

# Analisis Porositas, Tekstur, dan Morfologi Karbon Tempurung Nipah Hasil Pirolisis Suhu Tinggi Untuk Anoda Baterai Sekunder

**Theresia Evila Purwanti Sri Rahayu<sup>1\*</sup>, Mohammad Nurhilal<sup>2</sup>, Rosita Dwityaningsih<sup>3</sup>**

<sup>1, 3</sup>Program Studi Sarjana Terapan Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan, Politeknik Negeri Cilacap

<sup>2</sup>Program Studi D3 Teknik Mesin, Politeknik Negeri Cilacap

<sup>1,2,3</sup>Jln. Dr. Soetomo No.1 Karangcengis Sidakaya, Kabupaten Cilacap, 53212, Indonesia

**E-mail: theresiaevila@pnc.ac.id<sup>1</sup>, mohammadnurhilal76@pnc.ac.id<sup>2</sup>, rosita.dwityaningsih@pnc.ac.id<sup>3</sup>**

---

## Abstrak

---

### Info Naskah:

Naskah masuk: 9 Desember 2022

Direvisi: 9 Januari 2023

Diterima: 10 Januari 2023

Baterai ion litium adalah penyimpan energi elektrokimia yang utama saat ini yang telah digunakan secara luas untuk peralatan elektronik, kendaraan listrik, dan juga penyimpan energi terbarukan angin dan matahari. Baterai ion litium memiliki banyak keunggulan elektrokimia namun ketersediaan litium di alam berkurang dengan sangat cepat serta distribusinya tidak merata di seluruh dunia. Sodium menarik sebagai alternatif pengganti insersi litium untuk baterai sekunder karena ketersediaannya yang melimpah serta memiliki potensial reduksi oksidasi terhadap elektroda hidrogen standar hanya sebesar 0,3 volt lebih tinggi dari litium. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis karbon keras dari biomassa tempurung nipah menggunakan metode termal yaitu pirolisis suhu rendah (dibawah 200 oC) diikuti dengan pirolisis suhu tinggi (diatas 1000 oC). Karakterisasi dilakukan dengan analisis bilangan yodium untuk mengetahui porositas dan SEM-EDX untuk mengetahui tekstur dan morfologi. Hasil analisis bilangan yodium karbon hasil pirolisis sebesar 346,86 mg/g dan hasil SEM-EDX menunjukkan karbon memiliki struktur menyerupai perpaduan grafena dan karbon tabung nano.

---

## Abstract

---

### Keywords:

hard carbon;

battery;

SEM;

iodine number.

Lithium-ion batteries are the recent main store of electrochemical energy that have been widely used for electronic equipment, electric vehicles, and also renewable energy storage such as wind and solar. Lithium-ion batteries have many electrochemical advantages but lithium availability in nature is reduced very quickly and its distribution is uneven throughout the world. Sodium is attractive as an alternative to lithium insertion for secondary batteries because of its abundant availability and oxidation reduction potential to standard hydrogen electrodes only 0.3 volts higher than lithium. This study aims to synthesize hard carbon from nipah shell biomass using thermal methods of low-temperature pyrolysis (lower than 200 oC) followed by high-temperature pyrolysis (higher than 1000 oC). Characterization is carried out by iodine number analysis to determine porosity and SEM-EDX to determine texture and morphology. The result of the analysis of carbon iodine number is 346.86 mg/g while SEM-EDX analysis showed that carbon has a structure similar to a combination of graphene and nano-tube carbon.

---

**\*Penulis korespondensi:**

**Theresia Evila Purwanti Sri Rahayu**

E-mail: theresiaevila@pnc.ac.id

## 1. Pendahuluan

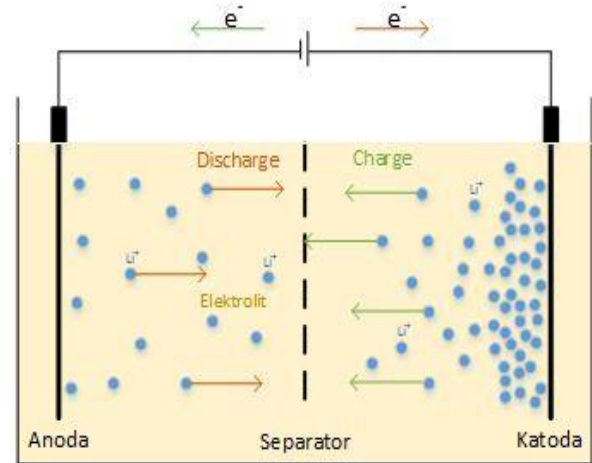
Pengembangan teknologi baterai sekunder isi ulang sendiri terus disempurnakan untuk memperoleh baterai yang memiliki performa tinggi namun harganya murah [1]. Parameter-parameter penentu performa baterai sekunder isi ulang (Tabel 1) antara lain meliputi: 1) voltase sel rata-rata; 2) hambatan dalam; 3) *self-discharge*; 4) siklus hidup; 5) toleransi *overcharge*; 6) energi spesifik (dapat dinyatakan dalam energi per berat/*gravimetric energy* satuan  $W.h.kg^{-1}$  atau energi per volume/*volumetric energy* satuan  $W.h.L^{-1}$ ) [2]. Baterai isi ulang dengan sumber terbarukan seperti biomassa sebagai bahan anodanya adalah sesuatu yang layak untuk dipelajari dan diteliti lebih dalam. Blomgren [3] telah mendaftarkan kekurangan-kekurangan dari baterai ion litium dan mengemukakan kemungkinan perbaikannya (dapat dilihat pada Tabel 2).

Baterai ion litium adalah penyimpan energi elektrokimia yang utama saat ini yang telah digunakan secara luas untuk peralatan elektronik portable (telepon genggam dan komputer), kendaraan listrik maupun *hybrid*, dan juga penyimpan energi terbarukan angin dan matahari. Kerapatan energi yang tinggi dari baterai ion litium menjadikan baterai ini penyuplai energi yang konsisten dalam jangka waktu yang panjang [4], [5]. Baterai ion litium mempunyai keunggulan yang tinggi dalam banyak aplikasi praktis dan obyek riset dan pengembangan. Dalam bidang industri mobil, komunikasi, penerbangan, dan lainnya, baterai ion litium merupakan subyek yang diteliti secara mendalam untuk menghasilkan baterai ion litium yang memiliki performa tinggi dengan harga murah [1].

Baterai litium tersusun dari 3 komponen utama yaitu anoda, katoda, dan elektrolit yang prinsip kerjanya

mengubah energi kimia menjadi energi listrik, serta komponen tambahan berupa separator dan kolektor arus [1], [6]. Secara singkat, prinsip kerja dari baterai ion litium ditunjukkan oleh Gambar 1.

Menurut Cheng [1], anoda untuk baterai ion litium harus berukuran nano sehingga memiliki ruang penyimpanan ion litium yang besar dan dengan demikian akan meningkatkan kecepatan difusi ion litium.



Gambar 1. Mekanisme transfer ion litium dan elektron pada saat pemuatan (*charge*) dan pemakaian listrik (*discharge*) pada baterai ion litium

Saat ini pengembangan anoda untuk baterai ion litium memiliki prospek yang lebih besar dibandingkan dengan katoda untuk menghasilkan anoda dengan performa tinggi

Tabel 1. Perbandingan performa, kelebihan, dan kekurangan berbagai jenis baterai sekunder isi ulang yang dikenal saat ini [1], [2]

Parameter	Jenis baterai sekunder					
	Asam timbal	Ni-Cd	Ni-MH	Li-ion	Li-polimer	Li-besi fosfat
<b>Voltase rata-rata (volt)</b>	2,0	1,2	1,2	3,6	1,8 – 3,0	3,2-3,3
<b>Hambatan dalam</b>	Rendah	Sangat rendah	Sedang	Tinggi	Tinggi	Tinggi
<b>Sel-discharge (%/bulan)</b>	2-4	15-25	20-25	6-10	18-20	Tidak tersedia
<b>Siklus hidup</b>	500-2000	500-1000	500-800	1000-1200	Tidak tersedia	1500-2000
<b>Toleransi overcharge</b>	Tinggi	Sedang	Rendah	Sangat rendah	Sangat rendah	Sangat rendah
<b>Energi per berat (<math>W.h.kg^{-1}</math>)</b>	30-45	40-60	60-80	120-160	120-210	100
<b>Energi per volume (<math>W.h.L^{-1}</math>)</b>	70-110	100-150	200-350	200-330	230-410	200
<b>Kelebihan</b>	biaya murah, stabilitas tinggi	performa <i>discharge</i> arus listriknya besar dan baik	performa baik pada suhu rendah	voltase kerjanya lebih tinggi jenis baterai sekunder lain	tidak bocor jika tertusuk sehingga lebih aman, lebih ringan, lebih kecil	murah, bahan tersedia melimpah, dan ramah lingkungan
<b>Kekurangan</b>	kepadatan energi rendah, menimbulkan polusi timbal	<i>memory effect</i> serius/ umur servis pendek, komponen kadmiumnya toksik	katalis logamnya mahal/ biaya produksi tinggi	tidak memiliki <i>memory effect</i>	tidak tersedia	tidak tersedia

Tabel 2. Kekurangan dalam baterai ion litium dan kemungkinan perbaikannya

Kekurangan	Lokasi/Komponen dalam Baterai	Kemungkinan perbaikan
Kerapatan energi / kapasitas energi yang rendah	Elektroda negatif (anoda dari bahan karbon)	Mengganti karbon dengan anoda paduan logam yang memiliki efisiensi coulomb yang tinggi, daya yang tinggi, irrevesibilitas rendah, harga murah, dan hilang voltase yang rendah.
Efisiensi coulomb yang rendah yang disebabkan oleh interfase elektrolit padat	Intefase antara elektroda negatif dengan elektrolit	Memperbaiki <i>coating</i> , perekat, dan atau zat aditif elektrolit.
Kapasitas spesifik yang rendah dan voltase terbatas	Elektroda positif (oksida logam transisi litium/logam posfat transisi litium)	Mengganti bahan katoda dengan material yang memiliki efisiensi coulomb yang tinggi, daya yang tinggi, irrevesibilitas rendah, harga murah, dan hilang voltase yang rendah.
Efisiensi coulomb yang rendah pada voltase yang tinggi sehingga membatasi kapasitas spesifik dan siklus hidup baterai serta meningkatkan impedansi sel setiap kali siklus	Intefase antara elektroda positif dengan elektrolit	Memperbaiki <i>coating</i> dari material katoda, perekat, dan atau aditif elektrolit yang dapat mencegah peningkatan impedansi ketika siklus, melarutkan ion logam transisi
Penetrasi partikel konduktif atau dendrit litium	Penyekat/pemisah	Memperbaiki <i>coating</i> penyekat/pemisah yang tidak mengimpedansi flux ion, difusi garam atau aliran fluida namun dapat meningkatkan kekuatan atau menggabungkan secara kimia dengan dendrit litium.
Biaya foil logam padat mahal dan mengambil energi karena sifatnya inert, namun harus cukup tebal untuk menghasilkan konduktansi panas dan listrik yang cukup.	Kolektor logam	Kolektor logam diperluas atau dilubangi (telah dipakai pada baterai litium primer dan baterai larutan sekunder)

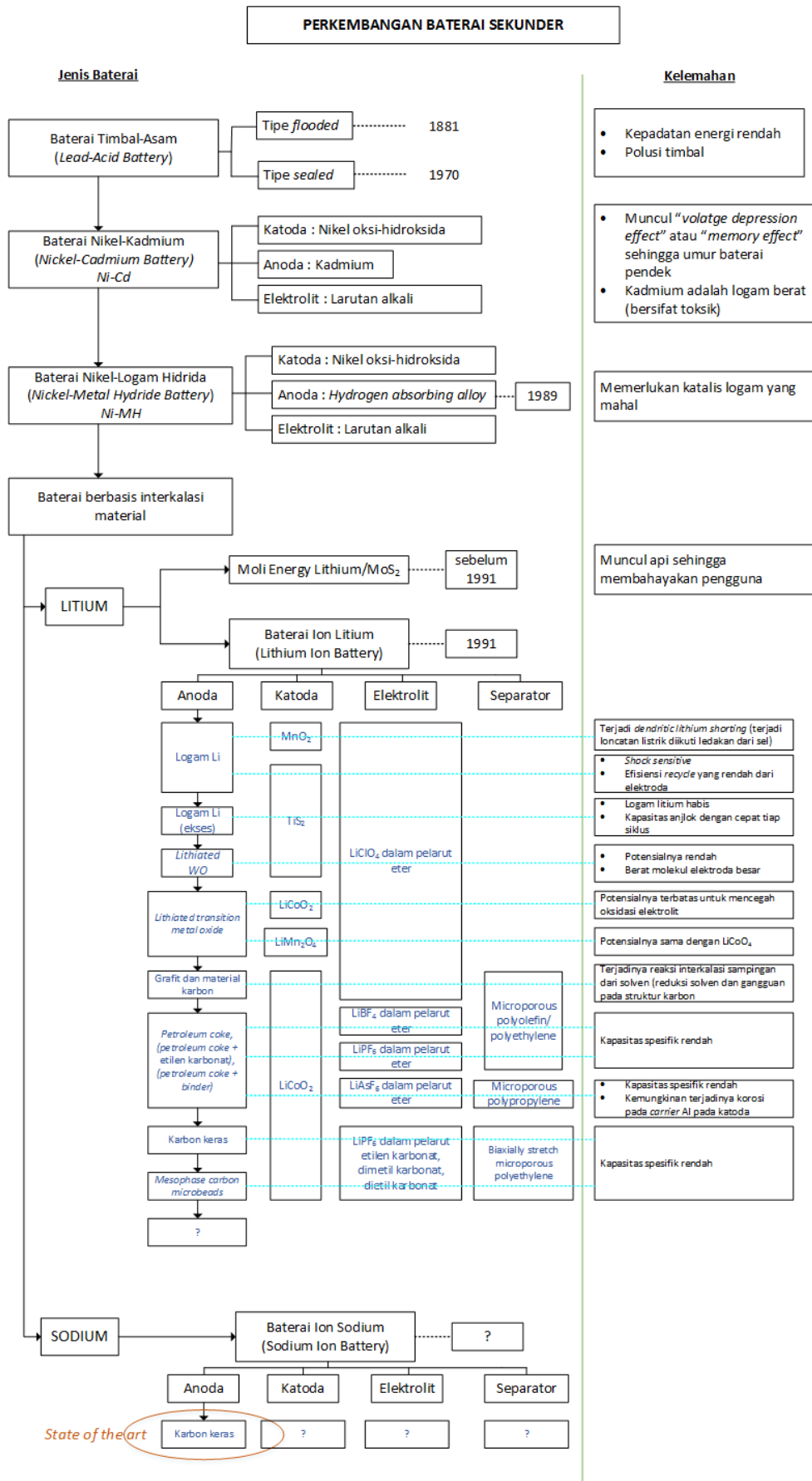
meliputi kapasitas spesifik yang tinggi, *coulombic efficiency* yang tinggi, kecepatan transfer elektron yang tinggi, daya yang tinggi, kerapatan energi yang tinggi, *cycle life* yang lama, serta aman digunakan [1], [2], [7]. Katoda yang umum digunakan saat ini adalah litium logam oksida ( $\text{LiMO}_2$ ) dengan logam seperti kobalt, nikel ataupun mangan dan litium besi oksida ( $\text{LiFeO}_4$ ) [1], [2]. Perkembangan penelitian mengenai baterai sekunder dan *state of the art* penelitian ini ditunjukkan dalam Gambar 3.

Litium merupakan unsur logam teringan yang memiliki banyak keunggulan elektrokimia diantaranya tegangan atau voltase yang tinggi, kerapatan energi yang tinggi, daya spesifik yang tinggi, memiliki suhu operasi yang lebar, dan ketahanan simpan muatan listrik yang baik. Kelebihan tambahan dari baterai ion litium yakni memiliki jari-jari atom yang kecil sehingga mampu memfasilitasi difusi atomnya ke dalam padatan, tetapi di sisi lain, baterai ion litium memiliki kelauman yakni ketersediaan litium di alam yang berkurang dengan sangat cepat serta distribusinya yang tidak merata di seluruh dunia [8].

Sodium merupakan unsur yang paling melimpah di urutan 6 di bumi sehingga menjadi alternatif yang menarik

terhadap litium. Potensial reduksi oksidasi dari sodium terhadap elektroda hidrogen standar hanya sebesar 0,3 volt lebih tinggi dari litium, yang menjadikan sodium sangat menarik untuk baterai sekunder sebagai alternatif pengganti litium.

Material anoda yang umum digunakan untuk baterai ion litium adalah grafit dimana insersi litium terjadi di antar lapisan grafena. Ion sodium lebih sulit terinterkalasi di dalam grafit sehingga secara praktis, material grafit tidak sesuai untuk baterai ion sodium. Interkalasi ion sodium dalam grafit kurang disukai sebagaimana halnya litium, hal ini dikarenakan ikatan antara ion sodium dengan grafit lebih lemah dibandingkan ion litium dengan grafit yang terkait dengan energi ionisasi yang dimiliki. Penggunaan karbon keras sebagai material anoda untuk proses elektrokimia insersi-ekstraksi ion sodium ( $\text{Na}^+$ ), pada kali pertama menghasilkan kapasitas spesifik *reversible* sebesar 300 mAh/g, lebih rendah dari kapasitas spesifik insersi ion litium pada grafit, namun menarik perhatian banyak peneliti untuk mempelajari material karbon ini [8].



Gambar 2. Skema perkembangan baterai sekunder sampai saat ini dan *state of the art* penelitian

Menemukan material elektroda negatif yang cocok lebih rumit dibandingkan material elektroda positif. Penelitian awal mengenai grafit dan material karbon telah menunjukkan bahwa ion litium dapat terinterkalasi di dalamnya namun proses ini dibarengi dengan adanya interkalasi samping yang terjadi pada molekul pelarut pada saat tereduksi dan mengganggu pembentukan struktur karbon [9].

Persyaratan umum dari material anoda baterai ion sodium meliputi kemampuannya untuk menyimpan ion sodium dalam jumlah yang cukup, memiliki potensial yang hampir sama dengan potensial logam sodium murni, memiliki kestabilan terhadap elektrolit, memiliki konduktivitas listrik dan ionik yang tinggi, serta biaya yang rendah dengan dampak lingkungan yang minimal. Material anoda yang digunakan untuk baterai ion sodium dapat diklasifikasikan menjadi 3 kategori berdasarkan mekanisme penyimpanan muatan yaitu material insersi (karbon dan titanium oksida), material konversi (logam transisi oksida dan sulfida), dan material perpaduan (unsur golongan 14 dan 15 yakni Si, Ge, Sn dan lainnya) [1], [4]. Material konversi dan perpaduan nampak menjanjikan sebagai material anoda baterai ion sodium tetapi jari-jari ion sodium yang lebih besar dari litium dapat menyebabkan pemuai volume yang cukup besar dalam setiap satuan sel dan kemungkinan terjadinya degradasi serta pengelupasan material anoda selama berlangsungnya siklus dapat menimbulkan *hysteresis* tegangan dan kapasitas *reversible* yang rendah. Material insersi jenis karbon seperti karbon keras, karbon lunak, dan grafit dapat menerima spesi ion tanpa mengalami perubahan volume yang signifikan selama proses insersi sodium (sodiasi) dan pelepasan sodium (desodiasi) [4]. Volume pori yang lebih besar serta jarak antar lapisan (*d-spacing*) yang lebih lebar yang dimiliki karbon keras memungkinkan sebuah karbon keras dapat memiliki kapasitas penyimpanan ion sodium yang lebih signifikan dibandingkan karbon lunak maupun grafit. Oleh karena itu, diantara semua alotrop (konfigurasi molekul) karbon, karbon keras memiliki sifat-sifat paling menjanjikan sebagai material anoda baterai ion sodium. Karbon keras dapat dibuat dari prekursor yang bersifat *thermosetting* dan material ini dapat diperoleh dari biomassa. Sifat-sifat kimia dan fisika karbon keras dari suatu biomassa memiliki pengaruh yang besar terhadap kemampuan penyimpanan ion sodium [4].

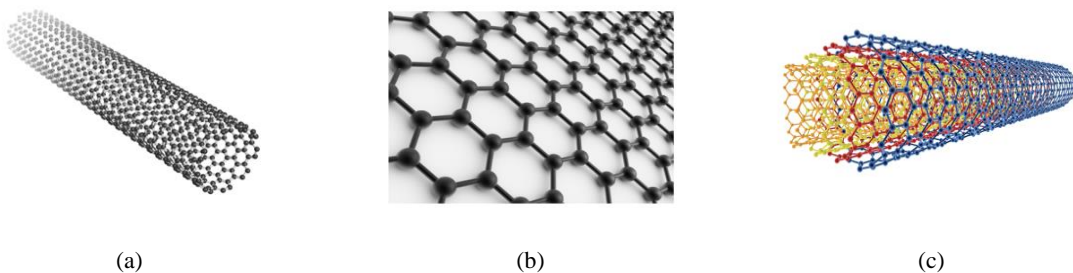
Karbon keras dapat dibuat dari biomassa karena biomassa memiliki potensi yang besar untuk meningkatkan kemampuan menyimpan energi berbasis ion sodium, selain itu juga dapat membantu menurunkan jumlah limbah

biomassa yang cukup besar yang dihasilkan setiap tahun [8]. Penggunaan biomassa sebagai bahan baku karbon keras juga diketahui sebagai alternatif yang sangat baik karena biayanya yang murah serta sifatnya yang *sustainable* (dapat selalu diperbarui) [5].

Karbon yang digunakan sebagai material anoda untuk baterai ion sodium telah banyak dipelajari antara lain sebagai karbon keras, arang karbon (*carbon black*), karbon *nanosphere* (bola nano), *nanotube* (tabung nano), karbon serat, dan grafena. Material nano berbasis karbon secara umum memiliki morfologi berbentuk tabung, elips, maupun bola berongga. Fullerena (C<sub>60</sub>), karbon tabung nano (CNT), karbon serat nano, arang karbon, grafena dan karbon bawang termasuk dalam kategori karbon material nano [10].

Karbon tabung nano (*nanotube*) merupakan tabung dua dimensi berongga yang terbentuk dari atom-atom karbon yang berikatan secara kovalen. Karbon tabung nano merupakan contoh dari zat yang memiliki dua dimensi berukuran nano. Tabung nano ini biasanya memiliki diameter antara 0,4 sampai 40 nm dengan panjang ratusan atau ribuan kali lipat lebih besar dari diameternya. Karbon tabung nano pada umumnya memiliki konduktivitas listrik yang tinggi, menghantarkan panas lebih efektif dibandingkan intan [11], memiliki kekuatan tarik yang tinggi, dapat ratusan kali lebih kuat dari logam, serta kokoh seperti baja dan besi. Karbon tabung nano dapat digunakan untuk membuat peralatan elektronik maju (Gambar 3a). Grafena tersusun dari satu lapisan ikatan kovalen atom-atom karbon. Atom-atom karbon ini membentuk struktur kerangka heksagonal [12] (seperti sarang lebah yang tipis) [13]. Grafena merupakan salah satu material paling tipis yang pernah ditemukan dan memiliki kekuatan tarik yang luar biasa tinggi, lebih keras daripada intan namun lebih elastis daripada karet. Grafena menunjukkan efektivitasnya dalam menghantarkan listrik dan mampu menghantarkan panas lebih baik daripada semua jenis zat lain. Grafena telah banyak digunakan untuk membuat perlengkapan elektronik maju, sensor, dan *biodevices* (Gambar 3b). Contoh lain dari material nano dua dimensi adalah karbon tabung dinding banyak (*multiwall carbon nanotube/MWCN*). MWCN mengandung paling sedikit dua tabung grafena yang konsentris dan memiliki beberapa sifat mekanis yang unik (Gambar 3c) [14].

Artikel ini mengetengahkan analisis tekstur dan morfologi dari karbon tempurung nipah yang dihasilkan dari proses pirolisis pada suhu tinggi (> 1000 °C), mengkategorikan jenis karbonnya, dan mengkaji kelayakannya sebagai bahan baku anoda baterai ion sodium.



**Gambar 3.** Struktur ikatan atom karbon yang menyusun (a) karbon tabung nano (b) grafena (c) karbon tabung nano dinding © 2022 Nagwa

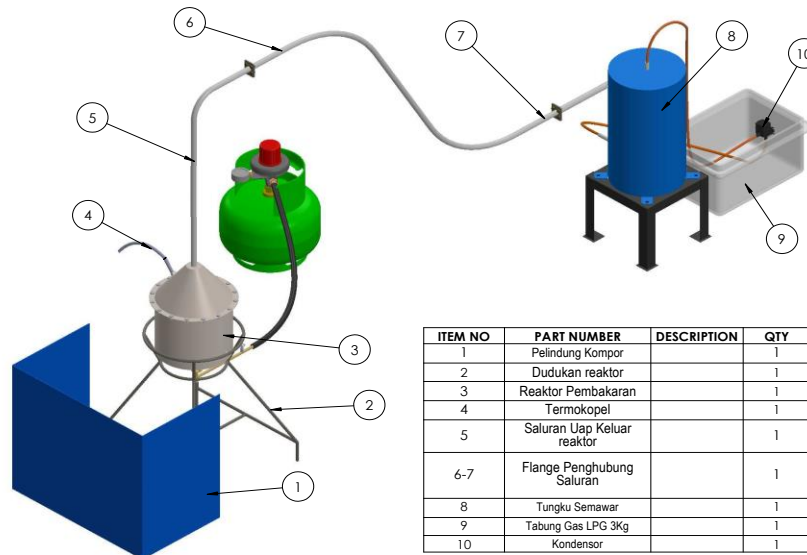
## 2. Metode

### 2.1 Material dan Peralatan

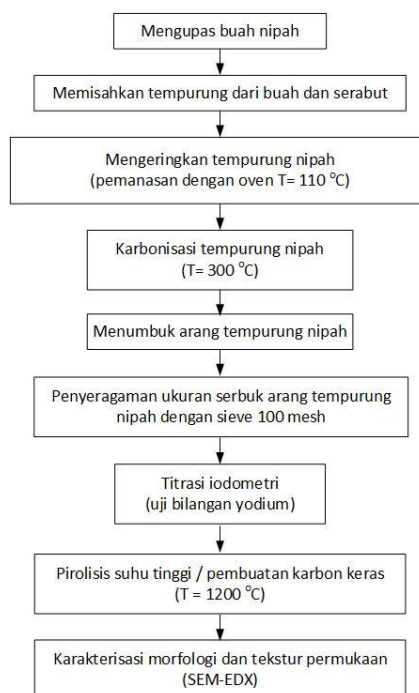
Bahan baku tempurung nipah didapatkan di wilayah sekitar Adipala Cilacap dari tanaman nipah yang banyak tumbuh di area muara sungai. Karbon aktif komersial diperoleh dari PT Home System Indonesia Surabaya, tempurung kelapa diperoleh dari pasar tradisional Cilacap, akuabides diperoleh dari apotik Cilacap Farma, larutan yodium ( $I_2$ ) 0,1 N dari toko Muda Berkah Yogyakarta, serta kristal natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) dan indikator amilum dari CV Nurul Jaya Medicallabsains Cilacap.

### 2.2 Metode Pembuatan Karbon Tempurung Nipah

Karbon tempurung nipah dibuat dengan metode termal melalui pembakaran 2 tahap, tahap pertama adalah proses pengarangan (karbonisasi) tempurung nipah pada suhu rendah yakni  $300\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam dengan oksigen terbatas menggunakan rangkaian alat karbonisasi *custom* yang dibuat oleh peneliti (Gambar 4). Tempurung nipah dikeringkan terlebih dahulu pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 6 jam menggunakan oven sebelum dikarbonisasi. Hasil proses pembakaran tahap pertama adalah produk intermediate berupa arang. Arang tempurung nipah ini dikecilkan ukurannya dengan penumbukannya dan diseragamkan



Gambar 4. Rangkaian alat karbonisasi custom untuk suhu rendah (< 200 oC)



Gambar 5. Diagram alir tahapan penelitian



ukurannya dengan *sieve* ukuran 100 mesh. Serbuk arang produk *intermediate* ini selanjutnya diproses lanjut dengan pembakaran pada suhu 1200 °C dengan pembakaran tanpa oksigen yang dilakukan di Laboratorium Keramik Universitas Gajah Mada Yogyakarta (dapat dilihat pada Gambar 5).

### 2.3 Metode Karakterisasi

Karbon produk akhir hasil pembakaran (pirolisis) pada suhu tinggi dikarakterisasi dengan bilangan yodium yang dilakukan di Laboratorium Instrumen dan Rekayasa Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan Politeknik Negeri Cilacap dengan mengacu pada metode yang tercantum di dalam SNO 06-3730-1995 dan hasil analisis citra Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX) yang dilakukan oleh LPPT Universitas Gajah Mada Yogyakarta.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Analisis Porositas

Informasi mengenai struktur sebuah karbon aktif dapat diperoleh melalui karakteristik adsorpsi beberapa adsorbat seperti metilen biru dan yodium. Adsorpsi dengan menggunakan dua metode tersebut mudah dan biasa dilakukan untuk mengkarakterisasi karbon aktif dengan tujuan untuk memperoleh informasi mengenai kapasitas adsorpsi suatu material. Jika dilihat dari ukuran molekul, maka metilen biru sebagian besar akan terjerap di dalam mesopore walaupun dalam jumlah kecil dapat terjerap di dalam mikropori berukuran besar, sedangkan molekul yodium berukuran kecil sehingga dapat masuk hingga mikropori [15].

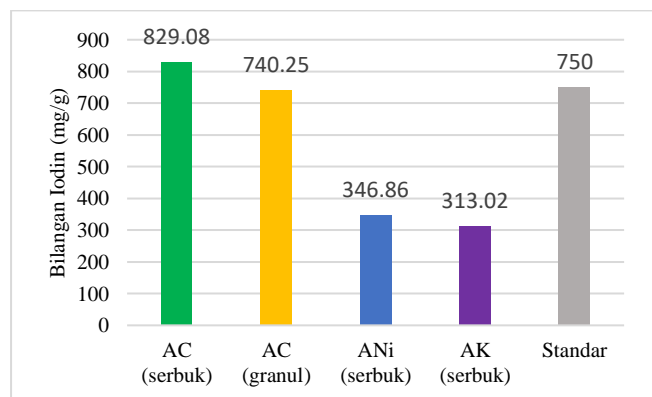
Uji bilangan yodium menyediakan petunjuk yang baik mengenai mikroporositas karbon oleh karena molekul yodium sangat kecil dengan biaya yang murah, prosedur yang sederhana, cepat [16], dan penggunaan bahan kimia yang lebih ramah lingkungan [17]. Uji bilangan yodium merupakan uji berbasis *isotherm* adsorpsi yang menyatakan massa yodium yang terjerap ke dalam tiap satuan massa karbon, kapasitas adsorpsi bervariasi dengan perubahan sifat adsorbat [18]. Bilangan yodium biasanya digunakan untuk memperkirakan secara kasar luas permukaan dari karbon aktif pada suhu ruang. Selain mikroporositas, kapasitas adsorpsi juga dapat diperkirakan dengan bilangan ini. Nilai bilangan yodium memberikan petunjuk seberapa luas struktur mikropori yang dimiliki karbon aktif serta luas permukaan yang semakin besar karena adanya perluasan struktur mikropori [19].

Hasil karakterisasi bilangan yodium dari produk *intermediate* karbon tempurung nipah dilakukan untuk memperkirakan tingkat keberhasilan proses pembakaran tahap pertama karena penentuan bilangan yodium pada produk ini (arang) mempengaruhi kualitas karbon hasil akhir pirolisis pada suhu tinggi. Nilai bilangan yodium dari arang *intermediate* (AN<sub>i</sub>) ini selanjutnya dibandingkan dengan nilai yang dimiliki karbon aktif komersial (AC), arang tempurung kelapa yang diarsang dengan prosedur yang sama dengan arang *intermediate* tempurung nipah (AK), serta nilai yang dipersyaratkan dalam SNI 06-3730-1995 mengenai standar mutu arang aktif teknis (Tabel 3).

Tabel 3. Bilangan yodium arang *intermediate* tempurung nipah, karbon aktif komersial, arang tempurung kelapa, dan nilai yang dipersyaratkan dalam SNI 06-3730-1995.

Sam pel ke-	Satuan	AN <sub>i</sub> (serbuk)	AC (serbuk)	AC granul	AK serbuk	Nilai dalam SNI 06-3730-1995
1		368,01	837,54	748,71	342,63	
2		329,94	824,85	723,33	291,87	
3	mg/g	342,63	824,85	748,71	304,56	Min. 750
Rata-rata		<b>346,86</b>	<b>829,08</b>	<b>740,25</b>	<b>313,02</b>	

\*) Semua serbuk diperoleh dengan mengecilkan dan menyeragamkan ukuran menggunakan *sieve* 100 mesh



Gambar 6. Perbandingan nilai bilangan yodium karbon aktif komersial (AC) serbuk dan granul, arang *intermediate* tempurung nipah (AN<sub>i</sub>), dan arang tempurung kelapa (AK)

Pada Gambar 6 menunjukkan bilangan yodium karbon aktif komersial serbuk memenuhi standar mutu SNI 06-3730-1995 sedangkan yang berbentuk granul sedikit dibawah nilai yang dipersyaratkan karena waktu simpan yang lama mengakibatkan karbon aktif komersial mengikat air di dalam pori-pori yang tidak teruapkan secara optimal dengan proses pengeringan yang mempengaruhi kemampuan penyerapan molekul yodium. Karbon aktif yang diproduksi secara komersial oleh pabrik secara umum memiliki kandungan gugus fungsional yang cukup kaya yang mudah menyerap atau mengikat air. Selama proses penyimpanan maupun. Pengangkutan karbon aktif komersial tetap kontak dengan atmosfer sehingga akan jenuh dengan uap air pada tekanan atmosferis [20]. Menurut Zhou [20], waktu pengeringan minimum yang diperlukan karbon aktif untuk mencapai kandungan air tinggal 2 % adalah 6 jam. Bilangan yodium arang *intermediate* tempurung nipah dan arang tempurung kelapa yang disintesis dalam penelitian ini menunjukkan nilai bilangan yodium yang masih rendah, jauh dibawah standar SNI 06-3730-1995 untuk arang aktif teknis.

Nilai bilangan yodium yang rendah menjadi indikator bahwa arang *intermediate* tempurung nipah maupun arang tempurung kelapa hasil pirolisis dalam penelitian ini

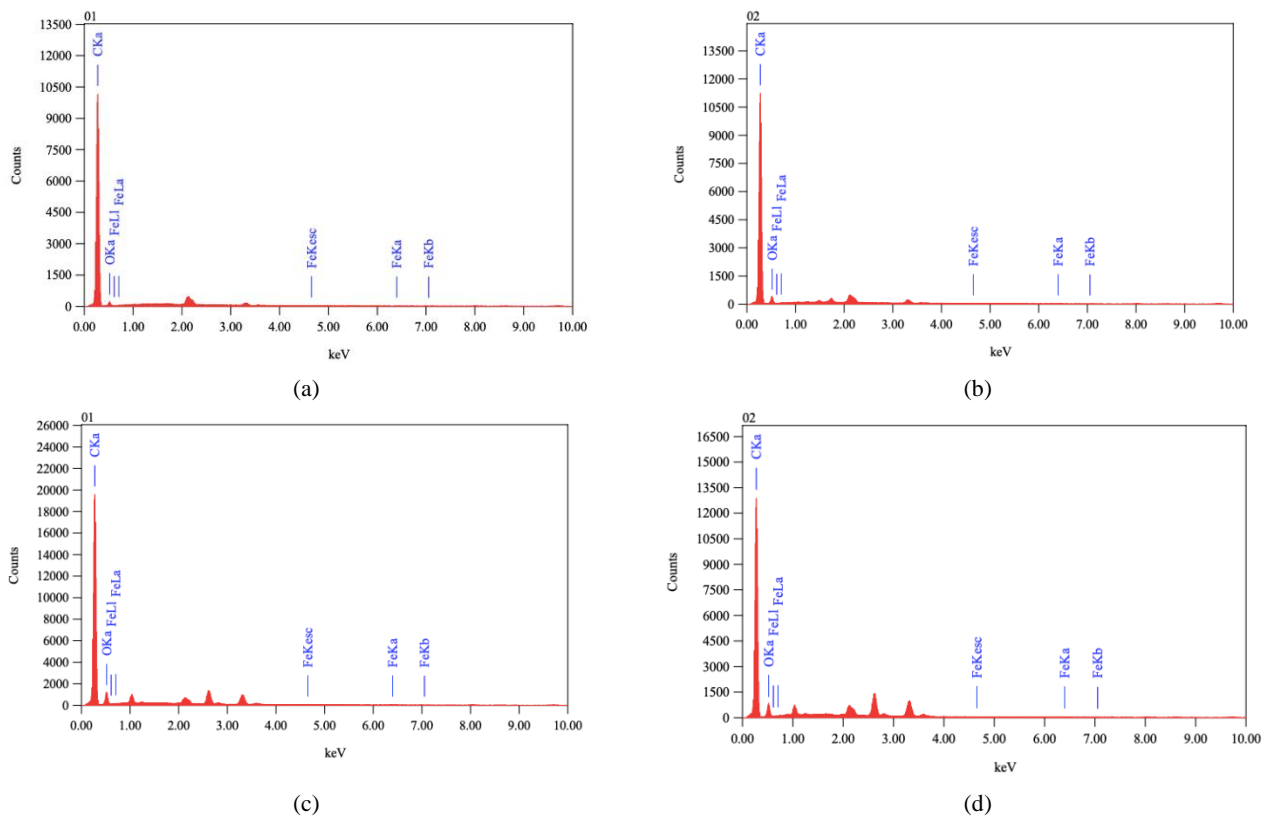
memiliki jumlah mikropori sedikit dan luas permukaan yang kecil. Suhu pengarangan dan aktivasi sangat mempengaruhi pembentukan pori karbon aktif. Semakin tinggi suhu maka material organik akan teruapkan secara sempurna sebagai *volatile matter* yang akan meninggalkan retakan di permukaan karbon yang selanjutnya akan membentuk pori karbon [21].

### 3.2 Analisis Tekstur dan Morfologi

Sifat fisiko kimia dari partikel logam pada skala nano sangat penting dan menentukan karakteristik perilakunya, distribusi, keamanan, dan efek yang ditimbulkannya, sehingga karakterisasi dari partikel logam nano sangat

penting untuk memperkirakan aspek operasional dari partikel yang dihasilkan. Karakterisasi karbon nanopartikel biasanya menggunakan peralatan seperti spektroskopi sinar UV-tampak, difraktometri sinar X (XRD), spektroskopi transformasi sinar infra merah Fourier (FTIR), spektroskopi fotoelektron sinar X (XPS), penyebaran dinamik cahaya, mikroskopi pindai elektron (SEM), mikroskopi transmisi elektron (TEM), mikroskopi tenaga atom (AFM), dan masih banyak lagi yang lain [22].

SEM merupakan salah satu teknik mikroskopi elektron resolusi tinggi yang mampu menampilkan informasi lebih banyak mengenai material nano menggunakan sinar elektron tinggi untuk menyelidiki suatu sampel yang sangat halus.

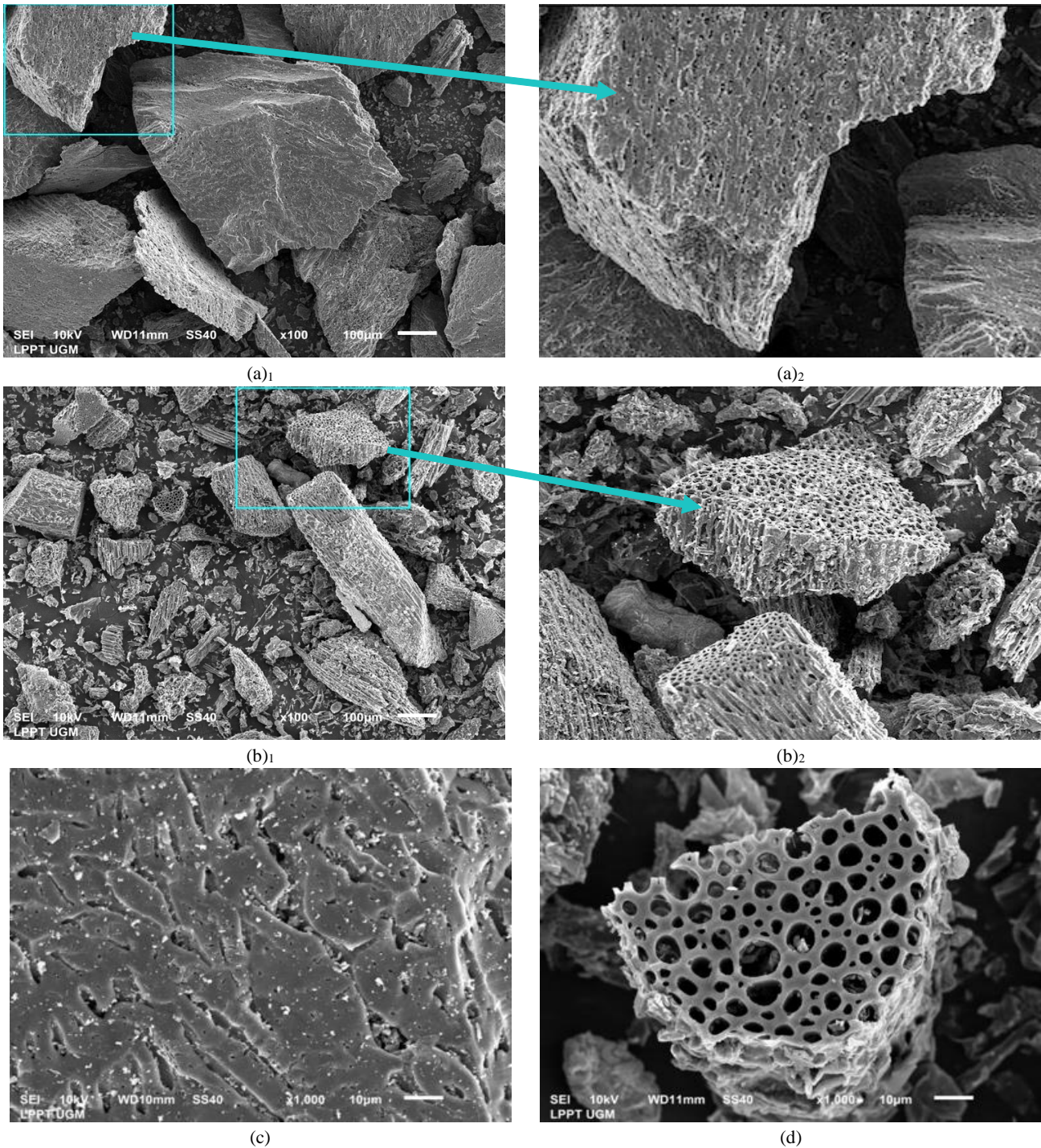


Gambar 7. Grafik EDX (a,b) karbon aktif komersial (c,d) karbon tempurung nipah

Tabel 4. Perbandingan hasil analisis EDX dari karbon aktif komersial dan karbon tempurung nipah

Unsur	Karbon aktif						Karbon tempurung nipah					
	% massa			% atom			% massa			% atom		
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)
C	93,58	95,13	<b>94,36</b>	89,03	91,63	<b>90,33</b>	83,63	83,23	<b>83,43</b>	87,28	87,02	<b>87,15</b>
O	6,37	4,86	<b>5,61</b>	10,78	8,33	<b>9,56</b>	18,16	16,45	<b>17,31</b>	12,67	12,91	<b>12,79</b>
Fe	0,05	0,01	<b>0,03</b>	0,18	0,04	<b>0,11</b>	0,19	0,32	<b>0,25</b>	0,04	0,07	<b>0,06</b>





Gambar 8. Citra SEM (a1, a2) karbon aktif komersial , (b1,b2) karbon tempurung nipah, (c) pori-pori karbon aktif komersial, (d) pori-pori karbon tempurung nipah .

Metode pencitraan permukaan dari SEM mampu untuk menampilkan ukuran, distribusi ukuran, pembentukan, dan morfologi dari partikel sintesis ukuran mikro dan nano [23]. Penggunaan SEM bersamaan dengan spektroskopi dispersi energi sinar X (EDX) akan dapat menguji morfologi serbuk sampel berukuran nano dan menganalisis secara langsung komposisi kimianya [24], [25], akan tetapi SEM juga memiliki kekurangan yakni tidak dapat menentukan struktur bagian dalam sampel [5]. SEM maupun TEM dapat

digunakan untuk memeriksa morfologi partikel dan struktur dalam suatu sampel. Hasil karakterisasi EDX serta analisis komposisi kimia, dan karakterisasi SEM dari karbon tempurung nipah ditunjukkan secara berturut-turut dengan Gambar 7, Tabel 4, dan Gambar 8.

Inti pembuatan karbon keras (*hard carbon*) terjadi pada proses pirolisis yang berlangsung pada suhu tinggi antara 600 – 1600 °C [8] atau antara 1000 – 2000 °C [4] dengan kondisi tanpa adanya oksigen. Suhu pirolisis pada penelitian

ini adalah 1200 °C karena metode pembakaran dilakukan menggunakan silinder berongga (selongsong) dari bahan baja karbon rendah yang memiliki titik leleh atau lebur kurang dari 1400 °C. Selongsong ini dibuat *custom* untuk dapat membakar prekursor yakni arang tempurung nipah *intermediate* pada suhu tinggi dengan kondisi tanpa oksigen dengan cara menyemprot selongsong dengan gas inert N<sub>2</sub> (tanpa oksigen). Selongsong ini memiliki ketebalan tertentu sehingga akan terdapat panas yang hilang karena perambatan secara konduksi yang perlu diperhitungkan, oleh karena itu digunakan suhu pembakaran lebih dari 1000 °C namun tetap di bawah titik lebur material. Selongsong yang telah diisi sampel arang tempurung nipah *intermediate* dan dialiri gas N<sub>2</sub> kemudian dibakar di dalam *furnace*.

Hasil citra SEM menunjukkan perbedaan ukuran pori yang dimiliki karbon aktif komersial (AC) dengan karbon tempurung nipah (AN). AC memiliki ukuran diameter pori mencapai < 1µm atau nanopori sedangkan karbon tempurung nipah memiliki ukuran diameter pori > 1 µm atau mikropori [10], [26]. Ukuran pori dipengaruhi oleh suhu dan waktu pirolisis, serta aktivasi yang dilakukan pada bahan prekursor [21]. Produk *intermediate* dihasilkan dari pengurangan pada suhu 300 °C dengan oksigen terbatas sehingga belum menguapkan seluruh kandungan organik secara optimal untuk menghasilkan pembentukan pori yang optimal, selain itu keberadaan oksigen memicu reaksi pembakaran selama reaksi termal pirolisis sehingga pembentukan pori terganggu dengan adanya oksidasi oksigen dan terbentuk lubang-lubang yang bukan pori. Jika dilihat dari morfologi permukaan terlihat perbedaan struktur antara karbon aktif komersial dan karbon tempurung nipah. Permukaan karbon aktif komersial pejal dan tidak membentuk rongga-rongga (*hollow*). Karbon tempurung nipah memiliki struktur rongga-rongga (*hollow*) seperti tabung sekaligus seperti sarang lebah. Rongga atau hollow seperti tabung ini adalah bentuk khas dari karbon tabung nano [27] sedangkan struktur seperti sarang lebah adalah bentuk khas yang dimiliki grafena [14].

#### 4. Kesimpulan

Karbon tempurung nipah hasil pirolisis suhu 1200 °C menunjukkan struktur yang menyerupai seperti perpaduan grafena dan karbon tabung nano (*carbon nanotube*) karena ukuran diameter lubang yang dimiliki sangat besar (> 1µm) sehingga lubang-lubang yang terbentuk bukan merupakan pori. Jarak *d-spacing* dan struktur kristal juga belum diketahui sehingga karbon hasil pirolisis ini masih belum dapat diketahui jenisnya. Suhu pirolisis dan kondisi tanpa adanya oksigen pada proses pembakaran baik pada tahap pertama (suhu rendah) maupun kedua (suhu tinggi) sangat mempengaruhi struktur dan sifat karbon yang dihasilkan. Karakterisasi jarak *d-spacing* dan struktur kristal perlu dilakukan untuk mendapatkan hasil yang lebih komprehensif. Hasil ini di sisi lain memberikan informasi yang berguna untuk merancang penelitian berikutnya terutama dalam hal penentuan suhu pirolisis dan memastikan ketiadaan oksigen saat dilakukan pembakaran baik pada suhu rendah maupun suhu tinggi, selain itu penyiapan bahan baku biomassa juga hal yang penting diperhatikan terkait

dengan pemilihan metode aktivasi maupun metode lain dalam pembuatan karbon keras yang lebih efektif.

#### Ucapan Terimakasih

Penelitian menggunakan dana DIPA Kementerian Pendidikan Riset dan Teknologi Dirjen Pendidikan Vokasi tahun 2022 dan mendapat dukungan Pusat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (P3M) Politeknik Negeri Cilacap dan program studi Sarjana Terapan Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan Politeknik Negeri Cilacap.

#### Daftar Pustaka

- [1] H. Cheng, J. G. Shapter, Y. Li, and G. Gao, "Recent progress of advanced anode materials of lithium-ion batteries," *J. Energy Chem.*, vol. 57, pp. 451–468, 2021, doi: 10.1016/j.jechem.2020.08.056.
- [2] N. Kularatna, "Rechargeable batteries and their management: Part 30 in a series of tutorials on instrumentation and measurement," *IEEE Instrum. Meas. Mag.*, vol. 14, no. 2, pp. 20–33, 2011, doi: 10.1109/MIM.2011.5735252.
- [3] G. E. Blomgren, "The Development and Future of Lithium Ion Batteries," *J. Electrochem. Soc.*, 2017, doi: 10.1149/2.0251701jes.
- [4] M. Thompson, Q. Xia, Z. Hu, and X. S. Zhao, "A review on biomass-derived hard carbon materials for sodium-ion batteries," *Mater. Adv.*, vol. 2, no. 18, pp. 5881–5905, 2021, doi: 10.1039/d1ma00315a.
- [5] V. Simone, A. Boulineau, A. de Geyer, D. Rouchon, L. Simonin, and S. Martinet, "Hard carbon derived from cellulose as anode for sodium ion batteries: Dependence of electrochemical properties on structure," *J. Energy Chem.*, vol. 25, no. 5, pp. 761–768, 2016, doi: 10.1016/j.jechem.2016.04.016.
- [6] P. Roy and S. K. Srivastava, "Nanostructured anode materials for lithium ion batteries," *J. Mater. Chem. A*, vol. 3, no. 6, pp. 2454–2484, 2015, doi: 10.1039/c4ta04980b.
- [7] Poulomi Roy and Suneel Kumar Srivastava, "Nanostructured Anode Materials for Lithium Ion Batteries," *J. Mater. Chem. A*, pp. 1–27, 2014, doi: 10.1039/C4TA04980B.
- [8] J. G. C. V.-G. and C. M. Ghimbeu, "Recent Progress in Design of Biomass-Derived Hard Carbons for Sodium Ion Batteries," *J. Carbon Res.*, 2016, doi: 10.3390/c2040024.
- [9] G. E. Blomgren, "The Development and Future of Lithium Ion Batteries," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 164, no. 1, pp. 5019–5025, 2017, doi: 10.1149/2.0251701jes.
- [10] J. Jeevanandam, A. Barhoum, Y. S. Chan, A. Dufresne, and M. K. Danquah, "Review on nanoparticles and nanostructured materials: History, sources, toxicity and regulations," *Beilstein J. Nanotechnol.*, vol. 9, no. 1, pp. 1050–1074, 2018, doi: 10.3762/bjnano.9.98.
- [11] N. M. Nurazzi *et al.*, "Nanotube-Reinforced Polymer Composite : An Overview," *Polymers (Basel)*, vol. 13, no. 7, p. 1047, 2021.
- [12] A. G. Olabi, M. A. Abdalkareem, T. Wilberforce, and E. T. Sayed, "Application of graphene in energy storage device – A review," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 135, no. September 2020, p. 110026, 2021, doi: 10.1016/j.rser.2020.110026.
- [13] Z. Sun, S. Fang, and Y. H. Hu, "3D Graphene Materials: From Understanding to Design and Synthesis Control," *Chem. Rev.*, vol. 120, no. 18, pp. 10336–10453, 2020, doi: 10.1021/acs.chemrev.0c00083.
- [14] "Nanoparticles," 2022. <https://www.nagwa.com/en/explainers/640142370207/> (accessed Dec. 02, 2022).
- [15] C. A. Nunes and M. C. Guerreiro, "Estimation of surface area

- and pore volume of activated carbons by methylene blue and iodine numbers,” *Quim. Nova*, vol. 34, no. 3, pp. 472–476, 2011, doi: 10.1590/S0100-40422011000300020.
- [16] L. Shrestha, M. Thapa, R. Shrestha, S. Maji, R. Pradhananga, and K. Ariga, “Rice Husk-Derived High Surface Area Nanoporous Carbon Materials with Excellent Iodine and Methylene Blue Adsorption Properties,” *C*, vol. 5, no. 1, p. 10, 2019, doi: 10.3390/c5010010.
- [17] S. P. Thimmappa, “Potassium Iodate: A New Versatile Reagent to Determine the Iodine Value of Edible Oils,” *Lett. Appl. NanoBioScience*, vol. 11, no. 2, pp. 3537–3541, 2021, doi: 10.33263/lianbs112.35373541.
- [18] L. L. Sutter and D. P. Bentz, *Assessing ash quality and performance*. Elsevier Ltd., 2017.
- [19] and V. O. O. A. Ekpete, A. C. Marcus, “Preparation and Characterization of Activated Carbon Obtained from Plantain (*Musa paradisiaca*) Fruit Stem,” *J. Chem.*, 2017, doi: <https://doi.org/10.1155/2017/8635615>.
- [20] Y. Z. Li Zhou, Ming Li, Yan Sun, “Effect of moisture in microporous activated carbon on the adsorption of methane,” *Carbon N. Y.*, vol. 39, pp. 771–785, 2001, doi: 10.1016/S0008-6223(01)00025-2.
- [21] C. Saka, “BET, TG-DTG, FT-IR, SEM, iodine number analysis and preparation of activated carbon from acorn shell by chemical activation with ZnCl<sub>2</sub>,” *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, vol. 95, pp. 21–24, 2012, doi: 10.1016/j.jaap.2011.12.020.
- [22] G. Mansoureh and V. Parisa, *Synthesis of metal nanoparticles using laser ablation technique*. Elsevier Inc., 2018.
- [23] M. Gniadek and A. Dąbrowska, “The marine nano- and microplastics characterisation by SEM-EDX: The potential of the method in comparison with various physical and chemical approaches,” *Mar. Pollut. Bull.*, vol. 148, no. May, pp. 210–216, 2019, doi: 10.1016/j.marpolbul.2019.07.067.
- [24] A. M. Idris and A. A. El-Zahhar, “Indicative properties measurements by SEM, SEM-EDX and XRD for initial homogeneity tests of new certified reference materials,” *Microchem. J.*, vol. 146, no. 2018, pp. 429–433, 2019, doi: 10.1016/j.microc.2019.01.032.
- [25] M. Goyal *et al.*, “Isopentyltriphenylphosphonium bromide ionic liquid as a newly effective corrosion inhibitor on metal-electrolyte interface in acidic medium: Experimental, surface morphological (SEM-EDX & AFM) and computational analysis,” *J. Mol. Liq.*, vol. 316, p. 113838, 2020, doi: 10.1016/j.molliq.2020.113838.
- [26] T. J. Mays, “A new classification of pore sizes,” *Stud. Surf. Sci. Catal.*, vol. 160, no. 0, pp. 57–62, 2007, doi: 10.1016/S0167-2991(07)80009-7.
- [27] A. Venkataraman, E. V. Amadi, Y. Chen, and C. Papadopoulos, “Carbon Nanotube Assembly and Integration for Applications,” *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 14, no. 1, 2019, doi: 10.1186/s11671-019-3046-3.