

KARAKTERISASI KARBON AKTIF YANG TERBUAT DARI TEMPURUNG KELAPA DENGAN AKTIVASI Na_2CO_3 DAN SUHU 1000 °C MENGGUNAKAN TEKNIK XRD DAN SEM-EDX

Andi Ikhtiar Bakti^{1*}, Yuanita Amalia Harianto¹, Mahendra Kusuma Nugraha¹

¹Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sam Ratulangi Manado
*andiikhtiar@unsrat.ac.id

ABSTRAK

Karbon aktif dihasilkan dari tempurung kelapa melalui aktivasi fisika dan kimia. Metode pirolisis digunakan untuk aktivasi fisika pada suhu optimal 600 °C dan 1000 °C, untuk aktivasi kimia direndam menggunakan zat pengaktif Na_2CO_3 10%. Dihilangkan dua sampel, aktivasi fisika yaitu 1000°C dan aktivasi fisika-kimia yaitu Na_2CO_3 . Spektrum XRD dari karbon aktif pada sampel 1000 °C dan Na_2CO_3 masing-masing terkandung mineral silikat, bijih besi dan kuarsa, dan menunjukkan adanya pembentukan struktur karbon dan grafit pada bidang hkl (002) dan (100), dengan metode Scherrer ukuran rata-rata kristal sampel Na_2CO_3 15,0285 nm dan ukuran rata-rata kristal sampel 1000 °C 54,5299 nm, ukuran kristal nano terbentuk jika suhu meningkat ≥ 600 °C. Hasil SEM dengan perbesaran 3000 kali, ukuran gambar 5 μm terlihat sangat jelas porositas yang terbentuk adalah 0,8 μm pada sampel Na_2CO_3 dan 1,00 μm pada sampel 1000 °C. Hasil spekturm EDX menunjukkan kandungan unsur karbon (C) pada sampel Na_2CO_3 terdapat 96,74% sedangkan untuk sampel 1000 °C terdapat 54,16%.

Kata kunci : karbon aktif, SEM-EDX, tempurung kelapa, XRD

ABSTRACT

Activated carbon was produced from the coconut shell through physical and chemical activation. The pyrolysis method was used for physical activation at an optimum temperature of 600 °C and 1000 °C, for chemical activation immersed using 10% Na_2CO_3 activating agent. Results two samples, the physical activation of 1000 °C and the physics-chemical activation of Na_2CO_3 . The XRD spectra of activated carbon in the samples 1000°C and Na_2CO_3 contained silicate minerals, iron ore and quartz, respectively, and showed the formation of carbon and graphite structures in the hkl (002) and (100) planes, the Scherrer method the average size of the Na_2CO_3 crystals sample is 15.0285 nm and the sample crystal sample sample is 1000°C 54.5299 nm, the size of the nanoscale crystals is formed when the temperature increases ≥ 600 °C. SEM result with magnification 3000 x, 5 μm picture size is very clear the porosity formed is 0.8 μm in Na_2CO_3 and 1.00 μm samples in 1000 °C samples. The results of the EDX spectrum showed that the elemental carbon (C) content in the Na_2CO_3 sample is 96.74%, while for the 1000 °C sample is 54.16%

Key words: Active carbon, Coconut shell, SEM-EDX, XRD

PENDAHULUAN

Tempurung kelapa sebagai bahan baku sering dimanfaatkan untuk diaktivasi menjadi karbon aktif (Arash dkk., 2012). Berdasarkan data yang diperoleh, Asia Tenggara merupakan wilayah dengan jumlah produksi kelapa yang cukup besar dengan empat negara sebagai produsen utamanya, yaitu India, Indonesia, Filipina, dan Sri Lanka yang menyumbangkan 78% produksi kelapa di dunia (Kalnyapu, 2015). Berkaitan dengan produksi karbon aktif, Indonesia kini merupakan salah satu negara eksportir utama karbon aktif (Community dkk., 2016). Karbon aktif telah dikenal sebagai adsorban yang paling

efektif dan berguna untuk menghilangkan polutan dari gas yang tercemar dan aliran cairan. Hal ini disebabkan oleh sifat karbon aktif yang memiliki luas permukaan aktif besar yang bisa memberikan kapasitas adsorpsi struktur berpori yang berkembang dengan baik dan sifat mekanik yang baik. Hal mendasar yang digunakan untuk pembuatan karbon aktif adalah bahan organik yang kaya akan karbon (Mohammad dkk., 2020). Pengembangan metode penggunaan kembali bahan limbah sebagai karbon aktif sangat diharapkan dapat menjadi solusi dalam pemanfaatan limbah seperti limbah biji jarak, tongkol jagung, tempurung kelapa, serat kelapa

sawit, dan serbuk gergaji kayu, yang terbukti sangat baik untuk diubah menjadi karbon aktif karena teksturnya yang keras dan kuat yang disebabkan oleh tingginya lignin dan kandungan karbon serta rendahnya kadar abu dari bahan-bahan tersebut (Lehman & Joseph, 2009; Kittiphop dkk., 2017).

Untuk menghasilkan karbon aktif dari tempurung kelapa digunakan metode pirolisis yakni proses tempurung kelapa menjadi arang, dilanjutkan dengan proses aktivasi. Proses aktivasi terbagi menjadi dua, yaitu aktivasi fisika dan kimia. Proses aktivasi fisika diperoleh melalui karbonisasi dengan gas pengoksidasi atau karbon dioksida pada suhu tinggi (400-1000 °C). Untuk aktivasi kimia, bahan direndam dalam larutan kimia seperti $ZnCl_2$, Na_2CO_3 , KOH dan KCl dengan konsentrasi tertentu (Hung, 2012). Karbon aktif dengan aktivasi suhu ≥ 600 °C dan aktivasi larutan kimia Na_2CO_3 menghasilkan struktur kristal karbon yang lebih baik dan struktur amorf yang secara tidak teratur ditumpuk oleh cincin karbon bermanfaat untuk menghasilkan celah teradsorben, yang merupakan 97% karbon murni (Pradhan, 2012; Mark dkk., 2021). Proses aktivasi dilakukan melalui prosedur mencampurkan bahan awal dengan reagen aktivasi dan campuran dipanaskan dalam tekanan atmosfer lembam (Hidayu dkk., 2016). Proses ini biasanya dilakukan pada suhu dan waktu yang lebih rendah dibandingkan dengan proses aktivasi fisika. Luas permukaan dan porositas yang dihasilkan pun lebih baik dibandingkan dengan aktivasi kimia. Oleh karena itu, penelitian ini akan menggunakan tempurung kelapa sebagai bahan utama dengan menggunakan teknik aktivasi fisika pada suhu 1000 °C dan aktivasi kimia dengan Na_2CO_3 dalam pembuatan karbon aktif dan mengamati struktur kristal dengan menggunakan difraksi sinar-X dan mengamati porositas permukaan bahan karbon aktif dan kandungan unsur dengan menggunakan teknik SEM-EDX.

BAHAN DAN METODE

Material mentah

Tempurung kelapa tua dipilih untuk pembuatan karbon aktif. Bahannya dibersihkan dengan aquades beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran. Sampel tempurung kelapa kemudian dikeringkan di oven pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kelembaban permukaan dan kemudian digiling sesuai ukuran yang diinginkan.

Kemudian dilakukan analisis untuk mengetahui kadar volatil dan karbon tetap serta untuk mengukur komposisi masing-masing unsur, metode ini menggunakan metode penelitian yang dilakukan oleh Hidayu dkk. (2016).

Aktivasi karbon

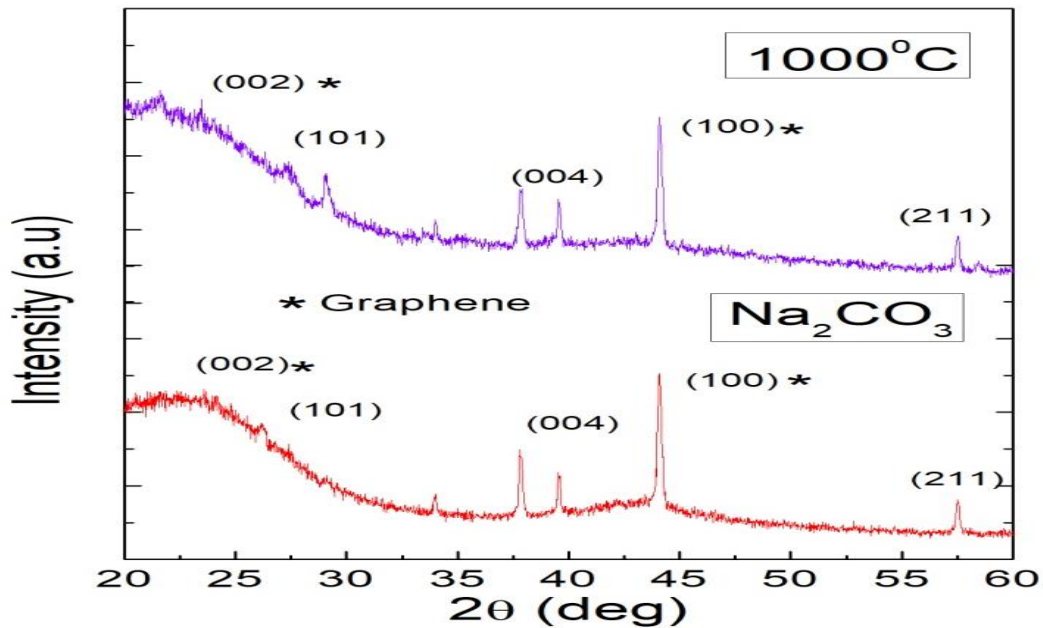
Tempurung kelapa diaktivasi menggunakan teknik aktivasi fisika dengan memasukkannya ke dalam reaktor pirolisis yang dipanaskan pada suhu 600 °C dan 1000 °C selama satu jam. Karbon tempurung kelapa yang telah dipirolisis pada suhu 600 °C diproses dengan aktivasi kimia yang direndam dalam larutan Na_2CO_3 10% kemudian disimpan selama 24 jam pada suhu kamar. Sehingga dihasilkan dua sampel dari aktivasi fisika 1000 °C dan aktivasi fisika-kimia Na_2CO_3 . Setelah proses aktivasi selesai, karbon aktif kemudian dibersihkan dengan aquades dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama tiga puluh menit. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan menggunakan ASTM (*American Society for Testing and Material*) *Standard Test Sieve* yang mempunyai ukuran 70-200 Mesh. Model ayakan yang digunakan terdiri atas tiga susunan ayakan. Sampel yang telah diayak, kemudian diambil dan dikarakterisasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis X-RD

Spektrum XRD dari karbon aktif (Gambar 1) menjelaskan adanya kristal aluminosilikat yang berbeda, puncak terbentuk pada sampel 1000°C dan Na_2CO_3 pada sudut $2\theta = 25^\circ-30^\circ$, $35^\circ-40^\circ$, dan $50^\circ-60^\circ$ pada bidang hkl (101), (004), dan (211), yang masing-masing adalah mineral silikat, bijih besi dan kuarsa. Sedangkan sisa puncak lainnya terdapat sodalite, analcime dan sodium silikat terletak di $44,5^\circ$ (Pradhan, 2009). Sementara itu, terjadinya puncak yang luas di sekitar $20^\circ-26^\circ$ dan $40^\circ-45^\circ$ menunjukkan adanya pembentukan struktur karbon dan grafit pada bidang hkl (002) dan (100) hal itu telah sesuai dengan data JCPDS NO: 86-1157. Kedua sampel karbon aktif menunjukkan dua puncak difraksi yang terletak pada sudut difraksi $2\theta = 30^\circ-40^\circ$ dan $40^\circ-50^\circ$ yang mengungkapkan adanya fase amorf yang secara tidak teratur ditumpuk oleh cincin karbon dan bermanfaat untuk menghasilkan celah yang telah teradsorben pada puncak difraksi diamati $44,5^\circ$. Hal ini disebabkan oleh kehadiran spesies Natrium (Na) yang digunakan selama proses aktivasi

(Hidayu dkk., 2013). Hasil penemuan karbon aktif ini sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Kushwaha dkk. (2012). Setelah dipirolisis kedua sampel memiliki dua puncak difraksi yang luas dan dapat dikaitkan dengan keberadaan karbon dan grafit (Matali dkk., 2013).



Gambar 1. Grafik XRD karbon aktif Na_2CO_3 dan 1000°C

Untuk mengukur ukuran kristal dua puncak difraksi harus menghitung parameter yang tidak diketahui L (ukuran kristal), nilai $\Delta\theta = \text{FWHM} = \beta$, yang kira-kira setengah dari $2\Delta\theta$. Persamaan Scherrer memprediksi ketebalan kristal jika kristal lebih kecil dari 1000 \AA atau 100 nm . Cara paling sederhana untuk mendapatkan persamaan Scherrer adalah mengambil turunan

dari Hukum Bragg, $K\lambda = 2d \sin\theta$, dengan ketebalan $\Delta d = L$, persamaan Scherrer dituliskan;

$$L = \frac{K\lambda}{2 \cos \theta \cdot \Delta\theta} = \frac{K\lambda}{\cos \theta \cdot \beta} \quad (1)$$

Dengan λ (panjang gelombang) dan ketetapan (K) mendekati nilai unit (0.9), persamaan Scherrer dapat dituliskan menjadi (Ahmad dkk., 2012):

$$L = \frac{0.9\lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (2)$$

Tabel 1. Ukuran Kristal dengan Metode Scherrer

Karbon Aktif	2θ (deg)	hkl	FWHM/ β (radian)	Metode Scherrer	
				Ukuran kristal (nm)	Ukuran rata-rata kristal (nm)
Na_2CO_3	21,66	100	0,0209	6,74110	15,0285
	27,30	101	0,0168	8,48150	
	38,70	004	0,0084	17,5435	
	44,86	100	0,0067	22,3841	
	54,34	211	0,0078	19,9922	
1000°C	24,10	100	0,0091	15,6235	54,5299
	27,33	101	0,0023	61,7105	
	37,82	004	0,0032	46,2212	
	43,46	100	0,0025	58,5829	
	57,24	211	0,0017	90,5113	

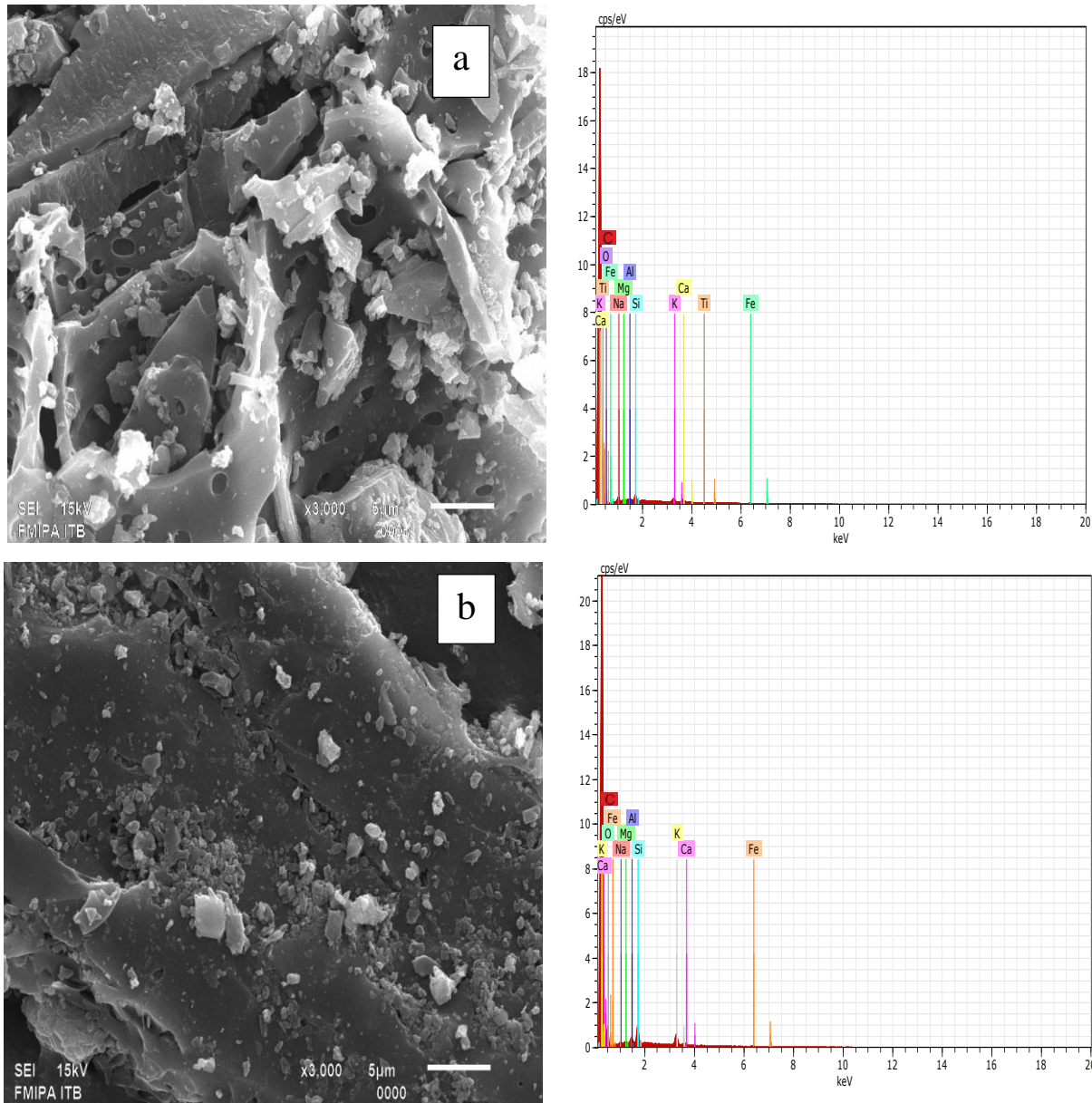
Dengan metode Scherrer ukuran rata-rata kristal sampel karbon aktif Na_2CO_3 adalah 15,0285 nm dan ukuran rata-rata kristal sampel karbon aktif 1000 °C adalah 54,5299 nm, ukuran kristal nano terbentuk jika suhu meningkat ≥ 600 °C, tetapi kurang dipengaruhi dari peningkatan suhu yang lebih tinggi. Dengan kata lain energi aktivasi eksperimental untuk pembentukan kristal nano dapat terjadi dalam skala ≥ 600 °C (Ahmad dkk., 2012).

Analisis SEM-EDX

Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX) digunakan untuk mengamati morfologi fisik permukaan sampel dan menganalisis komposisi unsur termasuk unsur cahaya tampak seperti karbon, nitrogen dan oksigen. Detektor EDX dilengkapi dengan kisi cahaya ultra-tipis yang mendeteksi unsur dengan nomor atom > 4 (Volodymyr dkk., 2009). Teknik EDX juga membantu dalam analisis kontaminasi karena kehadiran materi partikulat dan kontaminasi seperti itu dapat menyebabkan masalah

kualitas (Beata dkk., 2017). Gambar 2 menunjukkan morfologi SEM dari struktur mikro karbon aktif Na_2CO_3 dan 1000 °C. Dengan perbesaran 3000 kali, ukuran gambar 5 μm , untuk Gambar 2(a) Na_2CO_3 terlihat ukuran pori yang terbentuk adalah 0,8 μm dan disekitar areanya juga terdapat porositas lainnya yang menjelaskan bahwa hasil aktivasi karbon berhasil, untuk gambar 2(b) 1000 °C terlihat dengan jelas ukuran porositas 1,00 μm dan sekitar areanya juga terdapat porositas lainnya yang membuktikan bahwa aktivasi karbon berhasil. Gambar 2 menunjukkan tahap aktivitas menghasilkan permukaan eksternal yang luas dengan pori-pori yang cukup baik (Rozbeh dkk., 2013).

Hasil dari spektrum EDX, Tabel 2 menunjukkan kandungan unsur diantaranya C, Ca, Fe, Ti, Mg, Na, O, Si, Al, kandungan (wt.%). Sampel Na_2CO_3 terkandung 96,74% unsur karbon (C) sedangkan untuk sampel 1000 °C terdapat 54,16% unsur karbon (C). Unsur Titanium (Ti) terdapat pada sampel Na_2CO_3 yang menunjukkan berkas energi sebesar 0,50 KeV dan 4,50 KeV sebagai lebar sebaran logam yang memungkinkan material menjadi tersebar (Beata dkk., 2017).



Gambar 2. Morfologi SEM pembesaran 3000 kali dan Spektrum analisis EDX (a) Na_2CO_3 (b) $1000\text{ }^\circ\text{C}$

Tabel 2. Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

Karbon Aktif	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (wt. %)								
	C	Ca	Fe	Ti	Mg	Na	O	Si	Al
Na_2CO_3	96,74	10,59	3,31	1,07	3,70	17,45	34,99	11,89	5,22
$1000\text{ }^\circ\text{C}$	54,16	3,93	3,65	-	3,21	5,41	38,55	18,69	7,62

KESIMPULAN

Spektrum XRD dari karbon aktif pada sampel $1000\text{ }^\circ\text{C}$ dan Na_2CO_3 masing-masing

terkandung mineral silikat, bijih besi dan kuarsa. Puncak lainnya menunjukkan adanya pembentukan struktur karbon dan grafit pada bidang hkl (002) dan (100) dimana hal ini telah sesuai dengan data JCPDS

NO:86-1157. Berdasarkan rumus metode Scherrer ukuran rata-rata kristal sampel karbon aktif Na_2CO_3 15,0285 nm dan ukuran rata-rata kristal sampel karbon aktif 1000 °C 54,5299 nm, ukuran kristal nano terbentuk jika suhu meningkat ≥ 600 °C. Hasil SEM dengan perbesaran 3000 kali, ukuran gambar 5 μm terlihat sangat jelas porositas yang terbentuk adalah 0,8 μm pada sampel Na_2CO_3 dan 1,00 μm pada sampel 1000 °C. Sampel Na_2CO_3 terkandung 96,74% unsur karbon (C) sedangkan untuk sampel 1000 °C terdapat 54,16% unsur karbon (C) yang membuktikan bahwa aktivasi karbon berhasil dengan sempurna.

DAFTAR PUSTAKA

- A.R Hidayu, N. Muda. (2016). Preparation and characterization of impregnated activated carbon from palm kernel shell coconut shell for CO_2 capture. *Procedia Engineering*. 148(2016), 106-113.
- A.R. Hidayu, N.F. Muahammad, S. Matali, A.S.K. Sharifah. (2013). Characterization of activated carbon prepared from oil palm empty fruit bunch using BET and FT-IR techniques. *Procedia Engineering*. 68(2013), 379-384.
- Arash Arami-Niya, Wan Mohd Ashri Wan Daud, Farouq S. Mjalli, faisal Abnisa, Mohammad Saleh Shafeeyan. (2012). Production of microporous palm shell based activated carbon for methane adsorption: modeling and optimization using response surface methodology. *Chemical Engineering Research and Design*. 90(2012), 776-784.
- Cocommunity, T. (2016, August 1). Initiatives Towards Product Diversification Seek Out Viable Opportunities in the Coconut Industry. *Monthly Newsletter of the Asian and Pacific Coconut Community*. XLVI(8), 1-32.
- Hung, J. J. (2012). The Production of Activated carbon from Coconut Shells Using Pyrolysis and Fluidized Bed Reactors. Arizona: The University of Arizona. <http://hdl.handle.net/10150/243968>. [31 August 2017]
- J. Lehmann and S. Joseph. (2009). *Biocha for environmental management*. London: Earthscan publishes in association with the International Institute for Environment and Development.
- Kalyanapu Venkateswara Rao, A.H.L.Swaroop, Dr.P.Kodanda Rama Rao, Ch.Naga Bharath. (2015). Study on Strength Properties of Coconut Shell Concrete. *International Journal of Civil Engineering and Technology (IJCIET)*. 6(3), 42-61.
- Kittiphop Promdee, Jirawat Chanvidhwatanakit, Somruedee Satitkune, Chakkrich Boonmee, Thitipong Kawichai, Sittipong Jarernprasert, Tharapong Vitidsant. (2017). characterization of carbon materials and differences from activated carbon particle (ACP) and coal briquettes product (CBP) derived from coconut shell via rotary kiln. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 75(2017), 1175-1186.
- Mark Gale, Tu Nguyen, Marissa Moreno, and Kandis Leslie Gilliard-AbdulAziz. (2021). Physiochemical Properties of Biochar and Activated Carbon from Biomass Residue: Influence of Process Conditions to Adsorbent Properties. *ACS Omega*. 6(2021), 10224-10233.
- Mizi Fan, Dasong Dai, and Biao Huang. (2012). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibers. <http://www.intechopen.com/books/fourier-transform-materials-analysis/fourier-transform-infrared-spectroscopy-for-natural-fibre>. [23 May 2012]
- Mohammad Hadi, Dehghani, Imran Ali, Mohsen Heidari, Mika Sillanpaa. (2020). Methods for preparation and activation of activated carbon: a review. *Environmental Chemistry Letters*. <https://www.researchgate.net/publication/338395251>. [March 2020]
- Noor Hidayu Abdul Rani, nor Fadilah Mohammad, Sharmeela Matali and Sharifah Aishah Syed A. kadir. (2014). Preparation and characterization of activated carbon made from oil palm empty fruit bunch. *Engineering Materials*. 594-595(2014), 44-48.
- Osman NB, Shamsuddin N, Uemura Y. (2016). Activated carbon of Oil Palm Empty Fruit (EFB); Core and Shaggy. *Procedia Engineering*. 148(2016), 758-764.

- Pradhan, S. (2011). Production and characterization of Activated Carbon produced a suitable Industrial sludge. Odisha, India: Department of Chemical Engineering National Institute of Technology Rourkela.
- Roosbeh Hoseinzadh Hesas, Arash Arami-Niya, Wan Mohd Ahri Wan Daud and J. N. Sahu. (2013). Preparation and Characterization of Activated Carbon from Apple Waste by Microwave-Assisted Phosphoric Acid Activation: Application in Methylene Blue Adsorption. *BioResources*. 8(2), 2950-2966.
- S. Matali, S. A. Khairuddin, A. S. A. K. Sharifah, and A. R. Hidayu. (2013). Removal of selected gaseous effluent using activated carbon derived from oil palm waste: An Overview. Kuching, Sarawak: IEEE Symposium on Business, Engineering and Industrial Applications.
- Shilpi Kushwaha, P. Padmaja, G. Sreelatha. (2012). physical and chemical modified forms of palm shell preparation, characterization and preliminary assessment. <https://www.research.net/publication/257594337>. [February 2012].