu, pada katalis terstruktur gauze seringkali dijumpai gumpalan katalis yang terbentuk pada bagian siku *wire*. Hal ini mengakibatkan diameter karbon yang dihasilkan akan semakin besar (Iskandar, 2009). Untuk mengatasi masalah ini, maka dilakukan pelapisan katalis pada substrat pelat untuk menghindari terbentuknya gumpalan katalis pada substrat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya proses produksi CNT menggunakan metode dekomposisi katalik metana dengan umpan metana murni dan reaktor *gauze* katalis terstruktur menghasilkan CNT yang tidak *well-aligned* dan dengan diameter yang besar. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan katalis terstruktur berbentuk pelat dan penambahan gas hidrogen pada umpan.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan utama dari penelitian ini adalah:

- Mengetahui efek dari penambahan gas hidrogen pada umpan terhadap kualitas dan kuantitas CNT yang dihasilkan.
- Mengetahui rasio optimal antara metana murni dan gas hidrogen untuk menghasilkan CNT dengan kuantitas dan kualitas yang baik.

1.4 Batasan Masalah

Batasan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Reaktor yang digunakan pada penelitian ini adalah reaktor dengan katalis terstruktur pelat sejajar.

2. Pelat yang digunakan adalah pelat *stainless steel* tipe 316.
3. Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis Ni-Cu-Al dengan perbandingan atomik 2 : 1 : 1.
4. Preparasi katalis dilakukan dengan metode *sol-gel*. Pelapisan katalis pada pelat adalah dengan metode *dip-coating*.
5. *Space time* yang digunakan sebesar 0,006 gram.min/mL
6. Laju alir ditentukan terhadap perbandingan *space time* dan *loading* katalis pada pelat.
7. Variasi temperatur reaksi yang digunakan adalah 700 °C dan 750 °C dan menggunakan tekanan atmosferik (1atm).
8. Ratio campuran gas umpan metana dan hidrogen (CH₄ : H₂) yang digunakan adalah 1 : 0, 1 : 1, dan 1 : 2.
9. Pengujian dilakukan untuk menguji aktifitas katalis dan hasil CNT yang dihasilkan.

1.5 Sistematika Penelitian

BAB I Pendahuluan

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

BAB II Tinjauan Pustaka

Berisi tinjauan pustaka yang menjadi dasar penelitian yang meliputi pengertian tentang reaksi dekomposisi metana, produk reaksi dekomposisi metana yang antara lain: gas hidrogen dan karbon nanotube, metode sintesis karbon nanotube, aplikasi karbon nanotube, jenis-jenis reaktor untuk produksi CNT, mekanisme pertumbuhan karbon *nanotube*, dan efek penambahan gas hidrogen pada reaksi dekomposisi metana.

BAB III Metode Penelitian

Berisi penjelasan mengenai prosedur penelitian secara umum, termasuk di dalamnya preparasi katalis, uji aktivitas katalis, karakterisasi terhadap katalis dan produk nanokarbon.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi penjelasan mengenai hasil uji kinerja katalis terstruktur seperti konversi metana, yield karbon, dan selektivitas hidrogen. Selain itu, karakterisasi karbon yang dihasilkan pun dibahas di dalam bab ini.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Berisi kesimpulan dari hasil penelitian serta saran untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Dekomposisi Katalitik Metana

Dekomposisi didefinisikan sebagai salah satu dari reaksi kimia yang menguraikan atau memutuskan ikatan rantai suatu senyawa menjadi unsur-unsur atau senyawa yang lebih sederhana. Definisi ini memiliki arti yang sama dengan perengkahan (*cracking*). Salah satu contohnya adalah dekomposisi metana (hidrokarbon yang paling stabil) yang dapat diartikan sebagai pemutusan ikatan H-C dari metana menjadi komponen yang lebih sederhana, yaitu hidrogen dan karbon.

Pemilihan metana sebagai reaktan untuk produksi nanokarbon dan hidrogen disebabkan karena metana merupakan hidrokarbon dengan perbandingan hidrogen/karbon yang paling tinggi. Selain itu, metana bisa didapat langsung dari alam tanpa harus diolah terlebih dahulu, sehingga mengurangi biaya produksi. Adapun reaksi dekomposisi metana atau *Methane Decomposition Reaction* (MDR) adalah sebagai berikut:



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

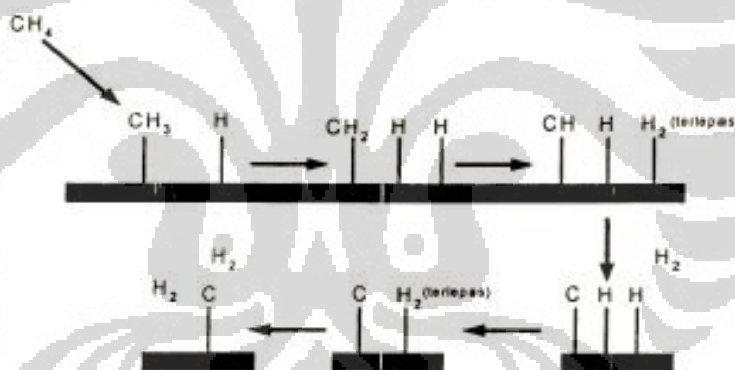
Selain itu, perkembangan penelitian dekomposisi metana secara umum dapat digolongkan menjadi:

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

Analisis termodinamika reaksi dekomposisi metana menyatakan bahwa nilai untuk energi bebas Gibbs (ΔG°_r) dan energi reaksi dekomposisi metana (ΔH°_r) pada

suhu -75°C , masing-masing sebesar $50,8 \text{ kJ/mol}$ dan 75 kJ/mol (Purwanto, 2005). Nilai energi Gibbs bebas yang positif menunjukkan bahwa reaksi tidak akan bisa berjalan dengan spontan. Walaupun reaksi dapat berjalan, konversi yang dihasilkan tidak akan maksimal. Dan nilai energi reaksi yang positif menandakan reaksi bersifat endotermis. Sehingga konversi akan meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi sehingga reaksi ini harus dilakukan pada suhu sangat tinggi. Oleh karena itu perlu ditambahkan katalis untuk menurunkan energi aktivasi untuk menurunkan suhu reaksi. Proses yang dilakukan pada suhu yang lebih rendah tentunya akan lebih hemat dari segi energi. Hal ini menjadi hal yang vital apabila diaplikasikan pada suatu proses industri.

Pada reaksi dekomposisi metana, sebuah molekul metana direngkah (*cracking*) menjadi sebuah molekul karbon dan dua buah molekul hidrogen. Gambar 2.1 menunjukkan mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana. Atom hidrogen terputus satu per satu membentuk ion karbonium. Pada akhirnya didapatkan sebuah molekul atom karbon dan dua molekul hidrogen di akhir reaksi.



Gambar 2. 1 Mekanisme reaksi permukaan dekomposisi katalitik metana (Yulianti, 2008)

2.2 Produk Dekomposisi Katalitik Metana

2.2.1 Hidrogen

Hidrogen adalah bahan baku bebas polutan (*clean fuel*), karena pembakaran hidrogen tidak menimbulkan polutan seperti CO dan CO_2 yang timbul akibat pembakaran bahan bakar dari minyak bumi. Pembakaran hidrogen dapat diformulasikan sebagai berikut:



Reaksi di atas hanya menghasilkan air sebagai produknya. Selain itu energi yang dihasilkan oleh pembakaran hidrogen cukup tinggi, yaitu sebesar 286 kJ/mol atau 33.886 cal/g. Nilai ini lebih besar daripada energi pembakaran yang dihasilkan oleh bensin, yaitu berkisar 11.100-11.470 cal/g.

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

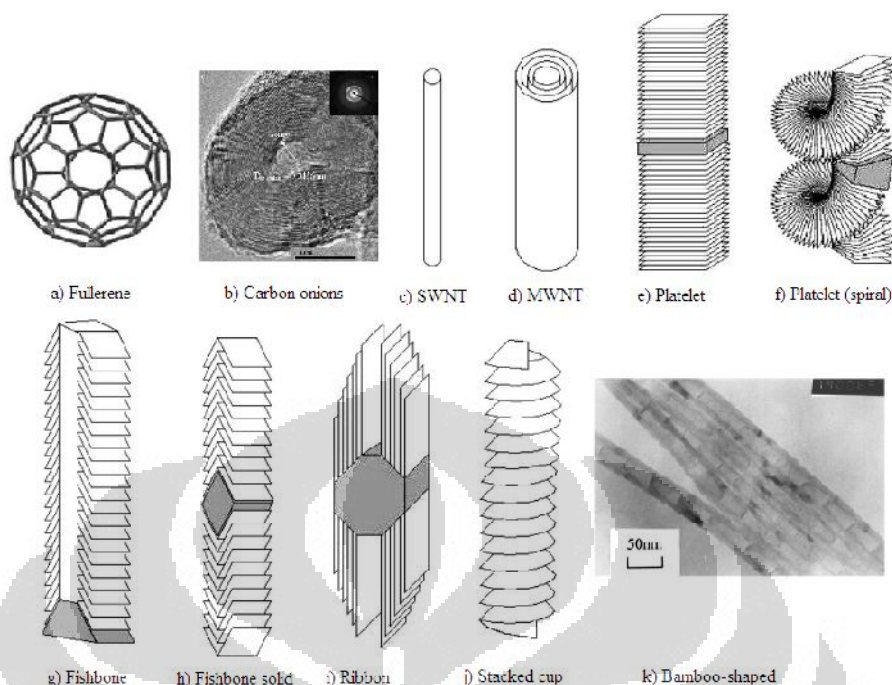
2.2.2 Nanokarbon

Nanokarbon didefinisikan sebagai material karbon yang bukan hanya ukuran partikelnya saja yang berukuran nanometer akan tetapi struktur dan teksturnya pun berukuran nanometer (Michio, 2004). Karbon *nanotube* ditemukan oleh Ijima dengan *transmission electron microscopy* (TEM) pada tahun 1991 (Ijima, 2002). Sejak itu banyak penelitian tentang nanokarbon dilakukan seperti terhadap struktur, sifat, dan metode preparasinya. Karbon *nanotube* telah menarik perhatian para peneliti sebagai komponen yang penting untuk mewujudkan nanoteknologi di masa yang akan datang.

Dua bentuk susunan unsur karbon yang paling dikenal adalah intan dan grafit. Pada intan, masing-masing atomnya tersusun secara rapat dan secara simetris terkoordinasi memenuhi ruang tiga dimensi, sedangkan grafit tersusun dari karbon heksagonal yang membentuk lembar atom dua dimensi, dimana diantara keduanya tersebut terdapat jarak yang cukup panjang. Selain jenis bentuk nanokarbon di atas, ditemui juga bentuk nanokarbon berukuran lainnya, yaitu:

1. *Fullerene* atau *buckminsterfullerene* atau *bucky ball*, yaitu lembaran grafit yang membentuk bola (Gambar (2.2a)) yang terdiri dari karbon-karbon sp^2 dan sp^3 . Contohnya adalah C_{60} , yaitu *fullerene* yang terdiri dari 12 cincin pentana dan 20 cincin heksana. (Rao CNR, Satishkumar BC, Govindaraj A, Nath M, 2001).
2. *Carbon onions* terdiri yaitu lapisan grafit yang konsentrik seperti bola (*quasi-spherical*) dan seperti pada (Gambar (2.2b)) (He, 2006).

3. Karbon nanofilamen yaitu nanokarbon berbenfuk filamen. Secara umum, karbon nanofilamen terdiri dari kanton nanofiber (CNF) dan karbon nanotubes (CNT). Bentuk-bentuk nanofilamen secara umum adalah:
 - a. Karbon *nanotubes* (CNT) berbentuk pipa yaitu lapisan grafit yang berbentuk silinder (pipa). CNT dapat berupa *single-walled carbon nanotubes* (SWNT) yung hanya terdiri satu lapis lembaran grafit seperti pada Gambar (2.2c), maupun *multi-walled carbon nanotubes* (MWNT) yang terdiri dari berlapis-lapis lembaran grafit yang konsentrik seperti pada Gambar (2.2d).
 - b. *Platelet carbon nanofiber* yaitu lapisan grafit kecil yang tegak lurus dengan arah aksial *fiber* seperti pada Gambar (2.2e). *Nanofiber* ini harus memiliki hidrogen atau atom lainnya dalam jumlah tak terbatas untuk stabilisasi piringan (*plate*). *Platelet carbon nanofiber* dapat pula berbentuk spiral (Gambar (2.2f)). Biasanya, partikel padatan berada pada bagian tengah *fiber*. (Gullon, 2006).
 - c. *Fishbone carbon nanofiber* yaitu lapisan grafit yang memiki kemiringan dari sumbu aksialnya. *Fishbone carbon nanofiber* membutuhkan hidrogen untuk menstabilkan bagian ujungnya. *Fishbone carbon nanofibers* dapat berinti kosong (*hollow core*) maupun berinti padatan (*solid core*) seperti pada Gambar 2.2(g) dan (h) (Gullon, 2006).
 - d. *Ribbon carbon nanofibers* yaitu lapisan grafit yang lurus dan tidak tergulung yang posisinya sejajar dengan sumbu aksial *fiber*. (Gambar (2.2i)) (Gullon, 2006).
 - e. *Stacked cup carbon nanofibers* yaitu lapisan spiral grafit yang kontinu sepanjang sumbu aksial *fiber* (Gambar (2.2j)) (Gullon, 2006).
 - f. *Bamboo-shaped carbon filament* yaitu nanokarbon yang berbentuk seperti bambu, dimana banyak terdapat ruang kosong dan *joint-joint* seperti yang terlihat pada Gambar (2.2k).



Gambar 2. 2. Beragam struktur nanokarbon [Rao, 2001, He, 2006, Gullon, 2006]

Diantara jenis-jenis nanokarbon yang telah disebutkan, pada penelitian ini jenis nanokarbon yang diharapkan terbentuk adalah Karbon Nanotubes (CNT). Dimana, Karbon *nanotube* memiliki kombinasi sifat struktur yang sempurna, yakni ukuran yang kecil, densitas yang rendah, kekuatan yang tinggi (kekuatan tensil dari MWCNT sekitar 100 kali lebih kuat daripada aluminium), dan sifat elektronik yang bagus (Qian, 2002). Selain itu, properties *nanotube* yang lebih baik dalam kapasitas penyimpanan adalah *nanotube* dengan bentuk *single wall*, panjang, dan *uniform* (Ermakova, 1999).

2.2.2.1 Sintesis Karbon Nanotube

Pada umumnya, CNT disintesis dengan menggunakan tiga metode, yaitu *arc discharge*, *laser ablation*, dan *Chemical Vapour Deposition* (CVD). Namun juga ada metode lainnya yang menjadi alternatif dalam memproduksi CNT, yaitu dekomposisi katalitik metana. Saat ini masih diteliti metode sintesis yang lebih ekonomis untuk memproduksi CNT. Tabel 2. 1 menunjukkan perbandingan antara metode *Arc discharge*, *Laser ablation*, dan CVD, serta Dekomposisi Katalitik Metana.

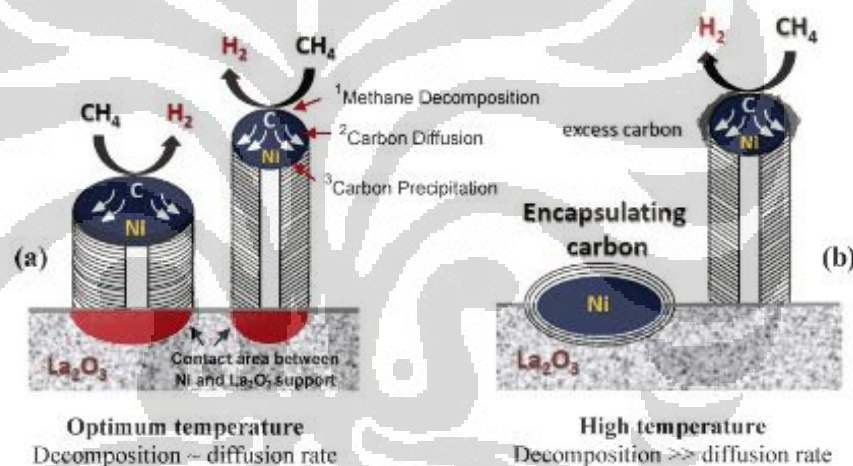
Tabel 2. 1 Perbandingan Metode Sintesis CNT (Wijaya, 2008)

Metode	Arc Discharge	Chemical Vapour Deposition (CVD)	Laser Ablation	Dekomposisi Katalitik Metana
Oleh	Ebbesen dan Ajayan, NEC, Jepang, 1992	Endo, Shinsu University, Nagano, Jepang	Smalley, Rice University, 1995	
Caranya	Menghubungkan dua elektroda grafit pada sumber listrik, dipisahkan sejauh beberapa millimeter. Pada arus 100 A, karbon akan menguap dan membentuk plasma.	Meletakkan substrat pada oven, dipanaskan hingga 600°C, dan ditambahkan gas berkarbon secara perlahan-lahan. Saat gas terdekomposisi, atom karbon terbebas, dan akan membentuk CNT.	Grafit diuapkan oleh sinar laser untuk membentuk gas karbon yang akan membentuk CNT.	Gas metana dialirkan dan direaksikan dengan katalis yang telah dipersiapkan dalam reaktor pada temperatur tinggi dan akan terbentuk nanokarbon pada permukaan katalis.
Yield	30-90%	20-100%	Diatas 70%	Bervariasi
SWNT	Tabung pendek dengan diameter 0.6-1.4 nm	Tabung panjang dengan diameter 0.6-4 nm	Kumpulan SWNT, dengan panjang 5-20 μ m dan diameter 1-2 nm.	Bervariasi. Namun dihasilkan SWNT jika menggunakan katalis berukuran kecil.

MWNT	Tabung pendek dengan diameter dalam 1-3 nm dan diameter luar hingga 10 nm	Tabung panjang dengan diameter 10-240 nm.	Produksi MWNT sangat mahal, namun masih mungkin untuk dilakukan.	Bervariasi. Diameter tergantung pada ukuran katalis.
Pro	Mudah untuk memproduksi SWNT dan MWNT. SWNT memiliki sedikit <i>defect</i> dan MWNT diproduksi tanpa katalis dan tidak terlalu mahal. Dapat disintesis pada keadaan terbuka.	Mudah untuk di <i>scale-up</i> hingga tahap industry. SWNT panjang, diameternya dapat dikontrol, juga cukup murni.	Sebagian besar menghasilkan SWNT dengan sedikit <i>defect</i> . Diameternya dapat dikontrol dan cukup murni.	Paling ekonomis. Bahan baku yang digunakan tidak terlalu mahal. Proses pemurniannya sederhana dan diameternya dapat dikontrol oleh ukuran katalis.
Kontra	CNT pendek dan memerlukan purifikasi.	Menghasilkan sebagian besar MWNT dengan banyak <i>defect</i> .	Teknik yang mahal, karena memerlukan laser dan energi yang besar.	Katalis yang digunakan akan mengalami deaktivasi.

2.3 Peranan Gas Hidrogen Dalam Proses Penumbuhan CNT

Dalam proses penumbuhan CNT dengan menggunakan metode dekomposisi metana terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi struktur, kemurnian, dan yield CNT yang dihasilkan. Salah satu faktor terpenting tersebut adalah suhu reaksi dan besar ratio gas umpan yang digunakan (Xiong, 2005). Seperti yang kita tahu, bahwa tahapan untuk proses pembentukan CNT ada tiga, yaitu dekomposisi *carbon sources* pada permukaan aktif katalis, difusi karbon ke dalam permukaan katalis, dan presipitasi karbon di dalam katalis (Xiong, 2011). Pada reaksi dekomposisi katalitik metana, suhu reaksi yang digunakan sangat berperan penting terhadap kualitas dan kuantitas CNT yang dihasilkan. Gambar 2.3 dibawah ini menunjukkan proses penumbuhan CNT pada suhu optimum dan suhu tinggi.



Gambar 2. 3. Proses Penumbuhan CNT Pada Dua Suhu Berbeda ((a). Suhu optimum (600 °C – 700°C) dan (b). Suhu Tinggi (800 °C) (Maneerung, 2011)

Pada Gambar 2.3 (a) terlihat pada suhu reaksi yang optimum, reaksi tidak menghasilkan *excess carbon*. Hal ini terjadi karena pada suhu optimum, laju dekomposisi karbon dan laju difusi karbon bernilai sama besar. Apabila laju dekomposisi karbon lebih besar daripada laju difusi karbon, akan menghasilkan *excess carbon*. *Excess carbon* yang terbentuk dapat menutupi permukaan aktif katalis (enkapsulasi karbon) kemudian katalis teracuni dan menyebabkan terdeaktivasinya katalis, seperti ditunjukkan Gambar 2.3 (b). Namun, penambahan gas hidrogen pada gas umpan dinilai dapat mengatasi masalah ini.

Penambahan gas hidrogen pada umpan mempunyai pengaruh yang cukup signifikan terhadap kualitas dan kuantitas CNT yang terbentuk. Beberapa riset sebelumnya menunjukkan bahwa penambahan gas Hidrogen berpengaruh terhadap perubahan ukuran CNT seperti, struktur, morfologi, sifat elektrik dan/atau densitasnya. (Behr, 2010 ; Reynolds, 2010).

Penambahan gas hidrogen pada reaksi dapat menyebabkan efek positif dan negatif bergantung dengan besar ratio yang digunakan. Besar konsentrasi Gas hidrogen yang terlalu sedikit akan menyebabkan terdeaktivasinya katalis karena katalis telah teracuni karbon hasil dekomposisi metana. Hal ini terjadi karena, gas hidrogen pada reaksi tidak mampu membersihkan permukaan aktif katalis dari *excess carbon* sehingga tertutupnya permukaan katalis. Dengan tertutupnya permukaan katalis, maka terjadi deaktivasi katalis karena katalisnya teracuni oleh karbon (Rao, 2007).

Sedangkan, apabila konsentrasi gas Hidrogen pada gas umpan terlalu besar rasionya terhadap gas metana, dapat menyebabkan menurunnya laju dekomposisi metana. Penurunan laju dekomposisi metana ini mengakibatkan dekomposisi karbon yang dihasilkan untuk bereaksi dengan katalis sehingga menghambat terjadinya penumbuhan CNT. Terhambatnya penumbuhan CNT akan berefek terhadap yield yang dihasilkan, yaitu menjadi rendah (Rao, 2007). Oleh karena itu, penentuan besar ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ yang optimal merupakan hal yang sangat penting. Berikut ini pada Tabel 2.2 merupakan *state of the art* dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya yang berisi antara lain kondisi penumbuhan CNT, katalis yang digunakan, ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ yang paling optimal dan jenis CNT yang dihasilkan.

Tabel 2. 2. State Of The Art Pengaruh Penambahan Gas Hidrogen Dalam Proses Penumbuhan CNT

Peneliti	Variasi Ratio	Kondisi Penumbuhan CNT	Katalis	Ratio Optimal dan Jenis CNT
Reynolds, 2010	CH ₄ : 700 sccm Ar : 1000 sccm H ₂ : 100 - 700 sccm	<i>C-source</i> : CH ₄ , H ₂ dan Ar T : 900 °C Substrat : <i>Silicon Wafer</i>	bis(acetylacetonato)-dioxomolybdenum (IV) [C ₅ H ₈ O ₂) ₂ MoO ₂ , Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O, Al ₂ O ₃ , dan methanol	CH ₄ : H ₂ = 700 : 300 & 700 : 400 <i>Double Wall CNTs</i> dan <i>Multi Walled CNTs</i>
Valles. 2008	CH ₄ : 40 - 1000 ml/min Ar : 0 - 760 ml/min H ₂ : 30 ml/min	<i>C-source</i> : CH ₄ , Ar, dan H ₂ T : 1000 °C Substrat : <i>Ceramic Boat</i>	Co-Mo/MgO	CH ₄ : H ₂ = 100 : 3 <i>Multi Walled CNTs</i>
Garg, 2008	CH ₄ : 1.25 - 10 sccm H ₂ : 40 sccm, 10 torr	<i>C-source</i> : CH ₄ dan H ₂ T : 700 °C	Nikel	CH ₄ : H ₂ = 2,5 : 40 CNT
Rao, 2007	CH ₄ : 1000 - 800 sccm H ₂ = 0 - 1000 sccm	<i>C-source</i> : CH ₄ dan H ₂ T : 800 °C dan 900 °C Substrat : Silicon wafer	Fe _x O _y (Besi Oksida)	CH ₄ : H ₂ = 1000 : 1000 <i>Single Walled CNTs</i>

2.4 Katalis Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana

Penambahan katalis dalam reaksi dekomposisi metana memungkinkan tercapainya konversi yang maksimum pada suhu yang lebih rendah, karena reaksi dekomposisi metana bersifat endotermis. Hal ini berpengaruh terhadap banyaknya *yield*

produk yang dihasilkan. Selain berpengaruh terhadap kuantitas, katalis juga berperan dalam hal kualitas nanokarbon.

Katalis yang efisien untuk reaksi ini adalah yang paling tahan terhadap adanya akumulasi karbon dalam jumlah besar sesuai dengan konversi metana yang bersangkutan. Saat ini, katalis yang paling banyak digunakan sebagai inti aktif dalam dekomposisi metana ini berasal dari logam transisi golongan VIII. Tetapi, tidak semua logam tersebut menunjukkan aktivitas yang baik untuk proses dekomposisi metana.

Kriteria pemilihan katalis yang akan digunakan dalam reaksi dekomposisi metana antara lain keaktifan, toksisitas yang rendah, ketahanan terhadap deaktivasi, dan harga. Kriteria tersebut di atas dapat dipengaruhi sifat masing-masing penyusunnya yang terdiri atas:

1. Inti aktif katalis

Suatu katalis memiliki sebuah unsur utama penentu aktivitas katalis yang disebut inti aktif katalis. Logam yang paling banyak digunakan adalah dari golongan VIII, antara lain Ni, Co, dan Fe.

Banyaknya inti aktif berpengaruh pada banyaknya molekul metana yang teradsorp oleh katalis. Semakin banyak inti aktif maka akan semakin banyak pula produk karbon yang dihasilkan. Namun penambahan inti aktif pada katalis hanya menambah *yield* produk sampai batas maksimum tertentu (Takenaka, 2001)

2. Promotor

Promotor merupakan material tambahan yang ditambahkan dengan tujuan meningkatkan aktivitas, selektivitas, maupun stabilitas. Promotor diklasifikasikan menjadi dua jenis:

- a. *Textural Promoters*

Textural promoters adalah material inert yang berukuran sangat kecil yang ditambahkan pada katalis untuk menghambat terjadinya *sintering* partikel katalis yang berbentuk mikrokristal. Material tersebut akan memisahkan partikel-partikel inti aktif sehingga partikel inti aktif tidak melebur menjadi satu dengan cara berada di antara partikel-partikel inti aktif

Textural Promoters yang digunakan harus berukuran lebih kecil dari inti aktif dan dapat terdispersi dengan baik sehingga ia dapat masuk di antara partikel inti aktif. Namun selain itu *textural promoters* juga tidak boleh beraksi dengan inti aktif.

b. *Structural Promoters*

Structural promoters akan mempengaruhi sifat kimia dari katalis dengan cara merubah komposisi kimia katalis tersebut. *Structural promoters* yang dipilih sebaiknya memiliki afinitas elektron yang tinggi terhadap struktur grafit sehingga dapat menghambat terbentuknya lapisan grafit pada permukaan inti aktif. Selain itu juga sebaiknya memiliki titik leleh yang rendah, dengan demikian dapat terbentuk katalis bersifat *liquid* dengan suhu yang lebih rendah.

3. Penyangga

Suatu penyangga adalah substansi inert yang membantu penyebaran katalis atau dengan kata lain meningkatkan kekuatan mekanis katalis yang lemah. Penyangga juga dapat meningkatkan aktivitas katalis dan dapat juga bereaksi dengan katalis selama proses pembuatan berlangsung. Penggunaan penyangga hanya mampu dilakukan dengan proses *loading* inti aktif yang sedikit, sehingga inti aktif berpenyangga hanya menghasilkan *yield* karbon yang sedikit namun dengan kualitas yang lebih baik karena partikrlnya sangat terdispersi dengan baik.

Penggunaan katalis berbasis nikel (Ni) pada berbagai penelitian dekomposisi metana karena nikel merupakan katalis yang paling aktif untuk reaksi dekomposisi katalitik metana diantara logam-logam lainnya. Namun Ni mudah terdeaktifasi dan sintering sehingga menyebabkan diameter partikel Ni membesar, hal ini akan mempengaruhi kualitas karbon nanotube (He, Chunnian, 2007; Maria Jesus Lazaro, 2007; Muharam, 2007b). Beberapa penelitian katalis berbasis nikel selanjutnya diarahkan untuk mengatasi deaktivasi dan terjadinya sintering (Ermakova, 1999, 2000, 2002; Purwanto, 2005a,b dan Muharam, 2007a,b).

Sedangkan, penambahan promotor baik *structural promotor* maupun *textural promotor* dapat mencegah terjadinya sintering. *Structural promotor* yang biasa digunakan dalam penelitian adalah logam Cu (Chen, 2001; Chen, 2004; Li, J., 2004; Purwanto, 2005a,b); karena dapat menurunkan titik leleh katalis dan meningkatkan aktivitas katalis (Chen, 2004). Logam Cu mempunyai afinitas yang tinggi terhadap struktur grafit sehingga menghambat terbentuknya lapisan karbon pada grafit dan menghambat laju pertumbuhan deposit karbon pada permukaan Ni serta mencegah pembungkusan partikel katalis oleh lapisan karbon. Di samping itu, Cu menambah mobilitas hidrogen dalam reaksi hidrogenasi katalitik sehingga meningkatkan yield hidrogen (Chen, 2004). Penambahan *textural promotor* yang banyak digunakan adalah senyawa *hard to reduce oxide*, seperti Al_2O_3 (Chen, 2004; Purwanto, 2005a,b), SiO_2 (Ermakova, 1999; Ermakova, 2001), MgO (Ermakova, 1999; Ermakova, 2001; Li, Yongdan., 2005), Nb_2O_5 (Li, J., 2004).

Dari hasil penelitian tersebut memperlihatkan bahwa katalis multimetall Ni-Cu-Al merupakan katalis yang paling baik ditinjau dari kualitas produk CNT maupun yield produk hidrogen serta *life time*. Promotor Cu mempunyai peran pencegah *sintering* karena partikel Cu akan menyisip diantara partikel Ni dan promotor tekstural alumina berperan sebagai *stronger-metal-interaction* (SMI) sehingga mencegah terjadinya sintering dan menjaga diameter partikel Ni tetap kecil.

2.5 Deaktivasi Katalis

Permasalahan utama dalam proses dekomposisi hidrokarbon, termasuk metana, adalah terjadinya deaktivasi katalis. Secara umum terdapat tiga kategori penyebab terjadinya deaktivasi katalis, yaitu (Fogler, 1999):

a. Deaktivasi karena *sintering* (*Aging*)

Deaktivasi katalis yang terjadi karena katalis kehilangan luas permukaan aktif. Berkurangnya luas permukaan ini bisa dikarenakan suhu yang terlalu tinggi, agglomerasi katalis, dan tertutupnya permukaan katalis. *Sintering* dapat dihindari dengan mengoperasikan suhu dibawah 40% *melting point* padatan katalis.

b. Deaktivasi karena *coking* atau *fouling*

Terjadi karena terdapatnya *coke* atau material yang menutupi permukaan pori-pori katalis. *Coking* dapat diatasi dengan menaikkan tekanan. *Coking* akan mempengaruhi kecepatan deaktivasi yang disebabkan adanya proses difusi karbon ke dalam pori-pori katalis Ni dengan ditandai terbentuknya deposit karbon (Ermakova, 1999).

c. Deaktivasi karena *poisoning*

Terjadi karena terdapatnya senyawa yang bersifat racun katalis. Senyawa ini ditemukan karena terbawa pada saat *fresh feed*, atau karena terbentuk pada saat reaksi, misalnya kandungan sulfur dalam metana.

2.6 Preparasi Katalis Dengan Metode Sol-Gel

Saat ini teknik preparasi katalis telah berkembang demikian pesat seiring dengan perkembangan tuntutan karakterisasi dari suatu katalis, karena salah satu faktor penentu sifat dari katalis adalah metode preparasi yang digunakannya. Teknik preparasi katalis akan sangat menentukan transformasi yang dialami dari semula larutan prekursor sampai menjadi katalis.

Sol merupakan partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid, sedangkan *gel* adalah suatu padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa tersebut akan saling terdispersi dan memiliki jaringan internal. Proses *sol-gel* didefinisikan sebagai sintesis jaringan anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan dengan suhu yang rendah. Dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloidal (*sol*) membentuk fasa cair kontinyu (*gel*).

Aplikasi proses *sol-gel* ini telah digunakan secara luas. Sebagian besar produk *sol-gel* adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti: lapisan film tipis, serat keramik, membran anorganik berpori, keramik monolitik, dan aerogel.

2.7 Teknik Pelapisan *Dip Coating*

Ada beberapa teknik yang dapat digunakan untuk pelapisan katalis untuk membentuk lapisan tipis (*thin film*) yang disebut dengan teknik pelapisan (*coating*) antara lain: pencelupan (*dip-coating*), *spin coating*, dan *spraying*. Coating ini diterapkan

pada material yang disebut sebagai substrat. Pada penelitian ini digunakan metode pelapisan dengan cara pencelupan atau *dip coating*.

Teknik *dip-coating* merupakan teknik pelapisan sol-gel yang paling sederhana. Teknik *dip-coating* adalah proses dimana substrat yang akan dilapisi dicelup ke dalam larutan sol dan diangkat dengan kecepatan tertentu pada suhu dan kondisi atmosfer yang terkontrol. Metode ini telah luas digunakan terutama untuk mendapatkan lapisan yang seragam dengan ketebalan kurang lebih 100 nm. Pelapisan katalis film pada membran dilakukan dengan metode ini karena katalis yang dihasilkan relatif tipis.

Katalis yang terdeposisi pada kawat diusahakan setipis mungkin agar *pressure drop* dalam reaktor dapat dihindari. Ketebalan lapisan yang dihasilkan dari metode *dip-coating* merupakan fungsi dari beberapa variabel, yaitu: viskositas, kecepatan pengangkatan, tegangan permukaan cairan-udara, dan gravitasi. Cara yang paling mudah untuk mendapatkan variasi ketebalan adalah dengan mengatur kecepatan pengangkatan. Korelasi antara variabel tersebut dapat dilihat pada persamaan berikut:

$$h = 0.94 \times \frac{(\eta \times v)^{2/3}}{g^{1/6} (\rho \times g)^{1/2}} \quad (2.2)$$

dimana: h = ketebalan lapisan
 η = viskositas
 v = kecepatan pengangkatan
 γ = tegangan permukaan
 ρ = densitas
 g = percepatan gravitasi

Prosedur *dip-coating* secara umum dibagi menjadi tiga tahap, yaitu:

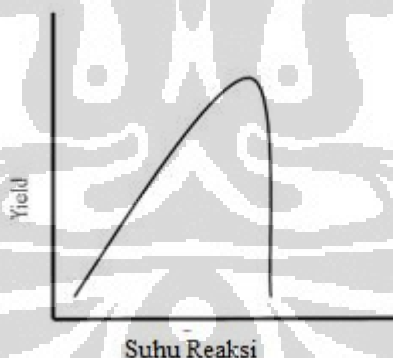
- pencelupan material yang akan dilapisi ke dalam sol,
- pengangkatan material dari larutan sol, dan
- pengeringan sol, air, dan alkohol berlebih.

Prosedur tersebut dapat diulang beberapa kali untuk mendapatkan ketebalan lapisan yang diinginkan.

2.8 Suhu Reaksi

Reaksi dekomposisi katalitik metana terjadi pada suhu yang tinggi. suhu terbukti mempengaruhi hasil reaksi baik kualitas maupun kuantitas nanokarbonnya. Laju reaksi kimia, termasuk reaksi dekomposisi metana, akan bertambah seiring naiknya suhu sampai kondisi kesetimbangan tercapai. Pada kondisi kesetimbangan, dicapai konversi kesetimbangan, yaitu konversi ideal yang dapat dicapai suatu reaksi pada saat suhu dan tekanan tertentu. Kesetimbangan akan bergeser ke arah reaksi yang menyerap kalor (endoterm). Jadi, semakin tinggi suhu maka metana akan semakin cepat terdekomposisi.

Namun, pada suhu yang tinggi membuat katalis lebih mudah mengalami *sintering* dan semakin banyak karbon yang terbentuk maka deaktivasi katalis juga semakin cepat terjadi. Hal ini karena suhu sangat berpengaruh pada aktivitas katalis atau waktu hidup katalis. Akan tetapi, suhu rendah tidak cocok untuk proses dekomposisi metana karena waktu reaksi yang lama akibat pengurangan konversi metana. Berikut ini akan dijelaskan hubungan antara suhu reaksi terhadap yield produk yang terbentuk.



Gambar 2. 4. Perbandingan Yield Produk terhadap Suhu Reaksi (Yulianti, 2009)

Gambar 2.4 menunjukkan jumlah yield karbon yang dihasilkan dengan penambahan suhu. Reaksi dekomposisi akan meningkat terus dengan pertambahan suhu, dimana sampai mencapai suhu maksimal tertentu, yield karbon akan berkurang drastis. Hal ini dikarenakan katalis telah mencapai titik kejenuhannya terhadap karbon dan mengalami deaktivasi. Pertimbangan lain

pada pemilihan suhu reaksi adalah untuk memproduksi morfologi nanokarbon yang diinginkan.

Hasil uji produk membuktikan bahwa karbon jenis *nanotube*, yang menjadi tujuan dari penelitian ini, hanya akan terbentuk pada suhu lebih tinggi daripada suhu terbentuknya karbon *nanofiber* pada umumnya. Selain itu, karbon yang terbentuk pada suhu yang lebih tinggi akan mempunyai bentuk yang lebih teratur dengan ketebalan yang seragam. Pertambahan suhu juga akan menyebabkan diameter dan ketebalan dinding dari *nanotube* yang telah terbentuk semakin mengecil, sedangkan yang diharapkan adalah CNT dengan dinding yang tebal (Yulianti, 2009). Semua hal ini membuat tidak ada suhu tertentu yang mutlak untuk reaksi ini. suhu optimal untuk reaksi dekomposisi metana agar terbentuk produk CNT yang diharapkan berada pada suhu antara 700 °C -800°C.

2.9 Space Time

Space time adalah waktu yg diperlukan oleh suatu zat berada dalam kolom.

$$\tau = \frac{V}{v} \quad (2.3)$$

Dimana V adalah volume kolom (m³) dan v adalah laju volumetric (m³/s).

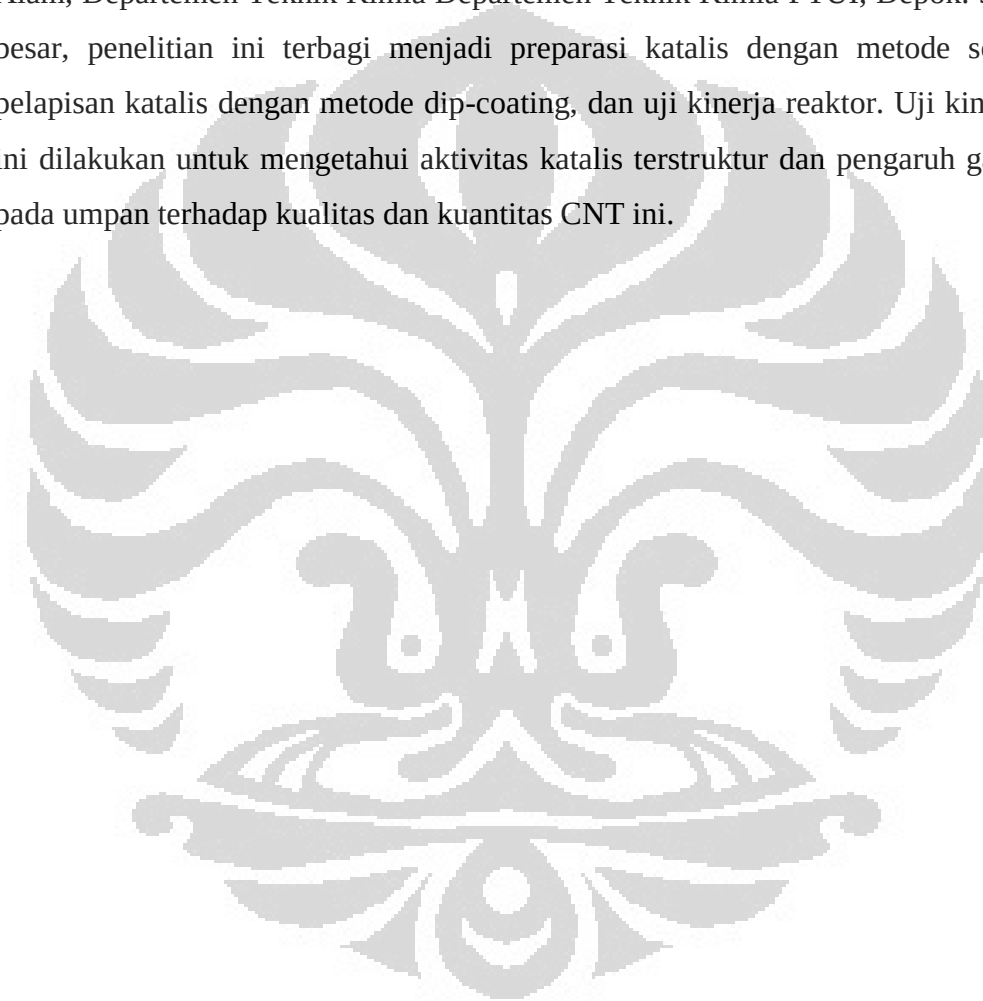
Jika kolom itu adalah reaktor, maka definisi ini identik dengan *residence time*. Dan jika reaktor tersebut merupakan reaktor katalitik dengan katalis padat, maka *space time* bisa dinyatakan dlm W/Freaktan, dimana F adalah laju alir molar, bukan laju volumetrik. Namun untuk reaktan tunggal fasa gas, hal itu sama saja, karena mol sebanding dengan volum pada fasa gas. Semakin besar W/F, maka konversi juga akan semakin besar karena waktu kontak antara reaktan dengan katalis semakin lama sehingga kesempatan reaktan untuk saling bertemu dan bereaksi semakin besar. Akan tetapi, suatu saat konversi akan konstan meskipun W/F semakin diperbesar. Kejadian ini dimungkinkan karena reaktan yang tersisa sudah tidak mampu lagi untuk bereaksi lebih lanjut, karena telah mencapai konversi kesetimbangan.

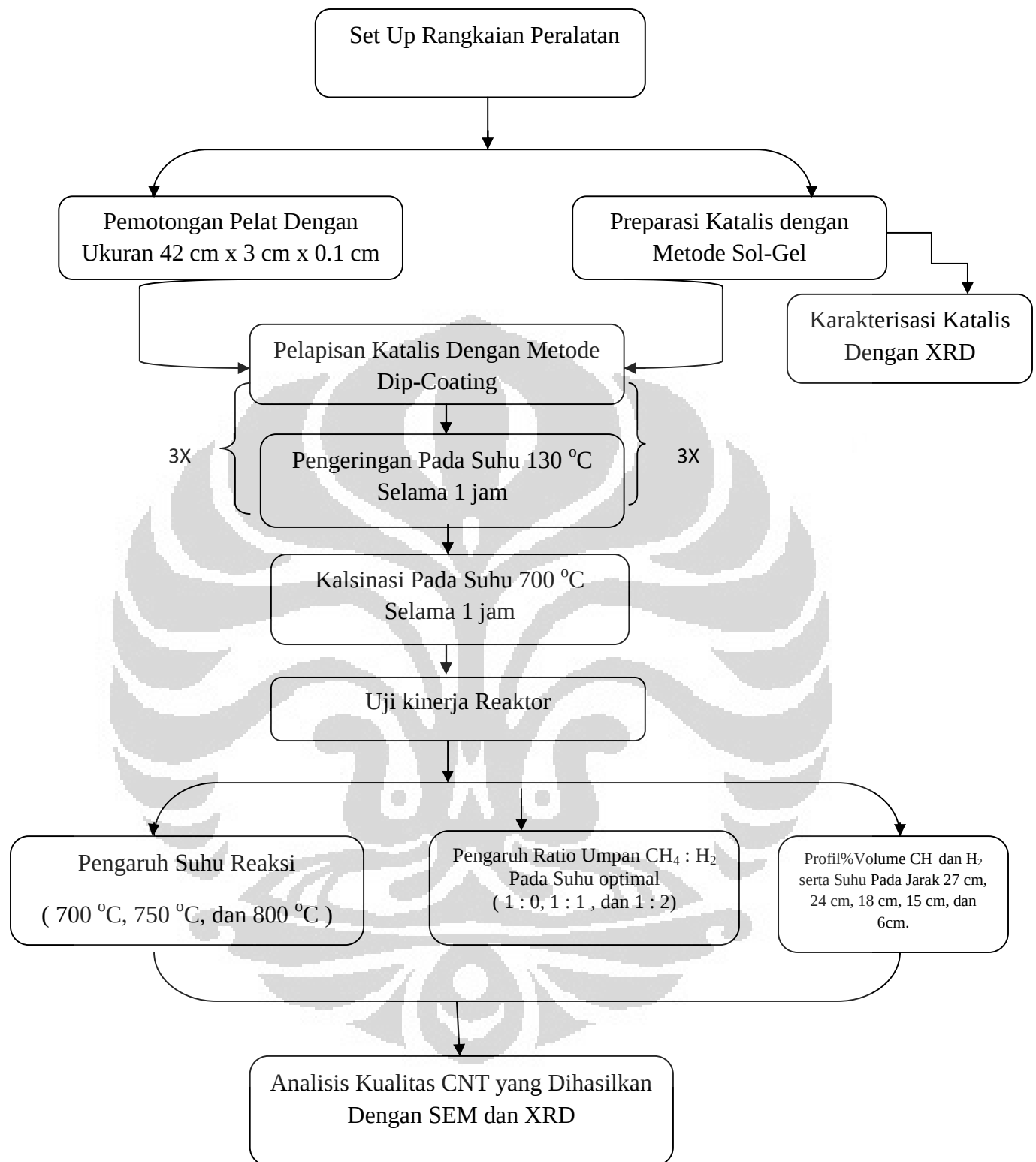
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tahap Penelitian

Penelitian akan dilakukan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam, Departemen Teknik Kimia Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok. Secara garis besar, penelitian ini terbagi menjadi preparasi katalis dengan metode sol-gel serta pelapisan katalis dengan metode dip-coating, dan uji kinerja reaktor. Uji kinerja reaktor ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas katalis terstruktur dan pengaruh gas hidrogen pada umpan terhadap kualitas dan kuantitas CNT ini.





Gambar 3. 1 Diagram Produksi CNT Dengan Penambahan Gas Hidrogen Pada Umpan

3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan selama penelitian adalah sebagai berikut:

Untuk Preparasi Katalis

- *Beaker Glass*
- Gelas ukur
- Spatula
- *Waterbath*
- Timbangan
- Cawan keramik
- *Integrator*
- *Magnetic Stirrer*
- *Digital Atmospheric Furnace*

Untuk *set-up* reaktor:

- Tabung *stainless steel*
- *Tube Furnace*
- Lempeng baja *stainless-steel*
- Termokopel
- GC (*Gas Chromathography*)
- *Flowmeter* dengan *mass flow controller*

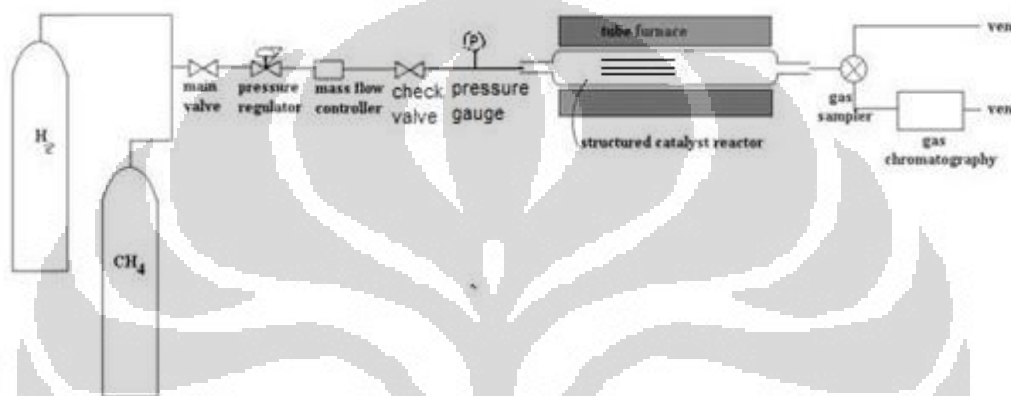
Bahan-bahan yang digunakan:

- Nickel nitrate hexahydrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Merck
- Aluminium nitrate trihydrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Merck
- Copper nitrate nonahydrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, Merck
- Citric Acid, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, JT Baker
- *Deionized (demineralized) water*
- Gas metana
- GasHidrogen

3.3. Prosedur Penelitian

Tahap 1 : Set-up Rangkaian Peralatan

1. Merangkai peralatan yang akan dipakai dan menyambung peralatan tersebut: Tabung gas, mass flow meter, mass flow controller, reaktor, aliran vent, GC dengan reaktor.
2. Mengkalibrasi laju alir *mass flow controller* dan mengkalibrasi GC .



Gambar 3. 2Set-up Rangkaian Reaktor

Tahap 2 : Kalibrasi Alat

Sebelum dilakukan uji aktivitas katalis, dilakukan kalibrasi gas kromatografi dan *mass flow controller*. Kalibrasi gas kromatografi dilakukan untuk menentukan *retention time* dari gas umpan dan gas produk serta kuantitas gas yang dihasilkan. Kalibrasi gas kromatografi ini dilakukan dengan menginjeksikan gas secara langsung ke GC dengan menggunakan *syringe* dan dengan melewati reaktor kosong menuju ke GC.

Kalibrasi *mass flow controller* dilakukan untuk mengetahui laju alir yang sebenarnya dari angka yang tertera di *mass flow controller*. Kalibrasi ini dilakukan dengan mengalirkan gas umpan, yaitu metana ke *bubble soap* sesuai dengan laju alir yang tertera pada *mass flow controller*. Lamanya waktu yang dibutuhkan oleh gelembung udara melewati jarak tertentu dapat dikonversikan menjadi besaran laju alir.

Tahap 3: Pembentukan konfigurasi pelat

Untuk proses pembentukan konfigurasi pelat dilakukan dengan cara memotong pelat sesuai dengan panjang dan lebar yang dibutuhkan pada reaktor katalis terstruktur, yaitu 42cm x 3cm x 0.1 cm. Dalam 1 kali reaksi, dibutuhkan 2 buah pelat yang disusun parallel pada reaktor (gambar 3.2). Penggunaan pelat pada reaksi hanya digunakan satu kali sehingga untuk penelitian ini dibutuhkan minimal 22 pelat.

Tahap 4: Preparasi katalis dengan metode *sol-gel*

Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis Ni/Cu/Al yang dipreparasi dengan metode sol-gel sebagai berikut:

1. Seluruh logam nitrat yang terdiri dari 477 gram $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 107,37 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan 166,72 gram $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam *deionized water* sebanyak 2000 ml.
2. Asam sitrat sebanyak 850,59 gram ditambahkan ke dalam larutan tersebut.
3. Larutan diaduk selama 1 jam pada suhu 80°C hingga membentuk larutan sol yang sangat *viscous* (kental).

Tahap 4: Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis dilakukan dengan melakukan analisa XRD untuk mengkarakterisasi komponen kristalinitas dan senyawa yang terbentuk.

Tahap 5 : Pelapisan katalis dengan metode *dip-coating*

1. Pelat yang telah dibentuk kemudian dilakukan pengamplasan di kedua permukaan, kemudian pelat direndam di dalam aseton untuk menghilangkan pengotornya, lalu dicuci dengan air untuk membilas aseton yang masih menempel di permukaan pelat, kemudian dikeringkan.
2. Pelat direndam dalam larutan asam nitrat untuk menciptakan lapisan nitrat (seperti nikel nitrat) pada permukaan pelat yang lebih cocok dan reaktif dengan prekursor katalis nitrat lalu dikeringkan
3. Menimbang berat awal substrat (W_0)

4. Substrat direndam dalam larutan katalis *sol-gel*.
5. Substrat diangkat dengan kecepatan konstan dengan menggunakan *integrator* lalu dikeringkan di dalam *digital atmospheric furnace* pada suhu 130 °C selama 1 jam.
6. Menimbang berat substrat (W_1)
7. Mengulang prosedur nomor 3 s/d 5 beberapa kali agar *loading* katalis yang melekat pada kawat lebih besar.
8. Substrat dikeringkan dan kemudian dikalsinasi pada suhu 700°C
9. Menimbang berat akhir substrat (W_t)

Tahap 6: Uji kinerja reaktor dan karakterisasi produk nano karbon

Uji kinerja produksi dilakukan setelah katalis dibuat dan kalibrasi dilakukan. Uji kinerja reaktor dilakukan pada tekanan tetap, beberapa variasi temperatur dan ratio gas umpan. Adapun tahapannya sebagai berikut:

1. Menimbang berat pelat yang telah dilapisi katalis.
2. Memasukkan katalis terstruktur dalam reaktor
3. Set suhu reaksi dalam tube furnace pada suhu 700 °C.
4. Mengalirkan gas hidrogen pada suhu atmosferik, dengan laju alir 50 cc/min selama 30 menit (untuk reduksi pada katalis)
5. Mengalirkan umpan metana pada suhu atmosferik, dengan laju alir disesuaikan dengan besar *loading* katalis pada pelat terhadap *space time* 0.006 gr min/ml.
6. Menimbang berat pelat setelah produksi dan reaksi dihentikan, menghitung berat CNT yang telah terbentuk dan menempel pada katalis terstruktur.
7. Mengulang langkah 1-8 dengan perubahan pada langkah 3, yaitu dengan mengubah variasi suhu menjadi 750°C dan 800°C dengan besar laju alir dihitung seperti langkah 4.

8. Penentuan Suhu Optimal Berdasarkan Analisis TEM, XRD, %Konversi Metana, % Kemurnian Hidrogen, dan Yield Karbon.

Konversi metana didefinisikan sebagai persentase metana yang bereaksi terhadap metana yang dimasukkan ke reaktor.

$$X_{CH_4} = \frac{[(CH_4 in) - (CH_4 out)]}{(CH_4 in)} \times 100\% \quad (3.1)$$

Yield dan selektivitas (kemurnian) untuk hidrogen dan *nanotube* karbon dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

$$Yield C = \frac{\text{massa karbon yang dihasilkan}}{\text{masa katalis}} \times 100\% \quad (3.2)$$

$$Selektivitas H_2 = \frac{[H_2]_{produk}}{total produk} \times 100\% \quad (3.3)$$

9. Mengulang langkah 1-8 dengan perubahan pada langkah 5, yaitu dengan mengubah variasi rasio gas umpan $CH_4 : H_2$ sebesar 1:0, 1:1, dan 1:2 dan dengan dua variasi suhu yang paling optimal dari hasil uji kinerja untuk variasi suhu.
10. Mengambil data gas dari reaktor tiap jarak tertentu pada semua ratio dengan menyuntikan ke GC (untuk profil Konsentrasi dan %Volume gas CH_4 dan H_2)
11. Karakterisasi produk karbon yang dihasilkan. Karakterisasi produk karbon nanotube diperlukan untuk mengetahui properti nanokarbon yang dihasilkan seperti diameter nanotube. Karakterisasi yang dilakukan adalah dengan TEM (*Transmission Electron Microscopy* dan XRD).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Preparasi dan Karakterisasi Katalis

Substrat katalis terstruktur yang digunakan berupa pelat *stainless steel* tipe 316. Pelat ini berukuran 420 mm x 350 mm x 1 mm, dimana disesuaikan dengan ukuran panjang dan diameter reaktor yang digunakan. Penggunaan *stainless steel* dikarenakan bahan ini mempunyai ketahanan suhu $> 650\text{ }^{\circ}\text{C}$, sehingga ketika dilakukan reaksi pada suhu yang ditentukan ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, $800\text{ }^{\circ}\text{C}$) tidak akan meleleh dan bereaksi dengan katalis.

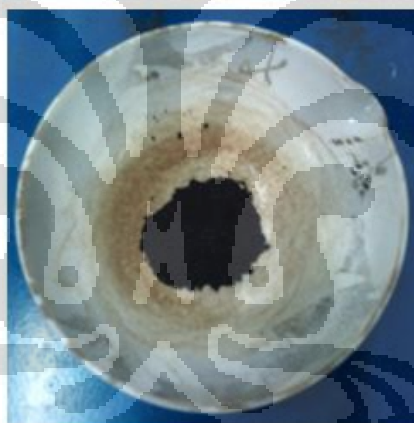
Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis Ni, Cu, Al dengan perbandingan komposisi katalis terbaik adalah 2 : 1 : 1 baik dari jumlah karbon yang didapat maupun dari kualitas karbon yang dihasilkan (Li, Yongdan., 2000; Chen, 2001; Chen, 2004). Metode preparasi katalis yang digunakan adalah metode sol-gel, yaitu dengan melarutkan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ke dalam air deionisasi pada suhu 80°C sehingga garam-garam nitrat tersebut larut dalam air dan membentuk ionnya.

Metode sol gel dipilih karena memiliki beberapa kelebihan antara lain stabilitas termal yang tinggi, tahanan pelarut yang tinggi, dan stabilitas mekanik yang tinggi (Iskandar, 2010). Setelah semua bahan larut, kemudian ditambahkan asam nitrat ke dalam larutan, dimana fungsi penambahan ini sebagai agen pengompleks yang berpengaruh terhadap diameter dan bentuk dari nanokarbon yang terbentuk pada reaksi. Proses pelarutan ini dilakukan dengan menggunakan *hot plate* pada suhu 80°C dan *magnetic stirrer* untuk mempercepat proses pelarutan. Larutan katalis yang terbentuk berwarna hijau tua seperti Gambar 4.1



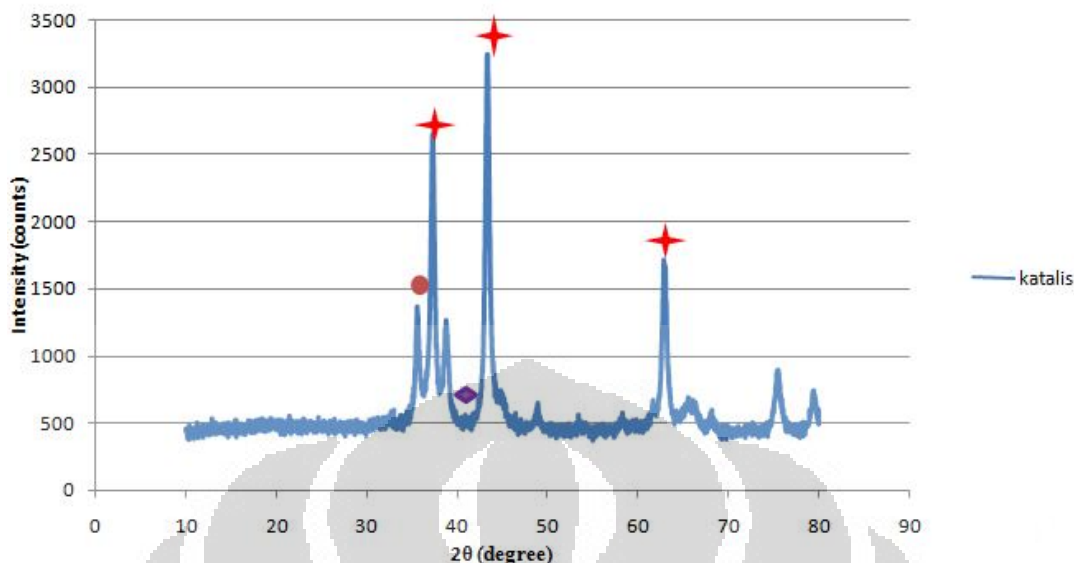
Gambar 4. 1 Larutan Katalis Ni-Cu-Al

Selanjutnya, larutan katalis ini selain digunakan untuk metode *dip-coating* pada pelat, juga digunakan untuk karakterisasi katalis, dimana sampelnya adalah larutan katalis yang sudah dibentuk menjadi bubuk seperti ditunjukkan Gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Katalis Ni-Cu-Al Berbentuk Serbuk

Katalis yang berbentuk bubuk ini kemudian dilakukan analisis XRD untuk mengetahui senyawa yang terdapat di dalamnya. Dari hasil analisis XRD, terdapat peak yang menunjukkan bahwa pada katalis terdapat senyawa NiO, CuAlO, dan CuO. Seharusnya juga terdapat senyawa Al₂O₃ di dalam katalis, namun tidak dapat dideteksi karena senyawa Al₂O₃ memiliki angle ($^{\circ}2\theta$) yang lebih besar dari 80 $^{\circ}$.



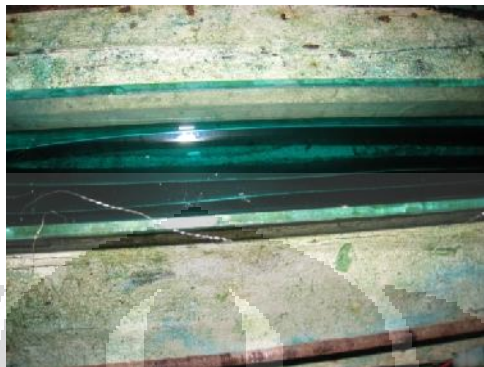
Gambar 4. 3 Hasil XRD Pada Katalis Ni-Cu-Al (+ = NiO , ● = CuO, ◆ = CuAlO)

4.2 Pelapisan Katalis Pada Pelat Sejajar

Pelapisan katalis pada pelat sejajar yang digunakan menggunakan metode *dip-coating* atau pencelupan dengan larutan sol-gel katalis Ni-Cu-Al yang sudah dibuat. Sebelum dilakukan pencelupan, pelat yang sudah dipotong sesuai ukuran kemudian diampelas kedua permukaannya untuk mengasaskan permukaan pelat. Pengasaran ini dilakukan dengan tujuan agar katalis dapat menempel secara sempurna dan merata pada pelat. Pelat ini kemudian direndam dengan aseton untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada pelat. Setelah dilakukan perendaman aseton, pelat ini kemudian dioksidasi pada larutan Asam Sitrat 4 M selama 30 menit. Oksidasi bertujuan untuk membentuk gugus yang mengandung oksigen (dapat berupa hidroksil atau karbonil) yang berfungsi sebagai situs penjangkaran (*anchoring site*) sehingga prekursor nikel dapat berlabuh pada permukaan *pelat* (Amalia, 2011). Sehingga, kombinasi pengasaran pelat dengan dua cara, yaitu pengamplasan dan oksidasi diharapkan dapat membuat prekursor nikel menempel dengan sempurna pada permukaan pelat. Pelat ini kemudian dikeringkan dan diukur beratnya (W_0).

Pelapisan larutan *sol-gel* katalis pada substrat pelat dilakukan dengan metode *dip-coating*. Pertama kali substrat pelat dicelupkan ke dalam wadah yang berisi larutan *sol-gel* katalis selama 30 menit dan pastikan semua permukaan pelat terendam sempurna sehingga terbentuk lapisan film tipis pada permukaan pelat. Setelah 30 menit maka

substrat pelat diangkat dengan menggunakan integrator dengan kecepatan konstan yaitu 1mm/detik. Kecepatan pengangkatan yang konstan bertujuan agar larutan terlapis secara merata pada permukaan pelat.



Gambar 4. 4 Proses Perendaman Pelat

Selanjutnya pelat yang sudah terlapisi dimasukan ke dalam *digital furnace* selama 1 jam pada suhu 130 °C dengan maksud untuk menghilangkan sebagian kandungan air yang terdapat dalam larutan. Setelah 1 jam, pelat kemudian ditimbang beratnya untuk mengetahui besar *loading* katalis pada pelat dan dicatat sebagai W_1 . Pelat ini kemudian dicelupkan lagi dan dikeringkan lagi secara berulang kali hingga pertambahan berat *loading* katalis tidak bertambah sehingga dianggap *loading* katalis sudah mencapai titik maksimal. Pada penelitian ini, perulangan prosedur *dip-coating* dilakukan sebanyak 3x, sehingga di dapat W_1 , W_2 , dan W_3 .

Setelah dilakukan tiga kali pencelupan pelat ini kemudian di kalsinasi pada *digital furnace* pada suhu 700 °C dan suhu dinaikan pada *furnace* dilakukan secara bertahap. Kalsinasi juga dilakukan untuk menjaga lapisan film katalis yang telah terbentuk pada pelat lebih kuat, tidak mudah rontok, dan struktur morfologi katalis tidak berubah meskipun katalis tidak langsung digunakan untuk reaksi dekomposisi katalitik metana. Setelah dikalsinasi, pelat kemudian ditimbang lagi sebagai W_4 . Besar berat W_4 akan lebih kecil dibanding dengan W_3 hal ini dikarenakan kandungan air pada pelat sudah menguap semua sehingga yang tersisa hanya NiO, CuO, dan Al_2O_3 pada pelat. W_5 pada percobaan adalah selisih antara berat pelat setelah kalsinasi dengan berat awal pelat. Selisih berat ini menunjukkan besar *loading* yang menempel pada katalis. Kualitas pelapisan katalis dapat dilihat pada table dibawah ini.

Table 4. 1 Kualitas Pelapisan Katalis

Percobaan <i>Loading</i>	Suhu (°C)		
	700	750	800
W ₀ (g)	238,94	234,44	225,26
W ₁ (g)	239,08	234.61	225,41
W ₂ (g)	239,13	234.62	225,67
W ₃ (g)	239,34	234.85	225,65
Tkalsinasi (°C)	700		
W ₄ (g)	239,08	234.55	225,37
W ₅ (g)	0,14	0,11	0,11

4.3 Uji Kinerja Reaktor Katalis Terstruktur Pelat Sejajar Selama 5 Jam

Pengujian kinerja reaktor katalis terstruktur ini dilakukan selama 5 jam reaksi dan dengan menggunakan beberapa variasi antara lain suhu (700 °C, 750 °C, 800 °C) dan ratio umpan CH₄ : H₂ (1 : 0 ; 1 :1 ; 1 :2). Waktu reaksi selama 5 jam dipilih karena pada rentang waktu tersebut konversi CH₄ cukup stabil dan mulai menurun pada waktu setelah 5 jam (Wandawa, 2012). Pada saat menaikkan suhu, gas Nitrogen (N₂) dialirkan ke dalam reaktor selama 30 menit sebesar 50 cc/min. Tujuannya adalah untuk menghilangkan gas Oksigen (O₂) yang dapat memicu reaksi pembakaran di dalam reaktor. Reaksi pembakaran atau *combustion* dihindari dikarenakan dapat menyebabkan terganggunya proses penumbuhan CNT. (Najma, 2012).

Langkah selanjutnya, sebelum dialirkan gas umpan, dilakukan proses reduksi katalis selama 30 menit dengan mengalirkan gas Hidrogen (H₂) sebesar 50cc/min ke dalam reaktor. Proses reduksi dilakukan ketika suhu sudah mencapai yang diinginkan. Tujuan dilakukannya reduksi katalis yaitu untuk mereduksi NiO, CuO, dan Al₂O₃ (Gambar 4.3) yang terbentuk saat kalsinasi pada proses pelapisan katalis sehingga didapatkan unsur Ni, Cu, dan Al sesuai dengan yang diinginkan untuk reaksi. Dengan terbentuknya unsur Ni, Cu, Al ini maka ukuran inti aktif katalis menjadi lebih kecil dan diameter nanokarbon yang terbentuk menjadi lebih kecil (Iskandar, 2009).

Data yang diperoleh pada reaksi ini adalah gas keluaran reaktor yang di-*inject* secara *online* ke dalam GC serta aliran keluar gas hasil reaksi dari reaktor yang disambungkan ke dalam *bubble*. Hasil keluaran dari reaktor berupa gas dialirkan secara *online* ke GC untuk mengetahui komposisinya dengan data *peak area* yang diberikan. Gas yang terdeteksi adalah hidrogen sebagai produk utama proses dekomposisi metana, serta metana yang tidak bereaksi dan ikut terbuang ke aliran keluaran. Sedangkan hasil berupa karbon (fasa solid) akan terdeposisi pada katalis terstruktur dalam reaktor.

4.3.1 Pengaruh Variasi Suhu

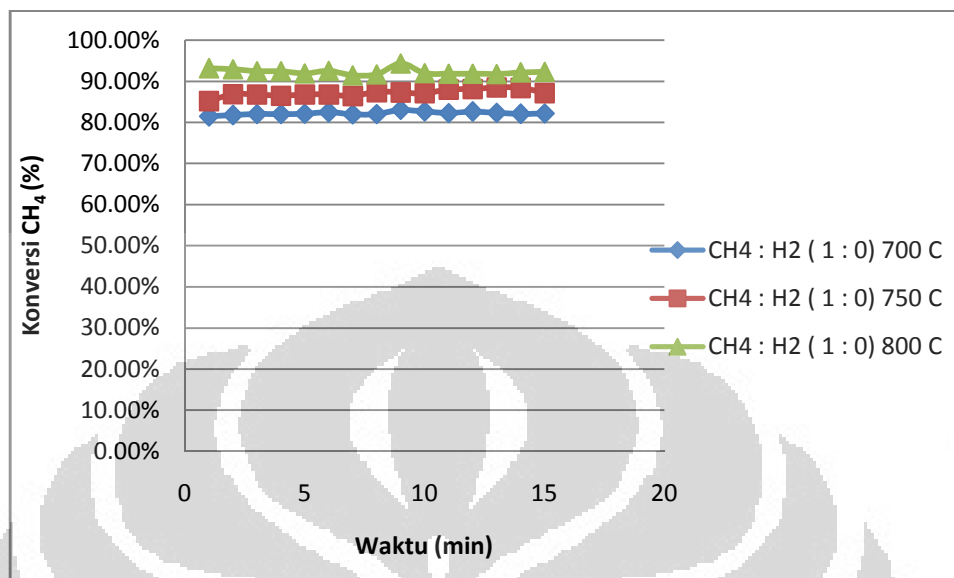
Pada penelitian ini, untuk menentukan suhu yang optimal untuk proses dekomposisi metana diawali dengan memvariasikan suhu reaksi sebesar (700°C, 750°C, 800°C). Suhu ini dipilih dikarenakan suhu penumbuhan CNT yang baik ada pada rentang 650°C - 800°C (Seidel, 2003). Dimana, variasi suhu ini dilakukan dengan menggunakan gas umpan CH₄ murni saja dan laju alir gas (*flow*) yang digunakan berdasarkan hubungan antara *space time* dan *loading* katalis pada pelat. Hubungan antara *flow*, *space time*, dan *loading* katalis sudah dijelaskan pada bab II, persamaan (2.3). *Space time* yang digunakan adalah sebesar 0,006 dimana nilai ini merupakan yang paling optimal untuk reaksi dekomposisi katalitik metana pada reaktor katalis pelat terstruktur (Wandawa, 2012). *Flow* yang digunakan berkisar antara 16.667 cc/min – 20 cc/min dengan *loading* katalis sebesar 0.1 – 0.12 gram.

Kemudian setelah dilakukan pengukuran besar nilai *flow*, selanjutnya dilakukan proses reaksi dekomposisi katalitik metana dengan mengalirkan gas metana ke dalam reaktor selama 5 jam. Pemilihan suhu yang optimal berdasarkan beberapa hal, antara lain : Besar persentase konversi metana (% konversi CH₄), besar kemurnian hidrogen, besar *yield* hidrogen, dan hasil analisis dengan TEM dan XRD terhadap CNT yang dihasilkan.

4.3.1.1 Pengaruh Suhu Terhadap Persentase Konversi CH₄

Konversi metana menunjukkan seberapa banyak metana yang terkonversi menjadi produk, baik utama (hidrogen dan karbon) maupun sampingan (karbon monoksida dan karbon dioksida, bila terbentuk). Produk-produk berupa gas dapat dideteksi dari GC. Konversi metana dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1. Selama penelitian, gas yang dideteksi oleh GC hanyalah hidrogen dan metana. Berarti proses dalam reaktor

katalis terstruktur tidak menghasilkan produk sampingan berupa karbon monoksida maupun karbon dioksida.



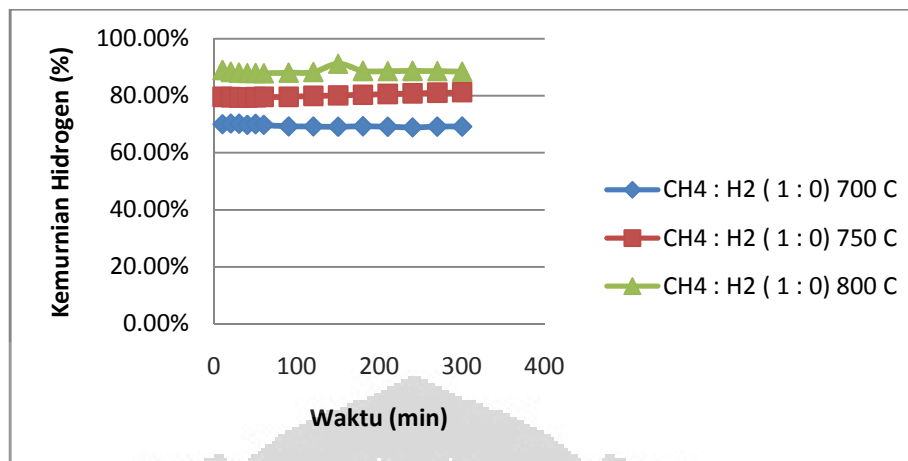
Gambar 4. 5 Pengaruh Suhu Terhadap % Konversi CH₄ Rasio CH₄ : H₂ = 1 : 0 (P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

Gambar 4.5 menunjukkan nilai persentase konversi CH₄ terbesar ada pada suhu reaksi 800 °C , yaitu 94,30% dengan rata-rata konversi CH₄ sebesar 92,28%. Pengujian pada suhu 750 °C menghasilkan konversi CH₄ maksimum sebesar 88,47%, dengan nilai rata-rata sebesar 87.11%. Sedangkan pada pengujian pada suhu 700 °C di dapat hasil maksimum sebesar 83.01% dan besar rata-rata konversi CH₄ sebesar 82.17%.

Secara termodinamika, makin tinggi suhu reaksi, makin besar konversi metana untuk terdekomposisi menjadi karbon dan hidrogen. Selain itu, pada 5 jam reaksi yang dilakukan terlihat besar nilai konversi cukup stabil dan belum terjadi penurunan, maka pada rentang waktu ini katalis yang digunakan masih aktif dan belum terdeaktivasi oleh karbon yang terbentuk.

4.3.1.2 Pengaruh Suhu Pada Kemurnian Hidrogen

Kemurnian hidrogen adalah rasio antara volume hidrogen pada keluaran terhadap volume total keluaran. Parameter ini dapat menentukan berapa banyak hidrogen yang terbentuk.

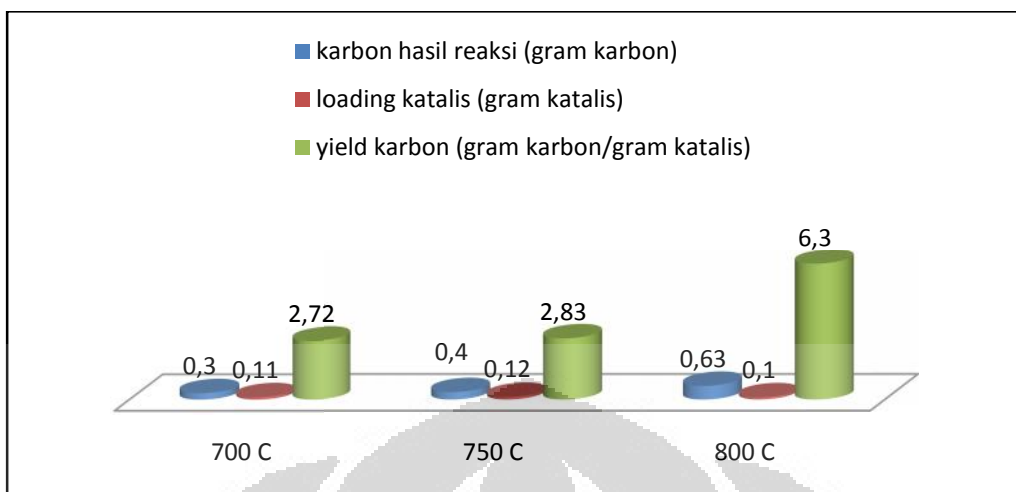


Gambar 4. 6 Kemurnian Hidrogen Pada Variasi Suhu ($P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Dari Gambar 4.6, pada suhu 700 °C besar kemurnian hidrogen maksimum adalah 70,23% dengan rata-rata sebesar 69,52%, sedangkan pada suhu 750 °C nilai maksimumnya sebesar 81.14% dengan rata-rata 79,98% dan suhu 800 °C menunjukkan besar kemurnian hidrogen terbesar yaitu 91,20% dengan rata-rata sebesar 88,57%. Maka, semakin besar suhu reaksi akan semakin besar juga kemurnian hidrogen yang dihasilkan. Besar nilai kemurnian hidrogen juga sebanding dengan besar konversi metana yang dihasilkan reaksi.

4.3.1.3 Pengaruh Suhu Pada Yield Karbon

Yield karbon adalah banyaknya karbon yang terbentuk per berat katalis yang terpakai. Pada penelitian ini didapatkan hasil yield karbon yang bervariasi terhadap suhu reaksi pada waktu reaksi yang sama. Berikut ini adalah grafik gabungan nilai dari besar yield karbon dan berat katalis.

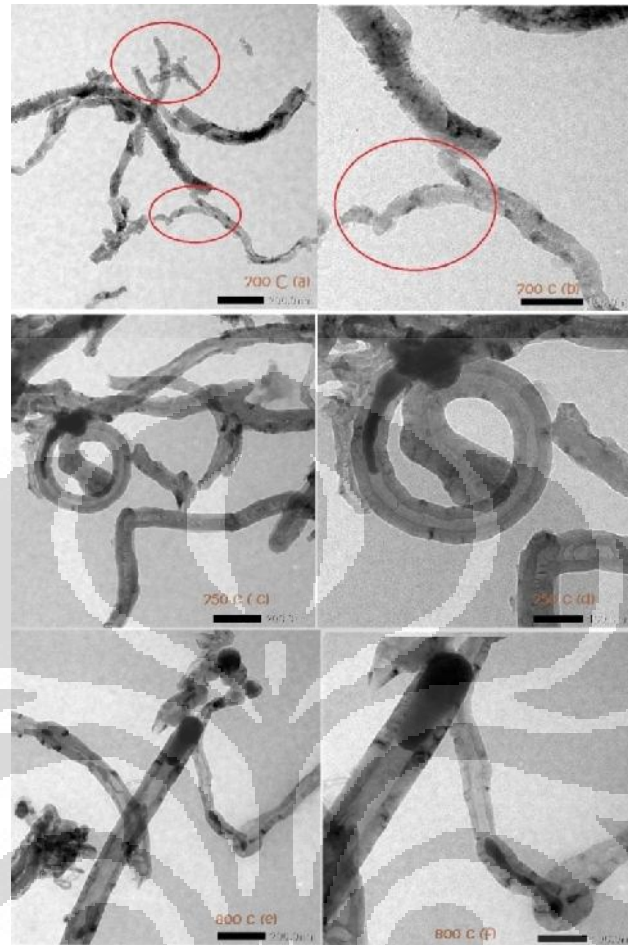


Gambar 4. 7 Besar Yield Karbon Pada Variasi Suhu ($P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Dari Gambar 4.7 terlihat, bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka, yield karbon yang dihasilkan juga akan semakin banyak. Hal ini dikarenakan dengan besar konversi CH_4 yang semakin besar seiring dengan kenaikan suhu reaksi. Hasil yield karbon terbesar di dapatkan pada suhu 800°C yaitu sebesar 6.3 gram dan yang terkecil didapat pada suhu 700°C yaitu sebesar 2.7272 gram. Setelah reaksi dihentikan, terlihat bahwa karbon terdeposisi pada tengah pelat, sedangkan pada ujung-ujung pelat sangat sedikit sekali karbon yang terdeposisi (lihat lampiran). Hal ini dikarenakan, panas dari suhu reaksi yang tidak merata pada pelat, dimana bagian tengah pelat merupakan titik suhu tertinggi dan ujung pelat merupakan yang terendah.

4.3.1.4 Pengaruh Suhu Terhadap CNT yang Terbentuk

Setelah proses dekomposisi katalitik metana dilakukan akan terbentuk deposit karbon pada pelat. Produk karbon yang dihasilkan ini kemudian dirontokan dan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengetahui kualitas CNT yang terbentuk dan *X-ray Diffraction* (XRD) . Gambar dibawah ini merupakan hasil karakterisasi TEM ketiga variasi suhu.



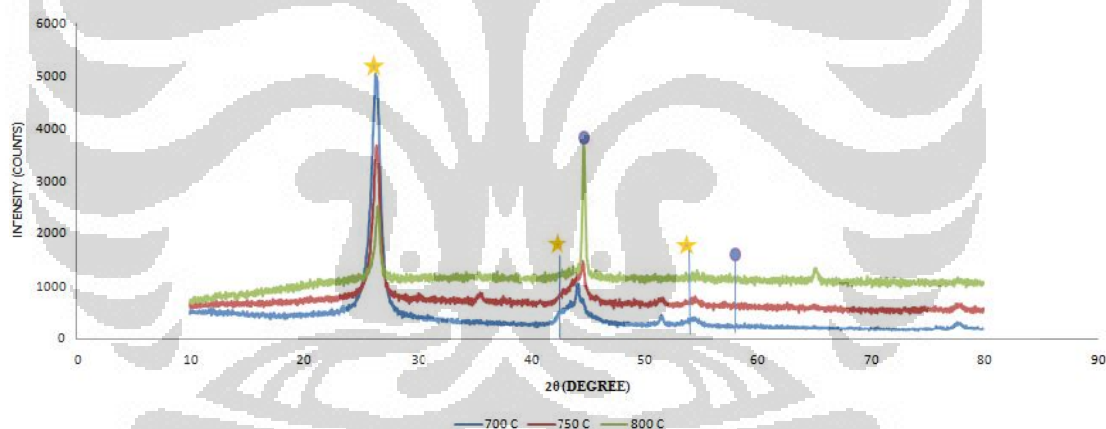
Gambar 4. 8 Hasil TEM Pada Variasi Suhu dengan perbesaran 200 nm dan 100 nm , yaitu 700 °C (a dan b) , 750 °C (c dan d), dan 800 °C (e dan f).

Dari hasil karakterisasi TEM pada Gambar 4.8 dapat diketahui ukuran diameter dan jenis CNT yang terbentuk. Pada suhu 700 °C jenis CNT yang terbentuk adalah Y-junction (pada gambar dilingkari warna merah). CNT *Y-junction* merupakan salah satu jenis yang jarang ditemukan sehingga tidak banyak literatur yang membahas mengenai jenis ini. Namun, CNT *Y-junction* memiliki sifat kelistrikan dan thermal yang baik sehingga merupakan material yang cukup potensial untuk pengembangan teknologi nano-elektronik (Zhu,2001 ; Luo, 2007). Besar ukuran diameter luar (D_{out}) dan Diameter dalam (D_{in}) CNT dari masing-masing suhu ada pada tabel 4.2.

Table 4. 2 Rangkuman Data Pada Variasi Suhu

Variasi Suhu (°C)	Konversi CH ₄ (avg) (%)	Kemurnian Hidrogen (%)	Yield Karbon (gram)	Diameter (nm)	
				D _{out} (nm)	D _{in} (nm)
700	82,17	87,7	4,89	37,5 -85	7.5 – 15
750	87,11	92,57	4,91	44 - 90	22 - 55,6
800	92,28	96,02	12,65	45 - 98	21,73 - 87

Sedangkan dari hasil karakterisasi XRD dapat dilihat CNT yang terbentuk dari besar peaknya. Adapun untuk besar peak CNT, yaitu 26 , 26.5 , 43, 44,175, 51.05, dan 54. Sedangkan *amorphous carbon* ada pada peak 45 dan 58,5 (Mopoung, 2011). Gambar 4.9 merupakan hasil karakterisasi XRD.

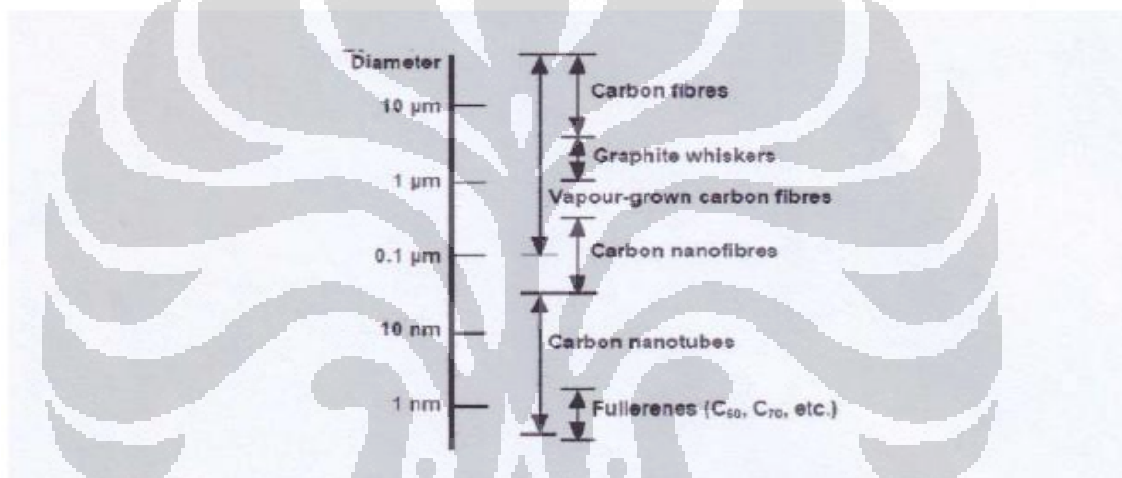


Gambar 4. 9 Hasil Karakterisasi XRD Pada Suhu 700 °C , 750 °C dan 800 °C (★ = peak CNT dan ● = *amorphous carbon*)

Dari Gambar 4.9 terlihat bahwa pada ketiga suhu terdapat *peak* CNT dan *amorphous carbon*. Hal ini menandakan karbon yang terbentuk strukturnya berupa CNT dan *amorphous carbon*. Namun, pada suhu 800 °C *peak amorphous carbon* ($2\theta = 45$ dan 58.5) memiliki besar intensitas tertinggi dan 700 °C yang terendah. Artinya, pada suhu 800 °C karbon yang dihasilkan lebih banyak karbon berbentuk amorf dan suhu 700 °C adalah yang paling sedikit menghasilkan amorf. Pada suhu 700 °C diperoleh intensitas tertinggi dari *peak* CNT ($2\theta = 26 - 26,5$) dan 800 °C memiliki intensitas *peak* CNT

terendah. Hal ini menunjukkan bahwa suhu 700 °C menghasilkan karbon berupa CNT yang terbanyak dan suhu 800 °C banyak menghasilkan karbon berupa *amorphous carbon*.

Dari pertimbangan-pertimbangan yang telah disebutkan diatas suhu 700 °C dan 750 °C dipilih sebagai suhu optimal yang digunakan pada reaksi selanjutnya. Hal ini dikarenakan pada suhu tersebut diameter yang dihasilkan lebih kecil dibandingkan suhu 800 °C. Dimana, besar ukuran diameter berbanding terbalik dengan kualitas CNT yang dihasilkan. Semakin kecil diameter, maka akan semakin baik kualitas yang dihasilkan. Gambar 4.10 merupakan literatur besar diameter nanokarbon yang diperoleh terhadap jenisnya. Dimana, dapat disimpulkan nanokarbon yang dihasilkan adalah CNT karena besar diameternya masuk ke dalam range besar diameter CNT pada gambar.



Gambar 4. 10 Perbandingan Besar Diameter Nanokarbon Terhadap Jenisnya. (Shaffer, 2009)

Pada suhu 800 °C, yield karbon yang dihasilkan adalah yang terbesar dikarenakan konversi CH₄ nya yang paling tinggi. Namun, karbon yang terdeposisi banyak dalam bentuk amorf. Berdasarkan hasil gambar TEM yang di dapat, pada suhu ini terdapat lebih banyak pengotor pada CNT yang terbentuk sehingga mengurangi kemurnian CNT. Hal ini diperkuat juga dari hasil karaktersiasi XRD yang telah dilakukan.

Selain itu, pada suhu 800 °C katalis Ni-Cu-Al akan cenderung beraglomerasi yang mengakibatkan diameter katalis akan membesar. Semakin membesarnya ukuran katalis, maka CNT yang dihasilkan juga akan semakin besar diameternya (Li, 2006). Menurut beberapa penelitian yang telah dilakukan suhu untuk penumbuhan CNT yang

terbaik ada pada rentang 500 °C s/d 750 °C, dimana suhu 700 °C menunjukkan hasil yang paling baik (Wulan, 2011).

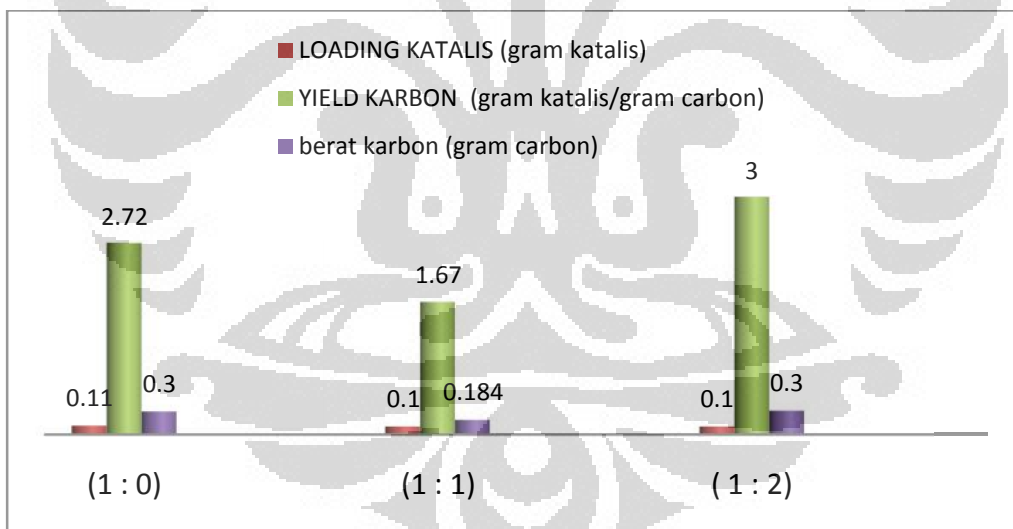
4.3.2 Pengaruh Ratio Umpan Terhadap Kualitas dan Kuantitas Hasil Produksi CNT

Pengaruh ratio umpan ini ditinjau dari *yield* karbon yang dihasilkan (data kuantitas) dan melakukan analisis CNT yang dihasilkan dengan menggunakan TEM dan XRD (data kualitas) berdasarkan suhu optimal yang telah dipilih sebelumnya. Dimana, semakin kecil diameter yang dihasilkan dan semakin sedikit *amorphous carbon* yang terbentuk maka semakin baik kualitasnya. Besar *yield* karbon tidak berhubungan dengan kualitas CNT yang dihasilkan.

4.3.2.1 Pengaruh Ratio Umpan Pada Suhu 700 °C

4.3.2.1.1 Yield Karbon

Gambar 4.11 menunjukkan perbandingan besar *yield* karbon pada variasi umpan di suhu 700 °C.



Gambar 4. 11 Perbandingan Besar *Yield* Karbon Pada Variasi Umpan Suhu 700 °C , P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL

Gas hidrogen pada umpan berfungsi untuk membersihkan permukaan aktif katalis dari *excess carbon* hasil dekomposisi metana. Tujuannya untuk mencegah terjadinya deaktivasi katalis. Deaktivasi katalis terjadi ketika katalis teracuni oleh *excess karbon*

yang menempel pada permukaan aktif katalis. Dengan terjadinya deaktivasi katalis dapat menyebabkan menurunnya yield karbon yang dihasilkan. (Rao, 2007)

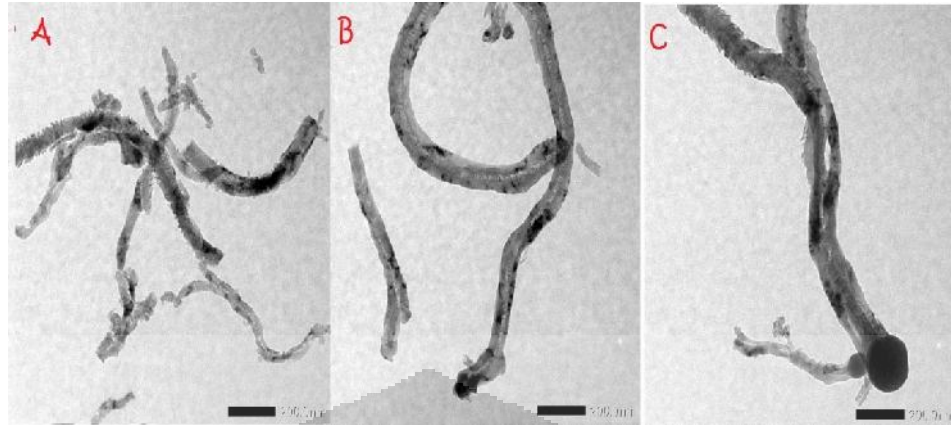
Ketidakmampuan gas hidrogen untuk mencegah terjadinya deaktivasi katalis terjadi pada hasil penelitian di ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ (Gambar 4.11). Terlihat pada ratio ini, yield karbon yang dihasilkan merupakan yang terendah. Hal ini disebabkan besar konsentrasi hidrogen yang bereaksi terlalu kecil sehingga tidak dapat mencegah terjadinya deaktivasi katalis. Oleh karena itu, deaktivasi katalis terjadi dan menyebabkan menurunnya yield yang dihasilkan,

Selain itu, pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1:0$ dengan ketiadaan gas hidrogen pada reaksi menghasilkan yield karbon yang lebih besar dari ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$, yaitu 2,72 gram karbon/gram katalis. Reaksi yang berlangsung dengan menggunakan hidrokarbon konsentrasi tinggi menyebabkan laju dekomposisi lebih cepat dibanding laju presipitasi karbon. Akibat dari cepatnya laju dekomposisi karbon, karbon yang terdepositasi akan semakin banyak (*excess carbon*). Hal ini menyebabkan yield yang dihasilkan akan semakin tinggi. Hasil ini sejalan dengan penelitian Valles, dimana semakin tinggi konsentrasi gas hidrokarbon yang ikut bereaksi maka yield karbon yang dihasilkan akan semakin tinggi. Namun, karbon yang dihasilkan akan banyak berupa *soot material*, seperti *amorphous carbon* dan *CNTs defect* (Valles, 2009)

Sedangkan, pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ jumlah yield karbon yang dihasilkan adalah yang tertinggi, yaitu 3 gram karbon/gram katalis. Besar konsentrasi gas yang bereaksi pada ratio ini lebih besar dua kali lipat dibandingkan ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$. Hal ini menunjukkan besar konsentrasasi gas hidrogen pada reaksi ini mampu mencegah deaktivasi katalis, sehingga dapat menghasilkan yield terbesar. Terdapat beberapa kemungkinan struktur dari yield karbon yang dihasilkan, diantaranya nanotube dan/atau defect CNT dan amorphous (Valles, 2009). Struktur dari yield yang dihasilkan dapat dianalisis dengan TEM dan XRD.

4.3.2.1.2 Analisis TEM dan XRD Hasil Deposisi Karbon

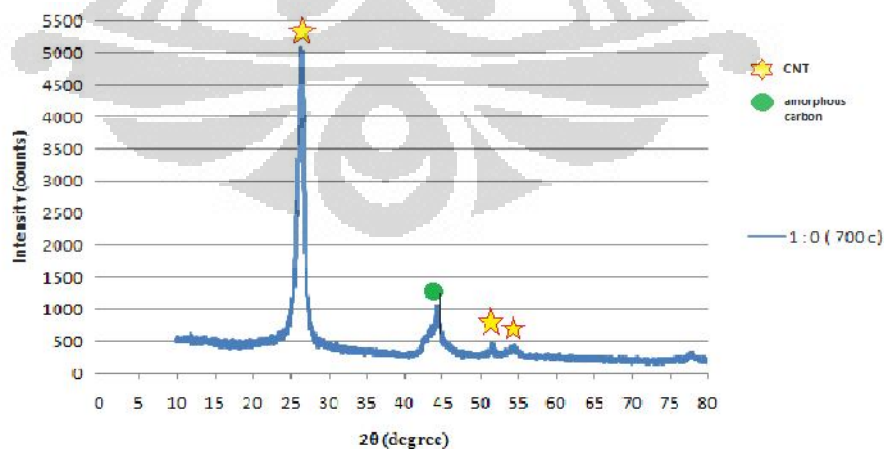
Analisis TEM dan XRD ditujukan untuk mengetahui pengaruh ratio umpan terhadap kualitas CNT yang terbentuk dilakukan dengan dua metode karakterisasi, yaitu TEM dan XRD. Berikut hasil TEM untuk CNT yang terbentuk pada suhu 700 °C.



Gambar 4. 12 Hasil TEM Struktur CNT Pada Variasi Umpan di Suhu 700 °C P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL ((a). Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 0) , (b) Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 1), dan (c) Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 2))

Gambar 4.12 menunjukkan hasil karakterisasi TEM yang dihasilkan dengan variasi umpan di suhu 700 °C. Hasil karakterisasi ini menunjukkan besar diameter luar (D_{out}), diameter dalam (D_{in}), dan strukturnya pada masing-masing CNT yang terbentuk. Apabila diperhatikan, pada Gambar 4.12(a) struktur CNT yang terbentuk banyak memiliki patahan struktur atau disebut defect CNTs yang berbentuk y-junction.

Selain itu, pada Gambar 4.13 menunjukkan hasil karakterisasi XRD pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 0). Dari hasil karakterisasi ini menunjukkan, pada nanokarbon yang terbentuk terdapat CNT dan nanokarbon jenis amorphous carbon. Besar intensitas pada peak *amorphous carbon* cukup tinggi sehingga menunjukkan pada ratio ini selain CNT juga terbentuk karbon berbentuk amorf.

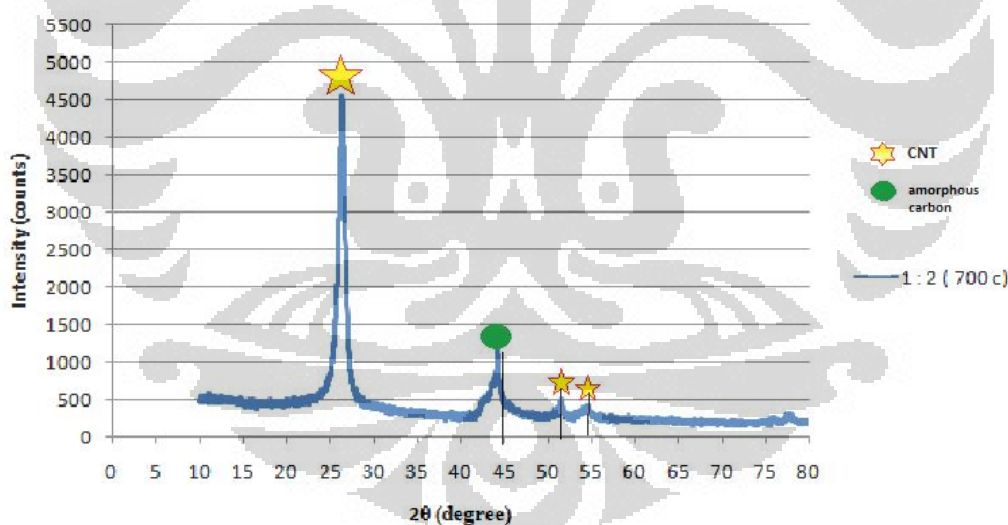


Gambar 4. 13 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ = 1 : 0 (T = 700 °C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

Amorphous carbon pada gambar ditandai dengan *black spot* di bagian badan CNT. Proses terbentuknya *amorphous carbon* bisa disebabkan dua hal, yaitu (Khavarian, 2011) :

1. Menurunnya aktivitas katalis menyebabkan karbon hasil dekomposisi sulit untuk presipitasi ke dalam katalis nikel untuk membentuk CNT.
2. Pada suhu tinggi, partikel katalis akan mengalami agregasi atau penggumpalan dikarenakan menurunnya distribusi densitas partikel katalis

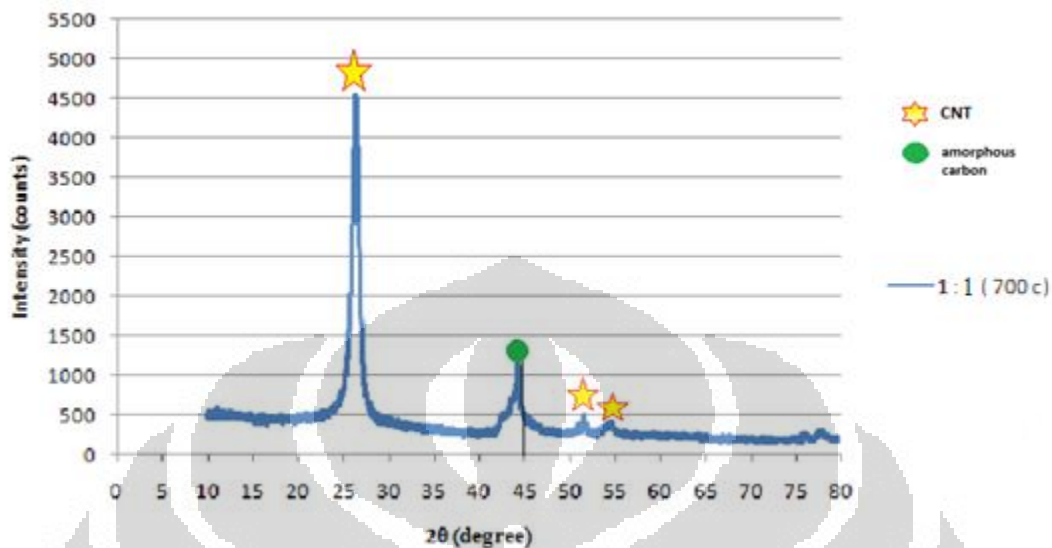
Selanjutnya, pada gambar 4.12 (c) menunjukkan hasil TEM pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$. Dari gambar 4.12 (c) terlihat, dengan dilakukannya penambahan gas hidrogen, jenis nanokarbon yang dihasilkan masih berupa *defect* CNT dan banyak terdapat *black spot* yang merupakan *amorphous carbon*. Hal yang sama ditunjukkan dari hasil XRD pada Gambar 4.14. Dimana, pada gambar ini menunjukkan nanokarbon yang terbentuk berupa CNT dan *amorphous carbon*. Pada Gambar 4.14 terlihat peak *Amorphous carbon* yang terbentuk memiliki besar intensitas yang cukup tinggi. Hal ini menunjukkan *amorphous carbon* yang terbentuk cukup besar.



Gambar 4. 14 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ ($T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P = 1\text{ atm}$, $W/F = 0,006\text{ gr.min/mL}$)

Pada Gambar 4.12 (b) menunjukkan hasil analisis TEM pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$. Dari Gambar 4.12 (b) terlihat jumlah *defect* CNT dan *amorphous carbon* yang terbentuk jauh lebih sedikit dibandingkan dengan kedua ratio lainnya. Hal ini menunjukkan jumlah konsentrasi gas hidrogen pada ratio ini mampu memperbaiki struktur CNT yang

terbentuk. Selain itu, hasil karakterisasi XRD pada ratio ini ditunjukkan pada gambar 4.15.



Gambar 4. 15 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ ($T = 700^\circ\text{C}$, $P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Hasil karakterisasi XRD pada gambar 4.15 menunjukkan adanya peak CNT dan *amorphous carbon*. Apabila dibandingkan besar intensitas pada peak *amorphous carbon* dari kedua ratio lainnya, ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ menunjukkan besar intensitas yang paling kecil. Hal ini berarti jumlah *amorphous carbon* yang terbentuk merupakan yang paling minimum. Dengan semakin minimumnya jumlah *amorphous carbon* yang terbentuk maka kualitas kemurnian CNT akan semakin baik.

Selain itu, pada penelitian ini juga dilakukan pengukuran diameter pada CNT yang terbentuk. Dari hasil pengukuran diameter pada CNT yang terbentuk, terlihat bahwa semakin besar gas hidrogen membuat diameter yang dihasilkan akan semakin besar juga. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Table 4.3

Table 4. 3 Diameter dan Struktur CNT Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 700°C

SUHU (C)	KETERANGAN	$\text{CH}_4 : \text{H}_2$		
		(1 : 0)	(1 : 1)	(1 : 2)
700	D_{in} (nm)	11,1 – 23	11 - 24,0	28 - 63.15
	D_{out} (nm)	33 - 204.5	22 - 100	55 -144
	bentuk struktur	y junction		

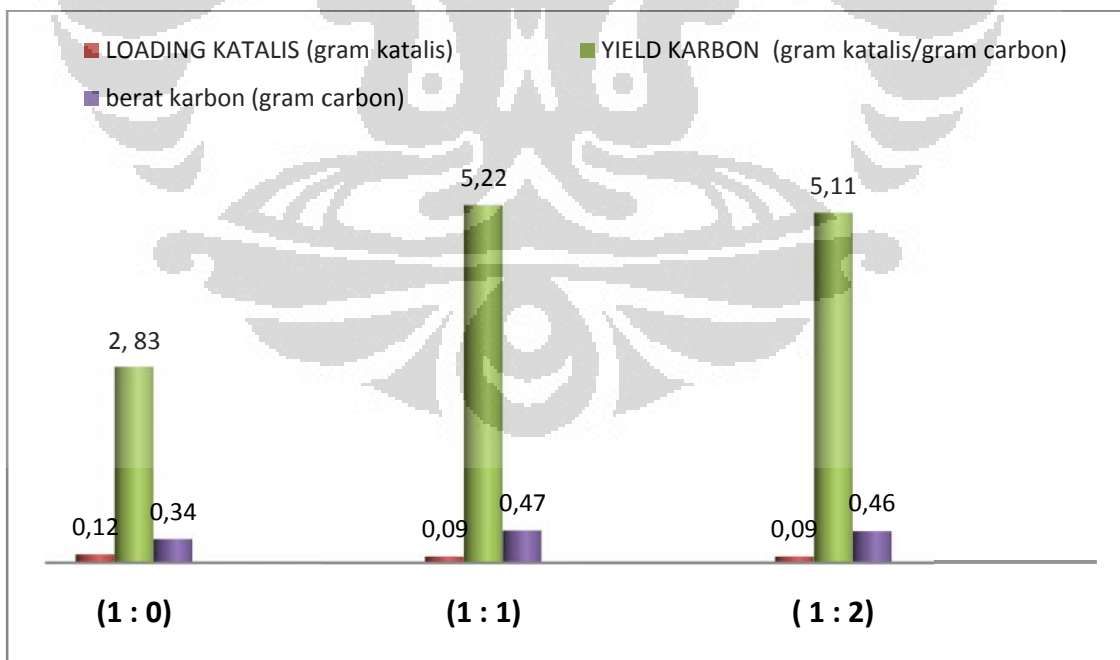
Pada table 4.3 terlihat bahwa dengan ditambahkan gas Hidrogen ke dalam reaksi menyebabkan adanya perubahan dari diameter rata-rata, distribusi diameter, dan struktur CNT. Perubahan ini dikarenakan ukuran dan bentuk kristal katalis berubah (Behr, 2010). Selain itu, suhu reaksi yang digunakan juga dapat mempengaruhi bentuk dan ukuran kristal katalis.

Dari penjelasan diatas dapat disimpulkan, pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :1) dengan suhu reaksi 700°C menghasilkan CNT dengan diameter yang paling kecil yaitu dengan ukuran rata-rata D_{in} sebesar 17.5 nm & D_{out} 61 nm. Oleh karena itu, ratio ini menghasilkan CNT dengan kualitas paling baik ditinjau dari besar diameternya , sedikitnya jumlah *defect CNT* dan *amorphous carbon* yang dihasilkan. Meskipun, pada ratio ini yield karbon yang dihasilkan paling rendah. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah *yield* karbon yang besar tidak menjadi jaminan akan kualitas CNT yang dihasilkan.

4.3.2.2 Pengaruh Ratio Umpan Pada Suhu 750°C

4.3.2.2.1 Yield Karbon

Gambar 4.16 menunjukkan besar yield karbon yang dihasilkan dari masing-masing ratio pada suhu 750°C .



Gambar 4. 16 Perbandingan *Yield* Karbon Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 750°C ($P = 1$ atm , $W/F = 0,006$ gr.min/mL)

Pada suhu 750 °C, yield karbon yang dihasilkan meningkat seiring dengan ditambahkannya gas hidrogen pada umpan. Namun, terjadi penurunan jumlah yield karbon pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$. Pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$, dikarenakan tingginya suhu dan konsentrasi metana yang besar membuat laju dekomposisi metana semakin cepat sehingga menghasilkan karbon sebesar 2,83 gram karbon/gram katalis. Besar yield ini merupakan yang paling kecil dikarenakan dengan semakin cepatnya laju dekomposisi metana tidak diiringi dengan semakin cepatnya laju presipitasi karbon. Hal ini berakibat banyaknya *excess carbon* yang terdapat pada permukaan katalis sehingga membuat pori-pori katalis tertutupi oleh karbon (Sergei, 2004). Peristiwa ini menyebabkan deaktivasi katalis karena katalis teracuni oleh *excess carbon* yang terbentuk.

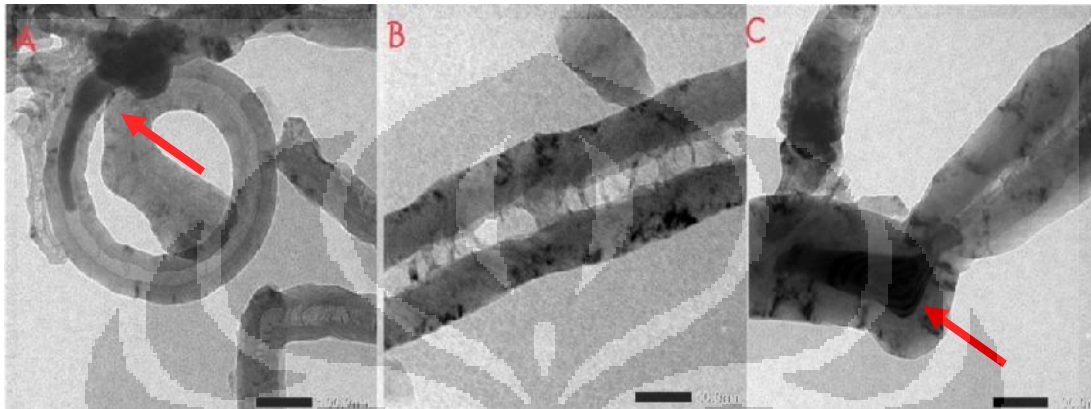
Sedangkan, ketika ditambahkan gas hidrogen pada reaksi (ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$), jumlah yield karbon yang dihasilkan naik hingga dua kali lipatnya. Penambahan jumlah gas hidrogen pada ratio ini berhasil menjaga aktivitas katalis dengan membersihkan *excess carbon* yang terbentuk pada reaksi pada permukaan katalis. Oleh karena itu, dengan adanya gas Hidrogen laju deaktivasi katalis bisa ditekan sehingga pada ratio ini deaktivasi katalis belum terjadi.

Pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ menunjukkan terjadinya penurunan yield karbon menjadi 5,11 gram karbon/gram katalis. Peristiwa ini disebabkan adanya efek gas hidrogen yang berlebih pada reaksi. Gas hidrogen yang berlebih dapat kembali bereaksi dengan karbon hasil deposisi membentuk CH_4 kembali (pers.reaksi 4.1) sehingga yield karbon yang dihasilkan berkurang (Maneerung, 2011). Akan tetapi, walaupun gas hidrogen yang digunakan berlebih, yield karbon yang dihasilkan masih lebih banyak dibandingkan dengan ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$. Hal ini menunjukkan gas hidrogen yang bereaksi mampu menjaga katalis untuk tetap aktif.



4.3.2.2.2 Analisis TEM dan XRD Hasil Deposisi Karbon

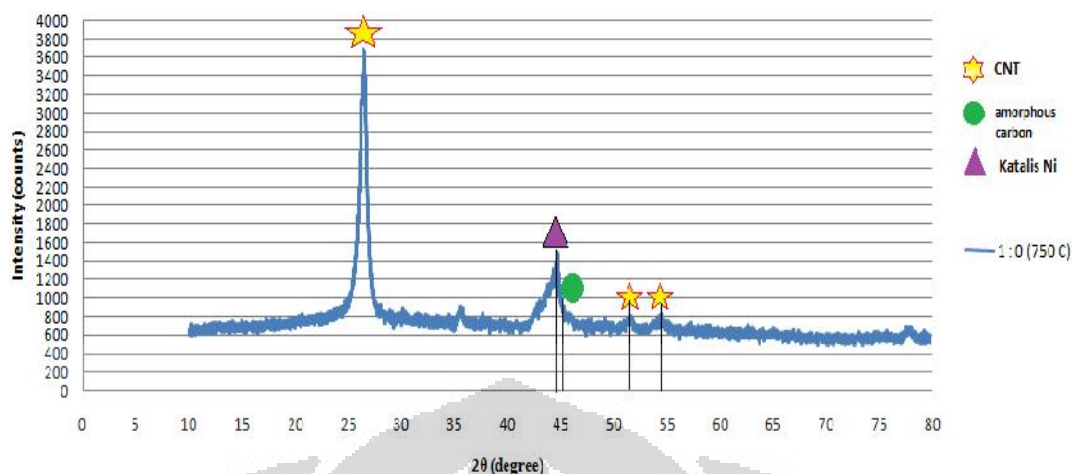
Analisis TEM dan XRD ditujukan untuk mengetahui pengaruh ratio umpan terhadap kualitas CNT yang terbentuk dilakukan dengan dua metode karakterisasi, yaitu TEM dan XRD. Berikut ini merupakan hasil karakterisasi TEM terhadap kualitas CNT yang terbentuk pada suhu 750 °C.



Gambar 4. 17 Hasil TEM Struktur CNT Pada Ratio Umpan di Suhu ($T = 750\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P = 1\text{ atm}$, $W/F = 0,006\text{ gr.min/mL}$ ((a). Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 0) , (b) Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 1), dan (c) Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 2))

Pada gambar 4.17 (a) menunjukkan karbon yang dihasilkan sudah berbentuk CNT tapi di dominasi oleh katalis. Katalis ini dapat menjadi pengotor yang dapat menyebabkan berkurangnya kemurnian katalis dan menjadi penyebab dihasilkannya *amorphous carbon* (Valles, 2009).

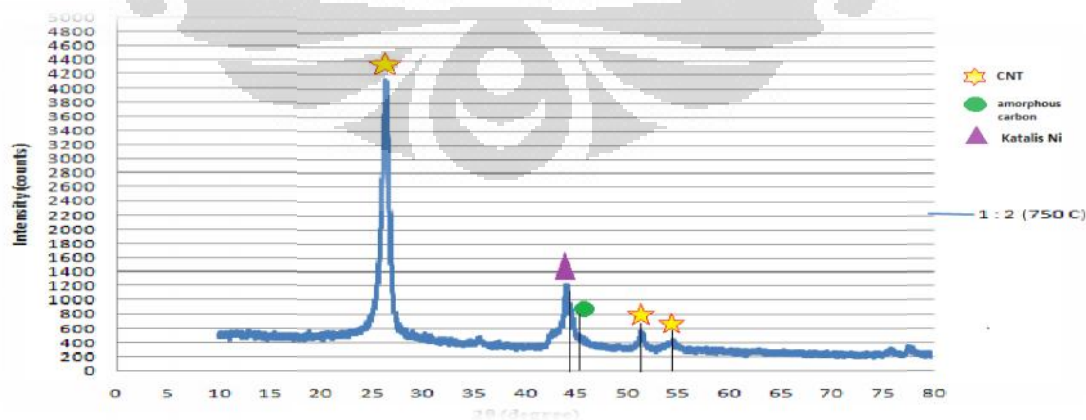
Hasil yang sama ditunjukkan dari hasil karakterisasi XRD pada Gambar 4.18. Dimana hasil karakterisasi ini menunjukkan terdapat peak-peak CNT, *amorphous carbon*, dan katalis Ni. Pada Gambar 4.18 terlihat besar intensitas peak katalis Ni lebih besar dibandingkan dengan besar *peak amorphous carbon*. Hal ini menunjukkan pada ratio ini jumlah katalis Ni yang terdapat pada nanokarbon yang terbentuk lebih banyak dibandingkan dengan *amorphous carbon* yang dihasilkan.



Gambar 4. 18 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$ ($T = 750^\circ\text{C}$, $P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Pada gambar 4.17 (c) menunjukkan hasil TEM pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$. Dari Gambar 4.17 (c) terlihat pada CNT yang terbentuk masih terdapat katalis di dalam ‘badan’ CNT. Katalis yang terdapat pada CNT ini mengakibatkan tertutupnya kembali *tubes* yang akan terbentuk.

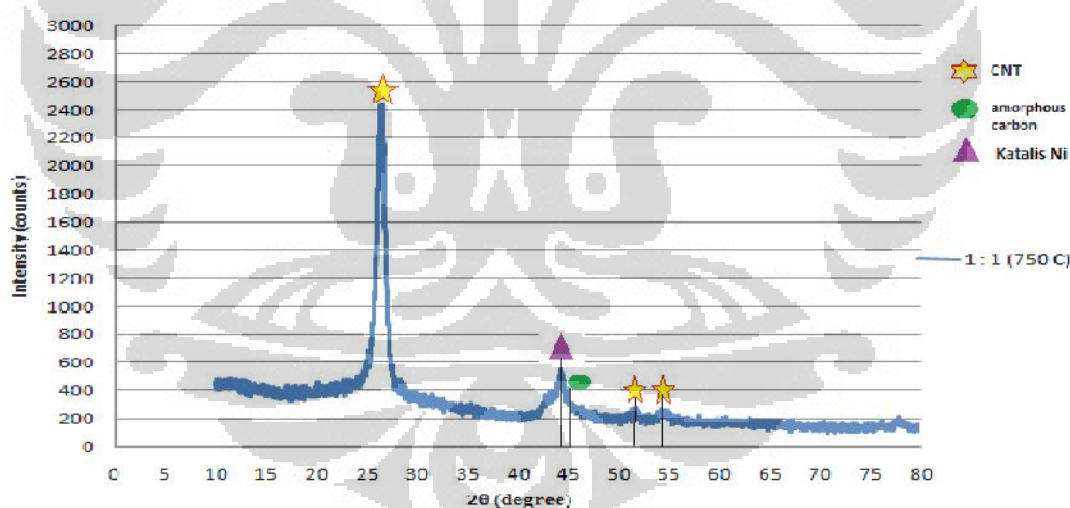
Pada Gambar 4.19 menunjukkan hasil karakterisasi XRD pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ yang menunjukkan terdapatnya peak CNT. Selain itu Gambar 4.19 menunjukkan besar intensitas pada peak *amorphous carbon* lebih kecil dibandingkan besar intensitas peak katalis Ni. Hal ini menunjukkan kesesuaian hasil analisa TEM dimana pada CNT yang terbentuk banyak terdapat katalis.



Gambar 4. 19 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ ($T = 750^\circ\text{C}$, $P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Selanjutnya, pada Gambar 4.17 (b) menunjukkan struktur CNT yang terbentuk pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$. Terlihat pada gambar, pada ratio ini menunjukkan adanya perubahan yang signifikan terhadap berkurangnya jumlah katalis pada CNT yang terbentuk. Pada CNT ini, *tubes* yang terbentuk lebih jelas dan bersih. Hal ini menunjukkan, gas hidrogen pada reaksi ini dapat membersihkan permukaan aktif katalis Ni sehingga mencegah terjadinya deaktivasi katalis pada reaksi.

Selain itu, pada Gambar 4.20 menunjukkan karakterisasi XRD pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$. Apabila dibandingkan dengan kedua ratio lainnya, peak katalis Ni yang pada Gambar 4.19 memiliki besar intensitas yang paling kecil dibandingkan kedua ratio lainnya. Hal ini menunjukkan, jumlah katalis Ni pada ratio ini merupakan yang paling minimum. Hal ini sesuai dengan hasil TEM yang telah dilakukan sebelumnya, dimana pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ jumlah katalis pada CNT ini yang terkecil.



Gambar 4. 20 Hasil Karakterisasi XRD Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ ($T = 750^\circ\text{C}$, $P = 1\text{ atm}$, $W/F = 0,006\text{ gr.min/mL}$))

Dari hasil analisis TEM yang telah dilakukan dapat ditentukan besar diameter CNT baik diameter dalam maupun diameter luar (D_{in} & D_{out}) di suhu 750 °C dan struktur CNT yang dihasilkan. Dari hasil TEM yang didapatkan, ketiga struktur CNT tidak terbentuk *defect CNT* berbentuk y-junction. Adapun besar D_{in} , D_{out} , ada di dalam table 4.4 berikut ini.

Table 4. 4 Diameter dan Struktur CNT Pada Variasi Ratio Umpan di Suhu 750 °C, P = 1 atm & W/F = 0,006 gr.min/mL

SUHU (°C)	KETERANGAN	CH ₄ : H ₂		
		(1 : 0)	(1 : 1)	(1 : 2)
750	D_{in} (nm)	22 - 55.6	5,3-52	28 - 139
	D_{out} (nm)	44 - 250	52-143	86-250
	bentuk struktur	CNT		

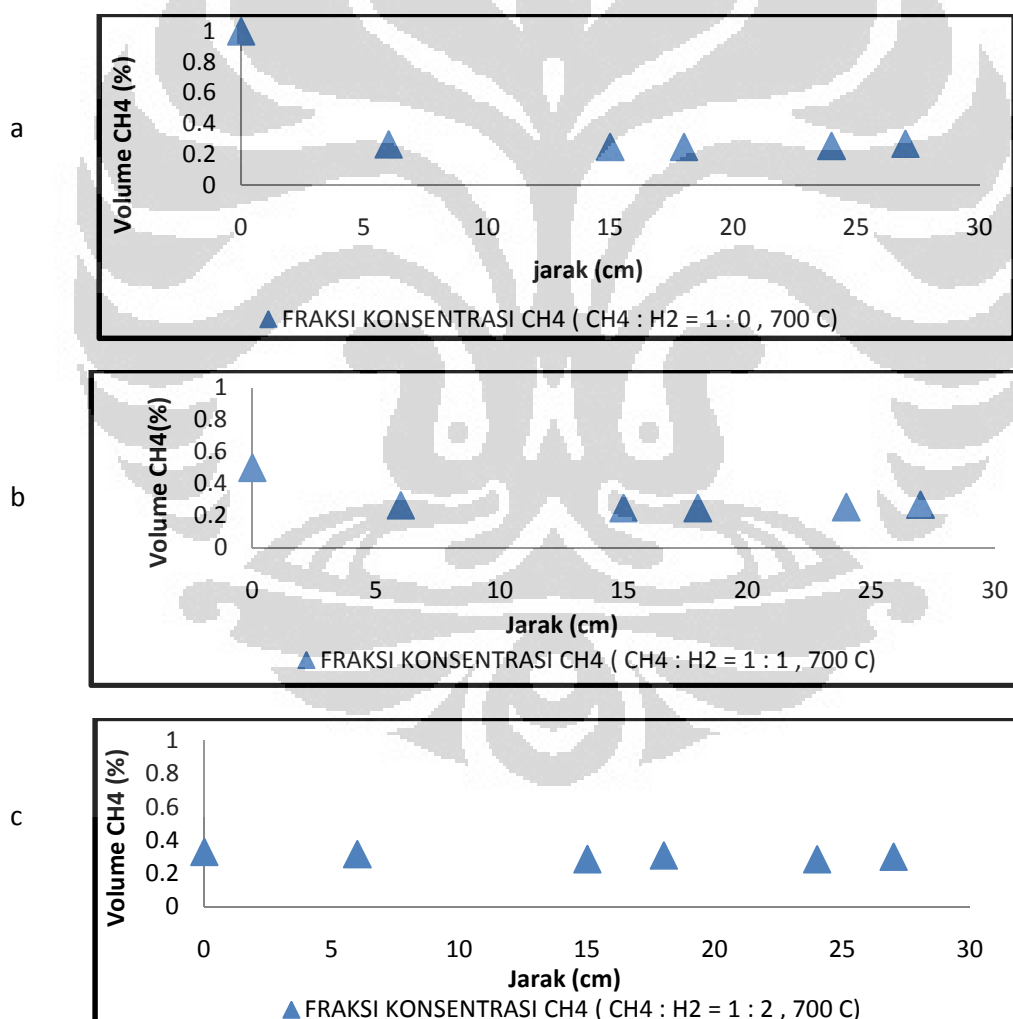
Dari hasil pengukuran besar diameter menunjukkan, besar diameter terkecil ada pada ratio CH₄ : H₂ = 1 : 1. Maka, dari hasil analisis TEM, XRD dan pengukuran besar diameter CNT menunjukkan kualitas CNT yang paling baik di suhu 750 °C berada pada ratio CH₄ : H₂ = 1 : 1.

4.4 Profil %Volume Gas CH₄ dan H₂ Terhadap Jarak Pada Reaktor

Data profil %Volume gas CH₄ dan H₂ didapat dengan melakukan pengambilan sampel gas pada lima titik yang berbeda dan tiap ratio CH₄ : H₂ di sepanjang reaktor dengan menggunakan probe. Probe sampel gas digeser sesuai titik yang diinginkan, dan pengambilan gas dilakukan menggunakan *syringe* gas, lalu gas disuntikkan ke *Gas Chromatography*, yang akan mengeluarkan data peak area dari setiap senyawa yang terdeteksi. Dari data peak area, didapatkan %volume dan konsentrasi dari gas yang terdeteksi.

4.4.1 Profil %Volume Gas CH₄ dan H₂ Pada Suhu 700 °C

Profil konsentrasi CH₄ masing-masing pada suhu 700°C pada rasio 1 : 0, 1 :1 , dan 1 :2, terdapat pada Gambar-gambar dibawah ini.



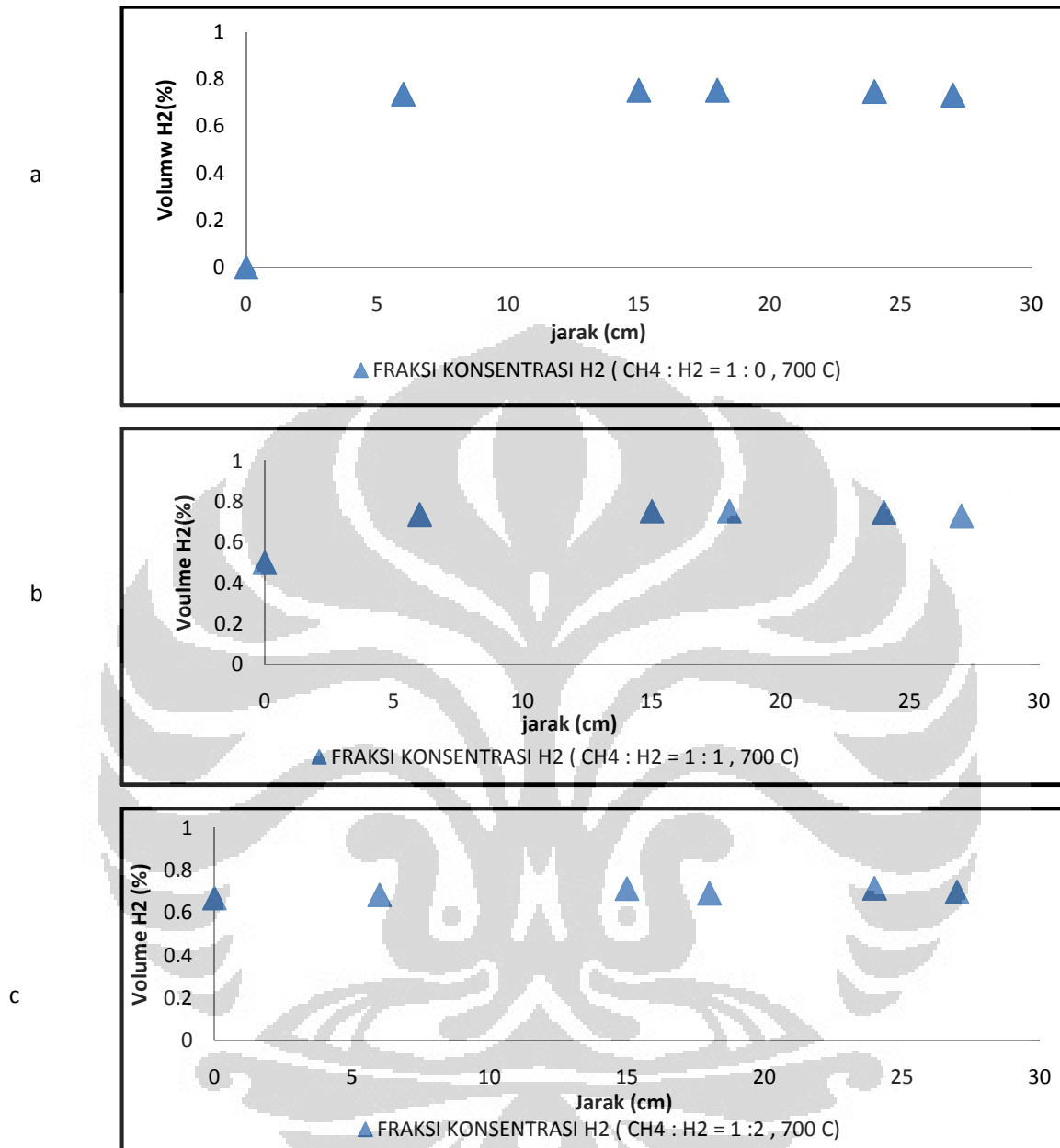
Gambar 4. 21 Profil % Volume CH₄ Terhadap Jarak Pada Ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 (a) , CH₄ :H₂ = 1 : 1 (b) , dan CH₄ :H₂ = 1 : 2 (c) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

Dari Gambar 4.21 a, b, dan c terlihat, secara keseluruhan profil %Volume CH_4 akan semakin menurun jumlah seiring mengalirnya gas ke bagian akhir reaktor. Pada titik ke-0, besar konsentrasi gas metana terbesar karena gas metana tersebut belum bereaksi dengan katalis Ni-Cu-Al pada pelat. Penurunan besar konsentrasi gas metana menunjukkan bahwa gas metana ini bereaksi dengan katalis Ni-Cu-Al pada pelat dan sudah terkonversi menjadi hidrogen dan karbon. Selain itu, pada Gambar diatas terlihat bahwa gradient penurunan konsentrasi semakin menyebabkan kurva menjadi lebih landai seiring penambahan gas hidrogen pada umpan. Hal ini dikarenakan semakin besar konsentrasi hidrogen pada umpan akan membuat laju konsumsi CH_4 kecil.

Selain itu, profil %Volume H_2 masing-masing ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ pada suhu ini terdapat pada Gambar 4.22 dibawah ini. Gambar 4,22 (a) menunjukkan pada titik ke-0, jumlah %Volume H_2 hidrogen tidak ada dan menjadi yang terendah. Hal ini dikarenakan pada awal reaksi, gas umpan yang bereaksi adalah metana murni dan tidak ada gas hidrogen yang ikut bereaksi. Kemudian, seiring mengalirnya gas metana ke ujung reaktor jumlah konsentrasi gas hidrogen meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa gas metana yang bereaksi sudah terkonversi menjadi hidrogen dan karbon sehingga di dalam reaksi sudah terbentuk gas hidrogen.

Sedangkan untuk Gambar 4.22 (b) dan (c) menunjukkan profil %Volume gas hidrogen yang cukup berbeda dibandingkan sebelumnya. Pada titik ke-0, besar %gas hidrogen merupakan yang terbesar karena gas hidrogen belum bereaksi. Selain itu, profil %Volume H_2 cenderung menurun seiring mengalirnya gas ke ujung reaktor. Hal ini juga menunjukkan gas hidrogen pada umpan ikut bereaksi dengan katalis Ni-Cu-Al. Apabila diperhatikan secara keseluruhan, gradient penurunan profil %Volume H_2 akan semakin kecil seiring dengan penambahan gas hidrogen pada umpan. Hal ini dikarenakan gas hidrogen menghalangi metana kontak dengan katalis membuat perbedaan besar konversi tidak terlalu signifikan pada tiap titik.

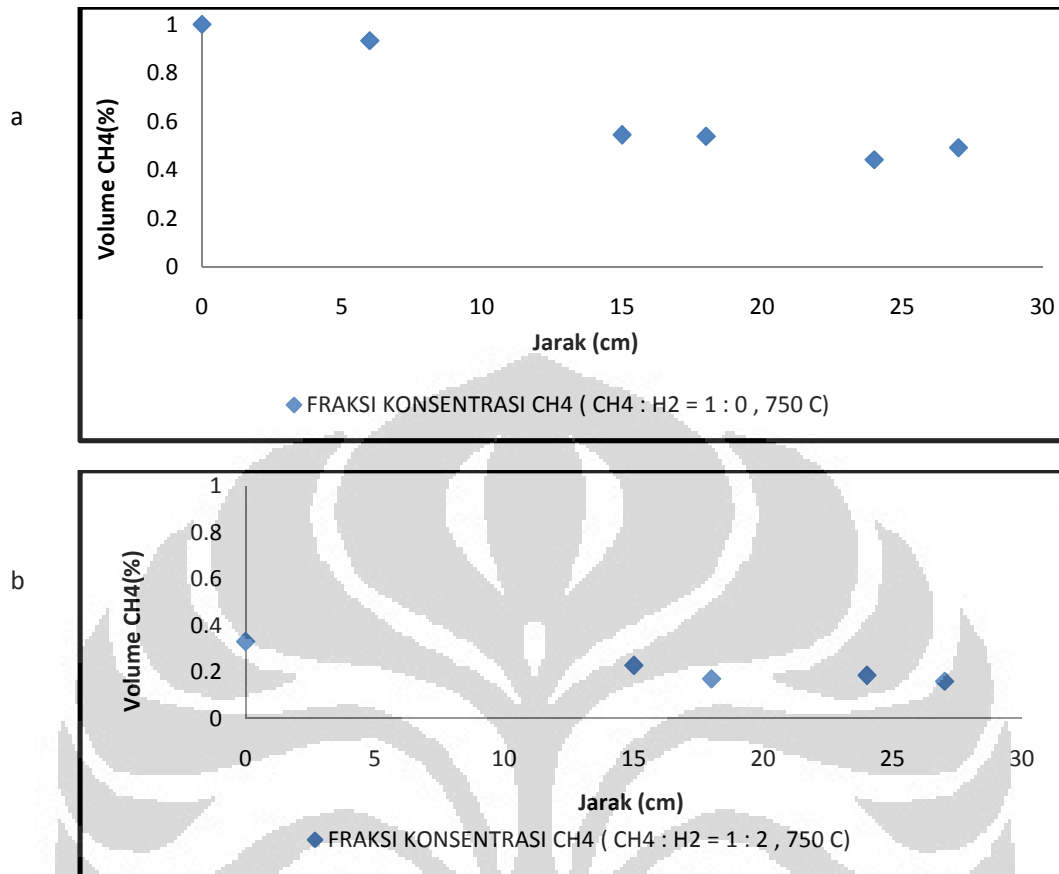
Selain itu, untuk profil konsentrasi gas CH_4 dan H_2 pada suhu ini menunjukkan trend yang sama dengan %volume gas CH_4 dan H_2 (pada lampiran).



Gambar 4. 22 Profil %Volume H₂ Terhadap Jarak Pada Ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 (a) , CH₄ :H₂ = 1 : 1 (b) , dan CH₄ :H₂ = 1 : 2 (c) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

4.4.2 Profil %Volume Gas CH₄ dan H₂ Pada Suhu 750 °C

Berikut ini %Volume CH₄ pada ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 dan CH₄ :H₂ = 1 : 2 di suhu 750 °C.

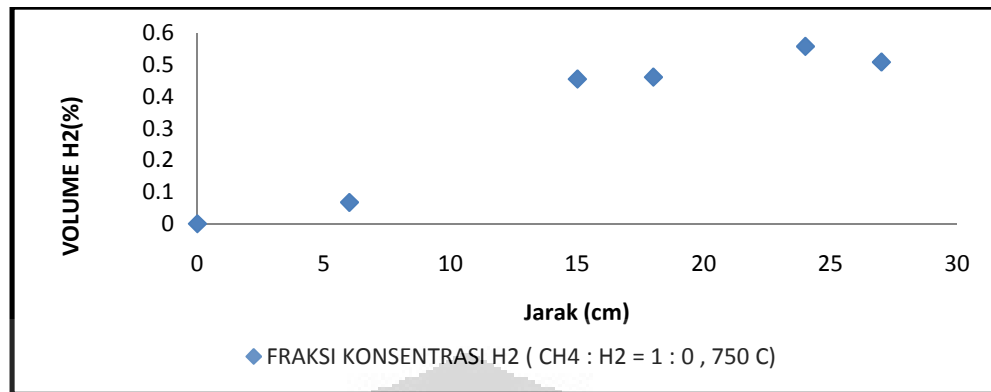


Gambar 4. 23 Profil %Volume CH₄ Terhadap Jarak Pada Ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 (a) dan CH₄ : H₂ = 1 : 2 (b) (T = 700°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

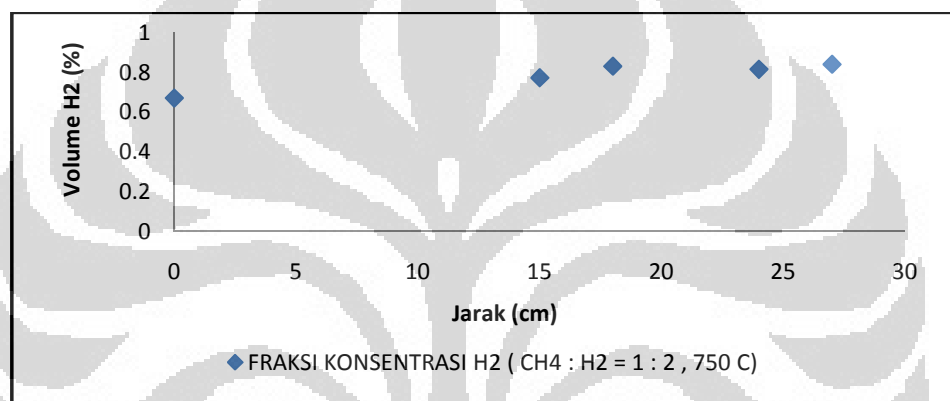
Berdasar Gambar 4.23 terlihat bahwa %Volume CH₄ pada kedua ratio memiliki trend profil yang sama dengan %Volume CH₄ pada suhu 700 °C. Peristiwa ini menunjukkan variasi suhu tidak mempengaruhi profil %Volume CH₄ di sepanjang reaktor. Dimana, suhu reaksi berpengaruh terhadap laju reaksi kimia bukan besar konsentrasi gas yang bereaksi. Semakin tinggi suhu, maka akan semakin cepat pula laju reaksi yang bereaksi. Sedangkan, besar %Volume CH₄ gas yang bereaksi pada reaksi ini bergantung pada *flow rate* pada masing-masing reaksi. Semakin besar *flow rate* yang digunakan, maka akan semakin tinggi konsentrasi yang bereaksi.

Selain itu, profil %Volume H₂ pada ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 dan CH₄ : H₂ = 1 : 2 di suhu 750°C ada pada Gambar 4.24 dibawah ini.

a



b



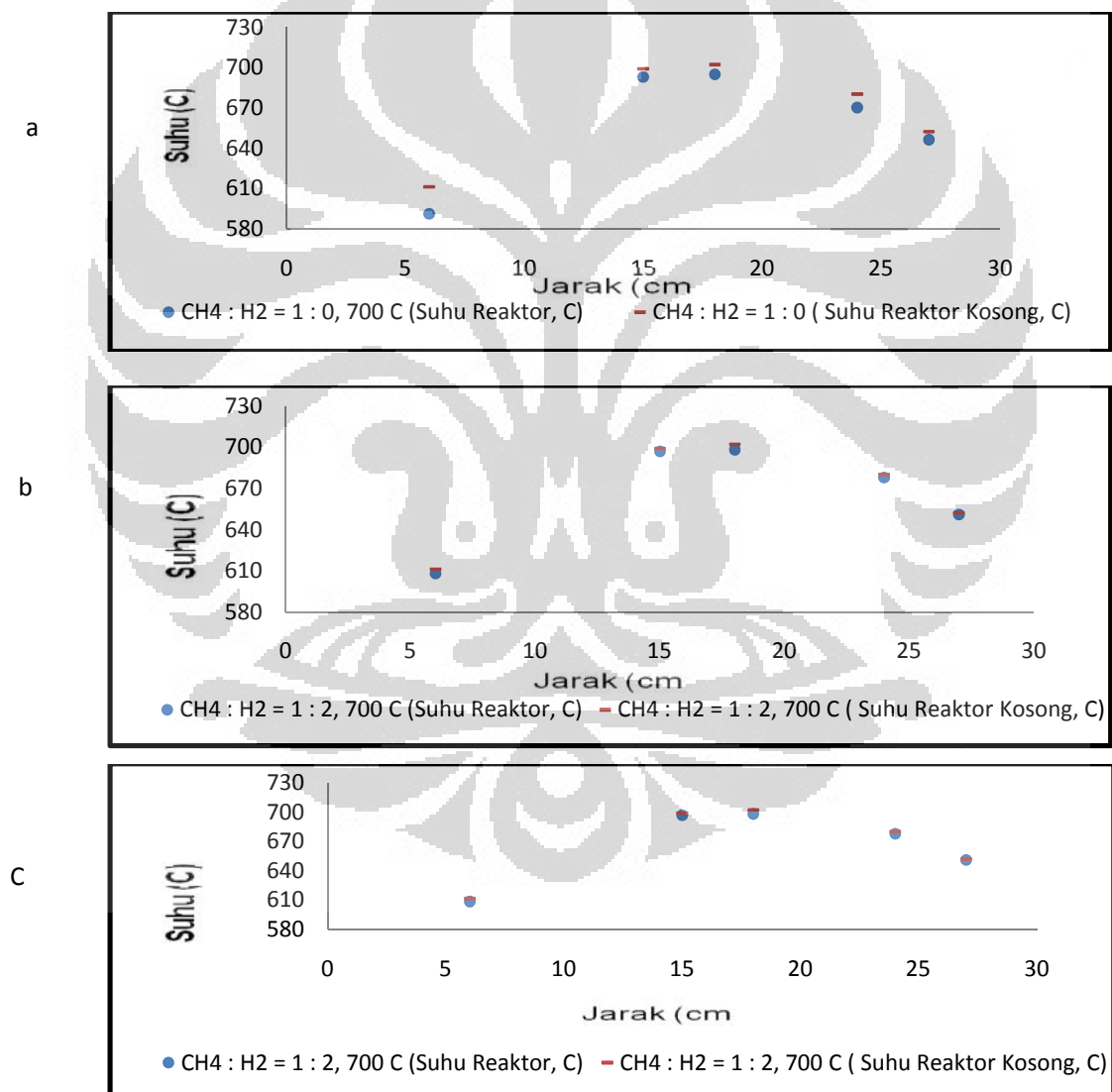
Gambar 4. 24 Profil %Volume H₂ Terhadap Jarak Pada Ratio CH₄ :H₂ = 1 : 0 (a), CH₄ :H₂ = 1 : 2 (b) (T = 750°C, P = 1 atm , W/F = 0,006 gr.min/mL)

Berdasarkan Gambar 4.24 terlihat dengan ditambahkannya gas hidrogen pada umpan akan merubah trend profil %volume H₂ pada kedua ratio. Dimana, pada ratio CH₄ : H₂ = 1 : 0 (Gambar 4.24 (a)) terlihat, %volume H₂ meningkat seiring dengan aliran gas reaktor menuju akhir reaktor. Besar %Volume H₂ pada titik ke-0 merupakan yang terkecil karena pada awal reaksi tidak ada hidrogen pada umpan. Sedangkan, besar %volume H₂ semakin meningkat seiring mengalirnya gas hidrogen ke ujung reaktor dikarenakan hidrogen pada reaksi sudah terbentuk dari hasil reaksi. Pada ratio CH₄ : H₂ = 1 : 2 (Gambar 4.28 (b)) terlihat profil %volume gas hidrogen akan semakin menurun seiring dengan mengalirnya gas hidrogen ke ujung reaktor.

Profil %Volume H_2 di kedua ratio yang sama pada suhu $700^\circ C$ dan $750^\circ C$ menunjukkan hasil yang serupa. Hal ini menunjukkan bahwa suhu reaksi tidak berpengaruh secara signifikan terhadap perubahan %Volume melainkan *flow rate* pada umpan. Selain itu, untuk profil konsentrasi gas CH_4 dan H_2 pada suhu ini menunjukkan trend yang sama dengan %volume gas CH_4 dan H_2 (pada lampiran).

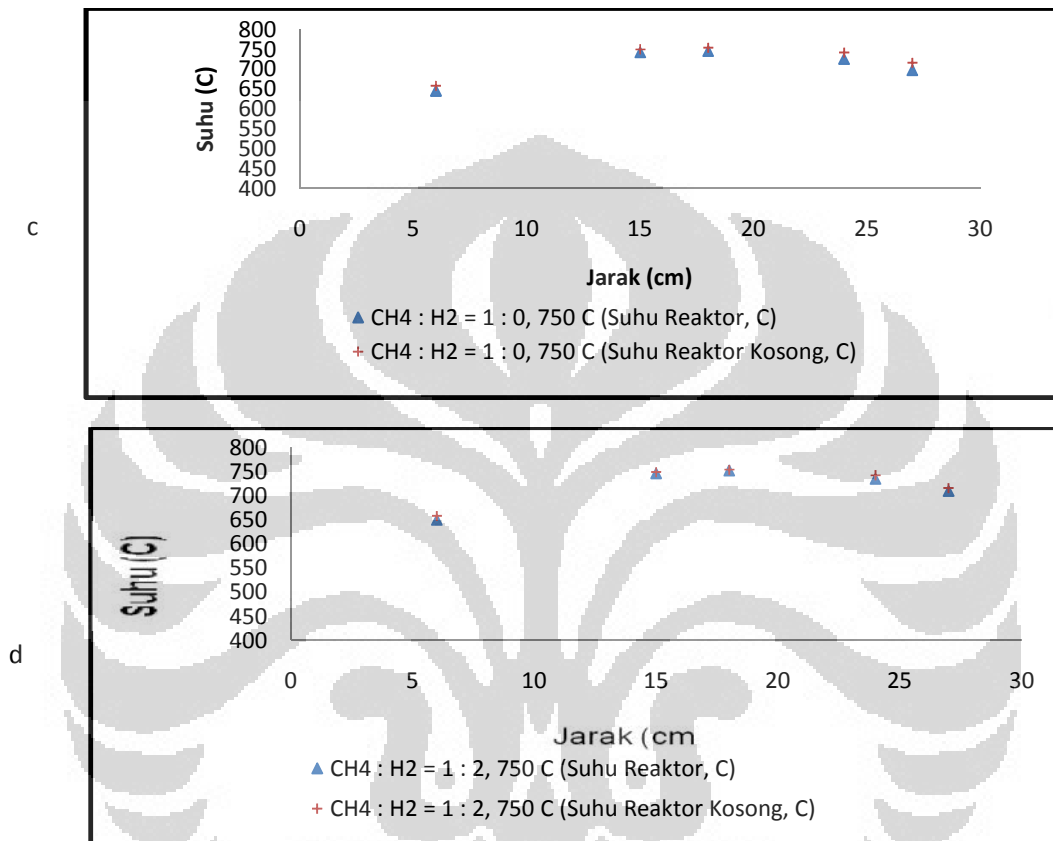
4.5 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Pengaruh Ratio $CH_4 : H_2$

Gambar 4.25 dibawah ini merupakan profil suhu pada suhu $700^\circ C$ dan ratio $CH_4 : H_2 = 1 : 0$, $1 : 1$, dan $1 : 2$.



Gambar 4. 25 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Ratio $CH_4 : H_2 = 1 : 0$ (a), $CH_4 : H_2 = 1 : 1$ (b), $CH_4 : H_2 = 1 : 2$ (c) ($T = 700^\circ C$, $P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Sedangkan, profil suhu terhadap jarak pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$ dan $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ di suhu 750°C terdapat pada Gambar 4.26 dibawah ini.



Gambar 4. 26 Profil Suhu Terhadap Jarak Pada Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$ (c) dan $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ (d) ($T = 750^\circ\text{C}$, $P = 1 \text{ atm}$, $W/F = 0,006 \text{ gr.min/mL}$)

Untuk mengambil data profil suhu digunakan termokopel yang ditempatkan didalam reaktor. Termokopel ini secara fleksibel dapat dirubah-rubah posisinya terhadap jarak yang diinginkan. Berdasarkan Gambar 4.25 dan 4.26 diatas, secara keseluruhan terlihat bahwa profil suhu dari yang diambil selalu lebih kecil dibandingkan dengan profil suhu reaktor kosong. Hal ini menunjukkan bahwa pada reaktor yang sudah berlangsung reaksi dekomposisi katalitik metana di dalamnya, akan membuat suhu di dalam reaktor lebih rendah. Reaksi dekomposisi katalitik metana merupakan reaksi endotermis, bereaksi pada suhu tinggi dan butuh banyak energi dengan cara menyerap panas. Penyerapan

panas ini akan mengakibatkan suhu dari probe pada reaktor lebih rendah dari suhu reaktor kosong.

Sedangkan, pengaruh penambahan gas hidrogen pada umpan dari kedua gambar 4.25 (b, c) dan 4.26 (b) membuat profil suhu dari probe yang diambil akan semakin mendekati suhu reaktor kosong. Dimana, apabila dibandingkan dengan profil suhu pada umpan tanpa hidrogen (Gambar 4.25 dan 4.26 (a)) sedikit lebih tinggi besar suhunya meskipun masih dibawah profil suhu reaktor kosong. Hal ini menunjukkan bahwa gas hidrogen yang ditambahkan akan membuat hambatan terhadap laju gas metana, flow rate menjadi kecil, membuat konsumsi energi lebih kecil sehingga panas yang diserap pun akan semakin kecil. Penyerapan panas yang semakin kecil membuat suhu reaktor lebih besar dibandingkan dengan umpan tanpa gas hidrogen ($\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$).

Pada lampiran terdapat profil suhu reaktor kosong terhadap jarak pada suhu 700°C dan 750°C .

BAB V

KESIMPULAN & SARAN

Dari penelitian ini, dapat disimpulkan beberapa hal antara lain :

1. Bertambahnya suhu akan meningkatkan nilai %konversi CH_4 , %kemurnian hidrogen serta besar yield karbon akan semakin besar dengan bertambahnya suhu. Pada suhu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, nanokarbon yang terbentuk lebih banyak berupa *amorphous carbon* dengan diameter CNT yang terbentuk lebih besar dibandingkan $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $750\text{ }^{\circ}\text{C}$. Oleh karena itu, rentang suhu terbaik pada $700\text{ }^{\circ}\text{C} - 750\text{ }^{\circ}\text{C}$.
2. Pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$ menghasilkan yield terbesar sebesar 3 gram karbon/gram katalis. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ menghasilkan yield terkecil sebesar 1,67 gram karbon/gram katalis.
3. Pada suhu $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, yield karbon maksimum dicapai pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ yaitu 5,2 gram karbon/gram katalis dan ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$ menghasilkan yield paling minimum sebesar 2,83 gram karbon/gram katalis.
4. Berdasarkan analisis TEM dan data XRD, ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ menghasilkan kualitas CNT terbaik. Diameter dalam yang dihasilkan pada ratio ini merupakan yang terkecil yaitu dengan range $11 - 24\text{ nm}$ ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$) dan $5,3 - 52\text{ nm}$ ($750\text{ }^{\circ}\text{C}$).
5. Pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$, jumlah pengotor berupa katalis yang menempel pada 'badan' CNT serta *amorphous carbon* dari CNT yang terbentuk merupakan yang paling minimum.
6. Penambahan konsentrasi gas hidrogen menyebabkan perubahan terhadap yield dan struktur CNT yang dihasilkan

7. Pada profil konsentrasi dan %Volume CH_4 pada ketiga ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$, $1 : 1$, dan $1 : 2$ di kedua variasi suhu (700°C & 750°C) menunjukkan trend profil yang sama. Besar konsentrasi metana akan semakin menurun dengan mengalirnya gas menuju akhir reaktor. Penurunan ini menunjukkan sudah terkonversinya metana menjadi hidrogen dan karbon di sepanjang reaktor.
8. Secara keseluruhan, pada profil %Volume H_2 untuk ratio-ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ di suhu 750°C dan 700°C menunjukkan trend yang sama. Dimana pada umpan metana murni, besar %volume H_2 akan semakin besar seiring aliran gas menuju akhir reaktor karena metana pada umpan sudah terkonversi menjadi hidrogen dan karbon.
9. Profil %volume H_2 di suhu 700°C dan 750°C pada ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ dan $1 : 2$ menunjukkan semakin kecilnya %Volume H_2 seiring gas mengalir ke ujung reaktor.
10. Pada profil suhu reaksi di semua ratio dan kedua suhu menunjukkan trend profil yang sama. Dimana, suhu pada reaktor akan lebih rendah dibandingkan dengan suhu reaktor kosong.
11. Penyebab suhu reaktor lebih rendah dengan suhu reaktor kosong karena adanya penyerapan panas untuk memenuhi kebutuhan energi dari reaksi dekomposisi katalitik metana pada reaktor.

Saran

Untuk penelitian selanjutnya, saran yang dapat diberikan adalah :

1. Memperbanyak variasi ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ pada rentang $0 - 1$.
2. Merubah metode pelapisan katalis pada pelat dengan menggunakan metode *spray coating*.
3. Karakterisasi CNT yang dihasilkan dengan menggunakan *Raman Spectroscopy*.

DAFTAR PUSTAKA

- Adrian Nur, E. Y. E., Gregorius P.I.B. (2009). "Sintesis Dan Purifikasi Carbon Nanotube Dari Etanol Purifikasi Carbon Nanotube Dari Etanol " Ekuilibrium 7: 37-41.
- Carolyn Reynolds, B. D., dan Supapan Sepraphin (2010). "Effects of Hydrogen flowrate on carbon nanotube growth " undergraduate research physics(27 August 2010).
- Chen J., Li Y., Ma Y., Qin Y., Chang L. Formation of Bamboo-Shaped Carbon Filaments and Dependence of Their Morphology on Catalyst Composition and Reaction Conditions. Carbon 2001; 39:1467-1475.
- Chen, Jiuling, Li, Yongdan, Zongquan, Li, Zhang, Xixiang. Production of Cox-free hydrogen and nanocarbon by direct decomposition of undiluted methane on Ni-Cu-alumina catalysts. Elsevier: General 269 (2004) 179-186.
- Chunxiang Luo, I. L., Kaili Jiang, Lina Zhang, Qunqing Li, Shousan Fan (2008). "Growth mechanism of Y-junction and related carbon junctions synthesized by Au-catalyzed chemical vapour deposition." carbon 4(14 december 2007): 440 - 444.
- Dai. Liming. (2006). Carbon Nanotechnology. Department of Materials and Chemical Engineering University of Dayton: USA.
- Ermakova, M. A. et al. New Nickel Catalyst for The Formation of Filamentous Carbon in The Reaction of Methane Decomposition. Journal of Catalysis 1999; 187:77-84.
- Ermakova, M. A. and D. Yu. Ermakova. (2002). Ni/SiO₂ and Fe/SiO₂ Catalysts for Production of Hydrogen and Filamentous Carbon via Methane Decomposition. Catalysis Today, 77, 225 – 235
- Fu-bo Rao, T. L., Yue-Lin Wang (2007). "Effect of hydrogen on the growth of single wall carbon nanotubes by thermal chemical vapor deposition." physica E 40(21 august 2007): 779-784.
- Grujicic M, Cao G, Gersten B. (2002). An atomic-scale analysis of catalytically-assisted chemical vapor deposition of carbon nanotubes. Materials Science and Engineering; B94:247-259.

- Gullon IM, Vera J, Conesa JA, Gonzalez JL, Monino C. (2006). Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. Carbon;xxx:xxx-xxx (Article in Press).
- He C, Zhao N, Shi C, Xiwen D, Li J.(2006). Carbon nanotubes and onions from methane decomposition using Ni/Al catalysts. Materials Chemistry and Physics; 97:109-115.
- Huan Wang, Jiyun Feng, Xijun Hu, and Ka Ming Ng. (2007), Synthesis of Aligned Carbon Nanotubes on Double-Sided Metallic Substrate by Chemical Vapor Deposition. J. Phys. Chem. C , 111: 12617-12624.
- Ijima, S. (2002). Carbon Nanotubes:Past Present and Future. Physica B, 323, 1-5.
- Iskandar. R. (2009). Rancang bangun Reaktor Katalis Terstruktur Pelat melalui Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana Untuk Produksi Nanokarbon dan Hidrogen. Skripsii. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FT
- Jiang, Q., Z.W. He, B.Du, X.F. Zhao, Y.Zhao. Effect of Citric Acid to Cabon Nanotube Growth. Journal ofPhysiscs: Conference Series 152 (2009) 011209.
- Kim, J. S. C. (2006). The Role of hydrogen in the growth of carbon nanotubes : A study of the catalyst state and morphology, massachussets institute of technology.
- Li, Yongdan et al. (2000). Simultaneous Production of Hydrogen and Nanocarbon from Decomposition of Methane on a Nickel-Based Catalyst. Energy & Fuels, 14, 1188 – 1194.
- M Khavarian, S. P. C., S.H Tan, dan A.R mohamed (2011). "Effect of differet parameters on the morphology of carbon structures grown by floating catalyst." journal of applied physics 13(2011): 2382-2387.
- Michael J.Behr, E. A. g., K. Andre Mikhoyan, and Eray S Aydil (2010). "Effect of hydrogen on catalyst nanoparticles in carbon nanotube growth." journal of applied physics 053303(13 september 2012): 108.
- Muharam Y., Purwanto W.W., Afianty A. (2007), Uji kinerja reaktor katalitik terstruktur untuk reaksi dekomposisi katalitik metana, Laporan Riset Departemen Teknik Kimia UI
- Muharam Y., Purwanto W.W., Astika O.S. (2007), Pengaruh tekstural promoter pada kuantitas dan kualitas karbon naotube pada reaksi dekomposisi katalitik metana, Laporan Riset-Osaka Gas

- Muradov, N. (2001). Catalysis of Methane Decomposition over Elemental Carbon. *Catalysis Communication* 2, 89 – 94.
- Purwanto W.W. (2005). Catalysis Role in Solving Future Energy Problems. Clean combustion, Hydrogen, Synthetic Fuels and Fuel Cells, *Berita Iptek LIPI Tahun ke 44 Nomor 1 - Teknologi Katalisis dalam Penyediaan Energi*.
- Purwanto W.W., M. Nasikin, E. Saputra, L. Song (2005). Decomposition of Methane to Produce NanoCarbon and Hydrogen with Ni-Cu-Al-Si as the Catalyst, *Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses, UNDIP Semarang*.
- Purwanto W.W, E. Saputra, L. Song (2005). Utilization of very Small Field of Natural Gas by Methane Catalytic Decomposition. Effect of Nickel Catalyst Diameter and Acidity on Nanocarbon and Hydrogen Quality and Methane Activation, *Proceeding the International Energy Conference, SCNCER, 7th Asean Science and Technology Weeks, Jakarta*.
- Qian, Dong, et al. (2002). Mechanics of Carbon Nanotubes. *Applied Mechanics Rev*, vol. 55 no. 6, 495-533
- Rao CNR, Satishkumar BC, Govindaraj A, Nath M.(2001). Nanotubes. *Chemphyschem* ;2:78-105
- S, Mopoung. (2001). "Occurrence Of Carbon Nanotube From Banana Peel Activated Carbin Mixed With Mineral Oil." *Physical Science* **6 (7)**(2001): 1789-1792.
- Safitri, E. (2009). Studi Kinetika Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana Menjadi Hidrogen dan Karbon Nanotube Dengan Menggunakan Reaktor Katalis Terstruktur Tipe Pelat Sejajar. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI
- Song L.(2005) Pengaruh keasaman katalis berbasis Ni-Cu terhadap kinerja reaksi dekomposisi katalitik metana menjadi hydrogen dan nanokarbon. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI
- Steinfeld A, A.Frei, P.Kuhn, D. Wuillemin. (1995). Solar Thermal Production of Zinc and Syngas Via Combined ZnO-Reduction and CH₄-Reforming Processes. *J. Hydrogen Energy*;20;10;793-804.

- T. Maneerung, K. H., S.Kawi (2011). "LaniO3 perovskite catalyst precursor for rapid decomposition of methane : Influence temperature and presence of H2 in feed stream." *Catalysis today* **171**(28 october 2010): 24-35.
- Wandawa, R. (2012). Uji Kinerja Reaktor Katalis Terstruktur Pelat Skala Bench Untuk Produksi Carbon Nanotube dan Hidrogen Melalui Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana/. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FTUI
- Wulan. PDK (2011). Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana Dengan Katalis Ni-Cu-Al Untuk Produksi Carbon Nanotubes Kinetika Reaksi dan Permodelan Reaktor. Disertasi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FT
- Yulianti. D. (2009). Pengaruh Space Time, Temperatur, Dan Rasio Umpan Terhadap Kinerja Reaktor Gauze Untuk Produksi Hidrogen Dan Nanokarbon Melalui Reaksi Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FT
- Yulianti. I.(2007) Perancangan Reaktor Katalis Terstruktur untuk Produksi Karbon Nanotube dan Hidrogen melalui Proses Dekomposisi Katalitik Metana. Skripsi. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia FT

LAMPIRAN

1. Kalibrasi Laju Alir

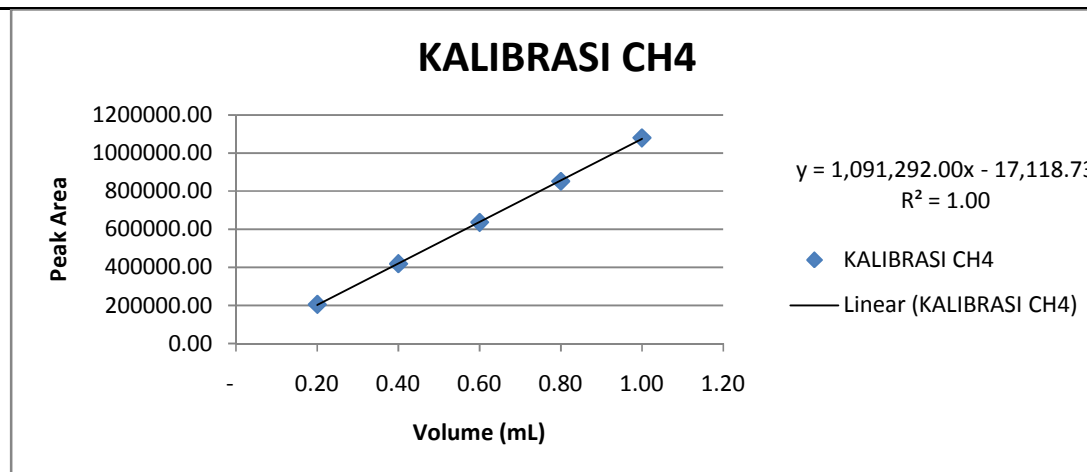
set flow rate	display flow (cc/menit)	volum (cc)	waktu (s)	laju alir (cc/menit)	rata-rata laju (cc/menit)	laju alir (l/h)	rata-rata laju (l/h)
50	50	5	5.93	50.59021922	50.89866902	3035.413153	3053.920141
		5	5.77	51.99306759		3119.584055	
		10	11.73	51.15089514		3069.053708	
		10	11.86	50.59021922		3035.413153	
		15	17.76	50.67567568		3040.540541	
		15	17.86	50.39193729		3023.516237	
100	100	5	3.16	94.93670886	92.08596316	5696.202532	5525.15779
		5	3.33	90.09009009		5405.405405	
		10	6.41	93.60374415		5616.224649	
		10	6.61	90.77155825		5446.293495	
		15	9.81	91.74311927		5504.587156	
		15	9.85	91.37055838		5482.233503	
150	150	5	2.42	123.9669421	124.1357519	7438.016529	7448.145116
		5	2.43	123.4567901		7407.407407	
		10	4.86	123.4567901		7407.407407	
		10	4.73	126.8498943		7610.993658	
		15	7.3	123.2876712		7397.260274	
		15	7.27	123.7964237		7427.78542	
200	200	5	1.7	176.4705882	177.142739	10588.23529	10628.56434
		5	1.68	178.5714286		10714.28571	
		10	3.36	178.5714286		10714.28571	
		10	3.39	176.9911504		10619.46903	
		15	5.12	175.78125		10546.875	
		15	5.1	176.4705882		10588.23529	
250	250	5	1.18	254.2372881	239.4693291	15254.23729	14368.15974
		5	1.26	238.0952381		14285.71429	
		10	2.45	244.8979592		14693.87755	
		10	2.45	244.8979592		14693.87755	
		15	3.89	231.3624679		13881.74807	
		15	4.03	223.325062		13399.50372	

2. Kalibrasi Gas Chromatography

Kalibrasi CH₄

Volume (mL)	Concentration			Retention Time			Peak Area			Mean		
	C1	C2	C3	τ1	τ2	τ3	PA1	PA2	PA3	C	τ	PA
0.20	93.8752	93.3349	93.9616	1.952	1.962	1.942	205221	201909	206172	93.7239	1.952	204434.00
							421493	417640	414880			418004.33
0.40	95.7398	95.5568	95.7590	1.897	1.905	1.898	640125	628851	637703	95.6852	1.900	635559.67
0.60	96.6521	96.4973	96.4360	1.838	1.848	1.840	857689	855218	840430	96.5285	1.842	851112.33
0.80	97.7376	97.4195	97.0473	1.808	1.782	1.825	1081922	1085587	1070007	97.4015	1.805	1079172.00
1.00	98.8074	98.2743	97.9668	1.775	1.792	1.762				98.3495	1.776	

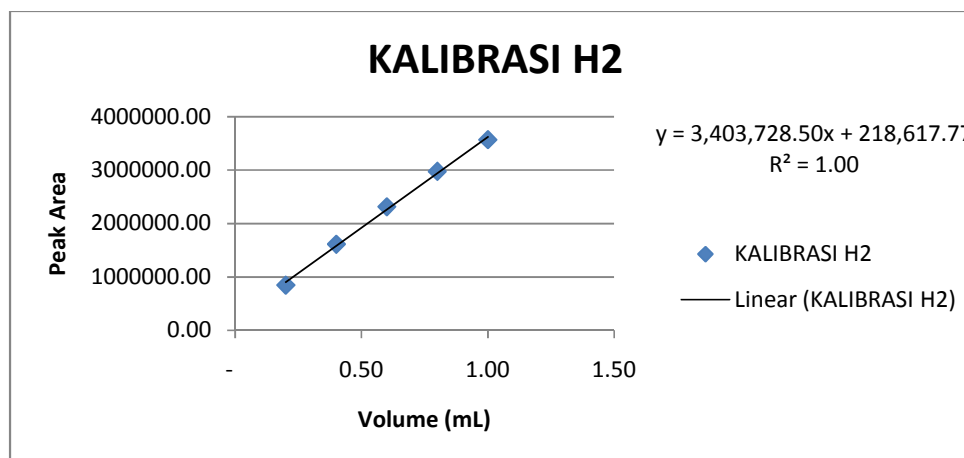
1.855



Universitas Indonesia

3. Kalibrasi H2

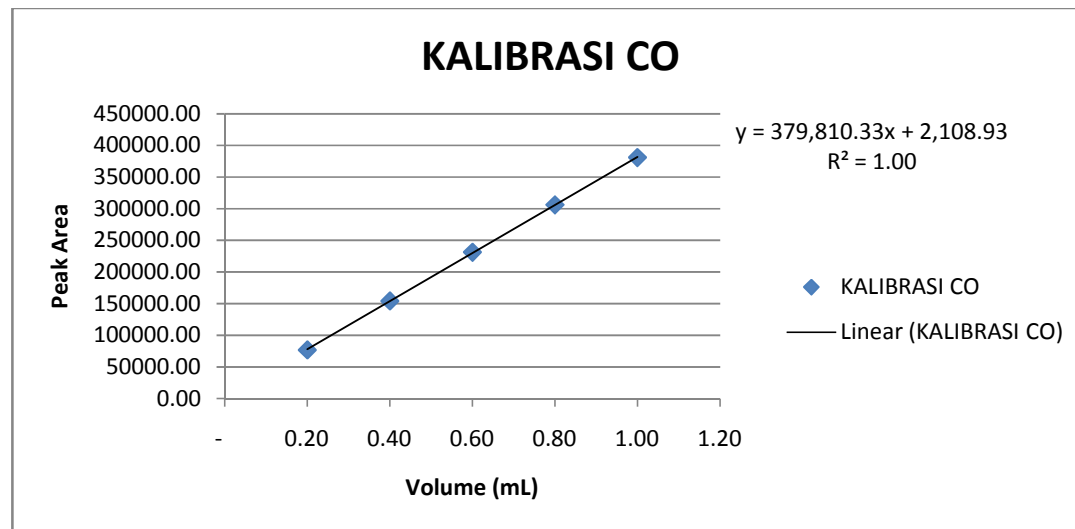
Volume (mL)	Concentration			Retention Time			Peak Area			Mean		
	C1	C2	C3	t1	t2	t3	PA1	PA2	PA3	C	τ	PA
0.20	98.9790					0.483	847330	840200	846444	98.410		844658.00
		97.3880	98.8654	0.490	0.488					8	0.487	
0.40	99.5089					0.512	161500	159859	161316	99.477		1608923.3
		99.4365	99.4869	0.512	0.500		6	7	7	4	0.508	3
0.60	99.5542					0.525	230731	230249	232479	99.585		2311535.3
		99.4579	99.7442	0.520	0.517		8	0	8	4	0.521	3
0.80	99.7999					0.533	295847	298483	297454	99.816		2972619.0
		100.0000	99.6508	0.533	0.540		1	7	9	9	0.535	0
1.00	100.0000					0.545	362204	348663	359094	99.169		3566538.6
		97.7834	99.7264	0.563	0.550		1	5	0	9	0.553	7



Universitas Indonesia

4. Kalibrasi CO

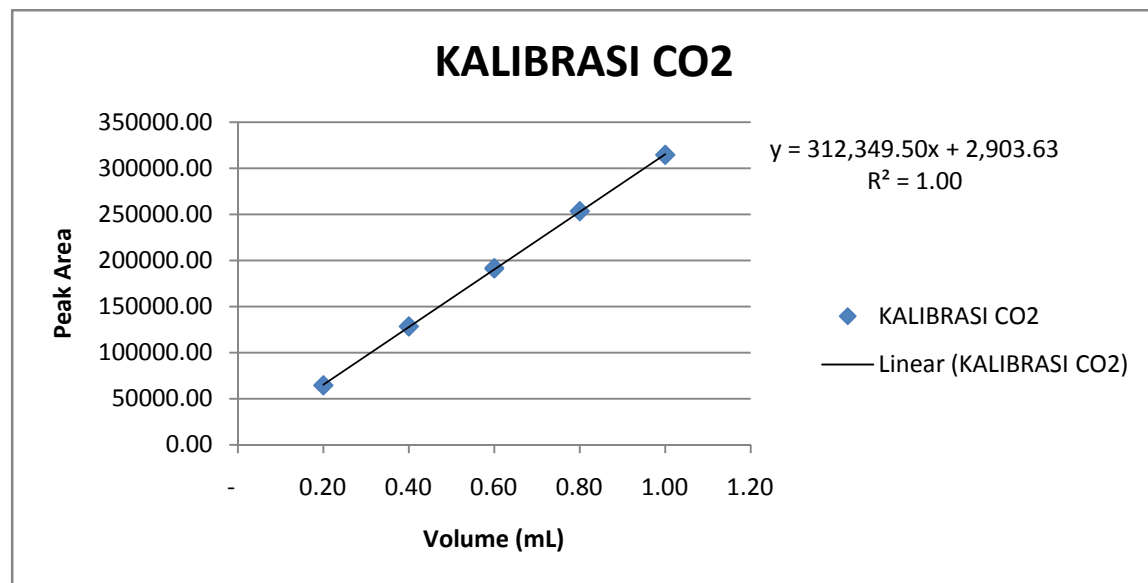
Volume (mL)	Concentration			Retention Time			Peak Area			Mean		
	C1	C2	C3	τ1	τ2	τ3	PA1	PA2	PA3	C	τ	PA
0.20	94.6946	94.8031	94.9066	1.067	1.062	1.053	76099	76623	78256	94.8014	1.061	76992.67
0.40	96.5132	96.5064	96.3697	1.047	1.043	1.050	154633	154812	153801	96.4631	1.047	154415.33
0.60	97.1090	97.0512	97.0863	1.023	1.028	1.033	231852	230460	232048	97.0822	1.028	231453.33
0.80	97.3623	97.3637	97.3682	1.025	1.018	1.023	305871	306026	306725	97.3647	1.022	306207.33
1.00	98.2887	97.6218	97.4528	0.995	0.997	1.002	386172	380816	375733	97.7878	0.998	380907.00



5. Kalibrasi CO₂

Volume (mL)	Concentration			Retention Time			Peak Area			Mean		
	C1	C2	C3	τ1	τ2	τ3	PA1	PA2	PA3	C	τ	PA
0.20	98.6191			3.903			63540	66172	63713			
		96.4425	96.2104		3.913	3.915				97.0907	3.910	
0.40	96.7262			3.820			126924	129472	128292			128229.33
		96.8238	96.5709		3.812	3.808				96.7070	3.813	
0.60	97.3180			3.725			191070	193725	189037			191277.33
		97.5190	97.5657		3.720	3.723				97.4676	3.723	
0.80	97.8091			3.637	3.642	3.648	253696	251931	254248			253291.67
		97.9745	98.0147							97.9328	3.642	
1.00	99.2107			3.583			316924	309007	316949			314293.33
		98.2460	98.2874		3.613	3.563				98.5814	3.586	

Gas	Response Factor	RRF
CH ₄	1,091,292.00	1.0000
H ₂	3,403,728.50	3.1190
CO	379,810.33	0.3480
CO ₂	312,349.50	0.2862



6. Perhitungan Kebutuhan Katalis

Menghitung kebutuhan katalis yang diperlukan

Perbandingan mol Ni: Cu : Al = 2 : 1 : 1

Mr Ni = 58,60

Mr Cu = 63,546

Mr Al = 29,9815

Mr campuran = $(0,5 \times 58,69) + (0,25 \times 63,55) + (0,25 \times 26,98) = 51,9775$

Basis = 1 gram

n campuran = $1 \text{ gram} / (51,9775 \text{ gram/mol}) = 0,019239$

Perbandingan mol Ni : Cu : Al = 0,00962 : 0,00481 : 0,00481

	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	Cu(NO ₃) ₂ .3H ₂ O	Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O
Mr	290,79	241,60	375,13
Perbandingan mol	0,00962	0,00481	0,00481
Perbandingan massa	2,79727	1,16204	1,80429

Jumlah mol nitrat = $(2 \times 0,00962) + (2 \times 0,00481) + (3 \times 0,00481) = 0,04329$

Untuk larutan 2 M

$V = n/M = 0,04329 \text{ mol} / (2 \text{ mol/L}) = 0,02164 \text{ L}$

Larutan katalis akan dibuat sebanyak 2 L, maka faktor pengali

Faktor pengali = $2 \text{ L} / 0,02164 \text{ L} = 92,40$

Jumlah katalis yang dibutuhkan (dalam gram)

$\text{Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = (92,40 \times 2,79727) = 258,47 \text{ gram}$

$\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = (92,40 \times 1,16204) = 107,37 \text{ gram}$

$\text{Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = (92,40 \times 1,80429) = 166,72 \text{ gram}$

Asam Sitrat = $(92,40/0,04329) \times 210,14 = 850,59 \text{ gram}$

7. Data Hasil Uji Kinerja.

a. Ratio CH₄ : H₂ (1 : 0) , Suhu 700 °C

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Input		Output		Peak Area				Komposisi gas (y, %)				Volume (m ³ /h)				Out molar flow rate (kmol/h)				Konversi CH ₄ (%)	Kemurnian H ₂ (%)
			flow (ml/min)	m ³ /hh	Waktu bubble (detik)	flow (m ³ /hr)	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	C O	CO ₂	CH ₄	H ₂	C O	C O ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂		
10	0.166666667	5	20	4.86655E-05	24.23	0.007429	271010	1973610			0.299862065	0.700137935	0	0	0.000222762	0.000520119	0	0	9.04907E-06	2.11E-05	0.00E+00	0.00E+00	81.41%	70.01%
20.00	0.333333333	5	20	4.86655E-05	24.48	0.007353	268531	1975729			0.297711953	0.702288047	0	0	0.000218906	0.000516388	0	0	8.89243E-06	2.10E-05	0.00E+00	0.00E+00	81.73%	70.23%
30.00	0.5	5	20	4.86655E-05	24.92	0.007223	267010	1959428			0.298256807	0.701743193	0	0	0.000215434	0.000506877	0	0	8.75141E-06	2.06E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.02%	70.17%
40.00	0.666666667	5	20	4.86655E-05	25.24	0.007132	265050	1910306			0.302042369	0.697957631	0	0	0.000215403	0.000497751	0	0	8.75012E-06	2.02E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.02%	69.80%
50.00	0.833333333	5	20	4.86655E-05	25.11	0.007168	276756	2021102			0.299274964	0.700725036	0	0	0.000214534	0.000502312	0	0	8.71484E-06	2.04E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.09%	70.07%
60.00	1	5	20	4.86655E-05	25.85	0.006963	271107	1950664			0.302398488	0.697601512	0	0	0.000210568	0.000485757	0	0	8.55371E-06	1.97E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.42%	69.76%
90.00	1.5	5	20	4.86655E-05	25.54	0.007048	273863	1922785			0.307593774	0.692406226	0	0	0.000216785	0.000487992	0	0	8.80628E-06	1.98E-05	0.00E+00	0.00E+00	81.90%	69.24%
120.00	2	5	20	4.86655E-05	25.7	0.007004	275385	1930616			0.307908577	0.692091423	0	0	0.000215656	0.000484733	0	0	8.76041E-06	1.97E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.00%	69.21%
150.00	2.5	5	20	4.86655E-05	27.31	0.006591	275835	1924876			0.308891908	0.691108092	0	0	0.00020359	0.000455509	0	0	8.27028E-06	1.85E-05	0.00E+00	0.00E+00	83.01%	69.11%
180.00	3	5	20	4.86655E-05	26.56	0.006777	285403	2009414			0.306998976	0.693001024	0	0	0.000208057	0.000469654	0	0	8.45171E-06	1.91E-05	0.00E+00	0.00E+00	82.63%	69.30%
210.00	3.5	5	20	4.86655E-05	26.12	0.00689	273051	1908293			0.308573523	0.691426477	0	0	0.00021264	0.000476481	0	0	8.63816E-06	1.94E-	0.00E+00	0.00E+00	82.25%	69.14%

						1								6					05					
240.00	4	5	20	4.8665 5E-05	26.84	0.00 0670 6	2784 92	1924 649			0.3109 67416	0.68903 2584	0	0	0.000 20854 7	0.000462 093	0	0	8.4716 5E-06	1.88 E- 05	0.00E +00	0.00E +00	82.59 %	68.90%
270.00	4.5	5	20	4.8665 5E-05	26.21	0.00 0686 8	2724 61	1907 283			0.3082 25074	0.69177 4926	0	0	0.000 21167 7	0.000475 084	0	0	8.5987 7E-06	1.93 E- 05	0.00E +00	0.00E +00	82.33 %	69.18%
300.00	5	5	20	4.8665 5E-05	25.8	0.00 0697 7	2742 31	1918 254			0.3083 82806	0.69161 7194	0	0	0.000 21515 1	0.000482 524	0	0	8.7398 9E-06	1.96 E- 05	0.00E +00	0.00E +00	82.04 %	69.16%

b. Ratio CH₄ : H₂ (1 : 0) , 750°C

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Input		Output		Peak Area					Komposisi gas (y, %)				Volume (m3/h)				Out molar flow rate (kmol/h)				Konversi CH ₄ (%)	Kemurnian H ₂ (%)
			flow (ml/ min)	m3/h	Waktu bubble (detik)	flow (m3/h r)	CH ₄	H ₂	C O	C O ₂		CH ₄	H ₂	C O	C O ₂	CH ₄	H ₂	C O	C O ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂		
10	0.1666 66667	5	30	7.299 82E- 05	40.32	0.000 4464	767 78	1017 782			0.0701	0.1904 70829	0.8095 29171	0	0	8.5031 6E-05	0.0003 61397	0	0	3.454 17E- 06	1.4 7E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	95.2 7%	80.95 %
20.0	0.3333 33333	5	30	7.299 82E- 05	33.71	0.000 534	809 54	1063 761				0.1918 27996	0.8081 72004	0	0	0.0001 0243	0.0004 31537	0	0	4.160 92E- 06	1.7 5E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	94.3 0%	80.82 %
30.0	0.5	5	30	7.299 82E- 05	39.46	0.000 4562	932 86	1147 023				0.2023 37901	0.7976 62099	0	0	9.2298 1E-05	0.0003 6386	0	0	3.749 35E- 06	1.4 8E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	94.8 6%	79.77 %
40.0	0.6666 66667	5	30	7.299 82E- 05	39.24	0.000 4587	105 579	1238 692				0.2100 13732	0.7899 86268	0	0	9.6336 6E-05	0.0003 62379	0	0	3.913 4E-06	1.4 7E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	94.6 4%	79.00 %
50.0	0.8333 33333	5	30	7.299 82E- 05	38.55	0.000 4669	959 75	1123 133				0.2104 39127	0.7895 60873	0	0	9.8259 5E-05	0.0003 68667	0	0	3.991 51E- 06	1.5 0E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	94.5 3%	78.96 %
60.0	1	5	30	7.299 82E- 05	38.75	0.000 4645	180 697	1155 583				0.3278 27042	0.6721 72958	0	0	0.0001 52281	0.0003 12235	0	0	6.185 98E- 06	1.2 7E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	91.5 3%	67.22 %
90.0	1.5	5	30	7.299 82E- 05	42.47	0.000 4238	115 492	1230 862				0.2263 98595	0.7736 01405	0	0	9.5954 2E-05	0.0003 27874	0	0	3.897 87E- 06	1.3 3E- 05	0.00 E+00	0.00 E+00	94.6 6%	77.36 %

120.00	2	5	30	7.299 82E-05	50.57	0.000 3559	114 969	1191 571				0.2313 22934	0.7686 77066	0	0	8.2337 6E-05	0.0002 73605	0	0	3.344 73E-06	1.1 1E-05	0.00 E+00	0.00 E+00	95.4 2%	76.87 %
150.00	2.5	5	30	7.299 82E-05	32.08	0.000 5611	924 63	9023 24				0.2421 99946	0.7578 00054	0	0	0.0001 35898	0.0004 252	0	0	5.520 46E-06	1.7 3E-05	0.00 E+00	0.00 E+00	92.4 4%	75.78 %
180.00	3	5	30	7.299 82E-05	64.35	0.000 2797	974 98	1030 203				0.2279 06509	0.7720 93491	0	0	6.3750 1E-05	0.0002 1597	0	0	2.589 67E-06	8.7 7E-06	0.00 E+00	0.00 E+00	96.4 5%	77.21 %
210.00	3.5	5	30	7.299 82E-05	38.61	0.000 4662	124 705	1290 027				0.2316 60573	0.7683 39427	0	0	0.0001 08	0.0003 582	0	0	4.387 21E-06	1.4 6E-05	0.00 E+00	0.00 E+00	93.9 9%	76.83 %
240.00	4	5	30	7.299 82E-05	37.4	0.000 4813	117 434	1211 822				0.2320 9938	0.7679 0062	0	0	0.0001 11706	0.0003 69578	0	0	4.537 72E-06	1.5 0E-05	0.00 E+00	0.00 E+00	93.7 8%	76.79 %
270.00	4.5	5	30	7.299 82E-05	61.94	0.000 2906	638 89	7053 76				0.2202 7326	0.7797 2674	0	0	6.4012 2E-05	0.0002 26592	0	0	2.600 32E-06	9.2 0E-06	0.00 E+00	0.00 E+00	96.4 4%	77.97 %
300.00	5	5	30	7.299 82E-05	61.56	0.000 2924	352 31	3973 05				0.2166 54703	0.7833 45297	0	0	6.3349 3E-05	0.0002 29048	0	0	2.573 39E-06	9.3 0E-06	0.00 E+00	0.00 E+00	96.4 7%	78.33 %

c. Ratio CH₄ : H₂ (1 : 0) , 800 °C

Waktu (menit)	Waktu (jam)	Volume bubble (ml)	Input		Output		Peak Area					Komposisi gas (y, %)				Volume (m3/h)				Out molar flow rate (kmol/h)				Konversi CH ₄ (%)	Kemurnian H ₂ (%)
			flow (ml/min)	m3/h	Waktu bubble (detik)	flow (m3/hr)	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂		CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	H ₂	CO	CO ₂		
10	0.1666 66667	5	20	4.86 655E-05	23.65	0.000 7611	103 062	259 726 0	25 78	88 9	0.0 38 1	0.1089 1049	0.8799 79656	0.00 782 8	0.003 2823	8.2891 7E-05	0.0006 69752	5.9575 8E-06	2.49 813E-06	3.36 724E-06	2.7 2E-05	2.42 E-07	1.01 E-07	93.0 8%	88.99 %
20.00	0.3333 33333	5	20	4.86 655E-05	24.3	0.000 7407	108 724	257 499 4	44 01	48 6		0.1146 08805	0.8702 71663	0.00 163 7	0.000 1808	8.4895 4E-05	0.0006 44646	1.2125 2E-06	1.33 898E-07	3.44 864E-06	2.6 2E-05	4.93 E-08	5.44 E-09	92.9 1%	88.36 %
30.00	0.5	5	20	4.86 655E-05	23.42	0.000 7686	114 158	263 447 7	29 91	25 6		0.1178 94855	0.8723 0623	0.00 108 7	9.303 E-05	9.0610 9E-05	0.0006 70432	8.3535 7E-07	7.14 983E-08	3.68 081E-06	2.7 2E-05	3.39 E-08	2.90 E-09	92.4 4%	88.09 %

40. 00	0.6666 66667	5	20	4.86 655E -05	23. 67	0.000 7605	115 536	263 362 5	19 38	20 4		0.1195 7759	0.8739 21582	0.00 070 4	7.415 E-05	9.0933 5E-05	0.0006 64579	5.3566 E-07	5.63 853E -08	3.69 392E -06	2.7 0E -05	2.18 E-08	2.29 E-09	92.4 1%	87.96 %
50. 00	0.8333 33333	5	20	4.86 655E -05	22. 09	0.000 8148	115 879	264 697 5	14 18			0.1196 33394	0.8761 60327	0.00 051 3	0	9.7483 1E-05	0.0007 13938	59.442 92819	0	3.95 997E -06	2.9 0E -05	2.41 E+0 0	0.00 E+0 0	91.8 6%	87.99 %
60. 00	1	5	20	4.86 655E -05	24. 32	0.000 7401	117 428	265 766 5				0.1211 19776	0.8788 80224	0	0	8.9644 6E-05	0.0006 50487	0	0	3.64 156E -06	2.6 4E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	92.5 2%	87.89 %
90. 00	1.5	5	20	4.86 655E -05	20. 9	0.000 8612	117 723	271 429 4				0.1191 56352	0.8808 43648	0	0	0.0001 02623	0.0007 58621	0	0	4.16 876E -06	3.0 8E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.4 3%	88.08 %
120 .00	2	5	20	4.86 655E -05	21. 13	0.000 8519	114 911	269 966 1				0.1172 00244	0.8827 99756	0	0	9.9839 3E-05	0.0007 5203	0	0	4.05 569E -06	3.0 5E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.6 7%	88.28 %
150 .00	2.5	5	20	4.86 655E -05	23. 2	0.000 7759	289 07	934 595				0.0879 82571	0.9120 17429	0	0	6.8262 3E-05	0.0007 076	0	0	2.77 296E -06	2.8 7E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	94.3 0%	91.20 %
180 .00	3	5	20	4.86 655E -05	21. 1	0.000 8531	113 495	277 925 5				0.1129 78642	0.8870 21358	0	0	9.6379 9E-05	0.0007 56701	0	0	3.91 516E -06	3.0 7E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.9 5%	88.70 %
210 .00	3.5	5	20	4.86 655E -05	20. 8	0.000 8654	113 903	276 696 1				0.1137 85034	0.8862 14966	0	0	9.8467 8E-05	0.0007 66917	0	0	3.99 998E -06	3.1 2E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.7 8%	88.62 %
240 .00	4	5	20	4.86 655E -05	20. 72	0.000 8687	113 701	278 641 8				0.1129 02443	0.8870 97557	0	0	9.8081 3E-05	0.0007 70645	0	0	3.98 427E -06	3.1 3E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.8 1%	88.71 %
270 .00	4.5	5	20	4.86 655E -05	20. 68	0.000 8704	114 984	279 501 0				0.1137 20484	0.8862 79516	0	0	9.8983 E-05	0.0007 71423	0	0	4.02 09E- 06	3.1 3E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	91.7 4%	88.63 %
300 .00	5	5	20	4.86 655E -05	21. 97	0.000 8193	115 482	274 662 3				0.1159 3472	0.8840 6528	0	0	9.4985 2E-05	0.0007 24314	0	0	3.85 851E -06	2.9 4E -05	0.00 E+0 0	0.00 E+0 0	92.0 7%	88.41 %

8. Gambar Hasil Eksperimen

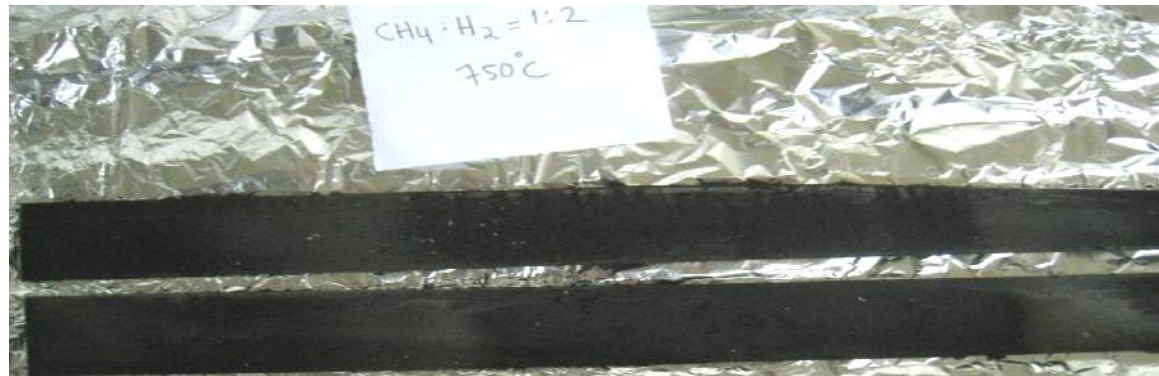
a. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 1), 700 °C



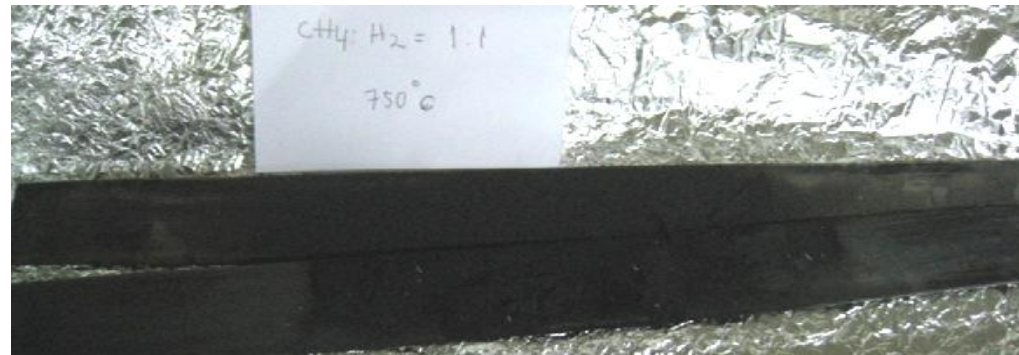
b. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 2), 700 °C



c. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :2) , 750 °C



d. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :1) , 750 °C



e. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :0) , 700 °C



f. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :0) , 750 °C



g. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :0) , 800 °C



9. Hasil Analisis XRD

a. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 : 0) , 700 °C

*** Basic Data Process ***

Group : 0523
Data : KI-700

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	3	26.3405	3.38080	100	0.94970	2972	161810
2	7	44.2000	2.04745	14	1.30860	418	25960
3	6	43.3000	2.08790	7	0.00000	215	0

Peak Data List

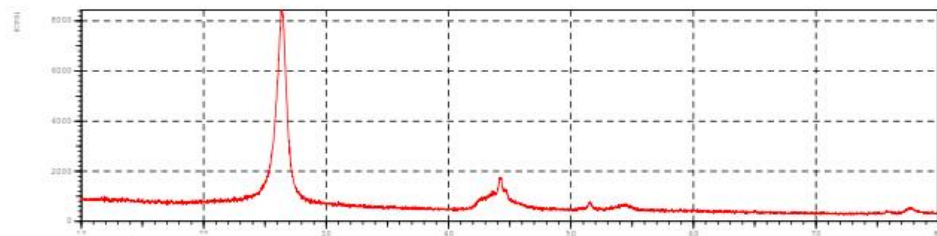
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	22.3800	3.96933	1	3.26000	31	4877
2	23.7200	3.74804	3	1.41340	85	16731
3	26.3405	3.38080	100	0.94970	2972	161810
4	29.1400	3.06206	1	1.12000	37	8055
5	42.4200	2.12915	4	0.56000	133	10371
6	43.3000	2.08790	7	0.00000	215	0
7	44.2000	2.04745	14	1.30860	418	25960
8	45.8600	1.97712	3	1.00000	81	5492
9	46.8200	1.93880	1	0.60000	32	1402
10	51.4933	1.77328	3	0.58670	86	2941
11	54.2933	1.68826	3	1.38670	77	6347
12	77.6533	1.22861	3	0.89330	78	5154

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

<Unknown Data>

Group Name : 0523
Data Name : KI-700
File Name : KI-700.PKR
Sample Name : KI-700
Comment :
Date & Time : 05-28-12 13:47:54

<Raw Data>



b. Ratio CH₄ : H₂ (1 :1) , 700 °C

*** Basic Data Process ***

Group : 0608
Data : K-11-700

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	9	26.3065	3.38509	100	0.89770	1578	80109
2	16	44.0116	2.05578	22	1.15670	354	21664
3	15	42.7200	2.11489	6	0.98000	92	5031

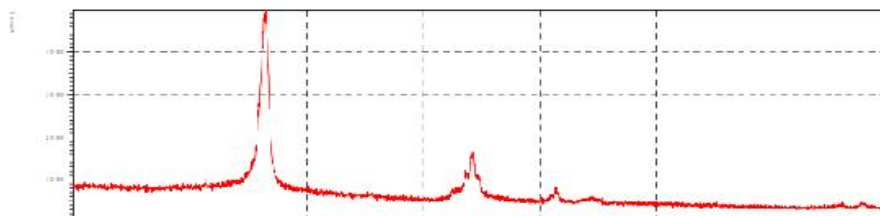
# Peak Data List							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.9950	8.04052	1	0.77000	15	551	
2	11.5600	7.64877	1	0.58000	11	306	
3	12.3383	7.16798	1	0.33670	13	364	
4	18.8050	4.71509	1	0.17000	9	184	
5	19.4066	4.57026	1	0.17330	9	198	
6	21.2975	4.16857	2	0.48500	31	932	
7	22.2600	3.99045	1	0.76000	22	956	
8	23.7400	3.74492	4	1.24000	56	8945	
9	26.3065	3.38509	100	0.89770	1578	80109	
10	28.4000	3.14014	2	1.08000	37	5200	
11	29.9400	2.98204	1	1.04000	22	1276	
12	31.9500	2.79887	1	0.30000	12	248	
13	35.4283	2.53165	1	0.59670	20	890	
14	41.7000	2.16423	1	0.24000	17	335	
15	42.7200	2.11489	6	0.98000	92	5031	
16	44.0116	2.05578	22	1.15670	354	21664	
17	46.6600	1.94507	1	0.60000	23	1852	
18	47.4600	1.91414	1	0.00000	8	0	
19	48.3150	1.88224	1	0.31000	10	347	
20	51.2100	1.78242	6	0.98000	90	4177	
21	52.4750	1.74239	1	0.37000	13	311	
22	53.9000	1.69964	2	1.12000	30	1055	
23	54.2800	1.68864	3	1.60000	43	2097	
24	56.2150	1.63501	1	0.37000	12	305	
25	60.9400	1.51907	1	0.16000	10	91	
26	64.9950	1.43375	1	0.39000	17	542	
27	71.6250	1.31645	1	0.21000	8	178	
28	74.9000	1.26680	1	0.27200	15	346	
29	75.7300	1.25496	2	0.58000	26	839	

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

<Unknown Data>

Group Name : 0608
Data Name : K-11-700
File Name : K-11-700.PKR
Sample Name : CNT 1:1 700
Comment :
Date & Time : 06-12-12 14:20:27

<Raw Data>



c. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :2) , 700 °C

*** Basic Data Process ***

Group : 0608
Data : K-12-700

#	Strongest peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	6	26.3543	3.37906	100	0.93200	2640	134117
2	14	44.2400	2.04569	18	0.73000	479	21459
3	13	43.4800	2.07967	9	0.00000	247	0

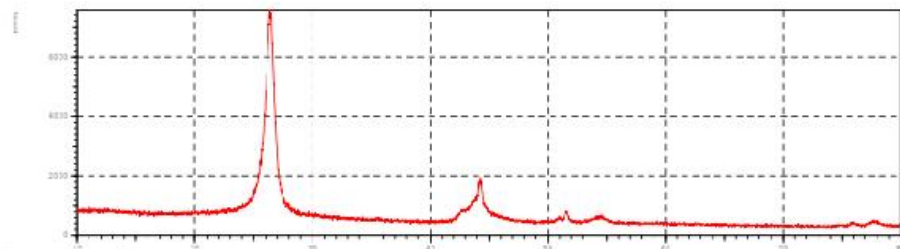
#	Peak Data List peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	12.5800	7.03080	1	0.56000	16	1144	
2	20.7016	4.28720	1	0.54330	20	712	
3	22.2400	3.99400	1	1.24000	34	1901	
4	22.7800	3.90052	2	0.00000	41	0	
5	23.9600	3.71103	3	1.32000	92	18042	
6	26.3543	3.37906	100	0.93200	2640	134117	
7	28.0200	3.18186	4	0.86000	104	10426	
8	29.4200	3.03355	1	1.12000	27	1920	
9	30.4400	2.93419	1	0.46000	23	758	
10	35.5650	2.52223	1	0.45000	16	423	
11	41.7400	2.16225	1	0.22000	17	345	
12	42.8600	2.10831	6	1.24800	157	10598	
13	43.4800	2.07967	9	0.00000	247	0	
14	44.2400	2.04569	18	0.73000	479	21459	
15	45.7200	1.98285	3	1.52000	80	7637	
16	46.5000	1.95139	1	0.80000	39	1413	
17	47.5600	1.91034	1	0.46000	17	503	
18	50.9000	1.79255	2	0.57340	44	1249	
19	51.5200	1.77242	4	0.58400	115	3238	
20	54.3400	1.68692	3	1.24000	78	5816	
21	62.5750	1.48325	1	0.29000	13	310	
22	74.7900	1.26839	1	0.46000	15	415	
23	75.9333	1.25211	2	0.61330	40	1297	
24	77.7200	1.22773	3	1.02000	66	3832	

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

<Unknown Data>

Group Name : 0608
Data Name : K-12-700
File Name : K-12-700.PKR
Sample Name : CNT 1:2 700
Comment :
Date & Time : 06-12-12 15:00:57

<Raw Data>



d. Ratio CH₄ : H₂ (1 :0) , 750 °C

*** Basic Data Process ***

Group : 0523
Data : KI-750

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	4	26.3907	3.37449	100	0.78900	1860	90670
2	12	44.5600	2.03174	24	0.74740	450	11734
3	11	43.9200	2.05985	15	2.06000	278	18061

Peak Data List

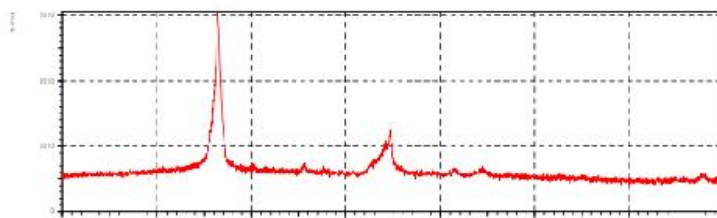
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	22.0300	4.03159	1	0.54000	20	897
2	23.3600	3.80498	2	0.74660	35	2248
3	24.1400	3.68377	3	0.00000	54	0
4	26.3907	3.37449	100	0.78900	1860	90670
5	28.0200	3.18186	3	0.65340	52	4078
6	28.6400	3.11437	1	0.41340	25	598
7	30.1646	2.96034	2	0.46270	35	1071
8	35.5567	2.52280	5	0.58000	93	3048
9	37.7400	2.38172	1	0.60000	26	832
10	42.4800	2.12628	5	0.51000	95	2807
11	43.9200	2.05985	15	2.06000	278	18061
12	44.5600	2.03174	24	0.74740	450	11734
13	45.7200	1.98285	4	0.90660	71	4971
14	49.2433	1.84891	1	0.32670	24	712
15	51.4886	1.77343	4	0.52930	78	2476
16	54.3286	1.68724	4	1.00930	69	3847
17	55.1200	1.66488	1	0.00000	22	0
18	57.2900	1.60686	1	0.26000	23	636
19	62.6133	1.48243	2	0.45330	33	1275
20	64.9500	1.43463	2	0.50000	30	1320
21	70.8666	1.32867	1	0.21330	19	231
22	73.0750	1.29386	1	0.19000	22	331
23	74.6266	1.27076	1	0.34670	25	554
24	75.6200	1.25651	1	0.40000	24	676
25	77.6500	1.22866	3	0.79340	61	2646

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

<Unknown Data>

Group Name : 0523
Data Name : KI-750
File Name : KI-750.PXR
Sample Name : KI-750
Comment :
Date & Time : 05-28-12 13:05:14

<Raw Data>



e. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :1) , 750 °C

*** Basic Data Process ***

Group : 0608
Data : K-11-750

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	9	26.3592	3.37845	100	0.96400	1327	77731
2	17	44.0500	2.05407	14	1.48660	186	10620
3	16	42.9400	2.10456	8	1.24000	79	5053

Peak Data List

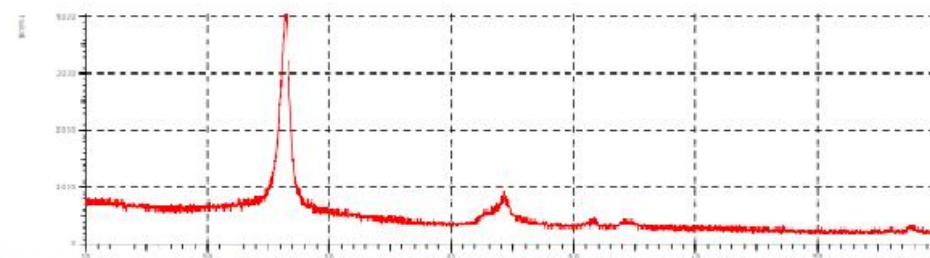
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	11.6600	7.58339	1	1.24000	16	1210
2	12.9200	6.84653	1	0.32000	11	215
3	14.4833	6.11085	1	0.16670	8	154
4	20.2550	4.38071	1	0.65000	10	465
5	21.8200	4.06992	2	1.40000	22	1277
6	22.3400	3.97634	2	0.00000	27	0
7	23.2600	3.82111	3	0.00000	39	0
8	23.9600	3.71103	4	0.00000	55	0
9	26.3592	3.37845	100	0.96400	1327	77731
10	28.4600	3.13366	3	1.04000	37	4932
11	29.7400	3.00164	1	0.00000	17	0
12	30.5000	2.92855	1	0.48000	16	828
13	32.0500	2.79037	1	0.30000	10	245
14	35.1700	2.54965	1	0.38000	8	200
15	35.6900	2.51368	1	0.30000	8	157
16	42.9400	2.10456	8	1.24000	79	5053
17	44.0500	2.05407	14	1.48660	186	10620
18	45.8000	1.97957	3	0.98660	34	2179
19	46.5800	1.94823	1	0.60000	16	507
20	47.4900	1.91300	1	0.38000	7	217
21	51.4700	1.77403	3	0.82000	34	1510
22	53.1600	1.72154	1	0.12000	7	58
23	54.3650	1.68620	3	1.11000	35	2102
24	66.9600	1.39637	1	0.16000	7	153
25	75.8800	1.25285	1	0.40000	12	342
26	77.6350	1.22886	2	0.71000	29	1213

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

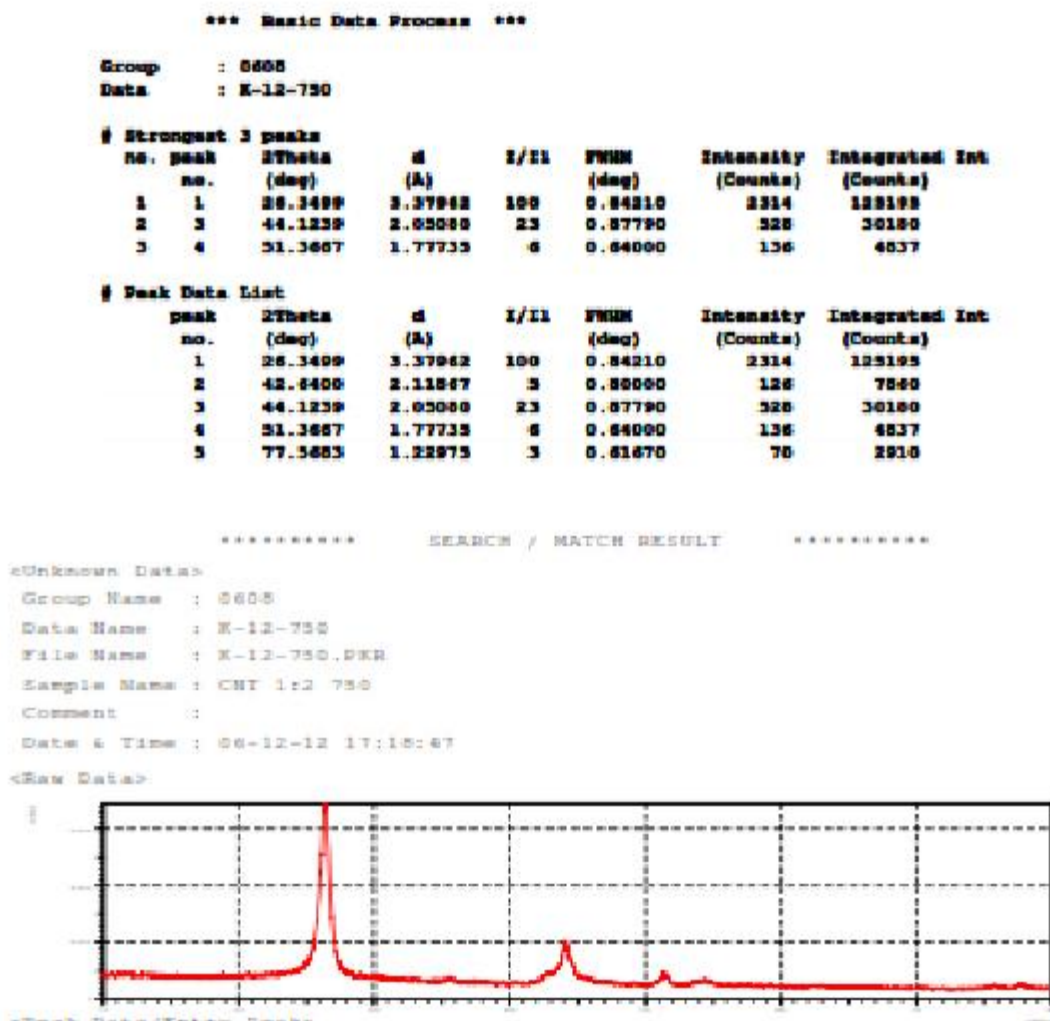
<Unknown Data>

Group Name : 0608
Data Name : K-11-750
File Name : K 11 750.PKR
Sample Name : CNT 1:1 750
Comment :
Date & Time : 06-12-12 15:41:53

<Raw Data>



f. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :2), 750 °C



g. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2$ (1 :0) , 800 °C

```

*** Basic Data Process ***

Group   : 0523
Data    : KI-800

# Strongest 3 peaks

```

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated In (Counts)
1	0	44.7282	2.02449	100	0.27830	1768	27403
2	2	26.4933	3.36165	31	0.48090	904	24893
3	0	65.0740	1.43220	9	0.39470	162	3835

```

# Peak Data List

```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated In (Counts)
1	25.6000	3.47689	3	0.33340	88	3786
2	26.4933	3.36165	31	0.48090	904	24893
3	27.2800	3.26647	3	0.28000	60	1713
4	39.4045	2.53329	3	0.24240	54	1142
5	43.8200	2.05985	3	0.48440	87	4751
6	44.7282	2.02449	100	0.27830	1768	27403
7	54.6414	1.67832	4	0.24290	65	1567
8	65.0740	1.43220	9	0.39470	162	3835
9	77.6750	1.22833	3	0.29000	61	1423

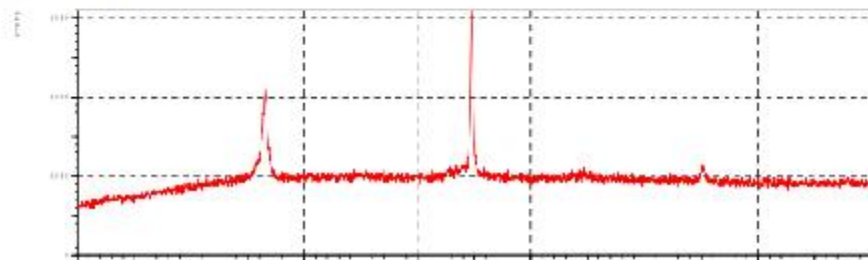
```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****

<Unknown Data>
Group Name   : 0523
Data Name    : KI-800
File Name    : KI-800.PKR
Sample Name   : KI-800
Comment      :
Date & Time  : 09-28-12 12:21:50

<Raw Data>

```



10. Perhitungan Konsentrasi

Perhitungan konsentrasi dilakukan pada masing-masing ratio di tiap suhu. Secara umum, perhitungan konsentrasi dibagi menjadi dua, yaitu konsentrasi pada titik ke-0 dan konsentrasi pada titik ke 1-5. Perbedaan ini terjadi karena pada titik ke-0, besar konsentrasi gas didapat dari persamaan gas ideal sedangkan titik selanjutnya dengan menggunakan data hasil analisis Gas Chromatography. Hal ini terjadi karena keterbatasan alat penelitian. Adapun perhitungannya adalah seperti berikut ini :

I. KONSENTRASI PADA TITIK KE-0

Berikut ini adalah persamaan gas ideal yang digunakan untuk menghitung konsentrasi pada titik ke-0.

a. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$

$$P = cRT \leftrightarrow c = P/RT$$

Dimana,

P = Tekanan Udara = 1 atm

T = Suhu Ruangan = $25^\circ\text{C} = 303.5 \text{ K}$

R = Konstanta Universal gas =
 $0,082 \text{ atm m}^3/\text{kmol.K}$

c = konsentrasi pada titik ke-0

b. Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$ dan $1 : 2$

Persamaan umum gas ideal yang digunakan sebagai berikut :

$$PV = nRT$$

Dimana,

P = Tekanan Udara = 1
atm

R = Konstanta
Universal gas = $0,082$
 $\text{atm m}^3/\text{kmol.K}$

T = Suhu Ruangan =

25°C = 303.5 K

n = mol masing-masing

CH₄ dan H₂ (mol)

V = Volume gas input masing-masing CH₄ dan H₂ (L)

Adapun langkah-langkah perhitungannya sebagai berikut :

- Menghitung masing-masing mol CH₄ dan H₂

$$n_{CH_4} = \frac{PV_{CH_4}}{RT}$$

$$n_{H_2} = \frac{PV_{H_2}}{RT}$$

- Menghitung konsentrasi masing-masing CH₄ dan H₂

$$C_{CH_4} = \frac{n_{CH_4}}{V_{total}}$$

$$C_{H_2} = \frac{n_{H_2}}{V_{total}}$$

Berikut ini adalah hasil perhitungan untuk masing-masing konsentrasi pada titik ke-0 yang ditampilkan dalam bentuk table.

A. Tabel Konsentrasi **CH₄ : H₂ = 1 : 0 Pada T = 700 °C**

PERHITUNGAN KONSENTRASI titik ke-0 (CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 ; SUHU 700° C)		
P	1	atm
T	300.5	K
Flow Input CH ₄	20	ml/min
	1.2	L/H
volume	1.2	L
R	0.082057	atm m ³ /kmol.K
KONSENTRASI		
CH ₄	0.040554578	kmol

B. Tabel Konsentrasi **CH₄ : H₂ = 1 : 1 Pada T = 700 °C**

PERHITUNGAN KONSENTRASI titik ke-0 (CH ₄ : H ₂ = 1 : 1 ; SUHU 700° C)				
P	1			atm
T	30	C	303	K
Flow Input		ml/min		l/h
CH ₄	20	ml/min	1.2	l/h
H ₂	20	ml/min	1.2	l/h

VOLUME	basis 1 jam			
CH ₄	1.2	l/h	1.2	L
H ₂	1.2	l/h	1.2	L
TOTAL	2.4			
konstanta R	0.082057	atm m ³ /kmol.K		
MOL (n)				
CH ₄	0.048264	kmol	48.26396334	mol
H ₂	0.048264	kmol	48.26396334	mol
Konsentrasi				
CH ₄	0.02011	kmol/l	20109.98472	mol/l
H ₂	0.02011	kmol/l	20109.98472	mol/l

C. Tabel Konsentrasi **CH₄ : H₂ = 1 : 1** Pada **T = 700 °C**

PERHITUNGAN KONSENTRASI titik ke-0 (CH ₄ : H ₂ = 1 : 1 ; SUHU 700° C)				
P	1	atm		
T	30	C	303	K
FLOW		ml/min		l/h
CH ₄	26.67	ml/min	1.6002	l/h
H ₂	80	ml/min	4.8	l/h
VOLUME	basis 1 jam			
CH ₄	1.6002	l/h	1.6002	L
H ₂	4.8	l/h	4.8	L
TOTAL	6.4002			
konstanta R	0.082057	atm m ³ /kmol.K		
MOL (n)	PV/RT			
CH ₄	0.06436	kmol	64.35999511	mol
H ₂	0.193056	kmol	193.0558534	mol
Konsentrasi				
CH ₄	0.010056	kmol/L	10055.93499	mol/l
H ₂	0.030164	Kmol/L	30164.03446	mol/l

D.. Tabel Konsentrasi **CH₄ : H₂ = 1 : 0** Pada **T = 750 °C**

PERHITUNGAN KONSENTRASI titik ke-0 (CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 ; SUHU 750° C)				
P	1			atm
T	30	C	303	K
Flow input CH ₄	20			ml/min

r

	1.2			L/H
volume	1.2	basis 1 jam		L
R	0.082057	atm m ³ /kmol.K		
KONSENTRASI				
CH ₄	0.048264	kmol		

E.. Tabel Konsentrasi **CH₄ : H₂ = 1 : 2 Pada T = 750 °C**

PERHITUNGAN KONSENTRASI titik ke-0 (CH ₄ : H ₂ = 1 : 2; SUHU 700 C)				
P	1	atm		
T	30	C	303	K
FLOW		ml/min		l/h
CH ₄	26.67	ml/min	1.6002	l/h
H ₂	53.34	ml/min	3.2004	l/h
VOLUME	basis 1 jam			
CH ₄	1.6002	l/h	1.6002	L
H ₂	3.2004	l/h	3.2004	L
TOTAL	4.8006			
konstanta R	0.082057	atm m ³ /kmol.K		
MOL (n)	PV/RT			
CH ₄	0.06436	kmol	64.35999511	mol
H ₂	0.12872	kmol	128.7199902	mol
Konsentrasi				
CH ₄	0.013407		13406.65648	mol/l
H ₂	0.026813		26813.31297	mol/l

II. KONSENTRASI PADA TITIK SELAIN KE-0

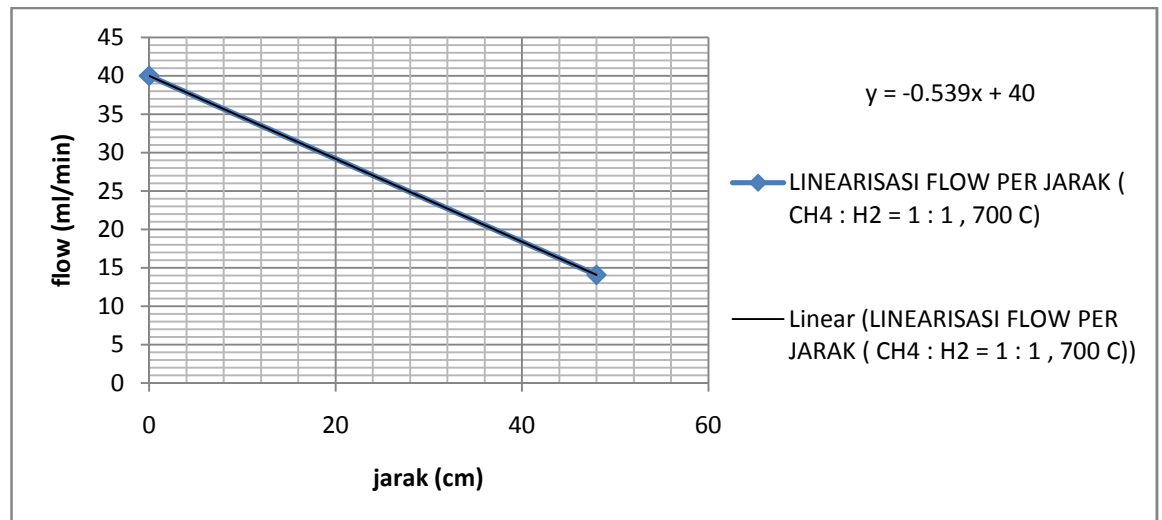
Untuk menghitung konsentrasi pada titik ini dilakukan dengan beberapa tahap, yaitu :

1. Linearisasi Flow per Jarak.

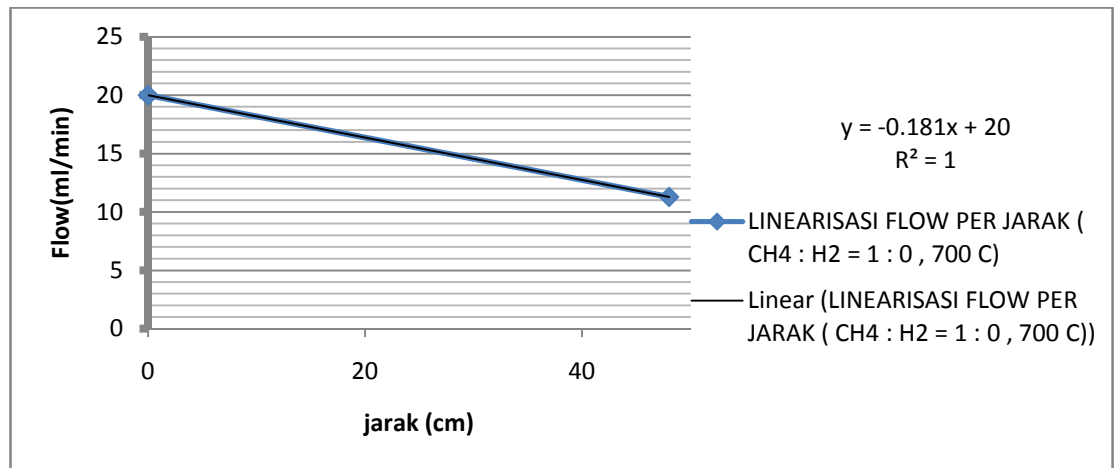
Linearisasi dilakukan untuk mengetahui besar flow umpan pada tiap jarak yang telah ditentukan . Grafik linearisasi terdiri dari dua titik, yaitu flow gas input dan gas output. Dari hasil linearisasi ini di dapat persamaan garis dari masing-masing grafik. Persamaan garis ini berguna untuk mengetahui besar flow per jarak . Berikut adalah persamaan garis dari masing-masing ratio.

a. Suhu 700°C

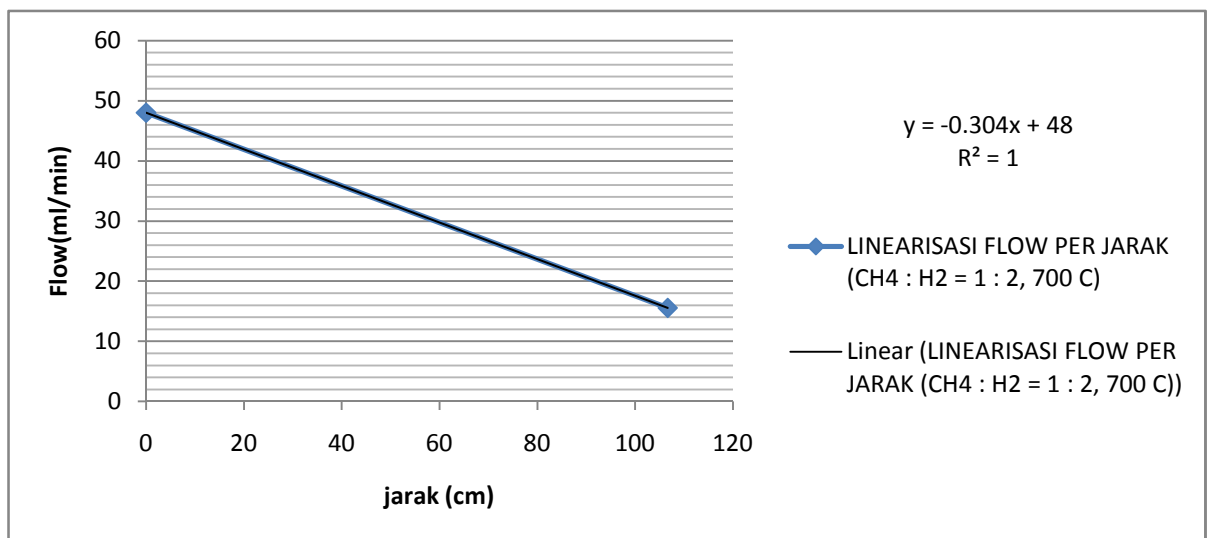
• Grafik Linearisasi Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$



• **Grafik Linearisasi Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 1$**

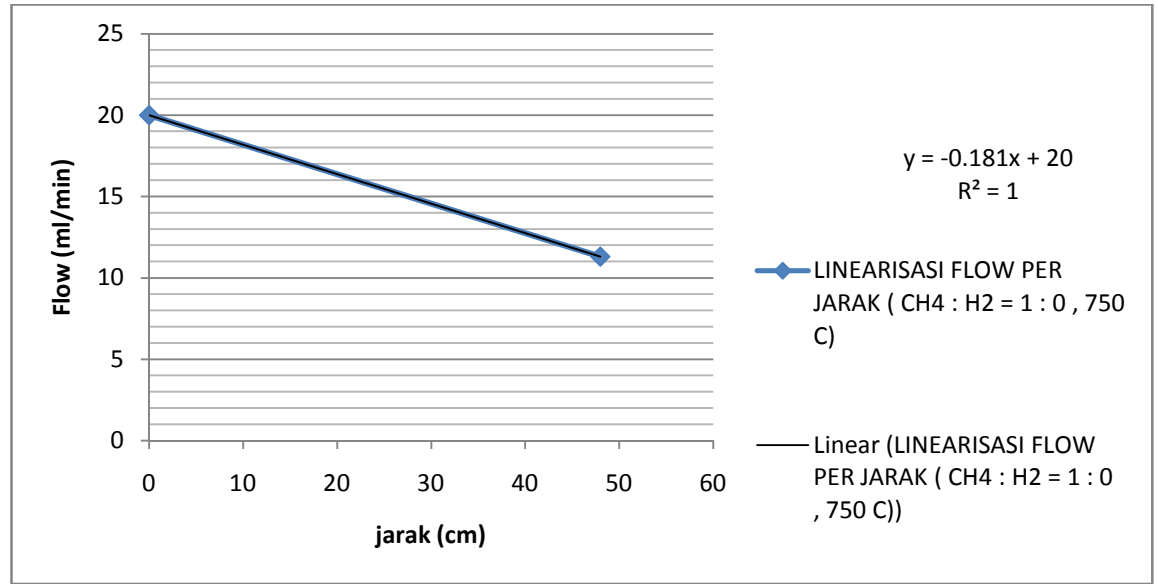


• **Grafik Linearisasi Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$**

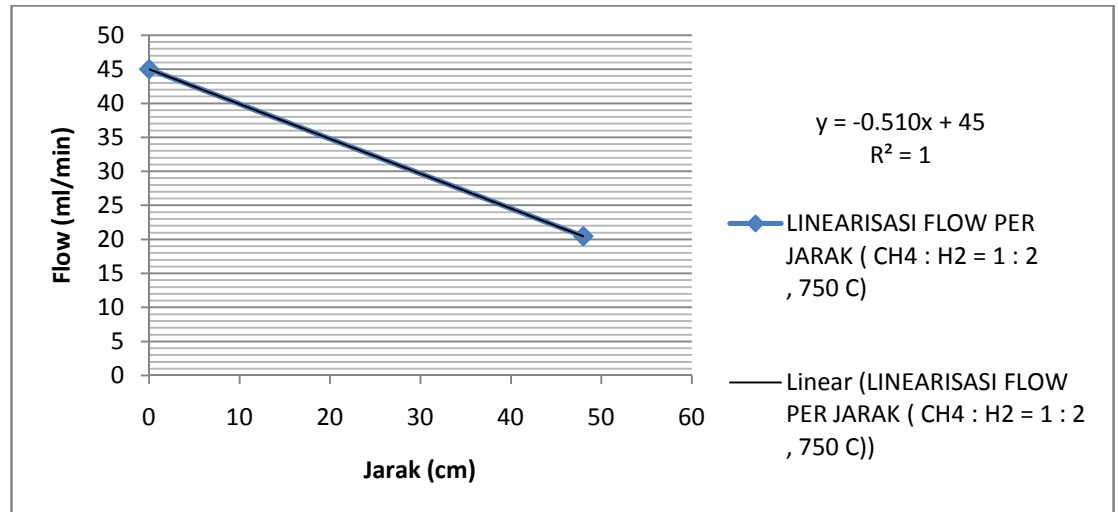


b. 750 °C

• Grafik Linearisasi Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$



• Grafik Linearisasi Ratio $\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$



2. Menghitung Flow Tiap Jarak

Setelah dilakukan linearisasi maka didapat persamaan garisnya. Untuk mendapatkan besar flow tiap jarak, *variable* x pada persamaan garis diganti dengan besar fraksi volume masing-masing komponen gas dari hasil analisis Gas Chromatography. Hal ini berlaku untuk semua ratio. Dimana, persamaannya menjadi berikut ini.

Besar basis waktu : 1 menit

$$F_{\text{parsial}} = y = ax + b$$

Keterangan :

$Y = F_{\text{parsial}}$ = Flow per jarak (ml/min. cm) ; a, b = konstanta ; x = fraksi volume (%vol)

3. Mengitung Volume Parsial Tiap Jarak

Persamaan menghitung volume parsial tiap jarak adalah sebagai berikut :

$$V_{\text{parsial}} = X * Y$$

Dimana,

X = Fraksi volume masing-masing komponen gas (%vol)

Y = flow tiap jarak (ml/min. cm)

V_{parsial} = Volume Parsial masing-masing komponen gas pada tiap jarak

4. Menghitung Mol Parsial Tiap Jarak

Persamaan menghitung mol parsial tiap jarak adalah sebagai berikut :

$$n_{\text{parsial}} = \frac{PV_{\text{parsial}}}{RT}$$

r

Dimana,

P = Tekanan Udara = 1 atm

T = Suhu Ruangan =

25°C = 303.5 K

R = Konstanta

Universal gas = 0,082

atm m³/kmol.K

5. Menghitung Konsentrasi Parsial Tiap Jarak

Persamaan menghitung konsentrasi *parsial* tiap jarak adalah sebagai berikut :

$$C_{\text{parsial}} = \frac{n_{\text{parsial}}}{F_{\text{parsial}}}$$

Dimana,

n_{parsial} = jumlah mol masing-masing senyawa pada jarak tertentu

F_{parsial} = Flow masing-masing senyawa per jarak

Adapun hasil perhitungan dari ketiga langkah diatas ditampilkan pada table dibawah ini

Tabel F. Konsentrasi Variasi Ratio CH₄ : H₂ Pada Suhu 700 °C

KONSENTRASI (CH₄: H₂ = 1 : 0 ; SUHU 700 C)

$$y = -0.181x + 20$$

suhu	jarak	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*	Volume parsial		nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂
651	27	0.49	0.51	15.14	7.47	7.67	0.30	0.31	0.02	0.02
684	24	0.46	0.54	15.68	7.19	8.49	0.29	0.34	0.02	0.02
706	18	0.54	0.46	16.76	9.05	7.71	0.37	0.31	0.02	0.02
699	15	0.55	0.45	17.30	9.45	7.85	0.38	0.32	0.02	0.02
591	6	0.57	0.43	18.91	10.87	8.04	0.44	0.33	0.02	0.02
	0	1		20	20	0	0.8116554	0	0.0406	0

KONSENTRASI (CH₄ : H₂ = 1 : 1 ; SUHU 700 C)

$$y = -0.539x + 40$$

suhu	jarak	%VOLUME	FLOW TIAP JARAK*		Volume Parsial			nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂

r

668	27	0.27	0.73	39.86	39.86	10.71	29.15	0.43	1.18	0.01	0.03
670	24	0.25	0.75	39.86	39.87	10.10	29.77	0.41	1.21	0.01	0.03
690	18	0.25	0.75	39.87	39.87	9.87	29.99	0.40	1.22	0.01	0.03
688	15	0.25	0.75	39.87	39.86	9.87	29.99	0.40	1.22	0.01	0.03
564	6	0.26	0.74	39.86	40.00	10.53	29.44	0.43	1.19	0.01	0.03
	0									0.02	0.020

KONSENTRASI (CH₄ : H₂ = 1 : 2 ; SUHU 700 C)

$$y = -0.304x + 48$$

suhu	jarak	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*		Volume Parsial		nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂
667	27	0.30	0.70	47.91	47.79	14.43	33.39	0.59	1.36	0.01	0.03
689	24	0.29	0.71	47.91	47.78	13.67	34.15	0.55	1.39	0.01	0.03
708	18	0.31	0.69	47.91	47.79	14.80	33.03	0.60	1.34	0.01	0.03
696	15	0.29	0.71	47.91	47.78	13.72	34.10	0.56	1.38	0.01	0.03
578	6	0.32	0.68	47.90	47.79	15.14	32.69	0.61	1.33	0.01	0.03
	0									0.01	0.03

Tabel G. Konsentrasi Variasi Ratio CH₄ : H₂ Pada Suhu 750 °C

KONSENTRASI (CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 ; SUHU 750 C)										
y = -0.181x + 20										
suhu	jarak	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*	Volume Parsial		nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂
651	27	0.49	0.51	19.91	9.79	10.12	0.40	0.41	0.02	0.02
684	24	0.44	0.56	19.92	8.81	11.11	0.36	0.45	0.02	0.02
706	18	0.54	0.46	19.90	10.72	9.18	0.44	0.37	0.02	0.02
699	15	0.54	0.46	19.90	10.84	9.06	0.44	0.37	0.02	0.02
591	6	0.93	0.07	19.83	18.50	1.33	0.75	0.05	0.04	0.00
	0			20					0.048264	0
KONSENTRASI (CH ₄ : H ₂ = 1 : 0 ; SUHU 750 C)										
y = -0.510x + 45										

r

suhu	jarak	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*		Volume Parsial		nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂
667	27	0.16	0.84	44.92	44.57	7.18	37.45	0.29	1.52	0.01	0.03
689	24	0.19	0.81	44.91	44.58	8.31	36.33	0.34	1.47	0.01	0.03
708	18	0.17	0.83	44.91	44.58	7.64	37.00	0.31	1.50	0.01	0.03
696	15	0.23	0.77	44.88	44.61	10.22	34.45	0.41	1.40	0.01	0.03
578	6										
	0			45						0.013407	0.026813

KONSENTRASI (CH₄ : H₂ = 1 : 0 ; SUHU 700 C)

y = -0.181x + 20										
suhu	jarak	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*	Volume Parsial		nparsial		Cparsial	
		CH ₄	H ₂		CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂	CH ₄	H ₂
651	27	0.49	0.51	19.91	9.79	10.12	0.40	0.41	0.02	0.02
684	24	0.44	0.56	19.92	8.81	11.11	0.36	0.45	0.02	0.02

r

706	18	0.54	0.4 6	19.90	10.72	9.18	0.44	0.37	0.02	0.02
699	15	0.54	0.4 6	19.90	10.84	9.06	0.44	0.37	0.02	0.02
591	6	0.93	0.0 7	19.83	18.50	1.33	0.75	0.05	0.04	0.00
	0			20					0.04826 4	0

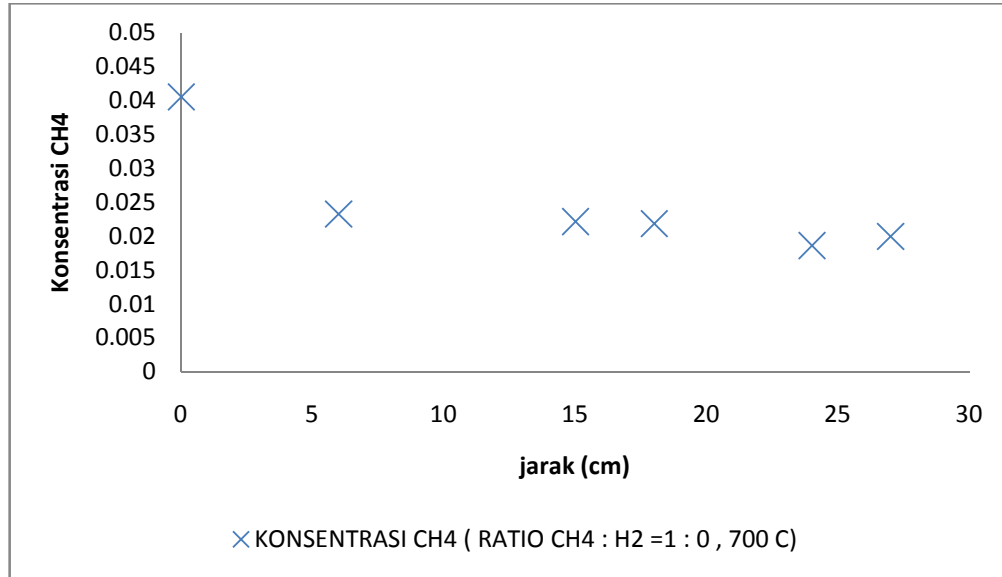
KONSENTRASI (CH₄ : H₂ = 1 : 0 ; SUHU 700 C)

$$y = -0.510x + 45$$

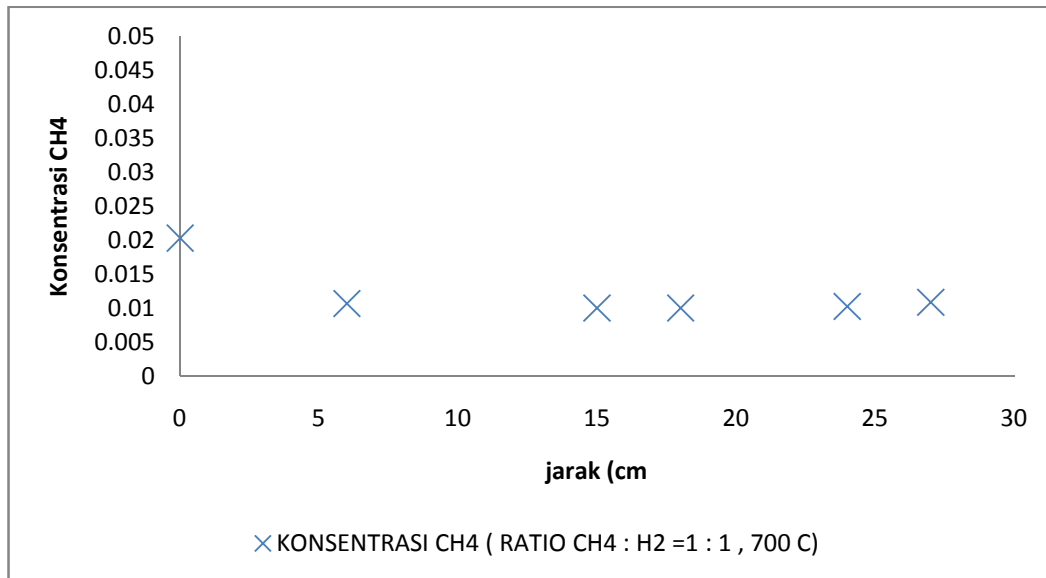
suhu	jara k	%VOLUME		FLOW TIAP JARAK*		Volume Parsial		nparsial		Cparsial	
		CH4	H2	CH4	H2	CH4	H2	CH4	H2	CH4	H2
667	27	0.16	0.8 4	44.92	44.57	7.18	37.45	0.29	1.52	0.01	0.03
689	24	0.19	0.8 1	44.91	44.58	8.31	36.33	0.34	1.47	0.01	0.03
708	18	0.17	0.8 3	44.91	44.58	7.64	37.00	0.31	1.50	0.01	0.03
696	15	0.23	0.7 7	44.88	44.61	10.22	34.45	0.41	1.40	0.01	0.03
578	6										
	0			45						Cparsial	CH4

12. Profil Konsentrasi CH₄ dan H₂ Terhadap Jarak

- **KONSENTRASI CH₄ (CH₄ : H₂ = 1 : 0, 700 °C)**

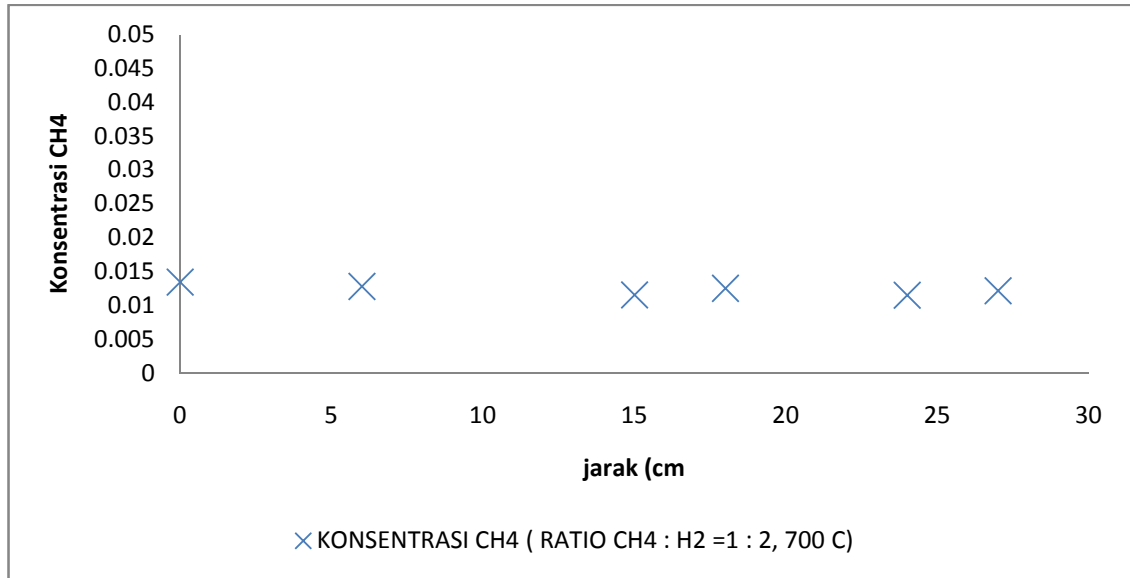


- **KONSENTRASI CH₄ (CH₄ : H₂ = 1 : 1, 700 °C)**

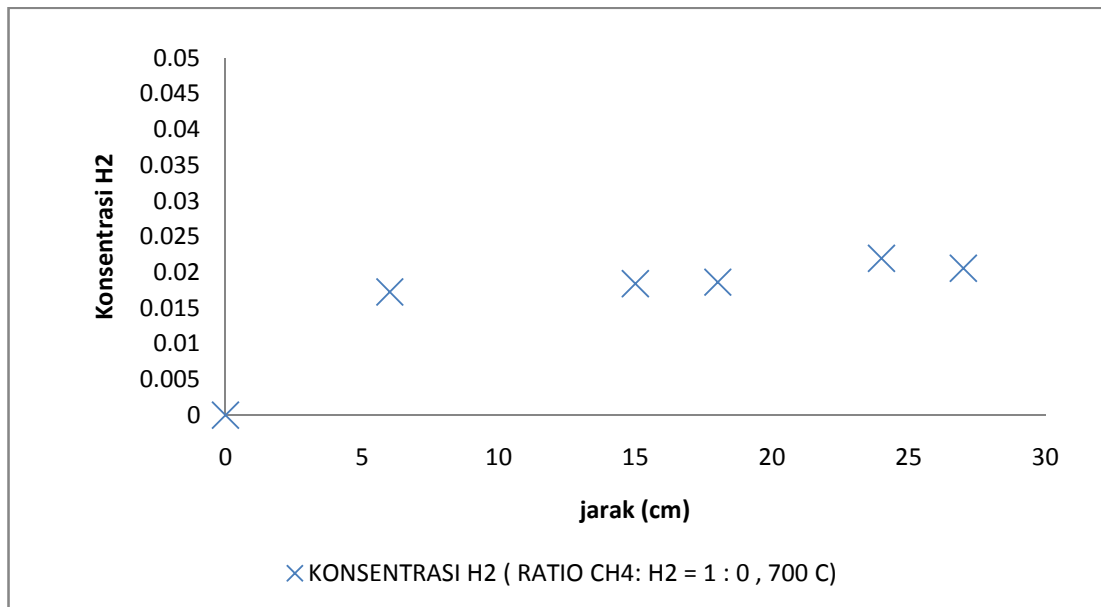


r

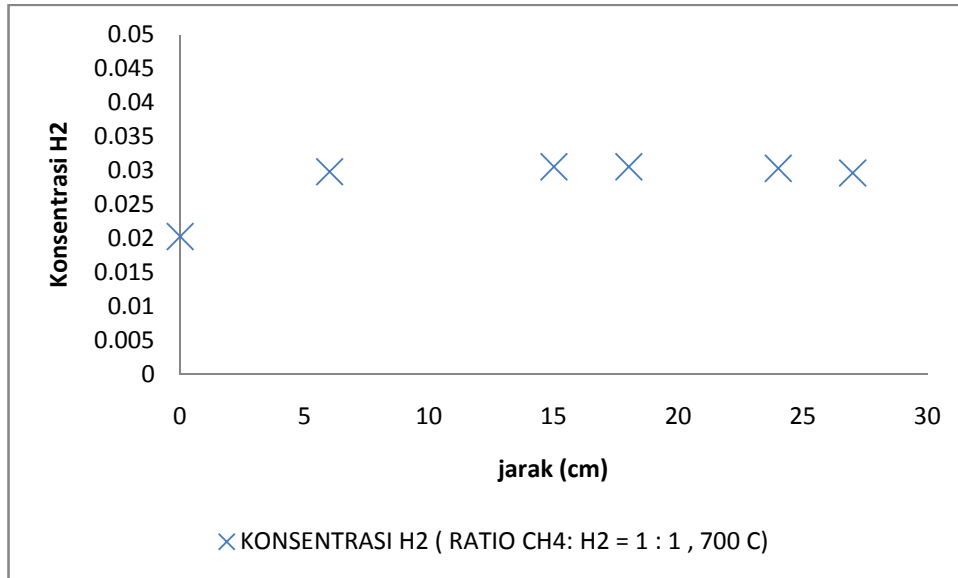
- **KONSENTRASI CH_4 ($\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 2$, 700°C)**



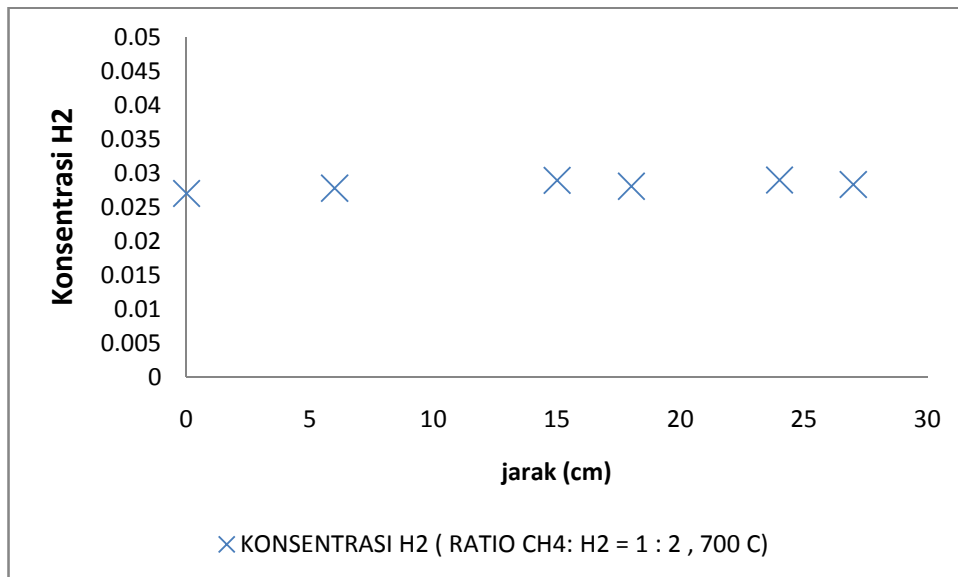
- **KONSENTRASI H_2 ($\text{CH}_4 : \text{H}_2 = 1 : 0$, 700°C)**



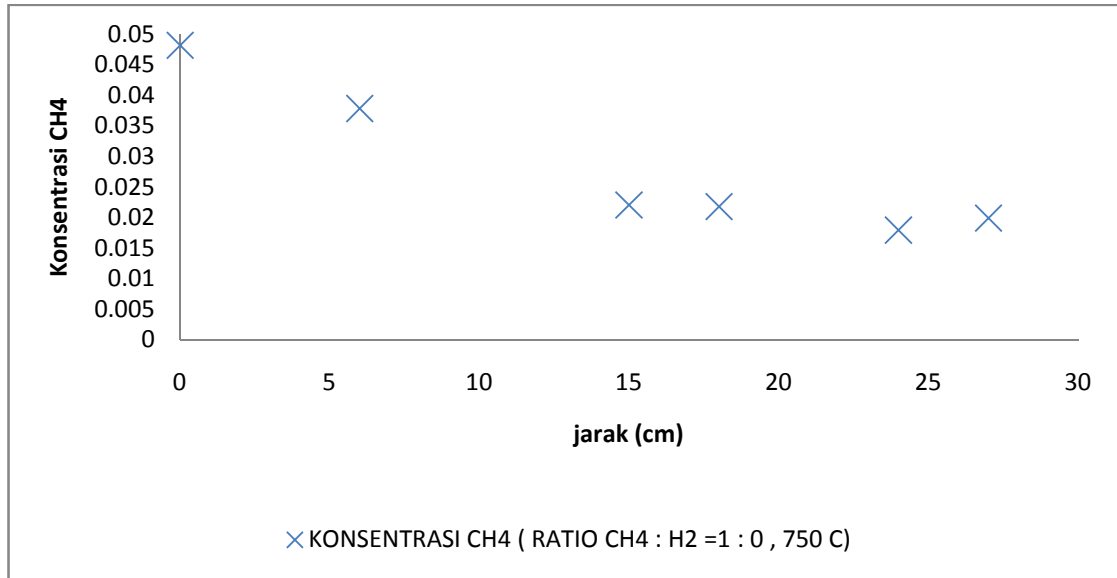
- **KONSENTRASI H_2 ($CH_4 : H_2 = 1 : 1$, $700^\circ C$)**



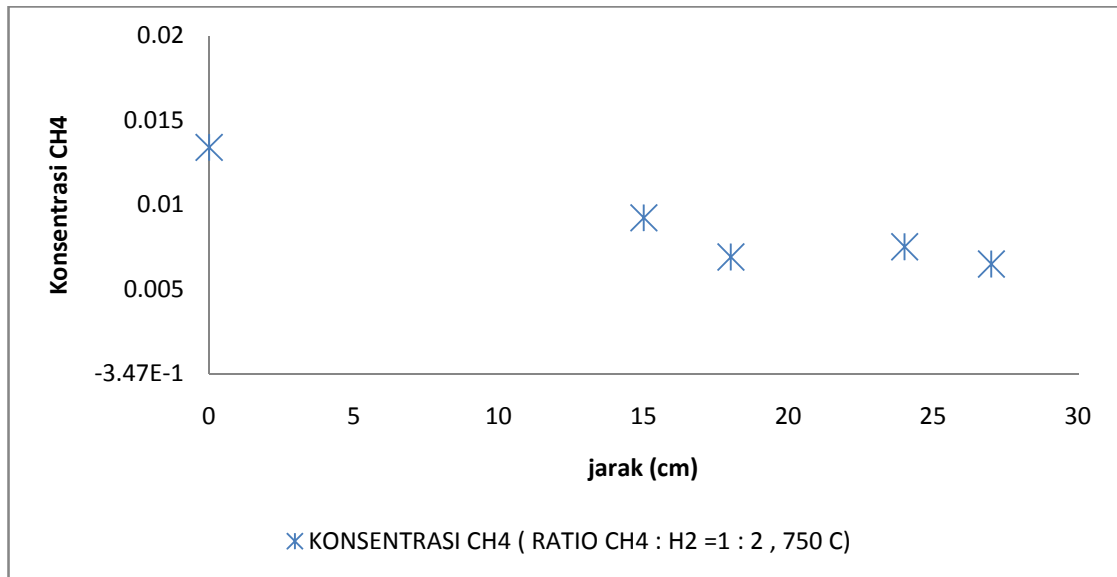
- **KONSENTRASI H_2 ($CH_4 : H_2 = 1 : 2$, $700^\circ C$)**



- KONSENTRASI CH₄ (CH₄ : H₂ = 1 : 0, 750°C)**

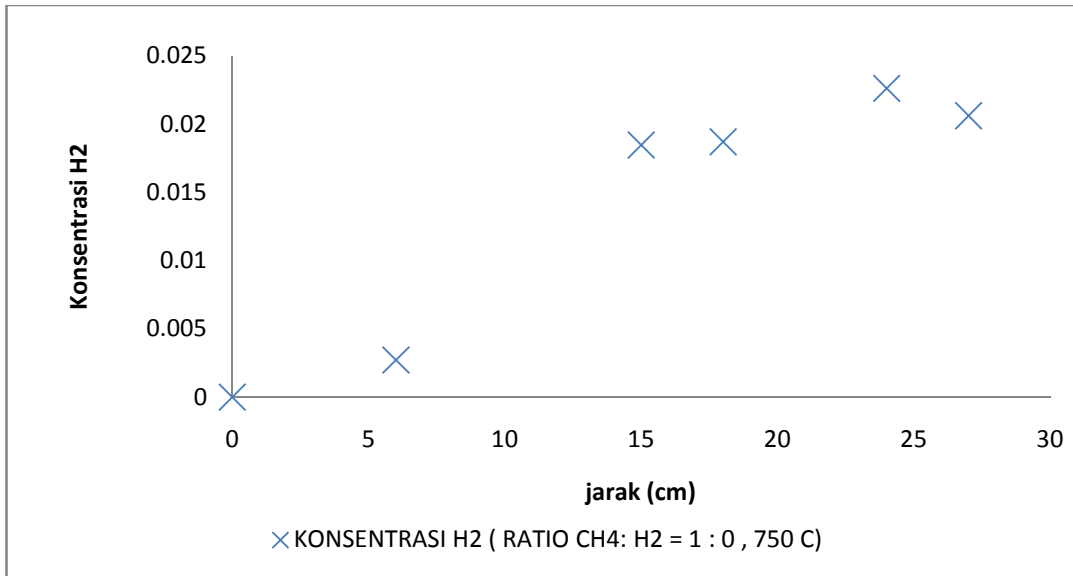


- KONSENTRASI CH₄ (CH₄ : H₂ = 1 : 2, 750°C)**

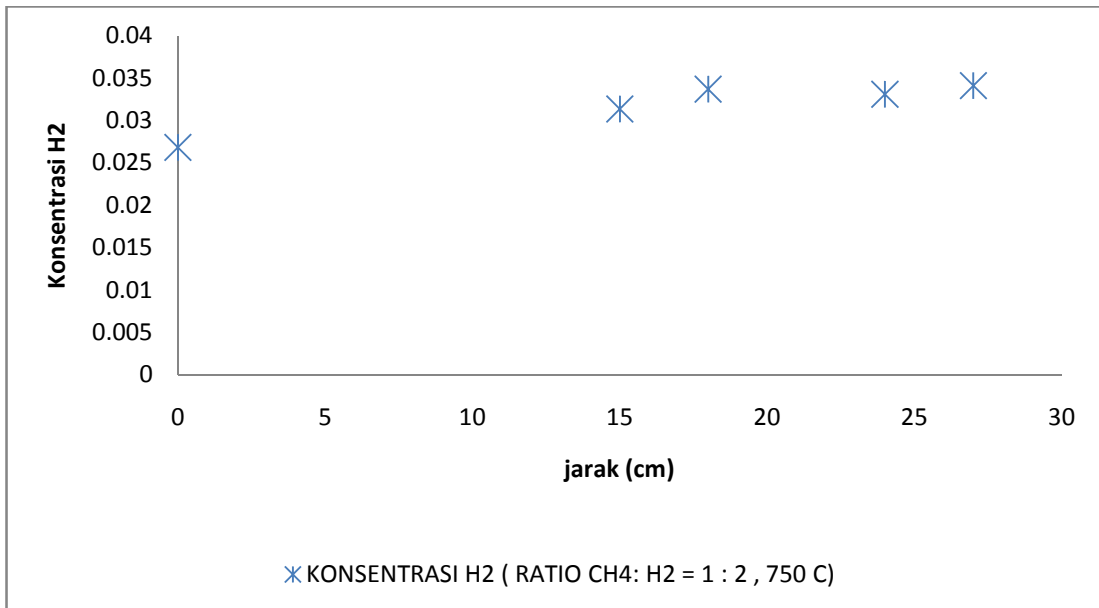


r

- **KONSENTRASI H_2 ($CH_4 : H_2 = 1 : 0$, $750^\circ C$)**



- **KONSENTRASI H_2 ($CH_4 : H_2 = 1 : 0$, $750^\circ C$)**

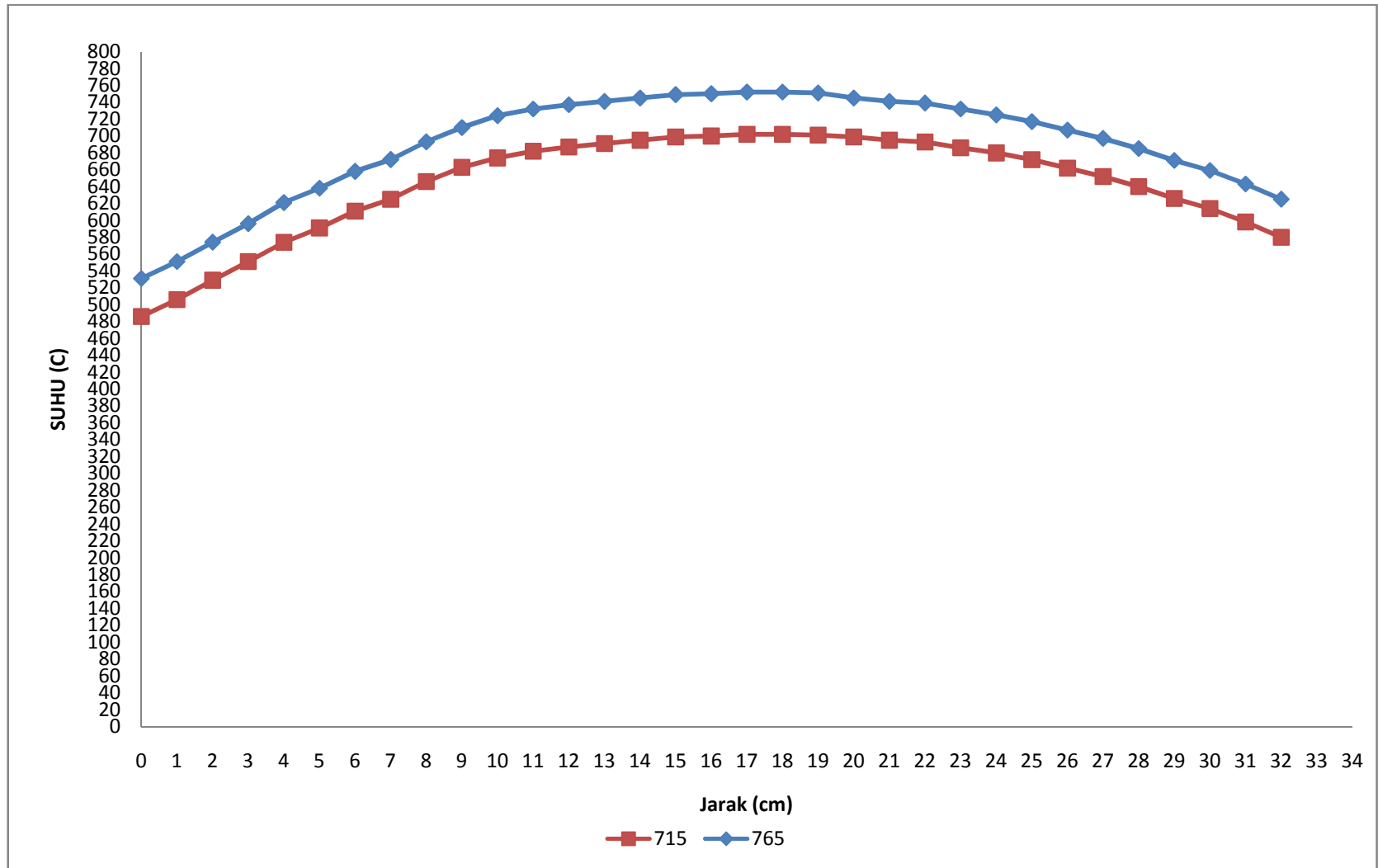


13. Tabel Suhu dan Grafik Suhu Reaktor Kosong

- Suhu 700 °C (715 °C) DAN 750 °C (765 °C)

715 °C			765 °C	
jarak	SUHU		jarak	SUHU
32	580		32	625
31	598		31	643
30	614		30	659
29	626		29	671
28	640		28	685
27	652		27	697
26	662		26	707
25	672		25	717
24	680		24	725
23	686		23	732
22	693		22	739
21	695		21	741
20	699		20	745
19	701		19	751
18	702		18	752
17	702		17	752
16	700		16	750
15	699		15	749
14	695		14	745
13	691		13	741
12	687		12	737
11	682		11	732
10	674		10	724
9	663		9	710
8	646		8	693
7	625		7	672
6	611		6	658
5	591		5	638
4	574		4	621
3	551		3	596
2	529		2	574
1	506		1	551
0	486		0	531

r



r