

Pengaruh Waktu Redoks terhadap Tingkat Kemurnian Karbon Berbahan Dasar Tempurung Kelapa Hasil Karbonisasi *Simple Heating*

Zain Asrori ^{1)*}, Lailatin Nuriyah ²⁾, Djoko H Santjojo ²⁾, Masruroh ²⁾

¹⁾ Program Studi Magister Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang

²⁾ Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang

Diterima 28 Agustus 2013, direvisi 17 Oktober 2013

ABSTRAK

Telah dilakukan pemurnian karbon berbahan dasar tempurung kelapa hasil karbonisasi pemanasan sederhana dengan metode redoks. Proses reduksi oksigen dari karbon dilakukan pada suhu 350 °C dengan debit gas hidrogen 200 mL/menit dan 300 mL/menit serta variasi waktu reaksi 60 menit, 120 menit, dan 180 menit. Sintesis karbon melalui metode karbonisasi pemanasan sederhana menghasilkan kadar karbon (93,84 ± 2,21)%. Optimasi waktu metode redoks berhasil meningkatkan kadar kemurnian karbon hingga (97,87 ± 1,47)%. Kenaikan kadar karbon disebabkan oleh hilangnya beberapa gugus fungsi ikatan oksigen dengan karbon (C-O) dan sulfur (S-O) yang dibuktikan dari hasil uji FTIR.

Kata kunci : karbon, tempurung kelapa, redoks, optimasi waktu.

ABSTRACT

Purification of carbon from coconut shell has been done by redox reaction method. Carbon was produced with simple heating carbonization method at 700 °C. Oxygen reduction process from the carbon was carried at temperature of 350 °C for 200 mL/min and 300 mL/min with the H₂ flow rate for 60 min, 120 min, and 180 min. Synthesis of carbon through simple heating carbonization method obtaining (93,84 ± 2.21)% of carbon content. Redox time optimization method successfully increased levels of carbon purity up (97,87 ± 1.47)%. The increase in carbon content was caused by the loss of a functional group with carbon-oxygen bond (C-O) and sulfur (S-O), as evidenced from FTIR test results.

Keywords : carbon, coconut shell, redox, time optimization.

PENDAHULUAN

Keberhasilan pembuatan lapisan tipis *diamond like carbon* jenis amorf (*amorphous carbon* atau a-C) dengan menggunakan teknik *sputtering* salah satunya ditentukan oleh tingkat kemurnian karbon bahan target. Pemilihan tempurung kelapa sebagai bahan baku karbon didasarkan pada rendahnya rata-rata kadar air arang (2,95%), dan kadar abu (3,93%) bila dibandingkan dengan sumber

karbon organik lain seperti sengon, lamtoro, dan bakau [1].

Karbon disintesis dari material organik melalui beberapa metode karbonisasi, seperti karbonisasi pemanasan sederhana (*simple heating carbonization*) dan metode pirolisis sistem tertutup (*closed system*). Karbonisasi pemanasan sederhana adalah proses karbonisasi untuk mendekomposisi material yang mengandung senyawa karbon dengan menggunakan panas tanpa isolasi terhadap udara sehingga memungkinkan udara bisa tercampur ke dalam proses [2]. Dari analisis SEM-EDX diketahui bahwa rata-rata tingkat kemurnian karbon hasil karbonisasi pemanasan sederhana tempurung kelapa adalah 93,84%.

*Corresponding author :

E-mail: zend_fd@yahoo.com

Pemurnian karbon metode redoks adalah suatu metode yang menggunakan prinsip reaksi reduksi dan oksidasi. Senyawa organik tereduksi jika atom H diterima atau atom O hilang, sedangkan jika atom H hilang atau O diterima dikatakan mengalami oksidasi [3].

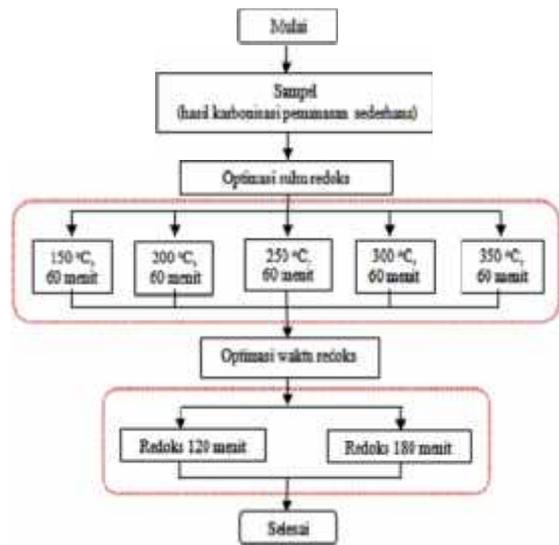
Penelitian yang dilakukan oleh Fadli [4], dimana karbon dimurnikan melalui pencucian larutan HCl 1 M, menghasilkan tingkat kemurnian karbon (C) sebesar 93,07% dan kandungan O₂ sebesar 6,93%. Optimasi waktu pada pemurnian karbon metode redoks diharapkan mampu mereduksi senyawa O₂ tersebut sehingga meningkatkan kemurnian karbon.

METODE PENELITIAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebuah reaktor redoks, termostat, stopwatch, manometer McLeod, ayakan ukuran 60 US mesh (250 mikron), timbangan analitik digital Sartorius BP160P, Scanning Electron Microscope (SEM) Hitachi Tabletop Microscope TM3000 dilengkapi sistem analisis Energy Dispersive Spectrometer (EDX) tipe SwiftED3000, dan Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu. Sedangkan bahan yang digunakan adalah Ultra High Purity (UHP) H₂ dan N₂ dan serbuk arang.

Serbuk arang hasil karbonisasi pemanasan sederhana dengan suhu maksimum 700 °C dan laju pemanasan (3,67±1,82) °C/menit yang telah dicuci dengan larutan HCl 1 M disaring dengan ayakan 250 mikron dan ditimbang massanya (0,5112 gram). Sampel kemudian ditempatkan pada wadah aluminium tahan panas untuk selanjutnya dimasukkan dalam reaktor redoks dan ditutup rapat. Reaktor redoks berbentuk tabung bertekanan rendah dengan lubang masukan gas dan lubang keluaran gas menyerupai *fluidized bed* [5].

Pada penelitian ini digunakan suhu 350 °C dari hasil optimasi suhu yang telah dilakukan sebelumnya. Kemudian dilakukan optimasi waktu dengan dipilih variasi waktu 60 menit, 120 menit, dan 180 menit. Proses optimasi waktu dijelaskan pada Gambar 1. Reaktor redoks kemudian dihubungkan dengan sumber tegangan listrik AC. Derajat panas yang ingin dicapai dimonitor melalui termostat.



Gambar 1. Diagram alir optimasi waktu pemurnian karbon metode redoks

Setelah reaktor mencapai suhu 350 °C, dialirkan gas nitrogen selama 10 menit. Tujuan dari aliran gas nitrogen ini adalah untuk menghilangkan uap air yang terbentuk dalam proses pemanasan awal. Selanjutnya dialirkan gas hidrogen dengan variasi kecepatan alir (debit) ditentukan sebesar 200 mL/menit dan 300 mL/menit. Tujuan dari aliran gas hidrogen ini adalah untuk mengurangi kadar oksigen dalam serbuk arang yang berbentuk senyawa karbon monoksida (CO) atau senyawa dan unsur lain yang mengandung oksigen. Gas hidrogen akan mengikat oksigen (reaksi oksidasi) sehingga karbon mengalami reaksi reduksi (pengurangan oksigen).

Sampel selanjutnya dianalisis menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui gambaran morfologi permukaan dan jenis unsur-unsur kimia yang terkandung di dalamnya dan uji FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh karbonisasi pemanasan sederhana terhadap tingkat kemurnian karbon. Dari hasil analisis SEM-EDX terhadap sampel hasil karbonisasi pemanasan sederhana didapatkan tingkat kemurnian karbon sebesar (93,84 ± 2,21)% (dalam % berat). Nilai tertinggi ini diperoleh dari proses karbonisasi suhu maksimum 700 °C dengan

laju pemanasan ($3,67 \pm 1,82$) °C/menit.

Berbeda dengan penelitian sebelumnya, dalam penelitian ini karbonisasi pemanasan sederhana dilakukan dengan menempatkan tempurung kelapa dalam wadah tertutup rapat. Tujuannya adalah membatasi keterlibatan oksigen dalam proses. Keterbatasan jumlah oksigen menyebabkan berkurangnya oksidasi arang sehingga produk dominan karbonisasi adalah karbon monoksida (CO). Persamaan (1) menjelaskan proses oksidasi karbon.



Tingkat kemurnian karbon dari arang hasil karbonisasi pemanasan sederhana dinyatakan sebagai persentase kadar karbon terikat (*fixed carbon*). Semakin besar persentase kadar karbon terikat maka semakin tinggi pula tingkat kemurnian karbon sampel tersebut. Tabel 1 menunjukkan hasil uji kadar karbon terikat pada sampel karbonisasi suhu maksimum 500 °C, 600 °C, dan 700 °C.

Tabel 1. Perbandingan nilai kadar karbon terikat.

Suhu Karbonisasi (°C)	Kadar abu (%)	Kadar karbon terikat (%)
500	$1,36 \pm 0,67$	$76,77 \pm 5,31$
600	$2,05 \pm 0,41$	$83,05 \pm 4,36$
700	$1,43 \pm 0,47$	$85,78 \pm 4,21$

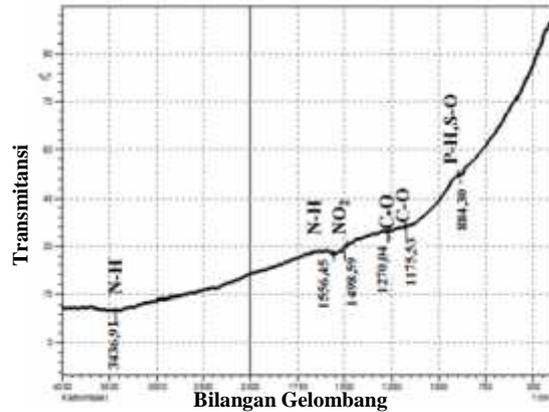
Dari Tabel 1 terlihat bahwa kualitas arang hasil karbonisasi pemanasan sederhana sudah cukup baik karena mempunyai kadar abu rendah ($1,43 \pm 0,47$)% dan kadar karbon terikat tinggi ($85,78 \pm 4,21$)%. Meskipun demikian menurut Wasa dan Hayakawa (1992) karbon sebagai bahan target deposisi *sputtering* seharusnya mempunyai tingkat kemurnian hingga 99,99%.

Pengaruh optimasi waktu metode redoks terhadap tingkat kemurnian karbon. Reaksi reduksi diperlukan untuk mengurangi kadar oksigen dalam sampel. Reaksi yang terjadi dalam reaktor redoks adalah :



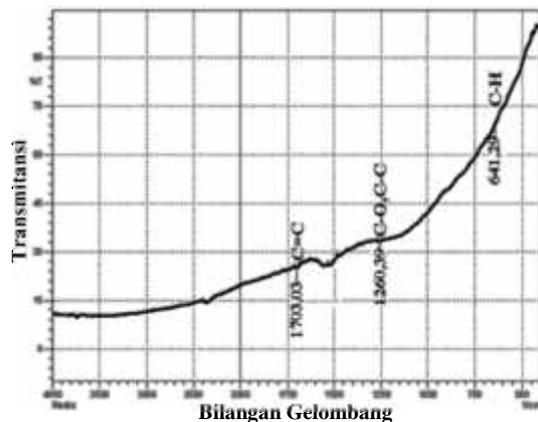
Gas hidrogen yang dialirkan dalam reaktor redoks berperan sebagai reduktor atau

pereduksi. Sedangkan oksigen bertindak sebagai oksidator. Hasil akhir dari reaksi redoks adalah unsur karbon (C). Sedangkan uap air (H₂O) terlepas dan hilang karena pengaruh panas reaktor dan keluar melalui pipa buang gas hidrogen.



Gambar 2. Hasil uji FTIR pada sampel hasil karbonisasi pemanasan sederhana suhu 700 °C dengan laju pemanasan ($3,67 \pm 1,82$) °C/menit

Dari analisis SEM-EDX diketahui kadar karbon sampel dengan waktu reaksi 180 menit dan laju alir gas H₂ 200 mL/menit adalah ($96,99 \pm 1,21$)%. Sedangkan waktu reaksi 120 menit menghasilkan kadar karbon sebesar ($96,89 \pm 1,09$)%. Dari kedua waktu reaksi tersebut, kadar karbon hanya berselisih 0,10%. Hasil terbaik diperoleh dari waktu reaksi 180 menit dengan debit H₂ 300 mL/menit yaitu sebesar ($97,87 \pm 1,47$) %.



Gambar 3. Hasil uji FTIR sampel hasil optimasi waktu redoks 180 menit, suhu reaksi 350 °C, dan debit H₂ 300 mL/menit.

Berdasarkan perbandingan hasil uji FTIR antara sampel hasil karbonisasi pemanasan sederhana suhu 700 °C dan laju pemanasan (3,67±1,82) °C/menit (Gambar 2) dengan sampel hasil optimasi waktu redoks 180 menit dengan suhu reaksi 350 °C dan debit H₂ 300 mL/menit (Gambar 3) diketahui terjadi penurunan jumlah gugus fungsi ikatan oksigen dengan karbon.

Dalam sampel hasil karbonisasi pemanasan sederhana (Gambar 2) oksigen berikatan dengan karbon dalam bentuk gugus asam karboksilat (C-O) di spektrum 1270,04 cm⁻¹, anhidrid (C-O) di spektrum 1175,53 cm⁻¹, kelompok nitrogen (NO₂) di spektrum 1498,59

Tabel 2. Perbandingan gugus fungsi sebelum dan sesudah optimasi waktu redoks berdasarkan hasil uji FTIR.

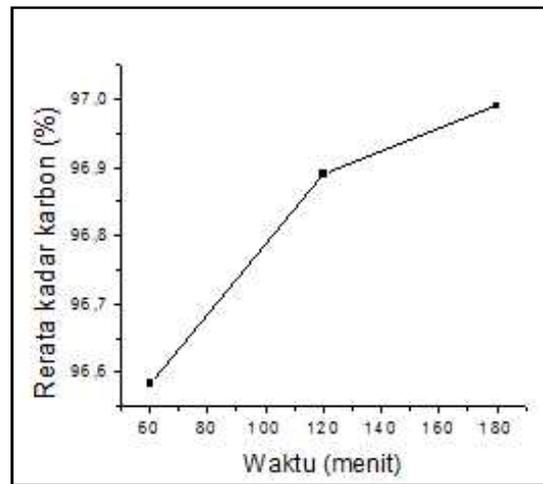
Sebelum redoks		Sesudah redoks	
Ikatan	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Ikatan	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)
N-H	3436,91	C=C	1703,03
N-H	1556,45	C-C, C-O	1260,39
NO ₂	1498,59	C-H	641,29
C-O	1270,04		
C-O	1175,53		
P-H, S-O	884,3		

Dalam sampel hasil karbonisasi pemanasan sederhana (Gambar 2) oksigen berikatan dengan karbon dalam bentuk gugus asam karboksilat (C-O) di spektrum 1270,04 cm⁻¹, anhidrid (C-O) di spektrum 1175,53 cm⁻¹, kelompok nitrogen (NO₂) di spektrum 1498,59 cm⁻¹, dan sulfonat (S-O) di spektrum 884,30 cm⁻¹.

Sedangkan pada hasil optimasi waktu 180 menit diketahui sampel hanya mempunyai 3 jenis gugus fungsi yaitu alkena (C=C) di spektrum 1703,03 cm⁻¹, keton (C-C) atau metil alkohol (C-O) di spektrum 1260,39 cm⁻¹, dan alkuna (C-H) di spektrum 641,29 cm⁻¹.

Ikatan antar karbon sp² (C=C) seringkali menunjukkan absorpsi karakteristik dengan kekuatan yang beranekaragam [6]. Dengan mempertimbangkan karakteristik absorpsinya yang tidak begitu kuat, dapat diambil kesimpulan bahwa spektrum 1703,03 cm⁻¹

adalah merupakan gugus fungsi alkena (C=C stretch) meskipun dari rentang nilai spektrum tabel referensi yang digunakan [7] termasuk dalam rentang spektrum gugus fungsi asam karboksilat (C=O stretch). Artinya reaksi redoks menghasilkan ikatan rangkap dua karbon sp² (C=C). Gas hidrogen dalam reaksinya dengan senyawa karbon organik dapat melepaskan oksigen dari gugus fungsi anhidrid (C-O stretch) dan sulfonat (S-O). Hal ini dapat dibuktikan dengan munculnya gugus fungsi alkuna dengan ikatan C-H pada spektrum 641,29 cm⁻¹. Kenaikan kadar karbon pada sampel hasil reaksi redoks terjadi karena berkurangnya ikatan oksigen dengan karbon. Oksigen hanya muncul pada spektrum 1260,39 cm⁻¹ dalam bentuk gugus fungsi alkohol (C-O).



Gambar 4. Grafik pengaruh optimasi waktu terhadap tingkat kemurnian karbon

Lepasnya oksigen dari ikatan C-O, NO₂, dan S-O menjadi C-H memerlukan energi yang disebut energi disosiasi. Energi disosiasi suatu ikatan adalah energi (dalam kilokalori per mol) yang diperlukan untuk memecahkan sebuah molekul menjadi radikal bebas pada ikatan tersebut. Dengan diketahuinya energi disosiasi dapat ditentukan nilai entalpi (H) yaitu jumlah energi dalam bentuk panas yang diserap atau dilepaskan. Besar energi disosiasi ikatan C-O (85,5 kkal/mol), NO₂ (143 kkal/mol), S-O (87 kkal/mol), dan C-H (99 kkal/mol). Jika diketahui nilai H_f CO = -221 kJ/mol (52,78 kkal/mol) maka diperlukan jumlah energi yang sama untuk dapat melepaskan ikatan tersebut. Reaksi redoks dengan suhu 350 °C selama 180 menit

menyediakan jumlah energi panas yang cukup dalam membantu tercapainya tingkat energi disosiasi yang diperlukan agar unsur oksigen terlepas dari karbon.

Variasi waktu reaksi redoks memberikan pengaruh terhadap tingkat kemurnian karbon. Semakin lama waktu reaksi menyebabkan semakin banyak unsur oksigen yang tereduksi atau terikat oleh gas hidrogen (Gambar 4).

Semakin lama reaksi redoks dilakukan maka akan meningkatkan kadar karbon yang dihasilkan karena reaksi yang terjadi menjadi semakin merata bukan hanya pada permukaan sampel tapi juga pada lapisan yang lebih dalam sehingga gas hidrogen akan mengikat oksigen lebih banyak.

KESIMPULAN

Optimasi waktu dalam metode redoks dapat menurunkan kadar oksigen dari 6,16% (sampel karbonisasi pemanasan sederhana) menjadi 2,13%. Artinya terjadi penurunan kadar oksigen dalam sampel sebesar 65,42%. Optimasi waktu terbaik didapatkan pada waktu reaksi 180 menit dengan suhu 350 °C dan debit H₂ 300 mL/menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih kami sampaikan kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan atas dukungannya melalui program Penelitian

Hibah Bersaing (PHB) yang didanai melalui DIPA Universitas Brawijaya No. 0636/023-04.2-16/15/2012 tanggal 9 Desember 2011 berdasarkan SK Rektor No. 058/SK/2012 tanggal 8 Februari 2012.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Damanik, S.E. (2009). Studi sifat hasil pembakaran arang dari enam jenis kayu. *Habonaron Do Bona* Edisi 2 Juli 2009.
- [2] Rosi, M. dkk. (2009). Sintesis nanopori karbon dari tempurung kelapa sebagai elektroda pada superkapasitor. *Jurnal Nano Saintek*. Edisi khusus Agustus, 26.
- [3] Fessenden, R.J., Fessenden, J. S. (1997). *Dasar-dasar Kimia Organik*. Binarupa Aksara. Jakarta.
- [4] Fadli, R. (2012). *Studi Awal Sintesis Karbon Dari Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Target untuk Pembuatan Diamond Like Carbon (DLC) Film*. Jurusan Fisika FMIPA Universitas Brawijaya. Malang.
- [5] Basu, P. (2006). *Combustion and Gasification In Fluidized Beds*. Taylor & Francis CRC Press Book. Boca Raton.
- [6] Nurlansi, Nasrudin (2011). *Spektrometri*. Unhalu Press. Kendari.
- [7] Glagovich, Neil (2013). *Infrared Spectroscopy: IR Absorptions for Representative Functional Groups*. <http://www.instruction.greenriver.edu/kmarr/chem%20162/Chem162%20Labs/Interpreting%20IR%20Spectra/IR%20Absorptions%20for%20Functional%20Groups.htm>, Last Updated: 02/28/2005 17:52:53.