

ANALISIS STRUKTUR MIKRO DAN STRUKTUR KRISTAL KARBON TEMPURUNG KELAPA DAN POLIVINIL ALKOHOL (PVA) PADA TEMPERATUR TINGGI

Meytij Jeanne Rampe¹, Bambang Setiaji² dan Wega Trisunaryanti², Triyono²

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Manado

²Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada

ABSTRACT

Rampe et al., Micro structure analysis and crystal structure of coconut shell carbon and polivinil alcohol (PVA) at high temperature

Have been done conducted by micro structure study and crystal structure of coconut shell of coconut carbon and of polivinil alcohol. This research studied using alcohol polivinil (PVA) as material for stimulating growth of carbon crystal structure. Method of pelarut and calsination, temperature sintering 1500 oC and time heating done by process technology. Method analyse SEM-EDS for the examination of micro structure and chemical composition and also XRD for the examination of carbon product material crystal structure. Product characterized show particle swampy forest which not yet uniform and structure of semi-kristalin.

Keywords: carbon, coconut shell, SEM-EDS, XRD

ABSTRAK

Rampe dkk., Analisis struktur mikro dan struktur kristal karbon tempurung kelapa dan polivinil alcohol (PVA) pada temperature tinggi

Telah dilakukan kajian struktur mikro dan struktur kristal dari karbon tempurung kelapa dan polivinil alcohol (PVA). Penelitian ini mempelajari penggunaan polivinil alkohol (PVA) sebagai bahan untuk menstimulasi pertumbuhan struktur kristal karbon. Metode pelarut dan kalsinasi, sintering temperatur 1500 °C dan lama pemanasan dilakukan pada teknologi proses. Metode analisis SEM-EDS untuk pengujian struktur mikro dan komposisi kimia serta XRD untuk pengujian struktur kristal material produk karbon. Karakter produk yang dihasilkan menunjukkan sebaran partikel yang belum seragam dan struktur semi-kristalin.

Kata kunci : karbon, tempurung kelapa, SEM-EDS, XRD

PENDAHULUAN

Material karbon merupakan salah satu jenis material yang cukup potensial penggunaannya dalam bidang rekayasa dan konstruksi. Material karbon yang digunakan biasanya alotrop dari makromolekul yang tersusun atas atom-atom karbon. Atom-atom karbon tersebut membentuk struktur molekul yang unik. Struktur ikatan kimia yang terbentuk memberikan kontribusi terhadap sifat-sifat unggul material karbon. Fungsi dan sifat sebuah material erat kaitannya dengan cara struktur ikatan kimia terbentuk (Askeland, 1996; Adamson, 1990; Rampe

dkk., 2013). Material karbon memiliki beberapa jenis allotrop (bentuk material karbonyang berbeda struktur ikatan kimianya), di antaranya grafit, intan, *black carbon*, *fullerene*, *carbon nano tube* (CNT).

Dalam industri, yang disebut karbon adalah cuplikan karbon yang telah dipanaskan pada temperatur 1000-1300 °C sedangkan grafit adalah cuplikan karbon yang telah dipanaskan pada temperatur 2500 °C ke atas. Grafitisasi adalah pemberian panas pada bahan yang telah mengalami karbonisasi di mana material yang tidak dikehendaki seperti hidrogen, sulfur dan unsur lain yang masih tertinggal secara perlahan-lahan akan terusir

ke luar. Pada proses ini terjadi perubahan struktur dari turbostatik menjadi struktur dengan tingkat keteraturan yang lebih baik, yaitu struktur kristal grafit (Tae-Hwan dkk., 2002; Rampe dkk., 2010; Rampe dkk., 2011b). Perlakuan panas grafitisasi lebih sering dilakukan pada temperatur tidak kurang dari 2500 °C. Pada umumnya pembuatan grafit dilakukan dengan pemanasan senyawa-senyawa karbon aromatis pada temperatur tinggi hingga 3000 °C.

Komposisi utama tempurung kelapa terdiri dari selulosa, lignin, hemiselulosa dengan kandungan atom-atom C, O, H dan N. Material-material organik ini mengandung gugus fungsional seperti hidroksil (R-OH), alkana (R-(CH₂)_n-R'), karboksil (R-COOH), karbonil (R-CO-R'), ester (R-CO-O-R'), gugus eter linear dan siklik (R-O-R') dengan variasi jumlah (van der Marrel dan Beutelspacher, 1976; Rampe dkk., 2011a; Rampe dkk., 2011c). Reaksi kimia yang paling umum adalah pembakaran, yang merupakan kombinasi dari bahan bakar dengan oksigen untuk membentuk senyawa produk. Transformasi kimia ini merupakan energi potensial pada skala molekul, dalam hal ini berhubungan dengan posisi atom dan struktur molekul.

Arang adalah suatu bahan padat yang berpori dan merupakan hasil pemanasan dari bahan yang mengandung unsur karbon. Sebagian besar dari pori-porinya masih tertutup dengan hidrokarbon, tar dan senyawa organik lain dan komponennya terdiri dari karbon terikat, abu, air, nitrogen dan sulfur (Marsh & Rodrigues-Reinoso, 2005; Rampe dkk., 2013). Arang dapat dibuat dengan pemanasan langsung atau tidak langsung dalam timbunan maupun tanur. Pada proses peruraian ini selain arang dapat dihasilkan produk lain berupa destilat dan gas. Produk yang memiliki nilai komersial terutama adalah arang.

Polivinil alkohol (PVA) sebagai perekat organik (Kishimoto dkk., 2003; Billmeyer, 2000) yang bersifat inert telah digunakan untuk mendapatkan produk material karbon dengan massa jenis tinggi (Jayaraman dkk., 2007). Lebih lanjut melaporkan bahwa temperatur sintering meningkat dan adanya perekat polivinil alkohol mempengaruhi terjadinya pertumbuhan butir produk karbon lebih lanjut dengan ukuran butir lebih besar. Tujuan

penelitian ini adalah untuk mempelajari penggunaan polivinil alkohol (PVA) sebagai bahan yang menstimulasi pertumbuhan struktur kristal karbon.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah arang hasil pirolisis tempurung kelapa dari PT *Tropica Nucifera Industry*, Bantul, Yogyakarta Bahan kimia dalam penelitian ini bersifat pro analisis seperti HCl, PVA, etanol dan aseton. Gas nitrogen dan gas Argon diperoleh dari PT Aneka gas Putera Gas Mandiri. Indikator universal dan kertas Whatmann no. 42. Peralatan yang digunakan meliputi sejumlah alat gelas yang umum dipakai dalam laboratorium, mortar agat, ayakan 100 mesh dan 250 mesh (USA *standard Testing Sieve*), oven model *gravity convection*, tungku listrik Carbolite model 2132 (Max Temperature 1200 °C), *tube furnace-thermolyne* (Sybron) Type 21100, Neraca AND GR-200, termometer, penjepit, magnet, cetakan pelet, *disk mill*, *hot plate (stir & heat)*, Tarno Grocki model 312 max 20 tonl, *Carbolite-Edwards Pirani 501 A6D*, *Buehler Ltd*, *Scanning Electron Microscopy (SEM) JEOL JSM-6360LA*, *Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) Sistem JEOL JED-2300*, *X-Ray Diffraction (XRD) Goniometer type*.

Persiapan arang

Proses pirolisis tempurung kelapa dilakukan menggunakan reaktor pirolisis yang terdapat di PT *Tropica Nucifera Industry* Bantul- Yogyakarta. Tempurung kelapa dari jenis kelapa-dalam merupakan bahan baku utama sampel penelitian. Adapun teknik pengambilan sampel secara random. Arang tempurung kelapa dari hasil pirolisis tersebut dibersihkan dari arang sabut yang melekat dengan menggunakan pisau, kemudian dibuat kepingan-kepingan dengan ukuran lebih kecil dengan cara menumbuk menggunakan lumpang porselin. Kepingan halus arang tempurung kemudian dihaluskan menjadi serbuk dan diayak dengan ayakan 100 mesh untuk menyeragamkan ukuran partikel sehingga diperoleh serbuk karbon dengan ukuran partikel lolos ayakan 100 *mesh*.

Selanjutnya serbuk arang lolos dimasukkan ke reaktor kalsinasi *tube furnace*. Arang dikalsinasi pada temperatur 600 °C selama 3 jam dihitung saat tercapainya temperatur tersebut, dengan dialiri gas N₂ (Anirudhan dkk., 2009). Arang hasil kalsinasi dilakukan pemurnian dari mineral anorganik seperti: Mg, Al, K, Ca, dan Fe. Dimana serbuk arang tersebut direndam selama 24 jam dengan HCl 1 M pada temperatur kamar. Kemudian arang dicuci dengan akuades sampai air cucian menunjukkan pH konstan, selanjutnya dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama semalam (Fraga dkk., 2002; Seok-Jin dkk., 2005). Selanjutnya arang hasil pemurnian serbuk karbon lolos ayakan 100 mesh dimasukkan ke reaktor kalsinasi *tube furnace*. Karbon dikalsinasi pada temperatur 750°C selama 3 jam dihitung saat tercapainya temperature tersebut, dengan dialiri gas N₂ (Anirudhan dkk., 2009; Tae-Hwan dkk., 2002).

Sintesis kokas

Sintesis kokas dilakukan dengan metode pelarut, sebanyak 2,5-7,5% berat (0,25-0,75 g) polivinil alkohol (PVA) dengan karbon tempurung kelapa hasil kalsinasi dilarutkan dalam akuades (2,5-10 mL) pada temperatur 80 °C, diaduk selama 60 menit hingga terhidrolisis sempurna (Reed, 1989). Sistem larutan polivinil alcohol (PVA) dicampur dengan karbon hasil kalsinasi, dengan proses pencampuran hingga campuran homogen, selanjutnya dikeringkan pada suhu kamar selama semalam.

Selanjutnya hasil dari kedua metode pencampuran tersebut dicetak dengan menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter dalam ~ 15 mm. Pemadatan

dilakukan dengan penekanan pada satu arah dengan alat Tarno Grocki model 312 dengan gaya tekan sebesar 10 ton. Proses ini menghasilkan sampel berupa pellet (*green compact*). Sampel yang diperoleh dengan cara ini kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama 24 jam, dan dilanjutkan proses pengeringan dalam oven pada suhu 110 °C selama 4 jam. Sampel yang didapat dengan cara ini selanjutnya dimasukkan ke dalam tungku untuk sintering. Sampel menjalani proses sintering pada temperatur 1000 °C dan waktu penahanan selama 3 jam di dalam tungku *Carbolite*, pendinginan dalam tungku (*annealing*) (Ebner dkk., 2004; Buchman dkk., 2007).

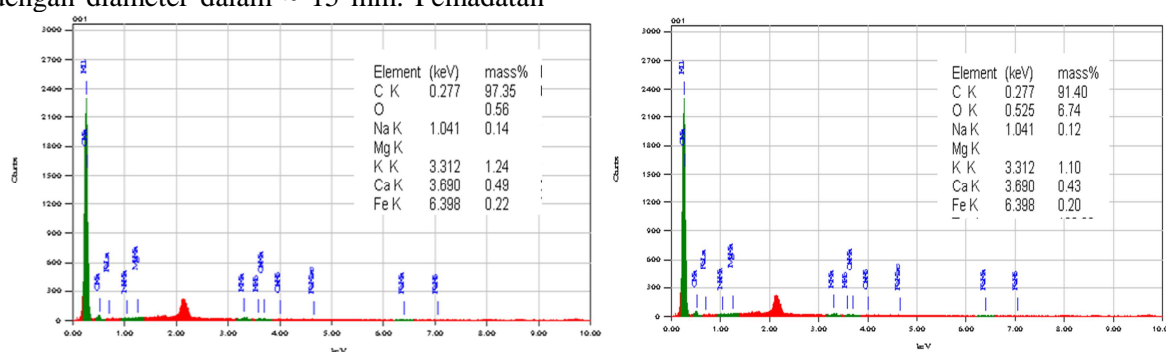
Sintesis karbon struktur

Kokas dipanaskan kembali pada temperatur sintering 1500 °C, dengan laju pemanasan 10 °C/menit, atmosfer gas Argon dan waktu penahanan 3 jam di dalam tungku *Carbolite*, dengan pendinginan dalam tungku (*annealing*).

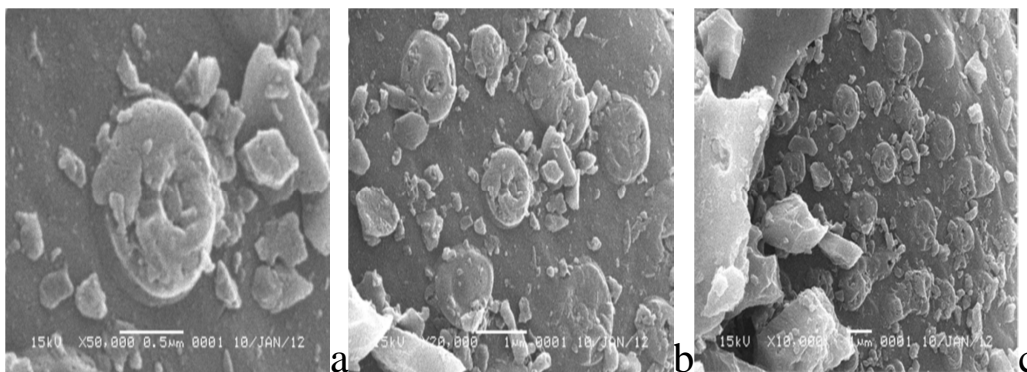
HASIL DAN DISKUSI

Analisis unsur dan struktur permukaan spektrum SEM-EDS

Struktur permukaan produk karbon dari arang tempurung kelapa-polivinil alkohol (PVA) yang telah disintering pada temperatur 1500 °C, dengan aliran gas argon yang dihasilkan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang dirangkaikan dengan *Energy Dispersive Spektroskopi* (EDS) diberikan dalam Gambar 1 (a, dan b) dan hasil analisis unsur EDS.



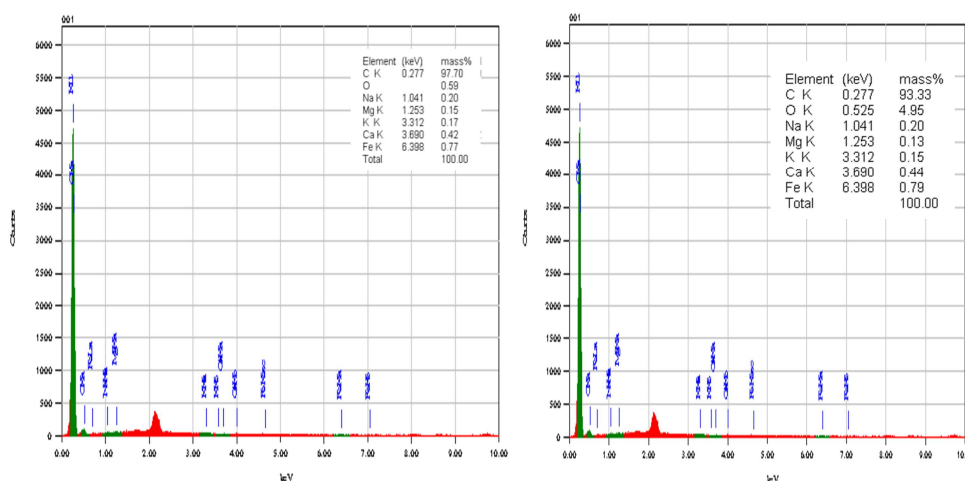
Gambar 1. Spektrum EDS produk material karbon dari arang tempurung kelapa-PVA (5 % massa) yang disintering pada temperatur 1500 °C.



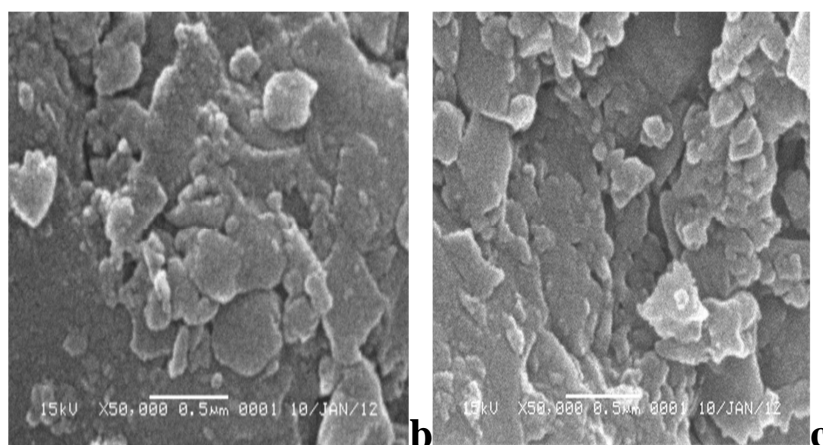
Gambar 2. Morfologi permukaan SEM material karbon tempurung kelapa-PVA (5% massa) yang disintering pada temperatur 1500 °C: pembesaran (a) 50.000x, (b) 20.000x, dan (c) 10.000x.

Gambar tersebut menunjukkan sebaran partikel karbon yang tidak seragam dengan unsur utama penyusun material karbon. Gambar 1 menunjukkan bahwa struktur permukaan material karbon yang disintering pada temperatur 1500 °C dengan konsentrasi 5% PVA, dengan gas argon. Gambar SEM ini menunjukkan sebaran partikel yang tidak seragam. Identifikasi unsur utama karbon penyusun material karbon digunakan SEM-EDS. Hasil identifikasi menunjukkan penyusun utama rerata unsur karbon yaitu sebesar 94,375% massa dan masih terdapat unsur-unsur yang secara umum

terdapat pada arang tempurung kelapa yaitu oksigen, O sebesar 3,65% massa; natrium, Na sebesar 0,13% massa; magnesium; kalium, K sebesar 1,17% massa dan kalsium, Ca sebesar 0,5% massa. Hasil pengujian analisis unsur menggunakan EDS dari material karbon yang disintering pada temperatur 1500 °C PVA sebesar 7,5% meliputi rerata unsur karbon, C sebesar 95,515% massa; oksigen, O sebesar 0,745% massa; kalium, K sebesar 0,16% massa; kalsium, dan Ca sebesar 0,45% massa (Gambar 3).



Gambar 3. Spektrum EDS material karbon dari arang tempurung kelapa-PVA (7,5 % massa) yang disintering pada temperatur 1500 °C.



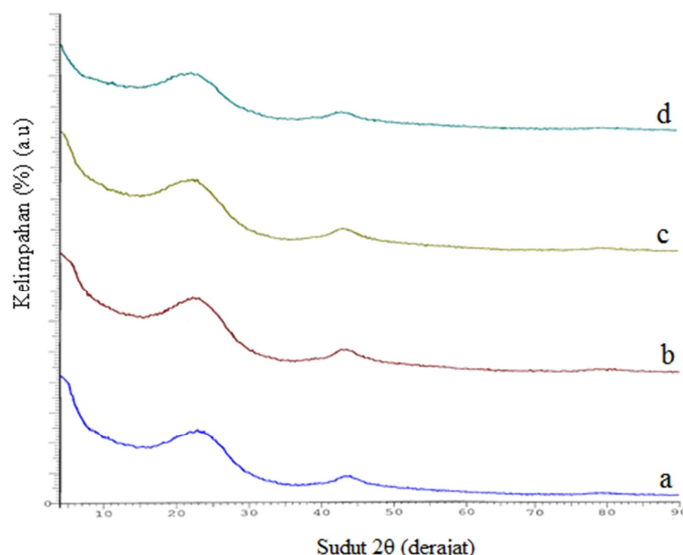
Gambar 4. Morfologi permukaan SEM material karbon dari arang tempurung kelapa-PVA, pembesaran 50.000x: (a) material karbon yang disintering temperatur 1500 °C (PVA 5% massa), (b) PVA 7,5% massa).

Gambar 2. menampilkan morfologi permukaan material karbon tempurung kelapa-PVA (5%) dengan berbagai pembesaran dan Gambar 4. material karbon dengan konsentrasi PVA sebesar 7,5% dengan pembesaran 50.000x. Hasil analisis menunjukkan sebaran partikel yang tidak seragam dan bentuk partikel yang berbentuk sferik/silinder (Rampe dkk., 2011).

Analisis X-ray diffraction (XRD)

Gambar 5. menunjukkan hasil analisis difraksi sinar X dari arang tempurung kelapa sebagai material dasar sampai produk karbon yang disintering pada temperatur 1500 °C memberikan nilai d (Å) menunjukkan struktur semi-kristalin grafit (Yin dkk., 2009). Pada

temperatur sintering 1500 °C terjadi penurunan jarak antar lapisan (d) dan bertambah diameter kristal dan tinggi rata-rata susunan lapisan karbon aromatik (L_c), terjadi pengembangan susunan lapisan struktur kristal. Selanjutnya peningkatan temperatur menyebabkan terjadi peningkatan ukuran kristal dan penghilangan cacat karena terjadi peningkatan dalam penataan kembali struktur atom-atom karbon material karbon. Peningkatan L_c dengan peningkatan temperatur maka terjadi pertumbuhan bidang kristal dan pembentukan lapisan kristal. Struktur karbon amorf diubah menjadi karbon semi-kristal dengan derajat struktur turbostatik. Selanjutnya perubahan struktur internal karbon dengan posisi keseimbangan atom karbon (Rampe dkk., 2011).



Gambar 5. Difraktogram XRD arang tempurung kelapa-polivinil alkohol (PVA) yang telah disintering pada temperatur 1500 °C dengan metode pelarut: (a) arang material dasar, (b) PVA 2,5% massa, (c) PVA 5 % massa, dan (d) PVA 7,5 % massa.

KESIMPULAN

Hasil analisis SEM-EDS menunjukkan sebaran partikel yang tidak seragam dengan rerata unsur karbon 94,375% massa (5% PVA) dan 95,515% massa (7,5% PVA) dan XRD dengan struktur semi-kristalin.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., 1990. *Physical Chemistry of Surface*, Fifth Edition, New York: John Wiley & Sons.
- Anirudhan, T.S., Sreekumari, S.S., & Bringle, C.D. 2009. Removal of Phenol from Water and Petroleum Industry Refinery Effluents by Activated Carbon Obtained from Coconut Coirpith, *Adsorption*, 15, 439-451.
- Askeland, R.R. 1996. *The Science and Engineering of Materials*, Third Edition, USA: Nelson Thomes.
- Buchman, A. & Bryant, R.G. 1999. Molded Carbon-Carbon Composite Based on Microcomposite Technology. *App. Comp. Mat.*, 6, 309-326.
- Ebner, F., Hofer, C & Maurer, E.M., 2004, Conversion of Carbonaceous Material to Graphite Within the Grey Wache Zone of the Eastern Alps, *Int. J. Earth Sci. (Geo Rundsch)*, 93, 959-973.
- Fraga, M.A., Jordao, E., Mendes, M.J., Freitas, M.M.A., Faria, J.L., & Figueredo, J.L. 2002, Properties of Carbon-Supported Platinum Catalysts: Role of Carbon Surface Sites, *J. Catal.* 209, 355-364.
- Jayaraman, V., Krishnamurthy, D., Ganesan, R., Thiruvengadasami, A., Sudha, R., Prasad, M.V.R., & Guanasekaran, T. 2007. Development of Ytria-doped Thoria Solid Electrolyte for use in Liquid Sodium System, *Ionics*, 13, 299-303.
- Kishimoto, Y., Yamashita, O. & Makita, K. 2003. Magnetic Properties of Sintered Sendust Alloys using Powders Granulated by Spray Drying Method, *J. Mater. Sci.* 38, 3479-3484.
- Lalena, J.N., D.A Cleary, D.A., Carpenter, E.E., & Dean, N.F. 2008. *Inorganic Materials Synthesis and Fabrication*. USA: John Wiley & Sons.
- Marsh, H & Rodriguez-Reinoso, F., 2005, *Activated Carbon*, Elsevier Science & Technology Books.
- Rampe, M.J., Setiaji, B., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2011. Fabrication and Characterization of Carbon Composite from Coconut Shell Carbon, *Indo. J. Chem.* 11, 124-130.
- Rampe, M.J., Setiaji, B., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2011a. The Characteristic of Polyvinyl Alcohol-Carbon from Coconut Shell Carbon, *Proceeding, The International Conference on*

- Bioscience and Biotechnology (ICBB) UIN Yogyakarta, October 11th – 12th 2011, P-73 – P-78.
- Rampe, M.J., Setiaji, B., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2011b. Effect of Carbonization Temperature on Physical Properties of Coconut Shell Carbon, *Proceedings, The International Conference on Basic Science (ICBS) UB Malang*, 555-559.
- Rampe, M.J., Setiaji, B., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2011c. The Infrared Absorption Spectral Changes of Coconut Shell with Polyvinyl Alcohol Stimulant, *Proceeding, The 1st International Conference on Materials Engineering (ICME) FT UGM Yogyakarta*, 153-158.
- Rampe, M.J., Setiaji, B., Trisunaryanti, W. & Triyono. 2010. The Effect of Temperature on the Crystal Growth of Coconut Shell Carbon, *Proceeding, The third International Conference and Natural Sciences (ICMNS) ITB Bandung*, 276-284.
- Rampe, M.J., Tiwong, V.A. & Rampe, H.L., 2013, Potensi Arang Hasil Pirolisis Tempurung Kelapa Sebagai Material Karbon. *J. Sainsmat*, 191-197.
- Seok, J.S., Jung, S.C., Ko, Y.C. & Sun, D.S., 2005, Development of Carbon Dioxide Adsorbents Using Carbon Materials Prepared Coconut Shell, *Korean J. Chem. Eng.* 22, 291-297.
- Tae-Hwan, K., Lakshmi, S.J., Seok-Jin & Dong, K.J. 2002. The Pore Mouth Tailoring of Coal and Coconut Char Through Acid Treatment Followed by Coke Deposition, *J. Porous Mat.* 9, 279-286.
- Van der Marel, H.W. & H. Beutelspacher. 1976. *Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay Minerals and their Admixtures*. Amsterdam: Elsevier.
- Wang, F., Rozhin, A.G., Sun, Z., Scardaci, V., Penty, R.V., White, I.H., & Ferrari, A.C. 2008. Fabrication, Characterization and Mode Locking Application of Single-Walled Carbon Nanotube/Polymer Composite Saturable Absorbers, *Int. J. Mater. Form.* 1, 107-112.
- Wiratmoko, A., & Halloran, J.W. 2009. Fabricated Carbon from Minimally Processed Coke and Coal Tar Pitch as a Carbon-Sequestering Construction Material, *J. Mater. Sci.* 44, 2097-2100.
- Yin, Y., Zhang, J. & Sheng, C. 2009. Effect of Pyrolysis Temperature on the Char Micro-Structure and Reactivity of NO Reduction, *Korean J. Chem. Eng.* 26, 895-901.