



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESA KARBON NANOPORI DARI BAHAN  
SILIKON KARBIDA POLITYPE 6H-SiC**

**DISERTASI**

**MUSFIRAH CAHYA FAJRAH TOANA  
0606158766**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL  
JAKARTA  
2010**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESA KARBON NANOPORI DARI BAHAN  
SILIKON KARBIDA POLITIFE 6H-SiC**

**DISERTASI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Doktor**

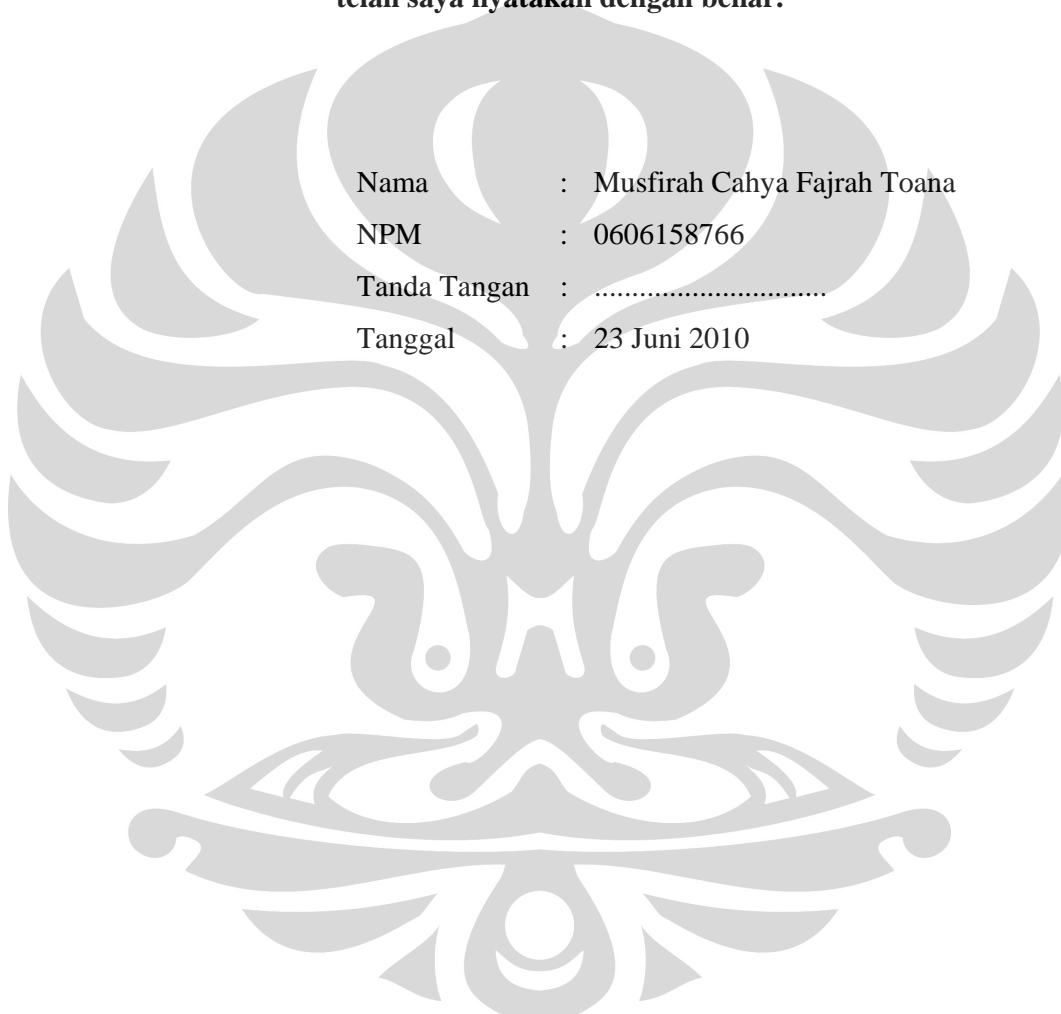
**MUSFIRAH CAHYA FAJRAH TOANA  
0606158766**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL  
JAKARTA  
2010**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Musfirah Cahya Fajrah Toana  
NPM : 0606158766  
Tanda Tangan : .....  
Tanggal : 23 Juni 2010



## HALAMAN PENGESAHAN

Disertasi ini diajukan oleh :

Nama : Musfirah Cahya Fajrah Toana  
NPM : 0606158766  
Program Studi : Ilmu Material  
Judul Disertasi : Sintesa Karbon Nanopori Dari Bahan Silikon Karbida  
Politipe 6H-SiC

**Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Doktor pada Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia**

### DEWAN PENGUJI

Promotor : Dr. Bambang Soegiyono ( ..... )  
Kopromotor : Dr. Muhammad Hikam ( ..... )  
Ketua Pelaksana Sidang : Dr. Adi Basukriadi, M.Sc ( ..... )  
Tim Penguji : Dr. Azwar Manaf, M.Met (Anggota) ( ..... )  
: Dr. Budhy Kurniawan (Anggota) ( ..... )  
: Dr. Nofrijon (Anggota) ( ..... )  
: Prof. Dr. Ir.. D.N. Adnyana, APU (Anggota) ( ..... )

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 23 Juni 2010

## HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Musfirah Cahya Fajrah Toana  
NPM : 0606158766  
Program Studi : Ilmu material  
Departemen : Fisika  
Fakultas : Matematika dan ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Disertasi

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 :

### **Sintesa Karbon Nanopori Dari Bahan Silikon Karbida Politipe 6H-SiC**

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 : Jakarta  
Pada tanggal : 23 Juni 2010

Yang menyatakan

( Musfirah Cahya Fajrah Toana )

## UCAPAN TERIMAKASIH

Puji syukur saya panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga saya diperkenankan untuk dapat mempertahankan disertasi dengan judul **“Sintesa Karbon Nanopori Dari Bahan Silikon Karbida Politiptipe 6H-SiC”** dalam Sidang Terbuka Senat Akademik Universitas Indonesia pada hari ini. Di samping itu perkenankanlah saya menyampaikan rasa terimakasih dan penghargaan kepada Dr Bambang Soegijono, atas kesediaannya selaku promotor, yang dengan keikhlasan serta kebaikannya telah meluangkan waktu dalam memberikan nasihat, pengarahan serta bimbingan. Rasa terimakasih dan penghargaan juga saya sampaikan kepada Dr Muhammad Hikam M.Sc, selaku ko-promotor yang telah banyak memberikan perhatian, bimbingan dan arahan yang sangat berharga dengan tulus dan sabar, sehingga saya dapat menyelesaikan penulisan disertasi ini.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih yang tidak terhingga kepada suamiku Catur Fachyuriawan dan ketiga putri-putriku Kamila, Khalila dan Bintany atas doa, pengertian dan bantuannya kepada penulis; serta ayahanda Ahmad Basir Toana, ibunda Tetty Latjinala, kakak/adikku Nuun Toana, Anca Toana, Maya Toana, Sugiarto Gunawan, Muhajir dan Rahmi yang selalu mendoakan penulis, memberikan dorongan serta motivasi kepada penulis.

Saya menyadari bahwa kesanggupan dalam menyelesaikan disertasi ini tidak terlepas dari peran serta dan perhatian berbagai pihak dengan segala macam bantuan dan dukungan yang diberikan. Oleh karena itu, saya ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Dr. Der Soz. Gumilar Rusliwa Soemantri, Rektor Universitas Indonesia yang telah berkenan menyelenggarakan sidang Akademik Universitas Indonesia dalam ujian promosi Doktor.
2. Dr. Adi Basukriadi, M.Sc, Dekan FMIPA-UI, atas kesempatan dan dorongan yang telah diberikan, sehingga saya dapat maju dalam sidang promosi Doktor.

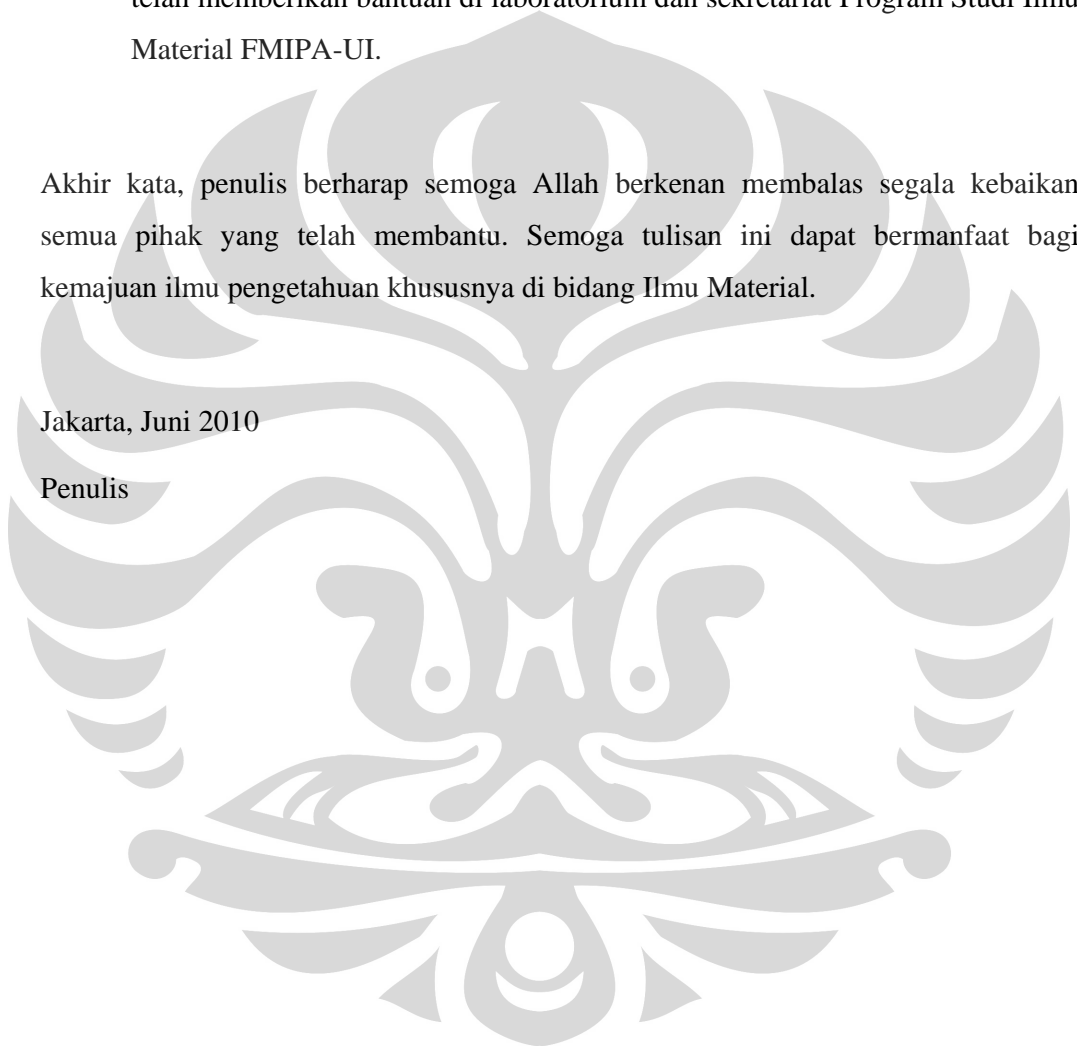
3. Dirjen Dikti yang telah memberikan Beasiswa Program Pascasarjana (BPPS) dalam kegiatan selama melakukan penelitian di Universitas Indonesia.
4. Dr. Nofrijon sebagai anggota penguji yang telah banyak meluangkan waktu untuk berdiskusi selama penyelesaian disertasi ini.
5. Dr. Azwar Manaf sebagai anggota penguji yang telah banyak memberikan kritik dan saran demi layaknya disertasi ini dan untuk menyelesaikan program Doktor.
6. Prof. Dr. Ir. D.N. Adnyana, APU sebagai anggota penguji yang telah banyak memberikan masukan untuk menyelesaikan program Doktor.
7. Dr. Budhy Kurniawan sebagai anggota penguji yang telah banyak memberikan masukan dan waktu untuk menyelesaikan program Doktor ini.
8. Rektor Universitas Tadulako yang telah memberikan izin untuk mengikuti studi di Program Ilmu Material PPs FMIPA-UI.
9. Prof. Soelaiman Mamar mantan Purek I Universitas Tadulako atas dorongan dan izin untuk menempuh pendidikan di Program Ilmu Material FMIPA-UI.
10. Bupati Parigi-Mautong atas bantuan dana sehingga penulis dapat mengikuti studi di Program Ilmu Material PPs FMIPA-UI.
11. Bapak Asmir Ntosa anggota DPRD Kabupaten Parigi-Mautong atas bantuan dana sehingga penulis dapat mengikuti studi di Program Ilmu Material PPS FMIPA-UI.
12. Drs. Syahril Latjinala mantan Kepala Diklat Parigi-Mautong atas bantuan dana sehingga penulis dapat mengikuti studi di Program Ilmu Material FMIPA-UI.
13. Dr. Yofentina Iriani dan Yulistiati Masruchin M.Si yang selalu memberikan semangat, dorongan, nasihat dan doanya selama penulis menyelesaikan program Doktor ini.
14. Dr. Vera Indrawati dan Dr. Sri Mulijani atas nasihat dan doanya selama menyelesaikan program Doktor ini.

15. Teman-teman seperjuangan di Material Science : bu Yusmaniar, mba Tety, mba Musni, Mba Tika, Vida, Pak Aritonang, Pak Joenadi Sholeh atas diskusi dan kerjasamanya selama penelitian.
16. Bu Siti, Pak Samidi, Pak Suroto, mas Eko, mas Parman dan Mba Lilik yang telah memberikan bantuan di laboratorium dan sekretariat Program Studi Ilmu Material FMIPA-UI.

Akhir kata, penulis berharap semoga Allah berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi kemajuan ilmu pengetahuan khususnya di bidang Ilmu Material.

Jakarta, Juni 2010

Penulis





## ABSTRAK

Telah berhasil disintesis dan dipelajari material karbon nanopori yang diperoleh dari interaksi antara padatan silikon karbida dan HCl menggunakan metode variasi ultrasonik dan pemanasan. Silikon karbida dengan kemurnian lebih dari 98% dari Aldrich digunakan sebagai sumber karbon, sedangkan larutan HCl berfungsi sebagai sumber gas klor yang akan bereaksi dan mengambil silikon (Si) dari silikon karbida. Dalam penelitian ini diadakan lima variasi yang berbeda yaitu disebut sebagai CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5. Metode ultrasonik dan pemanasan terhadap material CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 didapatkan stabil pada suhu pemanasan 1000°C dengan perbandingan berat wt% antara silikon karbida dan pori karbon hasil sintesis adalah CDC1 wt% = SiC : C = 75% : 25%, CDC2 wt% = SiC : C = 35% : 65%, CDC3 wt% = SiC : C = 34,5% : 65,5%, CDC4 wt% = SiC : C = 30% : 70% dan CDC5 wt% = SiC : C = 25% : 75%. Pembentukan pori dan pertumbuhan kristal hanya muncul setelah proses pemanasan. Material CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 hasil sintesis masing-masing memiliki struktur heksagonal dengan grup ruang  $P6_3mc$  dan parameter kisi berturut-turut yaitu  $a = b = 2,456 \text{ \AA}$  dan  $c = 12,350 \text{ \AA}$ . Pembuktian berdasarkan analisis GSAS *refine* Fourier memperlihatkan bahwa material CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 memiliki struktur rentang panjang arah sumbu  $c$  untuk CDC1 = 15Å, CDC2 = 15Å, CDC3 = 20Å, CDC4 = 30Å, CDC5 = 35Å terhadap pemanjangan parameter kisi  $c$  masing-masing CDC1 = 12,35Å, CDC2 = 15,1Å, CDC3 = 18Å, CDC4 = 20,4Å dan CDC5 = 24,1Å dan mengalami penurunan nilai densitas CDC1 = 3 gr/cm<sup>3</sup>, CDC2 = 2,45 gr/cm<sup>3</sup>, CDC3 = 1,5 gr/cm<sup>3</sup>, CDC4 = 1,4 gr/cm<sup>3</sup> dan CDC5 = 1,2 gr/cm<sup>3</sup>. Struktur karbon makropori – nanopori rentang panjang heksagonal tipe pori silinder memiliki ukuran pori 200 nm – 35 nm, luas permukaan 55 m<sup>2</sup>/gram-1250 m<sup>2</sup>/gram dan sangat khas muncul pada bilangan gelombang 1095, 57 cm<sup>-1</sup> dan karenanya material tersebut diharapkan dapat digunakan sebagai media penyimpan gas.

**Kata kunci:** karbon turunan karbida, nanopori, silikon karbida, ultrasonik, heksagonal rentang panjang.

## ABSTRACT

Nanopores carbide derived carbon synthesized from silicon carbide and HCl by using ultrasonic and sintering at high temperature has been investigated. Silicon carbide with a purity better than 98% from Aldrich was used as a carbon source while HCl was used as a leaching agent.. In this investigation, five different processes were carried out, i.e. CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 and CDC5. Ultrasonik process and sintering on these five CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 and CDC5 materials were found to be stable at 1000°C with the weight ratio between silicon carbide and the derived carbon CDC1 wt% = SiC : C = 75% : 25%, CDC2 wt% = SiC : C = 35% : 65%, CDC3 wt% = SiC : C = 34,5% : 65,5%, CDC4 wt% = SiC : C = 30% : 70% dan CDC5 wt% = SiC : C = 25% : 75%. Pores formation and crystal growth occur after sintering process. Each derived carbon material has the hexagonal structure and a space group of P6<sub>3</sub>mc and lattice parameters  $a = b = 2.456 \text{ \AA}$  and  $c = 12.350 \text{ \AA}$ . Fourier analysis by using a package program of GSAS showed that CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 and CDC5 have an expansion on the  $c$  direction in which CDC1 = 15 Å, CDC2 = 15 Å, CDC3 = 20 Å, CDC4 = 30 Å, and CDC5 = 35 Å from the original values of CDC1 = 12.35 Å, CDC2 = 15.1 Å, CDC3 = 18 Å, CDC4 = 20.4 Å and CDC5 = 24.1 Å. Furthermore, the elektronik density was found to be CDC1= 3 gr/cm<sup>3</sup>, CDC2 = 2.45 gr/cm<sup>3</sup>, CDC3 = 1.5 gr/cm<sup>3</sup>, CDC4 = 1.4 gr/cm<sup>3</sup> and CDC5 = 1.2 gr/cm<sup>3</sup>. The long hexagonal ribbon of the derived carbon has the size of 200 nm – 35 nm, surface area of 55 m<sup>2</sup>/g – 1250 m<sup>2</sup>/g and occur at a wave number of 1095. 57 cm<sup>-1</sup>. This material has the potential application as a gas storage.

**Keyword:** Carbide derived carbon, nanopores, silicon carbide, ultrasonic, long hexagonal ribbon.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI DISERTASI UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....</b>	<b>iv</b>
<b>UCAPAN TERIMA KASIH .....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>viii</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang Masalah.....	1
1.2. Tujuan Penelitian .....	4
1.3. Perumusan Masalah .....	5
1.4. Hipotesis.....	5
1.5. Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>7</b>
2.1. Material Nanopori.....	7
2.2. Fabrikasi Bahan Nano .....	10
2.3. Teknologi Ultrasonik .....	11
2.4. Media Penyimpanan Gas.....	13
2.5. Sintesis Carbide Derived Carbon (CDC) .....	16
2.6. Polimorfi Silikon karbida.....	27
2.7. Absorpsi Isoterm.....	33
2.8. Pendekatan Kerapatan Elektron Terhadap Hasil Sintesis .....	37
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>41</b>
3.1. Diagram Alir Penelitian .....	41
3.2. Bahan Utama.....	42

3.3. Alat-alat Penunjang.....	42
3.4. Proses Sintesis Pori karbon .....	43
3.5. Karakterisasi Bahan Hasil Sintesa .....	43
3.5.1. Analisa fasa dengan XRD dan GSAS .....	43
3.5.2. Analisa Dengan Fourier Transformation Infrared (FTIR) .....	44
3.6. Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> .....	45
3.7. Karakterisasi Struktur Mikro Dengan SEM.....	45
3.8. Karakterisasi Permukaan Nano Dengan TEM .....	46
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>48</b>
4.1. Analisis Struktur Silikon Karbida .....	48
4.2. Analisis Struktur dan Morfologi Silikon Karbida Ultrasonik 10 jam Dengan H <sub>2</sub> O Tanpa Pemanasan.....	55
4.3. Analisis Struktur dan Morfologi Silikon Karbida Ultrasonik 10 jam Dengan HCl Tanpa Pemanasan.....	57
4.4. Pembentukan Reaksi Sintesis Karbon Yang Berasal Dari Interaksi Silikon Karbida Dan HCl Dengan Termodinamika Energi Bebas Gibbs.....	60
4.5. Analisis Struktur Sintesis Pori Karbon Dengan Difraksi Sinar-X.....	62
4.5.1. Identifikasi Pemanjangan Kisi Dengan Refine Fourier .....	69
4.5.2. Identifikasi Pemanjangan Parameter Kisi Berdasarkan Pemanjangan Sumbu c Pada Pemetaan Fourier .....	85
4.5.3. Identifikasi Densitas Pori Karbon Berdasarkan Analisis GSAS .....	88
4.6. Karakterisasi Sintesis Pori Karbon Dengan Uji Absorpsi-Desorpsi .....	89
4.7. Analisis Pembentukan Pori Karbon Melalui SEM Dan TEM .....	94
<b>BAB V KESIMPULAN.....</b>	<b>100</b>
<b>DAFTAR ACUAN.....</b>	<b>102</b>

## Lampiran

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Sejarah perkembangan ilmu pengetahuan hingga mencapai skala nano.....	8
Gambar 2.2.	Kavitasi dan implosi akibat gelombang ultrasonik.....	13
Gambar 2.3.	Penyerapan enam lokasi dari struktur MOF dengan <i>neutron powder diffraction</i> .....	14
Gambar 2.4.	Ilustrasi pori karbon dengan struktur heksagonal. ....	16
Gambar 2.5.	(a) Molekul gas terjerap (fisika) pada permukaan pori karbon heksagonal, (b) molekul gas terjerap (kimia) tepi pori karbon heksagonal.....	16
Gambar 2.6.	Struktur dan unit sel grafit.....	21
Gambar 2.7.	Sebuah campuran interkalasi (KC8) dari Grafit, menunjukkan <i>guest species</i> (purple) di dalam wilayah <i>interlayer</i> . Jarak <i>graphene-graphene</i> meningkat dari kondisi grafit aslinya, dalam kasus ini dari 3.35 menjadi 5.35 Å.....	22
Gambar 2.8	Grafit <i>stacking</i> dan jarak antar lapisan untuk grafit murni, <i>stage-1</i> dan <i>stage-2</i> potassium grafit interkalasi <i>compounds</i> . batang merah menunjukkan lapisan.....	24
Gambar 2.9	Termodinamika temperatur klorinasi.....	24
Gambar 2.10	Termodinamika sintesis TiC.....	25
Gambar 2.11	Metode sintesis CDCs dengan menggunakan <i>furnace</i> .....	26
Gambar 2.12	Struktur politipe silikon karbida.....	28
Gambar 2.13	Atom karbon orbital.....	31
Gambar 2.14	Ikatan sp <sup>3</sup> hibridasi dan pembentukan <i>single bond</i> .....	32
Gambar 2.15	Hibridasi sp <sup>2</sup> dan pembentukan <i>double bond</i> .....	33
Gambar 2.16	Hibridasi sp <sup>2</sup> dan pembentukan <i>triple bond</i> .....	33
Gambar 2.17	Kurva absorpsi desorpsi isoterm.....	35
Gambar 2.18	empat jenis standar kurva histerisis isoterm.....	37
Gambar 2.19	Struktur karbon heksagonal dengan ikatan <i>Van Der Waals</i> arah sumbu <i>c</i> .....	38
Gambar 2.20.	(a) Kesalahan posisi dari suatu model atom. Simbol $\delta$ , $\rho_c$ , $\rho_o$ , $\Delta\rho$ , berturut-turut menyatakan besarnya nilai kesalahan, kerapatan elektron perhitungan, kerapatan elektron pengamatan dan perbedaan antara hasil perhitungan dan pengamatan. (b) Kesalahan dalam parameter termal dimana asumsi nilai isotropik terlalu kecil. Simbol $\rho_c$ , dan $\rho_o$ , masing-masing menyatakan nilai kerapatan elektron perhitungan dan nilai kerapatan elektron pengamatan.....	40

Gambar 3.1.	Diagram Alir Penelitian .....	41
Gambar 3.2.	Hasil interaksi berkas elektron dengan mated.....	45
Gambar 3.3.	Skematik alat TEM .....	47
Gambar 4.1	Pola difraksi polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC .....	48
Gambar 4.2	Kurva kerapatan elektron (a) positif (b) negatif.....	51
Gambar 4.3.	Pemetaan Fourier silikon karbida (a) observed Fourier (b) perhitungan Fourier (c) perbedaan Fourier .....	52
Gambar 4.4	Spektra FT-IR polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC .....	53
Gambar 4.5	Hasil SEM untuk morfologi polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC.....	58
Gambar 4.6	Kurva isoterm absorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> terhadap silikon karbida politipe 6H-SiC .....	55
Gambar 4.7	Pola difraksi silikon karbida perlakuan ultrasonik terhadap silikon karbida dan H <sub>2</sub> O tanpa pemanasan.....	56
Gambar 4.8	Hasil SEM untuk morfologi silikon karbida dan H <sub>2</sub> O ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan .....	56
Gambar 4.9	Pola difraksi silikon karbida perlakuan ultrasonik terhadap silikon karbida dan HCl tanpa pemanasan .....	57
Gambar 4.10	Hasil SEM untuk morfologi silikon karbida dan HCl ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan .....	58
Gambar 4.11	Kurva kehilangan berat (mg) antara silikon karbida dan HCl selama 10 jam ultrasonik.....	59
Gambar 4.12	Pola difraksi oleh hamburan sinar-X terhadap sintesis pori karbon yang berasal dari bahan silikon karbida (a) CDC1, (b) CDC2, (c) CDC3, (d) CDC4 dan (e) CDC5.....	65
Gambar 4.13	Pengaruh ultrasonik sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 terhadap wt% silikon karbida dan karbon pada suhu (a) 900°C (b)1000°C (c) 1200°C .....	66
Gambar 4.14	Grafik gabungan pengaruh ultrasonik sampel CDC1,CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 terhadap wt% (a) silikon karbida dan (b) karbon dengan variasi suhu (900°C, 1000°C dan 1200°C)..	67
Gambar 4.15	Diagram Ellingham .....	68
Gambar 4.16	(a), (b), (c), (d), (e) Kurva kerapatan elektron positif dan negatif sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 .....	76
Gambar 4.17	(a1) Peta observasi (a2) Peta perhitungan (a3) Peta perbedaan sampel CDC1 .....	77
	(b1) Peta observasi (b2) Peta perhitungan (b3) Peta perbedaan sampel CDC2.....	79

	(c1) Peta observasi (c2) Peta perhitungan (c3) Peta perbedaan sampel CDC3 .....	81
	(d1) Peta observasi (d2) Peta perhitungan (d3) Peta perbedaan sampel CDC4.....	82
	(e1) Peta observasi (e2) Peta perhitungan (e3) Peta perbedaan sampel CDC5 .....	84
Gambar 4.18	Pemanjangan parameter kisi $c$ berdasarkan pemetaan Fourier .	86
Gambar 4.19	Pergeseran sudut difraksi akibat pemanjangan parameter kisi $c$ .....	87
Gambar 4.20	Pergeseran sudut $2\theta$ terhadap puncak difraksi pada sudut kecil dengan difraktograf SAXD .....	87
Gambar 4.21	Perubahan nilai densitas terhadap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 dengan analisis GSAS.....	88
Gambar 4.22.	Hubungan antara pemanjangan parameter kisi $c$ dengan densitas.....	89
Gambar 4.23.	Kurva isotherm absorpsi-desorpsi $N_2$ , (a) CDC2, (b) CDC3, (c) CDC4, (d) CDC5 .....	95
Gambar 4.24	Grafik perubahan diameter pori terhadap sampel SiC, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 .....	92
Gambar 4.25	Kurva gabungan adsorpsi-desorpsi $N_2$ CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 .....	93
Gambar 4.26	Grafik perubahan luas permukaan ( $m^2/gr$ ) terhadap sampel SiC, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 .....	93
Gambar 4.27	Grafik hubungan antara diameter pori dan luas permukaan .....	94
Gambar 4.28	Hasil SEM untuk morfologi pembentukan pori CDC1 (a) suhu $900^\circ C$ , (b) suhu $1000^\circ C$ , (c) suhu $1200^\circ C$ .....	95
Gambar 4.29	Hasil SEM untuk morfologi pembentukan pori CDC2 (a) suhu $900^\circ C$ , (b) suhu $1000^\circ C$ , (c) suhu $1200^\circ C$ .....	96
Gambar 4.30	Hasil TEM morfologi pembentukan pori pada suhu $1000^\circ C$ terhadap (a) CDC3, (b) CDC4 .....	97
Gambar 4.31	Hasil TEM untuk pembentukan makropori dan nanopori karbon heksagonal CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5...	98
Gambar 4.32	Spektra FT-IR karbon makropori-nanopori heksagonal (a) CDC1 dan CDC2 (b) CDC3, CDC4 dan CDC5 .....	99

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Spesifikasi prekursor sebagai penyimpan gas (Sigita Urbonaite, 2008) .....	18
Tabel 2.2	Spesifikasi prekursor sebagai membran lipid dan membran protein (Elizabeth, 2005).....	18
Tabel 2.3	Sifat-sifat politipe silikon karbida (Evain, 2010).....	29
Tabel 2.4	Sifat-sifat Grafit (Varin, 2009).....	30
Tabel 2.5	Elemen karbon (Varin, 2009).....	31
Tabel 4.1	Kerapatan elektron silikon karbida .....	50
Tabel 4.2	Sifat-sifat silikon karbida kemurnian 98% dari <i>Aldrich</i> berdasarkan analisis kristalografi dan analisis spektra FT-IR ..	54
Tabel 4.3	Istilah dari sampel uji berdasarkan atas perlakuan terhadap silikon karbida .....	63
Tabel 4.4	Kerapatan elektron sampel (a) CDC 1, (b) CDC2, (c) CDC3, (d) CDC 4, (e) CDC5 .....	70



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Dewasa ini, dengan semakin berubahnya *trend* penggunaan bahan bakar cair ke bahan bakar gas yang lebih ramah lingkungan, pengembangan terbaru dalam teknologi industri juga menuntut material yang memiliki luas permukaan yang tinggi dengan distribusi ukuran pori terkontrol. Selain dari itu, material dengan luas permukaan tinggi, atau yang dikenal dengan *specific surface area* (SSA), dengan distribusi ukuran pori-pori yang terkontrol ini memiliki arti sangat penting terutama bukan saja karena potensi aplikasinya sebagai penyimpan gas, tetapi juga bisa ditujukan untuk katalis, penyerap, elektroda baterai, superkapasitors, penyaring udara/air, dan alat-alat medis. Karena itu, media penyimpanan gas dengan material nanoporos adalah bidang yang sangat menarik dan sangat penting. Tantangan yang ada adalah bagaimana merancang material yang memiliki kapasitas absorpsi yang cukup, mengontrol distribusi alirannya dan rentang hidupnya. Salah satu bahan yang dewasa ini sedang diselidiki dengan intensif untuk tujuan penyimpanan bahan bakar gas adalah karbon nanopori (Yushin *et al* 2005).

Karbon nanopori, yang ditandai oleh *spesifik surface area* (SSA) yang sangat tinggi dapat menyimpan sejumlah besar cairan atau gas (Nikitin dan Gogotsi 2004). Karena itu, pengembangan terbaru dalam teknologi industri sekarang ini yang ditujukan untuk penyimpanan bahan bakar gas menuntut material yang memiliki luas permukaan yang tinggi dengan distribusi ukuran pori terkontrol. Secara eksperimen, sintesis karbon berpori yang sangat tinggi bisa dihasilkan melalui *thermo chemical etching* yang selektif dari silikon yang berasal dari silikon karbida (Xinqi Chen *et al* 2006). Dalam proses ini, material diekstrak lapisan per lapisan dari kisi-kisi atom dengan lapisan antar atom dapat dikontrol untuk menghasilkan pori-pori yang diinginkan.

Banyak cara yang dapat dilakukan untuk menghasilkan karbon berpori, yaitu dengan cara dekomposisi termal material organik melalui tiga tahapan

dehidrasi, karbonisasi dan aktifasi. Metode ini dapat menghasilkan pori yang baik akan tetapi memiliki kekurangan, dimana karbon dapat mengalami suatu perubahan seperti ukuran maupun volume. Karena itu, para peneliti berusaha untuk mencari alternatif dari pengembangan metode di atas. Salah satu metode yang dikembangkan adalah karbon dapat dihasilkan dari karbida dengan halogen tertentu pada temperatur yang sesuai. Karbon yang dihasilkan dari metode ini disebut dengan *carbide derived carbon* (CDC) (Gordeef dan Grechinskaya 2003). Salah satu keunggulan dari CDC ini adalah tanpa mengalami proses transformasi yang menyebabkan suatu perubahan pada ukuran, bentuk sampel dan dengan demikian bentuk volume akan tetap terjaga (Frage dan Levin 2003).

Sintesis karbon dengan pori yang sangat tinggi dapat dihasilkan dari berbagai macam karbida seperti  $Al_4C_3$ ,  $TiC$ ,  $MO_2C$ ,  $Fe_3C_4$ ,  $TaC$  dan  $Ti_3SiC_2$  (Sigita Urbonaite, 2008). Dash dkk. juga telah melakukan sintesis karbon berpori dari  $SiC$  dan  $B_4C$  (Dash *et al* 2006). Dalam penelitian mereka, sintesis mikroporos karbon dari bubuk  $B_4C$  99,4% dengan kepadatan  $2,52 \text{ g/cm}^3$  dilakukan dengan cara bahan dasar ditempatkan dalam tabung kwarsa kemudian dimasukkan dalam tungku pemanas ( $400-1200^\circ\text{C}$ ) dibawah aliran argon. Kemudian dilakukan penjernihan dengan asam khlorida pada temperatur  $800-900^\circ\text{C}$ . Hasil yang mereka dapatkan menunjukkan suatu area permukaan yang sangat spesifik mendekati  $2000 \text{ m}^2/\text{g}$  untuk absorpsi argon. Dalam hal ini mereka telah berhasil mensintesis karbon berpori, akan tetapi sedikit sekali informasi yang tersedia tentang sistim kristal dan struktur kristal, sedangkan informasi ini akan sangat penting untuk diketahui karena akan berpengaruh pada karakteristik karbon yang dihasilkan.

Sintesis karbon dari bubuk polikristalin  $Ti_2AlC$  dalam tungku pemanas ( $1000-1200^\circ\text{C}$ ) di bawah aliran argon juga telah dilakukan oleh Chen dkk. Dalam penelitian mereka, penjernihan dilakukan dengan asam khlorida pada temperatur  $400-800^\circ\text{C}$ . Hasil yang mereka dapatkan adalah karbon mikropori  $0,40-2,0 \mu\text{m}$  dan mesopori ( $0,35 - >7\mu\text{m}$ ). Selain dari itu mereka juga melakukan sintesis karbon dari  $\beta\text{-SiC}$  pada temperatur tinggi di bawah aliran nitrogen ( $N_2$ ) dan menggunakan penjernihan dengan khlor pada temperatur  $950^\circ\text{C}$ . Pengukuran dengan BET (Brunauer-Emmett-Teller) yang mereka lakukan memperlihatkan bahwa area permukaan dari karbon adalah sekitar  $1,0 \times 10^3 \text{ m}^2/\text{g}$ . Dengan

demikian sintesis karbon dari  $\beta$ -SiC adalah karbon nanoporos (Xinqi Chen *et al* 2006). Dalam penelitian ini, mereka juga mempelajari mengenai sistem pengambilan silikon (Si) dari silikon karbida (SiC) dalam bentuk SiCl<sub>4</sub>. Mereka mendapatkan bahwa semua reaksi tergantung dari parameter temperatur, lamanya pemanasan, dan konsentrasi dari HCl.

Banyak usaha juga telah dilakukan untuk sintesis bahan yang digunakan sebagai media penyimpan gas. Fukugana dkk. (1998) telah mencoba untuk melakukan dengan cara langsung pada karbon murni dengan struktur heksagonal yang dilakukan dengan metode *milling*. Dalam penelitiannya, mereka menggunakan karbon dengan nilai densitas sebesar 2,25 gram/cm<sup>3</sup>, kemudian dengan proses *milling* menghasilkan nilai densitas sebesar 1,85 gram/cm<sup>3</sup> (Fukunaga *et al* 1998). Akan tetapi, proses dengan menggunakan metode ini, tidak mengakibatkan terjadinya pemanjangan pada parameter kisi *c*, di mana pemanjangan pada parameter kisi *c* ini diharapkan pada dasarnya akan bisa lebih memperluas area permukaan.

Penelitian yang sama juga dilakukan oleh Arthur (2007) pada karbon murni dengan struktur heksagonal. Metode yang digunakannya adalah interkalasi grafit dengan menggunakan potasium (KC24). Proses ini menyebabkan suatu perubahan struktur dari parameter kisi *c* dengan karakteristik yang baik pada skala panjang yang besar bahkan sampai 12Å (Lovell Arthur 2007). Kelemahan dari proses ini adalah, bahwa walaupun banyak material dapat digunakan sebagai karbon interkalasi namun tidak semua sintesis menguntungkan secara energi dan banyak di antaranya yang sangat sulit dilakukan terutama jika interkalasi akan dilaksanakan secara homogen pada seluruh sampel dan hanya pada lapisan permukaan dari karbon.

Dengan melihat kepada beberapa penelitian yang telah dilakukan oleh para peneliti yang telah dijelaskan sebelumnya sebagai *roadmap* untuk melakukan penelitian lebih lanjut, maka peneliti ingin melakukan suatu peningkatan sekaligus variasi dari metode yang sudah ada untuk mendapatkan karbon nano berpori tinggi. Untuk itu, dilakukan penelitian menggunakan metode basah (*leaching*) menggunakan larutan HCl yang dipadukan dengan ultrasonik. Metoda yang

digunakan oleh para peneliti sebelumnya adalah HCl dalam fasa uap (*chlorination*), akan tetapi memerlukan temperatur yang relatif tinggi. Untuk menurunkan temperatur ini, maka digunakan metoda *leaching* yang dikombinasikan dengan ultrasonik. Metode pencampuran dilakukan melalui kondisi cair-padat di dalam gelombang ultrasonik. Mekanisme gelombang ultrasonik digunakan sebagai media penggilingan partikel besar menjadi kecil (*top-down*), mempercepat reaksi, menghomogenkan reaksi dan membentuk pori-pori. Selain itu, pada penelitian ini diperoleh kadar karbon nano porinya serta parameter kisi, tidak seperti apa yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya

Diharapkan ketika diberikan panas dengan suhu tinggi, Si dari silikon karbida bereaksi dengan gas klor ( $Cl_2$ ) yang tersisa sekaligus akan menghasilkan pori karbon yang memiliki ciri khas sebagai material yang memiliki struktur kristal heksagonal, parameter kisi, grup ruang dan lebih khusus terhadap pemanjangan parameter kisi *c* tanpa memerlukan interkalasi, luas permukaan yang tinggi dan ukuran pori-pori dibawah 100 nm. Material ini memiliki potensi sebagai material yang mampu mengabsorpsi hidrogen melalui pori-pori karbon yang terbentuk dan hidrogen terikat pada atom karbon yang keluar masuk melalui pemanjangan parameter kisi *c*. Berdasarkan literatur yang telah penulis telusuri, belum ada penelitian lain yang menggunakan metoda sejenis. Karena itu, penelitian ini dapat dianggap sebagai suatu kebaruan dalam menghasilkan karbon nano berpori tinggi, sekaligus sebagai *state of the art* dari penelitian yang ingin penulis tekankan. Selain itu, pada penelitian ini diperoleh kadar karbon nano pori serta parameter kisi, tidak seperti apa yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Secara garis besarnya, penelitian ini dilakukan dengan tujuan:

1. Mengetahui pengaruh variasi ultrasonik, *leaching* dengan HCl, dan pemanasan terhadap hasil sintesis pori karbon dengan parameter-parameter pembentukan terhadap struktur kristal yang meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan bidang- bidang difraksi yang terbentuk.

2. Mengetahui hubungan antara proses sintesis yang dilakukan dengan pendekatan perhitungan melalui kerapatan elektron dan pemetaan Fourier agar diketahui adanya konsistensi antara kerapatan elektron dan parameter kisi pada pembentukan struktur kristal karbon pori dan pembuktian adanya pemanjangan parameter kisi  $c$ .
3. Menganalisis perubahan nilai parameter kisi  $c$  dan nilai densitas pori karbon akibat variasi ultrasonik, *leaching* dengan HCl dan variasi pemanasan.
4. Menganalisis bentuk, ukuran dan luas permukaan pori karbon akibat variasi ultrasonik, *leaching* dengan HCl dan variasi proses pemanasan.

### 1.3 Perumusan Masalah

Proses pembuatan material karbon nanopori dapat dilakukan melalui proses sintesis dari silikon karbida. Pembentukan nanopori karbon sangat tergantung pada proses sintesis yang meliputi ultrasonik, *leaching* dengan HCl dan pemanasan. Proses sintesis ini mempelajari pengambilan silikon dari silikon karbida dengan variasi waktu ultrasonik dan variasi suhu pemanasan terhadap pembentukan pori karbon yang ditandai dengan uji absorpsi-desorpsi, sistim kristal, parameter kisi, grup ruang melalui analisis GSAS dan pemanjangan parameter kisi  $c$  dengan analisis pemanjangan arah sumbu  $c$  menggunakan analisis pemetaan Fourier.

### 1.4 Hipotesis

Sistim pengambilan silikon (Si) dari silikon karbida (SiC) melalui reaksi dengan HCl akan menghasilkan karbon nano berpori yang tergantung dari lama waktu ultrasonik dan temperatur pemanasan.

Ketika silikon karbida (SiC) diberikan panas dengan suhu tinggi, Si dari silikon karbida bereaksi dengan gas klor ( $Cl_2$ ) yang tersisa.

Reaksi ini menghasilkan pori karbon yang memiliki ciri khas sebagai material yang memiliki struktur kristal heksagonal, pemanjangan parameter kisi

c tanpa memerlukan media untuk interkalasi, luas permukaan yang tinggi dan ukuran pori-pori dibawah 100 nm.

### 1.5 Manfaat Penelitian

1. Mengembangkan ilmu pengetahuan material nanopori dalam hal pengaruh variasi ultrasonik dan temperatur pemanasan terhadap struktur kristal yang meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan pembentukan bidang-bidang difraksi .
2. Mengembangkan metode pendekatan perhitungan kerapatan elektron dan pemetaan Fourier sebagai media pembuktian terhadap pembentukan struktur kristal hasil sintesis material karbon nano berpori.
3. Dapat memprediksi waktu optimum dari reaksi antara silikon karbida dan HCl dengan menggunakan metode gelombang ultrasonik.
4. Memperluas pengetahuan mengenai pembentukan pori yang meliputi uji absorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub>.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

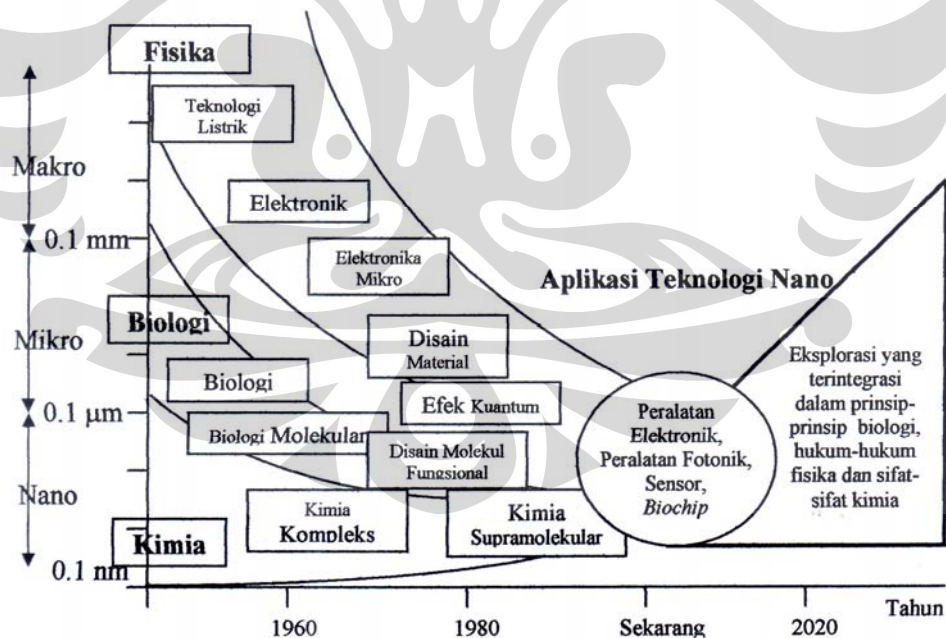
#### 2.1 Material Nanopori

Material nanopori adalah material yang memiliki pori-pori, dengan ciri luas permukaan yang tinggi. Secara umum material berpori memiliki nilai porositas 20%-95% (Ishizaki *et al* 1998) yang merupakan perbandingan dari volume total pori terhadap volume total material. Porositas dalam suatu material dapat diklasifikasikan dalam dua jenis yaitu porositas terbuka dan porositas tertutup. Porositas terbuka merupakan pori yang terhubung antara satu permukaan dengan permukaan lain dan porositas tertutup adalah pori yang terisolasi dari bagian luar. Dengan berkembangnya teknologi material nanopori, material dengan pori terbuka telah diteliti dan diaplikasikan dalam berbagai penggunaan seperti dalam proses absorpsi, katalis, filtrasi dan membran, sedangkan material dengan porositas tertutup digunakan sebagai isolasi sonik dan termal .

Definisi ukuran pori yang disebutkan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)*, (Gordeev *et al* 2003) membagi klasifikasi pori dalam tiga kategori yaitu mikropori, mesopori dan makropori. Mikropori adalah pori yang mempunyai ukuran lebih kecil dari 2 nm, mesopori adalah pori dengan ukuran diameter antara 2 nm sampai dengan 50 nm dan makropori jika diameternya lebih dari 50 nm (Sing *et al* 1985). Untuk semua aplikasi ukuran pori biasanya tidak lebih dari 100 nm. Material nanopori dengan luas permukaan yang tinggi dan nilai porositas yang besar diharapkan memiliki struktur pori yang seragam. Material nanopori ini sangat berguna untuk aplikasi fungsional seperti katalis, khromatografi, separasi dan pengindraan. Beberapa material nanopori anorganik dibuat dari oksida sehingga relatif tidak beracun, inert dan stabil baik secara kimia maupun termal, seperti dalam aplikasi proses katalis. Pori dalam material nanopori memiliki variasi bentuk seperti silinder, sferikal, jenis slit dan bentuk yang lebih kompleks seperti bentuk heksagonal. Saluran pori dapat

berbentuk lurus, kurva dengan belokan atau kelokan (*tortuosity*) (Dhaneswara, 2006).

Perkembangan ilmu fisika, biologi dan kimia merupakan cikal bakal dari perkembangan teknologi nano yang pada tahun 1960 masih berkisar dibidang elektronik, biologi molekular dan kimia kompleks. Pada tahun 1980 ilmu pengetahuan telah berkembang ke arah disain material ( Hebert *et al* 2006), efek kuantum hingga disain molekul dan kimia supramolekular. Pada tahun 1990 hingga sekarang, ilmu pengetahuan terus berkembang ke arah disain dan karakteristik material hingga mencapai ukuran nano meter ( $10^{-9}$  m) yang kemudian disebut sebagai "Teknologi Nano" (Ishizaki dan Komarneni 1998). Secara ringkas, gambar 2.1. menampilkan secara skematis perkembangan ilmu pengetahuan hingga mencapai skala nano. Selanjutnya, eksplorasi yang terintegrasi ke arah teknologi nano terus dilakukan dengan berpegang pada prinsip biologi, hukum fisika dan sifat kimia.



Gambar 2.1. Sejarah perkembangan ilmu pengetahuan hingga mencapai skala nano (Bachman 2002)



Material nanopori merupakan produk teknologi nano yang memiliki karakteristik unik. Material tersebut mempunyai luas permukaan yang tinggi, permeabilitas fluida, penyaringan molekul dan efek selektifitas yang baik (Frage dan Levin 2003). Material nanopori memiliki porositas, dimensi ukuran dan distribusi ukuran pori yang bervariasi. Aplikasi potensial dari material nanopori biasanya diukur berdasarkan sifat permukaan seperti luas permukaan pori, diameter pori dan tebal dinding pori. Dalam aplikasinya ada perbedaan kriteria kinerja pada material nanopori yang diisyaratkan untuk sifat yang dibutuhkan. Sebagai contoh, kriteria kinerja yang dibutuhkan untuk adsorban yang baik meliputi (Sigita Urbonaite 2008):

1. Kapasitas absorpsi yang tinggi. Sifat dasar yang berkaitan dengan parameter ini adalah luas permukaan pori, permukaan kimiawi (*surface chemical*), dan ukuran pori. Parameter ini untuk mengukur seberapa besar kemampuan serap adsorban.
2. Selektifitas yang tinggi, diharapkan dalam proses separasi yang memisahkan multikomponen. Nilai selektifitas dari adsorban akan sangat tergantung pada ukuran pori, bentuk dan distribusi ukuran pori.
3. Kinetik absorpsi yang menguntungkan. Kinetik absorpsi ini diukur dari kristalisasi ukuran partikel, porositas makro, meso dan mikro dari adsorban. Kinetik absorpsi yang menguntungkan ini berarti kecepatan absorpsi menjadi cepat atau terkontrol.
4. Sifat mekanik yang baik. Adsorban juga membutuhkan kekuatan mekanik yang baik terhadap keausan dan erosi. Oleh karena itu nilai kerapatan yang tinggi, ketahanan runtuh dan ketahanan terhadap keausan sangatlah diharapkan.
5. Stabilitas kimia, tekanan, termal yang baik dan ketahanan dalam penggunaannya.

Dalam aplikasinya, adsorban seringkali digunakan pada kondisi yang ekstrim. Seperti dalam lingkungan kimia, bertekanan dan temperatur yang tinggi. Maka adsorban yang digunakan diharapkan dapat digunakan pada waktu yang lama. Material mesopori yang digunakan sebagai adsorban diharapkan memiliki

sifat yang diinginkan dan sangat tergantung pada sistim sintesis, metode dan kondisi proses. Oleh karena itu material absorban harus memiliki kualifikasi yang tinggi pada kapasitas absorpsi, tidak beracun, harga yang kompetitif dan bentuk yang efektif.

## 2.2 Fabrikasi Bahan Nano

Dunia industri mengenal dua pendekatan terhadap sintesis nanomaterial dan nanostruktur, yaitu pendekatan *bottom up* (penumbuhan) dan *top down* (pengurangan ukuran partikel). Metoda penggilingan adalah merupakan tipikal metode *top down* dalam membuat nanopartikel, sedangkan dispersi koloidal merupakan salah satu contoh dari pendekatan *bottom-up* pada sintesis nanopartikel.

Pendekatan dengan dua metode ini memiliki peran yang sangat penting dalam industri modern dan juga sangat memungkinkan dalam nanoteknologi. Terdapat beberapa keuntungan dan kerugian pada kedua pendekatan tersebut, antara lain masalah terbesar pada pendekatan *top-down* adalah ketidaksempurnaan struktur permukaan. Teknik-teknik *top-down* konvensional, misalnya dapat menyebabkan kerusakan kristalografis secara signifikan terhadap pola-pola yang diproses dan kerusakan tambahan dapat ditimbulkan, bahkan selama langkah-langkah *etsa* (Cao 2004). Nano teknologi yang dibuat oleh metode *top-down* dapat mengandung kotoran dan kerusakan struktural pada permukaan. Ketidaksempurnaan tersebut dapat menimbulkan dampak signifikan terhadap sifat-sifat fisika dan kimia permukaan nanostruktur dan nanomaterial, oleh karena permukaan rasio volume pada nanostruktur dan nanomaterial adalah sangat besar. Ketidaksempurnaan permukaan dapat menyebabkan berkurangnya daya konduksi karena adanya penyebaran permukaan yang tidak elastis, yang pada akhirnya dapat menghasilkan panas yang berlebihan dan dengan demikian akan menimbulkan tantangan ekstra terhadap rancangan dan fabrikasi alat. Tanpa menghiraukan ketidak sempurnaan permukaan dan kerusakan lain yang dapat diintrodusir oleh pendekatan *top-down*, metoda ini akan terus memiliki peran penting dalam sintesis dan fabrikasi nanostruktur dan nanomaterial karena kemudahan yang diberikannya baik dari segi teknik maupun waktu.

Pendekatan *bottom-up* sering ditekankan dalam literatur nanoteknologi walaupun *bottom-up* tidak memiliki arti apa-apa dalam sintesis material. Sintesis material tipikal adalah untuk membangun atom demi atom pada skala yang sangat besar, dan sudah digunakan pada industri selama dari satu abad. Contohnya adalah ternasuk produksi garam dan nitrat pada industri kimia, penumbuhan kristal tunggal dan deposisi film-film dalam industri elektronik.

Pendekatan *bottom-up* mengacu pada peningkatan suatu material dari atom demi atom, molekul demi molekul atau *cluster* demi *cluster*. Ilmu kimia organik dan ilmu polimer, diketahui bahwa polimer disatukan dengan menghubungkan monomer individual secara bersama-sama. Pada penumbuhan kristal, jenis penumbuhan misalnya atom, ion dan molekul setelah bergeser dengan permukaan penumbuhan dan berkumpul dengan struktur kristal secara bergiliran. Walaupun pendekatan *bottom-up* bukan merupakan sesuatu yang baru, namun memiliki peran penting dalam fabrikasi dan pemrosesan nanostruktur dan nanomaterial. Terdapat beberapa alasan untuk hal ini yaitu apabila struktur-struktur terletak pada skala nanometer terdapat sedikit pilihan untuk pendekatan *top-down*.

Pendekatan *bottom-up* menjanjikan kesempatan yang lebih baik untuk mendapatkan nanostruktur dengan kerusakan yang lebih sedikit, komposisi kimia yang lebih homogen dan penataan jarak pendek dan jarak panjang yang lebih baik. Pendekatan *bottom-up* pada dasarnya didorong oleh penurunan energi bebas Gibbs sehingga nanostruktur dan nanomaterial yang dihasilkan tersebut dalam keadaan yang lebih mendekati keadaan kesetimbangan termodinamika. Sebaliknya pendekatan *top-down* sangat mungkin mengintrodukir tekanan internal disamping kerusakan permukaan dan kontaminasi.

### **2.3 Teknologi Ultrasonik**

Ultrasonik merupakan ilmu tentang gelombang suara di atas batas-batas kemampuan pendengaran manusia (Busnaina 1994). Frekuensi yang rendah akan menghasilkan nada rendah, frekuensi yang tinggi akan menghasilkan nada tinggi. Frekuensi di atas 18 KHz biasanya dianggap sebagai ultrasonik (Sami Awad 2000). Frekuensi yang digunakan untuk pembersihan berkisar dari 20.000 cycle

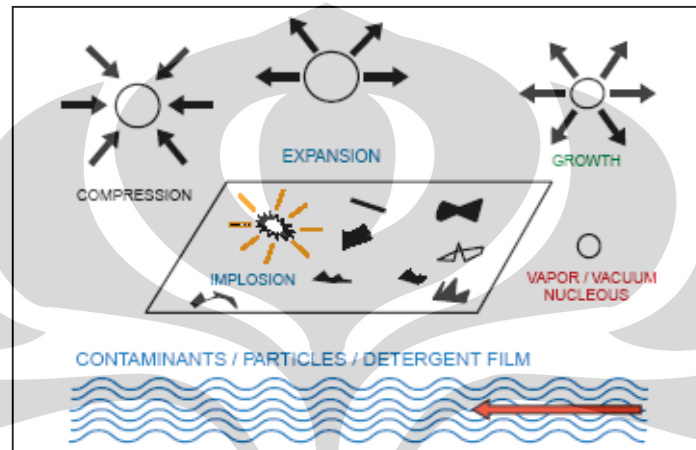
per detik atau kilohertz (kHz) sampai lebih dari 100.000 kHz. Frekuensi yang paling umum digunakan untuk pembersihan material dalam dunia industri adalah frekuensi antara 20 kHz-50 kHz (Sami Awad 2000). Pembersihan dengan ultrasonik dapat memberikan beberapa keuntungan bila dibandingkan dengan beberapa metode konvensional lainnya (Deal 1994). Gelombang ultrasonik menghasilkan dan mendistribusikan *implosion* kavitasi pada media cairan.

Kavitasi adalah peristiwa terbentuknya gelembung-gelembung uap di dalam cairan akibat turunnya tekanan cairan sampai di bawah tekanan uap jenuh cairan. Gelembung uap yang terbentuk dalam proses ini mempunyai siklus yang sangat singkat yaitu mulai terbentuknya gelembung sampai gelembung pecah hanya memerlukan waktu sekitar 0,003 detik (Sami Awad 2000). Gelembung akan terbawa aliran fluida sampai akhirnya berada pada daerah yang mempunyai tekanan lebih besar dari tekanan uap jenuh cairan (Suslick 1988). Pada daerah yang mengalami kavitasi dan *implosion*, gelembung akan pecah dan menyebabkan *shock* pada dinding di dekatnya. Cairan akan masuk secara tiba-tiba ke ruangan yang terbentuk akibat pecahnya gelembung uap tadi sehingga mengakibatkan tumbukan. Peristiwa ini akan mengakibatkan kerusakan, satu gelembung mengakibatkan bekas kecil pada dinding namun bila hal ini terjadi berulang-ulang maka bisa mengakibatkan terbentuknya lubang-lubang kecil (Busnaina 1994), seperti bentuk rumah tawon (*honeycomb*).

*Implosion* biasanya disertai kavitasi karena adanya tekanan yang semakin kuat sehingga gelembung pecah, daya tekan dari pecahan/ledakan gelembung mempengaruhi partikel disekitarnya. Dalam zona penyebaran gelembung kavitasi meledak menyebabkan gelombang kejut intensif disekitar cairan dan mengakibatkan pembentukan cairan jet kecepatan tinggi. Pada tingkat kepadatan energi yang tepat ultrasonik dapat berarti tetesan mencapai ukuran di bawah 1 mikron (mikro-emulsi) (Mittal 1995), terjadinya kavitasi dan *implosion* dapat dilihat pada pada gambar 2.2.

Ultrasonik digunakan sebagai *homogenizers* untuk meningkatkan keseragaman dan stabilitas, partikel-partikel ini dapat berupa padat atau cairan. Ultrasonik adalah cara yang efisien untuk penggilingan basah dan mikro *grinding*

partikel (Deal 1994). Ultrasonik kavitasi menghasilkan gaya geser tinggi mengakibatkan partikel-partikel terdispersi tunggal. Fenomena kavitasi menyebabkan efek dalam cairan reaksi kimia dan proses-proses reaksi meliputi peningkatan kecepatan, energi lebih efisien, peningkatan kinerja katalis transfer fase, aktivasi logam/padatan dan peningkatan reaktivitas *reagen* atau katalis (Suslick 1988).



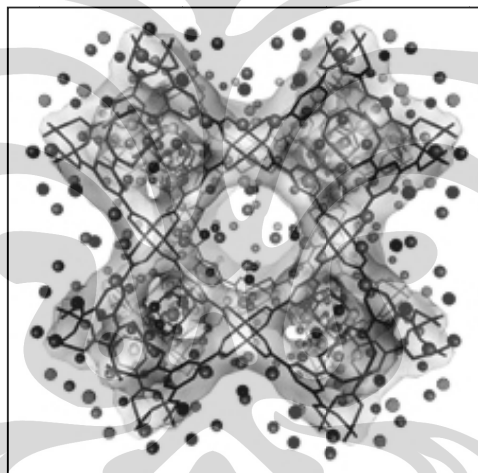
Gambar 2.2 Kavitasi dan *implosion* akibat gelombang ultrasonik (Sami Awad 2000)

## 2.4 Media Penyimpanan Gas

Teknologi penyimpanan gas saat ini masih berupa konsep di atas kertas. Hal ini dikarenakan keterbatasan teknologi penyimpanan gas dalam jumlah besar yang aman dan praktis dan ringan. Penyimpanan dengan tekanan tinggi dalam tabung dinilai tidak aman sehingga salah satu jalan keluarnya adalah dengan menyimpan gas pada bahan penyerap khusus yang beroperasi pada tekanan rendah. Suatu lompatan besar dalam penyimpanan gas berupa pembuktian mengenai kuatnya perekatan gas pada permukaan terbuka atom logam dalam struktur logam organik nanoporos (bahan berpori dengan ukuran pori nanometer) (Stolovan 2000) yang disebut MOF (*Metal Organic Framework*). Kemampuan dari gas untuk melekat pada atom logam dengan baik memungkinkan molekul gas dapat tersusun lebih padat yang diharapkan dapat meningkatkan kapasitas penyimpanan dibandingkan dengan penyerapan gas pada material penyerap yang dikembangkan sebelumnya.

Media-media penyimpanan gas di lingkungan penelitian yang ada mengarah pada material yang memiliki kapasitas energi yang tinggi. Tantangannya disini adalah menciptakan padatan dengan banyak tempat yang memiliki energi interaksi yang tinggi (Leis *et al* 2001), media penyimpanan gas dengan material nanoporos adalah bidang yang sangat menarik dan sangat penting. Tantangan yang ada adalah bagaimana merancang material yang memiliki kapasitas absorpsi yang cukup, mengontrol distribusi alirannya dan lebih tahan lama.

Sementara itu Cameron J Kepert dari universitas Sydney Australia dan timnya telah mengembangkan tembaga bentsentrikaboksilat MOF, kemudian dengan alat *Neutron Powder Diffraction* mereka mempelajari penyerapan gas ( $N_2$ ,  $H_2$  dan  $CO_2$ ) pada bahan tersebut, seperti yang dijelaskan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Penyerapan enam lokasi dari struktur MOF dengan *neutron powder diffraction* (Cameron 2008).

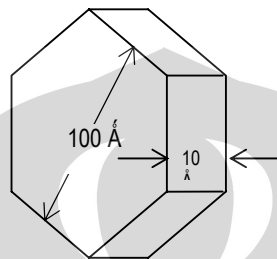
Data percobaan mengungkapkan ada enam lokasi penyerapan terpisah dari gas dalam struktur MOF, yang pertama terisi adalah lokasi sekitar atom tembaga, kemudian diikuti dengan lokasi sekitar atom non logam berpori – pori kecil, kemudian lokasi berpori besar. Studi ini berhasil mengungkapkan bagaimana tahapan penyerapan gas ke dalam struktur MOF yang diilustrasikan dalam gambar 2.3, yang membuktikan adanya atom logam dapat menguntungkan penyerapan gas. Hasil ini merupakan simulasi dari susunan molekul gas (digambarkan dengan bola-bola) yang memenuhi permukaan penyerapan pada MOF dari tembaga.

Peneliti dari University of Andrew di Inggris (Challiar *et al* 2006) telah menyelidiki material nanoporos yang dapat digunakan dalam tiga bidang: energi, kesehatan dan lingkungan. Penyimpanan gas yang aman, efisien dan ringkas masih menjadi tantangan, penyimpanan gas dalam material nanoporos dapat memiliki kapasitas yang lebih besar dalam menyimpan gas. Penyimpanan gas untuk kesehatan didominasi oleh aplikasi nitro oksida. Gas yang lain seperti karbon monoksida juga berkembang dengan pesat. Kebutuhan akan kapasitas tidak terlalu penting bagi penyimpanan gas untuk bidang kesehatan, yang lebih dibutuhkan adalah ketepatan perhitungan akan besarnya gas yang dilepaskan pada makhluk hidup diberikan. Hal ini menjadi penting karena gas-gas ini cenderung beracun bila berada dalam jumlah besar, sementara bila dalam jumlah kecil menjadi kurang efektif. Penyimpanan gas untuk lingkungan, media penangkapan dan penyimpanan gas yang dihasilkan oleh rumah kaca dapat mengurangi secara signifikan gas-gas yang dihasilkan, yang paling banyak digunakan dalam bidang ini adalah karbon nanotube dan material nanoporos.

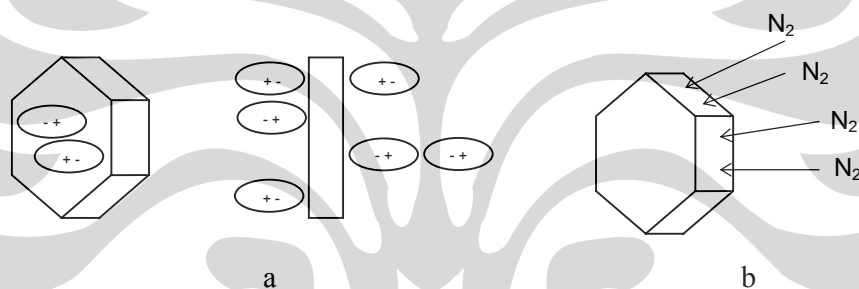
Pengembangan bahan yang mirip dengan *Spons* (Zhou 2009) dan mempunyai kemampuan sangat tinggi untuk menyimpan metan dalam jumlah yang besar, yang dapat diketahui dari sifat absorpsi-desorpsi dari bahan tersebut. Bahan ini mampu menampung gas hampir sepertiga lebih banyak dibandingkan dengan target yang ditetapkan Departemen Amerika Serikat. Laporan tersebut menjelaskan mengenai pengembangan MOF jenis baru yang disebut dengan PCN-14 dan memiliki luasan permukaan yang tinggi, lebih dari 2000 m<sup>2</sup>/g. Penelitian menunjukkan bahwa bahan yang terbentuk dari sangkar di dalam *cluster-cluster* berskala nano, mempunyai kemampuan menyimpan gas metan 28% lebih tinggi dibandingkan dengan apa yang ditetapkan oleh Departemen Energi Amerika Serikat.

Karbon berpori dengan struktur heksagonal berbeda dengan material karbon lainnya, karena adanya keteraturan pori yang berukuran kecil sekali. Ukuran pori karbon dengan struktur heksagonal berskala atom, terdiri dari lima lapis atom yang menyusun tebal pori yang dapat dilihat pada gambar 2.4. Atom-atom permukaan cenderung keluar sehingga memperkecil energi permukaan, akan tetapi karena kecilnya ukuran pori, ion-ion tidak dapat ditarik ke dalam, sehingga

menjadi terkutub, memberi muatan positif-negatif pada permukaan. Muatan ini diimbangi oleh serapan fisik molekul-molekul gas, yang dapat membentuk dwikutub dengan molekul gas tertaut dan tak lagi mudah bergerak kecuali dipanaskan pada suhu  $77^{\circ}\text{C}$  (Chimiola *et al* 2005), lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar 2.5 (a) dan (b).



Gambar 2.4 Ilustrasi pori karbon dengan struktur heksagonal (Chimiola *et al* 2005)



Gambar 2.5 (a) Molekul gas terikat (fisika) pada permukaan pori karbon heksagonal, (b) molekul gas terikat (kimia) tepi pori karbon heksagonal (Chimiola *et al* 2005)

Nanopori karbon heksagonal memiliki sifat struktur pori yang teratur, ukuran dalam rentang nanometer, memiliki porositas yang tinggi, diameter pori dibawah 100 nm, daerah permukaan tinggi berkisar antara  $400\text{-}1000\text{m}^2/\text{g}$  dan daya absorpsi dan desorpsi yang tinggi (Janes dan Thomberg 2007).

## 2.5 Sintesis Carbide Derived Carbon (CDC)

Salah satu dari karbon berpori-pori diproduksi dari *selective etching* dari karbida yang menghasilkan struktur yang berbeda. Beberapa karbon pasti mempunyai nama seperti nanostruktur atau nanoporos karbon. Dewasa ini karbon dapat dihasilkan dari klorinasi logam karbida dengan memperkenalkan istilah



*Carbide Derived Carbon* (Gogotsi *et al* 2003). CDCs merupakan material masa depan yang sangat menarik dengan potensial yang sangat besar untuk aplikasi yang berbeda, dengan *spectra* yang luas dan memiliki sifat yang secara komersial sangat diperlukan. CDCs serupa meskipun lebih banyak sifat yang berbeda bila dilihat dari distribusi pori-pori yang kecil, kemungkinan mengubah pembentukan ukuran pori-pori dibandingkan dengan karbon aktif dan dapat dipertimbangkan dalam berbagai aplikasi. Bahkan klaim atas CDCs bisa bersaing dengan karbon nanotube dalam bidang aplikasi masing-masing material tersebut ( Gogotsi *et al* 2005).

*Carbide derived carbon* telah diproduksi dari banyak karbida seperti  $Al_4C_3$ , SiC,  $B_4C$ , TiC,  $Mo_2C$ ,  $Fe_3C_4$ , TaC, ZrC dan  $Ti_3SiC_2$  (Das dan Nikitin 2005). Karbon turunan dari silikon karbida bila dipelajari secara teori dan eksperimental memiliki sifat yang dapat mengakses dan mengendalikan pertumbuhan butir (Trump Erica 2008). Karbon berpori ditandai oleh spesifik surface area (SSA) yang tinggi dan dapat menyerap sejumlah cairan dan gas. Pengembangan terbaru di dalam teknologi industri menuntut material dengan SSA tinggi dan distribusi ukuran pori terkontrol. Secara eksperimen sintesis karbon yang sangat berpori yang dihasilkan oleh *thermo-chemical etching* yang selektif dari silikon yang berasal dari silikon karbida (Xinqi Chen *et al* 2006). Sebagai material yang diekstrak dari lapisan per lapisan kisi-kisi atom, lapisan antar atom dapat terkendali oleh karbon berpori.

Bila dilakukan penjernihan dengan klor, atom karbon dapat membentuk suatu struktur jaringan karbon dengan porositas terbuka dan suatu volume yang sama dengan karbon tanpa perlakuan. Proses transformasi ini tidak menyebabkan suatu perubahan pada ukuran, bentuk sampel dan bentuk volume tetap terjaga (Frage dan Levin 2003) .

Material karbon seperti diamond, grafit dan karbon amorf saat ini sangat mendapatkan perhatian yang besar, sebab material ini memiliki sifat fisika dan kimia yang sangat baik. Sintesis dan mikro kristalin dari struktur karbon dapat di ekstrak dari bahan tersebut.

Penelitian dalam memperoleh material CDCs telah banyak dilakukan seperti yang dilaporkan oleh Sigita Urbonaite (2008) bahwa khlorinasi terhadap karbida dilakukan dengan variasi berbagai macam perekursor, seperti yang dijelaskan pada tabel 2.1 dan tabel 2.2. Khlorinasi dilakukan dalam aliran  $\text{Cl}_2$  dengan kecepatan 20 ml/menit dan argon (50 ml/menit) untuk menghilangkan sisa khlor dan logam khlor dalam reaksi.

Tabel 2.1 Spesifikasi prekursor sebagai penyimpan gas (Sigita Urbonaite 2008)

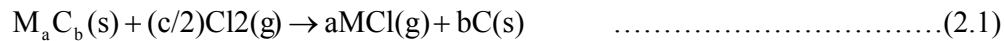
<i>Precursor</i>	<i>Kemurnian, %</i>	<i>Sistem Kristal</i>	<i>Grup ruang</i>
VC	99	Kubik	<i>Fm-3m</i>
WC	99.5	Heksagonal	<i>P-6m2</i>
TaC	99.5	Kubik	<i>Fm-3m</i>
NbC	98	Kubik	<i>Fm-3m</i>
HfC	99	Kubik	<i>Fm-3m</i>
ZrC	99.8	Kubik	<i>Fm-3m</i>

Tabel 2.2 Spesifikasi prekursor sebagai membran lipid dan membran protein (Elizabeth 2005)

Prekursor	Struktur	Unit Cell (Å)
$\text{Ti}_3\text{SiC}_2$	Heksagonal	3,06
$\text{Ti}_3\text{AlC}_2$	Heksagonal	3,07
$\text{Ti}_2\text{AlC}$	Heksagonal	3,04
$\text{Ti}_2\text{AlC}_{0,5}\text{N}_{0,5}$	Heksagonal	3,00
$\text{Ta}_2\text{AlC}$	Heksagonal	3,07
Ta C	Heksagonal	3,01

Klorinasi logam karbida dimulai pada abad XX, yang mana ditujukan untuk memperoleh logam khlorida bukan karbon (Peng Gao *et al* 2007). Sintesis dilakukan agar morfologi *rigid* karbida tetap utuh selama perlakuan maka reaksi

umum yang terjadi di dalam sintesis karbon dari karbit dapat ditulis pada persamaan 2.1.

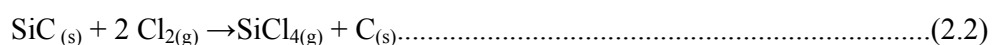


Dimana M adalah merupakan suatu bahan yang berikatan dengan karbida misal AlC, TiC, B<sub>4</sub>C, SiC, dan lain-lain.

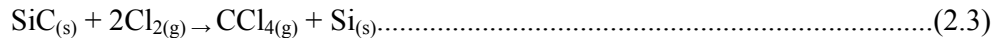
Halogen lain seperti Br<sub>2</sub>, F<sub>2</sub> dan I<sub>2</sub> atau campuran seperti HF, CCl<sub>4</sub>, CHCl<sub>3</sub> dan lain-lain dapat digunakan untuk menempati tempat Cl<sub>2</sub> (Dash *et al* 2005). Metode ini berguna sebab dapat digunakan untuk memperoleh karbon dari berbagai logam karbida, karena kebanyakan bentuk logam halida yang mudah menguap.

Pada Persamaan 2.2 untuk menghilangkan sisa khlor dan logam khlor dalam struktur karbon dapat dipanaskan dengan aliran gas seperti N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, He/H<sub>2</sub> dan Ar. Variasi parameter prekursor, laju aliran Cl<sub>2</sub> dan waktu khlorinasi dapat dilakukan pada saat sintesis ini berlangsung. Serupa dengan ini, sintesis juga dilakukan oleh *Soviet Union* pada tahun 1980 untuk produksi karbon sebagai material baru untuk aplikasi teknologi dan industri (Fedorov *et al* 1982).

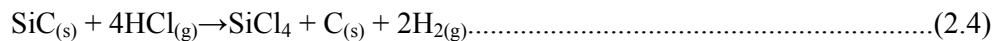
Dekade ini, CDCs telah menjadi salah satu subyek yang menarik dan banyak artikel menampilkan penelitian tentang CDCs yang menitik beratkan pada masalah sintesis, karakterisasi dan aplikasi. Seperti yang dilaporkan oleh (Xinqi Chen *et al* 2006) tentang sintesis nano dan mikrokristalin dari struktur karbon salah satunya diekstrasi dari daerah permukaan makroskopik Silikon karbida (SiC), Silikon karbida yang digunakan jenis β-SiC *whiskers* dari *Advanced Composite Materials Corp*, β-SiC dengan kemurnian 99% diameter 0,45-0,65 μm dan panjang 5-8 μm. Dengan menggunakan sejumlah aliran gas Cl<sub>2</sub> pada temperatur 1000°C, penelitian ini mempelajari mengenai sistim pengambilan silikon dari silikon karbida (SiC) dalam bentuk SiCl<sub>4</sub> dengan reaksi:



Reaksi di atas berhubungan juga untuk pengambilan karbon (C) sebagai CCl<sub>4</sub> secara termodinamika:



Gas  $\text{Cl}_2$  dapat dibuat dengan menggunakan HCl dalam bentuk gas, sehingga persamaan (2.2) menjadi:



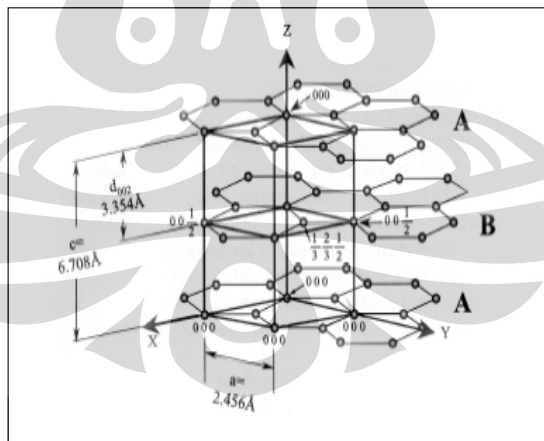
Semua persamaan reaksi di atas tergantung dari parameter temperatur, *heating rate* dan jumlah persentase HCl (Dash *et al* 2005). Pengukuran dengan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) didapatkan *surface area* dari karbon adalah  $1,0 \times 10^3 \text{ m}^2/\text{g}$ . Dengan demikian sintesis karbon dari  $\beta$ -SiC adalah nanoporos karbon (Xinqi Chen *et al* 2006).

Pembuatan pori karbon juga telah dilakukan pada jenis grafit langsung tanpa mensintesis dari karbida yaitu dengan cara *intercalated* grafit ( Lovell Arthur 2007). Grafit adalah suatu allotropi karbon yang terbentuk dari struktur-struktur lamellar dengan ketebalan atom tunggal. Setiap lembar, yang dikenal grafit, mengandung atom-atom karbon yang diikat secara heksagonal, jadi masing-masing karbon memiliki tiga ikatan yang dipisahkan oleh  $120^\circ$ , yang mana antara satu sama lain dari ketiganya adalah sangat berdekatan. Pengikatan antara lembar-lembar adalah lemah, yang terdiri dari interaksi-interaksi *Van Der Waals*  $\sim 1/300$  th dari kekuatan ikatan C-C, dan perbedaan antara interaksi pengikatan in-plane grafit dan the *out-of-plane* inilah yang menyebabkan sifat-sifat anisotropik besar begitu khas untuk grafit dan padanannya yang lebih eksotis misalnya karbon nanotubes. Misalnya, resistivitas elektrik grafit murni adalah kira-kira seribu kali lebih besar di antara jarak antar-lapisan daripada yang ada pada suatu arah pada *graphene planes*, dimana elektron-elektron bebas memiliki mobilitas yang jauh lebih tinggi. Walaupun pada grafit murni secara reguler dengan A-B-A (hexagonal), atau lebih jarang A-B-C-A (rombohedral), pola yang *stacking*, kekuatan lateral yang sangat kecil diperlukan untuk menjadikan bahan ini lebih menarik dari bahan yang lain, oleh karena energi lokal minimum untuk masing-masing atom karbon yang berada di pusat hexagon pada lapisan di atas adalah tidak begitu dalam. Ini menyebabkan grafit dapat digunakan secara teknologi untuk penggunaan seperti pelumasan, dan bagaimana grafit ditransfer dari 'lead' pensil ke kertas. Lembar-lembar grafit dapat digunakan untuk insulasi

panas oleh karena daya konduksi panasnya adalah lemah pada arah atas-lapisan; ini merupakan salah satu di antara penggunaan utama yang menguntungkan untuk *exfoliated flexible* grafit, yang digunakan dalam proyek dalam jumlah yang agak lebih kecil (Lovell Arthur 2007).

Struktur kristal A-B-A grafit adalah  $P6_3/mmc$  dan ditunjukkan dengan dimensi standar pada gambar 2.6. Jarak pendamping terdekat C-C adalah  $1.42\text{\AA}$ .

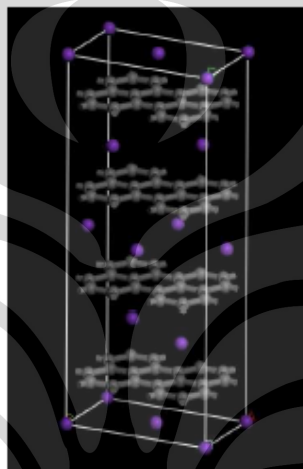
Suatu atom karbon memiliki konfigurasi shell elektronik  $1s^2 2s^2 2p^2$ . Dengan membiarkan masing-masing karbon untuk terikat dengan tiga pendamping terdekatnya akan meningkatkan hibridisasi  $sp^2$ . Tiga elektron membentuk  $\alpha$ -bonds covalent dengan atom-atom C yang berdekatan dan yang keempat membentuk delokalisasi  $\pi$ -bond berdasarkan analogi lembar grafit dapat diinterpretasikan sebagai suatu rangkaian aromatic rings yang saling berhubungan. Pada grafit *plane*, energi pengikat adalah  $7\text{ eV/atom}$  (Lovell, Arthur, 2007). Grafit diperagakan sebagai zero *band-gap* semikonduktor. Sel unit grafit 3D grafit memiliki empat atom, dan sedikit tumpang tindih pada  $\pi$ -bonds *leads* untuk energi pengikat  $0.02\text{ eV/atom}$  di antara *planes* dan oleh karena itu sifat semi-metallic dari 3D grafit.



Gambar 2.6 Struktur dan unit sel grafit (Lovell Arthur 2007)

Struktur jarak interlamelar yang longgar dan terbuka, yang sering disebut dengan '*galleries*', merupakan suatu lingkungan yang siap menerima *guest species*. 'Aktif karbon' yang bersifat porous secara tetap sering digunakan sebagai

filter pembersih karena kemampuannya untuk menyaring kotoran; grafit juga diterima sebagai contoh yang lain. Banyak diantaranya diabsorbir secara stabil pada jarak lingkungan tertentu dan tetap berada di dalam kisi-kisi pada suatu proses yang disebut dengan intercalation. Senyawa-senyawa tersebut, yang terdiri dari grafit 'host' dan interkalasi 'guest(s)', secara bersama-sama dikenal dengan senyawa grafit intercalation, yang sangat sering disingkat menjadi GICs (gambar. 2.7).



Gambar 2.7 Sebuah campuran interkalasi (KC8) dari Grafit, menunjukkan *guest species* (purple) di dalam wilayah *interlayer*. Jarak *graphene-graphene* meningkat dari kondisi grafit aslinya, dalam kasus ini dari 3.35 menjadi 5.35 Å (Lovell Arthur 2007).

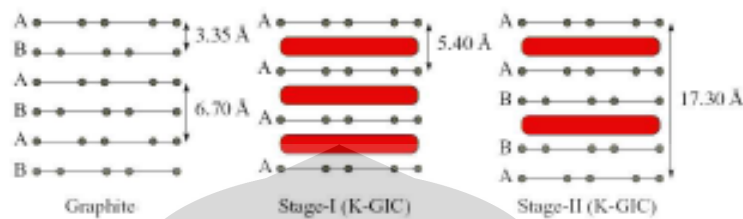
Grafit adalah *amphoteric*: ini berarti bahwa grafit menerima interkalasi spesies yang diberi beban negatif maupun positif. Apabila interkalasi yang siap untuk diberi beban diterima dalam *galleries*, maka interkalasi dapat bertukar beban dengan  $\pi$ -bonds pada lembar grafit di atas dan di bawahnya, oleh karenanya akan merubah sifat-sifat elektronik fundamental dari superstruktur grafit. Secara simultan keberadaannya di antara lapisan-lapisan sering menghasilkan lapisan-lapisan yang dipisahkan, baik sebagai efek beban atau semata-mata berdasarkan ukuran fisik, Hal ini mengembangkan parameter *c-lattice* (dengan konvensi kristalografi vektor kisi-kisi *a* dan vektor kisi-kisi *b* dipertahankan agar tetap berada pada grafit plane dan pada sampel interkalasi homogen ekspansi dimensi ketiga ini akan segera terlihat nyata, bahkan terlihat dengan mata telanjang dalam

beberapa kasus. Walaupun banyak material dapat membentuk GICs, tidak semua sintesis menguntungkan secara energetik dan banyak di antaranya yang sangat sulit untuk dilakukan, terutama jika interkalasi akan dilaksanakan secara homogen pada seluruh sampel besar ketika hanya pada lapisan permukaan. Arah transfer beban jelas bergantung kepada apakah interkalasi merupakan donor atau acceptor *species*. Contoh-contoh donor interkalasi meliputi logam alkali, alkali tanah (misalnya Ca, Sr) dan jenis metal lainnya misalnya Eu dan Yb. Contoh-contoh senyawa acceptor meliputi  $\text{Br}_2$ , metal halida dan jenis asam seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{HNO}_3$ .

Suatu contoh yang sangat relevan adalah GICs yang dibentuk oleh daya tarik *species* metal alkali menjadi grafit. Logam alkali grafit interkalasi komponen (AM-GICs) sudah diteliti secara ekstensif oleh karena mereka merupakan material yang sangat menarik. Material ini menunjukkan pembebasan selektif untuk lembar grafit 2D berdasarkan densitas interkalasi. Materi ini memiliki sifat yang bermanfaat untuk homogenitas jarak jauh dalam penempatan ion-ion metal intercalated pada *gallery* grafit, *stage-n*, dimana  $n$  merupakan *integer* untuk graphene planes antara masing-masing intercalated *layer*. *Stage-1* AM-GIC seperti KC8 mengandung ion-ion metal di antara setiap lapisan grafit dan oleh karena itu merupakan senyawa interkalasi yang padat, tanpa adanya stimuli eksternal tambahan seperti tekanan udara. Menurut perbandingan, *stage-2* KC24 secara bergantian memiliki *gallery* berisi dan *gallery* kosong, dan sebagaimana dapat dilihat dari stokiometri, setiap lapisan yang berisi hanya  $2/3$  sama padatnya dengan K sebagai lapisan berisi pada tahap pertama. Fakta ini juga berlaku untuk Cs- dan Rb-GICs, yang memiliki komposisi relatif karbon yang sama seperti K-GICs. Ini berbeda dengan, misalnya, lithium-GICs, dimana senyawa *stage-1* memiliki komposisi  $\text{LiC}_6$  dan komposisi *stage-2* merupakan  $\text{LiC}_{12}$ . yang diharapkan.

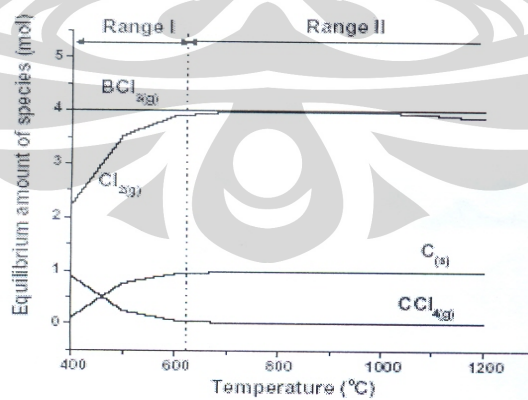
Sifat tahapan ini menyebabkan banyak GICs dapat membentuk struktur yang memiliki karakteristik yang baik pada skala panjang yang besar, bahkan sampai tahap-tahap setinggi  $12\text{\AA}$ . Struktur elektroniknya menghasilkan daya konduksi yang tinggi pada a-b plane, sifat-sifat magnetik seperti spin frustration,

dan beberapa di antaranya sudah terbukti superkonduktor. Secara keseluruhan, ini merupakan dasar pengujian yang sangat bermanfaat dalam studi sistem yang dibatasi untuk geometri planar dan 2D mekanisme transportasi yang dihasilkan.



Gambar 2.8 Grafit *stacking* dan jarak antar lapisan untuk grafit murni, *stage-1* dan *stage-2* potassium grafit interkalasi *compounds*. batang merah menunjukkan lapisan (Lovell Arthur 2007).

Termodinamika simulasi dilakukan bantuan tenaga *Gibbs* (Dash *et al* 2005), dengan meminimalkan perangkat lunak (Chemsage 4.1 GTT) untuk reaksi Boron karbida dengan  $\text{Cl}_2$  di dalam cakupan temperatur  $400^\circ\text{C}$ - $1200^\circ\text{C}$ . Dalam penelitian ini temperatur batas atas yaitu  $1200^\circ\text{C}$  digunakan karena menjadi batas operasi maksimum dari furnace yang digunakan saat sintesis, sedangkan batas yang lebih rendah yaitu  $400^\circ\text{C}$  karena berdasarkan pengalaman sebelumnya bahwa tidak ada interaksi antara  $\text{B}_4\text{C}$  dan  $\text{Cl}_2$ . Simulasi menunjukkan bahwa reaksi dapat dibagi menjadi dua cakupan temperatur seperti pada gambar 2.9.



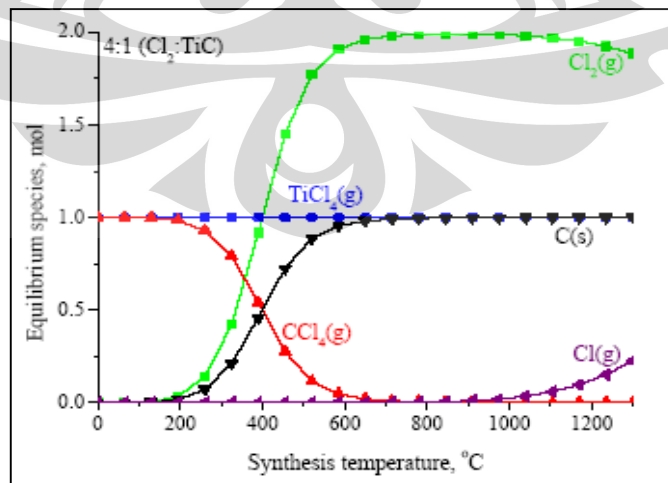
Gambar 2.9 Termodinamika temperatur klorinasi (Dash *et al* 2006)



Cakupan yang berlaku adalah dibawa temperatur 600°C ada suatu kemungkinan kerugian karbon dalam kaitan dengan pembentukan CCl<sub>4</sub>. Pada cakupan II diatas temperatur 600°C tidak ada kerugian karbon, hal ini terjadi karena pada hasil reaksi terjadi keseimbangan yang menghasilkan karbon bukan CCl<sub>4</sub> konsentrasi keseimbangan tersebut menjadi dekat dengan nol pada temperatur 600°C. Pembuatan sintesis mikroporos karbon dari bubuk B<sub>4</sub>C 99,4% dengan kepadatan 2,52 g/cm<sup>3</sup> dapat dilakukan dengan cara bahan dasar ditempatkan dalam tabung kwarsa kemudian dimasukkan dalam tungku pemanas (400-1200°C) dibawah aliran argon. Kemudian dilakukan penjernihan dengan asam khlorida pada temperatur 800-900°C, menunjukkan suatu area permukaan yang sangat *spesifik* mendekati 2000 m<sup>2</sup>/g (untuk absorpsi argon)( Dash *et al* 2006). Persamaan 2.5 adalah suatu persamaan yang digunakan Dash dalam mensintesis karbon yang berasal dari bahan boron karbida, adapapun persamaan 2.5 sebagai berikut.



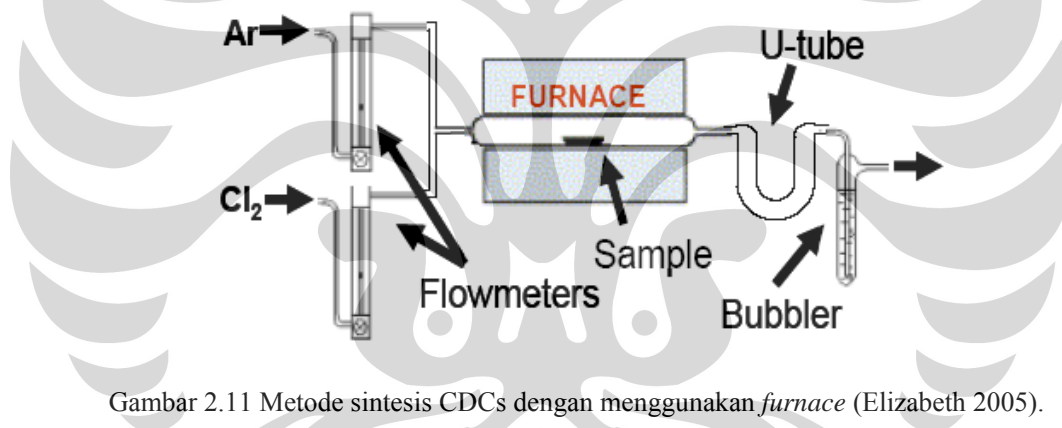
Kerugian karbon yang tidak diinginkan dalam sintesis CDCs dapat mengikuti pola termodinamika pada pola yang digambarkan dalam cakupan II. Termodinamika kalkulasi dengan menggunakan HSC *Chemistry* pada klorinasi terhadap TiC (Sigita Urbonaite 2008) pada gambar 2.10.



Gambar 2.10 Termodinamika sintesis TiC (Elizabeth 2005)

Termodinamika kalkulasi sebagai pemandu untuk memilih parameter sintesis, hal ini sangat penting karena dapat dijelaskan bagaimana sejumlah khlor mempengaruhi reaksi dan pengaruhnya terhadap temperatur sintesis. Selanjutnya sintesis karbon dari bubuk polikristalin  $Ti_2AlC$  dalam tungku pemanas (1000-1200°C) di bawah aliran argon. Kemudian dilakukan penjernihan dengan asam klor pada temperatur 400-800°C, dengan pembentukan mikropori 0,40-2,0  $\mu m$  dan mesopori (0,35 - >7 $\mu m$ ).

Kebanyakan produk CDCs dibentuk mengikuti proses pembentukan sintesis dengan mereaksikan material dalam suatu furnace, seperti pada penelitian CDCs dari prekursor boron Karbida (Dash *et al* 2006), CDCs prekursor SiC (Xinqi Chen *et al* 2006), dengan menggunakan variasi prekursor (Elizabeth 2005 dan Sigita Urbonaite 2008). Sintesis dilakukan seperti dijelaskan pada gambar 2.11.



Gambar 2.11 Metode sintesis CDCs dengan menggunakan *furnace* (Elizabeth 2005).

Susunan percobaan dimana prekursor yang digunakan ditempatkan dalam tabung kuarsa yang dimasukkan ke dalam *furnace*, temperatur divariasi berdasarkan hasil termodinamika kalkulasi dibawah aliran Argon. Ketika suhu reaksi yang diinginkan telah tercapai, gas khlor dialirkan dengan kecepatan 10-15cm<sup>3</sup>/menit yang melintasi *furnace* selama 3 jam. Setelah penjernihan dengan khlor, *furnace* didinginkan pada suhu kamar, juga dibawah aliran Argon. Sintesis dengan cara ini pada umumnya dilakukan oleh peneliti dalam pengambilan karbon yang berasal dari karbida atau yang dikenal dengan nama *Carbide Derived Carbon* (CDCs).

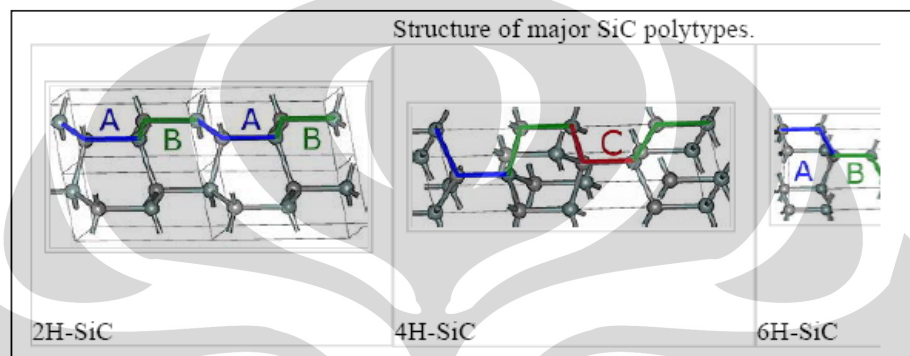
## 2.6 Polimorfi Silikon karbida

Silikon karbida dikenal sebagai *carborondum*, adalah senyawa dari silikon karbida dan karbon dengan rumus kimia SiC. Bubuk silikon karbida telah diproduksi secara massal sejak tahun 1893, yang digunakan sebagai abrasif. Bubuk dari silikon karbida dapat terikat oleh suatu proses sintering yang dapat membentuk keramik yang sangat keras dan banyak digunakan dalam aplikasi suatu material dengan ketahanan yang tinggi seperti rem mobil dan juga sebagai rompi anti peluru. Sedangkan dalam bidang elektronik silikon karbida digunakan sebagai diode yang dapat memancarkan cahaya detektor, dan SiC secara luas digunakan dalam sebagai bahan semikonduktor elektronik.

Material campuran yang dikenalkan sebagai polimorfi, dimana ini terjadi karena adanya perbedaan struktur disebut polimorfi (Egerton 1989). Keunikan dari silikon karbida adalah memiliki lebih dari 250 polimorfi dan ini teridentifikasi semenjak tahun 2006 (Gogotsi *et al* 2003), dengan beberapa diantaranya memiliki nilai konstanta kisi 301,5nm, dan sebagian dari SiC digunakan sebagai pengatur jarak antar kisi. Polimorfi SiC meliputi berbagai fasa amorf hal ini bila diamati di dalam *thin film* dan fiber. Demikian juga sebagai keluarga besar dengan struktur kristalin yang serupa disebut politipe. Variasi yang sama dengan campuran kimia serupa, identik dalam dua dimensi dan berbeda dalam tiga dimensi. Hal ini memungkinkan adanya pembentukan dalam tiga konfigurasi yaitu A, B atau C, untuk mencapai jarak terdekat, tahapan yang membentuk konfigurasi lapisan yang didefinisikan pada struktur kristal, dimana unit sel paling pendek secara berulang dan periodik dari tahapan lapisan yang satu ke tahapan berikutnya.

Salah satu yang berkembang sebagai literatur yaitu dengan mendefinisikan tiga struktur SiC dalam dua lapisan (tiga atom dengan dua ikatan yang berdekatan seperti gambar 2.12) dan pemberian keterangan sebagai A, B dan C. Elemen A dan B tidak mengubah orientasi dari dua lapisan kecuali untuk rotasi  $120^{\circ}$  yang tidak mengubah kisi-kisi, salah satunya perbedaan A dan B adalah pergeseran dari kisi-kisi elemen C dengan pergeseran kisi-kisi  $60^{\circ}$  (Hutchins 2000 ).

Elemen A, B, C digunakan sebagai konstruksi dari politipe SiC, seperti gambar 2.12. merupakan contoh pada politipe heksagonal 2H, 4H dan 6H (Gogotsi *et al* 2006). Struktur 2H-SiC ini ekuivalen dengan elemen A dan B yang disusun sebagai suatu lapisan AB AB AB. Struktur 4H-SiC panjang perputaran dari unit sel yang berbanding setengah putaran dengan 2H-SiC membentuk lapisan ABCB. 6H-SiC adalah triple sel pada 2H dengan thapan lapisan ABCACB. Kubik 3C-SiC tidak digambarkan karena tidak ada lapisan ABC.



Gambar 2.12 Struktur politipe silikon karbida (Evain 2010).

Secara luas politipe mempunyai perbedaan sifat fisis. 3C-SiC memiliki pergerakan elektron yang tinggi dan saturasi kecepatan, sebab penyebaran phonon berkurang dan menghasilkan suatu simetri yang tinggi. Perbedaan Band gap pada politipe sangat luas berkisar dari 2,3eV untuk 3-SiC, 3eV 6H-SiC dan 3,3eV untuk 2H-SiC. Secara umum semakin besar komponen *wurtzite* semakin besar *band gap*. Diantara politipe SiC 6H paling mudah dibuat dan dipelajari, sementara politipe 3C dan 4H lebih menarik untuk sifat elektronik. Membuat politipe SiC itu tidak mudah, pada penumbuhan material *single* fasa, tetapi ini juga menawarkan beberapa keuntungan-keuntungan potensial.

Banyaknya simbol dalam SiC memiliki arti tertentu, angka 3 dalam 3C-SiC menunjukkan tiga dari dua lapisan yang periodik terhadap lapisan ABC yang simetri terhadap kristal kubik. 3C-SiC kemungkinan hanya untuk politipe kubik. *Wurtzite* ABAB tahapan lapisan yang menunjukkan pencerminan 2H-SiC terhadap dua lapisan yang periodik dan simetri heksagonal untuk periodik *double*

dan *triple* dalam 4H-SiC dan 6H-SiC. Politipe rhombohedral dilambangkan dengan R untuk contoh 15R-SiC ( seperti pada tabel 2.3).

Tabel 2.3 Sifat-sifat politipe silikon karbida (Evain 2010)

Polytype	Grup Ruang	No	Pearson Symbol	SgNo	$a(\text{Å})$	$c(\text{Å})$	Bandgap (eV)	Heksagonal (%)
3C	$T_d^2$ F43m	2	cF8	216	4,3596	4,3596	2,3	0
2H	$C_{6v}^4$ P6 <sub>3</sub> mc	4	hP4	186	3,0730	5.0480	3,3	100
4H	$C_{6v}^4$ P6 <sub>3</sub> mc	8	hP8	186	3,0730	10,053	3,3	50
6H	$C_{6v}^4$ P6 <sub>3</sub> mc	12	hP12	186	3,0730	15,11	3,0	33,3

Silikon karbida dapat membantu mereduksi partikel, ukuran butir dan meningkatkan luas permukaan. Dengan menggunakan SiC sebagai aditif akan menurunkan ukuran butir, meningkatkan konsentrasi defek dan menghalangi terjadinya aglomerasi, yang berperan penting dalam sifat serapan gas (Ranjabar 2008).

Grafit berwarna kelabu, akibat delokalisasi elektron antar permukaannya, grafit dapat berfungsi sebagai konduktor listrik. Secara alamiah grafit ditemukan di Srilanka, Kanada dan Amerika Serikat. Grafit disebut timbal hitam dan grafit dinamai oleh Abraham Gottlob Werner pada tahun 1789 dengan mengambil dari bahasa Yunani.

Mineral grafit adalah salah satu dari alotropi pada karbon, karena kedua senyawa ini mirip namun struktur atomnya mempengaruhi sifat kimia dan fisiknya (Yushin *et al* 2005). Grafit terdiri atas lapisan atom karbon yang dapat menggelincir dengan mudah, artinya grafit amat lembut, dan dapat digunakan sebagai minyak pelumas agar peralatan mekanis bekerja lebih lancar, grafit sekarang umum digunakan sebagai timbal pada pensil.

Tabel.2.4. Sifat-sifat Grafit (Varin 2009)

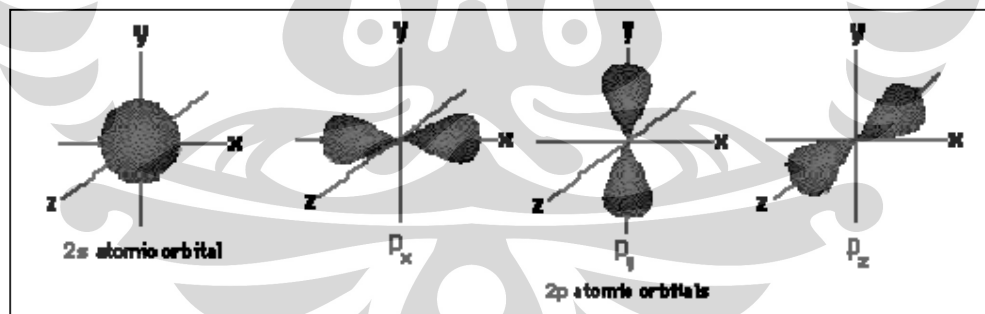
Warna	Hitam Mengkilat hingga abu-abu
Sifat Kristal	Tabular, Massa 6 Sisi, Butiran hingga massa yang kompak
Sistem Kristal	Heksagonal (6/m 2/m 2/m)
Belahan	Sempurna dalam satu arah
Pecahan	<i>Flaky</i> , atau kasar
Skala kekerasan mohs	1 – 2
Kilat	Metalik
Streak	Hitam
Densitas	2.09 – 2.33 g/cm <sup>3</sup>

Sebagian besar karbon murni adalah merupakan material anorganik. *Carbide Derived Carbon* (CDCs) adalah dipertimbangkan sebagai *riil* dari unsur karbon, permukaan bebas dari campuran berbagai macam elemen impuritas. Ini yang membedakan karbon dari organik lain seperti karbon aktif yang berasal dari kayu, batu bara dan lain-lain. Bahwa di dalam CDCs tidak ada radikal bebas, ini dapat dideteksi dengan menggunakan *Elektron Spin Resonance* dapat dilihat pada tabel 2.5 mengenai elemen dari karbon (Sigita Urbonaite 2008).

Tabel 2.5. Elemen karbon (Sigita Urbonaite 2008)

Nama	Karbon
Simbol	C
Bilangan atom	6
Jumlah Grup	14
Bilangan Periode	2
Isotop	3 ( $^{12}\text{C}$ , $^{13}\text{C}$ , $^{14}\text{C}$ )
Massa Molar	12.0107 ( $^{12}\text{C}$ )
Fasa	Padat
Jenis	Non Metal

Ikatan dalam karbon berkaitan hanya dengan valensi elektron, karbon memiliki dua elektron yang berada pada *ground state* (Zheng dan Ekstrom 2000). Dalam hal konfigurasi, kemungkinan karbon memiliki paling banyak dua ikatan. Memiliki pembentukan ikatan yang baik, maka karbon dengan mudah melepaskan energi, oleh karena itu atom karbon tereksitasi dari orbital 2s ke orbital 2p, sehingga atom karbon memiliki empat orbital, yang mana tiga tegak lurus orbital p dan satu simetri terhadap orbital s, dapat dijelaskan pada gambar 2.13.



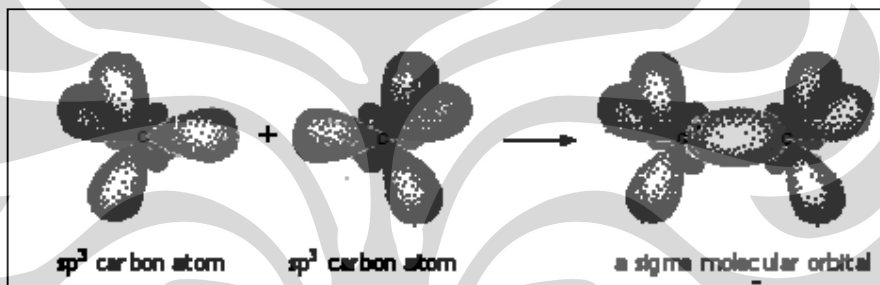
Gambar 2.13 Atom karbon orbital (Varin 2009).

Salah satu cara yang baik adalah dengan menggambarkan antara ikatan pada elektron dengan melalui konsep hibridasi (Schattschneider *et al* 2005). Berdasarkan orbital s dan p maka konsep hibridasi karbon memiliki tiga tipe pembentukan ikatan, yaitu *single bond*, *double bond* dan *triple bond*. Karbon dengan ikatan kovalen dapat dijelaskan dengan  $\sigma$  atau tipe  $\pi$ .  $\sigma$  adalah ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan *overlap* diantara dua atom orbital yang

diorientasikan sepanjang ikatan, sedangkan  $\pi$  adalah ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan *overlap* diantara 2 orbital p yang tegak lurus sejajar dengan arah ikatan yang berbeda atom

- *Single bond*

Single bond karbon adalah ikatan  $\sigma$  diantara dua orbital atom. Atom hibridasi dengan orbital adalah  $sp^3$ , dimana adalah kombinasi pada semua tiga orbital p dengan satu orbital s dan memiliki empat persamaan atom orbital, dapat dilihat pada gambar 2.6 yang mana geometri hibridasi atom adalah tetrahedral dengan sudut  $109,5^\circ$ , masing-masing pada empat orbital  $sp^3$  dapat membentuk sebuah ikatan  $\sigma$  dengan panjang 153 pm.

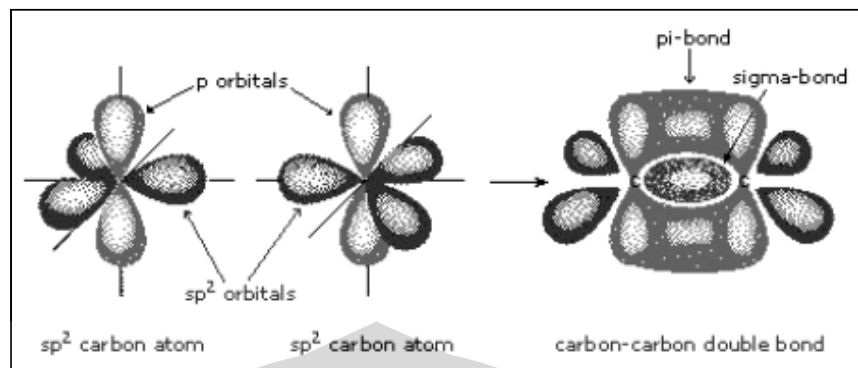


Gambar 2.14 Ikatan  $sp^3$  hibridasi dan pembentukan *single bond* (Varin 2009).

- *Double Bond*

*Double bond* karbon adalah kombinasi antara ikatan  $\sigma$  dan ikatan  $\pi$ . Atom hibridasi dengan orbital  $sp^2$ , dimana terdiri dari dua kombinasi yaitu tiga pada orbital p dan satu pada orbital s, dengan demikian terbentuk tiga persamaan orbital yang dipisahkan oleh sudut  $120^\circ$  dan satu berbalik ke orbital p dan sejajar pada orbital  $sp^2$ , dapat dijelaskan pada gambar 2.15 dengan panjang ikatan karbon adalah 130 pm.

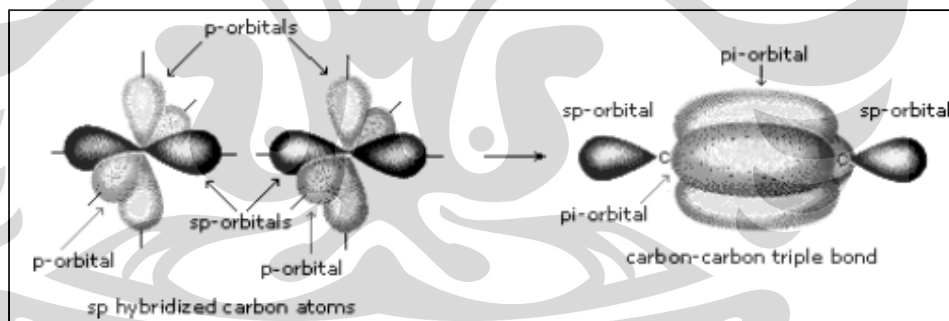




Gambar 2.15 Hibridasi  $sp^2$  dan pembentukan *double bond* (Varin 2009).

- *Triple Bond*

*Triple bond* karbon adalah kombinasi *single bond*  $\sigma$  dan *double bond*  $\pi$ , tegak lurus ke masing-masing orbital, dapat dijelaskan pada gambar 2.16 hibridasi orbital atom adalah  $sp$ , dimana dua atom orbital dapat membentuk persamaan ikatan  $\sigma$ , geometri linier terhadap sudut  $180^\circ$  dan panjang ikatan 120 pm.



Gambar 2.16 Hibridasi  $sp$  dan pembentukan *triple bond* (Varin 2009).

## 2.7 Absorpsi Isoterm

Penafsiran isoterm secara kuantitatif adalah diperlukan untuk membandingkan antara material yang satu dengan material lainnya (Menon dan Yuan 1999). Bagaimanapun penafsiran dari isoterm tidak secara langsung, terutama proses absorpsi dalam mikropori adalah sulit untuk menggambarkan

dengan teliti dan perhitungan kurang dari 1 % untuk absorpsi karbon. Informasi ekstraksi biasanya dilakukan dengan menerapkan model matematika terhadap data isoterm, model yang terkenal adalah *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

Metode BET menjadi dasar atas beberapa asumsidan (Sun dan Yuan 2005)

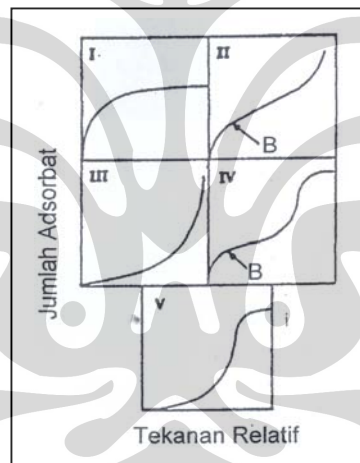
- Permukaan rata.
- Semua kedudukan permukaan yang memiliki keseragaman energi, kedudukan molekul dalam lapisan pertama bertindak sebagai molekul pada lapisan kedua dan lapisan yang paling dalam.
- Sifat kondensasi dan evaporasi untuk semua lapisan yang berada di lapisan pertama sama dengan absorpsi cairan.
- Tidak ada interaksi antara absorpsi molekul.
- Nilai pada lapisan tak terbatas.

$$\frac{p}{V(p^o - p)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{c-1}{V_m c} p / p^o \quad \dots\dots\dots(2.6)$$

- V = Jumlah absorpsi dalam volume STP (cm<sup>3</sup>/g) atau jumlah dalam molar (mmol/g)
- V<sub>m</sub> = Kapasitas *monolayer* dalam volume STP (cm<sup>3</sup>/g) atau jumlah dalam molar (mmol/g)
- p = Persamaan tekanan uap (Pa)
- p<sup>o</sup> = Saturasi tekanan uap (Pa)
- c = Energi rata-rata absorpsi (c=exp[ (ΔH<sub>A</sub>-ΔH<sub>L</sub>) /RT])
- ΔH<sub>A</sub> = panas absorpsi
- ΔH<sub>L</sub> = panas cairan

Persamaan BET secara luas digunakan sebagai interpretasi isoterm dengan Nitrogen pada suhu 77°K (Hossain *et al* 2003), Metode ini mempunyai keterbatasan oleh karena itu sebaiknya dilakukan pada area permukaan yang berpori (Arulepp *et al* 2006). Pada persamaan BET adalah secara normal dibatasi pada nilai tekanan relatif rendah (< 0,15) terbaik untuk mikropori karbon.

Volume pori dalam skala mikro/meso dapat diukur dari hasil kurva isoterm dengan menggunakan perhitungan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET), yang berkaitan dengan absorpsi dan desorpsi dari mesopori yang terbuka (Brydson 2001 ). Luas spesifik permukaan dan porositas absorban dapat diketahui dengan cara memahami absorpsi isoterm saat kuantitas adsorbat pada permukaan diukur pada harga tekanan relatif dalam rentang yang luas, pada temperatur tertentu, dan hasilnya adalah sebuah kurva absorpsi isoterm. Tiap titik data absorpsi isoterm bisa diperoleh dengan cara mengkalkulasi penerimaan  $N_2$  tambahan yang telah diketahui volumenya oleh absorban secara bertahap. Desorpsi isoterm dapat juga diperoleh dengan mengukur kuantitas gas yang dipindahkan dari spesimen saat tekanan relatif diturunkan. Berdasarkan jenis absorban dan adsorbat, dikenal 5 jenis kurva absorpsi-desorpsi isoterm seperti terlihat pada gambar 2.17 (Elisabeth 2005)



Gambar 2.17 Kurva absorpsi desorpsi isoterm (Elisabeth 2005).

(a) Tipe I

Jenis ini disebut juga Langmuir isoterm, menggambarkan absorpsi satu lapis (*monolayer*). Banyaknya adsorbat mendekati harga batas  $P/P_0$  yaitu 1. Jenis ini diperlihatkan oleh padatan berpori kecil

(b) Tipe II

Jenis ini adalah bentuk normal isoterm pada absorban tak berpori ( nonpori) atau

padatan berpori besar (makropori) yang menunjukkan absorpsi *monolayer-multi layer*. Titik B, kondisi awal tahap tinier dari isoterm, biasanya digunakan untuk mengindikasikan tekanan relatif pada saat pelapisan *monolayer* selesai.

(c) Tipe III

Jenis ini menunjukkan kuantitas adsorbat semakin tinggi saat tekanan relatif bertambah. Tidak adanya titik B seperti pada jenis kedua, disebabkan interaksi adsorbat-adsorbat yang lebih kuat dibandingkan adsorbat-adsorban. Sebagai contoh absorpsi uap air pada karbon tak berpori.

(d) Tipe IV

Tipe ini berhubungan dengan kapilaritas kondensasi pada mesopori yang ditunjukkan pada slope yang curam pada tekanan relatif yang tinggi. Bagian tipe IV serupa dengan tipe II.

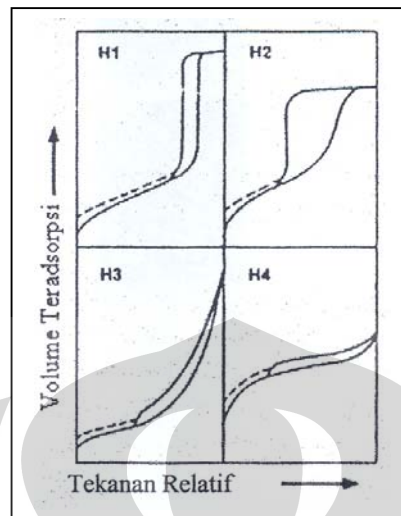
(e) Tipe V

Jenis ini tidak umum, hampir sama dengan tipe III, kecuali jika terdapat pori-pori di dalam ukuran mesopori

Tipe I, II dan III secara umum memiliki sifat reversibel, walaupun untuk material porimikro tipe I dapat menimbulkan kondisi histerisis. Tipe IV dan V yang berkaitan dengan mesopori, biasanya menunjukkan histerisis antara absorpsi isoterm dan desorpsi. Tiap titik desorpsi isoterm dimunculkan dengan cara serapan nitrogen, di atas permukaan padatan tekanan relatif mendekati nilai 1, kemudian mendesorpsi N<sub>2</sub> menuju *evacuated manifold*, sehingga menurunkan tekanan dibawah *ambient*. Proses ini dilanjutkan hingga beberapa titik telah dicapai secukupnya untuk menghasilkan desorpsi isoterm.

Berdasarkan pengujian absorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> ada 4 jenis standar kurva histerisis isoterm seperti terlihat pada gambar 2.18. yaitu:

1. Tipe H1 menunjukkan pori yang berbentuk silindris
2. Tipe H2 menunjukkan ukuran dan bentuk pori yang tidak teratur
3. Tipe H3 menunjukkan bentuk pori *plate-like* (celah lebar)
4. Tipe H4 dengan bentuk isoterm yang landai untuk bentuk pori juga seperti celah (*slit*).

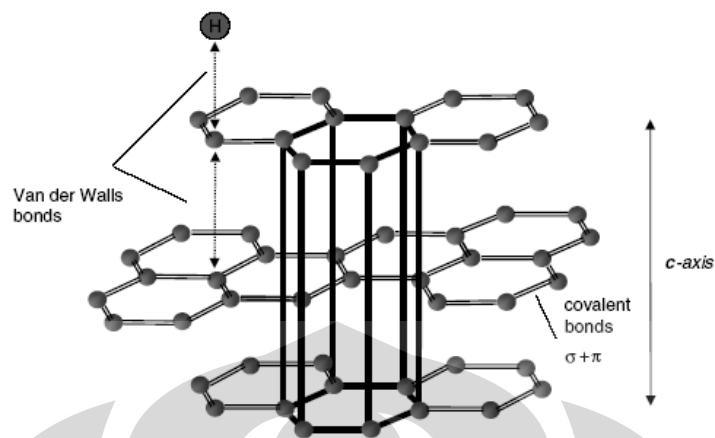


Gambar 2.18 (empat) jenis standar kurva histerisis isoterm (Elizabeth 2005).

Penelitian mengenai karakterisasi material nanopori menunjukkan bahwa sintesis yang menggunakan berbagai macam prekursor untuk memperoleh CDCs, mendapat perhatian karena aplikasi yang luas untuk penyimpanan gas. Hal ini berkaitan dengan karakteristik material yang memiliki saluran-saluran silindrikal yang tersusun secara heksagonal dengan diameter 5-30 nm (Chmiola *et al* 2005). Pori harus diasumsikan dalam bentuk ideal, misalnya bentuk silinder atau bentuk lainnya, dari beberapa penelitian yang ada pendekatan yang lebih tepat adalah bentuk silinder (Dash *et al* 2005) dimana bentuk ini lebih menunjukkan adanya tingkat absorpsi yang tinggi pada tekanan relatif rendah.

## 2.8 Pendekatan Kerapatan Elektron Terhadap Hasil Sintesis

Penelitian ini lebih jauh mengkaji hasil sintesis karbon heksagonal dengan pemanjangan parameter kisi  $c$  hal ini didasari dari sifat karbon struktur heksagonal yang memiliki ikatan *Van Der Waals* pada arah sumbu  $c$  (Varin 2009), dengan ikatan ini memberikan peluang karbon hasil sintesis dengan perlakuan ultrasonik dapat mengalami pemanjangan parameter kisi  $c$  tanpa interkalasi dan untuk pembuktian dapat dilakukan dengan pendekatan perhitungan kerapatan elektron melalui *refine* Fourier. Ikatan *Van Der Waals* karbon struktur heksagonal dapat dilihat pada gambar 2.19.



Gambar 2.19 Struktur karbon heksagonal dengan ikatan *Van Der Waals* arah sumbu *c* (Varin 2009).

Kerapatan elektron suatu bahan adalah gambaran dari distribusi elektron dari atom-atom dalam sebuah sel satuan, baik berupa gambaran dua dimensi atau tiga dimensi (Shusterman *et al* 1997). Cara yang cukup memuaskan untuk merifine suatu struktur model adalah metode sintesis *difference* Fourier yang akan memberikan gambaran kerapatan elektron bahan (Giacovazzo *et al* 1992). Analisa kerapatan elektron ini secara luas telah dipakai untuk menjelaskan distribusi kerapatan elektron dari sebuah molekul.

Sifat-sifat suatu atom juga akan ditentukan oleh distribusi kerapatan elektronnya, secara eksperimen, maksimum  $\rho(r)$  akan terjadi pada posisi inti atom (Bader, 1994). Kerapatan elektron suatu bahan memberikan gambaran terhadap struktur faktor bahan tersebut, atau sebaliknya, dari struktur faktor bisa diperkirakan kerapatan elektron bahan tersebut apabila parameter strukturnya telah ditentukan (Buttner dan Maslen 1992). Dalam suatu pengukuran pola difraksi sinar-X dari bahan yang belum diketahui parameter strukturnya, maka seharusnya ada konsistensi antara penentuan parameter struktur dan kerapatan elektronnya (Giacovazzo *et al* 1992). Bila diantara keduanya tidak konsisten, berarti parameter struktur hasil perhitungan belum mendekati keadaan sebenarnya.

Deret Fourier yang memiliki koefisien struktur faktor untuk satu fasa  $|F_c|$ , akan memberikan kerapatan elektron perhitungan,  $\rho_c(r)$ , pada titik  $r$  menurut persamaan :

$$\rho_c(r) = \frac{1}{V} \sum_{\tau} F_{\tau}^o \exp(-2\pi i \tau \cdot r) \quad \dots\dots\dots(2.7)$$

Dalam hal ini V adalah volume sel satuan. Nilai ini akan memperlihatkan maksimum pada posisi atom dari model, sementara deret Fourier dengan koefisien struktur faktor  $F_{\tau}^o = |F_{\tau}^o| \exp(i\varphi_{true})$  memberikan nilai kerapatan elektron observasi,  $\rho_c(r)$  :

$$\rho_c(r) = 1/V \sum F_{\tau}^o \exp(-2\pi i \tau \cdot r) \dots\dots\dots(2.8)$$

yang merupakan struktur sebenarnya. Untuk melihat seberapa jauh deviasi model awal dari struktur sebenarnya, maka harus dihitung perbedaannya,  $\Delta\rho(r)$ , dimana:

$$\Delta\rho(r) = \rho_o(r) - \rho_c(r) = \frac{1}{V} \sum_{\tau} (F_{\tau}^o - F_{\tau}^c) \exp(-2\pi i \tau \cdot r) \quad \dots\dots\dots(2.9)$$

Akan tetapi nilai dari  $\varphi_{true}$  tidak diketahui, karena itu harus dianggap bahwa  $\varphi_{true} = \varphi^c$  sehingga:

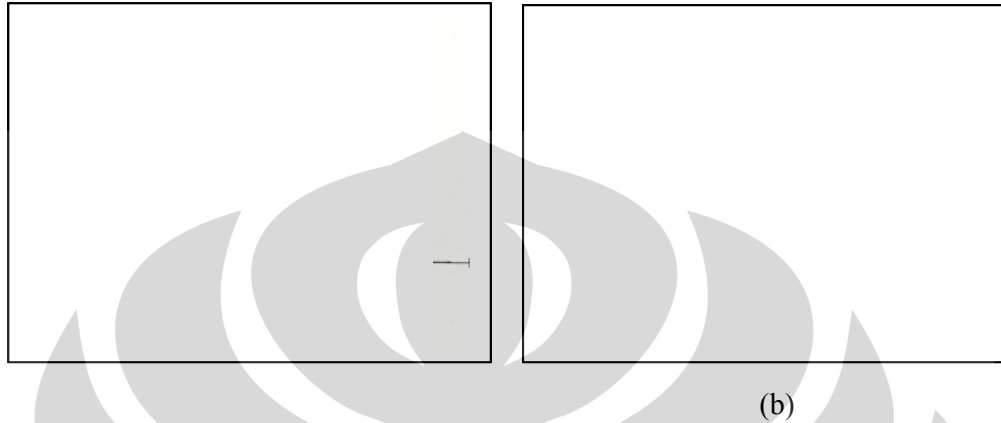
$$\Delta\rho(r) = \frac{1}{V} \sum_{\tau} (|F_{\tau}^o| - |F_{\tau}^c|) \exp(-2\pi i \tau \cdot r + i\varphi_h^c) \quad \dots\dots\dots(2.10)$$

Ada beberapa kesalahan perhitungan dalam menganalisa suatu parameter struktur yang bisa dilihat dengan sintesis Fourier ini. Pertama jika dalam suatu kalkulasi  $\rho_c(r)$  bernilai nol, sedangkan  $\rho_o(r)$  bernilai maksimum, berarti dalam model perhitungan tersebut ada atom yang hilang. Pada posisi atom yang hilang ini observasi akan memperlihatkan maksimum, sedangkan pada perhitungan, nilai ini tidak akan muncul atau nilainya terlalu kecil.

Kedua adalah kesalahan posisi pengaruhnya dijelaskan dalam gambar 2.20.a bila  $\rho_o(r)$  berada pada posisi yang benar dan  $\rho_c(r)$  pada posisi yang salah maka dalam  $\Delta\rho(r)$  akan mendekati nilai minimum negatif, sementara untuk yang posisinya benar akan berada di sebelah dengan nilai yang maksimum positif.

Ketiga adalah kesalahan dalam parameter termal, kesalahan dalam kondisi ini akan mengakibatkan puncak  $\rho_o(r)$  akan lebih kecil dari puncak  $\rho_c(r)$ ,

dijelaskan pada gambar 2.20b dalam *difference synthesis* nilai negatif akan dikelilingi oleh nilai positif.



Gambar 2.20. (a) Kesalahan posisi dari suatu model atom. Simbol  $\delta$ ,  $\rho_c$ ,  $\rho_o$ ,  $\Delta\rho$ , berturut-turut menyatakan besarnya nilai kesalahan, kerapatan elektron perhitungan, kerapatan elektron pengamatan dan perbedaan antara hasil perhitungan dan pengamatan. (b) Kesalahan dalam parameter termal dimana asumsi nilai isotropik terlalu kecil. Simbol  $\rho_c$ , dan  $\rho_o$ , masing-masing menyatakan nilai kerapatan elektron perhitungan dan nilai kerapatan elektron pengamatan (Giacovazzo *et al* 1992).



## BAB 3 METODE PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Bahan Utama

Bahan utama dalam penelitian ini adalah silikon karbida dengan kemurnian 98% dari *Aldrich*, USA, asam klorida (HCl), aquades murni dan alkohol 80%. Penggunaan bahan silikon karbida dipilih karena bahan ini mengandung karbon, HCl digunakan sebagai larutan yang dapat menghasilkan  $\text{Cl}_2$ , yang akan berinteraksi dengan silikon karbida dalam pengambilan silikon (Si) saat pembuatan pori karbon dari silikon karbida. Aquades digunakan sebagai media reaksi dengan silikon karbida dengan perbandingan sampel tanpa pemanasan, alkohol digunakan untuk membersihkan alat-alat yang digunakan selama penelitian ini dilakukan. Metode gelombang ultrasonik digunakan sebagai media reaksi antara silikon karbida dan HCl. Ultrasonik yang dapat menghasilkan gelembung-gelembung saat proses dapat menghaluskan partikel dari silikon karbida.  $\text{Cl}_2$  yang terisisa akan berinteraksi dengan silikon karbida dalam tabung reaksi saat diberikan panas, secara skematik dapat dilihat pada gambar 3.1.

### 3.3 Alat-alat Penunjang

Pembuatan pori karbon pada penelitian ini didukung dengan peralatan proses yaitu:

- Ultrasonik seri *Branson* 1210 frekuensi 47 kHz dan 80 watt digunakan sebagai alat untuk mempercepat reaksi antara silikon karbida dan asam klor (HCl), dapat melakukan mekanisme penggilingan dalam kondisi cair-padat menghaluskan partikel besar menjadi kecil dan homogenitas campuran.
- Alat pemanas *Thermolyne High Temperature*, penggunaan alat ini untuk mengontrol suhu pemanasan pada saat pembentukan pori hasil sintesis.
- Alat-alat gelas merk Pyrex, alat-alat gelas sangat penting dalam penelitian ini terutama saat mereaksikan antara silikon karbida HCl dan saat pemanasan.
- Neraca analitis type Bosch Sae 200 ketelitian 0.01 mg, agar mendapatkan suatu perbandingan ukuran yang tepat maka semua bahan yang digunakan ditimbang dengan menggunakan neraca analitis ini.

### 3.4 Proses Sintesis Pori karbon

CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 dihasilkan dari reaksi padatan 98% silikon karbida dan larutan HCl 12% dengan komposisi mol dibuat tetap yaitu SiC : HCl = 1 : 4. Pencampuran dalam kondisi cair-padat dengan volume total sekitar 10 ml dalam wadah gelas beker, kemudian wadah dimasukkan dalam ultrasonik *batch*, dengan variasi ultrasonik 10 jam, 60 jam, 100 jam, 200 jam dan 300 jam hingga homogen sehingga diperoleh suatu keseragaman partikel dimana partikel menjadi lebih halus dan HCl dapat terurai menjadi Cl<sub>2</sub>. Penggilingan menggunakan gelombang ultrasonik dapat dijelaskan, bahwa pada saat campuran diberi getaran di dalam campuran timbul kavitasi berupa gelembung-gelembung yang makin besar, perkembangan selanjutnya adanya tekanan yang semakin kuat sehingga gelembung pecah. Daya tekan dari pecahan /ledakan gelembung mempengaruhi partikel disekitarnya. Pencampuran selama 10 jam, 60 jam, 100 jam, 200 jam dan 300 jam menghasilkan endapan, selanjutnya dikeringkan pada suhu 100°C selama 1 jam untuk menghilangkan H<sub>2</sub>O yang terjebak dalam sampel setelah itu sampel dipanaskan pada temperatur 900°C, 1000°C dan 1200°C selama 1 jam agar terjadi interaksi antara silikon karbida dan Cl<sub>2</sub> (sisa reaksi dalam ultrasonik) dan untuk menghindari pembentukan SiO<sub>2</sub> sampel dipanaskan sambil di vakum, yang akan menghasilkan pori karbon. Padatan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan difraktogram sinar-X, BET, SEM, TEM dan FTIR.

### 3.5 Karakterisasi Bahan Hasil Sintesis

#### 3.5.1 Analisa fasa dengan XRD dan GSAS

Analisa fasa dilakukan dengan menggunakan alat XRD (X-Ray Diffractometer). Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan diffractometer sinar-X (PHILLIPS PW 3710/40kV) dengan kondisi alat sebagai berikut:

- Sumber : CoK $\alpha$
- Panjang gelombang 1,7902Å
- Tegangan : 40 kV
- Arus : 30 mA
- Kecepatan cacah : 0,5/detik

- Jenis cacah : cacah kontiniu
- Sudut  $2\theta$  :  $15^\circ - 90^\circ$

Karakterisasi struktur kristal menggunakan difraktometer Philips PW3710 dengan target Co yang panjang gelombangnya ( $\lambda$ ) 1,78896. Å, tegangan generator 40 kV dan arus tabung 30 mA. Sudut ( $2\theta$ ) dimulai  $20^\circ$  sampai  $80^\circ$  dengan step size  $0,02^\circ$  dan time per step adalah 1,25 detik.

Hasil difraktogram kemudian dianalisa dengan menggunakan paket program GSAS (General Structure Analysis System), untuk menentukan struktur kristal dari fasa-fasa yang mungkin terbentuk dalam sampel. Perangkat lunak GSAS ini dikembangkan oleh Allen C. Larson dan Robert B. Von Dreele dari Los Alamos National Laboratory, USA. ICDD database diperlukan untuk mencocokkan puncak-puncak difraksi (unsur-unsur yang terdeposit pada substrat telah teridentifikasi dari data XRF). Parameter kisi dan space group didapatkan dari ICDD database yang diacu, selanjutnya digunakan sebagai data masukan untuk program GSAS. Selain itu data APD juga digunakan untuk mendapatkan data RAW menggunakan software Bella V2.21 serfs PRM yang merupakan faktor instrumen yang digunakan dalam hal ini panjang gelombang XRD yang digunakan. Data RAW dan PRM ini juga digunakan sebagai data masukan untuk program GSAS. Posisi atom juga diperlukan untuk data masukan pada program ini. Posisi atom didapatkan dari Persons Handbook atau internet (Minicryst).

### 3.5.2 Analisa Dengan Fourier Transformation Infrared (FTIR)

*Fourier Transformation Infrared* (FTIR) adalah suatu alat yang dapat digunakan untuk mengetahui ikatan dalam suatu molekul yang bergetar akibat adanya frekuensi. Prinsip kerja dari alat ini seperti menggunakan prinsip Interferometer Michelson. Ada dua lensa yang digunakan dan diperlukan sumber cahaya yang koheren. Prinsip karakterisasi FTIR adalah penyerapan energi (atau frekuensi) tertentu dalam hal ini radiasi infra merah oleh molekul yang mengakibatkan vibrasi pada ikatan molekul. Spektrum yang keluar dari

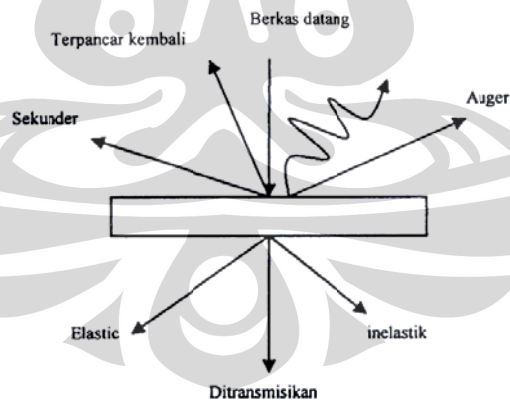
karakterisasi menggunakan alat ini adalah bilangan gelombang sebagai variabel bebas dan transmitansi (%) sebagai variabel tak bebas.

### 3.6 Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub>

Sampel dari tiap-tiap komposisi dan perlakuan selama sintesis diambil sebanyak 0,5 gram dilakukan *outgassing* ( $\sim 10^{-2}$  Pa) pada temperatur 300°C selama 3 jam. Kemudian dilakukan analisa adsorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub> dengan menggunakan *Autosorb Multistation 1.23 Analyzer* (*Quantachrome Corp*) yang dilakukan di Departemen Gas dan Petrokimia FTUI. Data adsorpsi-desorpsi yang dihasilkan berupa kurva isoterm absorpsi-desorpsi, luas area permukaan pori *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) dan vulume total pori, V<sub>t</sub> ( dari kurva adsorpsi pad atekanan relatif p/p<sub>0</sub> sekitar 0,98).

### 3.7 Karakterisasi Struktur Mikro Dengan SEM

*Scanning Elektron Microscopy* (SEM) mempunyai daya resolusi yang tinggi jika dibandingkan dengan mikroskop optik. SEM menggunakan hamburan balik dan pantulan sekunder dari berkas elektron, setelah berkas elektron tersebut berinteraksi dengan material.



Gambar 3.2. Hasil interaksi berkas elektron dengan material (Smallman 1991)

Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X akan memberikan informasi mengenai keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia, yang dikandung sampel.

Daerah sampel dengan nomor atom rata-rata tinggi akan terlihat relatif lebih terang daripada daerah dengan nomor atom rendah.

Setelah radiasi sinar-X dipancarkan oleh sampel ditangkap detektor, dapat memberikan informasi secara kualitatif dan kuantitatif tentang morfologi pembentukan sampel.

### 3.8 Karakterisasi Permukaan Nano Dengan TEM

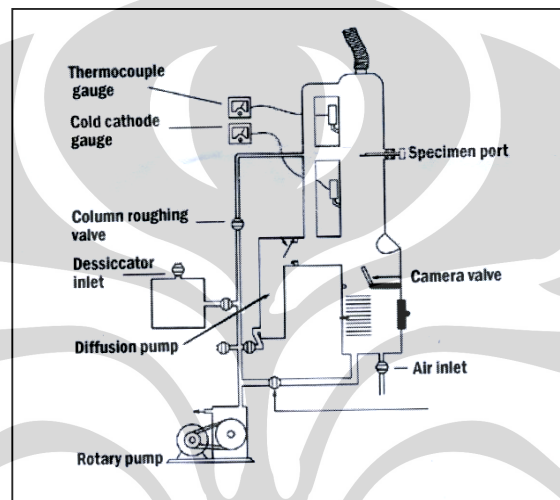
Transmission elektron microscopy (TEM) adalah teknik mikroskopi terkait dengan berkas elektron yang diteruskan melalui spesimen ultra tipis dan berinteraksi dengan spesimen saat berkas elektron melewati spesimen tersebut. Suatu citra terbentuk dari interaksi elektron dengan spesimen; kemudian citra diperbesar dan terfokus pada sebuah perangkat *imaging*, seperti layar *fluorescen* pada lapisan film fotografi, atau bisa untuk deteksi oleh sebuah sensor seperti CCD kamera.

TEM mampu mencitrakan resolusi lebih tinggi secara nyata dari mikroskop cahaya, karena panjang gelombang *de Broglie* elektron. Hal ini memungkinkan pengguna alat untuk memeriksa detail-bahkan sekecil satu kolom atom, yang puluhan ribu kali lebih kecil daripada yang terkecil objek diatasi dalam mikroskop cahaya. TEM merupakan bentuk metode analisis utama dalam berbagai bidang ilmiah, baik fisika dan ilmu biologi. TEM menemukan aplikasi dalam penelitian kanker, virologi, ilmu material serta polusi dan penelitian semikonduktor

Gambar akuisisi tersedia melalui 12-bit kamera digital. Kemampuan untuk mendapatkan digital memungkinkan pengguna untuk memiliki kontrol penuh atas database gambar arsip. Selanjutnya, foto digital sudah tersedia untuk analisis. Berkas akuisisi : 12-bit kamera digital dengan peltier pendinginan sampai 5° C, 2624 x 2624 pixel array 24 mikron persegi scintillator pixel fosfor.

Cara kerja TEM mirip dengan cara kerja proyektor slide, di mana elektron ditembuskan ke dalam obyek pengamatan dan pengamat mengamati hasil tembusannya. Cara kerja mikroskop transmisi elektron saat ini telah mengalami peningkatan kinerja hingga mampu menghasilkan resolusi hingga 0,1 nm (atau 1

angstrom) atau sama dengan pembesaran sampai satu juta kali. Meskipun banyak bidang-bidang ilmu pengetahuan yang berkembang pesat dengan bantuan mikroskop transmisi elektron ini, adanya persyaratan bahwa "obyek pengamatan harus setipis mungkin" ini kembali membuat sebagian peneliti tidak terpuaskan, terutama yang memiliki obyek yang tidak dapat dengan serta merta dipertipis. Karena itu pengembangan metode baru mikroskop elektron sekarang ini terus dilakukan.



Gambar 3.3 Skematik Alat TEM

Agar pengamat dapat mengamati preparat dengan baik, diperlukan persiapan sediaan dengan tahapan yaitu ; suatu sampel serbuk yang disiapkan terlebih dahulu di ultrasonik dengan campuran etanol 70% untuk menghindari aglomerasi. Setelah pembersihan dengan ultrasonik, sampel dalam bentuk larutan diambil dengan pipet kemudian ditetaskan di atas grid tembaga. Selanjutnya sampel dikeringkan hanya dengan suhu kamar sampai kira-kira pelarut menguap. Sampel yang sudah kering di masukkan dalam desikator selama 24 jam, kemudian sampel siap untuk diuji.

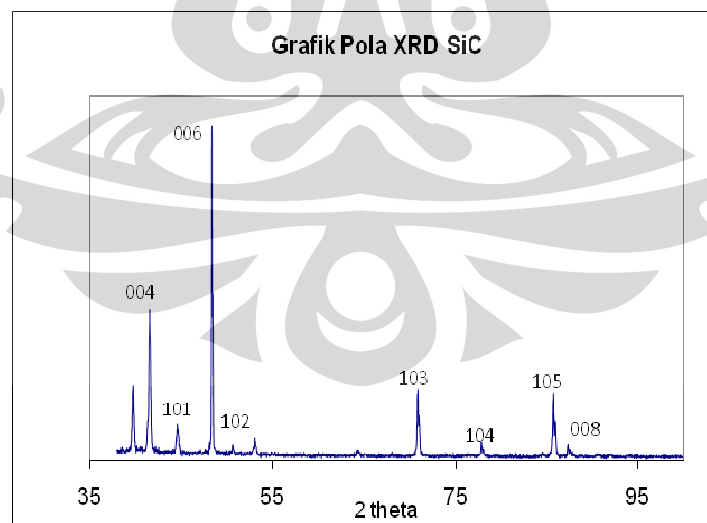
## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Analisis Struktur Silikon Karbida

Silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* digunakan sebagai bahan sintesis karbon, karena senyawa ini terdiri dari silikon dan karbon dengan rumus kimia SiC. Karakterisasi bahan awal (silikon karbida) penting dilakukan sebagai bahan pembanding dengan hasil sintesis melalui beberapa tahapan proses-proses sintesis yaitu ultrasonik, *leaching* dan pemanasan.

Analisis kristalografi silikon karbida yang meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan bidang-bidang kristal dilakukan melalui perhitungan kristalografi berdasarkan pola - pola puncak difraksi yang disebabkan oleh hamburan sinar-X oleh atom dalam sel satuan (William dan Carter 1996). Atas dasar sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dari perhitungan, diterapkan untuk memperoleh harga sudut ( $2\theta$ ) bidang-bidang kristal secara teoritis dengan analisis program GSAS.



Gambar 4.1 Pola difraksi polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC



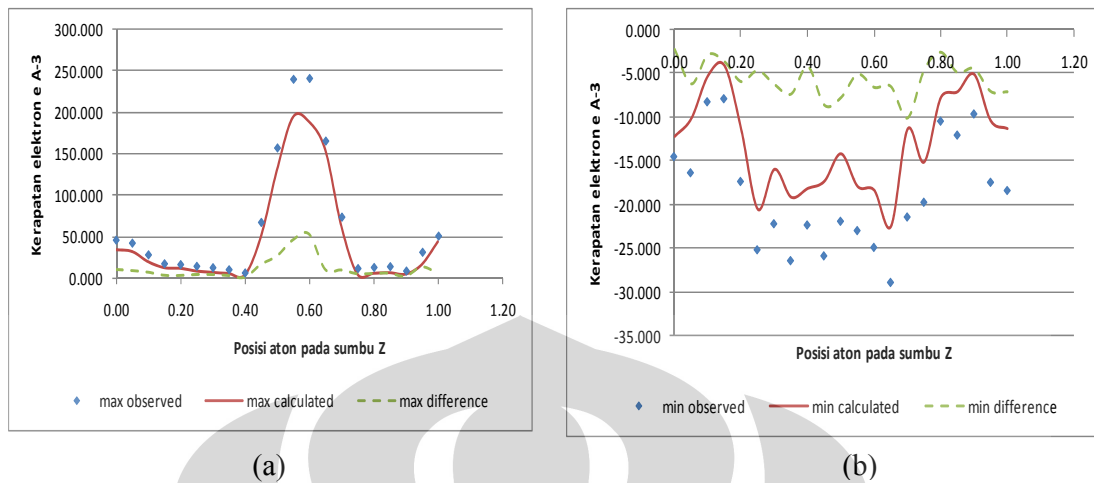
Gambar 4.1 memperlihatkan pola difraksi dari silikon karbida, berdasarkan pola difraksi dan hasil analisis program GSAS (reduksi  $\chi^2 = 1,8$  dan  $wt\% = 35\%$ ) menunjukkan bahwa silikon karbida memiliki sistem kristal heksagonal, grup ruang  $P6_3mc$  dan parameter kisi  $a=b= 3,095\text{\AA}$  dan  $c=15,13\text{\AA}$ . Analisis dari program GSAS bahwa silikon karbida adalah struktur rentang panjang heksagonal. Bukti adanya struktur heksagonal dijumpai bidang (002), (004), (101), (006), (102), (103), (104), (105) dan (008) (gambar 4.1).

Bukti silikon karbida adalah struktur rentang panjang heksagonal, dapat ditentukan dengan pendekatan perhitungan kerapatan elektron melalui analisis program GSAS (reduksi  $\chi^2=1,8$ ,  $wt\%=35\%$ ). Dengan analisis GSAS struktur SiC ditentukan dengan pemetaan Fourier meliputi *observasi* Fourier, *calculated* Fourier dan *difference* Fourier (Nofrijon 1999), yang dapat dilihat pada tabel 4.1 yaitu tabel kerapatan elektron, gambar 4.2 kurva kerapatan elektron dan gambar 4.3 pemetaan Fourier meliputi observasi, perhitungan dan perbedaan Fourier.

Data dari tabel kerapatan elektron dibuat kurva kerapatan elektron seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.2 yang memperlihatkan hubungan antara posisi atom dalam arah z dengan kerapatan elektron silikon karbida, yang menyatakan perbandingan antara nilai kerapatan elektron yang didapat dan nilai kerapatan elektron perhitungan untuk silikon karbida. Gambar ini memperlihatkan bahwa nilai puncak observasi berada pada posisi yang sama dengan nilai puncak perhitungan. Hal ini memberikan arti bahwa parameter struktur dan masing-masing posisi atom yang diberikan dalam perhitungan konsisten dengan data kerapatan elektron, dengan kata lain bahwa parameter struktur yang telah ditentukan telah mendekati keadaan sesungguhnya.

Tabel 4.1 Kerapatan elektron silikon karbida

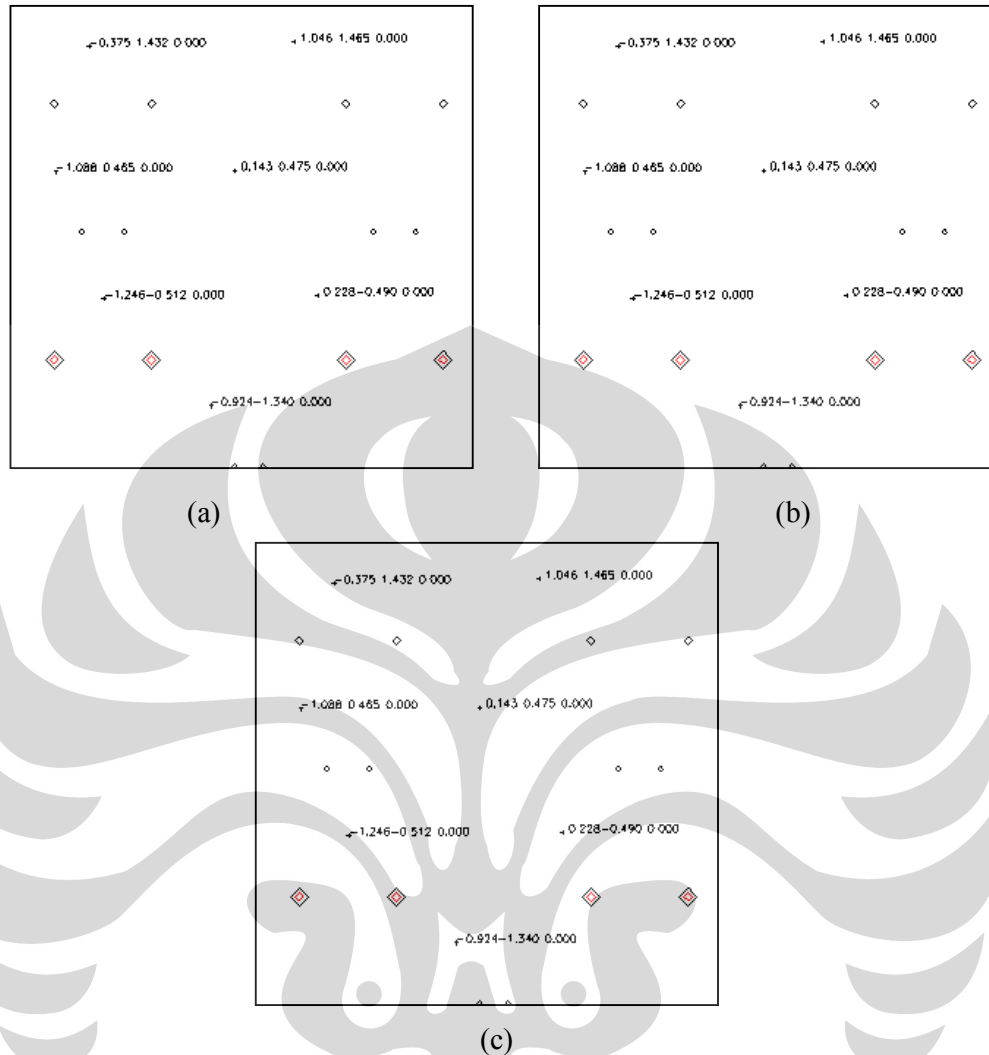
Z	Observed Fourier		Calculated Fourier		Difference Fourier	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	45.280	-14.450	34.680	-12.190	10.600	-2.260
0.05	41.660	-16.300	32.510	-10.153	9.150	-6.147
0.10	27.420	-8.153	20.190	-5.300	7.230	-2.853
0.15	16.610	-7.800	13.120	-4.157	3.490	-3.643
0.20	15.660	-17.300	12.320	-11.405	3.340	-5.895
0.25	13.550	-25.140	9.110	-20.485	4.440	-4.655
0.30	11.850	-22.157	7.480	-15.940	4.370	-6.217
0.35	9.405	-26.390	6.130	-19.100	3.275	-7.290
0.40	5.485	-22.300	4.330	-18.120	1.155	-4.180
0.45	66.780	-25.840	50.170	-17.300	16.610	-8.540
0.50	157.100	-21.870	130.150	-14.170	26.950	-7.700
0.55	240.400	-22.940	193.880	-17.880	46.520	-5.060
0.60	241.500	-24.870	188.170	-18.330	53.330	-6.540
0.65	165.500	-28.890	154.880	-22.440	10.620	-6.450
0.70	73.200	-21.380	63.300	-11.380	9.900	-10.000
0.75	10.870	-19.690	5.440	-15.110	5.430	-4.580
0.80	12.150	-10.380	6.410	-7.800	5.740	-2.580
0.85	13.150	-11.980	7.120	-7.110	6.030	-4.870
0.90	7.800	-9.550	5.400	-5.120	2.400	-4.430
0.95	30.550	-17.400	16.880	-10.400	13.670	-7.000
1.00	50.200	-18.340	44.300	-11.300	5.900	-7.040



Gambar 4.2. Kurva kerapatan elektron (a) positif (b) negatif

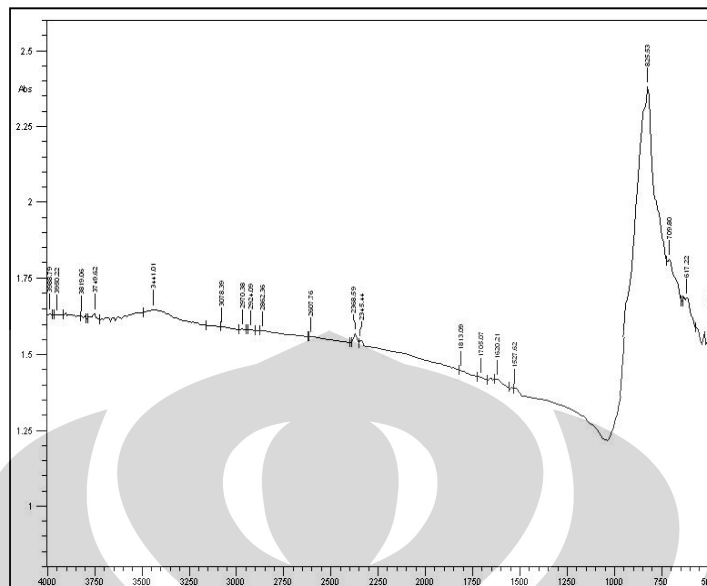
Gambar 4.3 adalah pemetaan Fourier silikon karbida masing-masing dengan ukuran  $10\text{\AA}$ , berada pada pusat (000), pada posisi z dari tabel 4.2. Kontur menyatakan daerah kerapatan elektron positif, sedangkan daerah negatif di antara kontur ini. Gambar 4.3 adalah peta *observed* Fourier dengan sumbu horizontal dan sumbu (001) vertikal, berada pada pusat (000) dan silikon karbida berada pada posisi z dari tabel 4.1 dan gambar 4.2 ini, pemanjangan terhadap sumbu c jelas terlihat karena sumbu (001) vertikal merupakan diagonal dari sel satuan. Pemanjangan sumbu c dan kontraksi terhadap sumbu a yang menghasilkan struktur heksagonal dari silikon karbida. Berdasarkan hasil analisis program GSAS dan pendekatan kerapatan elektron melalui pemetaan Fourier bahwa silikon karbida dengan kemurnian 98% dari *Aldrich* adalah silikon karbida sistem kristal heksagonal dengan pemanjangan sumbu c sebesar  $10\text{\AA}$ , sehingga memberikan konsistensi terhadap parameter kisi  $a=b=3,095\text{\AA}$  dan  $c=15,13\text{\AA}$  dan grup ruang  $P6_3mc$ .

Analisis program GSAS pada (reduksi  $\chi^2 = 1,8$  dan  $wt\%=35\%$ ) dengan pemanjangan pada sumbu c sebesar  $10\text{\AA}$  (berdasarkan pemetaan Fourier), yang berarti terjadi pemanjangan pada parameter kisi c sebesar  $15,13\text{\AA}$  memberikan kontribusi terhadap nilai densitas dari silikon karbida sebesar  $3,21\text{ gram/cm}^3$ .



Gambar 4.3 Pemetaan Fourier silikon karbida (a) observed Fourier (b) perhitungan Fourier (c) perbedaan Fourier.

Identifikasi silikon karbida dapat dibuktikan dari hasil-hasil yang telah diuraikan satu-persatu pada hasil analisis XRD dan lebih detail dengan program analisis GSAS dapat diketahui suatu sistem kristal, parameter kisi grup ruang dan pemanjangan parameter kisi  $c$  sebesar  $10\text{\AA}$ . Penting juga diketahui identifikasi senyawa terhadap silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* untuk mengetahui bahwa silikon karbida adalah senyawa silikon dan karbon, dengan analisis pola ikatan silikon karbon melalui *Fourier Transformation Infrared*



Gambar 4.4. Spektra FT-IR polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC

Hasil spektra FT-IR pada gambar 4.4 memperlihatkan vibrasi rentangan (*stretching*) silikon karbida menyerap pada daerah  $825,53\text{cm}^{-1}$ . Kedudukan yang pasti dari vibrasi silikon-karbon tergantung pada substituen karbon. Puncak serapan karakteristik untuk gugus metal, etil, vinil dan fenil yang terikat pada silikon selalu memberikan tiga puncak serapan pada  $2365,59\text{cm}^{-1}$  dan  $1263,3\text{cm}^{-1}$  yang masing-masing diakibatkan oleh vibrasi rentangan C-H, vibrasi bengkokkan C-H dan vibrasi goyangan  $\text{CH}_2$ . Frekuensi serapan Si-C pada senyawa metil tergantung pada jumlah gugus metil yang terikat pada atom silikon.

Analisis kristalografi dengan paket program GSAS dan analisis pola ikatan inframerah dapat disimpulkan bahwa silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* memiliki sifat-sifat fisis yang dapat dilihat pada tabel 4.2.

Silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* adalah merupakan senyawa silikon dan karbon dengan puncak serapan pada  $825,3\text{cm}^{-1}$ , sistem kristal heksagonal dan grup ruang  $\text{P6}_3\text{mc}$ . Silikon karbida adalah material campuran yang dikenal sebagai polimorfi, dimana hal ini terjadi karena adanya perbedaan struktur (Egerton 1989). Keunikan dari silikon karbida adalah memiliki lebih dari 250 polimorfi dan ini teridentifikasi semenjak tahun 2006 (Gogotsi *et al* 2003), dengan beberapa diantaranya memiliki nilai parameter kisi  $3,015\text{\AA}$  dan sebagian

silikon karbida digunakan sebagai pengatur jarak antar kisi sehingga sebagai keluarga besar dengan struktur kristal yang serupa maka silikon karbida memiliki sifat yang disebut politipe.

Tabel 4.2 Sifat-sifat silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* berdasarkan analisis kristalografi dan analisis spektra FT-IR

Nama	Silikon karbida
Simbol	Si-C
Grup Ruang	P6 <sub>3</sub> mc
Parameter Kisi	a = b = 3,095 Å, c = 15,13 Å
Densitas	3,21 gr/cm <sup>3</sup>
Puncak serapan	825,53 cm <sup>-1</sup>

Analisis silikon karbida memberikan kontribusi ciri dari polimorfi yang dapat dilihat pada tabel 2.3 (Bab 2) yang menyatakan politipe dari silikon karbida, bila ditinjau grup ruang (P6<sub>3</sub>mc) dari hasil yang didapatkan maka silikon karbida yang digunakan adalah politipe 6H atau 6H-SiC. Hal ini berarti adanya pembentukan dalam tiga konfigurasi yaitu A, B dan C untuk mencapai jarak terdekat, tahapan yang membentuk konfigurasi lapisan yang didefinisikan pada struktur kristal, dimana unit sel paling pendek secara berulang dan periodik dari tahapan lapisan yang satu ke tahapan berikutnya seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.5 morfologi silikon karbida Politipe 6H-SiC dengan menggunakan *Scanning Elektron Microscopy*.

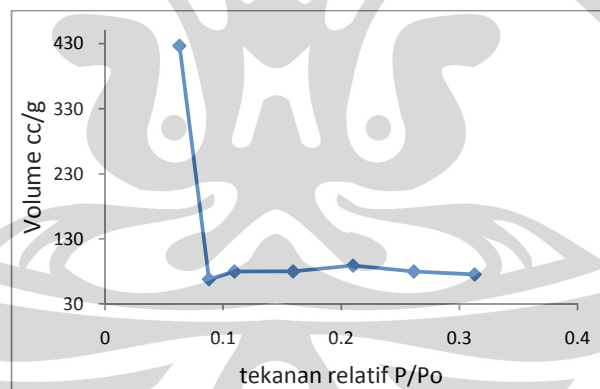


Gambar 4.5. Hasil SEM untuk morfologi polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC

Gambar 4.5 memperlihatkan morfologi silikon karbida struktur berlapis (*laminar*) yang heksagonal. Elemen A, B dan C digunakan sebagai konstruksi dari politipe SiC, sedangkan politipe silikon karbida kemurnian 98% dari *Aldrich* adalah contoh politipe heksagonal 6H-SiC (Gogotsi *et al* 2006) memiliki arti bahwa struktur *triple* sel pada 2H dengan tahapan lapisan ABCACB.

Selanjutnya, silikon karbida adalah material yang memiliki pori yang cukup besar. Hal ini dapat dilihat dengan uji absorpsi-desorpsi secara kuantitatif seperti digambarkan pada gambar 4.6 Informasi ekstraksi biasanya dilakukan dengan menerapkan model matematika terhadap data isotherm, model yang dikenal adalah *Brunauer Emmet Teller*

Berdasarkan hasil gambar 4.6 menjelaskan bahwa belum terbentuk kurva histerisis karena jenis ini adalah bentuk normal isotherm pada absorban tak berpori (nonporos) atau padatan berpori besar (makropori). Gambar kurva absorpsi-desorpsi dapat memberikan nilai perhitungan dari luas permukaan silikon karbida sebesar  $55\text{m}^2/\text{gram}$  dan ukuran pori  $1920 \text{ \AA}$ .

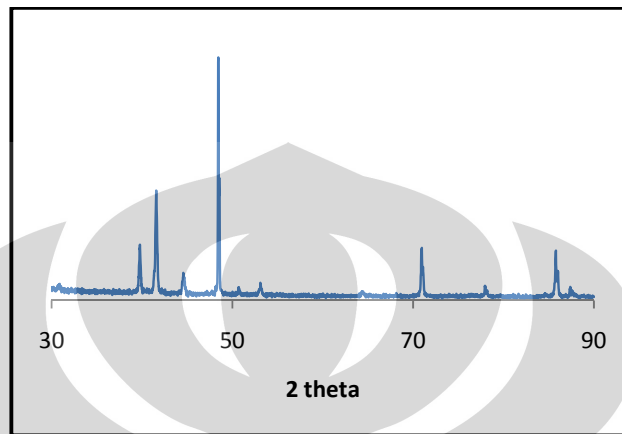


Gambar 4.6 Kurva isotherm absorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  terhadap silikon karbida

#### 4.2 Analisis Struktur dan Morfologi Silikon Karbida Ultrasonik 10 jam Dengan $\text{H}_2\text{O}$ Tanpa Pemanasan

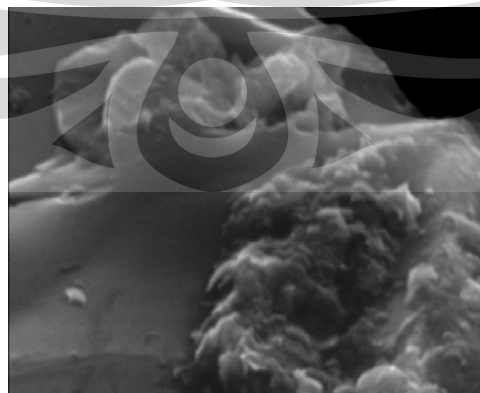
Analisis kristalografi yang meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan bidang-bidang kristal dilakukan melalui perhitungan dengan paket

program GSAS berdasarkan hamburan sinar-X pada gambar 4.7 dapat memperlihatkan bahwa pola difraksi perlakuan ultrasonik 10 jam terhadap silikon karbida dan H<sub>2</sub>O tanpa pemanasan.



Gambar 4.7 Pola difraksi silikon karbida perlakuan ultrasonik terhadap silikon karbida dan H<sub>2</sub>O tanpa pemanasan

Berdasarkan pola difraksi pada gambar 4.8 dan hasil analisis program GSAS (reduksi  $\chi^2=3,25$ , wt%=15%) memperlihatkan bahwa silikon karbida dengan perlakuan ultrasonik 10 jam dengan H<sub>2</sub>O tanpa pemanasan mempunyai sistem kristal heksagonal, grup ruang P6<sub>3</sub>mc dan parameter kisi  $a=b= 3,095\text{\AA}$  dan  $c= 15,13\text{\AA}$ . Hasil analisis dengan menggunakan SEM yaitu dapat ditinjau secara morfologi permukaan dari silikon karbida ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan dan air sebagai media pereaksi yang dapat dilihat pada gambar 4.8.



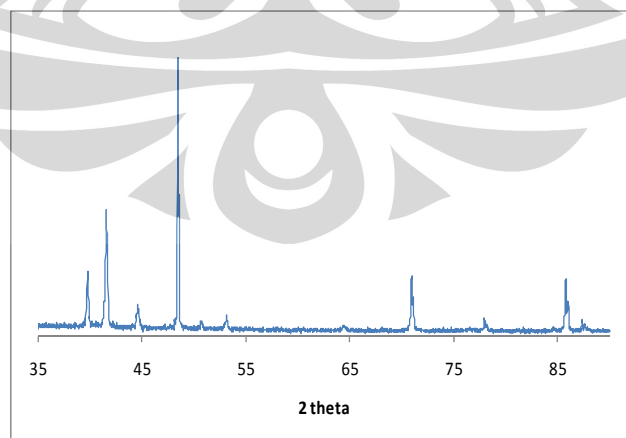
Gambar 4.8 Hasil SEM untuk morfologi silikon karbida dan H<sub>2</sub>O ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan



Berdasarkan morfologi yang dapat dilihat pada gambar 4.8 tidak terjadi perubahan yang signifikan pada permukaan silikon karbida, ini berarti  $H_2O$  tidak mampu menjadi pelarut yang bertujuan untuk menarik silikon dari silikon karbida, artinya tidak terjadi reaksi antara silikon karbida dan  $H_2O$  selama 10 jam ultrasonik, tetapi akibat gelombang ultrasonik selama 10 jam mampu melepaskan energi sehingga terjadi kavitasi dan implosi pada bagian yang berdekatan dengan permukaan dan mengakibatkan pada gambar 4.8 permukaan mengalami pengikisan walaupun hanya pada bagian tertentu saja, ini mengindikasikan bahwa ultrasonik mampu sebagai media pembuatan pori dengan tingkat homogenitas yang tinggi, meningkatkan keseragaman stabilitas dan sebagai penggiling yang baik dengan tujuan untuk mengurangi ukuran partikel yang besar menjadi ukuran partikel yang kecil.

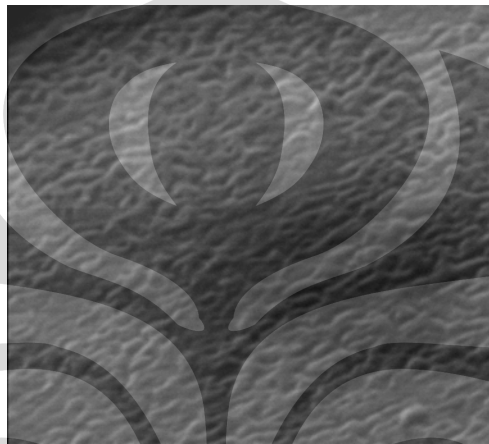
#### 4.3 Analisis Struktur dan Morfologi Silikon Karbida Ultrasonik 10 jam Dengan HCl Tanpa Pemanasan

Analisis kristalografi yang meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan bidang-bidang kristal dilakukan melalui perhitungan dengan paket program GSAS berdasarkan hamburan sinar-X yang dapat dilihat pada gambar 4.9 memperlihatkan pola difraksi perlakuan ultrasonik 10 jam silikon karbida dan HCl tanpa pemanasan.



Gambar 4.9 Pola difraksi silikon karbida perlakuan ultrasonik terhadap silikon karbida dan HCl tanpa pemanasan

Berdasarkan pola difraksi yang dapat dilihat pada gambar 4.9 dan hasil analisis program GSAS (reduksi  $\chi^2=3,25$ , wt%=15%) memperlihatkan silikon karbida dan HCl pelakuan ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan adalah sistim kristal heksagonal, grup ruang  $P6_3mc$  dan parameter kisi  $a=b= 3,095\text{\AA}$  dan  $c= 15,13\text{\AA}$ . Hasil analisis secara morfologi permukaan yang dapat dilihat pada gambar 4.10.

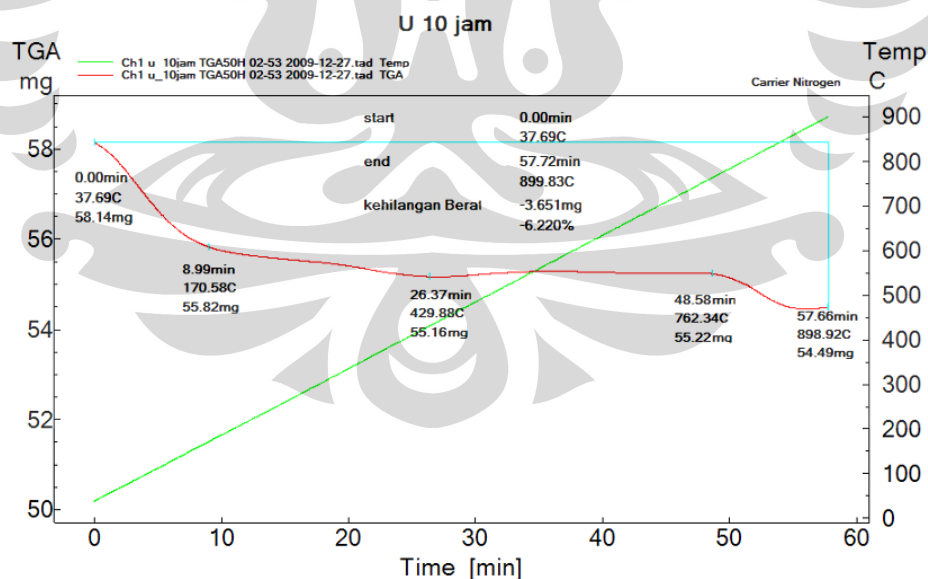


Gambar 4.10 Hasil SEM untuk morfologi silikon karbida dan HCl ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan

Morfologi yang dapat dilihat pada gambar 4.10 terjadi perubahan permukaan silikon karbida, dimana akibat adanya gelombang ultrasonik terjadi kavitasi diikuti peristiwa implosi terhadap silikon karbida dengan indikasi yang dapat dilihat pada gambar 4.10 timbulnya gelembung-gelembung pada dinding dan permukaan. Adanya gelombang ultrasonik mengakibatkan kavitasi dan implosi yang menyebabkan terbentuknya gelembung-gelembung uap di dalam larutan, akibat turunnya tekanan larutan sampai di bawah tekanan uap jenuh larutan. Gelembung uap yang terbentuk dalam proses ini mempunyai siklus yang sangat singkat mulai terbentuknya gelembung sampai gelembung pecah hanya memerlukan waktu sekitar 0,003 detik (Sami Awad 2000), gelembung akan terbawa aliran fluida sampai akhirnya berada pada daerah yang mempunyai tekanan lebih besar daripada tekanan uap. Jarak larutan pada daerah gelembung akan pecah dan mengakibatkan *sock* pada dinding di dekatnya. Larutan akan

masuk secara tiba-tiba ke ruangan yang terbentuk akibat pecahnya gelembung uap tadi sehingga mengakibatkan tumbukan. Peristiwa ini mengakibatkan kerusakan, satu gelembung memang hanya mengakibatkan bekas kecil pada dinding dan permukaan (Busnaina 1994). Proses penggilingan dan menggiling selama 10 jam tanpa pemanasan suhu tinggi terjadi peningkatan kecepatan reaksi kimia yang menyebabkan silikon karbida menjadi partikel halus dan mematahkan dinding struktur menjadi puing-puing kecil. Efek ini dapat mengakibatkan interaksi antara silikon karbida dan HCl dan meningkatkan luas permukaan. Hasil yang dapat dilihat pada gambar 4.8 yaitu pola difraksi ultrasonik selama 10 jam tanpa pemanasan suhu tinggi belum menyebabkan penumbuhan kristal dan dapat dibuktikan dengan analisis GSAS bahwa belum dijumpai bidang-bidang difraksi dari karbon, tetapi dengan adanya gelombang ultrasonik selama 10 jam membentuk interaksi antara silikon karbida dan HCl, dapat dilihat morfologi hasil SEM bahwa interaksi terjadi pada struktur permukaan.

Hasil TGA yang dapat dilihat pada gambar 4.11, adalah interaksi antara silikon karbida dan HCl selama ultrasonik 10 jam.



Gambar 4.11 Kurva kehilangan berat (mg) antara silikon karbida dan HCl selama 10 jam ultrasonik

Gambar 4.11, menjelaskan bahwa selama 10 jam ultrasonik antara silikon karbida dan HCl terjadi kehilangan berat, hal ini dapat dijelaskan dari kurva TGA antara kurva kehilangan berat (mg) dan kurva temperatur dengan batas maksimum operasi TGA 900°C. Kehilangan berat pada cakupan temperatur 171°C, 430°C, 762,34°C dan 900°C masing-masing memberikan kontribusi kehilangan berat (mg) 55,6 mg, 55,1 mg, 55,22mg dan 54,5 mg dari silikon karbida.

#### **4.4 Pembentukan Reaksi Sintesis Karbon Yang Berasal Dari Interaksi Silikon Karbida Dan HCl Dengan Termodinamika Energi Bebas Gibbs**

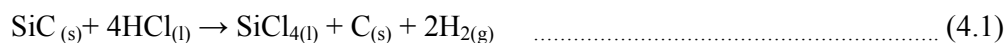
Interaksi antara molekul-molekul prekursor anorganik merupakan persyaratan terbentuknya material dengan struktur berpori (Yushin *et al* 2005). Prekursor adalah bahan kimia yang merupakan bahan dasar/sumber pembentukan material lain. Ada beberapa kriteria material dapat dipakai sebagai prekursor yaitu mempunyai sifat reaktif, mudah berubah menjadi zat lain dan mudah menjadi radikal akibat perlakuan termal maupun akibat proses kimiawi.

Metodologi sintesis pemberian panas dibawah aliran gas klor merupakan suatu sintesis karbon yang berasal dari bahan anorganik yang mengandung karbida (Zhen 2000). Ada beberapa metode sintesis pencampuran untuk membuat material berpori, sebagai contoh dapat dilakukan melalui kondisi cair-cair, cair-padat dan padat-padat. Metode sintesis yang diperkenalkan pada penelitian ini adalah suatu metode pencampuran cair-padat antara silikon karbida-HCl dengan teknik getaran ultrasonik dan pemanasan.

Penelitian ini mengkaji dan mempelajari suatu proses pengambilan silikon dari silikon karbida (SiC) dalam bentuk silikon tetraklorida (SiCl<sub>4</sub>). Jika klor dilewatkan di atas serbuk silikon yang dipanaskan dalam tabung, akan beraksi menghasilkan silikon tetraklorida, silikon tetraklorida adalah cairan yang tak berwarna yang berasap dan dapat terkondensasi (Jorissen 2007).

Pembentukan reaksi antara silikon karbida dan HCl dapat ditentukan melalui energi bebas *gibbs* (David 1994), dan penentuan energi *gibbs* tergantung reaksi entalpi ( $\Delta H$ ) dan entropi ( $\Delta S$ ).

Penentuan entalpi dengan menguraikan satu persatu reaksi kemudian dapat ditentukan  $\Delta H$ , yang dapat dijelaskan melalui persamaan reaksi berikut.



Maka masing-masing reaksi dapat ditentukan melalui  $\Delta H$  reaksi dengan mengetahui  $\Delta H$  masing-masing untuk tahap I, II dan III dari nilai entalpi secara termodinamika, yaitu dapat ditentukan  $\Delta H$  reaksi pada persamaan berikut:

$$\begin{aligned} \Delta H_{\text{reaksi}} &= \Delta H_{(\text{SiCl}_4(l))} + 4\Delta H_{(\text{HCl})} - \Delta H_{(\text{SiC})} \quad \dots\dots\dots (4.2) \\ &= -72 + 4(-183) - (-687) \\ &= -117\text{kJ} \end{aligned}$$

Perhitungan entropi ditentukan melalui persamaan reaksi kimia mengikuti persamaan reaksi (4.1) sebagai berikut

$$\Delta S_{298}^0 = \sum_{\text{products}} n_p \underline{S}_{298,p}^0 - \sum_{\text{reacts}} n_r \underline{S}_{298,r}^0 \quad \dots\dots\dots (4.3)$$

Berdasarkan persamaan (4.1) dan persamaan (4.3) maka entropi dapat ditentukan sebagai berikut

$$\begin{aligned} \Delta S_{298}^0 &= 2\underline{S}_{298,\text{H}_2\text{O}}^0 - \underline{S}_{298,\text{C}}^0 - \underline{S}_{298,\text{SiCl}_4}^0 - \underline{S}_{298,\text{SiC}}^0 - 4\underline{S}_{298,\text{HCl}}^0 \quad \dots\dots\dots (4.4) \\ &= 2(-70,1) - (5,694) - (241,83) - (24,524) - 4(337,6) \\ &= -11482,25 \text{ J/mol.K} \end{aligned}$$

Sehingga energi *gibbs* dapat ditentukan melalui persamaan (4.2) dan (4.3) menjadi persamaan (4.5)

$$\begin{aligned} \Delta G &= \Delta H - T\Delta S \quad \dots\dots\dots (4,5) \\ &= -117 \text{ kJ} - 298 \text{ K}(-11482,25\text{J}/(\text{mol.K})) \\ &= 34,1 \text{ kJ/mol} \end{aligned}$$

Hubungan antara energi *gibbs* dengan perubahan entalpi dan entropi, jika diperhatikan maka jika

1.  $\Delta G < 0$  (nilai negatif), maka reaksi dapat terjadi dengan sendiri (spontan)
2.  $\Delta G > 0$  (nilai positif), maka reaksi tidak dapat terjadi tanpa ada energi dari luar
3.  $\Delta G = 0$ , maka terbentuk kesetimbangan kimia

Perhitungan berdasarkan persamaan (4.5) membuktikan bahwa energi bebas *gibbs* bernilai positif menurut ketentuan bahwa  $\Delta G > 0$  yang artinya reaksi tidak dapat terjadi tanpa adanya energi dari luar.

Sintesis pori karbon selain mengikuti pembuktian hukum termodinamika menggunakan perhitungan energi *gibbs*, dan berdasarkan atas penelitian yang telah dilakukan sebelumnya melalui metode ultrasonik tanpa pemanasan menggunakan bahan silikon karbida dan  $H_2O$  dan silikon karbida dan  $HCl$ , menjelaskan peranan penting ultrasonik sebagai energi alternatif saat proses sintesis berlangsung yaitu untuk mempercepat reaksi kimia dan meningkatkan keseragaman hasil reaksi (Suslick 1988).

#### **4.5 Analisis Struktur Sintesis Pori Karbon Dengan Difraksi Sinar-X**

Pengujian dan analisis yang dilakukan pada saat mengkaji hasil dan pembahasan dibuat suatu indeks terhadap sampel uji yang mencakup variasi ultrasonik dan pemanasan, adapun pemberian indeks atau istilah untuk mempermudah dalam menganalisis selama proses penulisan. Berikut dijelaskan pada tabel 4.3 istilah sampel uji.

Analisis kristalografi struktur kristal sintesis pori karbon, meliputi sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan bidang-bidang kristal dilakukan melalui analisis program GSAS berdasarkan aturan bidang refleksi berbasis faktor struktur dan amplitudo hamburan sinar-X oleh atom dalam sel satuan (Williamms dan Carter 1996). Atas dasar sistim kristal, parameter kisi, grup ruang dan posisi atom dari bank data ICDD yang diterapkan sebagai pencocokan harga sudut  $2\theta$  bidang-bidang kristal, kemudian dilanjutkan dengan analisis program GSAS. Analisis

terhadap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 yang dapat dilihat pada Gambar 4.12 memperlihatkan suatu pola difraksi berdasarkan hamburan sinar-X dan analisis program GSAS (reduksi  $\chi^2=1,5$  dan  $wt\%=25\%$ ).

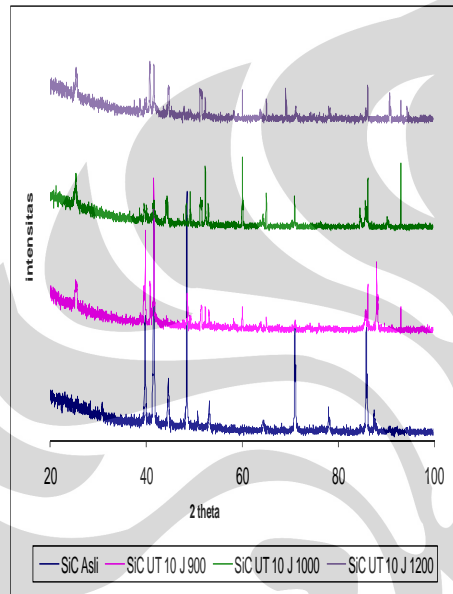
Tabel 4.3 Istilah sampel uji berdasarkan atas perlakuan terhadap silikon karbida

Sampel hasil sintesa yang berasal dari SiC	Arti dari istilah
CDC 1	Ultrasonik 10 jam, T : 900°C, 1000 °C, 1200 °C
CDC 2	Ultrasonik 60 jam, T : 900°C, 1000 °C, 1200 °C
CDC 3	Ultrasonik 100 jam, T : 900°C, 1000 °C, 1200 °C
CDC 4	Ultrasonik 200 jam, T : 900°C, 1000 °C, 1200 °C
CDC 5	Ultrasonik 300 jam, T : 900°C, 1000 °C, 1200 °C

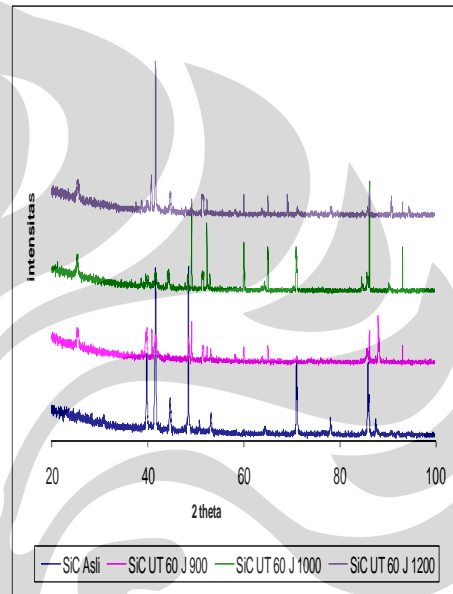
Material pori karbon CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 yang dihasilkan memiliki struktur rentang panjang heksagonal. Bukti adanya struktur rentang panjang heksagonal dijumpai bidang-bidang (002), (100), (101), (102), (004) (104) dan (110) yang sebelumnya tidak ditemukan pada pola difraksi silikon karbida murni dan pola difraksi silikon karbida ultrasonik 10 jam tanpa suhu pemanasan. Sintesis pori karbon CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 memberikan nilai parameter kisi  $a=b=2,456\text{\AA}$  dan  $c=6,696\text{\AA}$ , grup ruang  $P6_3mc$ .

Karakterisasi pori karbon CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 sebagaimana pola difraksi sinar-X yang dapat dilihat pada gambar 4.12 (a), (b), (c), (d) dan (e) diperoleh tujuh puncak, yaitu  $2\theta = 28,0^\circ$  ( $d = 3,69\text{\AA}$ ),  $49,1^\circ$  ( $d = 2,15\text{\AA}$ ),  $52,3^\circ$  ( $d = 2,03\text{\AA}$ ),  $60^\circ$  ( $d = 1,79\text{\AA}$ ),  $65^\circ$  ( $d = 1,67\text{\AA}$ ),  $86,1^\circ$  ( $d = 1,31\text{\AA}$ ) dan  $93^\circ$  ( $d = 1,23\text{\AA}$ ) yang berturut-turut merupakan refleksi bidang kristal (002), (100), (101), (102), (004), (104) dan (110). Bidang kristal ini adalah merupakan pola difraksi sinar-X yang berasal dari padatan yang telah melalui proses pemanasan suhu  $900^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$  dan  $1200^\circ\text{C}$ , sehingga sangat mungkin bahwa pola difraksi sinar-X tersebut adalah material pori karbon dengan struktur rentang

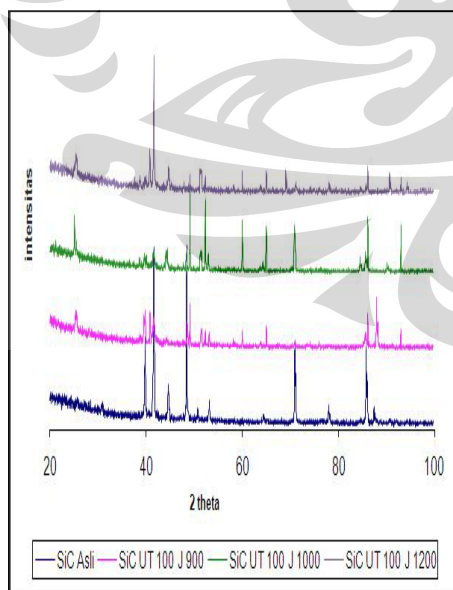
panjang heksagonal. Pori karbon struktur heksagonal memiliki bidang-bidang kristal yang tumbuh setelah proses pemanasan, berdasarkan penjelasan tersebut memperlihatkan difraktogram yang dapat dilihat pada gambar 4.12 (a), (b), (c), (d) dan (e) adalah pola difraksi sinar-X pori karbon struktur heksagonal CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 parameter kisi akhir *refine*  $a=b= 2,456\text{\AA}$  dan  $c= 12,35\text{\AA}$  dan grup ruang  $P6_3mc$ .



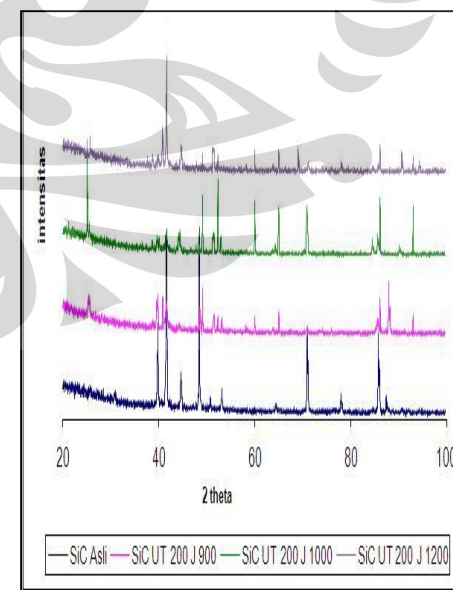
(a) CDC 1



(b) CDC 2

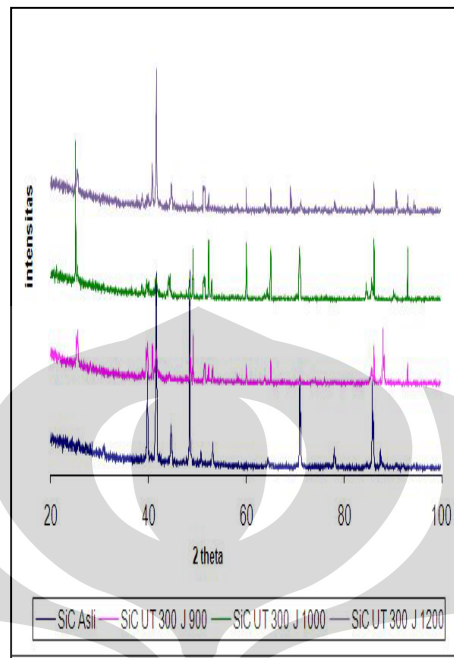


(c) CDC 3



(d) CDC 4





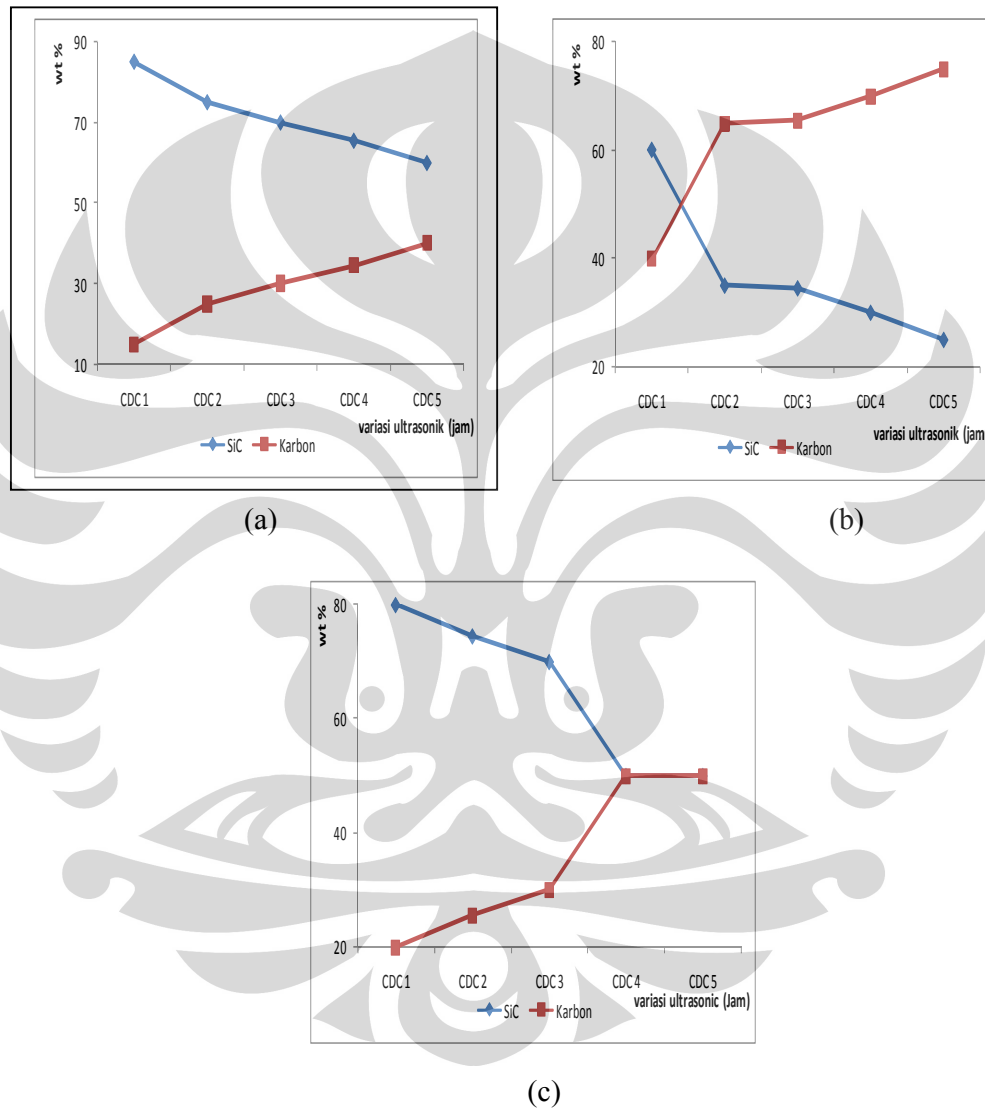
(e) CDC 5

Gambar 4.12 Pola difraksi oleh hamburan sinar-X terhadap sintesis pori karbon yang berasal dari bahan silikon karbida (a) CDC1, (b) CDC2, (c) CDC3, (d) CDC4 dan (e) CDC5

Difraktogram sinar-X pori karbon CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 tidak ditemukan adanya silikat oksida ( $\text{SiO}_2$ ), sehingga disimpulkan bahwa kemurnian pori karbon rentang panjang heksagonal menurut analisis *GSAS refine* (reduksi  $\chi^2=1,5$  dan  $\text{wt}\%=25\%$ ) yang dapat dijelaskan melalui hasil  $\text{wt}\%$  masing – masing sampel dengan perbandingan grafik antara variasi ultrasonik dan variasi suhu yang dapat dilihat pada gambar 4.13 (a), (b) (c) dan 4.14 .

Tingkat kemurnian pori karbon struktur heksagonal metode ultrasonik, *leaching* dan pemanasan makin meningkat dengan perlakuan ultrasonik tetapi kestabilan metode ini dapat dilihat pada cakupan suhu  $1000^\circ\text{C}$ . Sintesis pori karbon struktur heksagonal metode ultrasonik, *leaching* dan pemanasan memiliki reaktivitas berbeda-beda pada cakupan suhu  $900^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$  dan  $1200^\circ\text{C}$ , cakupan suhu  $900^\circ\text{C}$  pori karbon struktur heksagonal berdasarkan grafik TGA yang dapat dilihat pada gambar 4.11 bahwa kehilangan berat saat ultrasonik berarti sebagian dari silikon bereaksi dengan HCl membentuk  $\text{SiCl}_4$  berpengaruh pada reaktivitas

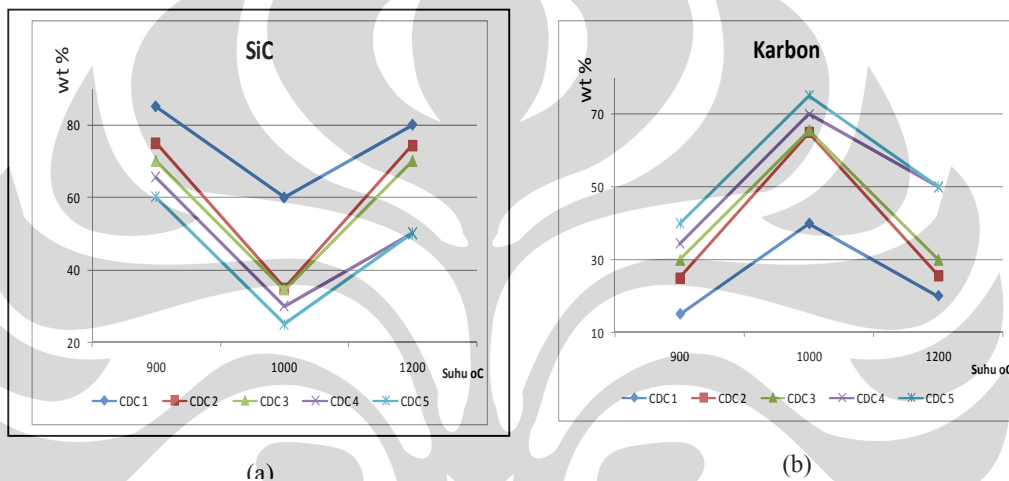
bidang-bidang difraksi dan meninggalkan jejak pori ketika diberi panas. Bidang difraksi silikon karbida yang mengalami penurunan intensitas adalah bidang difraksi(006), sehingga mengakibatkan penumbuhan bidang-bidang kristal (002) walaupun penumbuhan bidang-bidang ini masih berkisar 15% menurut hasil analisis GSAS yang dapat dilihat pada gambar 4.13 (a).



Gambar 4.13 Pengaruh ultrasonik sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 terhadap wt% silikon karbida dan karbon pada suhu (a) 900°C (b)1000°C (c) 1200°C

Penumbuhan bidang-bidang kristal cakupan suhu 900°C menurut analisis GSAS wt%=15% adalah pori karbon rentang panjang heksagoanal, parameter kisi

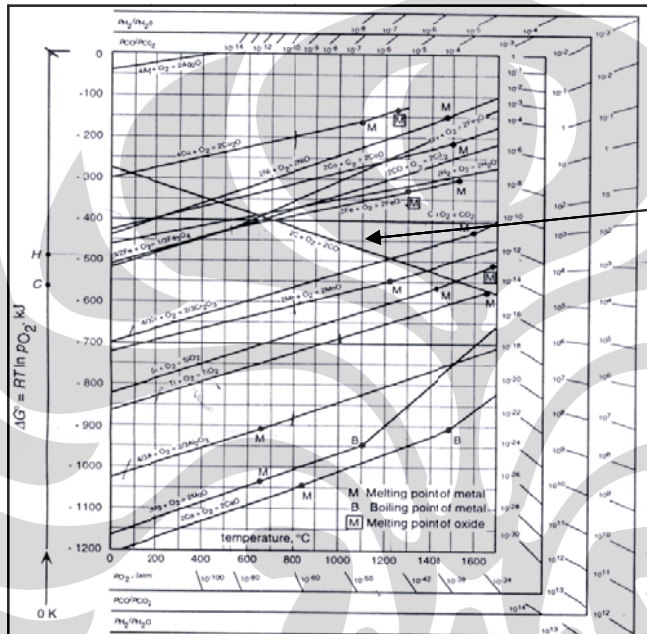
$a=b= 2,456\text{\AA}$  dan  $c= 12,35\text{\AA}$  dan grup ruang  $P6_3mc$ . Sebaliknya sintesis pori karbon cakupan suhu  $1000^\circ\text{C}$  dibandingkan dengan wt% suhu  $900^\circ\text{C}$  yang dapat dilihat pada gambar 4.13 (a) terjadi peningkatan sintesis pori karbon heksagonal cakupan suhu ini sekitar 25 % berarti semakin banyak silikon yang bereaksi dengan  $\text{Cl}_2$  saat ultrasonik dan pemanasan maka semakin banyak berpengaruh terhadap sintesis pori karbon yang memberikan kontribusi penurunan sekitar 75% silikon karbida pada bidang (006) dan penambahan 25% terhadap sintesis pori karbon pada bidang difraksi (002).



Gambar 4.14 Grafik gabungan pengaruh ultrasonik sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 terhadap wt% (a) silikon karbida dan (b) karbon dengan variasi suhu ( $900^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$  dan  $1200^\circ\text{C}$ ).

Sampel CDC2 yang dapat dilihat pada gambar 4.14 (b) memperlihatkan suatu peningkatan sintesis pori karbon rentang panjang heksagonal cakupan suhu  $900^\circ\text{C}$  ultrasonik selama 60 jam, bahwa lamanya waktu ultrasonik juga berpengaruh terhadap hasil sintesis pori karbon heksagonal, dalam hal ini berarti semakin banyak silikon bereaksi dengan HCl yang berakibat ketika diberi panas terjadi pengambilan silikon dari silikon karbida oleh HCl mengakibatkan bidang-bidang (004) dan (006) silikon karbida terjadi penurunan intensitas sekitar 60% dan penumbuhan kristal pada bidang-bidang (002) dan (100) sekitar 40%. Cakupan suhu  $1000^\circ\text{C}$  terjadi penurunan intensitas bidang-bidang (003), (004) dan (006) silikon karbida sekitar 35% dan mengakibatkan penumbuhan bidang-bidang kristal (002), (100) dan (101) pori karbon sekitar 65%. Cakupan suhu  $1200^\circ\text{C}$  memperlihatkan adanya kecenderungan penurunan intensitas pada

bidang yang merupakan bidang-bidang kristal pori karbon. Hal ini diduga disebabkan banyaknya karbon yang terurai menjadi CO dan CO<sub>2</sub> sehingga mengakibatkan wt% pori karbon heksagonal cenderung berkurang. Hal ini didukung oleh diagram Ellingham yang diperlihatkan dalam gambar 4.15 dimana makin tinggi suhu pemanasan karbon makin reaktif dalam membentuk CO dan CO<sub>2</sub>.



ktivitas  
on  
adap  
gen

Gambar 4.15 Diagram Ellingham (David 1995)

Sampel CDC3, CDC4 dan CDC 5 sintesis pori karbon heksagonal semakin meningkat terutama cakupan suhu 1000°C, sebab semakin lama waktu ultrasonik akan mengakibatkan semakin banyak gelembung-gelembung terbentuk sehingga semakin banyak kemungkinan pori-pori di bawah 1 mikron terbentuk, yang dapat dilihat pada pola morfologi CDC3, CDC4 dan CDC5 dimana ukuran pori karbon yang dihasilkan lebih kecil sekitar 100 nm, 30 nm dan 14 nm. Ultrasonik 100 jam, 200 jam dan 300 jam dalam zona penyebaran gelembung kavitasi meledak menyebabkan gelembung kejut intensif disekitar cairan dan mengakibatkan pembentukan jet kecepatan tinggi, sehingga menyebabkan terbentuknya pori di bawah 1 mikron namun sifat penggilingan yang terlalu lama

dengan menggunakan HCl atau pengetsaan ini juga akan berpengaruh terhadap Sintesis makropori, mikropori bahkan nanopori karbon. Suhu 1000°C sintesis pori karbon CDC3, CDC4 dan CDC5 interaksi silikon karbida dan Cl<sub>2</sub>, semakin lama waktu ultrasonik menyebabkan pengurangan intensitas pada bidang-bidang (003), (004), (006), (103) dan (105) silikon karbida (CDC3 wt%= 34,5%: CDC 4 wt%= 30%: CDC5 wt% =25%) sehingga mengakibatkan penumbuhan kristal pada bidang-bidang (002), (100) (101), (102), (004), (104) dan (110) sintesis pori karbon heksagonal (CDC3 wt%=65,5%: CDC4 wt%=70%: CDC5 wt%=75%).

Tinjauan terhadap grup ruang P6<sub>3</sub>mc adalah merupakan grup ruang untuk struktur tiga dimensi, berdasarkan difraktogram sinar-X yang dapat dilihat pada gambar 4.12 (a), (b), (c), (d) dan (e) karena bidang difraksi yang muncul merupakan bidang kristal (hkl) adalah karakteristik heksagonal tiga dimensi yaitu (002), (101), (102), (004) dan (104)

#### 4.5.1 Identifikasi Pemanjangan Kisi Dengan *Refine* Fourier

Identifikasi menggunakan model *refine* Fourier dilakukan dengan pendekatan perhitungan melalui kerapatan elektron. Hal ini dilakukan guna mengetahui dan membuktikan bahwa terjadi pemanjangan kisi terhadap pori karbon heksagonal akibat adanya ikatan *Van Der Waals* arah sumbu c, dan hanya dilakukan pada cakupan suhu 1000°C untuk sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5. Pendekatan terhadap elektron digunakan karena atom dianggap suatu sistem berelektron banyak yang terikat pada inti atom (Yoshito Takeuchi 2008).

Peta Fourier adalah hasil olahan GSAS dengan *refine* fungsi Fourier. Hal ini ditinjau dari konsistensi antara parameter kisi yang teridentifikasi melalui pencocokan ICDD dan selanjutnya dengan analisis program GSAS. Konsistensi antara kerapatan elektron dan parameter kisi untuk sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 yang dapat dilihat pada tabel 4.4 (a), (b), (c), (d), (e). Gambar 4.16 (a), (b), (c), (d), (e) memperlihatkan hubungan antara posisi atom dalam arah z dengan kerapatan elektron bahan, menyatakan suatu perbandingan antara nilai kerapatan elektron yang didapat dan nilai kerapatan elektron perhitungan untuk sampel CDC 1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5

Tabel 4.4 Kerapatan elektron sampel (a) CDC 1, (b) CDC2, (c) CDC3, (d) CDC 4, (e) CDC5

## (a) CDC 1

Z	<i>Observed Fourier</i>		<i>Calculated Fourier</i>		<i>Difference Fourier</i>	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	50.330	-15.120	42.445	-13.457	7.885	-1.663
0.05	30.550	-6.400	25.870	-6.900	4.680	0.500
0.10	15.610	-5.800	9.800	-4.190	5.810	-1.610
0.15	13.770	-4.700	6.370	-3.739	7.400	-0.961
0.20	12.445	-2.880	5.400	-2.100	7.045	-0.780
0.25	23.120	-11.400	15.380	-9.560	7.740	-1.840
0.30	25.110	-10.500	21.500	-8.790	3.610	-1.710
0.35	16.550	-9.700	14.400	-7.750	2.150	-1.950
0.40	44.540	-21.300	35.167	-20.780	9.373	-0.520
0.45	100.120	-20.775	90.233	-21.300	9.887	0.525
0.50	150.400	-19.840	130.430	-20.230	19.970	0.390
0.55	180.870	-17.400	160.330	-18.345	20.540	0.945
0.60	200.890	-25.500	190.220	-23.300	10.670	-2.200
0.65	167.540	-30.370	148.920	-29.337	18.620	-1.033
0.70	91.840	-20.380	64.346	-22.620	27.494	2.240
0.75	29.050	-18.400	20.220	-18.200	8.830	-0.200
0.80	6.595	-2.120	4.350	-2.800	2.245	0.680
0.85	7.737	-4.300	3.500	-2.100	4.237	-2.200
0.90	8.183	-3.300	5.110	-2.000	3.073	-1.300
0.95	10.340	-8.167	6.370	-7.340	3.970	-0.827
1.00	41.930	-17.700	25.470	-16.580	16.460	-1.120

## (b) CDC 2

Z	Observed Fourier		Calculated Fourier		Difference Fourier	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	50.330	-15.120	42.445	-13.457	7.885	-1.663
0.05	30.550	-6.400	25.870	-6.900	4.680	0.500
0.10	15.610	-5.800	9.800	-4.190	5.810	-1.610
0.15	13.770	-4.700	6.370	-3.739	7.400	-0.961
0.20	12.445	-2.880	5.400	-2.100	7.045	-0.780
0.25	23.120	-11.400	15.380	-9.560	7.740	-1.840
0.30	25.110	-10.500	21.500	-8.790	3.610	-1.710
0.35	16.550	-9.700	14.400	-7.750	2.150	-1.950
0.40	44.540	-21.300	35.167	-20.780	9.373	-0.520
0.45	100.120	-20.775	90.233	-21.300	9.887	0.525
0.50	150.400	-19.840	130.430	-20.230	19.970	0.390
0.55	180.870	-17.400	160.330	-18.345	20.540	0.945
0.60	200.890	-25.500	190.220	-23.300	10.670	-2.200
0.65	167.540	-30.370	148.920	-29.337	18.620	-1.033
0.70	91.840	-20.380	64.346	-22.620	27.494	2.240
0.75	29.050	-18.400	20.220	-18.200	8.830	-0.200
0.80	6.595	-2.120	4.350	-2.800	2.245	0.680
0.85	7.737	-4.300	3.500	-2.100	4.237	-2.200
0.90	8.183	-3.300	5.110	-2.000	3.073	-1.300
0.95	10.340	-8.167	6.370	-7.340	3.970	-0.827
1.00	41.930	-17.700	25.470	-16.580	16.460	-1.120

## (c) CDC 3

<i>Z</i>	<i>Observed Fourier</i>		<i>Calculated Fourier</i>		<i>Difference Fourier</i>	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	52.430	-13.120	49.775	-13.257	2.655	0.137
0.05	31.530	-10.140	29.490	-8.930	2.040	-1.210
0.10	14.44	-6.400	13.230	-5.220	1.210	-1.180
0.15	12.880	-5.570	10.398	-5.739	2.482	0.169
0.20	10.780	-2.880	8.550	-2.760	2.230	-0.120
0.25	21.130	-11.400	20.960	-10.590	0.170	-0.810
0.30	22.110	-10.500	23.030	-8.550	-0.920	-1.950
0.35	16.550	-9.700	15.329	-8.850	1.221	-0.850
0.40	52.640	-21.300	48.230	-22.720	4.410	1.420
0.45	100.400	-20.775	98.293	-22.563	2.107	1.788
0.50	135.880	-19.840	132.890	-22.450	2.990	2.610
0.55	185.880	-17.400	181.870	-18.345	4.010	0.945
0.60	245.540	-25.500	239.760	-23.960	5.780	-1.540
0.65	81.840	-31.370	78.650	-30.870	3.190	-0.500
0.70	28.150	-20.380	25.930	-21.720	2.220	1.340
0.75	5.590	-19.400	5.997	-18.200	-0.407	-1.200
0.80	7.370	-13.120	4.350	-12.380	3.020	-0.740
0.85	9.183	-12.300	3.500	-11.210	5.683	-1.090
0.90	12.340	-11.130	6.188	-9.590	6.152	-1.540
0.95	15.183	-8.167	6.370	-7.340	8.813	-0.827
1.00	25.240	-15.700	20.450	-16.580	4.790	0.880



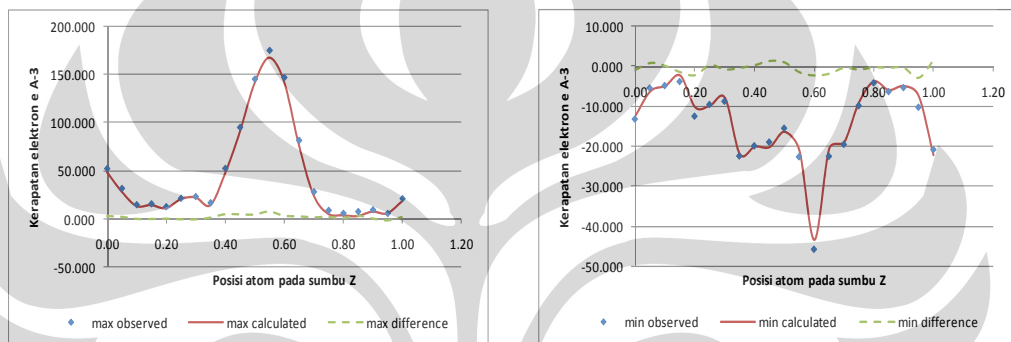
## (d). CDC 4

Z	<i>Observed Fourier</i>		<i>Calculated Fourier</i>		<i>Difference Fourier</i>	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	50.330	-15.120	42.445	-13.457	7.885	-1.663
0.05	30.550	-6.400	25.870	-6.900	4.680	0.500
0.10	15.610	-5.800	9.800	-4.190	5.810	-1.610
0.15	13.770	-4.700	6.370	-3.739	7.400	-0.961
0.20	12.445	-2.880	5.400	-2.100	7.045	-0.780
0.25	23.120	-11.400	15.380	-9.560	7.740	-1.840
0.30	25.110	-10.500	21.500	-8.790	3.610	-1.710
0.35	16.550	-9.700	14.400	-7.750	2.150	-1.950
0.40	44.540	-21.300	35.167	-20.780	9.373	-0.520
0.45	100.120	-20.775	90.233	-21.300	9.887	0.525
0.50	150.400	-19.840	130.430	-20.230	19.970	0.390
0.55	180.870	-17.400	160.330	-18.345	20.540	0.945
0.60	200.890	-25.500	190.220	-23.300	10.670	-2.200
0.65	167.540	-30.370	148.920	-29.337	18.620	-1.033
0.70	91.840	-20.380	64.346	-22.620	27.494	2.240
0.75	29.050	-18.400	20.220	-18.200	8.830	-0.200
0.80	6.595	-2.120	4.350	-2.800	2.245	0.680
0.85	7.737	-4.300	3.500	-2.100	4.237	-2.200
0.90	8.183	-3.300	5.110	-2.000	3.073	-1.300
0.95	10.340	-8.167	6.370	-7.340	3.970	-0.827
1.00	41.930	-17.700	25.470	-16.580	16.460	-1.120

(e) CDC 5

Z	<i>Observed Fourier</i>		<i>Calculated Fourier</i>		<i>Difference Fourier</i>	
	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min	$\rho$ max	$\rho$ min
0.00	52.430	-13.120	49.775	-13.257	2.655	0.137
0.05	31.530	-10.140	29.490	-8.930	2.040	-1.210
0.10	14.44	-6.400	13.230	-5.220	1.210	-1.180
0.15	12.880	-5.570	10.398	-5.739	2.482	0.169
0.20	10.780	-2.880	8.550	-2.760	2.230	-0.120
0.25	21.130	-11.400	20.960	-10.590	0.170	-0.810
0.30	22.110	-10.500	23.030	-8.550	-0.920	-1.950
0.35	16.550	-9.700	15.329	-8.850	1.221	-0.850
0.40	52.640	-21.300	48.230	-22.720	4.410	1.420
0.45	100.400	-20.775	98.293	-22.563	2.107	1.788
0.50	135.880	-19.840	132.890	-22.450	2.990	2.610
0.55	185.880	-17.400	181.870	-18.345	4.010	0.945
0.60	245.540	-25.500	239.760	-23.960	5.780	-1.540
0.65	81.840	-31.370	78.650	-30.870	3.190	-0.500
0.70	28.150	-20.380	25.930	-21.720	2.220	1.340
0.75	5.590	-19.400	5.997	-18.200	-0.407	-1.200
0.80	7.370	-13.120	4.350	-12.380	3.020	-0.740
0.85	9.183	-12.300	3.500	-11.210	5.683	-1.090
0.90	12.340	-11.130	6.188	-9.590	6.152	-1.540
0.95	15.183	-8.167	6.370	-7.340	8.813	-0.827
1.00	25.240	-15.700	20.450	-16.580	4.790	0.880

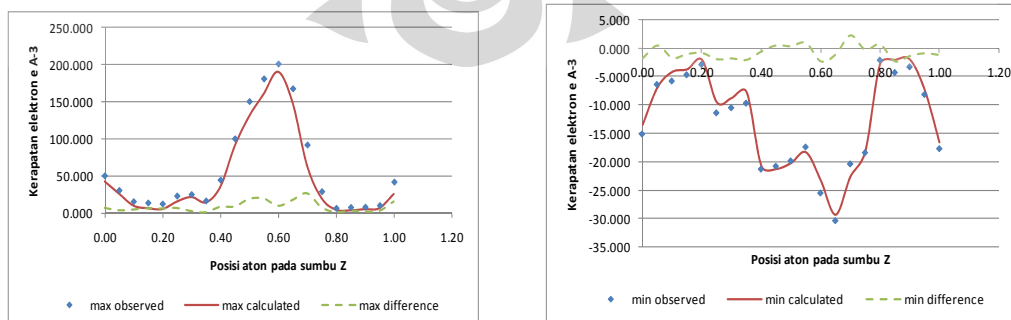
(a) CDC 1



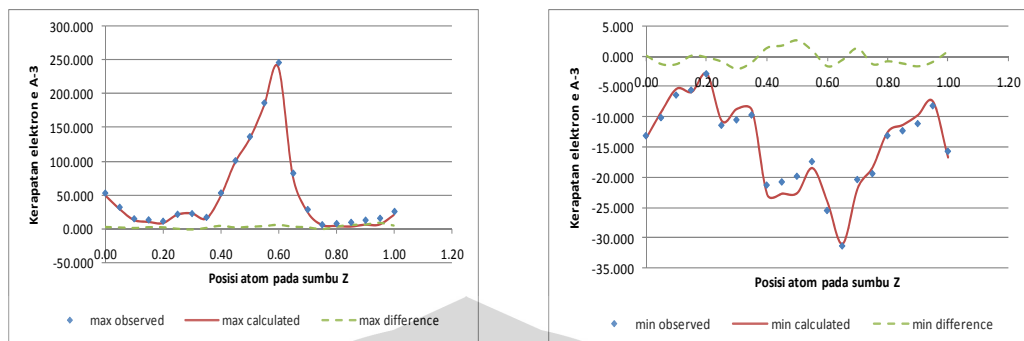
(b) CDC 2



(c) CDC 3



(d) CDC 4



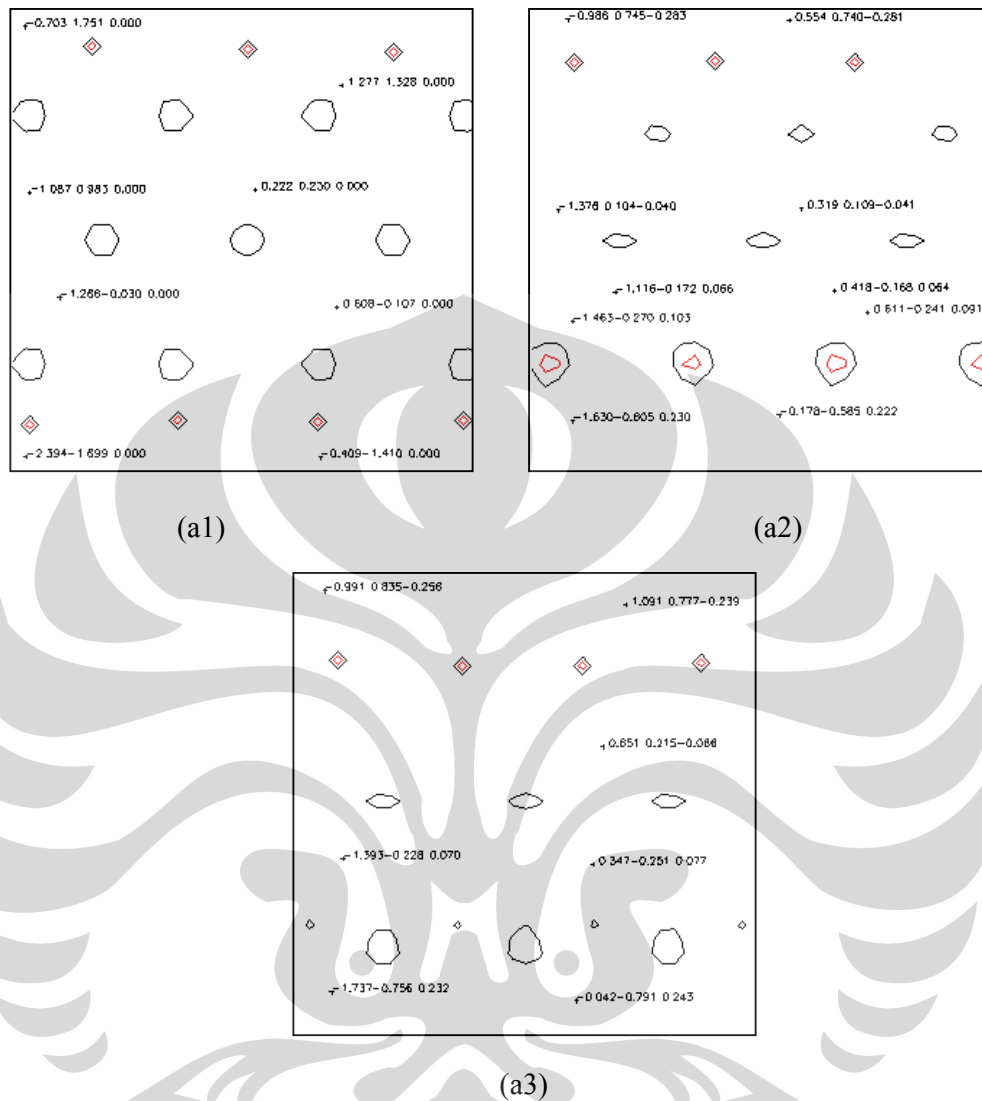
### (e) CDC 5

Gambar 4.16 (a), (b), (c), (d), (e) Kurva kerapatan elektron positif dan negatif sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5.

Gambar memperlihatkan bahwa nilai puncak observasi berada pada posisi yang sama dengan nilai puncak perhitungan. Hal ini memberikan arti bahwa parameter kisi dan masing-masing posisi atom yang diberikan dalam perhitungan konsisten dengan data kerapatan elektron, dengan kata lain bahwa parameter kisi yang telah ditentukan telah mendekati keadaan sesungguhnya (Nofrijon 1999). Belum datarnya beberapa kurva perbedaan di antara data pengamatan dan hasil perhitungan yang dapat dilihat pada gambar 4.16 (a), (b), (c), (d) dan (e) karena adanya faktor divergensi dalam parameter termal (Nofrijon 1999).

Berdasarkan tabel 4.4 (a), (b), (c), (d), (e) dan gambar 4.16 (a), (b), (c), (d), (e) dapat memperlihatkan suatu sistem elektron banyak yang terikat pada inti atom disebut sebagai atom, pembuktian dapat melalui pemetaan Fourier untuk masing-masing sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5.

Pemetaan Fourier yang dapat dilihat pada gambar 4.17 (a1) (a2) (a3) adalah hasil analisis GSAS *refine* fungsi Fourier untuk (a1) peta observasi (a2) peta perhitungan (a3) peta perbedaan untuk sampel CDC 1 yang merupakan suatu gambaran dari posisi atom berdasarkan bidang-bidang difraksi dalam bidang 3 dimensi.



Gambar 4.17.(a1) Peta observasi (a2) Peta perhitungan (a3) Peta perbedaan sampel CDC1

Analisis berdasarkan peta observasi, perhitungan dan perbedaan sampel CDC1 cakupan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  yang dapat dilihat pada gambar 4.17 adalah peta *difference* Fourier perbandingan silikon karbida 75% pori karbon 25% bahwa posisi silikon karbida dan karbon tidak berimpit karena perbedaan parameter kisi antara sintesis pori karbon dan silikon karbida. *Refine* akhir (reduksi  $\chi^2 = 1,2$  wt%=30%) untuk pemetaan Fourier masing-masing dengan ukuran  $15\text{\AA}$  berada pada pusat (000) sampel CDC1 pada posisi z dengan sumbu horizontal (002) dan sumbu (001) vertikal, hal ini memperlihatkan bahwa terjadi pemanjangan pada

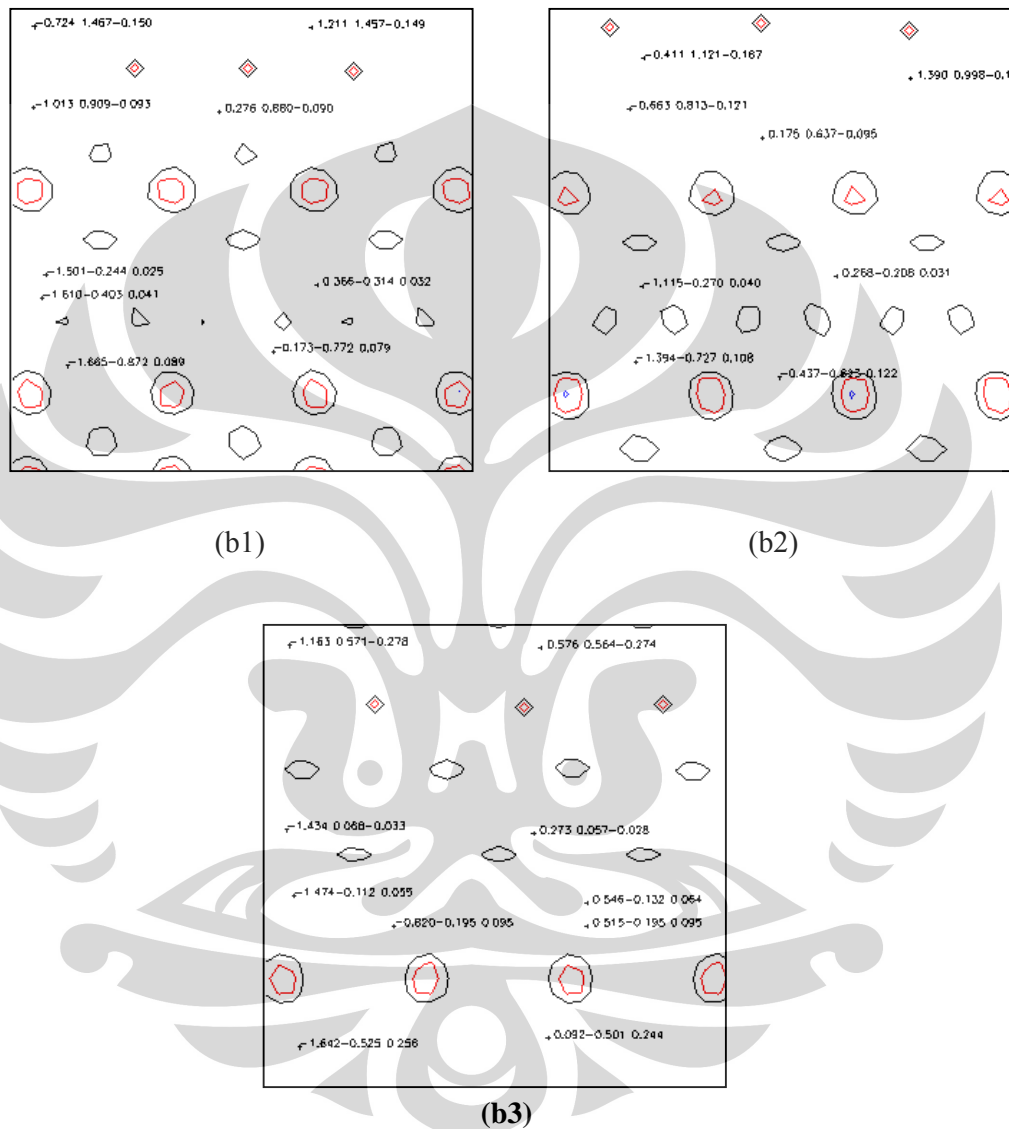
sumbu  $c$  dengan ukuran  $15\text{\AA}$  sehingga menghasilkan struktur rentang panjang heksagonal. Silikon karbida 75% saat *refine* akhir tidak mengalami pemanjangan karena jari-jari atom lebih besar dari karbon sehingga tidak dapat membentuk ikatan  $\pi$  (rangkap dua atau tiga) sesamanya hanya ikatan tunggal ( $\sigma$ ) (Chan *et al* 2008).

Sintesis pori karbon rentang panjang ukuran  $15\text{\AA}$  berdasarkan struktur berlapis-lapis yang tersusun heksagonal bahwa arah sumbu  $a$  dapat membentuk ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan  $\sigma+\pi$  sehingga sumbu  $a$  tidak mengalami pemanjangan hanya berkontraksi terhadap sumbu  $c$  yang mengalami pemanjangan karena sifat dari karbon heksagonal pada arah sumbu  $c$  membentuk ikatan *Van Der Waals*. Kristal dengan molekul terikat oleh gaya antar molekul semacam gaya *Van Der Waals* disebut dengan kristal molekul. Kristal yang tersusun atas suatu jenis ikatan antara atom dan ion, namun kristal dapat terbentuk tanpa bantuan ikatan tetapi dengan interaksi lemah antar molekulnya (Varin 2009) sehingga ikatan *Van Der Waals* memiliki titik leleh yang sangat rendah dan berakibat terhadap pemanjangan sumbu  $c$  saat proses sintesis.

Gambar 4.17 (b1), (b2) (b3) hasil analisis GSAS *refine* fungsi Fourier untuk (b1) peta observasi (b2) peta perhitungan (b3) peta perbedaan adalah suatu gambaran dari posisi atom berdasarkan bidang- bidang difraksi untuk sampel CDC2 dalam bidang 3 dimensi.

Analisis berdasarkan peta observasi, perhitungan dan perbedaan sampel CDC2 cakupan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  yang dapat dilihat pada gambar 4.16 adalah peta *difference* Fourier perbandingan silikon karbida 35% pori karbon 65% bahwa posisi silikon karbida dan karbon tidak berimpit karena perbedaan parameter kisi antara sintesis pori karbon dan silikon karbida. *Refine* akhir (reduksi  $\chi^2 = 1,2$  wt%=30%) untuk pemetaan Fourier masing-masing dengan ukuran  $15\text{\AA}$  berada pada pusat (000) sampel CDC1 pada posisi  $z$  dengan sumbu horizontal (002) dan sumbu (001) vertikal, ini memperlihatkan bahwa terjadi pemanjangan pada sumbu  $c$  dengan ukuran  $15\text{\AA}$  sehingga menghasilkan struktur rentang panjang heksagonal. Silikon karbida 35% saat *refine* akhir tidak mengalami pemanjangan

karena jari-jari atom lebih besar dari karbon sehingga tidak dapat membentuk ikatan  $\pi$  (rangkapa dua atau tiga) sesamanya hanya ikatan tunggal ( $\sigma$ ) (Chan *et al* 2008).



Gambar 4.17. (b1) Peta observasi (b2) Peta perhitungan (b3) Peta perbedaan sampel CDC2

Sintesis pori karbon rentang panjang ukuran  $15\text{\AA}$  berdasarkan struktur berlapis-lapis yang tersusun heksagonal bahwa arah sumbu  $a$  dapat membentuk ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan  $\sigma+\pi$  sehingga sumbu  $a$  tidak

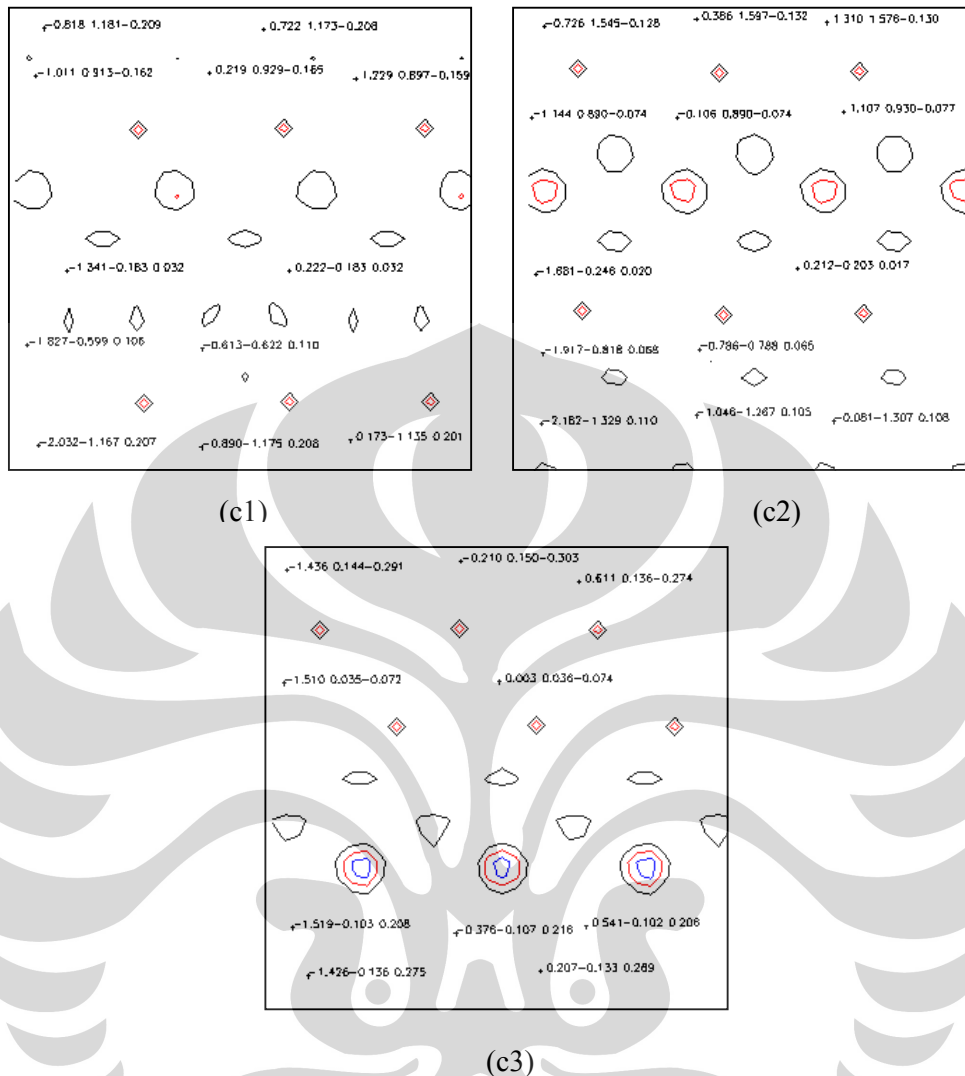
mengalami pemanjangan hanya berkontraksi terhadap sumbu  $c$  yang mengalami pemanjangan karena sifat dari karbon heksagonal pada arah sumbu  $c$  membentuk ikatan *Van Der Waals*. Kristal dengan molekul terikat oleh gaya antar molekul semacam gaya *Van Der Waals* disebut dengan kristal molekul. Kristal yang tersusun atas suatu jenis ikatan antara atom dan ion, namun kristal dapat terbentuk tanpa bantuan ikatan tetapi dengan interaksi lemah antar molekulnya (Varin 2009) sehingga ikatan *Van Der Waals* memiliki titik leleh yang sangat rendah dan berakibat terhadap pemanjangan sumbu  $c$  saat proses sintesis.

Gambar 4.17 (c1), (c2) (c3) adalah hasil analisis GSAS *refine* fungsi Fourier untuk (c1) peta observasi (c2) peta perhitungan (c3) peta perbedaan adalah suatu gambaran dari posisi atom berdasarkan bidang- bidang difraksi dan sampel CDC3 dalam bidang 3 dimensi.

Analisis berdasarkan peta observasi, perhitungan dan perbedaan sampel CDC3 cakupan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  yang dapat dilihat pada gambar 4.16 adalah peta *difference* Fourier perbandingan silikon karbida 34,5% pori karbon 65,5% bahwa posisi silikon karbida dan karbon tidak berimpit karena perbedaan parameter kisi antara sintesis pori karbon dan silikon karbida. Refine akhir (reduksi  $\chi^2 = 1,3$  wt%=35%) untuk pemetaan Fourier masing-masing dengan ukuran  $20\text{\AA}$  berada pada pusat (000) sampel CDC1 pada posisi  $z$  dengan sumbu horizontal (002) dan sumbu (001) vertikal, ini memperlihatkan bahwa terjadi pemanjangan pada sumbu  $c$  dengan ukuran  $20\text{\AA}$  sehingga menghasilkan struktur rentang panjang heksagonal.

Silikon karbida 34,5% saat *refine* akhir tidak mengalami pemanjangan karena jari-jari atom lebih besar dari karbon sehingga tidak dapat membentuk ikatan  $\pi$  (rangkap dua atau tiga) sesamanya hanya ikatan tunggal ( $\sigma$ ) (Chan *et al* 2008).



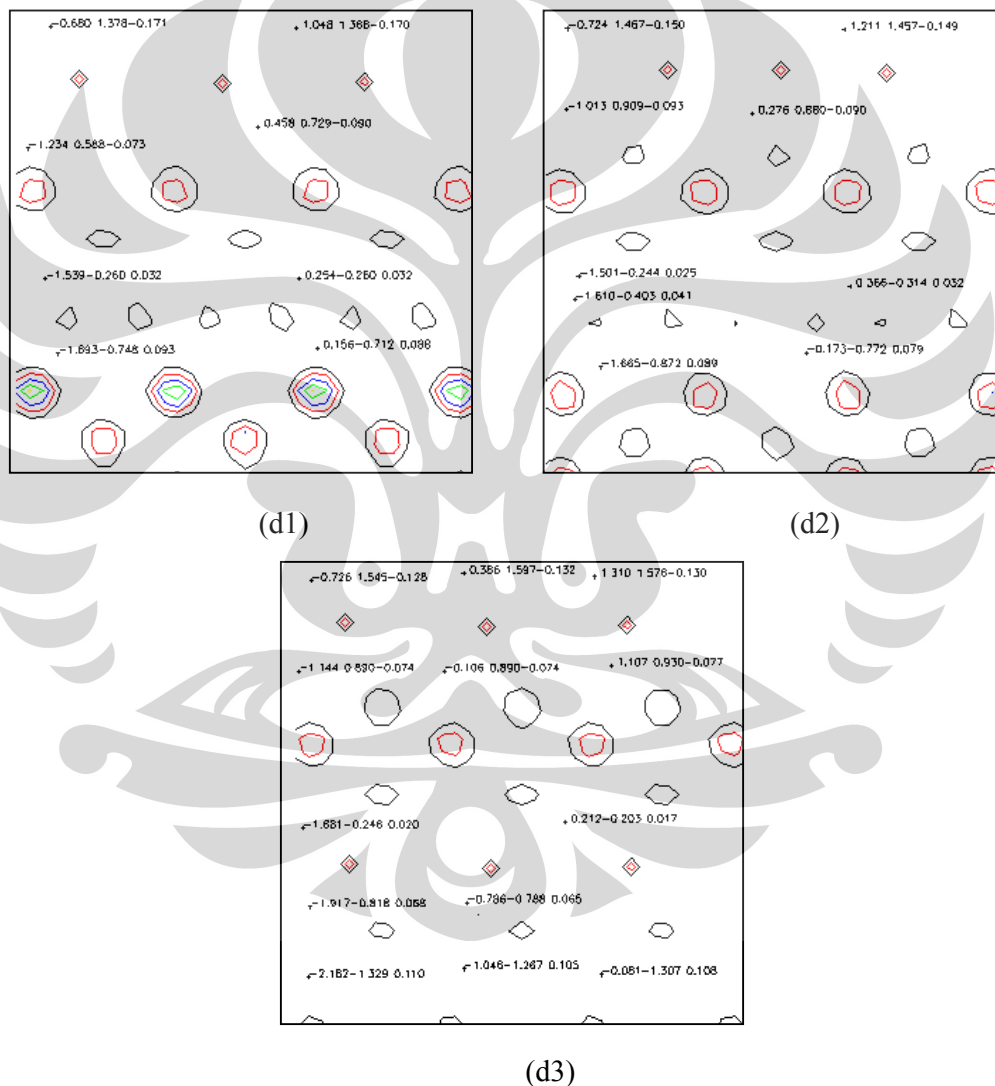


Gambar 4.17 (c1) Peta observasi (c2) Peta perhitungan (c3) Peta perbedaan sampel CDC3

Sintesis pori karbon rentang panjang ukuran  $20\text{\AA}$  berdasarkan struktur berlapis-lapis yang tersusun heksagonal bahwa arah sumbu  $a$  dapat membentuk ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan  $\sigma+\pi$  sehingga sumbu  $a$  tidak mengalami pemanjangan hanya berkontraksi terhadap sumbu  $c$  yang mengalami pemanjangan karena sifat dari karbon heksagonal pada arah sumbu  $c$  membentuk ikatan *Van Der Waals*. Kristal dengan molekul terikat oleh gaya antar molekul semacam gaya *Van Der Waals* disebut dengan kristal molekul. Kristal yang tersusun atas suatu jenis ikatan antara atom dan ion, namun kristal dapat terbentuk tanpa bantuan ikatan tetapi dengan interaksi lemah antar molekulnya (Varin

2009) sehingga ikatan *Van Der Waals* memiliki titik leleh yang sangat rendah dan berakibat terhadap pemanjangan sumbu *c* saat proses sintesis.

Gambar 4.17 (d1), (d2) (d3) adalah hasil analisis GSAS *refine* fungsi Fourier untuk (d1) peta observasi (d2) peta perhitungan (d3) peta perbedaan adalah suatu gambaran dari posisi atom berdasarkan bidang- bidang difraksi dan sampel CDC4 dalam bidang 3 dimensi.

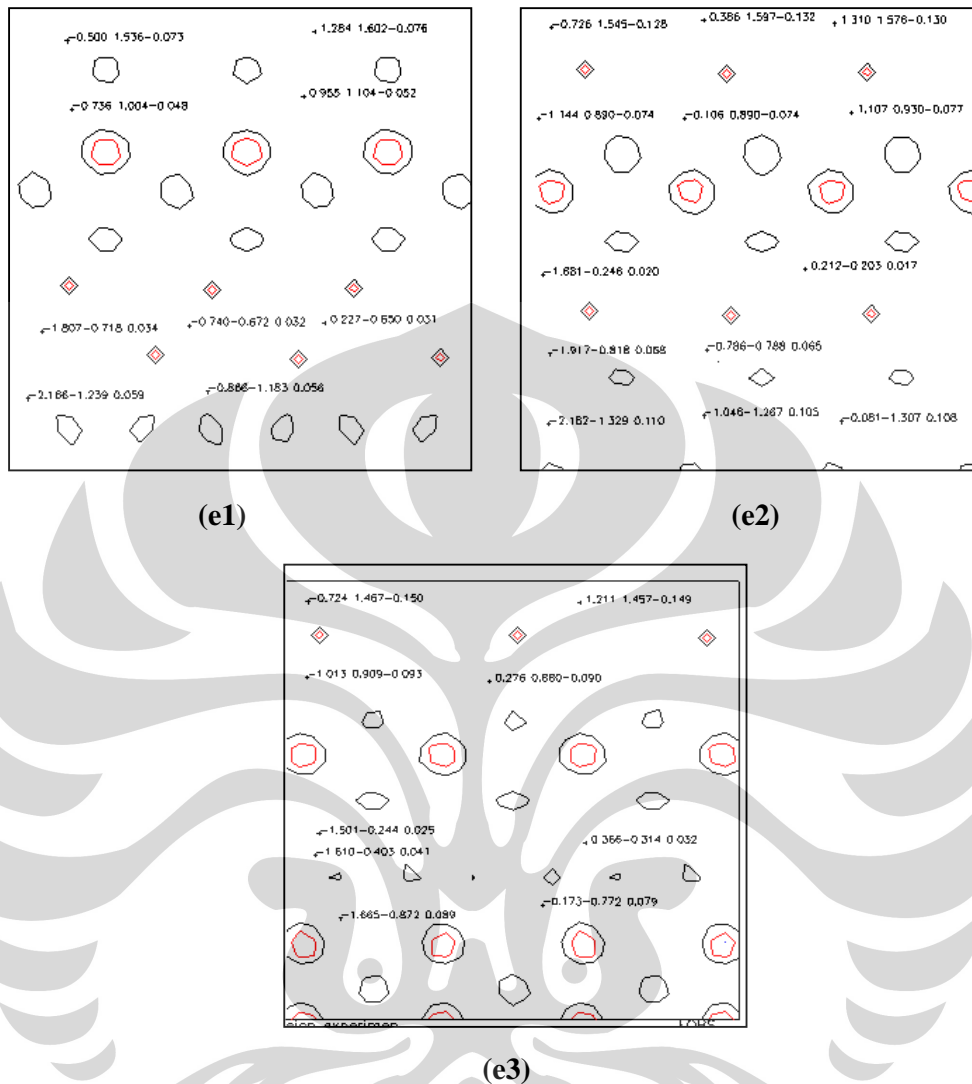


Gambar 4.17. (d1) Peta observasi (d2) Peta perhitungan (d3) Peta perbedaan sampel CDC4

Analisis berdasarkan peta observasi, perhitungan dan perbedaan sampel CDC4 cakupan suhu 1000°C yang dapat dilihat pada gambar 4.17d adalah peta *difference* Fourier perbandingan silikon karbida 30% pori karbon 70% bahwa posisi silikon karbida dan karbon tidak berimpit karena perbedaan parameter kisi antara sintesis pori karbon dan silikon karbida. *Refine* akhir (reduksi  $\chi^2 = 1,5$  wt%=35%) untuk pemetaan Fourier masing-masing dengan ukuran 30Å berada pada pusat (000) sampel CDC1 pada posisi z dengan sumbu horizontal (002) dan sumbu (001) vertikal, ini memperlihatkan bahwa terjadi pemanjangan pada sumbu c dengan ukuran 30Å sehingga menghasilkan struktur rentang panjang heksagonal. Silikon karbida 30% saat *refine* akhir tidak mengalami pemanjangan karena jari-jari atom lebih besar dari karbon sehingga tidak dapat membentuk ikatan  $\pi$  (rangkap dua atau tiga) sesamanya hanya ikatan tunggal ( $\sigma$ ) (Chan *et al* 2008).

Sintesis pori karbon rentang panjang ukuran 30Å berdasarkan struktur berlapis-lapis yang tersusun heksagonal bahwa arah sumbu *a* dapat membentuk ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan  $\sigma + \pi$  sehingga sumbu *a* tidak mengalami pemanjangan hanya berkontraksi terhadap sumbu *c* yang mengalami pemanjangan karena sifat dari karbon heksagonal pada arah sumbu *c* membentuk ikatan *Van Der Waals*. Kristal dengan molekul terikat oleh gaya antar molekul semacam gaya *Van Der Waals* disebut dengan kristal molekul. Kristal yang tersusun atas suatu jenis ikatan antara atom dan ion, namun kristal dapat terbentuk tanpa bantuan ikatan tetapi dengan interaksi lemah antar molekulnya (Varin 2009) sehingga ikatan *Van Der Waals* memiliki titik leleh yang sangat rendah dan berakibat terhadap pemanjangan sumbu *c* saat proses sintesis.

Gambar 4.17 (e1), (e2) (e3) hasil analisis GSAS *refine* fungsi Fourier untuk (e1) peta observasi (e2) peta perhitungan (e3) peta perbedaan adalah suatu gambaran dari posisi atom berdasarkan bidang- bidang difraksi dan sampel CDC5 dalam bidang 3 dimensi.



Gambar 4.17 (e1) Peta observasi (e2) Peta perhitungan (e3) Peta perbedaan sampel CDC5.

Analisis berdasarkan peta observasi, perhitungan dan perbedaan sampel CDC5 cakupan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  yang dapat dilihat pada gambar 4.17 e adalah peta *difference* Fourier perbandingan silikon karbida 25% pori karbon 75% bahwa posisi silikon karbida dan karbon tidak berimpit karena perbedaan parameter kisi antara sintesis pori karbon dan silikon karbida. *Refine* akhir (reduksi  $\chi^2 = 1,5$  wt%=35%) untuk pemetaan Fourier masing-masing dengan ukuran  $35\text{\AA}$  berada pada pusat (000) sampel CDC1 pada posisi z dengan sumbu horizontal (002) dan sumbu (001) vertikal, ini memperlihatkan bahwa terjadi pemanjangan pada sumbu *c* dengan ukuran  $35\text{\AA}$  sehingga menghasilkan struktur rentang panjang

heksagonal. Silikon karbida 25% saat *refine* akhir tidak mengalami pemanjangan karena jari-jari atom lebih besar dari karbon sehingga tidak dapat membentuk ikatan  $\pi$  (rangkapa dua atau tiga) sesamanya hanya ikatan tunggal ( $\sigma$ ) (Chan *et al* 2008).

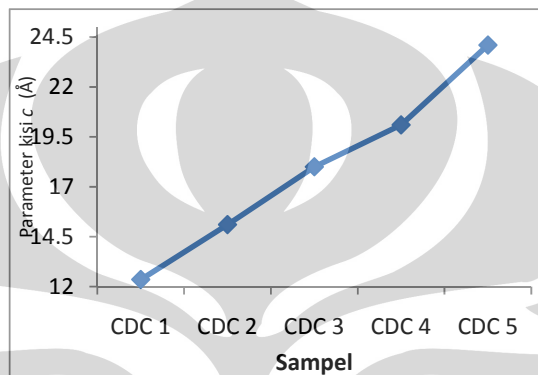
Sintesis pori karbon rentang panjang ukuran 35Å berdasarkan struktur berlapis-lapis yang tersusun heksagonal bahwa arah sumbu  $a$  dapat membentuk ikatan kovalen dengan pembentukan ikatan  $\sigma+\pi$  sehingga sumbu  $a$  tidak mengalami pemanjangan hanya berkontraksi terhadap sumbu  $c$  yang mengalami pemanjangan karena sifat dari karbon heksagonal pada arah sumbu  $c$  membentuk ikatan *Van Der Waals*. Kristal dengan molekul terikat oleh gaya antar molekul semacam gaya *Van Der Waals* disebut dengan kristal molekul. Kristal yang tersusun atas suatu jenis ikatan antara atom dan ion, namun kristal dapat terbentuk tanpa bantuan ikatan tetapi dengan interaksi lemah antar molekulnya (Varin 2009) sehingga ikatan *Van Der Waals* memiliki titik leleh yang sangat rendah dan berakibat terhadap pemanjangan sumbu  $c$  saat proses sintesis.

#### 4.5.2 Identifikasi Pemanjangan Parameter Kisi $c$ Berdasarkan Pemanjangan Sumbu $c$ Pada Pemetaan Fourier

Kristal heksagonal memiliki parameter kisi  $a=b\neq c$ ,  $\alpha=\beta=90^\circ$  dan  $\gamma=120^\circ$ , artinya sistim ini mempunyai sumbu kristal dimana  $c$  tegak lurus terhadap sumbu  $a$  dan  $b$ . Sumbu  $a$  dan  $b$  membentuk sudut  $90^\circ$  dan  $c$  membentuk sudut  $120^\circ$ . Sumbu  $a$  dan  $b$  mempunyai panjang yang sama, sedangkan sumbu  $c$  lebih panjang dari kedua sumbu  $a$  dan  $b$ , (Reed 1994).

Sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 berdasarkan hasil pemetaan Fourier memiliki panjang sumbu  $c$  yang berbeda-beda yaitu CDC1 15Å, CDC2 15Å, CDC3 20Å, CDC4 30Å dan CDC5 35Å dengan demikian dapat dilihat pada gambar 4.17 memperlihatkan pengaruh ultrasonik dan pemanasan terhadap pemanjangan parameter kisi  $c$  berdasarkan pemanjangan sumbu  $c$  (hasil pemetaan Fourier) sehingga masing-masing sampel (CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5) memiliki ikatan *Van Der Waals* arah sumbu  $c$ .

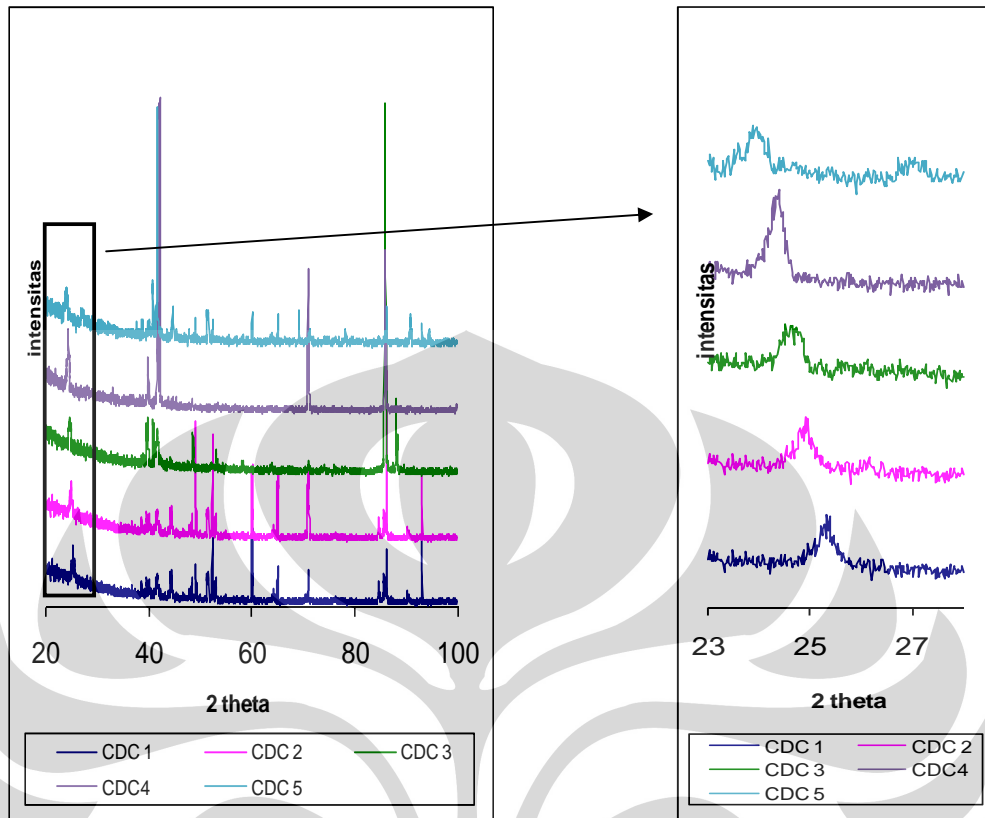
Analisis berdasarkan gambar 4.18 memperlihatkan semakin tinggi beban yang diberikan pada sampel (ultrasonik dan pemanasan) maka semakin besar jarak antar atomnya. Peningkatan jarak rata-rata antara atom karena terjadi pemanjangan parameter kisi  $c$  disebabkan oleh jumlah pasangan elektron masing-masing berdasarkan distribusi elektron tabel 4.5 (a), (b), (c), (d) dan (e) yang terbentuk berdasarkan *refine* Fourier.



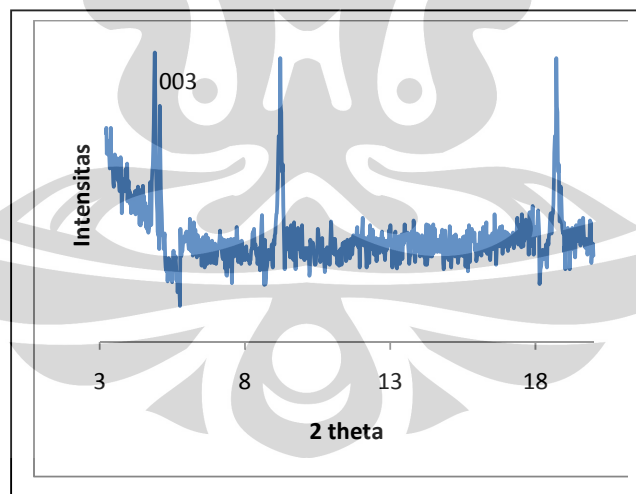
Gambar 4.18 Pemanjangan parameter kisi  $c$  berdasarkan pemetaan Fourier

Berdasarkan penjelasan tersebut, disimpulkan bahwa difraktogram gambar 4.16, tabel 4.5, gambar 4.17 merupakan pola difraksi sinar-X dan pemetaan Fourier dari material pori karbon heksagonal rentang panjang CDCD1  $15\text{Å}$  ( $c=12,35\text{Å}$ ), CDC2  $15\text{Å}$  ( $c=15,1\text{Å}$ ), CDC3  $20\text{Å}$  ( $c=18,0\text{Å}$ ), CDC4  $30\text{Å}$  ( $c=20,4\text{Å}$ ) dan CDC5  $35\text{Å}$  ( $c=24,1\text{Å}$ ) disebabkan oleh beberapa pasangan elektron dari distribusi elektron dan ikatan *Van Der Waals* arah sumbu  $c$  pori karbon heksagonal. Gambar 4.19 adalah bukti pemanjangan parameter kisi  $c$  terhadap pergeseran salah satu puncak difraksi yang dapat dilihat pada sudut  $2\theta$   $23^\circ - 27^\circ$ .

Sedangkan pembuktian yang lebih akurat terjadinya pemanjangan parameter kisi  $c$  yang mengakibatkan pergeseran sudut  $2\theta$  dari puncak-puncak difraksi dapat dilihat pada gambar 4.20 yaitu pergeseran sudut  $2\theta$  kearah yang lebih kecil  $2\theta$   $3^\circ - 18^\circ$ .



Gambar 4.19 Pergeseran sudut difraksi akibat pemanjangan parameter kisi  $c$

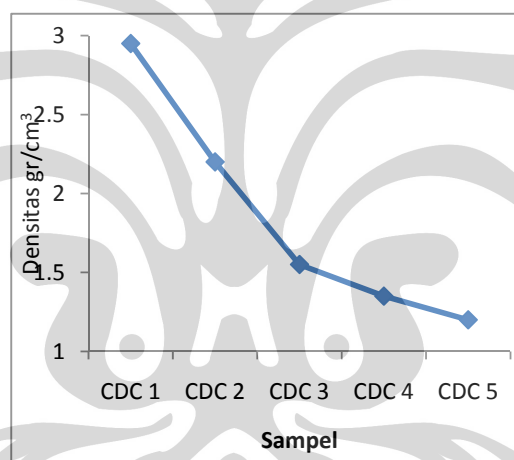


Gambar 4.20 Pergeseran sudut  $2\theta$  terhadap puncak difraksi pada sudut kecil dengan difraktograf SAXD

### 4.5.3 Identifikasi Densitas Pori Karbon Berdasarkan Analisis GSAS

Pengertian tentang densitas memiliki peranan penting dalam kajian material, karena densitas akan mempengaruhi karakteristik yang lainnya. Kapasitas penyimpanan material dipengaruhi secara langsung oleh densitas, selain itu perubahan nilai densitas akan mempengaruhi parameter struktur dan porositas material (Reed, 1989).

Analisis GSAS berdasarkan pola difraksi sinar-X bahwa sel satuan pori karbon adalah heksagonal rentang panjang, dengan pembentukan pemanjangan parameter kisi  $c$  berarti  $a=b \neq c$  adalah ditentukan sebagai volume sel satuan yang dapat dilihat pada gambar 4.21 memperlihatkan perubahan nilai densitas terhadap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5.

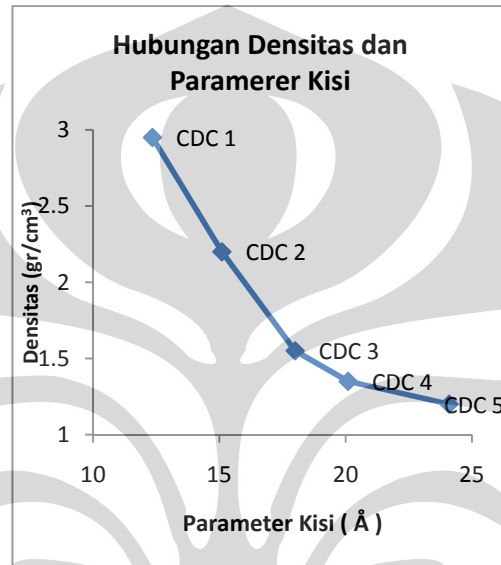


Gambar 4.21 Perubahan nilai densitas terhadap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 dengan analisis GSAS

Kontraksi parameter kisi  $a=b$  dan pemanjangan parameter kisi  $c$  menyebabkan nilai densitas lebih kecil, hal ini berarti makin lama waktu ultrasonik maka makin kecil nilai densitas yang berbanding terbalik terhadap besarnya nilai volume, mekanisme penggilingan menggunakan gelombang ultrasonik dapat dijelaskan, bahwa pada saat campuran/larutan timbul kavitasasi berupa gelembung-gelembung yang makin membesar perkembangan selanjutnya karena adanya tekanan yang semakin kuat sehingga gelembung pecah. Daya tekan dari pecahan/ledakan gelembung mempengaruhi partikel disekitarnya. Pada saat



pemanasan tinggi terjadi pengambilan silikon dari silikon karbida dalam bentuk silikon tetraklorida ( $\text{SiCl}_4$ ) sehingga terbentuk pori karbon dan penumbuhan kristal pada bidang-bidang difraksi membuktikan sintesis pori karbon dengan struktur heksagonal rentang panjang dengan pembentukan nilai densitas semakin kecil. Hubungan antara pemanjangan parameter kisi  $c$  dan densitas dapat dilihat pada gambar 4.22.



Gambar 4.22 Hubungan antara pemanjangan parameter kisi  $c$  dengan densitas

Gambar 4.22 memperlihatkan bahwa semakin besar nilai parameter kisi maka semakin kecil nilai densitas dari karbon. Pendekatan hasil densitas dari program GSAS, nilainya tidak jauh berbeda dengan hasil yang diperoleh dari perhitungan teori seperti yang telah diuraikan pada lampiran 1.1.

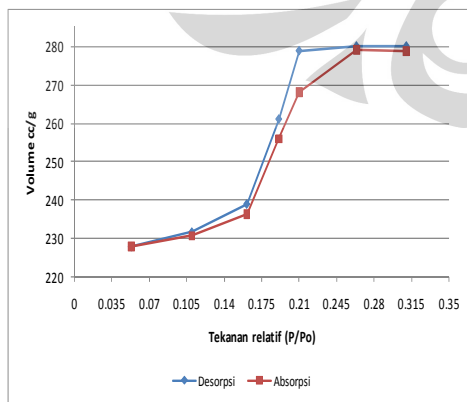
#### 4.6 Karakterisasi Sintesis Pori Karbon Dengan Uji Absorpsi-Desorpsi

Struktur kristal yang diperoleh dari hasil difraktogram sinar-X dan analisis program GSAS, membuktikan keteraturan pori yang membentuk struktur kristal heksagonal rentang panjang. Kemungkinan ada beberapa tipe pori yang terbentuk dan terdapatnya pori-pori dalam ukuran makropori, mikropori maupun nanopori. Penentuan jenis pori dapat dilakukan dengan menggunakan pengujian absorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$ .

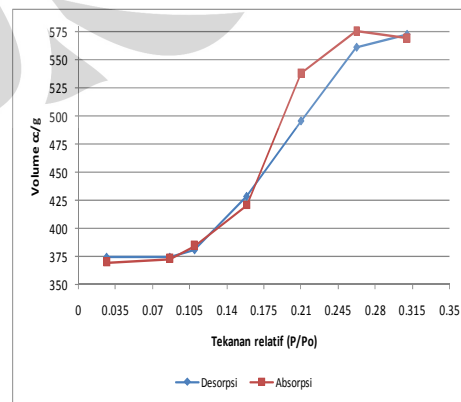
Pengujian adsorpsi-desorpsi  $N_2$  diperoleh data pengukuran luas spesifik permukaan pori dan diameter pori per gram. Berdasarkan hasil eksperimen, untuk sampel sic asli, CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5 diperoleh kurva isoterm absorpsi-desorpsi  $N_2$  yang memperlihatkan keberadaan fraksi tekanan relatif sebanding dengan volume absorpsi-desorpsi  $N_2$  yang hampir sama. Salah satu metode untuk menentukan jenis pori dari material tersebut, dapat diidentifikasi dari kurva histerisis absorpsi-desorpsi yang merujuk pada klasifikasi kurva histerisis.

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, diperoleh kurva absorpsi-desorpsi  $N_2$  yang dapat dilihat pada gambar 4.23 (a), (b), (c), (d) (e) dan (f). Gambar ini memperlihatkan bahwa jenis pori yang terbentuk adalah tipe H1, yaitu tipe pori yang dikategorikan dalam bentuk silinder. Hal ini disebabkan oleh adanya kesimetrian antara kurva absorpsi dan desorpsi yang menunjukkan bentuk pori silinder dan juga menunjukkan tingginya nilai distribusi pori yang berbentuk silinder dibandingkan bentuk yang lain.

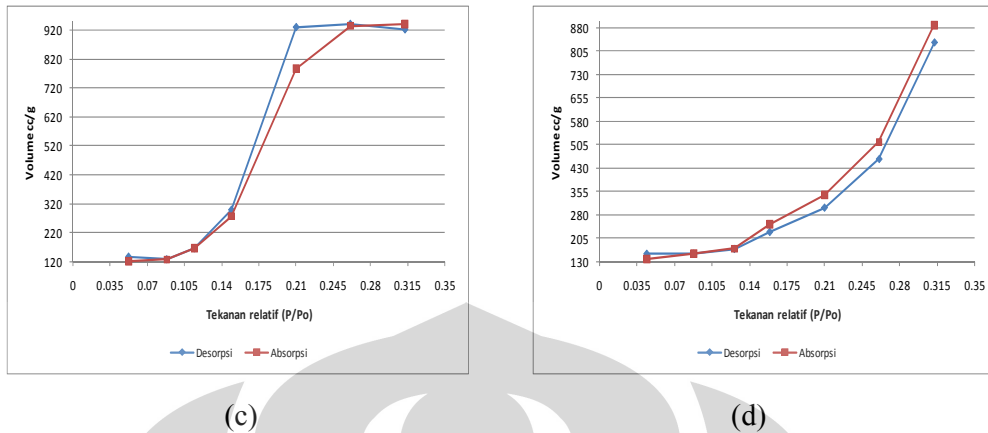
Sintesis pori karbon struktur heksagonal rentang panjang sampel yang dapat dilihat pada gambar 4.23 (a) CDC1 adalah tipe silinder pori karbon heksagonal cakupan suhu  $1000^\circ\text{C}$  dengan perbandingan wt% antara silikon karbida dan karbon 75%:25%, (b) CDC2 tipe silinder pori karbon heksagonal (SiC wt%=35% : C wt% = 65% , (c) CDC3 tipe silinder pori karbon heksagonal (SiC wt%=34,5%: C wt% = 65,5%), (d) CDC4 tipe silinder pori karbon heksagonal (SiC wt%=30%:C wt%=70%) dan (e) CDC5 tipe silinder pori karbon heksagonal (SiCwt%=25%:Cwt%=75%).



(a)



(b)

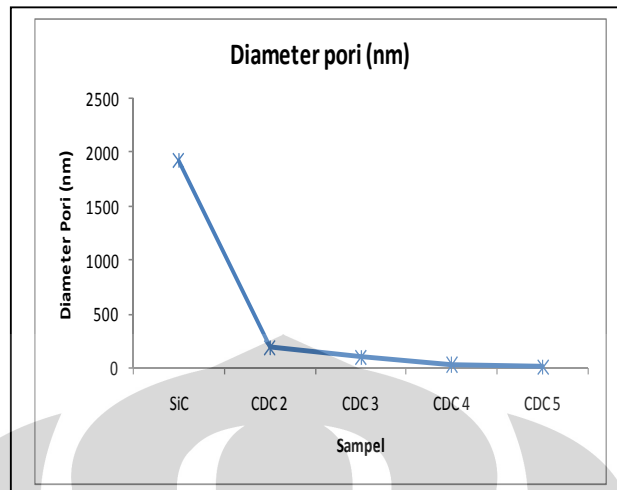


Gambar 4.23 Kurva isoterm absorpsi-desorpsi  $N_2$ , (a) CDC2, (b) CDC3, (c) CDC4, (d) CDC5.

Model pori karbon heksagonal hasil sintesis dan pori silikon karbida heksagonal berdasarkan analisis kurva histerisis absorpsi-desorpsi  $N_2$  secara umum dapat dikategorikan sebagai tipe histerisis H1 dengan model pori adalah *independent single pore* (pori model tunggal).

Struktur pori karbon hasil sintesis dan silikon karbida secara kualitatif ditentukan oleh ukuran dan jenis pori dan secara visual pori material yang terbentuk dapat diamati dalam bentuk kumpulan pori-pori yang berbentuk silinder, hal tersebut dikarenakan orde pengamatan dalam tingkatan nanometer. Pengamatan menggunakan visualisasi TEM dan SEM hanya memungkinkan mengamati pori dalam bentuk titik, heksagonan. Oleh karena itu perlu dilakukan pengukuran diameter pori dengan metode absorpsi-desorpsi  $N_2$ .

Dari diameter pori silinder karbon heksagonal, teramati bahwa ukuran pori mulai rentang terbesar dan rentang terkecil. Nilai terkecil dari diameter pori pada hasil CDC3, CDC4 dan CDC5 tersebut masuk dalam rentang diameter material mikropori dan nanopori. Terbentuknya diameter nanopori cenderung menaikkan jumlah volume absorpsi gas, yang berarti kenaikan nilai dari diameter pori *interwall*. Bahwa pada grafik dapat dijelaskan pengaruh ultrasonik dan metode milling dapat menurunkan diameter pori dalam skala nanometer.



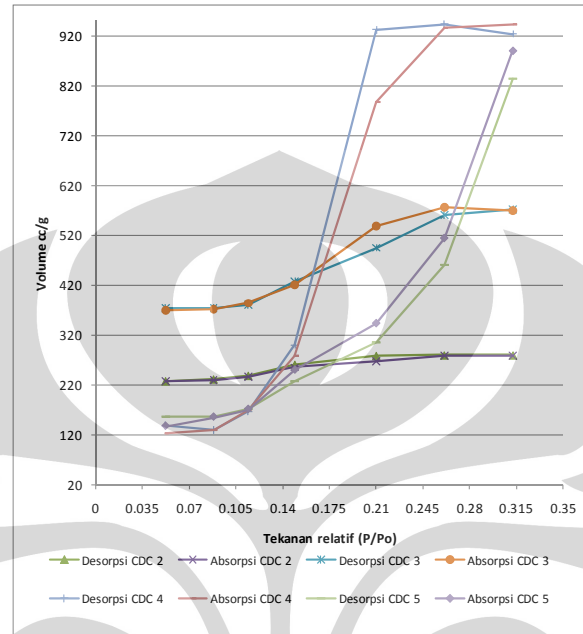
Gambar 4.24 Grafik perubahan diameter pori terhadap sampel SiC, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5

Material nanopori termasuk material yang mempunyai ukuran pori dalam orde nanometer. Material ini memiliki banyak aplikasi terutama yang berkaitan dengan kereaktifan permukaan. Kereaktifan permukaan dapat diidentifikasi dari besaran kuantitatif yang biasa disebut sebagai luas spesifik permukaan.

Material yang memiliki ukuran pori yang kecil akan mempunyai hubungan yang berbanding terbalik dengan luas spesifik permukaan. Semakin kecil ukuran pori pada suatu material maka luas spesifik permukaannya akan semakin besar. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan terhadap semua sampel, terlihat kecenderungan peningkatan luas permukaan akibat peningkatan lamanya ultrasonik. Secara kuantitatif peningkatan jumlah pori tersebut terlihat dari peningkatan volume yang teradsorpsi, seperti pada gambar 4.25

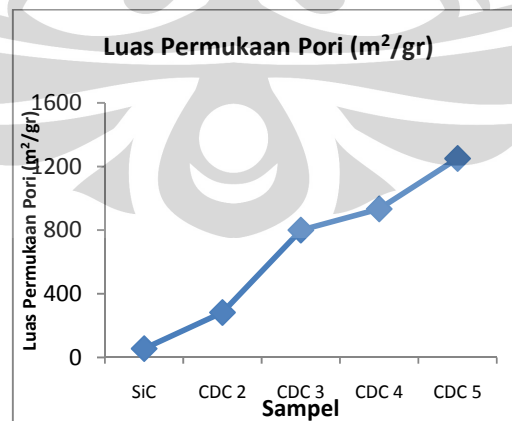
Peningkatan luas permukaan tersebut biasanya disebabkan oleh terbentuknya lebih banyak pori-pori utama dan juga dikarenakan terbentuknya pori *interwall*. Pori *interwall* terbentuk pada dinding material dan akan berkontribusi pada peningkatan luas permukaan pori. Pori *interwall* mempunyai ukuran yang lebih kecil dari nanometer, dari hasil spesifik permukaan pori dapat disimpulkan bahwa telah terbentuk karbon berpori yang ditandai oleh spesifik permukaan pori yang tinggi, yang dapat menyerap sejumlah besar gas  $N_2$ . Sintesis pori tipe karbon heksagonal terbentuk dengan menggunakan metode variasi waktu

ultrasonik yang dapat meningkatkan luas permukaan diatas  $1000\text{m}^2/\text{g}$ , memperkecil pori-pori sampai nanometer dan menambah jumlah volume pori-pori.



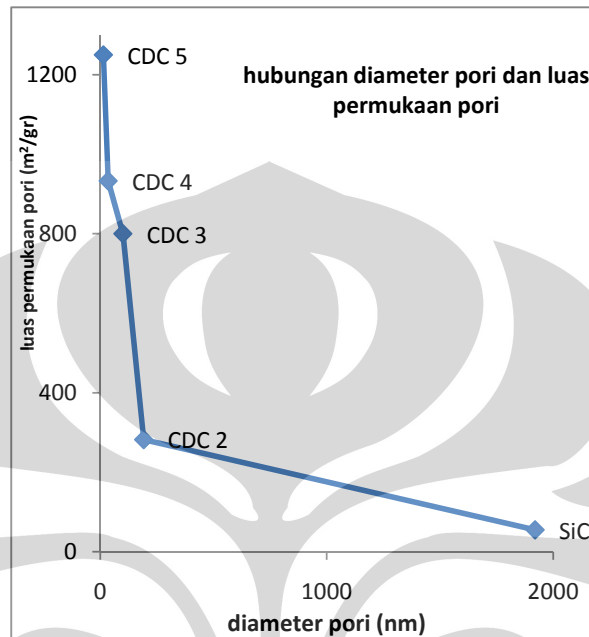
Gambar 4.25 Kurva gabungan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5

Hasil penelitian juga menunjukkan adanya keterkaitan antara luas permukaan terhadap interior pori. Hubungan antara Luas permukaan pori dan perlakuan yang dapat dilihat pada gambar 4.26.



Gambar 4.26 Grafik perubahan luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{gr}$ ) terhadap sampel SiC, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5

Gambar 4.27 menjelaskan suatu hubungan antara diameter pori dan luas permukaan untuk tiap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5. Semakin kecil ukuran pori maka nilai luas permukaan semakin tinggi.



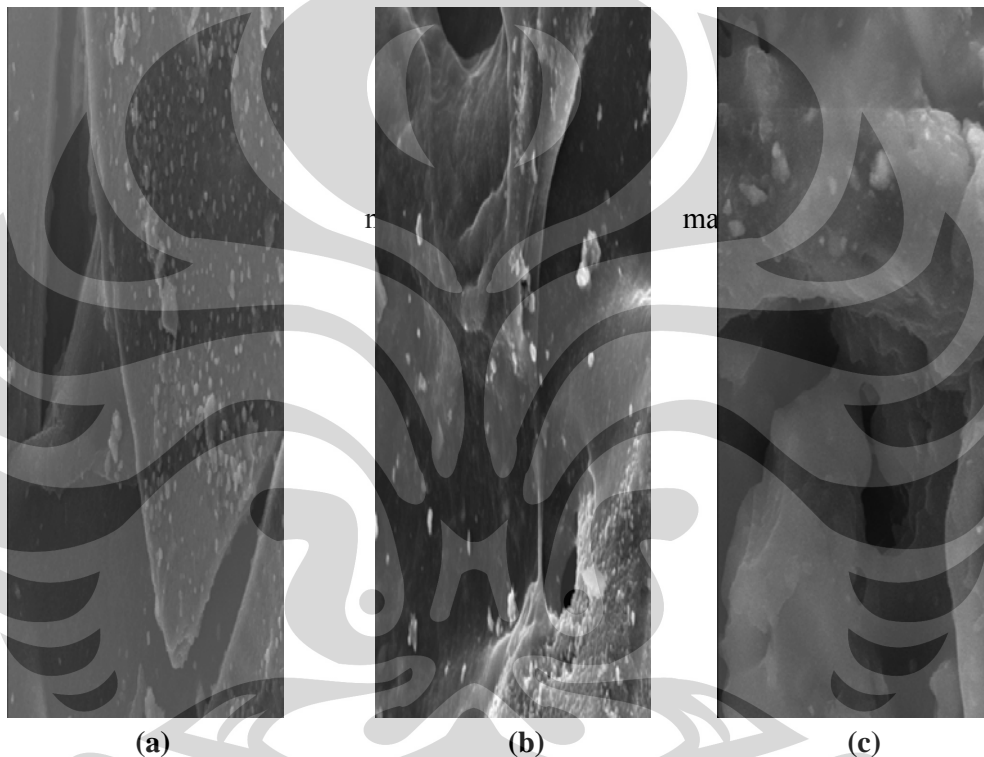
Gambar 4.27 Grafik hubungan antara diameter pori dan luas permukaan

#### 4.7 Analisis Pembentukan Pori Karbon Melalui SEM Dan TEM

Fase pembentukan pori terhadap sampel CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5, masing-masing terjadi pembentukan pori yang berbeda-beda. Sintesis pori karbon heksagonal sampel CDC1 cakupan suhu 900°C sesuai dengan mekanisme penghalusan menggunakan gelombang ultrasonik selama 10 jam di dalam larutan timbul kavitas berupa gelembung-gelembung yang makin besar perkembangan selanjutnya adanya tekanan yang semakin kuat sehingga gelembung pecah, satu gelembung menghasilkan satu lubang. Ketika diberikan panas pada suhu 1000°C hasil difraktogram sinar-X memperlihatkan suatu perbandingan antara silikon karbida dan karbon 75%:25% berarti sekitar 25% silikon bereaksi dengan Cl<sub>2</sub> membentuk makropori karbon heksagonal hasil absorpsi-desorpsi CDC1 ukuran

pori 200 nm yang dapat dilihat pada gambar 4.28 morfologi pembentukan pori CDC1 dengan variasi suhu.

Cakupan suhu 1000°C makropori karbon heksagonal rentang panjang yang terbentuk belum homogen karena hanya sebagian silikon bereaksi dengan  $\text{Cl}_2$  dan waktu ultrasonik 10 jam untuk mencapai keseragaman masih belum cukup, butuh waktu lebih lama lagi untuk mencapai keseragaman pori.

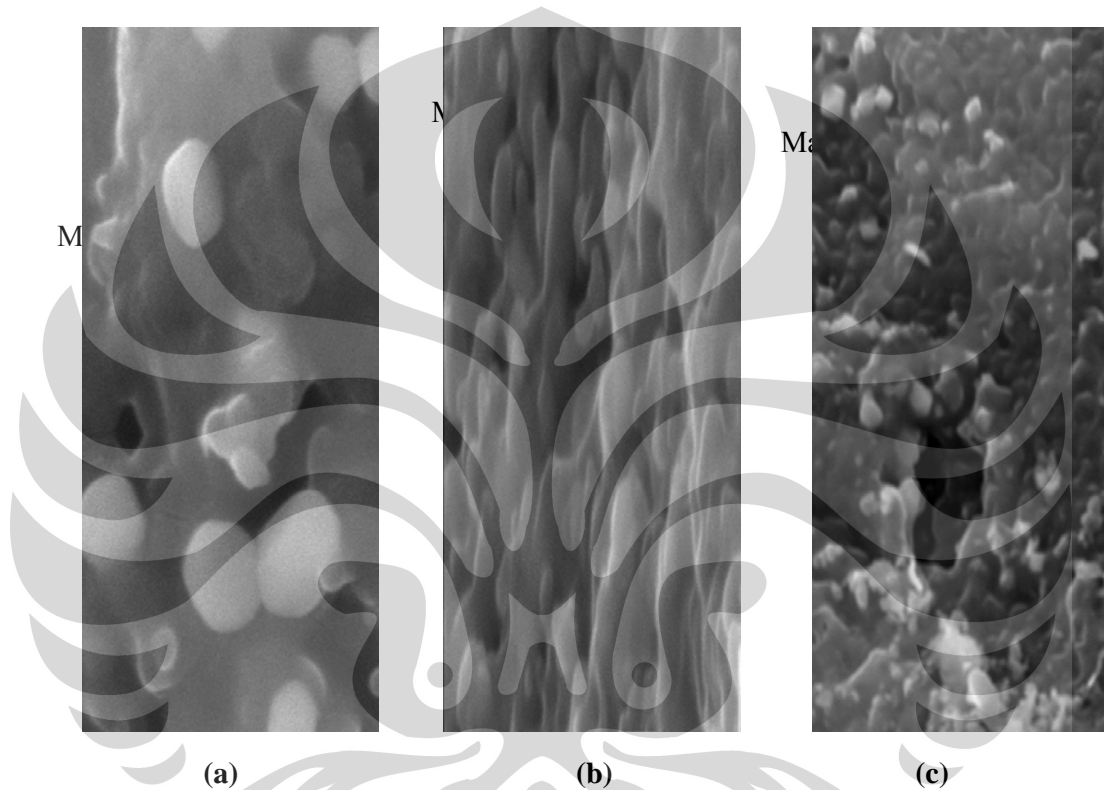


Gambar 4.28 Hasil SEM untuk morfologi pembentukan pori CDC1 (a) suhu 900°C, (b) suhu 1000°C, (c) suhu 1200°C

Pembentukan pori CDC2 mekanisme ultrasonik selama 60 jam ketika diberikan panas pada suhu 900°C hasil difraktogram sinar-X perbandingan wt% silikon karbida dan karbon 60%:40% artinya 40% silikon bereaksi dengan  $\text{Cl}_2$  sehingga makropori karbon heksagonal terbentuk yang dapat dilihat pada gambar 4.29 morfologi pembentukan pori CDC2 dengan variasi suhu.

Sintesis makropori karbon heksagonal rentang panjang 15Å arah sumbu c cakupan suhu 1000°C dengan perbandingan silikon karbida dan karbon 35%:65%

artinya sekitar 65% silikon bereaksi dengan  $\text{Cl}_2$  dan ini dapat dilihat pada gambar 4.29 (b) morfologi pori karbon membentuk suatu keseragaman dengan ukuran pori sekitar 185 nm menurut uji absorpsi-desorpsi. Cakupan suhu  $1200^\circ\text{C}$  perbandingan wt% 50%:50% mengakibatkan sebagian karbon bereaksi dengan oksigen menjadi CO dan  $\text{CO}_2$  sehingga hanya menghasilkan 50% dari makropori karbon heksagonal rentang panjang.



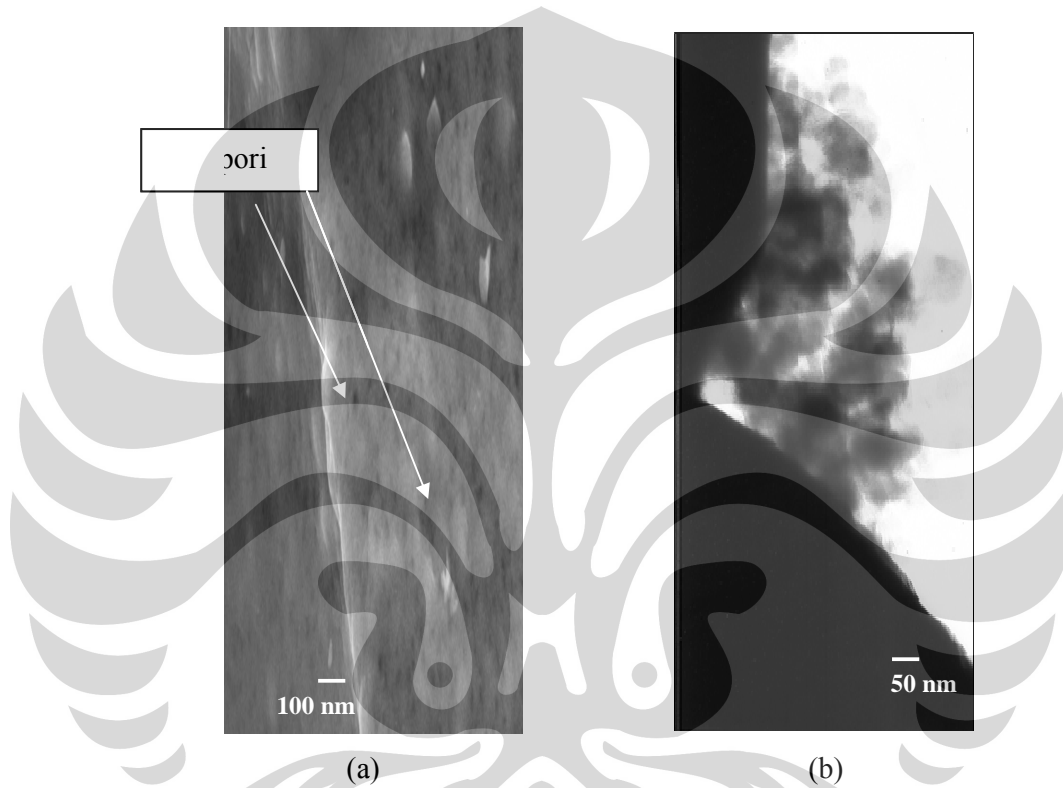
Gambar 4.29 Hasil SEM untuk morfologi pembentukan pori CDC2 (a) suhu  $900^\circ\text{C}$ , (b) suhu  $1000^\circ\text{C}$ , (c) suhu  $1200^\circ\text{C}$

Sampel CDC3, CDC4 dan cakupan suhu  $1000^\circ\text{C}$  pembentukan pori di bawah skala mikron, sehingga morfologi pori tidak terdeteksi melalui SEM maka pembentukan pori dilihat dengan menggunakan TEM, yang dapat dilihat pada gambar 4.30.

Mekanisme penggilingan menggunakan ultrasonik selama 100 jam, 200 jam dan 300 jam memberikan kemungkinan terbentuknya gelembung-gelembung semakin banyak akibat adanya kavitasi dan implosi maka lubang-lubang yang akan membentuk pori-pori dibawah skala mikron akan lebih banyak terbentuk



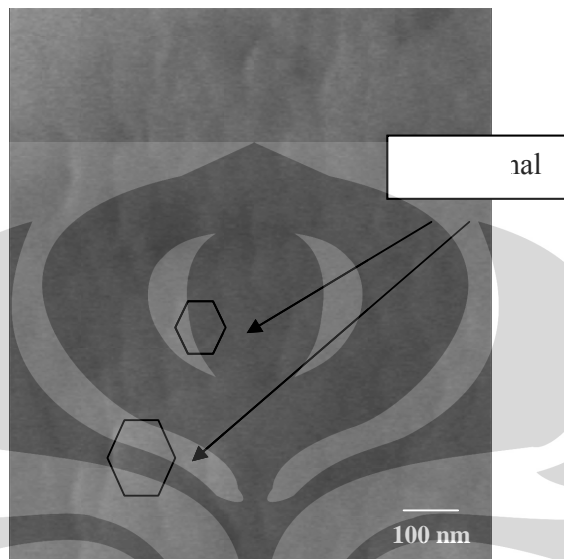
dan ketika diberikan suhu 1000°C hasil perbandingan wt% silikon karbida dan karbon CDC3 34,5%:65,5%, CDC4 30%:70% dan CDC5 25%:75% ini menurut difraktogram sinar-X, mengakibatkan keseragaman pembentukan pori dalam skala nanometer berturut-turut melalui uji absorpsi-desorpsi CDC1 100 nm, CDC2 35 nm dan CDC5 14 nm. Khusus CDC3, CDC4 dan CDC5 adalah nanopori karbon heksagonal rentang panjang 20Å, 30Å, dan 35Å arah sumbu c.



Gambar 4.30 Hasil TEM morfologi pembentukan pori pada suhu 1000°C terhadap (a) CDC3, (b) CDC4

Karbon makropori CDC1 dan CDC2 - nanopori CDC3, CDC4 dan CDC5 hasil karakterisasi sebagaimana difraktogram sinar-X pada gambar 4.12 (c), (d) dan (e) diperoleh puncak yaitu  $2\theta = 28,0$  ( $d = 3,69$ ),  $49,1$  ( $d = 2,15$ ),  $52,3$  ( $d = 2,03$ ),  $60,0$  ( $d = 1,79$ ),  $65,0$  ( $d = 1,67$ ),  $86,1$  ( $d = 1,31$ ),  $93,0$  ( $d = 1,23$ ) yang berturut-turut merupakan refleksi bidang kristal (002) (100), (101), (102), (004), (104) dan (110) merupakan pola difraksi nanopori karbon dengan struktur *layer* (CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5) heksagonal rentang panjang 15Å, 15Å, 20Å, 30Å dan 35Å yang dapat dilihat melalui TEM pada gambar 4.31 suatu

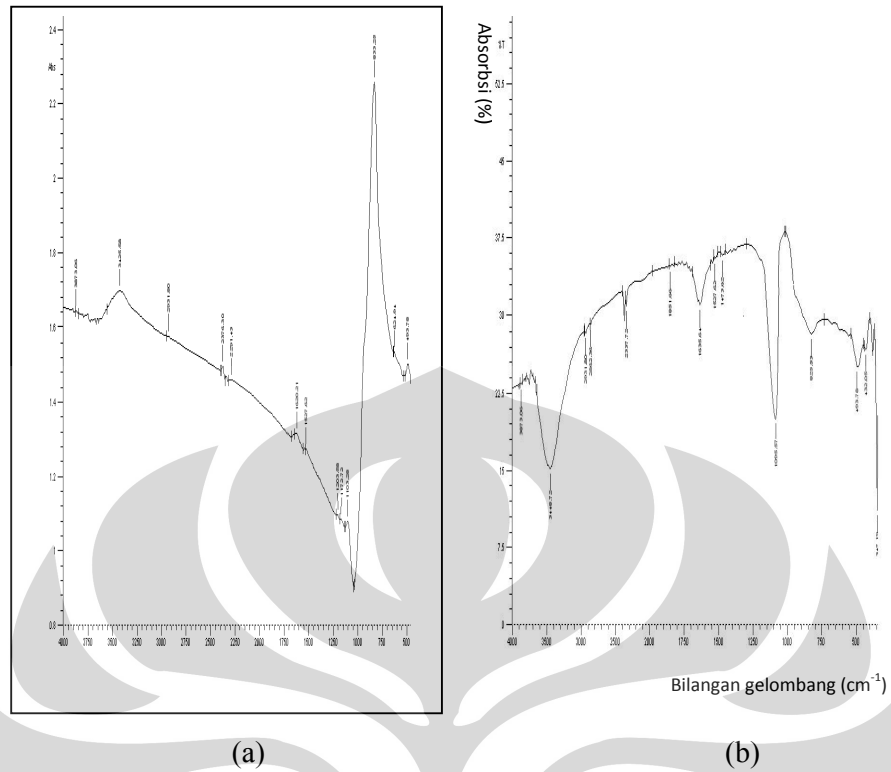
struktur yang memiliki keteraturan dan keseragaman makropori - nanopori karbon heksagonal.



Gambar 4.31 Hasil TEM untuk pembentukan nanopori karbon heksagonal CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5

Spektra FT-IR karbon makropori (CDC1 dan CDC2) dan nanopori (CDC3, CDC4 dan CDC5) dapat dilihat pada gambar 4.32 (a) dan (b). Pita serapan pada daerah bilangan gelombang  $825,53 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk silikon karbida Si-C bergeser ke daerah bilangan gelombang  $833,25 \text{ cm}^{-1}$  sehingga mengakibatkan terbentuk bilangan gelombang  $1095,57 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur C-C.

Pita serapan karbon makropori-nanopori yang dapat dilihat pada gambar 4.32 adalah serapan dari pori karbon yang sangat khas muncul pada bilangan gelombang  $1095,57 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karbon heksagonal rentang panjang hasil sintesis dari bahan polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC.



Gambar 4.32 Spektra FT-IR karbon makropori-nanopori heksagonal (a) CDC1 dan CDC2 (b) CDC3, CDC4 dan CDC5

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

1. Pembentukan reaksi antara silikon karbida, H<sub>2</sub>O dan HCl ultrasonik 10 jam tanpa pemanasan memperlihatkan fungsi ultrasonik sebagai media pereaksi yang ditandai dengan adanya kavitasi dan implosi.
2. Dari proses sintesis yang dilakukan melalui reaksi silikon karbida dan HCl dengan menggunakan variasi ultrasonik 10 jam, 60 jam, 100 jam, 200 jam dan 300 jam dan variasi suhu pemanasan 900°C, 1000°C dan 1200°C memperlihatkan bahwa waktu terbaik adalah pada 300 jam dan temperatur 1000°C yang menghasilkan ukuran pori di bawah 100 nano dan luas permukaan diatas 1000 m<sup>2</sup>/gram.
3. Sesuai dengan puncak yang muncul dari pola difraksi sinar-X, yaitu (002), (100), (101), (102), (004), (104), (110), maka dapat disimpulkan bahwa struktur kristal dari karbon yang dihasilkan adalah heksagonal. Analisis GSAS juga memperlihatkan bahwa grup ruang adalah P6<sub>3</sub>mc dengan parameter kisi  $a = b = 2,456\text{\AA}$  dan  $c = 12,35\text{\AA}$ . Pori karbon struktur heksagonal terbentuk pada semua perlakuan melalui reaksi antara silikon karbida dan HCl pada gelombang ultrasonik untuk semua waktu dan suhu pemanasan.
4. Pembentukan pori karbon untuk semua metode variasi ultrasonik memperlihatkan bahwa hasil sintesis stabil pada suhu 1000°C dengan perbandingan wt% antara silikon karbida dan pori karbon tertinggi pada sampel Ultrasonik 300 jam adalah SiC : C = 25% : 75%.
5. Pori karbon struktur heksagonal rentang panjang pada material CDC1, CDC2, CDC3, CDC4, CDC5 melalui analisis Fourier menggunakan GSAS didapatkan rentang panjang arah sumbu  $c$ , yang mengakibatkan pemanjangan parameter kisi  $c$  material CDC1 = 12,35Å, CDC2 = 15,10Å, CDC3 = 18Å, CDC4 = 20,4Å dan CDC5 = 24,1Å. Perbedaan masing-masing nilai

disebabkan oleh perbedaan ukuran pemetaan Fourier terhadap setiap sampel (CDC1, CDC2, CDC3, CDC4 dan CDC5).

6. Pemanjangan parameter kisi  $c$  disebabkan oleh ikatan karbon heksagonal pada arah sumbu  $c$  adalah ikatan Van Der Waals dan juga disebabkan oleh keberadaan struktur dari silikon karbida, mengakibatkan nilai densitas menjadi lebih kecil masing-masing untuk material CDC1 = 3 gr/cm<sup>3</sup>, CDC2 = 2,5 gr/cm<sup>3</sup>, CDC3 = 1,5 gr/cm<sup>3</sup>, CDC4 = 1,4 gr/cm<sup>3</sup> dan CDC5 = 1,2 gr/cm<sup>3</sup>, artinya makin kecil nilai densitas makin besar volume sehingga meningkatkan kapasitas penyimpanan gas.
7. Berdasarkan uji absorpsi-desorpsi (BET), didapatkan bahwa material CDC1 dan CDC2 memiliki ukuran pori sekitar 200 nm dengan luas permukaan 200 m<sup>2</sup>/gram, dan sesuai dengan standar yang ada merupakan material makropori karbon struktur rentang panjang heksagonal. Sementara itu, material CDC3, CDC4 dan CDC5 berdasarkan uji absorpsi-desorpsi memiliki ukuran pori 100 nm, 50 nm dan 35 nm dengan luas permukaan 800 m<sup>2</sup>/gram dan 1250 m<sup>2</sup>/gram, karena itu merupakan material nanopori karbon struktur rentang panjang heksagonal.
8. Berdasarkan uji FT-IR didapatkan bahwa pita serapan vibrasi tekuk dan ulur C-C sangat khas muncul pada bilangan gelombang 1095,57 cm<sup>-1</sup>, yang merupakan ciri khas dari karbon heksagonal rentang panjang hasil sintesis dari bahan polimorfi silikon karbida politipe 6H-SiC dengan menggunakan metode variasi ultrasonik dan suhu pemanasan.

## 5.2 Saran

Pengembangan selanjutnya dapat diuji cobakan pada berbagai macam gas misal argon, metan, hidrogen, dan jenis gas lainnya agar material ini memiliki karakterisasi terhadap berbagai macam gas-gas tersebut.

## DAFTAR ACUAN

- Arulepp, Leis, J, Lätt, M., Miller, F., Rumma. K., Lust. E., Burke, A. F., (2006). The advanced carbide-derived carbon based supercapacitor. *J Power Sources*, (pp 320-328).
- Arulepp., Permann, L., Leis, J., Perkson A., Rumma, K., Janes, A., (2004). Lust E. Influence of the solvent properties on the characteristics of a double layer capacitor. *J Power Sources*, 162 (pp 1460-1466)
- Awad, S. B. (1993), *An ultrasonic semi-aqueous alternative to vapor degreasing* Precision Cleaning, I (pp 75).
- Awad, S. B. (1997). *Method for Cleaning and Drying of Metallic and Nonmetallic Surfaces*, U.S. Patent, 5397397
- Bachman. G. (2002). Market Opportunities at Boundary from Micro to Nano Technology, *MTS news*
- Bachrach. S. M., and Jiang. S. (1998) *Internet journal of Chemistry*, <http://www.ijc.com/articles/1998v1/3/4.html>.
- Bader, R. F. W., *Atoms in molecules, a quantum theory*, Clarendon Press, Oxford, (pp 5-9).
- Bruley, J., Williams, D. B., Cuomo, J.J., Pappas, D.P. (1995). Quantitative near-edge structure analysis of diamond-like carbon in the electron microscope using a two-window method. *Journal of Microscopy*, 5 (pp 133-137).
- Brydson, R. (2001). *Electron energy loss spectroscopy*. Oxford: BIOS Scientific Publishers Ltd, 102, (pp 61-66).
- Busnaina, A. A. (1994). *Ultrasonic and megasonic theory and experimentation* Precision Cleaning, 13, (pp 4).
- Buttner, R.H., and Maslen, E. N., *Acta Cryst*, B48, (pp 764-769)
- Calliari, L., Filippi, M., Laidani, N., Anderle, M.. (2006). *The electronic structure of carbon films deposited in rf argon-hydrogen plasma*. *J Electron Spectrosc Relat Phenom.*,150(1) (pp 40-46).
- Cao, G. (2004). *Nanostructures and Nanomaterials* Imperial College Press, London, (pp V).

- Chan, Kit. Hie., Khairul, Sozana. Nor. Kamarudin., Chieng. Yu. Yuan. I., Halimaton. Hamdan., and Hanapi. Mat. (2008). *Industrial applications of silica based gas adsorbents, advance process engineering (APE) Research Group*, Faculty of Chemical and Natural Resources Engineering, University Technology of Malaysia, 43, (pp 5-8).
- Chmiola, J., Yushin, G., Dash, R.K., Gogotsi, Y. 2005. *Effect of pore size and surface area of carbide derived carbons on specific capacitance*. J Power Sources, 158, (pp 765-772).
- Choi, J.S., Kim, S.N., Sohn, W.J., and Ahn, W.S. (2007). *Adsorptive removal of carbon dioxide using advanced, mesoporous materials*, Carbon Dioxide R&D Center, INHA University, 60, (18), (pp 12710-12725).
- Daniels, H., Brown, A., Scott, A., Nichells, T., Rand, B., Brydson, R. (2003). Experimental and theoretical evidence for the magic angle in transmission electron energy loss spectroscopy. *Ultramicroscopy*, 96(3-4), (pp 234-523).
- Dash, R. K., Chmiola, J., Gleb, Yushin., Gogotsi, Y., Laudisio, G., Singer, J., Fischer, J., Kucheyev, S. (2006). *Titanium carbide derived nanoporous carbon for energy related applications*. Carbon, 44(12), (pp 2489-2497).
- Dash, R.K., Nikitin, A., Gogotsi, Y. (2004). Microporous Carbon Derived from Boron Carbide. *Chem Mater*, 86 (pp 50-57).
- Dash, R.K., Yushin. G., Gogotsi, Y. (2005). Synthesis, structure and porosity analysis of microporous and mesoporous carbon derived from zirconium carbide. *Microporous Mesoporous Mater*, 16(9), (pp 4300-4304).
- Deal, D. (1994). *Coming Clean What's Ahead in Silicon Wafer Cleaning Technology*, Precision Cleaning, II(6) (pp 24).
- Donanta, Dhaneswara. (2006). *Studi Pengaruh Peningkatan Konsentrasi Surfaktan Pluronik P123 Terhadap Karakteristik Pori Material SBA-15*, Disertasi Universitas Indonesia, Material science.
- Egerton, R.F. (1989). *Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*. New York: Plenum Press, 3(4) (pp 23-25).
- Elizabeth, N. Hoffman. (2006). *Carbide Derived Carbon from MAX-Phases and their Separation Applications*, Drexel University.
- Evain. (2010). *Structure of Silicon Carbide*, Applied Ceramick Technology, 3 (6), (pp 485-490).
- Fabing, Su. A., Xu, Li. B., Lu Lv a, X.S. Zhao. (2007). *Ordered Mesoporous Carbon Particles Covered With Carbon Nanotubes*, Material Design and Characterization Laboratory, 56(2) (pp 139-142).

- Fallon, P.J., Veerasamy, V.S., Davis, C.A., Robertson, J., Amaratunga, G.A.J., Milne, W.I. (1993), Properties Of Filtered-Ion-Beam-Deposited Diamondlike Carbon As A Function Of Ion Energy. *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, 48(7) (pp 4777-4782).
- Fedorov, N.F., Ivakhnyuk, G.K., Gavrilov, D.N. (1982). *Carbon adsorbents from group IV-VI transition metal carbides*. *Zh Prikl Khim*, 55(2) (pp 272-275).
- Ferrari, A.C., Kleinsorge, B., Morrison, N.A., Hart, A. A. Stolojan A, Robertson J. Stress, 1999, reduction and bond stability during thermal annealing of tetrahedral amorphous carbon. *J Appl Phys*, 6. (pp 444-467).
- Ferrari, A.C., Libassi, A., Tanner, B.K., Stolojan, V., Yuan, J., Brown, L. M. (2000). Density, sp<sup>3</sup> fraction, and cross-sectional structure of amorphous carbon films determined by x-ray reflectivity and electron energy-loss spectroscopy. *Physical Re-view B: Condensed Matter and Materials Physics*, B 108. (pp 23-25).
- Frage, N., Levin, L., & Dariel, M.P., 2003. *The Effect of The Sintering Atmosphere on The Densification of B4C Ceramics*. *Journal of Solid State Chemistry*, 16: (pp 1496-1497).
- Giacovazzo, C. *Fundamentals of Crystallography*), International Union of Crystallography, Oxford University Press.
- Gogotsi, Y., Dash, R.K., Yushin, G., Yildirim, T., Laudisio, G., Fischer, J.E. (2005). *Tailoring of Nanoscale Porosity in Carbide-Derived Carbons for Hydrogen Storage*. *J Am Chem Soc.*(pp 127).
- Gogotsi, Y., Nikitin. A., Ye, H., Zhou, W., Fischer J.E., Yi, B. (2003), *Nanoporous Carbide-Derived Carbon With Tunable Pore Size*. *Nature Materials*, 2: (pp 66-77).
- Gordeev, S.K., Grechinskaya, A.V. (2003), *A Study Of Nanoporous Carbon Obtained From Zc Powders (Z= Si, Ti, and B)*. *Carbon*, 37(1) (pp 85-96).
- Haoshen, Zhou., Shenmin, Zhu., Mitsuhiro, Hibino., Itaru, Honma., and Masaki. Ichihara. (1960). *Use Self-Ordered Mesoporous Carbon (Cmk-3) For Anode Materials Of Rechargeable Lithium Battery*, Material Design and Characterization Laboratory Institute for Solid State Physics, University of Tokyo, Japan, (pp 1903-1907, 443-453).
- Hebert, C., Jouffrey, B., Schattschneider, P. (2004), Comment on "Experimental and theoretical evidence for the magic angle in transmission electron energy loss spec-troscopy". *Ultramicroscopy*, 8(5) (pp 145-152).
- Hebert, C., Schattschneider, P., Franco, H., Jouffrey, B. (2006). ELNES at magic angle conditions. *Ultramicroscopy* , 101(2-4). (pp 271-273).



- Hoffman, E.N., Yushin, G., Barsoum, M.W., Gogotsi, Y. (2005) Synthesis of Carbide-Derived Carbon by Chlorination of  $Ti_2AlC$  *Chem Mater* 17(9) (pp 2317-2322).
- Hossain, T., Khan, F., Adesida, I., Bohn, P., and Rittenhouse, T. (2003), *Nanoporous silicon carbide for nanoelectromechanical systems applications*, University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, Illinois, 253(13). (pp 5616-5621).
- Hutchins, O. (1918) *Method of The Production of Silicon Tetrachlorid*. USA patent 1271713.
- Ishizaki, K., Komarneni, M., & Nanko. (1998). *Porous Materials-Process Technology & Application*, Kluwer Academic Publisher, Boston, 187-188. (pp 51-71).
- Jacob, M., Palmquist, U., Alberius, P.C.A., Ekstrom, T., Nygren, M., Lidin, S. (2003). *Synthesis of structurally controlled nanocarbons in particular the nanobarrel carbon*. *Solid State Sciences*, 5(1) (pp 133-137).
- James, S.Reed. (1994). *Principle of Ceramic Processing*. Jhon Wiley & Sons, Inc, Alfred University, Newyork, (pp 56-86).
- Jänes, A., Thomberg, T., Lust, E. (2007). *Synthesis And Characterisation Of Nanoporous Carbide-Derived Carbon By Chlorination Of Vanadium Carbide*. *Carbon*. 327. (pp 230-234).
- Jeanne-Rose, V., Golabkan, V., Mansot, J.L., Largitte, L., Césaire, T., Ouensanga, A. (2003), An EEL-Based Study Of The Effects Of Pyrolysis On Natural Carbonaceous Materials Used For Activated Charcoal Preparation. *Journal of Microscopy*, 40(7) (pp 989-1002).
- Johansson, E., Hjörtvarsson, B., Ekstrom, T., Jacob, M. (2002). *Hydrogen In Carbon Nanostructures*. *J Alloys Compd*, 288. (pp 123-128)
- Jorissen, K., Rehr, J.J. (2007), *Real Space Multiple Scattering Calculations Of Relativistic Electron Energy Loss Spectra*. Los Alamos National Laboratory, Preprint Archive, Condensed Matter, 57(4). (pp 603-619).
- Jouffrey, B., Schattschneider, P., Hebert, C. (2004). The Magic Angle: A Solved Mystery. *Ultramicroscopy*. 330-332. (pp 670-675 )
- Kateryna, Vyshnyakova., Gogotski, Yuri., Yushin, Gleb., Pereselentseva, Ludmila. (2007). *Formation of Porous SiC Ceramics by Pyrolysis of Wood, Applied of Ceramic Technology Impregnated with Silica*, *Applied Ceramic Technology*, 56(4) (pp 454-466).

- Leis, J., Perkson, A., Arulepp, M., Kaarik, M., Svensson, G. (2001). *Carbon Nanostructures Produced By Chlorinating Aluminium Carbide*. Carbon, 39(13) (pp 2043-2048).
- Leis, J., Perkson, A., Arulepp, M., Nigu, P, Svensson, G. (2002), *Catalytic Effects Of Metals Of The Iron Subgroup On The Chlorination Of Titanium Carbide To Form Nanostruc-Tural Carbon*. Carbon, 40(9):1559-1564.
- Lovell, Arthur. (2007), *Tuneable Graphite Intercalates For Hydrogen Storage*, Department of Physics and Astronomy, University College London, 3-326.
- Lu, G. Q., Zhao, X. S. (2004). *Nanoporous material. Science & Engineering*, Imperial Collage Press, (pp 89-90).
- Masaya, Kodama., Denisa, Hulicova., Junya, Yamashita., Yasushi, Soneda, Hiroaki, Hatori., Katsumi, Kamegawa., (2008), *Structural And Electrochemical Properties Of Nitrogen-Enriched Mesoporous Carbon*, University of Tokyo, Japan, 50(9). (pp 1126-1130).
- Menon, N.K., Yuan, J. (1998), Quantitative analysis of the effect of probe convergence on electron energy loss spectra of anisotropic materials. *Ultramicroscopy*. 78. (pp 185-205).
- Menon, N.K., Yuan, J. Towards. (1999), Atomic resolution EELS of anisotropic materials. *Ultramicroscopy*, 42(7) (pp 1233-1242).
- Michael, McNallan., Daniel, Ersoy., Ranyi, Zhu., Allen, Lee., White, Christopher., Sascha, Welzl., Gogotsi, Yury., Ali, Erdemir., Andriy. (2005), *Nano-Structured Carbide-Derived Carbon Films and Their Tribology*, Tsinghua Science And Technology, (pp 10-68).
- Mittal, K. L. 1995. *Surface Contamination Concepts and Concerns*, Precision Cleaning, III(1) (pp 15).
- Toana, Musfirah, C. F., B, Soegiyono., M, Hikam. (2008), *Synthesis of Porous Carbon From Silica Carbide by Chlorination and Ultrasonic Wave*, Second International Conference on Mathematics and Natural Science (ICMNS) Bandung Indonesia, (pp 20).
- Toana, Musfirah .C. F., B. Soegiyono., M Hikam (2009), *Influence of Ultrasonic ,Waves on The Formation of High Pores Silicon Carbide*, International Workshop on Advanced Material for New and Renewable Energy, Jakarta, Indonesia, (pp 76).
- Nikitin, A., Gogotsi, Y. (2004). Nanostructured carbide-derived carbon. *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*, 252. (pp 234-244).

- Nofrijon. (1999). *Pengaruh Pb Terhadap Struktur Kristal dan Kerapatan Elektron Pada Keramik  $Ba_{1-x}Pb_xTiO_3$  dengan  $x$  (nominal) = 0,5*, Tesis Magister Material Science, Program Studi Material Science Program Pasca Sarjana Universitas Indonesia, 23-50.
- Outokumpu H.S.C. 2002, *Chemistry® for Windows. 5.11* ed: Outokumpu Research Oy, 41(15):3027-3036.
- Peng, Gao., Ai Qin, Wang., Xiaodong, Wang., and Tao, Zhang. (2007), *Synthesis of Highly Ordered Ir-Containing Mesoporous Carbon Materials by Organic Organic Self-Assembly, State Key Laboratory of Catalysis*, Dalian Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, B(103) page 7743.
- Pharr GM, Callahan DL. 1996, Hardness, elastic modulus, and structure of very hard carbon films produced by cathodic-arc. *Appl Phys Lett*, 180(1)( pp 22-32.)
- Radev, D.D. & Zakhariiev, V. (1998). Structural & Mechanical Properties of Activated Sintered Boron Carbide-Based Materials. *Journal of Solid State Chemistry*, 6(2) (pp 557-560).
- Ranjbar, Z.P. A, Guo, X.B., Yu. D., Wexler., Calka. A, Kim. C.J., Liu. H. K. (2008). *Hydrogen Storage Properties of MgH<sub>2</sub>-SiC Composites*, Material Chemistry and Physics in Press, (pp 432-462).
- Schattschneider, P., Hebert, C., Franco, H., Jouffrey, B. (2005), Anisotropic relativistic cross sections for inelastic electron scattering, and the magic angle. *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, 72(4):045142.
- Shanina, B.D., Konchits, A.A., Kolesnik, S.P., Veynger, A.I., Danishevskii, A.M., Popov, V.V., Shindo, D., Oikawa, T. (2002). *Analytical Electron Microscopy for Materials Science*. Tokyo: Springer-Verlag, 41(15) (pp 3027-3036).
- Sigita, Urbonaite. (2008). *Synthetic and Characterization of Carbide Derived Carbon*, Departement of Physical Inorganic and Structured Chemistry, Stockholm University, (pp 2-80).
- Sing, K.S.W., Everret, D.H.W., Haul, R.A., Moscou, L., Pierotti, J., Rouquerol, J., & Sieminiewska, T. (1985). *Pure Appl, Chem*, 1985:57(4) (pp 603-619).
- Stolojan, V. (2000), *Nanochemistry of Grain Boundaries in Iron [PhD thesis]*. Cambridge: University of Cambridge, 271-290.
- Sun. Y.K., Yuan, J. (2004), *Determination of fast electron energy dependence of magic angles in electron energy loss spectroscopy for anisotropic systems*.

Los Alamos National Laboratory, Preprint Archive, Condensed Matter.:1-16, arXiv:cond-mat/ (pp 0412739).

Sun, Y.K., Yuan, J. 2004, *Magic angle electron energy loss spectroscopy (MAEELS) of core electron excitation in anisotropic systems*. Los Alamos National Laboratory, Preprint Archive, Condensed Matter. (pp 1-16).

Sun, Y.K., Yuan, J. (2005), Electron energy loss spectroscopy of core-electron excitation in anisotropic systems: Magic angle, magic orientation, and dichroism. *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, 106(11-12) (pp 1139-1143).

Suslick. K. S. (1988). *Ultrasound Chemicals, Physicals and Biological Effect*, VCH Publishers, Inc

Suslick, K. S. (1989), *The Chemicals Effects of Ultrasound*, Sci Amer, (pp 80).

Trump, Erica. R. (2008), *Production of Mesoporous Activated Carbon and Applications*, Undergraduate Research Thesis, West Virginia University, (pp 2-14).

Varin, R. A.(2009). *Nanomaterials for Solid State Hydrogen Storage*, (pp 291-298).

Xinqi, Chen., Donald, R.Cantvel., Kevin, K., Sasha, S. James A. (2006), Carbide Derived Nanoporous Carbon and Novel Core – Shell Nano Wires. *Chem Mater*, 10(6) (pp 699-733).

Yushin, G.N., Hoffman, E.N, Nikitin, A., Ye. H, Barsoum. M., Gogotsi, Y. (2005). Synthesis of nanoporous carbide-derived carbon by chlorination of titanium silicon carbide. *Chem Mater*, 43(10) (2075-2082).

Zheng, J., Ekstrom, T.C, Gordeev, S.K., Jacob, M. (2000), *Carbon with an onion-like structure obtained by chlorinating titanium carbide*. *J Mater Chem*, 10(5) (pp 1039-1041).

## Lampiran 1.1

Perhitungan teoritis densitas :

$$\rho = \frac{n \cdot A}{V_c}$$

Keterangan :

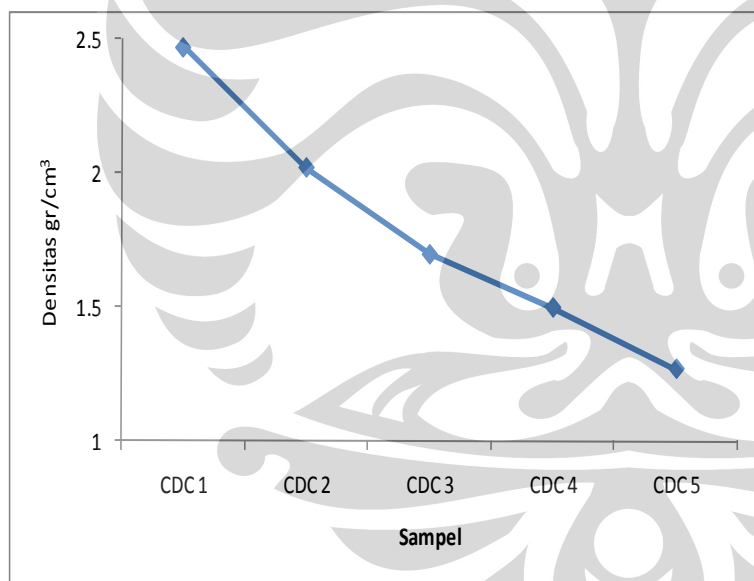
P = Densitas

n = jumlah atom setiap unit sel

A = Berat atom karbon

Vc = Volume satuan sel =  $\frac{\sqrt{3}}{2} (a^2 c)$

Grafik Nilai Densitas berdasarkan hasil perhitungan menurut teori untuk masing-masing sampel



# RIWAYAT HIDUP

## IDENTITAS PRIBADI

1. Nama : Musfirah Cahya Fajrah Toana
2. Tempat/Tanggal Lahir : Palu, 4 Juni 1971
3. Pekerjaan : Dosen Tetap Fakultas MIPA Universitas Tadulako Palu
4. Jabatan/Golongan : Asisten Ahli/ III B
5. Agama : Islam
6. Status : Menikah
7. Nama Suami : Catur Fachyuriawan
8. Nama Anak : 1. Kamila Tazriya Fachyuriawan  
2. Khalila Aliya Fachyuriawan  
3. Bhintangy Khayira Fitri Fachyuriawan
9. Nama Ayah : Ahmad Basir Toana
10. Nama Ibu : Teti Lajtinala

## PENDIDIKAN

- Jenjang S3, Bidang Ilmu Material, Program Pasca Sarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia. 2006
- Jenjang S2, Bidang Ilmu Material, Program Pasca Sarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia. 2004
- Jenjang S1, Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada 1991

## KONFERENSI DAN WORKSHOP

1. The Asia Computational Material Design Workshop, ITB Bandung, 2008
2. Seminar Material Metalurgi, Pusat Penelitian Metalurgi – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Pengolahan Sumber Daya Material Sebagai Modal Dasar Solusi Pengangguran, 2005

## PUBLIKASI ILMIAH

1. **Musfirah C F Toana, B Soegiyono, M Hikam**, 2009, Influence of Ultrasonic Waves on The Formation of High Pores Silicon Carbide, International Workshop on Advanced Material for

New and Renewable Energy, Research Centre for Physics, Indonesia Institute of Science, Jakarta, Indonesia

2. **Musfirah CF Toana, B. Soegiyono**, 2008, Synthesis of B<sub>4</sub>C at Low Temperature, International Conference for Young Chemist, 2<sup>nd</sup> USM Penang International Postgraduate Convention, Kualalumpur, Malaysia
3. **Musfirah C F Toana, B Soegiyono, M Hikam**, 2008, Synthesis of Porous Carbon From Silica Carbide by Chlorination and Ultrasonic Wave, Second International Conference on Mathematics and Natural Science (ICMNS) Bandung Indonesia,
4. **Musfirah C F Toana, B Soegiyono**, 2007, Variasi Berbagai Macam Sumber Karbon Terhadap Pembentukan Boron Karbida (B<sub>4</sub>C), Proceeding 4<sup>th</sup> , Ketingan Physics Forum Solo

