



Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif

Dr. Djefry Tani, M.Si.



Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif

Copyright © 2023
PENERBITAN

**KUTIPAN PASAL 72:
Ketentuan Pidana Undang-Undang Republik
Indonesia
Nomor 19 Tahun 2002 tentang HAK CIPTA**

1. Barang siapa dengan sengaja dan tanpa hak melakukan perbuatan sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 ayat (1) atau Pasal 49 ayat (1) dan ayat (2) dipidana dengan pidana penjara masing-masing paling singkat 1 (satu) bulan dan/atau denda paling sedikit Rp1.000.000,00 (satu juta rupiah), atau pidana penjara paling lama 7 (tujuh) tahun dan/atau denda paling banyak Rp5.000.000.000,00 (lima miliar rupiah).
2. Barang siapa dengan sengaja menyiarkan, memamerkan, mengedarkan, atau menjual kepada umum suatu Ciptaan atau barang hasil pelanggaran Hak Cipta atau Hak Terkait sebagaimana dimaksud dalam ayat 1, dipidana dengan pidana penjara paling lama 5 (lima) tahun dan/atau denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).

Dr. Djefry Tani, M.Si.

Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif



Pekalongan - Indonesia

Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif

Copyright © 2023

Penulis:

Dr. Djefry Tani, M.Si.

Editor:

Moh. Nasrudin

(SK BNSP: No. Reg. KOM.1446.01749 2019)

Setting Lay-out & Cover:

Tim Redaksi

Diterbitkan oleh:

PT Nasya Expanding Management

(Penerbit NEM - Anggota IKAPI)

Jl. Raya Wangandowo, Bojong

Pekalongan, Jawa Tengah 51156

Telp. (0285) 435833, Mobile: 0853-2521-7257

www.penerbitnem.com / penerbitnem@gmail.com

Hak Cipta dilindungi oleh Undang-Undang.

Dilarang memperbanyak sebagian

atau seluruh isi buku ini tanpa izin tertulis dari Penerbit

Cetakan ke-1, April 2023

ISBN: 978-623-423-753-5

Prakata

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan bimbingan-Nya, sehingga saya dapat menyelesaikan penulisan buku referensi **“Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif”**. Penulisan buku ini bertujuan untuk membantu mahasiswa jurusan kimia FMIPA dalam memahami konsep-konsep dasar kimia fisika dan aplikasinya dalam pembuatan dan karakterisasi karbon aktif.

Kami menyadari bahwa buku ini masih memiliki kekurangan, untuk itu kami selalu menerima kritik dan saran yang membangun untuk kesempurnaan penulisan buku referensi **“Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif”**. Semoga buku ini dapat bermanfaat untuk pengembangan mata kuliah kimia fisika.

Tondano, April 2023

Penulis

Daftar Isi

PRAKATA __ v

DAFTAR ISI __ vi

BAB I KIMIA KARBON __ 1

A. Tempurung Kelapa __ 1

B. Karbon Aktif __ 2

BAB II SINTESIS MATERIAL KARBON __ 24

A. Pirolisis __ 24

B. Aktivasi Karbon Aktif __ 25

C. Isoterm Adsorpsi __ 36

D. Kinetika Adsorpsi __ 40

BAB III ANALISA STRUKTUR PORI __ 42

A. Struktur Pori __ 42

B. Porosimetri Intrusi Merkuri __ 46

C. Adsorpsi Gas __ 53

D. Zeolit __ 61

E. Material Mesopori __ 66

F. Oksida Logam __ 75

G. Adsorben dan Karbon __ 80

BAB IV ANALISIS KARBON AKTIF __ 97

A. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kombinasi
Aktivasi Kimia dan Fisika __ 97

- B. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kombinasi Aktivasi Kimia dan Fisika terhadap Daya Serap Iodium __ **98**
- C. Analisis Inframerah dari Arang Tempurung dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika __ **112**
- D. Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ __ **125**
- E. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Karbon Aktif sebelum dan sesudah Diaktivasi __ **129**
- F. Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N₂ dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika __ **135**
- G. *Thermogravimetry Analysis* (TGA)/*Differential Thermal Analysis* (DTA) Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika __ **153**
- H. Uji Aktivitas Karbon Aktif __ **159**

DAFTAR PUSTAKA __ 196

TENTANG PENULIS

KIMIA KARBON

A. Tempurung Kelapa

Tempurung kelapa adalah salah satu bagian dari buah kelapa yang secara biologis berfungsi sebagai pelindung inti buah, terletak di sebelah dalam sabut dengan ketebalan berkisar 3-6 mm. Tempurung kelapa termasuk golongan kayu keras dengan kadar air sekitar 6-9% (dihitung berdasarkan berat kering), yang terutama tersusun dari lignin 36,51%, selulosa 33,61%, dan hemiselulosa 29,27% (Woodrof, 1970). Sifat keras tempurung disebabkan oleh kandungan silikat (SiO_2) yang tinggi (Palungkun, 2003).

Proses pemanasan tempurung kelapa pada temperatur tinggi dalam ruangan yang tidak berhubungan dengan udara (pirolisis), maka akan terjadi rangkaian peruraian komponen penyusun tempurung kelapa yang akan menghasilkan arang, destilat, dan gas. Arang yang dihasilkan masih banyak mengandung komponen volatil terutama dari senyawa hidrokarbon. Lignin menghasilkan arang dalam jumlah lebih banyak dibandingkan selulosa dan hemiselulosa (Nikitin, 1996).

Arang tempurung kelapa hasil pirolisis merupakan suatu bahan padat berpori mengandung unsur karbon. Sebagian besar pori-pori pada arang masih tertutup dengan hidrokarbon, tar, dan senyawa organik lainnya. Komponen penyusun arang terdiri dari karbon terikat, abu, air, nitrogen, dan sulfur. Arang dengan mutu baik adalah arang yang

mempunyai kadar karbon terikat tinggi tetapi kadar abu dan air rendah (Woodroof, 1970).

B. Karbon Aktif

Karbon aktif merupakan karbon yang telah mengalami perlakuan sehingga memiliki struktur dengan daya serap tinggi terhadap bahan yang berbentuk larutan atau uap dan mempunyai luas permukaan spesifik yang besar yaitu 300 sampai 2500 m²/gram. Hal ini disebabkan karena karbon mempunyai permukaan dalam (*internal surface*) yang besar. Oleh karena itu karbon aktif mempunyai kemampuan daya serap yang baik (Austin, 1996). Suatu partikel karbon aktif terbentuk dari jaringan pori-pori yang kompleks, terdiri dari mikropori (diameter 2 nm), mesopori (diameter 2-50 nm), dan makropori (diameter > 50 nm) (Jankowska dkk., 1991).

Karakteristik karbon aktif ditentukan berdasarkan uji kualitas penentuan mutu karbon aktif yang meliputi analisis sifat fisika dan kimia dari karbon aktif yang terdiri dari analisis rendemen, kadar air, kadar abu, kadar zat mudah menguap, kadar karbon terikat dan daya serap iodium (Anonim, 1985). Uji kualitas tersebut harus memenuhi standar yang berlaku. Menurut Standar Industri Indonesia (SII No.0258-79) persyaratan karbon aktif sebagaimana pada Tabel 1.1.

Tabel 1.1
Standar Industri Indonesia untuk Karbon Aktif

No.	Jenis uji kualitas karbon aktif	Persyaratan (%)
1	Kadar air	<15
2	Kadar zat mudah menguap	<25
3	Kadar abu	<10
4	Kadar karbon terikat	>65
5	Daya serap terhadap iodium	>200

(Anonim, 1988)

Pembentukan struktur pori karbon aktif dimulai tahap karbonisasi. Pada tahap tersebut unsur-unsur bukan karbon seperti hidrogen dan oksigen pertama-tama dihilangkan dalam bentuk gas. Hal tersebut dilakukan melalui penguraian pirolitik bahan awal, dan atom bebas pembentukan kristalografi menjadi unsur karbon. Karbonisasi meliputi penguraian termal material mengandung karbon dan menghilangkan spesies bukan karbon menghasilkan karbon terikat dan struktur pori. Tahap karbonisasi umumnya dilakukan pada temperatur dibawah 800°C dalam atmosfer inert, namun hasilnya masih mempunyai daya adsorpsi yang sangat kecil (Manocha, 2003). Untuk meningkatkan jumlah pori dan daya adsorpsinya maka tahap aktivasi harus dilanjutkan. Kedua tahap tersebut merupakan tahap-tahap pembuatan karbon aktif (Marsh dan Reinoso, 2005).

Ngernyen dkk. (2006) telah melaporkan pembuatan karbonaktifdaridua jenis kayu,yaitu *Eucalyptus* dan *wattle*, melalui aktivasi fisika dengangas CO_2 . Pembuatan karbon aktif diawali dengan proses karbonisasi bahan kayu di bawah aliran N_2 pada 400°C selama 60 menit, kemudian diikuti dengan pengaktifan menggunakan gas pengaktif CO_2 . Temperatur aktivasi divariasikan dari $600\text{-}900^{\circ}\text{C}$ dan waktu aktivasi 60-300 menit. Hasil karaterisasi menunjukkan pada rentang $600\text{-}700^{\circ}\text{C}$ temperatur dan waktu aktivasi meningkat, maka luas permukaan, volume pori, dan total volume pori juga meningkat. Hal yang sama juga terjadi pada temperatur di atas 700°C tetapi persentase volume pori menurun. Kondisi optimum tercapai pada temperatur 900°C dengan waktu aktivasi 60 menit untuk kayu *Eucalyptus* memilik iluas permukaan BET $1491\text{ m}^2/\text{g}$, sedangkan kayu

Wattle pada temperatur sama tetapi waktu aktivasi 300 menit dengan luas permukaan $1032\text{m}^2/\text{g}$. Struktur pori didominasi oleh struktur mikropori sekitar 80% dari volume pori total. Hasil penelitian tersebut menunjukkan kualitas karbon aktif hasil aktivasi dengan gas CO_2 lebih dominan ditentukan oleh temperatur aktivasi. Namun demikian pada temperatur tinggi dengan aliran gas tersebut sangat sulit dilakukan, biayanya mahal dan tidak semua orang bisa melakukannya. Oleh karena itu perlu dilakukan pada temperatur yang relatif rendah melalui aktivasi kimia menggunakan aktivator.

Girgis dkk. (2002) menyatakan bahwa karbon aktif dapat dibuat dari *date pits* menggunakan aktivator H_3PO_4 . Bahan baku ini diimpregnasi dengan variasi konsentrasi H_3PO_4 (30-70% b/b), kemudian dipirolisis pada variasi temperatur 300, 500 dan 700°C . Pori karbon aktif yang dihasilkan pada temperatur 300°C masih sedikit. Peningkatan temperatur pada 500 dan 700°C menyebabkan peningkatan jumlah pori. Hal ini berarti luas permukaan makin luas, sehingga dapat digunakan sebagai adsorben. Pengembangan porositas optimum adalah pada temperatur 700°C dengan konsentrasi H_3PO_4 50% b/b. Hasil karakterisasi luas permukaan BETnya $945\text{m}^2/\text{g}$. Selanjutnya Foo dan Lee (2010) juga melaporkan hasil penelitian karbon aktif yang dibuat dari polong kacang petai dengan menggunakan aktivator yang sama. Parameter perlakuan yang divariasikan antara lain temperatur karbonisasi ($450\text{-}650^\circ\text{C}$) selama 1 jam, rasio impregnasi (1:1 dan 1:2 b/b). Laju pemanasan $5^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan laju alir gas N_2 $10\text{ mL}/\text{menit}$. Hasil penelitian tersebut menunjukkan luas permukaan dan volume pori karbon aktif sangat bergantung pada

temperatur karbonisasi dan rasio impregnasi antara sampel dengan aktivator. Kondisi optimum diperoleh pada temperatur 600°C dan rasio impregnasi 1:1 dengan luas permukaan 190 m²/g dan volume pori 0,0950 cm³/g. Karbon aktif hasil yang terbentuk sama dengan karbon aktif komersial dari Merck yaitu 41,1%. Di samping itu karbon aktif hasil aktivasi juga mempunyai luas permukaan BET dan volume pori yang tinggi. Namun pada kondisi tertentu karbon aktif hasil menurun seiring temperatur karbonisasi meningkat.

Jibril dkk. (2007) mempelajari pengaruh H₃PO₄ dan KOH pada tahap pirolisis terhadap karbon aktif dari batubara bitumen. Bahan baku diimpregnasi menggunakan H₃PO₄ dan KOH dengan perbandingan masing-masing 0,0-4,25 (b/b) dan 0,0-3,0 (b/b). Selanjutnya dikarbonisasi dengan variasi temperatur 450, 550, dan 650°C. Ternyata dari mikroskop SEM, perbedaan temperatur menunjukkan pula perbedaan luas permukaan dan volume pori dari karbon aktif. Mikropori sampel yang dihasilkan dengan rentang diameter pori rata-rata 17,4-21,4 Å. Dengan bertambahnya konsentrasi H₃PO₄ dan KOH, terjadi peningkatan porositas dan luas permukaan pada semua variasi temperatur. Luas permukaan dan porositas yang dihasilkan menggunakan KOH lebih tinggi dibandingkan dengan H₃PO₄. Kualitas karbon aktif ditentukan dari sifat fisik luas permukaan, porositas dan struktur mikro hasil aktivasi. Hal tersebut tergantung pada parameter zat pengaktif dan konsentrasi yang digunakan.

Aygun dkk. (2003) menyatakan bahwa karbon aktif dapat dibuat dari beberapa bahan baku yang mengandung karbon melalui aktivasi kimia dengan ZnCl₂ 30% b/v.

Sampel direndam selama 10-18 jam dan diaktivasi pada rentang temperatur 750-800°C. Ternyata pada kondisi optimum yaitu pada temperatur 780°C memberikan luas permukaan yang besar. Demikian halnya Hu dkk. (2001) dalam penelitian pada arang tempurung kelapa diimpregnasi $ZnCl_2$ -arang dengan rasio 0,25-3 (b/b) kemudian dipirolisis dengan dialirkan gas N_2 sampai temperatur 800°C, dan dilanjutkan dialirkan gas CO_2 . Hasilnya seiring dengan meningkatnya rasio impregnasi zat pengaktif, maka mengakibatkan porinya lebih besar terutama volume pori total. Selanjutnya Sivaraj dkk.(2010) juga melaporkan penelitian pembuatan karbon aktif dari tanaman *Parthenium hysterphorous* (Linn). Dalam studi ini karbon aktif dibuat melalui metode aktivasi fisika dengan rentang temperatur 400-800°C atau aktivasi kimia menggunakan aktivator $ZnCl_2$ dengan rentang rasio impregnasi (0,0625-1 b/b). Hasil analisis menunjukkan meningkatnya temperatur pada aktivasi fisika, maka luas permukaan juga meningkat dan mencapai optimum pada temperatur 600°C dengan luas permukaan 498,44 m²/g. Aktivasi kimia dengan meningkatnya rasio impregnasi maka menunjukkan kecenderungan luas permukaan meningkat yaitu rentang 839,88-1089,26 m²/g. Porositas karbon aktif yang dihasilkan melalui aktivasi kimia pada rentang (72,99-74,52%). Hasil tersebut lebih tinggi dari pada melalui aktivasi fisika pada rentang (23,61-73,08%). Hal ini menunjukkan jika luas permukaan menjadi besar, maka kapasitas adsorpsinya juga menjadi besar.

Wang dkk. (2010) melaporkan bahwa karbon aktif telah dibuat dari residu pertanian tunas tanaman murbei melalui aktivasi kimia menggunakan H_3PO_4 . Perlakuan tahap

pertama sampel direndam dengan H_3PO_4 selama 14 jam. Selanjutnya dilakukan variasi terhadap beberapa parameter yaitu temperatur impregnasi: 20; 60; 80; 90; dan 100°C , rasio impregnasi; 1:1; 1,5:1; 2:1; 2,5:1; dan 3:1 (b/b), konsentrasi larutan H_3PO_4 ; 40; 50; 60; 70; dan 80% Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk karbon aktif hasil aktivasi adalah temperatur impregnasi 80°C , rasio impregnasi 2:1 (v/b), konsentrasi H_3PO_4 50%, dan temperatur pirolisis 500°C dengan waktu pirolisis selama 2 jam. Pada kondisi tersebut menghasilkan kandungan karbon, hidrogen dan nitrogen masing-masing 44,58%, 6,37%, dan 1,45% (b/b berat kering), Demikian juga diperoleh kapasitas adsorpsi yodium terbaik adalah 887,35 mg/g dan karbon aktif hasil adalah 38,12%. Karbon aktif hasil yang dihasilkan pada temperatur pirolisis di atas 500°C , memperlihatkan penurunan luas permukaan dan kapasitas adsorpsi iodium.

Fan dkk. (2003) melaporkan telah melakukan pembuatan karbon aktif dari sekam gandum dan tongkol jagung melalui aktivasi fisika dengan *steam*. Tahap awal sampel dipirolisis secara cepat dengan dipanaskan pada temperatur sekitar 500°C . Selanjutnya sampel hasil pirolisis dimasukkan ke dalam tungku pemanasan. Kemudian dipanaskan secara bertahap dari temperatur atmosfer sampai 800°C sambil dialirkan gas N_2 dengan kecepatan 300 mL/menit. Setelah temperatur tungku mendekati 800°C , maka uap air dimasukkan ke dalam aliran gas N_2 dengan kecepatan 3 mL/menit pada variasi waktu aktivasi 30; 60; 90; 120 menit. Pada saat waktu aktivasi berakhir aliran gas dihentikan juga. Hasil karakterisasi pada kondisi aktivasi menunjukkan bahwa terdapat perbedaan dari kedua sampel tersebut. Ternyata aktivasi *burn-off* dan luas permukaan BET

mempunyai hubungan yang linear dengan waktu aktivasi untuk sampel sekam gandum. Pada waktu aktivasi 90 menit diperoleh aktivasi burn-off dan luas permukaan optimum masing-masing 33,5% dan 522 m²/g. Pada tongkol jagung tidak terdapat hubungan yang linear antara waktu aktivasi dan luas permukaan karena pada 60 menit luas permukaannya optimum 442 m²/g. Kemudian dengan naiknya waktu aktivasi, luas permukaannya turun. Oleh karena itu sampel sekam gandum direkomendasikan merupakan sumber material yang baik untuk pembuatan karbon aktif.

Sanchez dkk. (2002) telah mengamati pengaruh proses aktivasi fisika melalui dua tahap yaitu karbonisasi dan aktivasi menggunakan gas CO₂. Hal tersebut dilakukan pada dua bahan baku awal sumber karbon yang berbeda yaitu kayu *Quercus Agrifolia* dan kulit kenari. Tahap karbonisasi dilakukan pada temperatur 450°C dengan dialiri gas nitrogen, kemudian dilanjutkan dengan mengalirkan gas CO₂ dengan laju alir 500 mL/menit pada variasi temperatur 800, 840, dan 880°C. Hasil karakterisasi menunjukkan pada kondisi yang sama dari proses aktivasi terdapat perbedaan yang diberikan oleh bahan baku awal terhadap pengembangan porositas karbon aktif. Hasil analisis menunjukkan luas permukaan BET maksimum tercapai pada kondisi temperatur 840°C untuk karbon aktif hasil dari kayu *Quercus Agrifolia* dan kulit kenari masing-masing 1201 dan 1013 m²/g. Proses aktivasi fisika pada temperatur di atas 840°C, maka akan terjadi penurunan luas permukaan.

Guo dan Lua (2000) telah mengkarakterisasi karbon aktif dari biji kelapa sawit dengan menggunakan variasi konsentrasi aktivator ZnCl₂, H₃PO₄ dan KOH dengan waktu

perendaman antara 12-72 jam dan menggunakan CO_2 dengan variasi temperatur 700-900°C. Setelah dikarakterisasi ternyata dengan peningkatan konsentrasi aktivator, maka luas permukaan BET-nya menjadi tinggi dengan urutan sebagai berikut: 20% ZnCl_2 > 40% H_3PO_4 > KOH 10%. Luas permukaan BET mencapai optimum pada temperatur rentang 750-800°C, namun luas permukaan BET akan menurun di atas temperatur 800°C. Kemungkinan fenomena ini terjadi pembakaran karbon yang berlebihan sebagai unsur utama.

Sricharoenhaikul dkk. (2008), telah melakukan pembuatan karbon aktif dari limbah buah jarak (*Jatropha curcas* L.) melalui aktivasi kimia menggunakan aktivator KOH dan H_3PO_4 dan aktivasi fisika dengan dialiri gas CO_2 . Pembuatan karbon aktif tersebut melalui proses pirolisis pada temperatur 400-800 °C dengan kecepatan pemanasan 20°C/menit dan variasi waktu pemanasan 15; 60; dan 240 menit. Kemudian dilakukan aktivasi kimia menggunakan aktivator KOH dan H_3PO_4 . Sampel diimpregnasi dengan rasio berat sampel/aktivator 1:0 (b/b), diuapkan dan dikeringkan masing-masing 60 dan 80°C selama 24 jam. Selanjutnya melakukan aktivasi fisika menggunakan gas CO_2 dengan laju alir 100 mL/menit pada temperatur 400°C selama 30 menit. Hasil karakterisasi menunjukkan terjadi peningkatan secara signifikan luas permukaan melalui modifikasi metode aktivasi kimia dan fisika. Luas permukaan maksimum untuk KOH adalah 532,3 m²/g sedangkan dengan H_3PO_4 lebih rendah 420,2 m²/g. Hasil penelitian ini menunjukkan pada temperatur pirolisis di bawah 800 °C, maka luas permukaan yang dihasilkan kecil. Hal ini disebabkan karena masih tingginya kandungan zat-zat volatil.

Zhang dkk. (2009) melaporkan bahwa telah melakukan pembuatan karbon aktif dari batubara *tar-pitch* melalui metode kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH dengan gas pengaktif CO₂. Diawali proses karbonisasi melalui pemanasan pada temperatur kamar sampai 500°C dan tahan selama 5 jam, kenaikan pemanasan 3°C/menit sambil dialiri gas argon 60 mL/menit. Karbon hasil karbonisasi tersebut dibuat dalam ukuran partikel 100-250 µm. Kemudian sampel diimpregnasi dengan KOH pada variasi dengan rasio 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; dan 4,0 (b/b). Selanjutnya dialirkan gas CO₂ pada 800°C selama 2 jam dengan kenaikan pemanasan 5°C/menit pada kecepatan 60 mL/menit. Setelah dikarakterisasi ternyata dengan meningkatnya rasio berat sampel/aktivator dan waktu aktivasi proses aktivasi berpengaruh pada luas permukaan, volume mesopori dan kapasitas adsorpsi karbon aktif. Hasil penelitian menunjukkan pada rasio berat sampel/aktivator 4,0 maka, nilai luas permukaan spesifik, volume mesopori dan kapasitas spesifik karbon aktif mencapai maksimum masing-masing 1960 m²/g, 0,3084 cm³/g dan 120,7 F/g. Berdasarkan data analisis ternyata karbon aktif hasil metode kombinasi aktivasi kimia dan fisika menunjukkan volume pori, rasio mesopori tertinggi dan kapasitas spesifik yang lebih besar dibandingkan karbon aktif hasil aktivasi kimia.

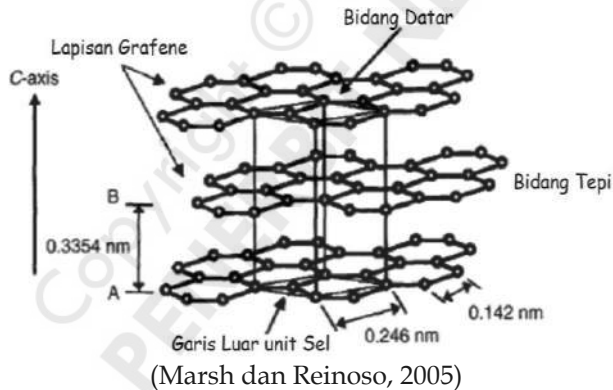
Berdasarkan penelitian-penelitian tentang karbon aktif yang sudah dilakukan melalui aktivasi kimia atau aktivasi fisika dan kombinasi kedua aktivasi tersebut secara umum tujuannya mengubah karbon yang daya serapnya rendah menjadi karbon aktif yang bermutu dengan daya serap tinggi. Hal ini berarti memperluas permukaan dari karbon aktif yang dihasilkan. Beberapa parameter yang menentukan

kualitas dan hasil karbon antara lain konsentrasi aktivator, rasio impregnasi, temperatur pemanasan, dan lama aktivasi. Berkaitan dengan hal tersebut sifat fisika yang terpenting dari karbon aktif adalah luas permukaan yang berhubungan dengan proses aktivasi untuk membentuk pori-pori atau menambah luas permukaan (Jankowska dkk., 1991). Hal ini dapat dilakukan dengan menggunakan aktivator atau menggunakan uap panas atau gas pada temperatur antara 800-1100°C (Smicek dan Cerny, 1970). Selain itu aktivasi juga berfungsi untuk mengusir tar yang melekat pada permukaan dan pori-pori karbon. Oleh karena itu dalam penelitian kami untuk meningkatkan kualitas karbon aktif, hal yang mungkin dilakukan adalah mempelajari suatu kondisi yang optimum dengan variasi konsentrasi aktivator, lama perendaman, temperatur aktivasi, dan lama aktivasi yang tepat. Diharapkan kombinasi metode aktivasi kimia dan fisika dengan menggunakan aktivator akan menurunkan temperatur aktivasi.

1. Struktur Karbon Aktif

Penyelidikan menggunakan sinar-X menunjukkan bahwa karbon aktif yang tergolong dalam karbon amorf terdiri dari plat-plat datar heksagonal menyerupai struktur grafit murni. Pada setiap sisinya terdapat atom-atom karbon yang berikatan kovalen satu sama lain. Kristal grafit terdiri dari lapisan-lapisan bidang heksagonal yang tersusun dari atom-atom yang menyerupai cincin aromatis dalam senyawa organik. Struktur grafit murni menunjukkan bahwa bidang-bidang datar dari karbon tersusun pada sumbu tegak lurus dengan bidang lainnya. Diameter kristal rata-rata 1,7 nm dan ketebalan rata-ratanya 1,2-1,5 nm (Kirk dan

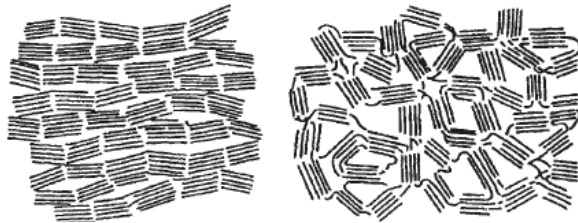
Othmer, 1983). Jarak antara karbon di dalam satu lapisan yang lain sama adalah 0,142 nm, sedangkan jarak antara lapisan adalah 0,3354 nm. Antara lapisan tersebut terikat dengan gaya ikat Van der Waals. Jarak antar lapisan pada karbon aktif berkisar antara 0,34-0,35 nm. Penyimpangan dari karakter grafit ini disebut dengan struktur turbostatik. Adanya ketidakaturan dalam lapisan mikrokristalin disebabkan kehadiran heteroatom seperti oksigen dan nitrogen, dan cacat seperti kekosongan titik kisi dalam karbon aktif (Bansal dan Goyal, 2005). Struktur heksagonal tiga dimensi grafit dapat dilihat pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Struktur Heksagonal Tiga Dimensi Kristal Grafit

Bentuk kristal karbon aktif serupa dengan kristal grafit, namun demikian terdapat penyimpangan dari struktur idealnya. Bidang-bidang heksagonal dari karbon aktif tidak tepat tersusun pada sumbu tegak lurus, melainkan membentuk sudut yang berlainan antara lapisan satu dengan lainnya serta tumpang tindih tidak beraturan. Begitu juga bentuk heksagonal karbon

aktif mengalami penyimpangan (Bansal dan Goyan, 2005). Perbedaan antara struktur grafit dan turbostatik karbon dapat dilihat dalam Gambar 1.2.



(Marsh dan Reinoso, 2005)

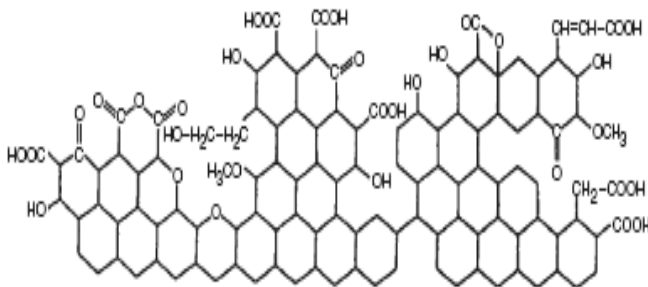
Gambar 1.2 Perbandingan Struktur Kristal Tiga Dimensi Grafit (a) dan Struktur Turbostatik (b)

Selama proses aktivasi berlangsung, jarak antara kristal dasar karbon aktif menjadi bebas yang menyebabkan jumlah pori-pori menjadi sangat banyak dan besar. Struktur pori karbon aktif mulai terbentuk bersamaan dengan menguapnya bahan volatil serta hilangnya senyawa selain karbon. Struktur pori adalah sifat fisik yang utama yang mencirikan karbon aktif. Besar kecilnya ukuran pori dari kristalit-kristalit karbon aktif selain tergantung pada temperatur karbonisasi juga bahan baku yang digunakan (Bansal dan Goyan, 2005). Distribusi ukuran pori merupakan parameter yang penting dalam kemampuan daya serap karbon aktif terhadap molekul yang ukurannya bervariasi. Selain distribusi ukuran pori, parameter lain yang menentukan daya serap karbon aktif adalah bentuk pori. Hal tersebut tergantung pada aplikasi penggunaannya.

Sifat-sifat adsorpsi karbon aktif tidak hanya ditentukan oleh struktur porinya tetapi juga ditentukan oleh komposisi kimianya (Cheremisinoff, 1978). Karbon

aktif mengandung unsur selain karbon yang terikat secara kimiawi yaitu hidrogen dan oksigen. Kedua unsur tersebut dapat berasal dari bahan baku yang tertinggal akibat tidak sempurnanya karbonisasi atau dapat juga terjadi ikatan pada proses aktivasi. Adanya hidrogen dan oksigen mempunyai pengaruh yang besar pada sifat-sifat karbon aktif. Unsur-unsur ini berkombinasi dengan atom-atom karbon membentuk gugus-gugus fungsional tertentu.

Sharma dkk. (2008) telah melakukan penelitian pada bahan baku arang tempurung kelapa menggunakan zat pengaktif H_2SO_4 dan dipanaskan pada temperatur $200^\circ C$ selama 4 jam. Ternyata dari proses tersebut dapat mengurangi atrazine (2-kloro-4-etilamino-6-isopropilamino-1,3,5-triazine) pada air sebesar 92,4%-95,2%. Hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR menunjukkan adanya karbonil, karboksil, lakton, fenol, olefin dan struktur aromatik. Menurut Jankowska (1991) beberapa gugus fungsional yang terdapat di dalam karbon aktif yaitu: misalnya gugus karboksilat, gugus hidroksi fenol, gugus kuinon tipe karbonil, gugus normal lakton, lakton tipe fluorescein seperti pada Gambar 1.3.



(Bansal dan Goyal, 2005)

Gambar 1.3 Model Fragmentasi Permukaan Karbon Aktif yang Teroksidasi

2. Sifat Adsorpsi Karbon Aktif

Adsorpsi merupakan fenomena permukaan padatan yang kontak dengan molekul gas, ion atau molekul-molekul dalam larutan. Hal tersebut menyebabkan terjadi pemusatan atau peningkatan konsentrasi di atas permukaan padatan tersebut. Molekul gas, ion atau molekul-molekul dalam larutan tersebut disebut adsorbat yakni bahan yang diadsorpsi. Sementara itu, permukaan padatan pengadsorpsi disebut adsorben. Proses kontaknya dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses kontak yang pertama disebut fisorpsi, terjadi setingkat dengan kekuatan gaya van der Waals, sehingga sering pula disebut dengan adsorpsi van der Waals. Proses kontak yang kedua adalah kemisorpsi di mana melibatkan sifat-sifat kimia dari adsorben dan adsorbat dengan kuat ikatan yang lebih besar dari yang pertama. Kedua peristiwa adsorpsi tadi adalah reversibel, artinya komponen-komponen teradsorpsi dapat lepas kembali dari permukaan adsorbennya. Peristiwa pelepasan ini disebut desorpsi (Considine dan Considine, 1984).

Karbon aktif dapat dibedakan menjadi dua bentuk, yaitu serbuk dan granular. Karbon bentuk serbuk digunakan untuk adsorpsi dalam larutan misalnya penghilangan bau, warna dan kotoran. Sementara itu, karbon aktif berbentuk granular digunakan untuk adsorpsi gas sehingga dikenal pula sebagai karbon pengadsorpsi gas. Kadang-kadang juga digunakan di dalam media larutan khususnya untuk deklorinasi air untuk penghilangan warna dalam larutan serta

pemisahan komponen-komponen dalam suatu sistem yang mengalir (Bandosz, 2006).

Menurut Manocha (2003), menyatakan bahwa adsorpsi karbon aktif merupakan suatu akumulasi atau terkonsentrasinya komponen di permukaan atau antar muka dalam dua fasa. Bila ke dua fasa saling berinteraksi, maka akan terbentuk suatu fasa baru yang berbeda dengan masing-masing fasa sebelumnya. Hal ini disebabkan karena adanya gaya tarik-menarik antar molekul, ion atau atom dalam ke dua fasa tersebut. Gaya tarik-menarik ini dikenal sebagai gaya Van der Waals. Pada kondisi tertentu, atom, ion atau molekul dalam daerah antar muka mengalami ketidakseimbangan gaya, sehingga mampu menarik molekul lain sampai keseimbangan gaya tercapai.

Son dkk. (2005) telah melakukan karbonisasi tempurung kelapa pada temperatur 800°C selama 60 menit dengan aliran gas nitrogen. Tae-Hwan dkk (2002) melakukan pada temperatur 600°C dan 800°C dengan laju pemanasan 2°C/menit. Selama karbonisasi uap air dan zat-zat yang mudah menguap dihilangkan. Karbon yang diperoleh digunakan sebagai adsorben gas CO₂ pada temperatur kamar dengan kemampuan total serapan CO₂ pada tekanan 1 bar sebesar 70%. Peningkatan tekanan menyebabkan kemampuan adsorpsi meningkat secara kontinu.

Vasu (2008) menyatakan karbon aktif komersial dapat digunakan untuk adsorpsi menghilangkan fenol dan o-kresol dari larutan encer. Dengan cara *batch* adsorpsi dilakukan variasi beberapa parameter seperti konsentrasi larutan fenol, waktu, pH dan temperatur.

Persamaan isoterm Freundlich-Langmuir dan Redlich-Peterson diaplikasikan untuk memperoleh data keseimbangan adsorpsi dan berbagai parameter isotherm yang dievaluasi. Kapasitas adsorpsi untuk fenol dan o-kresol diperoleh masing-masing 0,7877 dan 0,5936 mmol/g. Studi kinetik dilakukan menunjukkan bahwa proses sorption dapat lebih baik diwakili oleh reaksi pseudo-tingkat kedua. Demikian juga telah dilakukan penelitian oleh Kermani dkk. (2006) untuk menguji adsorpsi pada fase cair dari fhenol dalam larutan berair oleh abu kulit ari beras dan karbon aktif granular. Beberapa parameter yang dievaluasi yaitu pengaruh dari waktu kontak, pH, konsentrasi awal fhenoldan dosis adsorben. Hasil penelitian dengan kinetika *batch* menunjukkan bahwa waktu keseimbangan 5 jam dibutuhkan untuk adsorpsi 10mg/L konsentrasi fhenol. Kapasitas adsorpsi maksimum fhenol dari abu kulit ari beras pada 300, 400, dan 500°C masing-masing 0,951; 1; 0,989 mg fhenol g⁻¹, sedangkan karbon aktif granular 1 mg fhenol g⁻¹ adsorben. pH optimum untuk adsorpsi phenol adalah 5 pada 21±2°C. Kapasitas adsorpsi phenol pada titik keseimbangan meningkat dengan meningkatnya konsentrasi awal phenol (10-300mgL⁻¹) dan menurun dengan meningkatnya dosis adsorben (1-10 g L⁻¹). Penelitian ini menunjukkan bahwa abu kulit ari beras dapat digunakan sebagai material adsorben yang baru dan efisien untuk menghilangkan fenol dari larutan berair.

Peristiwa adsorpsi banyak dipakai dalam industri, misalnya untuk pemurnian, penyerap warna, katalisis dan lain-lain. Pada karbon aktif sifat adsorpsi ditentukan

oleh sifat kimia permukaan dan struktur pori (volume pori dan luas permukaan spesifik) yang dimilikinya. Gugus permukaan karbon aktif yang banyak berperan yakni gugus permukaan yang bersifat asam, khususnya untuk adsorpsi dari fase cair dan gas-gas yang bersifat polar. Pada gugus ini, adsorpsi anion atau kation dalam larutan berair terjadi melalui mekanisme pertukaran ion yakni proton-proton mengalami pertukaran dengan kation dalam larutan dan menghasilkan larutan bersifat asam, sehingga mendorong terjadinya adsorpsi anion. Kekuatan adsorpsi meningkat dengan kenaikan jumlah gugus asam permukaan yang kuat. Jumlah gugus asam permukaan ini ditentukan oleh besarnya tingkat oksidasi pada saat penyediaan karbon aktif. Di pihak lain oksidasi permukaan karbon aktif menimbulkan kenaikan sifat hidrofiliknya yang menyebabkan kemudahan bagi larutan berair untuk menembus pori karbon aktif. Dengan demikian proses adsorpsi dari larutan berair pada karbon aktif sekaligus dapat terjadi baik secara fisika maupun kimia. Adsorpsi pada struktur pori terjadi karena peranan dari struktur pori internal karbon aktif yang berkembang sangat baik. Namun yang lebih berperan dan penting adalah sistem mikropori karena hampir keseluruhan permukaannya terlibat dalam peristiwa adsorpsi (Jankowska, 1991).

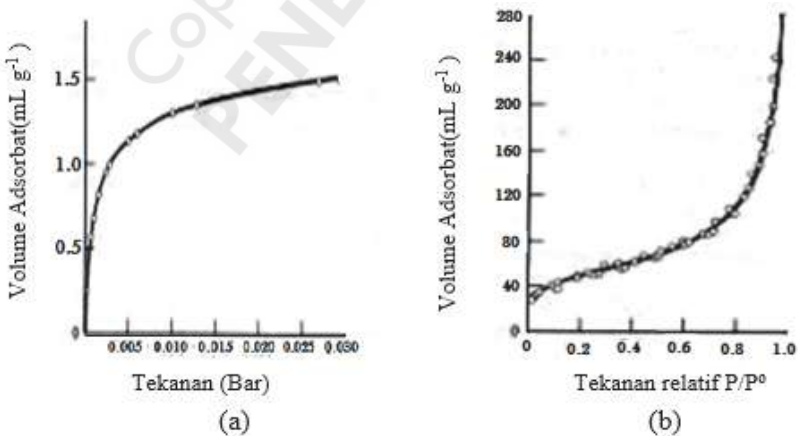
Pada dasarnya daya adsorpsi karbon aktif terbagi menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia (Bansal dan Goyal, 2005). Adsorpsi fisika bersifat reversibel dan terjadi jika terdapat perbedaan energi atau perbedaan gaya tarik elektrik antara adsorben dengan adsorbat, hal ini akan menyebabkan molekul adsorbat

terikat atau tertarik pada molekul adsorben. Adsorpsi jenis ini merupakan multilapisan atau multimolekuler, yaitu tiap-tiap lapisan yang terbentuk didahului oleh lapisan pada bagian atas yang banyaknya lapisan, sebanding dengan besarnya konsentrasi. Adsorpsi ini bergantung pada kekuatan gaya tarik antara molekul adsorbat. Jika gaya tarik antara adsorbat dan adsorben lemah, maka akan terjadi peristiwa desorpsi, yaitu pembebasan molekul adsorbat. Kalor adsorpsi pada adsorpsi fisika adalah rendah yaitu 5-10 kal per mol yang setingkat dengan kalor penguapan, sehingga diduga gaya yang tersangkut pada adsorpsi fisika adalah gaya yang sama seperti dalam cairan yaitu gaya Van der Waals.

Adsorpsi kimia terjadi jika antara adsorbat dan adsorben terjadi reaksi kimia membentuk senyawa kimia baru pada permukaan adsorben. Adsorpsi jenis ini merupakan monokuler atau satu lapisan dan bersifat tidak dapat balik (irreversibel), karena diperlukan energi untuk membentuk senyawa kimia baru pada permukaan adsorben, sehingga untuk proses balik (reversibel) juga diperlukan energi yang tinggi. Kalor adsorpsi kimia tinggi yaitu, 10 hingga 100 kkal per mol sebanding energi ikatan kimia. Pada adsorpsi ini terjadi pertukaran atau penggunaan bersama elektron antara adsorbat dan permukaan adsorben sehingga membentuk ikatan kimia, dengan demikian adsorpsi kimia lebih kuat dari pada adsorpsi fisika (Bansal dan Goyal, 2005).

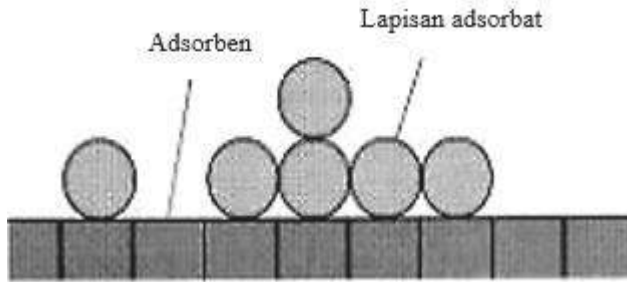
Berbagai macambentukadsorpsi dapat ditemukan yaitu adsorpsi kimia, adsorpsi fisika, dan kombinasi kimia-fisika. Proses adsorpsi kimia pola kurvanya naik

tajam pada keadaan awal dan kemudian secara bertahap akan mendatar. Hal ini menunjukkan adanya kecenderungan kuat pada keadaan awal permukaan adsorben mengikat molekul gas dan selanjutnya ketika bentuk kurva mendatar, maka sudah terjadi kejenuhan pada permukaan. Adsorpsi fisika menunjukkan isoterm adsorpsi yang cenderung memiliki kemiringan kurva yang positif seiring meningkatnya tekanan gas. Setiap terjadi kenaikan dalam tekanan gas, maka menghasilkan peningkatan yang lebih besar jumlah gas yang teradsorpsi sampai batas tekanan sama dengan tekanan uap dari bahan yang diadsorpsi. Hal tersebut menyebabkan tekanan isoterm adsorpsi naik secara vertikal karena terjadi kondensasi. Isoterm adsorpsi dapat juga terjadi kombinasi adsorpsi kimia dan adsorpsi fisika seperti Gambar 1.4 dan Gambar 1.5 (Barrow, 1996).



(Barrow, 1996)

Gambar 1.4 Isoterm adsorpsi (a) H₂ pada Bubuk Tembaga dengan Temperatur 25°C dan (b) N₂ pada Silika

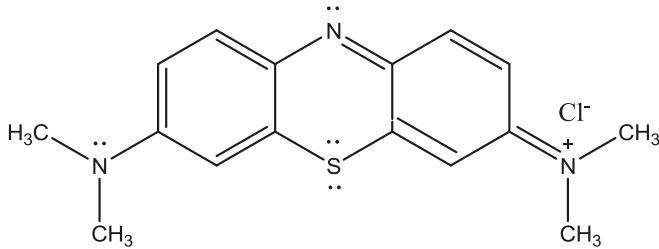


(Barrow, 1996)

Gambar 1.5 Kedua Situs Adsorpsi yang Merupakan Dasar untuk Derivasi dari Isoterm BET

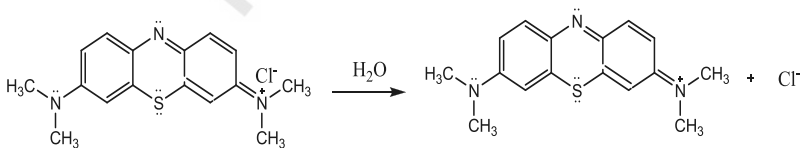
3. Adsorpsi Biru Metilena (BM)

Menurut Indeks Merck (Stretcher dkk, 1968) bahwa biru metilena merupakan senyawa yang berwarna hijau kehitaman dan memiliki adsorpsi maksimum pada panjang gelombang 668,61 nm. Nama lain dari senyawa biru metilena adalah 3,7-Bis (dimetilamino) fenothiazine-5-ium klorida. Satu gram biru metilena dapat larut dalam 25 mL air atau 65 mL alkohol. Senyawa ini berbentuk padatan dalam kloroform. Biru metilena akan membentuk garam rangkap dengan garam-garam anorganik. Penggunaannya adalah sebagai pewarna pada bidang bakteriologi, reagen beberapa senyawa kimia, dan identifikasi campuran sebagai indikator pada reaksi oksidasi-reduksi. Sementara itu dalam bidang kesehatan, biru metilena digunakan sebagai antiseptik, agen antimethemoglobin, dan penangkal racun sianida. Struktur biru metilena ditunjukkan dalam Gambar 1.6.



Gambar 1.6 Struktur Biru Metilena

Biru metilena merupakan senyawa organik kationik berwarna yang juga bersifat polar. Pada dasarnya, adsorben yang bersifat polar akan cenderung mengadsorpsi dengan kuat adsorbat yang bersifat polar, dan akan mengadsorpsi secara lemah adsorbat yang bersifat non polar (Shaw dan Duncan, 1999). Oleh karena itu berdasarkan kepolaran tersebut, maka diperkirakan biru metilena akan teradsorpsi dengan baik oleh karbon aktif. Proses adsorpsi tersebut dapat terjadi apabila biru metilena mengalami ionisasi di dalam air, sehingga kationnya dapat teradsorpsi oleh karbon aktif. Proses ionisasi biru metilena di dalam air ditunjukkan dalam Gambar 1.7.



(Stumm dan Morgan, 1981)

Gambar 1.7 Proses Ionisasi Biru Metilena di dalam Air

Somboon dkk. (2001) menyatakan bahwa karbon aktif hasil aktivasi dari bahan baku kayu dapat mengadsorpsi jenis pewarna *direct* dengan intensitas penyerapan mencapai 57%-80%. Intensitas penyerapan

karbon aktif dapat ditingkatkan lebih tinggi lagi dengan melakukan perbaikan preparasi karbon aktif. Menurut Yassin dkk. (2007) karbon aktif komersial dari Merck dapat mengadsorpsi BM sebesar 80%-90%.

~oOo~

Copyright © 2023
PENERBIT NEM

SINTESIS MATERIAL KARBON

A. Pirolisis

Pirolisis secara umum dikenal sebagai proses karbonisasi (pengarangan) adalah pemanasan pada tempurung kelapa menyebabkan senyawa karbon kompleks tidak teroksidasi menjadi karbon dioksida. Proses pirolisis primer, energi panas mendorong terjadinya oksidasi sehingga molekul karbon yang kompleks terurai sebagian besar menjadi arang. Pembentukan arang terjadi pada temperatur 150-300°C (Babels, 2003). Selanjutnya arang dapat mengalami perubahan lebih lanjut menjadi karbon monooksida, gas hidrogen, gas-gas hidrokarbon. Peristiwa ini disebut pirolisis sekunder. Kandungan zat mudah menguap akan hilang sehingga akan terbentuk struktur pori awal (Jankowska, 1991; Lua dkk., 2005). Proses ini merupakan proses pembentukan karbon dari bahan baku. Pada umumnya proses pirolisis tersebut dilakukan pada temperatur 400-800°C.

Secara umum karbonisasi sempurna adalah pemanasan bahan baku tanpa adanya udara, sampai temperatur yang cukup tinggi untuk mengeringkan dan menguapkan senyawa dalam karbon. Hal ini menunjukkan bahwa temperatur merupakan salah satu parameter yang menentukan di dalam proses pirolisis. Girgis dkk. (2002) melaporkan karbon aktif yang dibuat dari *date pits* dipirolisis pada variasi temperatur 300, 500, dan 700°C. Karbon yang

dihasilkan pada 300°C porinya masih kurang baik dibandingkan karbon yang dihasilkan pada temperatur 500 dan 700°C. Hasil pengamatan menunjukkan porositas terbaik adalah pada temperatur 700°C. Jibril dkk. (2007) mempelajari pengaruh H₃PO₄ dan KOH pada tahap pirolisis terhadap karbon aktif dari batubara bitumen. Bahan baku diimpregnasi menggunakan H₃PO₄ dan KOH dengan perbandingan masing-masing 0,0-4,25 (b/b) dan 0,0-3,0 (b/b). Selanjutnya dikarbonisasi dengan variasi temperatur 450, 550, dan 650°C. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa pada temperatur kurang dari 500°C, karbon aktif yang dihasilkan kurang aktif dan hanya mempunyai luas permukaan beberapa m²/g. Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dilakukan pirolisis tempurung kelapa pada variasi temperatur 500 sampai dengan 800°C. Pada kondisi tersebut diharapkan senyawa-senyawa yang menutupi pori-pori karbon akan dihilangkan bersamaan dengan meningkatnya temperatur. Dengan demikian luas permukaan juga akan meningkat.

B. Aktivasi Karbon Aktif

Karbon aktif adalah karbon dalam bentuk padat yang mempunyai permukaan luas dan struktur berongga, sehingga dapat menyerap gas, uap, atau zat lain dalam larutan. Karbon aktif dapat dibuat dari beberapa bahan baku di antaranya kayu, serbuk gergaji, *coke* dari batubara coklat, dan arang tempurung kelapa (Marsh dan Reinoso, 2005).

Karbon aktif berbentuk amorf, mempunyai porositas tinggi dan luas permukaan yang besar. Luas permukaan yang dimiliki antara 300-2000 m²/gram. Karbon aktif bukan merupakan karbon murni, tetapi mengandung sejumlah

unsur lain yang terikat secara kimia, yaitu hidrogen dan oksigen. Unsur-unsur tersebut berasal dari bahan baku yang masih tertinggal karena proses karbonisasi tidak sempurna atau terkontaminasi dari luar sewaktu proses aktivasi. Oleh karena itu proses aktivasi bertujuan meningkatkan daya serap arang hasil karbonisasi serta mengusir senyawa tar yang melekat pada permukaan pori-pori arang. Proses aktivasi tersebut akan menaikkan luas permukaan dalam, menghasilkan volume yang besar berasal dari kapiler-kapiler yang sangat kecil dan mengubah permukaan dalam dari struktur pori.

Proses aktivasi bertujuan mengubah arang dengan daya serap rendah menjadi karbon dengan daya serap tinggi, berarti memperluas permukaan pori dan memperbesar kapasitas adsorpsinya (Ketaren, 1986). Hal tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan uap panas atau gas inert pada temperatur antara 800-1100 °C, atau dapat juga dengan penambahan bahan-bahan mineral sebagai aktivator (Smicek dan Cerny, 1970). Karbon aktif dapat dibuat dengan dua metode aktivasi yaitu aktivasi kimia dan aktivasi fisika.

1. Aktivasi Fisika

Zat pengaktif yang banyak digunakan pada aktivasi fisika adalah berupa gas inert atau uap air yang dialirkan pada karbon hasil yang dibuat dengan metode karbonisasi biasa. Pada saat ini senyawa-senyawa hasil ikutan akan hilang dan akhirnya akan memperluas permukaan. Aktivasi ini dilakukan sampai derajat aktivasi cukup, yaitu sampai kehilangan massa berkisar antara 30%-70% (Smisek dan Cerny, 1970).

Aktivasi fisika dilakukan dengan menggunakan oksidasi gas pada temperatur relatif tinggi yang cukup

untuk mengeluarkan hampir semua penyusun yang dapat menguap tetapi tidak cukup tinggi untuk menyebabkan komponen karbon terdekomposisi. Kondisi operasi dikendalikan sedemikian rupa sehingga hampir semua hidrokarbon yang terserap dan sebagian karbon dapat dikeluarkan, yang pada akhirnya akan menyebabkan luas permukaan menjadi luas (Austin, 1996). Proses aktivasi karbon dilakukan dengan jalan pemanasan pada temperatur tinggi menggunakan zat pengaktif berupa gas CO₂, uap air (*steam*), dan O₂. Proses karbonisasi dilakukan pada temperatur yang tinggi antara 800-1100°C (ACS,1996). Gasifikasi dari bahan yang dikarbonisasi dengan uap air dan CO₂ terjadi reaksi endoterm sebagai berikut:



Aktivasi dengan gas O₂ terjadi reaksi eksoterm seperti reaksi berikut:



Dengan terjadi reaksi eksoterm tersebut, maka terjadi pembakaran yang berlebihan sehingga reaksi sulit dikendalikan (Manocha, 2003).

Ngernyen dkk. (2006) telah melakukan pembuatan karbonaktif dari dua jenis kayu yaitu *Eucalyptus* dan *wattle* melalui aktivasi fisika dengan CO₂. Pembuatan karbon aktif tersebut diawali dengan proses karbonisasi dan dilanjutkan dengan proses aktivasi fisika

menggunakan gas pengaktif CO₂ pada variasi temperatur dari 600-900°C. Karakterisasi karbon aktif hasil aktivasi menunjukkan meningkatnya luas permukaan, volume mikropori dan volume pori total karbon aktif dengan meningkatnya waktu dan temperatur aktivasi. Temperatur aktivasi adalah merupakan faktor yang lebih dominan untuk mendapatkan karbon aktif yang bermutu pada aktivasi fisika. Namun demikian temperatur tinggi dengan aliran gas tersebut sangat sulit dilakukan. Disisi lain dengan temperatur yang tinggi memungkinkan akan menghasilkan karbon terikat besar dan *burn-off* yang besar tetapi juga menyebabkan penutupan pori dari proses sintering. Oleh karena itu proses pemanasan perlu dilakukan pada temperatur yang relatif tidak terlalu tinggi dengan menggunakan aktivator. Hal tersebut dapat tercapai pada suatu kondisi aktivasi yang tepat dengan bantuan gas pengaktif untuk mengeluarkan hampir semua penyusun yang dapat menguap tetapi tidak cukup tinggi untuk menyebabkan karbon terdekomposisi (Austin, 1996).

Sanchez dkk. (2002) telah melakukan pembuatan karbon aktif dengan aktivasi fisika melalui 2 tahap yaitu karbonisasi dan aktivasi dengan dialiri gas CO₂ variasi temperatur 800, 840, dan 880°C. Hasil karakterisasi karbon aktif hasil aktivasi dari dua bahan baku yang mengandung karbon yang berbeda yaitu kayu *Quercus Agrifolia* dan kulit kenari, menunjukkan bahwa pada kondisi yang sama dari proses aktivasi terdapat perbedaan yang diberikan oleh bahan baku awal terhadap pengembangan porositas karbon aktif. Hasil

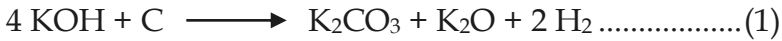
analisis menunjukkan luas permukaan BET maksimum tercapai pada kondisi temperatur 840°C. Sementara itu jika dilakukan aktivasi dengan menggunakan temperatur di atas 840°C, maka akan terjadi penurunan luas permukaan.

2. Aktivasi Kimia

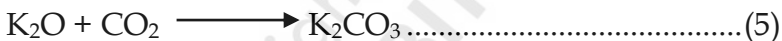
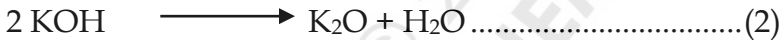
Aktivasi kimia dilakukan dengan menambahkan zat pengaktif (aktivator) yang dapat memengaruhi proses pirolisis. Hasil tahap pirolisis, permukaan dan pori-pori kristal arang masih tertutupi oleh tar, sehingga dengan menggunakan aktivator tersebut dapat menghilangkan tar sekaligus dapat memperluas pori-pori.

Prinsip kerja aktivasi kimia adalah pengaktifan pori arang menggunakan bahan kimia seperti asam fosfat, senyawa klorida, kalsium klorida, ammonium bikarbonat dan lain-lainnya. Untuk mengintensifkan proses aktivasi dilakukan pemanasan. Unsur-unsur mineral ini akan masuk di antara pelat-pelat heksagonal dari kristalit-kristalit dan memisahkan permukaan yang mula-mula tertutup, sehingga jumlah permukaan aktif akan bertambah besar (Marsh dan Reinoso, 2005). Namun ada kelemahan proses aktivasi kimia yaitu adanya pengotor yang ada pada aktivator, sehingga perlu tahap pencucian. Hal tersebut dapat mempengaruhi sifat-sifat kimia karbon aktif dan kekorosifan dari proses aktivasi kimia (Castelo, 2001). Beberapa aktivator yang bisa digunakan diantaranya adalah: H_3PO_4 , $ZnCl_2$, K_2S , hidroksi logam alkali, dan karbonat atau klorida dari ion Ca^{2+} , Mg^{2+} dan Fe^{3+} (Bansal dan Goyan, 2005; Bandosz, 2006).

Yupeng Guo dkk. (2002), menjelaskan mekanisme reaksi material yang mengandung karbon dengan KOH sebagai aktivator secara umum adalah sebagai berikut:



KOH bereaksi dengan karbon amorf menghasilkan K_2CO_3 . Selanjutnya terjadi reaksi dekomposisi menghasilkan K_2O bersamaan dengan pembentukan gas H_2 . Reaksi dekomposisi KOH menjadi K_2O , maka beberapa reaksi yang terjadi secara simultan selama proses aktivasi adalah sebagai berikut:



Uap air yang dihasilkan pada reaksi (3), dapat menghilangkan karbon amorf dalam bentuk gas CO seperti pada reaksi (4) dan sebagai akibatnya terbentuk pori yang baru. Efektivitas aktivasi kimia menggunakan KOH sebagai zat pengaktif sangat ditentukan oleh adanya kemampuan logam K untuk terinterkalasi dalam karbon dengan mudah. Pada temperatur di atas 700°C diamati adanya logam K, diduga terbentuk oleh reduksi K_2O oleh karbon sebagaimana reaksi (7). Logam K yang terbentuk sangat efektif dalam proses aktivasi dan logam K tersebut akan terinterkalasi dalam lamelar kristalit karbon melalui ikatan silang. Atom K tersebut akan mengalami proses

transfer elektron, sehingga berubah menjadi ion K^+ diantara lapisan grafene dari matriks karbon.

Teng dkk. (2000), melaporkan bahwa aktivasi karbon dengan KOH akan menghasilkan porositas maksimum pada tempertur 800°C . Bilamana temperatur aktivasi di atas 800°C , maka akan menyebabkan kerusakan ikatan silang dalam matriks karbon. Hal ini akan mengakibatkan rusaknya struktur pori karbon dan dapat menurunkan porositas karbon. Pada saat proses aktivasi selesai, bahan karbon dicuci dengan air dan garam kalium akan hilang. Bersamaan berakhirnya proses aktivasi, lamella tidak kembali kebentuk semula dan akan membentuk jarak antar lapisan. Hal tersebut dapat melebarkan jarak antar lapisan karbon yang berdekatan. Fenomena ini dapat menyebabkan terciptanya struktur pori yang baru sehingga meningkatkan luas permukaan karbon aktif.

Seng klorida sebagai *activating agent* bisa digunakan untuk mengubah material karbon menghasilkan karbon aktif dengan luas permukaan besar. ZnCl_2 sebagai oksidator mampu mengoksidasi dan *mengikis* permukaan karbon, sehingga dapat membuka pori pada permukaan karbon aktif yang mula-mula masih tertutup serta memperbesar pori yang ada pada karbon aktif. Menurut Rodriguez dkk. (1995) selama proses perendaman menggunakan ZnCl_2 maka akan terjadi proses hidrolisis dan pengembangan (*swelling*) partikel-partikel karbon, sehingga membentuk struktur pori. Struktur pori yang terbentuk pada proses aktivasi dengan ZnCl_2 sebagai zat pengaktif adalah hasil dari ZnCl_2 yang tertinggal dalam matriks karbon sesudah penghilangan dalam proses

pencucian. Hal ini dapat menyebabkan porositas meningkat (Ahmadpour dan Do, 1996). $ZnCl_2$ yang bersifat asam sebagai zat pengaktif bereaksi bahan yang mengandung karbon di mana $ZnCl_2$ akan terinterkalasi dalam matriks karbon. Zhonghua dan Vansant (1995), melaporkan kemungkinan mekanisme reaksi antara material karbon dengan $ZnCl_2$ sebagai aktivator adalah sangat efektif sekitar temperatur $700^\circ C$ sesuai dengan titik didih $ZnCl_2$ adalah $732^\circ C$. Pada kondisi temperatur aktivasi tersebut akan terjadi interaksi yang sangat efektif antara senyawa seng dengan atom karbon. Hal tersebut dapat mengakibatkan lapisan atom karbon melebar dan akan terbentuk pori-pori dalam matriks karbon. Selama proses aktivasi berlangsung dengan $ZnCl_2$, maka akan menyebabkan penghilangan atom hidrogen dan oksigen berupa senyawa hidrokarbon atau senyawa organik yang mengandung oksigen dari material karbon. Seiring dengan meningkatnya temperatur aktivasi, maka molekul volatil yang lebih berat akan ikut teruapkan/keluar dari pori, sehingga akan terbentuk pori-pori baru dan meningkatkan luas permukaan karbon.

Fenomena yang sama juga terjadi pada asam fosfat sebagai *activating agent* yang mempunyai dua fungsi yaitu (i) sebagai katalis asam untuk pemutusan ikatan dan pembentukan ikatan silang melalui proses siklisasi dan kondensasi, (ii) bereaksi dengan spesies organik untuk membentuk ikatan fosfat dan ester fosfat yang berfungsi untuk jembatan untuk membentuk ikatan silang dengan fragmen biopolimer (Bansal dan Goyan, 2005). Dengan penambahan aktivator tersebut, akan menyebabkan dehidrasi, dehidrogenasi, pembentukan

ikatan silang dan karena terjadi polimerisasi maka matriks menjadi kaku. Hal tersebut mempengaruhi dekomposisi pirolitik dan menghambat pembentukan tar (Manocha, 2003; Jibril, 2007). Asam sulfat (H_3PO_4) sebagai aktivator mampu mengoksidasi permukaan karbon sehingga dapat membuka pori pada permukaan karbon yang mula-mula masih tertutup (Marsh dan Reinoso, 2005; Jagtoyen dan Derbyshire, 1998). Hasil aktivasi dengan H_3PO_4 dapat memperbesar pori-pori dan menambah luas permukaan karbon aktif. Proses aktivasi dengan H_3PO_4 dapat meningkatnya *yield* karbon aktif dengan temperatur aktivasi sampai mencapai temperatur maksimum yaitu pada temperatur $600^\circ C$. Bilamana proses aktivasi berlangsung pada temperatur di atas $600^\circ C$, maka *yield* karbon aktif yang dihasilkan berkurang dengan bertambahnya temperatur. Hal ini juga menunjukkan bahwa struktur ikatan silang mencapai batas pemanasan, sehingga akan mempercepat pemutusan ikatan dan menyebabkan penurunan *yield* karbon aktif. Pengembangan pori karbon yang efektif menggunakan H_3PO_4 terjadi sekitar temperatur $600^\circ C$.

Proses aktivasi karbon dengan aktivasi fisika umumnya dilakukan pada temperatur tinggi antara $800-1100^\circ C$ yang harus memerlukan energi aktivasi cukup besar. Namun dengan menggunakan aktivator melalui aktivasi kimia dapat mengeluarkan pengotor-pengotor berupa hidrokarbon. Oleh karena dengan melibatkan aktivasi kimia, maka dapat mempermudah aktivasi fisika untuk menghilangkan senyawa-senyawa volatil yang masih tertinggal melalui pemanasan. Hal tersebut akan dapat menurunkan temperatur aktivasi.

Guo dan Lua (2000) melaporkan bahwa karbon aktif yang dibuat dari biji kelapa sawit dengan aktivasi kimia menggunakan aktivator $ZnCl_2$, H_3PO_4 dan KOH dan aktivasi fisika menggunakan gas CO_2 dengan variasi temperatur 700-900°C. Hasil karakterisasi yang diperoleh ternyata dengan peningkatan konsentrasi aktivator menyebabkan peningkatan luas permukaan BET. Luas permukaan BET mencapai optimum pada temperatur rentang 750-800°C, namun luas permukaan BET akan menurun di atas temperatur 800°C. Kemungkinan fenomena ini terjadi pembakaran karbon yang berlebihan sebagai unsur utama. Begitu pula Sricharoenhaikuldkk. (2008), telah melakukan pembuatan karbon aktif dari limbah buah jarak (*Jatropha curcas L.*) menggunakan aktivator KOH dan H_3PO_4 dan aktivasi fisika menggunakan gas CO_2 . Hasil karakterisasi menunjukkan terjadi peningkatan secara signifikan luas permukaan dengan metode aktivasi kimia dan fisika. Luas permukaan maksimum dengan aktivator KOH adalah 532,3 m²/g. Sementara itu, dengan H_3PO_4 lebih rendah yaitu 420,2 m²/g. Demikian juga ternyata di bawah kondisi temperatur pirolisis maka luas permukaan yang dihasilkan kecil. Hal ini disebabkan karena masih tingginya kandungan zat-zat volatil.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan parameter konsentrasi aktivator merupakan salah satu faktor yang berpengaruh terhadap karbon aktif hasil aktivasi di mana luas permukaannya menjadi besar (Molina dan Reinoso, 2004). Oleh karena itu di dalam penelitian ini salah satu parameter yang dipelajari adalah konsentrasi aktivator aktivasi. Pada kondisi

konsentrasi tertentu diharapkan akan efektif dan efisien menghasilkan karbon aktif yang mempunyai luas permukaan dan daya adsorpsi yang tinggi.

Zhang dkk. (2009) melaporkan bahwa telah melakukan pembuatan karbon aktif dari batubara *tar-pitch* melalui metode kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH dengan gas pengaktif CO₂ pada temperatur 800°C. Hasil karakterisasi ternyata rasio impregnasi, waktu aktivasi berpengaruh pada luas permukaan spesifik, volume mesopori dan kapasitas spesifik karbon aktif. Hasil tersebut menunjukkan karbon aktif hasil metode kombinasi aktivasi kimia dan fisika menunjukkan volume pori, rasio mesopori tertinggi dan kapasitas spesifik yang terbesar dibandingkan dengan karbon aktif hasil aktivasi kimia. Berdasarkan hasil penelitian tersebut maka metode kombinasi aktivasi kimia dan aktivasi fisika adalah metode yang efektif untuk pembuatan karbon aktif dengan menggunakan temperatur yang relatif rendah tapi dapat menghasilkan luas permukaan yang luas. Hal tersebut dapat dicapai setelah proses aktivasi dengan memodifikasi kombinasi aktivasi kimia dan fisika.

Karbon aktif dapat dibuat dengan dua metode aktivasi yaitu aktivasi kimia dan aktivasi fisika. Kedua metode tersebut mempunyai kelebihan masing-masing tetapi di sisi lain juga mempunyai kelemahan. Proses aktivasi kimia dapat berlangsung pada temperatur dan tekanan relatif lebih rendah. Berkaitan dengan hal tersebut, proses karbonisasi yang berlangsung pada temperatur rendah, bagian dari tar terbentuk tetap berada di pori-pori antara kristalit dan pada permukaan karbon.

Demikian juga zat-zat yang relatif sulit menguap, sehingga daya serapnya masih relatif rendah karena pori-pori permukaan karbon masih tertutup. Oleh karena itu dapat dilakukan aktivasi fisika untuk menghilangkan tar dengan pemanasan pada temperatur tinggi sambil dialiri gas atau uap panas. Tetapi pada kondisi temperatur tinggi menyebabkan komponen karbon akan terdekomposisi akibatnya terjadi pembakaran karbon yang berlebihan. Hal ini akan menurunkan luas permukaan karbon aktif yang dihasilkan.

Penelitian selanjutnya melakukan proses aktivasi menggunakan kombinasi aktivasi kimia dan aktivasi fisika menggunakan aktivator masing-masing KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂, dengan menggunakan gas pengaktif CO₂. Metode kombinasi tersebut sangat efektif dan efisien untuk pembuatan karbon aktif yang bermutu tinggi karena walaupun menggunakan temperatur pemanasan yang relatif rendah tapi daya absorpsinya besar. Selain itu keuntungan lain dengan menggunakan aktivator, adalah dapat mempercepat perubahan kimia pada material yang mengandung karbon dan memungkinkan penghilangan hidrogen dan oksigen, sehingga menghasilkan tambahan kandungan karbon terikat (Sricharoenchaikul, 2008).

C. Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi menyatakan hubungan kesetimbangan antara potensial kimia adsorbat dalam gas atau cairan dan potensial kimia adsorbat di dalam permukaan adsorben pada temperatur tetap. Kesetimbangan tercapai jika laju pengikatan adsorben terhadap adsorbat

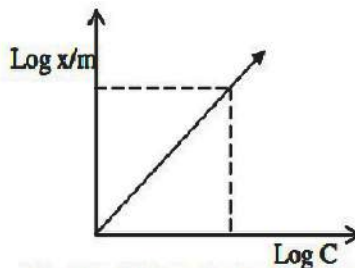
sama dengan laju pelepasannya (Koumanova dan Antova, 2002). Tipe isoterm adsorpsi ada tiga yang dikenal yaitu isoterm Freundlich, Langmuir, dan Brunauer-Emmet-Teller (BET). Isoterm Freundlich dan Langmuir digunakan untuk gas atau larutan dengan konsentrasi rendah. Isoterm BET merupakan modifikasi dari isoterm Langmuir pada tekanan tinggi.

Isoterm Freundlich mengasumsikan bahwa adsorpsi terjadi secara monolayer. Permukaan adsorben merupakan sistem heterogen dengan tingkat-tingkat energi yang berbeda dan tidak ada peristiwa adsorpsi kimia. Persamaan Freundlich dapat ditulis sebagai berikut:

$$\frac{x}{m} = k C^{\frac{1}{n}}$$

$$\log \frac{x}{m} = \log k + \frac{1}{n} \log C \dots\dots\dots 2.1$$

x/m adalah jumlah adsorbat yang terserap per unit bobot adsorben (mg adsorbat/g adsorben), C adalah konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan (mg/L), k , n konstanta empiris.



Gambar 2.1 Kurva Isoterm Adsorpsi Freundlich

Adsorpsi isoterm Langmuir mengasumsikan bahwa sejumlah tertentu sisi sentuh adsorben terdapat pada permukaan dan memiliki energi yang sama serta adsorpsi bersifat dapat balik (Atkins, 2006). Setiap tempat adsorpsi adalah ekuivalen dan kemampuan partikel untuk terikat di tempat tersebut dan menggambarkan permukaan adsorpsi yang homogen.

Apabila jumlah situs aktif pada permukaan adsorben sudah tertutup oleh adsorbat, maka proses adsorpsi selanjutnya akan terhalangi. Fraksi penutupan situs aktif adsorben dinyatakan dengan θ , maka fraksi mol situs aktif yang kosong dinyatakan dengan $(1-\theta)$, sehingga harga tetapan kesetimbangan adsorpsi (K) dapat dituliskan sebagai:

$$\frac{\theta}{(1-\theta)} = KP$$

Melalui penataan ulang, akan diperoleh persamaan:

$$\theta = \frac{KP}{1+KP} \dots\dots\dots 2.2$$

Persamaan 2.2 tersebut berlaku untuk adsorbat berfasa gas, P adalah tekanan gas. Untuk adsorbat yang berfasa cair, maka P diganti dengan C (konsentrasi molar). Untuk adsorben tertentu, harga θ akan sebanding dengan jumlah zat yang teradsorpsi (m), sehingga $m = b\theta$, b adalah kapasitas serapan maksimum adsorben. Kemudian akan diperoleh persamaan:

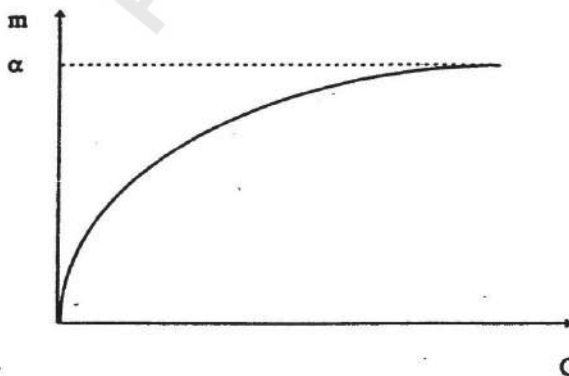
$$m = \frac{bKC}{1 + KC}$$

atau

$$\frac{1}{m} = \frac{1}{b} + \frac{1}{bKC}$$

$$\frac{c}{m} = \frac{1}{b}C + \frac{1}{Kb} \dots\dots\dots 2.3$$

Bila dibuat grafik antara θ lawan P pada persamaan (3.2), maka akan diketahui bahwa pada tekanan rendah, $KP < 1$, sehingga $\theta = Kp$. Hal ini menunjukkan bahwa θ naik secara linear dengan naiknya tekanan. Untuk tekanan yang tinggi, $Kp > 1$, sehingga $\theta \approx 1$, yang menunjukkan bahwa hampir semua permukaan telah tertutup oleh sebuah *monolayer* adsorbat. Pada tekanan yang tinggi, hampir seluruh permukaan adsorben tertutupi oleh *monolayer* adsorbat, sehingga perubahan tekanan menghasilkan sedikit perubahan dalam jumlah adsorbat yang diserap (Castellan, 1983). Hal tersebut dapat diilustrasikan dalam Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Kurva Isoterm Adsorpsi Langmuir

Selanjutnya, dengan membuat grafik C/m lawan C pada persamaan 2.3 akan diperoleh garis lurus, sehingga harga b (kapasitas adsorpsi) dan K (konstanta kesetimbangan adsorpsi) dapat ditentukan. Kapasitas adsorpsi merupakan harga $1/slope$, dan K merupakan *intersep* grafik tersebut. Dari harga K yang telah ditentukan, maka dapat diketahui juga besarnya energi adsorpsi, yang dapat diketahui dengan persamaan berikut:

$$E_{ads} = -\Delta G^{\circ} = R T \ln K \dots\dots\dots 2.4$$

Dengan:

ΔG = perubahan energi bebas Gibbs (J/mol)

R = tetapan gas umum (8,314 J/molK)

T = temperatur (Kelvin)

K = tetapan kesetimbangan adsorpsi

D. Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi merupakan faktor penting dalam perancangan proses adsorpsi selain kapasitas adsorpsinya. Kinetika adsorpsi menyatakan adanya adsorpsi suatu adsorbat oleh adsorben sebagai fungsi waktu. Jumlah zat teradsorpsi setiap massa adsorben tergantung konsentrasi adsorbat dan jumlah situs aktif kosong pada adsorben. Model kinetika adsorpsi digunakan untuk mengetahui kecepatan proses adsorpsi dan tahapan yang mengontrol pada proses adsorpsi. Berdasarkan pemodelan dengan menggunakan model orde semu satu dan orde semu dua, maka diperoleh data kinetika berupa kapasitas adsorpsi. Model orde semu satu pertama kali diperkenalkan oleh Lagergren (1898) merupakan model adsorpsi yang diawali

oleh difusi melewati bidang batas antar fase fluida-padatan. Persamaan Langergren dirumuskan sebagai berikut:

$$\ln (q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t$$

q_t adalah jumlah adsorbat yang diserap pada waktu tertentu (mg/g), q_e adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g), dan k_1 adalah tetapan laju adsorpsi (min^{-1}). Hubungan linear dari $\ln (q_e - q_t)$ terhadap t memberikan slope k_1 dan intersep $\ln q_e$. Persamaan orde semu dua diusulkan oleh Ho dan McKay (1998) seperti berikut:

$$\frac{1}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + k_1 t$$

q_t adalah jumlah adsorbat yang diadsorpsi pada waktu tertentu (mg/g), q_e adalah kapasitas adsorpsi kesetimbangan (mg/g), dan nilai laju adsorpsi awal, $h = k_2 q_e^2$ ($\text{mg g}^{-1}\text{min}$), serta k_2 adalah tetapan laju adsorpsi ($\text{g mg}^{-1}\text{min}$). Hubungan linear antara t/q terhadap t memberi slope = $1/q_e$ dan intersep = $1/k_2 q_e^2$ sehingga nilai $q_e = 1/\text{slope}$ dan $k_2 = \text{slope}^2/\text{intersep}$ (Ho dan Mc Kay, 1998).

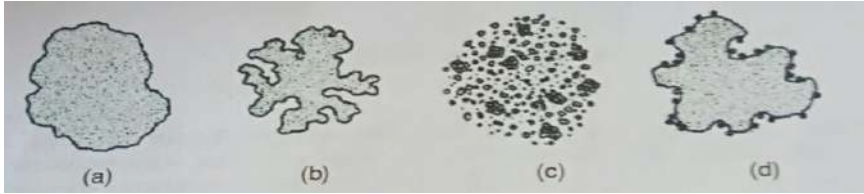
~oOo~

ANALISA STRUKTUR PORI

A. Struktur Pori

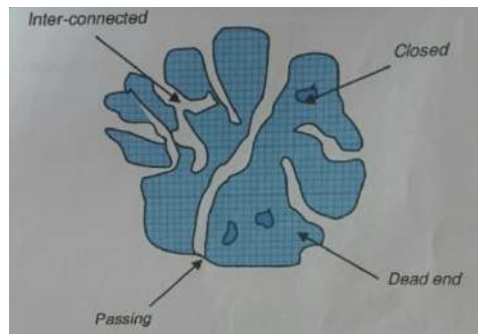
Reaksi yang dikatalisa oleh material padatan banyak melibatkan pori-pori tersebut sebagai tempat terjadinya reaksi. Sebagian reaksi katalisis tergantung pada luas permukaan katalis, dan sebagian tergantung pada sisi aktif katalis dalam pori-pori katalis. Material seperti karbon aktif juga sangat mengandalkan luas permukaan dan pori-porinya untuk fungsinya sebagai adsorben. Selain itu, struktur pori suatu keramik sangat menentukan kekuatan dan sifat-sifat fisiknya yang lain. Oleh karena itu, analisa struktur pori dan permukaan suatu material sangat penting dilakukan dalam karakterisasi padatan.

Metode yang umum digunakan dalam analisa struktur pori dan permukaan adalah adsorpsi gas, seperti nitrogen, krypton, merkuri, dan karbondioksida, pada tekanan tertentu. Dalam bab ini akan diuraikan tentang analisa struktur pori dan luas permukaan padatan (zeolit, oksida logam, karbon, keramik, maupun material mesopori) dan beberapa contoh penggunaannya sebagai katalis, penyerap (adsorben), dan lain-lain. Titik berat pembahasan akan diutamakan pada adsorpsi nitrogen.



Gambar 3.1 Konsep Porositas: (a) Padatan Non Pori, (b) Padatan Berpori, (c) Partikulat, (d) Partikel Katalis Tersupport

Tidak semua padatan memiliki porositas yang tinggi, tergantung pada partikel yang terbentuk selama sintesis. Gambar 3.1 menunjukkan konsep porositas padatan. Padatan non pori (Gambar 3.1.a) memiliki luas permukaan yang sangat rendah, sedangkan material berpori (Gambar 3.1.b) memiliki luas permukaan tinggi atau sedang. Ukuran partikel untuk partikulat (Gambar 3.1.c) sangat kecil, sehingga luas permukaannya tinggi. Untuk katalis (Gambar 3.1.d), biasanya mempunyai sisi teraktivasi yang disupport pada material berpori atau serbuk (powder). Hal ini menyebabkan luas permukaan dari padatan pendukung berkurang. Fenomena ini bisa dianalisa dengan adsorpsi gas pada padatan tersebut. Beberapa tipe dan bentuk pori ditunjukkan pada Gambar 3.2. Ada empat tipe pori; yaitu:



Gambar 3.2 Tipe Pori

1. Inter-Connected

Jenis pori ini menghubungkan satu pori dengan pori yang lain, sehingga membentuk jaringan pori yang panjang dan berliku-liku. Tipe inter-connected ini membust luas permukaan padatan tersebut menjadi tinggi.

2. Passing Pori

Passing membentuk suatu lubang melewati partikel suatu padatan, seperti saluran.

3. Closed (Rongga)




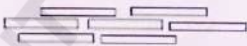

Pori closed tidak mempunyai mulut lubang. Pori ini seperti rongga di dalam partikel padatan. Keberadaan pori closed tidak dapat dianalisa dengan adsorpsi gas seperti tipe-tipe pori yang lain, schinggs tidak memperbesar maupun memperkecil luas partikel padatan tersebut.

4. Dead End

Berbeda dengan pori passing yang memiliki dua mulut luhang, tipe pori dead end hanya memiliki satu mulut lubang. Pori ini berakhir di dalam partikel padatan.

Keempat tipe pori tensesbut tentunya tidak hanya berupa saluran memanjang berbentuk sama. Secara umum ada lima bentuk pori yang dapat dilustrasikan berdasarkan analisa struktur pori dengan adsorpsi nitrogen maupun gas lain. Kelimanya terangkum dalam tabel berikut:

Tabel 3.1
Lima Bentuk Pori yang Dapat Dilustrasikan

Bentuk pori	Gambar
1. Silindris (tabung)	
2. Konikal (mengerucut)	
3. Sferikal atau botol tinta	
4. Slit	
5. Interstisi	

Berdasarkan ukuran porinya, suatu padatan dapat diklasifikasikan menjadi tiga:

1. Material mikropori, diameter pori 0-2 nm. Contoh material mikropori adalah zeolit, karbon, silika, dan lain-lain.
2. Material mesopori, diameter pori 2-50 nm. Material yang biasanya memiliki pori berukuran meso antara lain alumina, polimer, dan beberapa katalis.
3. Material makropori, diameter pori lebih dari 50 nm. Pori makro ini biasanya ditemui pada batuan, semen, tanah, dan sebagainya.

Dari analisis struktur dan permukaan pori dengan adsorpsi gas, dapat diperoleh informasi penting tentang padatan tersebut. Informasi tersebut adalah:

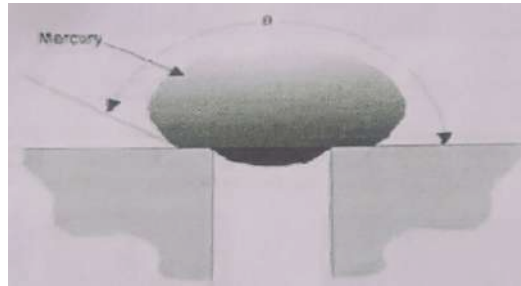
1. Densitas padatan (g/cc)
2. Persentase porositas (%)
3. Volume pori/distribusi ukuranpori
4. Volume pori total (cc/g)
5. Ukuran pori rata-rata
6. Luas permukaan spesifik
7. Distribusi ukuran partikel

Metode analisa struktur pori pada dasarnya dapat dilakukan dengan tiga pendekatan teknis, yaitu: 1) Porosimetri Merkuri; 2) Adsorpsi Gas; 3) Piknometri Helium.

Dengan teknik porosimetri merkuri didapatkan informasi distribusi ukuran pori, distribusi ukuran partikel, densitas ruah dan apparent, porositas total, dan distribusiluas pori dari material makropori. Teknik adsorpsi gas (nitrogen, kripton) biasanya digunakan untuk karakterisasi material mikro dan mesopori. Dari teknik ini akan diperoleh luas permukaan spesifik, distribusi ukuran pori, dan volume total pori. Sedangkan teknik piknometri helium biasanya digunakan untuk mengukur densitas sebenarnya dari suatu padatan. Pemilihan teknik yang tepat untuk karakterisasi material didasarkan pada ukuran porinya.

B. Porosimetri Intrusi Merkuri

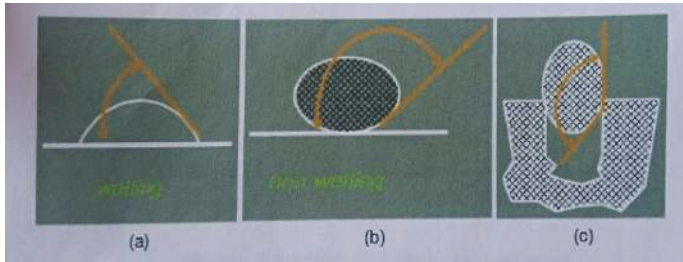
Porosimetri merkuri umumnya digunakan untuk analisa permukaan dari material makropori, karena ukuran partikel merkuri yang relatif besar masih dapat masuk ke dalam pori-porinya.



Gambar 3.3 Porosimetri Merkuri

Selama proses analisa ini, merkuri (Hg) ditekan masuk ke dalam pori-pori dengan cara mengaplikasikan tekanan tertentu (Gambar 3.3). Tekanan penetrasi yang diberikan agar Hg bisa menembus (masuk) pori adalah berbeda-beda, disesuaikan dengan diameter pori material yang dianalisa. Tekanan tersebut berbanding terbalik terhadap ukuran pori. Semakin kecil diameter pori, maka tekanan yang diaplikasikan semakin tinggi. Untuk material dengan diameter pori 3,6-15.000 nm biasanya digunakan tekanan yang sangat tinggi (*ultra-high pressure*), sekitar 440 Pa. Sedangkan material berdiameter pori 3.800-116.000 nm biasanya cukup digunakan tekanan 140 Pa. Tetapi umumnya, porosimeter dijalankan dengan tekanan tinggi, 240 Pa, yang mampu mendeteksi pori berdiameter dari 7,4-15.000 nm.

Teknik porosimetri merkuri ini didasarkan pada sifat dari merkuri sendiri. Merkuri (Hg) merupakan cairan yang tidak membasahi untuk berbagai padatan. Konsep membasahi (*wetting*) dan tidak membasahi (*non wetting*) ini dilihat dari sudut kontak dengan permukaan padatan (Gambar 3.4). Cairan yang membasahi memiliki sudut kontak yang kecil ($0 < 90$), sedangkan cairan yang tidak membasahi memiliki sudut kontak yang besar ($0 > 90^\circ$). Merkuri memiliki sudut kontak yang besar, seperti terlihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.4 Konsep Wetting dan Non Wetting: (a) Wetting dengan θ Kecil, (b) dan (c) Non Wetting dengan θ Besar

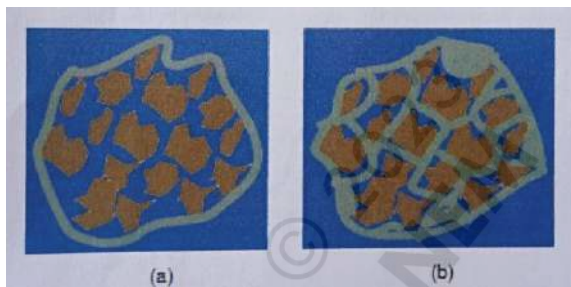
Karena ukuran partikelnya yang besar, maka merkuri harus ditekan untuk dapat masuk ke dalam pori-pori, di mana tekanan penetrasi tersebut disesuaikan dengan ukuran pori seperti yang dijelaskan sebelumnya. Volume Hg yang masuk dalam porosimetri ini menunjukkan volume pori material yang dianalisa.



Gambar 3.5 Adsorpsi Merkuri pada (a) Vakum, (b) tekanan tinggi

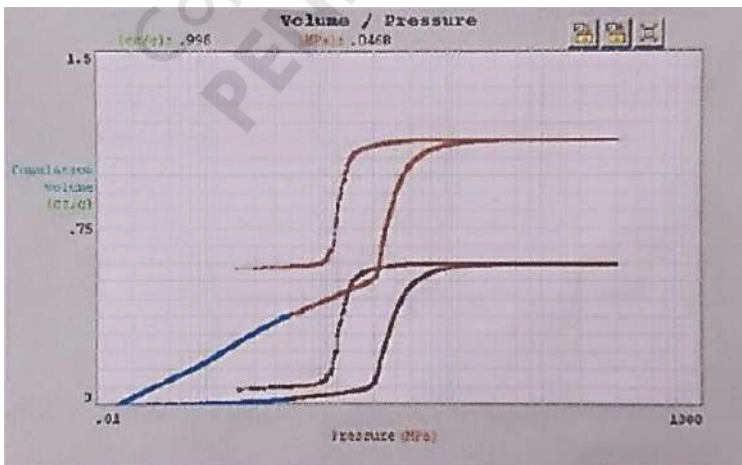
Merkuri tidak dapat memasuki pori dalam kondisi vakum, sehingga dengan pengaplikasian tekanan vakum hanya akan diperoleh perhitungan untuk densitas dari material yang dianalisa (Gambar 3.5.a). Dengan meningkatkan tekanan maka Hg akan dipaksa masuk ke dalam pori-pori yang ada (Gambar 3.5.b), sehingga diperoleh informasi densitas sebenarnya dari material yang dianalisa,

ukuran, dan volume pori. ketika tekanan diaplikasikan, maka Hg mula-mula penetrasi (masuk) ke dalam rongga interpartikel dan menghancurkan agregat (gumpalan) material yang sama. Kemudian dengan meningkatkan tekanan lagi, Hg hanya akan penetrasi pada rongga interpartikel. Informasi yang didapatkan dari sini adalah ianali distribusi ukuran pori (Gambar 3.6).

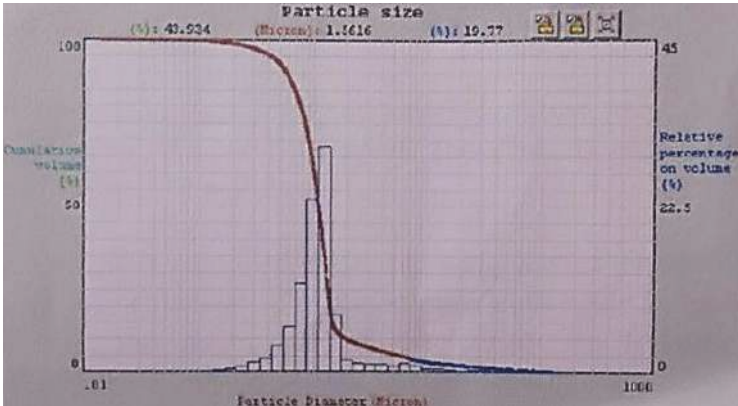


Gambar 3.6 Hg Penetrasi pada Rongga Inter Partikel Sampel

Profil data yang diperoleh pada tampilan alat porosimeter adalah seperti gambar 3.7 dan 3.8 berikut:

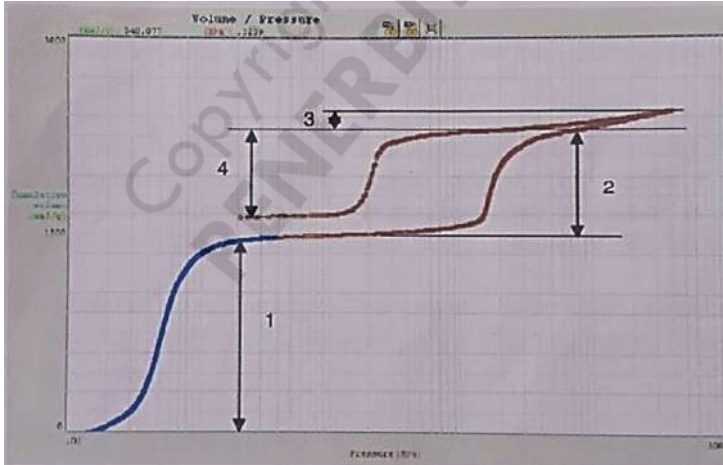


Gambar 3.7 Profil Tampilan Data Porosimetri Merkuri: Grafik Adsorpsi Isotermal Volume vs. Tekanan



Gambar 3.8 Profil Tampilan Data Porosimetri Merkuri: Distribusi Ukuran Pori

Kurva/grafik adsorpsi isothermal porosimetri merkuri dari serbuk berpori dan interpretasi volume intrusinya dijelaskan sebagai berikut:



Gambar 3.9 Grafik Adsorpsi Isotermal dari Porosimetri Merkuri

Dari kurva yang terbentuk semua informasi, diantaranya adalah (lihat Gambar 3.9): Kurva yang naik tajam ketika tekanan kecil mulai displikasikan menunjukkan

jumlah/volume Hg yang penetrasi ke dalam rongga/porositas interpartikel (gambar 3.6.b). Kurva ini dapat digunakan untuk perhitungan distribusi ukuran partikel. Ketika lekaran terus dinaikkan, kurva yang terbentuk adalah datar. Hal ini mengindikasikan bahwa Hg telah memenuhi rongga interpartikel. Kemudian dengan mengaplikasikan tekanan yang lebih besar lagi sampai sekitar 1000 MPa, kurva kembali naik tajam. Kenaikan ini terjadi karena Hg penetrasi ke dalam pori-pori sampel (Gambar 3.5.b). Dari kenaikan kurva yang kedua ini dapat dihitung porositas atau volume pori interpartikel.

Setelah tekanan diturunkan untuk desorpsi Hg, kurva yang diperoleh tidak persis sama seperti adsorpsi. Pengaruh kompresi (penekanan) pada sampel diperlihatkan oleh no.3 pada Gambar 3.9 di atas. Histeresis terlihat pada porosimetri merkuri. Ketika proses desorpsi Hg, pada tekanan tertentu terlihat jumlah Hg pada sampel lebih besar daripada ketika adsorpsi. Tidak semua Hg terdesorpsi. Hal ini disebabkan Hg terjebak dalam pori-pori (biasanya pori-pori berbentuk botol tinta atau jaringan). Dalam menginterpretasikan data porosimetri merkuri, harus diperhatikan hal-hal berikut ini:

1. Sifat sampel yang dianalisa, meliputi bentuk sampel apakah padatan atau serbuk, kemungkinan terjadinya reaksi antara sampel dengan Hg.
2. Selain itu, sebelum dilakukan analisa porosimetri merkuri ini harus dipastikan sampel telah dikeringkan dengan sempurna, dan dilakukan penimbangan sampel setelah proses degassing.
3. Pengukuran blanko dan pengurangan data dengan blanko harus dilakukan dengan tepat. Harus dipastikan juga bahwa kecepatan pengaplikasian tekanan antara

blanko dan sampel harus sama. Jika memungkinkan, pengukuran porosimetri merkuri ini dilakukan dua kali untuk tiap sampel.

4. Uji reproduibilitas harus selalu dilakukan.
5. Amati bentuk kurva intrusi.
6. Amati jika terjadi histerisis.
7. Amati juga apakah merkuri tertahan oleh sampel atau tidak.
8. Kemungkinan terjadinya kompresi atau kerusakan sampel juga harus dievaluasi.
9. Volume rongga/porositas interpartikel dan intrapartikel harus dibedakan.
10. Pilihlah model bentuk pori yang sesuai untuk luas permukaan.

Beberapa kelebihan kelemahan dari teknik porosimetri merkuri ini terangkum sebagai berikut:

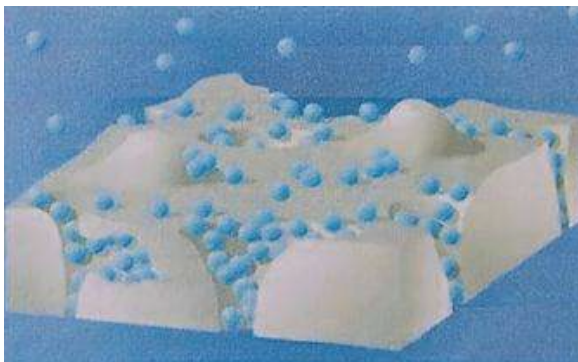
1. Persamaan matematis diperoleh dengan asumsi bentuk pori adalah silindris dan tidak selalu memperhatikan sudut kontak. Hal ini tentu saja mempengaruhi validitas dari luas permukaan dan ukuran pori untuk beberapa material. Tetapi hal ini juga membuat teknik ini sangat bagus untuk membandingkan sesuatu.
2. Beberapa material dapat tertekan atau bahkan rusak pada tekanan tinggi, sehingga analisa harus dihentikan pada tekanan kritis material tersebut.
3. Beberapa material yang mengandung logam dapat bereaksi dengan merkuri membentuk amalgam. Sangat dianjurkan untuk melakukan pasivasi permukaan sebelum uji porosimetri.

4. Porosimetri merkuri ini merupakan teknik analitik destruktif, sehingga harus disiapkan sampel dengan jumlah yang cukup untuk uji pengulangan.
5. Setelah analisa, sampel harus didekontaminasi dari merkuri yang tertinggal / terjebak dalam pori-pori.
6. Lingkungan laboratorium harus memadai untuk penanganan merkuri. Tetapi dengan instrumen porosimeter modern, hanya diperlukan merkuri dengan jumlah yang tidak terlalu banyak. Penanganan merkuri ini harus benar-benar diperhatikan, dan operator telatih diperlukan untuk tujuan ini.

C. Adsorpsi Gas

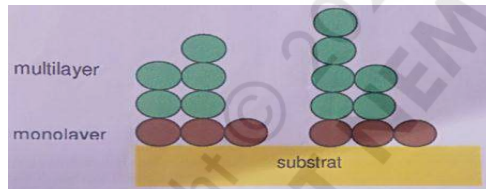
Adsorpsi gas kripton dan nitrogen tepat digunakan untuk analisa material mikropori dan mesopori. Pada konsep adsorpsi gas ini, dikenal beberapa istilah sebagai berikut:

1. Adsorbat, yaitu fase gas yang teradsorp pada permukaan material.
2. Adsorben, yaitu fase padatan yang mengadsorp gas, disebut juga substrat.

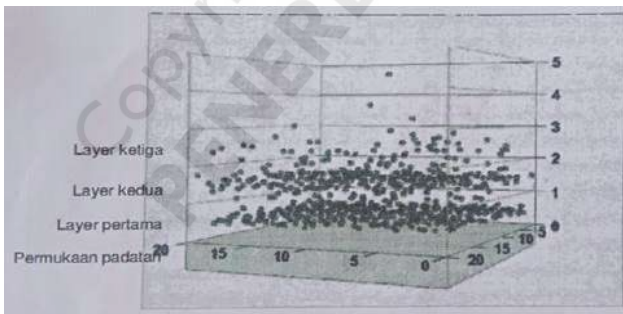


Gambar 3.10 Fisisorpsi

Dalam fisisorpsi (adsorpsi fisis), gas inert dengan jumlah tertentu, pada temperatur yang sangat rendah (77 K), dan tekanan vakum diadsorb pada permukaan material berpori (Gambar 3.10). Fisisorpsi ini tidak tergantung pada sifat dari sampel, tetapi hanya tergantung pada luas permukaan dan struktur pori. Luas permukaan material yang dianalisa (sampel) diukur dari jumlah molekul yang terdeposit (teradsorp) dimonolayer. Sedangkan ukuran pori ditentukan oleh tekanan kondensasi (tekanan penguapan) gas dalam pori-pori.



Gambar 3.11 Ilustrasi Gas yang Teradspsi pada Substrat



Gambar 3.12 Simulasi Adsorpsi Multilayer oleh Montecarlo

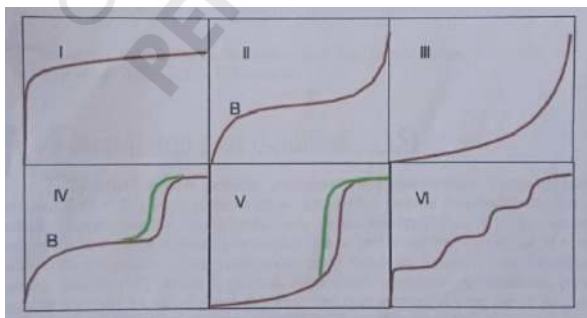
Molekul-molekul gas pada layer pertama (monolayer) biasanya teradsorp karena adanya gaya tarik molekul gas-substrat. Sedangkan molekul gas pada fase multilayer teradsorp karena gaya tarik antar molekul mengilustrasikan adsorpsi monolayer dan multilayer tersebut. Simulasi oleh Montecarlo ditunjukkan pada Gambar 3.12. Gas yang

umum digunakan pada fisisorpsi untuk analisa struktur pori dan permukaan adalah Nitrogen Argon, Krypton, dan Karbondioksida. Dari analisa ini diperoleh luas area spesifik total, distribusi ukuran meso-mikropori, dan volume total meso-mikropori. Gambar 3.13 memperlihatkan alat yang digunakan dalam adsorpsi gas molekul gas.



Gambar 3.13 Porosimeter Gas: Sorptomat 1990

Data keluaran dari analisa ini sama halnya dengan data dari porosimetri merkuri, yaitu grafik adsorpsi isothermal, tetapi bentuknya berbeda. Tipe grafik adsorpsi isothermal dalam fisisorpsi gas ditunjukkan pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14 Tipe Grafik Adsorpsi Isothermal berdasarkan IUPAC

Menurut IUPAC, grafik adsorpsi isothermal dapat diklasifikasikan menjadi enam tipe:

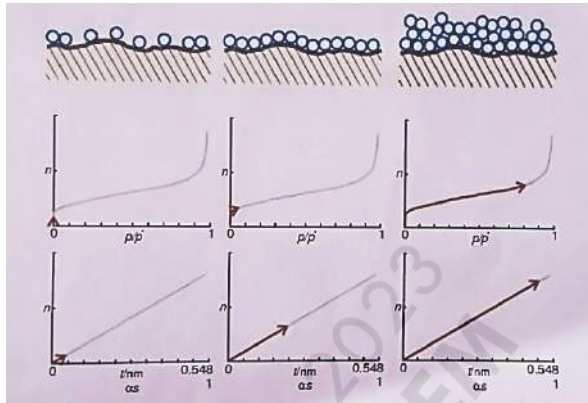
1. Tipe I: Tipe ini khas untuk terjadi untuk fisisorpsi gas pada padatan mikropori dan kemisorpsi isothermal.
2. Tipe II: Tipe ini biasanya terlihat dari adsorpsi pada padatan non pori.
3. Tipe III: Grafik ini khas untuk uap, misalnya air pada padatan hidrofobik.
4. Tipe IV: Grafik Tipe IV ini memperlihatkan loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori. Jadi tipe IV ini khas untuk material mesopori.
5. Tipe V: Grafik ini juga khas untuk uap seperti halnya Tipe II, tetapi terlihat adanya loop histerisis yang juga disebabkan oleh kondensasi kapiler pada mesopori.
6. Tipe VI: Grafik isothermal seperti anak tangga, biasanya terlihat untuk adsorpsi nitrogen pada karbon tertentu.

Terjadinya bentuk kurva isothermal yang khas untuk beberapa material dapat dijelaskan dalam uraian di bawah ini.

1. Material Non Pori (Gambar 3.15)

Material non pori memiliki permukaan yang hampir datar. Tanpa aplikasi tekanan, $P/P_0 = 0$, gas yang teradsorpsi sangat sedikit, terlihat dari ordinatnya yang rendah. Dengan memberikan tekanan yang sangat rendah ($P/P_0 < 0,1$), gas mulai menjenuhi monolayer (daerah monolayer). Pada grafik terlihat kurva hanya naik sedikit, menunjukkan bahwa jumlah gas yang teradsorpsi sangat kecil. Kenaikan tekanan sampai P/P_0 hampir 1 ternyata tidak banyak membuat gas teradsorpsi pada material non pori ini, ditunjukkan dari kenaikan volume gas (n) yang masih rendah. Pada daerah ini belum terjadi adsorpsi multilayer. Kemudian pada $P/P_0 = 1$ kurva naik tajam, mengindikasikan terjadinya adsorpsi

multilayer. Tetapi, jumlah gas yang teradsorp tetap tidak begitu banyak, mengindikasikan bahwa luas permukaan material non pori ini sangat rendah.



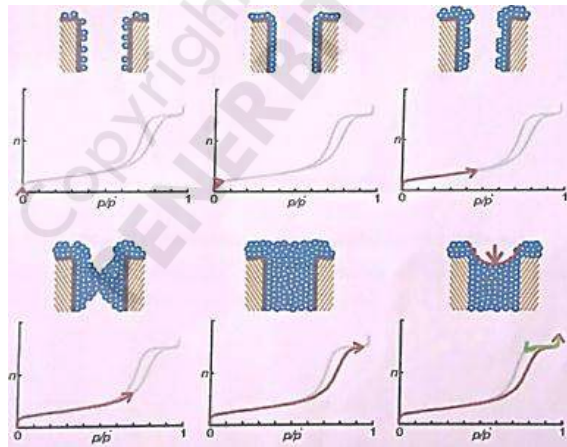
Gambar 3.15 Mekanisme Adsorpsi pada Permukaan Non Pori

2. Material Mesopori (Gambar 3.16)

Grafik adsorpsi isotermal dari material mesopori ini memiliki sifat khas, yaitu terjadinya loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori. Dari grafik terlihat bahwa pada $P/P_0 = 0$ gas yang teradsorp sangat sedikit, dan daerah monolayer belum penuh. Dengan meningkatkan tekanan sampai $P/P_0 < 0,1$, mulai terjadi adsorpsi gas yang menjenuhi monolayer. Jumlah gas yang teradsorp adalah kecil, tetapi masih lebih besar dibandingkan dengan material non pori. Ketika tekanan dinaikkan lagi sampai P/P_0 kira-kira 0,5 adsorpsi multilayer mulai terjadi, tetapi jumlah yang teradsorp tidak terlalu banyak, sehingga slope grafiknya kecil (kenaikan tidak tajam).

Interaksi molekul-molekul gas yang teradsorp pada dinding pori yang saling berhadapan mulai terjadi ketika

tekanan mencapai P/P_0 sekitar 0,7. Pengaplikasian tekanan yang lebih tinggi lagi, yaitu sampai P/P_0 1 menyebabkan molekul-molekul gas memenuhi mesopori. Kurvanya isothermalnya naik tajam karena jumlah gas yang teradsorp sangat besar. Kemudian ketika tekanan diturunkan untuk desorpsi gas, kurva isothermal menunjukkan terjadinya loop histerisis di mana jumlah gas yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah yang teradsorpsi di awal. Pada tekanan yang sama, jumlah gas yang tertinggal di permukaan material ketika desorpsi masih lebih banyak dibandingkan ketika adsorpsi. Dengan kata lain, jumlah gas yang terdesorpsi lebih kecil daripada yang teradsorpsi. Hal ini disebabkan oleh kondensasi kapiler pada mesopori.

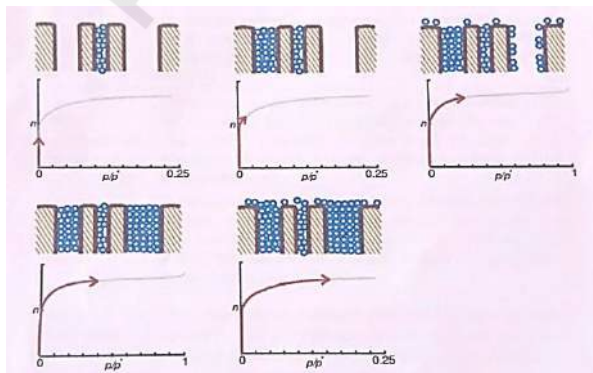


Gambar 3.16 Mekanisme Adsorpsi pada Permukaan Mesopori

3. Material Mikropori (Gambar 3.17)

Berbeda dari material non pori dan mesopori, pada material mikropori mekanism adsorpsi adalah kompleks. Pada mikropori ini terjadi overlap potensial dari kedua

sis dinding pori, sehingga meningkatkan potensial adsorpsi material tersebut. Semakin kecil ukuran pori, maka potensial yang dihasilkannya juga semakin tinggi. Hal ini menyebabkan peningkatan energi adsorpsi. Oleh karenanya adsorpsi dapat terjadi pada tekanan yang sangat rendah. Gas (adsorbat) terlebih dahulu akan mengisi mikropori dengan ukuran yang lebih kecil, kemudian adsorpsi pada permukaan mikropori dengan ukuran yang lebih besar terjadi pada waktu yang bersamaan (pengisian mikropori sekunder). Dari uraian di atas, jelaslah mengapa grafik adsorpsi isothermal pada material mikropori terlihat seperti Gambar 3.17. Pada $P/P_0 = 0$, gas yang teradsorpsi sangat banyak, sehingga kurva naik dengan lajam. Ordinat grafik menunjukkan jumlah /volume gas yang teradsorpsi adalah besar. Lebih besar dari pada material mesopori. Hal ini mengindikasikan bahwa material mikropori memiliki luas permukaan tinggi. Kemudian pada tekanan yang lebih tinggi, terjadi pengisian mikropori sekunder dengan jumlah gas yang teradsorpsi tidak terlalu banyak.



Gambar 3.17 Mekanisme Adsorpsi pada Material Mikropori

Untuk menentukan luas permukaan spesifik dari data adsorpsi gas, beberapa peneliti mengajukan model perhitungan yang terangkum pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2
Model Interpretasi Adsorpsi
untuk Penentuan Luas Permukaan Spesifik

Model	Asumsi
Langmuir	Gas hanya dapat membentuk satu layer molecular pada permukaan. Umumnya digunakan dalam analisa kemisorpsi atau fisisorpsi yang menunjukkan isoterma Tipe I dengan siku yang hampir 90°.
Brunauer, Emmet dan Teller (BET 2 parameter)	Gas membentuk jumlah layer yang tak terbatas di atas suatu permukaan. Asumsi ini menyamaratakan persamaan Langmuir. Gaya yang aktif dalam kondensasi gas menyebabkan pembentukan multilayer. Aplikasinya adalah pada isoterma Tipe II, IV, VI.
BET 3 parameter (<i>full equation</i>)	Menggunakan fungsi regresi non-linier untuk memperhalus titik-titik hasil eksperimen. Selain volume monolayer dan nilai C dari standar BET, persamaan ini juga dapat digunakan untuk menghitung jumlah layer N. Dapat diaplikasikan pada semua tipe isoterma fisisorpsi.
t-plot dan alpha plot	Memasukkan konsep isothermal standar. Data adsorpsi diplot vs ketebalan rata-rata dari layer yang teradsorpsi atau jumlah gas yang teradsorpsi pada tekanan referensi. Data referensi harus dikumpulkan dari material non pori dengan sifat yang sama dengan sample yang diuji.
Dubinini Raduskevitch plot	Hanya dapat diaplikasikan ketika pori-porinya mempunyai ukuran berdimensi molecular (material mikropori, isoterma Tipe I). Plot ini didasarkan pada diferensial molar dari adsorpsi (Polanyi).

Sedangkan perhitungan untuk ukuran pori material dijelaskan juga oleh beberapa peneliti pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3
Model Umum untuk Perhitungan Pori

Model	Asumsi
Kelvin	Menghubungkan tekanan kesetimbangan (pada desorpsi) dengan jari-jari "inti" gas yang didesorpsi dari dalam mesopori. Model ini juga dapat diaplikasikan ketika terjadi kondensasi kapiler (isotermal Tipe IV, V).
Barret, Joiner, Halenda (BJH), dan metode lain yang mirip	Model ini didasarkan pada persamaan Kelvin, tetapi mengganti jari-jari Kelvin dengan ketebalan dari gas yang masih teradsorpsi. Kedua model berbeda pada cara menghitung ketebalan ($P_r = K_r + t$). Aplikasinya pada isotermal Tipe IV, V.
Horvath dan Kavazoe (HK) dan model yang serupa (Saito-Foley, etc.)	Model ini berdasarkan interaksi Lennard-Jones antara gas dan padatan. Fungsi potensial keduanya sangat penting. HK dikembangkan untuk pori berbentuk slit pada karbon mikropori. SF memperluas untuk pori silindris. Fase teradsorpsi dianggap mengikuti gas ideal dimensi dua. HK dapat diaplikasikan untuk isotermal Tipe I pada karbon aktif, SF pada zeolit mikropori atau silika.
Metode lain	Sejumlah besar metode lain juga tersedia untuk penghitungan luas permukaan dan ukuran pori. Model-model baru atau variasinya muncul tiap tahun karena sulitnya interpretasi mekanisme adsorpsi / desorpsi.

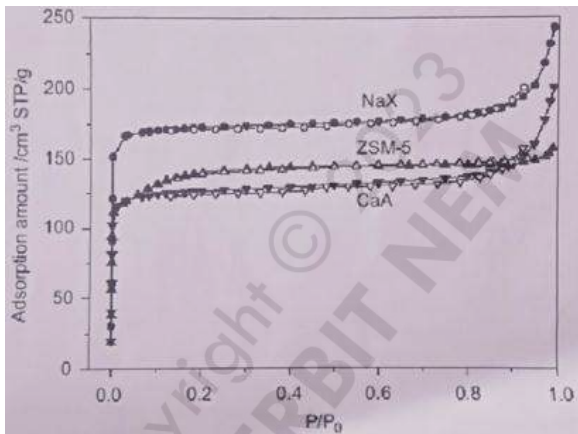
Selanjutnya akan didiskusikan beberapa contoh analisa struktur pori pada beberapa material.

D. Zeolit

Zeolit merupakan material meso dan mikropori. Analisa struktur pori dan luas permukaannya menjadi sangat penting karena penggunaannya yang luas sebagai katalis maupun adsorben. Porosity of microporous zeolites A, X and ZSM-5 studied by small angle X-ray scattering and nitrogen adsorption.

Porositas dari beberapa zeolit mikropori, seperti Na-X, zeolit A setelah pertukaran ion (KA, NaA, dan CaA), dan ZSM-5 dipelajari dengan adsorpsi nitrogen pada 77 K. Gambar 3.18 menunjukkan adsorpsi dan desorpsi isotermal

N_2 pada 77 K untuk ketiga jenis zeolit tersebut. Gambaran isoterm tersebut mengindikasikan hanya terjadi pengisian volume mikropori dan tidak terlihat mesopori. Kinetika adsorpsi N_2 untuk zeolit NaA dan KA terlalu lambat untuk mencapai kesetimbangan pada tiap titik isoterm pada 77 K. Maka, tidak ada isoterm regular, tetapi hanya diperoleh data Juas permukaan spesifik untuk kedua sampel ini.



Gambar 3.18 Adsorpsi Isotermal Nitrogen dari Zeolit Penyaring Molekular NaX, CaA, dan ZSM-5 pada 77 K, Simbol Hitam: Adsorpsi, Simbol Putih: Desorpsi [1]

Ukuran pori dan distribusi ukuran pori berdasarkan adsorpsi isotermal N_2 dapat diperoleh dengan beberapa metode, seperti metode teori fungsi densitas non-lokal (NLDFT), persamaan Dubinin-Astakhov (DA) berdasarkan teori pengisian mikropori, dan metode Horvath-Kawazoe (HK) berdasarkan potensial interaksi antara adsorbat dan adsorben. Di antara metode-metode tersebut, metode HK paling sederhana dan umum digunakan untuk mengevaluasi distribusi ukuran pori material mikropori. Model HK awal hanya sesuai dengan pori-pori berbentuk slit. Kemudian

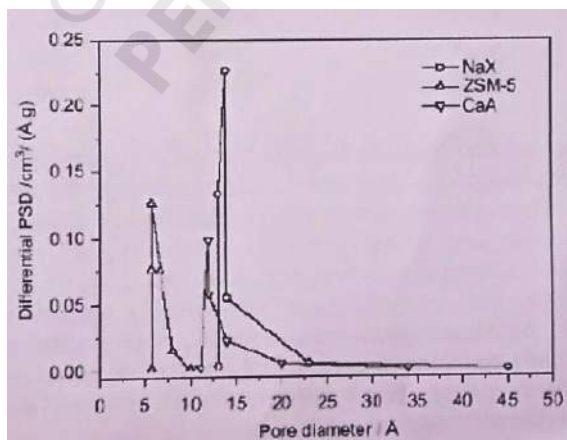
diusulkan model untuk pori sferik dan pori silindris. Teknik ini telah sukses digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori pada berbagai adsorben mikropori, seperti karbonaktif dan zeolit. Ukuran dan distribusi ukuran mikropori yang diperoleh dengan metode HK ditunjukkan pada Tabel 3.4 dan Gambar 3.19. Puncak tunggal yang tajam pada tiap kurvadistribusi ukuran pori (Gambar 3.19) mengindikasikan bahwa zeolit mempunyai pori-pori mono-dispersi, dengan diameter 14; 12; dan 5,7 A masing- masing untuk NaX, CaA, dan ZSM-5 (Tabel 3.4). Ukuran mikropori ini juga menunjukkan ukuran ronggaprimer.

Tabel 3.4

Karakteristik Adsorpsi N_2 untuk Zeolit A, X, dan ZSM-5 [1]

	D (Å)		V_m (cm ³ /g)		S_{wt} (m ² /g)		S_{sp} (m ² /g)	
	HK Eq.	DJR Eq.	α -method	α_s -method	α -method	α_s -method	Our work	[Ref]
NaX	14	0.27	0.25	0.26	23	25	565	662 [48]
ZSM-5	5.7	0.22	0.21	0.20	24	26	445	431 [49]
CaA	12	0.21	0.18	0.18	47	44	428	565 [48]
NaA							32	
KA							32	

The standard deviation is unity in the last decimal of a parameter.



Gambar 3.19 Distribusi Ukuran Pori untuk NaX, CaA, dan ZSM-5 Dihitung dengan Metode HK [1]

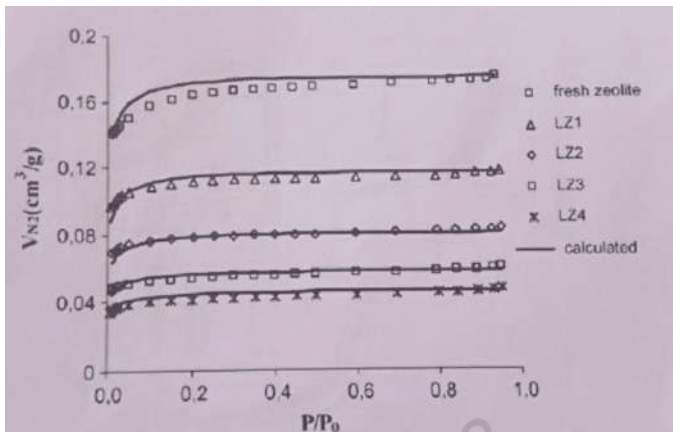
Bila dibandingkan dengan NaX dan ZSM-5, luas permukaan eksternal, S_e untuk CaA adalah paling besar, tetapi luas permukaan BET, SBET, untuk CaA hampir sama atau bahkan lebih kecil daripada NaX dan ZSM-5 (Tabel 3.4). Sehingga, nilai S_e/S_{BET} 0,1 untuk CaA adalah hampir dua kali lipat untuk NaX dan ZSM-5, yang menyebabkan penurunan jumlah nitrogen teradsorb dalam mikropori CaA. Seperti yang tertera pada Tabel 3.4, NaA dan KA memiliki SBET yang sangat rendah. Diameter kinetik dari molekul nitrogen (3,64 Å) sebanding dengan diameter saluran efektif dari NaA (sekitar 4 Å), sehingga penutupan saluran akan terjadi untuk nitrogen dalam NaA, mengakibatkan data SBET yang sangat rendah. Penjelasan tersebut juga berlaku untuk KA dengan saluran yang lebih sempit. Karena kesulitan tersebut, maka jarang sekali pelaporan luas permukaan spesifik untuk kedua zeolit.

Sifat deaktivasi zeolit HZSM-5 pada reaksi katalitik cracking LDPE dianalisa dengan adsorpsi nitrogen. Setelah reaksi katalitik pertama, katalis baru (HZSM-5) yang digunakan menjadi mengandung coke (LZ1). Kemudian katalis yang mengandung coke ini digunakan kembali untuk reaksi katalitik kedua, dan seterusnya, sehingga katalis dinotasikan dengan LZ(j), dimana j adalah jumlah reaksi yang telah dikatalisa oleh katalis tersebut.

Tabel 3.5
Karakteristik Katalis yang Digunakan [2]

Zeolite	BET area (m ² /g)	N ₂ adsorption capacity (cm ³ /g) ^a	%Coke ^b	ΔT_{max} (°C) ^c
HZSM-5	358	0.179	0	–
LZ1	239	0.120	4.60	75
LZ2	169	0.089	5.99	42
LZ3	117	0.061	6.73	33
LZ4	90	0.048	7.08	26

Gambar 3.20 menunjukkan adsorpsi isothermal nitrogen dari sampel baru dan yang mengandung coke. Nitrogen menempati seluruh volume pori dari zeolit yang bebas coke, sedangkan pada sampel yang mengandung coke teramati terjadinya reduksi kapasitas adsorpsi nitrogen. Tabel 3.5 menunjukkan luas permukaan (m/g) dan kapasitas adsorpsi (VN₂max) dari zeolit yang bebas dan mengandung coke. Kapasitas adsorpsi dibuat melalui ekstrapolasi pada P/P₀ 1 dari isothermalnya. Setelah empatkali penambahan polimer, zeolit mampu mempertahankan 27% dari kapasitas adsorpsi nitrogen pada zeolit baru. Tabel 3.5 menunjukkan kandungan coke pada katalis. Pembentukan coke yang terpenting terjadi ketika zeolit baru digunakan sebagai katalis, yaitu pada dekomposisi polimer pertama. Semakin tinggi kandungan coke awal ini pada katalis untuk reaksi cracking, maka semakin rendah pula pembentukan coke.



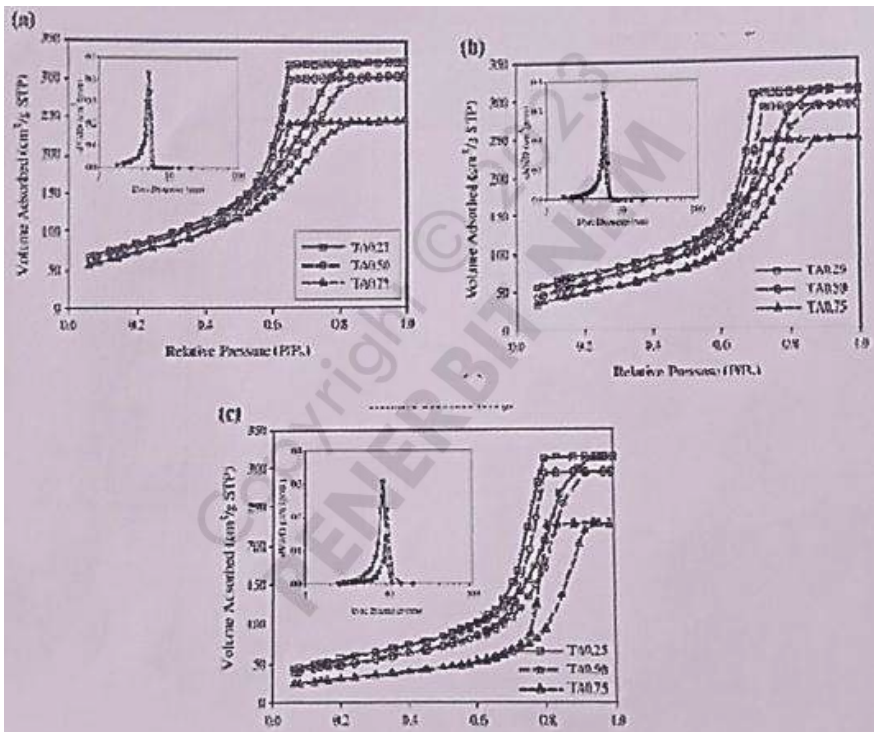
Gambar 3.20 Adsorpsi Isotermal Nitrogen berdasarkan Eksperimen dan Perhitungan dari Sampel Baru dan yang Mengandung Coke [2]

E. Material Mesopori

Adsorpsi nitrogen digunakan untuk menganalisa pengaruh kandungan TiO_2 dan temperatur kalsinasi pada granula komposit $\text{TiO}_2/\text{A1203}$. Alumina murni dilabel PA, sedangkan TA0,25; TA0,50; dan TA0,75 masing-masing untuk campuran titania-alumina dengan $\text{TiO}_2/(\text{TiO}_2+\text{A1203})$ 0,25; 0,50; dan 0,75.

Gambar 3.21 menunjukkan isotermal dan distribusi ukuran pori (dalam insert) dari granula komposit $\text{TiO}_2/\text{A1203}$ setelah kalsinasi pada temperatur yang bervariasi. Berdasarkan klasifikasi BDDT, semua isotermal merupakan Tipe IV dengan loop histerisis, yang mengindikasikan adanya mesopori. Selain itu, bentuk loop histerisis merupakan kombinasi dari Tipe H2 dan H3, yang berarti bahwa terdapat pori-pori sempit berbentuk slit dan ink-bottle. Distribusi ukuran pori dari granula tersebut dihitung dari cabang desorpsi grafik isothermal. Setelah kalsinasi 450°C , isotermal dari granula komposit menunjukkan loop

histerisis pada tekanan relative yang hampir sama dari 0,55 sampai 0,8, yang berarti distribusi ukuran porinya hampir identik pada range 3 - 6 nm dengan ukuran pori rata-rata yang sama, 4,4 nm. Dengan peningkatan temperatur kalsinasi seperti terlihat pada Gambar 3.21 (b) dan (c), loop histerisisnya bergeser ke kanan, mengindikasikan adanya peningkatan ukuran pori.



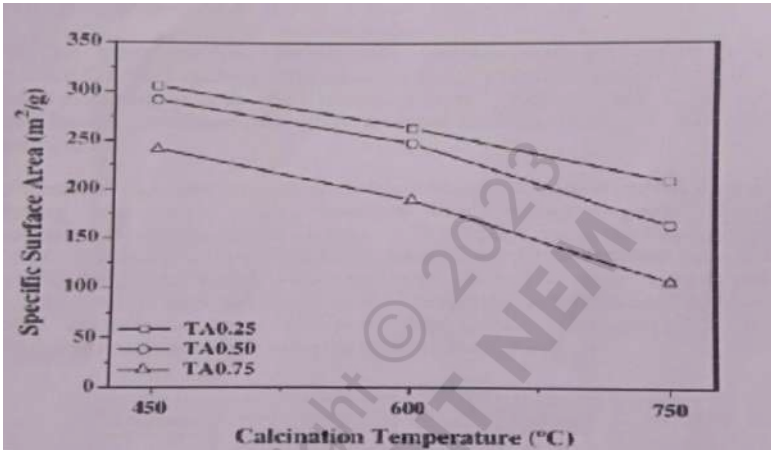
Gambar 3.21 Isothermal dan Distribusi Ukuran Pori (Insert) dari Granula TiO₂/γ-Al₂O₃ setelah Kalsinasi pada temperatur: (a) 450 C, (b) 600 C, (c) 750 C

Gambar 3.22 menunjukkan luas permukaan dari granula komposit sebagai fungsi temperatur kalsinasi. Luas permukaan granula komposit sangat dipengaruhi oleh

temperatur kalsinasi. Pada semua granula, luas permukaannya menurun dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Fenomena ini terkait dengan sintering dan transformasi fase. Sampai 600°C, perubahan struktur pori lebih disebabkan oleh sintering, karena granula mempertahankan fase γ -Al₂O₃ dan anatase tanpa transformasi fase. Untuk sintering material kristalin pada temperatur medium, hal ini dapat dijelaskan melalui mekanisme difusi permukaan dan reduksi luas permukaan dapat dihubungkan dengan waktu, t , dan temperatur, T , sintering dengan persamaan: $AS/S \text{ Alytexp-E/RT}/T$ di mana S luas permukaan, Y luas permukaan spesifik, E energi aktivasi untuk difusi permukaan, dan adalah konstanta. Chang et al. [4] melaporkan bahwa titania anatase mempunyai laju sintering lebih besar daripada γ -Al₂O₃ karena energi permukaan spesifiknya lebih besar dan energi aktivasinya lebih rendah untuk difusi permukaan. Oleh karenanya, semakin tinggi konsentrasi titania dari granulakomposit, maka reduksi luas permukaan granula juga semakin besar dengan temperatur kalsinasi.

Pada temperatur yang sama, granula dengan konsentrasi titania lebih tinggi mempunyai luas permukaan lebih kecil. Penurunan besar pada luas permukaan skih kalsinasi 750°C untuk granula TA0,5 dan TA0,75 disebabkan transformasi fase dari anatase menjadi rutil. Data struktur pori granula komposit terangkum dalam Tabel 3.6. Evolusi struktur pori sebagai fungsi temperatur kalsinasi sangat dipengaruhi oleh konsentrasi granula komposit. Secara keseluruhan, ukuran pori rata-rata meningkat dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Untuk material keramik kristalin, reduksi luas permukaan dan peningkatan ukuran

pori disebabkan oleh perubahan material dari butiran cembung menjadi leher cekung. Hal ini sesuai dengan hasil pada Gambar 7.21. Setelah kalsinasi 750 °C, ukuran pori rata-ratanya 5,9 nm; 6,8 nm; 7,9 nm; dan 10,1 nm masing-masing untuk granula PA;TA0,25; TA0,50; dan TAO,75.



Gambar 3.22 Luas Permukaan Spesifik dari Granula TiO₂/y-A1203 sebagai Fungsi Temperature Kalsinasi [3]

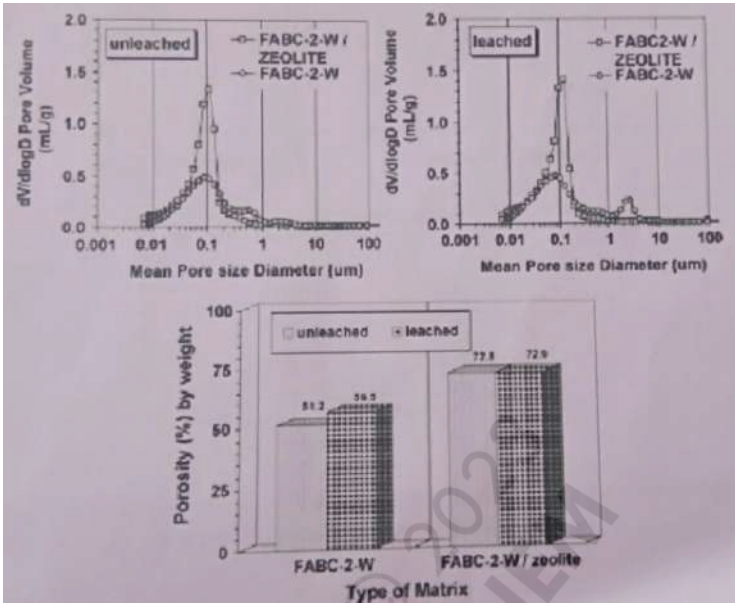
Sebaliknya, volume pori granula komposit sedikit menurun dengan temperaturkalsinasi. Bahkan setelah kalsinasi 750°C, volume porinya adalah 0,47; 0,49; 0,46; dan 0,36 cm³/g masing-masing untuk granula PA; TA0,25; TA0,50; dan TA0,75. Porositas granula komposit menunjukkan trend yang sesuai dengan volume porisampel seperti tercantum pada Tabel 3.6.

Tabel 3.6
Data Struktur Pori Granula Komposit $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
sebagai Fungsi Temperatur Kalsinasi [3]

	After calcination at 450 °C				After calcination at 600 °C				After calcination at 750 °C			
	PA	TA0.25	TA0.50	TA0.75	PA	TA0.25	TA0.50	TA0.75	PA	TA0.25	TA0.50	TA0.75
Pore size (nm)	4.2 ^a	4.4	4.3	4.4	5.2 ^a	5.3	5.4	5.7	5.9 ^a	6.8	7.9	10.1
Pore volume (cm ³ /g)	0.52 ^a	0.51	0.47	0.39	0.51 ^a	0.49	0.47	0.38	0.47 ^a	0.49	0.46	0.36
Porosity (%)	65.8 ^a	65.7	64.1	60.0	65.5 ^a	64.7	64.1	59.4	63.5 ^a	64.7	63.6	58.2
Crush strength (N/granul)	206±14	154±21	99±20	50±18	167±13	139±19	66±21	49±23	137±13	135±22	64±16	35±14

Fly ash belite cement (FABC-2-W) dan campuran fly ash belite cement dan zeolit (FABC-2-W/zeolit) digunakan sebagai matriks untuk immobilisasi cesium. Adsorpsi nitrogein dan porosimetri intrusi merkuri merupakan metode yang dipilih untuk analisa struktur pori material tersebut sebelum dan setelah proses *leaching*.

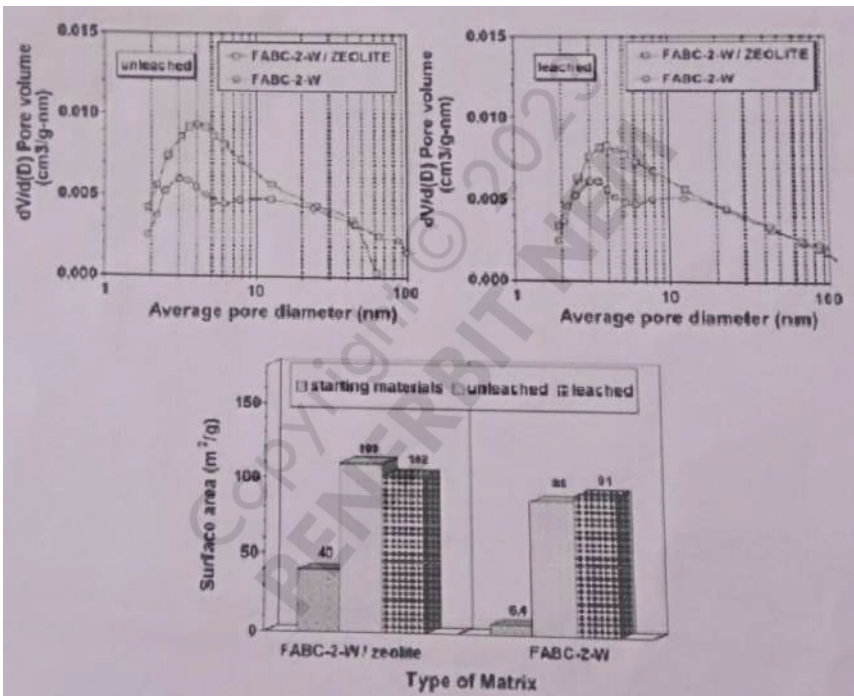
Diferensial distribusi ukuran pori dan porositas total dari matriks yang ditentukan dengan porosimetri intrusi merkuri dan perubahan yang disebabkan oleh leaching ditunjukkan pada Gambar 3.23. Seperti yang terlihat, porositas matriks FABC-2-W/zeolit (yaitu 73% berat) lebih tinggi 30% daripada matriks FABC-2-W (51%), dengan distribusi pori yang sangat homogen yang berpusat pada diameter 0,1 μm . Struktur pori matriks ini tidak terpengaruh oleh leaching. Pada matriks FABC-2-W, dengan mayoritas pori-pori yang juga berdiameter 0,1 μm , leaching menyebabkan pori-porinya menjadi berdiameter 2,5 μm .



Gambar 3.23 Distribusi Ukuran Pori dan Porositas Matriks yang Ditentukan dengan Porosimetri Intrusi Merkuri: Pengaruh Leaching [5]

Porositas total yang tinggi dari kedua matriks menyebabkan densitas ruah yang rendah: 0,1 dan 0,83 g/mL masing-masing untuk matriks FABC-2-W dan FABC-2-W/zeolit. Luas permukaan BET dan diferensial distribusi ukuran pori matriks, dari adsorpsi nitrogen, dan perubahan yang disebabkan oleh leaching ditunjukkan pada Gambar 3.24. Luas permukaan matriks FABC-2-W/zeolit ($109 \text{ m}^2/\text{g}$) adalah 21,9% lebih tinggi daripada FABC-2-W ($86 \text{ m}^2/\text{g}$), karena kontribusi zeolit awal ($40 \text{ m}^2/\text{g}$) versus $6,4 \text{ m}^2/\text{g}$ dari semen awal. Setelah leaching, luas permukaan matriks FABC-2-W/zeolit sedikit menurun (dari 109 menjadi $102 \text{ m}^2/\text{g}$), tetapi pada matriks FABC-2-W justru sedikit meningkat (dari 86 menjadi $91 \text{ m}^2/\text{g}$). Diferensial distribusi ukuran pori dari matriks FABC-2-W/zeolit tanpa leaching menunjukkan

puncak yang terpusat pada 4 nm, mengindikasikan bahwa sebagian besar volume pori adalah dari pori-pori berdiameter 4 nm. Pada matriks FABC-2-W/zeolit tanpa leaching ini, terdeteksi dua maksimal pada 3 nm dan kira-kira 10 nm. Jadi, dapat disimpulkan bahwa proses leaching menyebabkan peningkatan volume pori berdiameter lebih dari 40 nm untuk matriks FABC-2-W/zeolit.

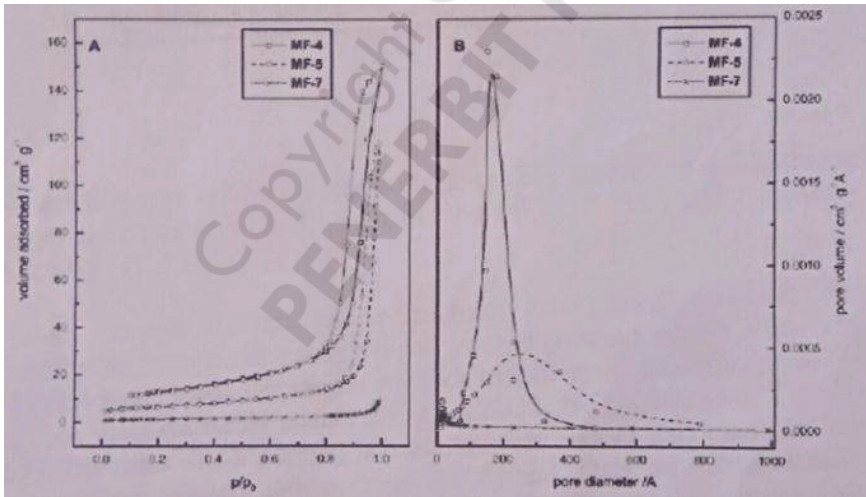


Gambar 3.24 Distribusi Ukuran Pori dan Luas Permukaan BET-N₂ dari Matriks yang Ditentukan dengan Adsorpsi Nitrogen: Pengaruh Leaching [5]

Struktur support MgF₂ dipelajari dengan adsorpsi-desorpsi nitrogen pada 77K. Sampel MgF₂ dinotasikan dengan MF-X, di mana X menunjukkan temperatur kalsinasi, misalnya MF-4 untuk kalsinasi pada 673 K (400 + 273 K).

Pengaruh temperature kalsinasi ini juga dipelajari dengan adsorpsi nitrogen.

Gambar 3.25 (A) menunjukkan adsorpsi isothermal dari sampel MgF_2 yang dikalsinasi pada 673, 773, dan 107 K. Berdasarkan klasifikasi IUPAC, semuanya termasuk isothermal Tipe IV dan loop histerisis Tipe H1. Gambar 7.25(B) menunjukkan distribusi volume pori sebagai fungsi diameter pori. Sampel MF-4 mempunyai ukuran pori yang berubah dalam range sempit, dengan diameter maksimum 160 Å. Dengan peningkatan temperatur kalsinasi, diameter pori medium meningkat, sedangkan volume porinya menurun. Tipe H1 loop histerisis mengindikasikan adanya pori-pori dengan leher sempit.



Gambar 3.25 Pengaruh Temperatur Kalsinasi MgF_2 pada Bentuk Adsorpsi-Desorpsi Isothermal Nitrogen (A) dan Distribusi Pori (B) [6]

Data pada Tabel 3.7 mengilustrasikan pengaruh temperatur kalsinasi terhadap luas permukaan, jari-jari pori

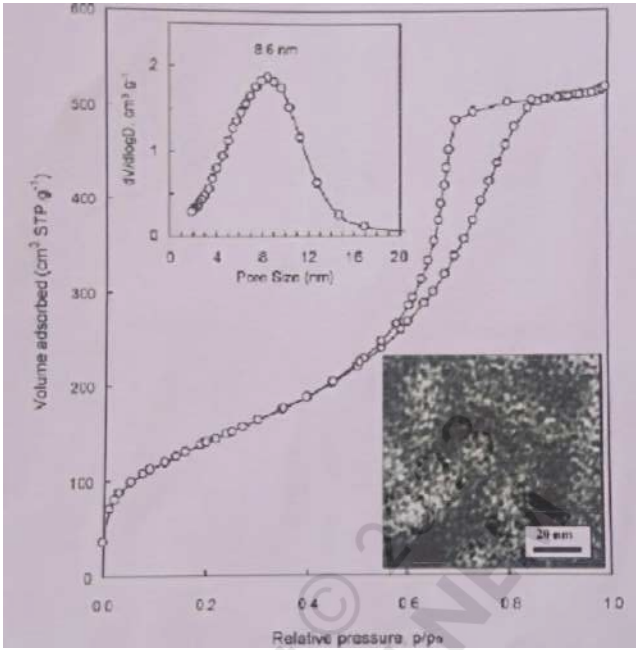
medium, dan volume pori. Magnesium fluoride yang dikalsinasi pada 673 K mempunyai luas permukaan spesifik 44,6 m²g⁻¹, tetapi kalsinasi pada temperatur lebih tinggi menyebabkan penurunan luas permukaan. Preparasi MgF₂ dengan treatment panas pada temperatur tidak lebih tinggi dari 873 K menunjukkan eksterior permukaan yang memungkinkan penggunaannya sebagai support katalitik. Di atas 873 K, sinterring pori-pori halus menjadi sangat penting dan luas permukaan spesifiknya menurun drastis. Hasil yang diperoleh mengindikasikan bahwa MgF₂ yang dikalsinasi pada temperatur 673 K memiliki ukuran pori bervariasi dalam range sempit pada daerah mesopori, sehingga material ini dapat digunakan sebagai model support mesopori.

Tabel 3.7
Data Sampel MgF₂ yang Dikalsinasi
pada Temperatur Bervariasi [6]

Sample	Calcination temperature (K)	Surface area (m ² g ⁻¹)	Total pore volume (cm ³ g ⁻¹)	Average pore radius (Å)
MF-4	673	44.6	0.228	164
MF-5	773	22.7	0.182	291
MF-6	873	18.8	-	-
MF-7	973	4.3	0.014	190
MF-8	1073	0.51	-	-

F. Oksida Logam

Oksida logam berpori dengan luas permukaan yang tinggi disintesis dengan metode pendekatan templat, di mana templat yang digunakan adalah silika xerogel berpori. Larutan garam logam diimpregnasikan pada templat ini kemudian dikalsinasi 600 C Logam oksida yang disintesis adalah Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , NiO , CeO_2 , Mn_2O_3 , Co_2O_3 dan Al_2O_3 . Porositas silika xerogel sebagai templat berasal dari mesopori dengan ukuran yang hampir seragam dalam range 2- 15 nm. Data ini diilustrasikan pada Gambar 3.26 yang menunjukkan isothermal penyerapan nitrogen dan distribusi ukuran pori (inset) dari material tersebut. Nilai untuk luas permukaan BET dan volume pori masing-masing adalah $510 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $0,8 \text{ cm}^3/\text{g}$. Sifat fisik dari logam oksida yang dipreparasi dengan teknik penemplatan ditunjukkan pada Tabel 3.6. Material ini menunjukkan luas permukaan BET $96\text{-}270 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori total $0,2\text{-}0,8 \text{ cm}^3/\text{g}$. Logam oksida yang disintesis dengan metode templat terdiri dari agregasi nano partikel atau partikel besar, yang meliputi pori-pori dalam kerangka. Jadi, porositas logam oksida terdiri dari dua tipe pori: yaitu pori-pori dari rongga antara nano partikel (pori-pori tekstural) dan pori-pori yang ada dalam kerangka padatan (pori-pori struktural).

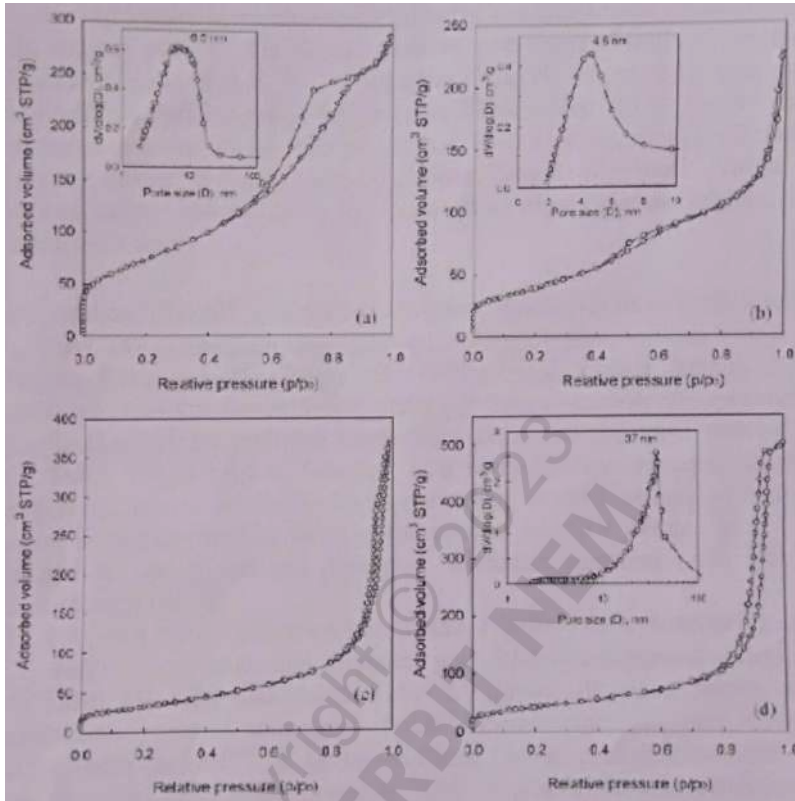


Gambar 3.26 Isotermal Penyerapan Nitrogen Distribusi Ukuran Pori (Inset dan Gambar TEM (Inset) untuk Silika Xerogel yang Digunakan sebagai Templat) [7]

Tabel 3.8
Sifat Struktural Logam Oksida dengan Luas Permukaan Tinggi [7]

Product (XRD)	S_{mes} ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	V_t ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) ^a	Structural porosity		Crystallite size (nm) ^b
			V_s ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) ^c	Pore size (nm) ^d	
Fe_2O_3					
Ferrihydrite	270	0.45	0.32	6.5	-
Maghemite	176	0.44	0.32	11	-
Cr_2O_3	118	0.57	-	-	17
NiO	96	0.39	0.12	6.9	11
Co_2O_3	141	0.35	0.04	4.6	7
Mn_2O_3	117	0.26	0.08	4.6	18
Co_3O_4	98	0.21	0.14	8.6	10
Al_2O_3	153	0.78	-	-	-

^a Total pore volume from N_2 adsorption at $p/p_0 = 0.99$.
^b Estimated from XRD peak broadening by using the Scherrer formula.
^c Volume of structural pores.
^d Maximum PSD for the structural pores.



Gambar 3.27 Isothermal Penyerapan Nitrogen dan Distribusi Ukuran Pori dari Pori-pori Struktural (Inset) pada Beberapa Oksida Logam Hasil Sintesis dengan Teknik Penempatan, (a) Fe₂O₃ ferrihidrit, (b) CeO₂; (c) Cr₂O₃; (d) Al₂O₃ [7]

Gambaran yang lebih tepat untuk struktur material yang disintesis ini diperoleh dengan penyerapan nitrogen. Keberadaan porositas struktural dan/atau tekstural dibuktikan melalui analisa penyerapan isothermal N₂. Gambar 3.27 menunjukkan isothermal dan distribusi ukuran pori (inset) untuk berbagai logam oksida. Isothermal N₂ dari besioksida/ferrihidrit (Gambar 3.27a) menunjukkan lekukan kondensasi kapiler pada P/P₀ 0,6-0,8. Hal ini sangat jelas menggambarkan bahwa material tersebut mengandung

mesopori di dalam kerangka (struktural), ukuran porinya terpusat pada 6,5 nm (Gambar 3.27a,inset). Dengan menerapkan analisa as-plot pada data adsorpsi N₂ untuk Fe₂O₃ (ferrihidrit), dapat diperkirakan bahwa sekitar 70 % volume porinya merupakan mesopori struktural, selebihnya merupakan rongga interpartikel. Keseimbangan porositas struktural/tekstural yang serupa diperoleh untuk Fe₂O₃ (maghemit). Dibandingkan dengan ferrihidrit, material ini menunjukkan luaspermukaan spesifik yang lebih rendah dan ukuran pori yang lebih besar (Tabel 3.8).

Kobalt oksida menunjukkan keseimbangan yang serupa antara porositas structural dan tekstural. Adsorpsi isotermaal N₂ untuk CeO₂ (Gambar 3.27b) menunjukkan lekukan kondensasi pada P/Po 0,4-0,5; yang mengindikasikan adanya mesoporistruktural. Mesopori ini menunjukkan distribusi ukuran pori yang sempit berpusat pada 4,6 nm. Tidak seperti besi oksida, porositas struktural dari CeO₂ hanya menempati 10 % dari volume pori total, sisanya merupakan porositas tekstural (rongga interpartikel). Kecuali untuk Cr₂O₃ dan Al₂O₃, oksida yang lain menunjukkan adanya derajat porositas struktural, mengindikasikan adanya struktur logam oksida berpori 3D. Nilai untuk ukuran pori struktural dan volume pori yang dihitung dari analisa as-plot ditunjukkan pada Tabel 3.8. Aluminium oksida memperlihatkan struktur yang menarik dilihat dari isotermaal penyerapan N₂ (Gambar 3.27d), yaitu adanya lekukan kondensasi kapiler pada tekanan relatif ~0,9 yang mengindikasikan pori-pori besar yang cukup uniform yang dibuktikan dengan distribusi ukuran porinya. Hal inimenunjukkan bahwa porositas pada aluminium oksida adalah dari pori-pori berukuran 37 nm.

Preparation of stable mesoporous inorganic oxides via nano-replication technique Min Kang, Dongchan Kim, Scung Hwan Yi, Jae Uk Han, Jae Eui Yie, Ji Man Kim, *Catalysis Today* 93 95 (2004) 695-699. Berbagai oksida logam mesopori yang mempunyai stabilitas termal tinggi disintesis dengan karbon mesopori sebagai templat menggunakan teknik replikasi nano. Sifat fisik material hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 3.9.

P/P0 0,5-0,8 disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori. Luas permukaan BET, volume pori total, dan diameter pori BJH untuk semua material ditampilkan pada Tabel 3.9. Sifat fisik dalam Tabel 3.9 mengindikasikan bahwa luas permukaan dan volume porinya jauh lebih besar dari pada material non-silika konvensional. Zirkonia dan titania mesopori menunjukkan diameter pori yang besar (8,8 dan 11.4 nm). Ukuran pori yang relative kecil sekitar 3 nm untuk tiap material dalam Tabel 3.9 disebabkan oleh kontraksi kisi yang besar tergantung pada stabilitas termal dari konstituen kerangka.

Tabel 3.9

Luas Permukaan BET dan Volume Pori Total dari Oksida Logam Mesopori Hasil Preparasi dengan Teknik Replikasi Nano dari Karbon Mesopori [8]

Materials	Framework structure ^a	S_{BET}^b (m ² /g)	V_p^c (cm ³ /g)	Pore size ^d (nm)
Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃	368	0.79	5.4
TiO ₂	Rutile	142	0.71	8.8
ZrO ₂	Tetragonal	74	0.21	11.4
V ₂ O ₅	Orthorhombic	248	0.99	2.4
MoO ₃	Orthorhombic	320	0.23	2.4
WO ₃	Orthorhombic	146	0.66	3.6
Fe ₂ O ₃	Cubic	130	0.77	3.1
MnO ₂	Tetragonal	64	0.30	2.4

G. Adsorben dan Karbon

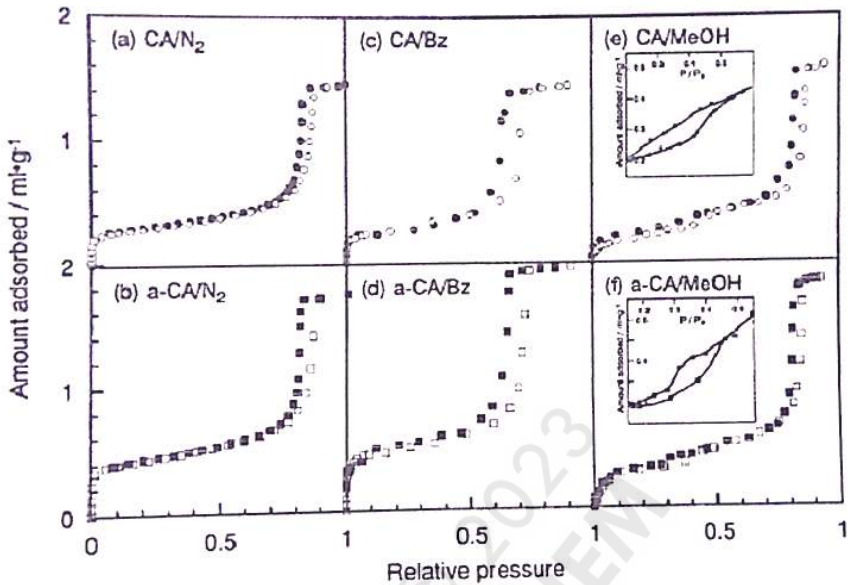
Karbon aerogel (CA) yang diperoleh dari pirolisis resorcinol-formaldehide aerogel menurut metode Pekala et al. (1992) [10] diaktivasi dengan temperatur 900°C dalam lingkungan CO₂. CA teraktivasi yang diperoleh disimbolkan a-CA. Hasil adsorpsi isothermal nitrogen pada 77 K untuk CA dan a-CA ini ditunjukkan pada Gambar 3.29 (a) dan (b). Berdasarkan klasifikasi IUPAC, keduanya merupakan isothermal Tipe IV dengan histerisis Tipe H1. Hal ini berarti bahwa CA merupakan material mesopori, terdiri dari partikel karbon dengan ukuran yang hampir sama. Aktivasi dalam CO tidak mengubah mesoporositasnya. Untuk mengukur porositasnya, data isothermal nitrogen ini dianalisa dengan asplot berdasarkan karbon non-pori, hasilnya pada Tabel 3.10.

Tabel 3.10
Parame Ter Porositas Karbon Aerogel [9]

Sample	$a_{\text{total}} / \text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	$V'_{\text{total}} / \text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$	micropore		mesopore	
			$a_{\text{micro}} / \text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	$V'_{\text{micro}} / \text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$	$a_{\text{meso}} / \text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	$V'_{\text{meso}} / \text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$
CA	702	1.46 [†]	300	0.10	402 [‡]	1.36 [‡]
a-CA	1357	1.92 [†]	837	0.32	520 [‡]	1.60 [‡]

†) The maximum amount of adsorption used as total pore volume.
‡) Including contributions of macropore and external surface, which are negligibly small.

CA mempunyai mesopori dan mikropori, dan mikropori dari a-CA meningkat tajam karena adanya aktivasi. Distribusi mikropori dan mesopori saling terpisah, sehingga mikroporositas dan mesoporositas dari karbon aerogel masing-masing dapat dihitung.



Gambar 3.29 Adsorpsi Isotermal Nitrogen pada 77 K, Benzena dan Metanol pada 303 K dari CA dan a-CA Simbol Hitam Menunjukkan Desorpsi [9]

Gambar 3.29 (c) dan (d) menunjukkan adsorpsi isotermal benzena, masing-masing untuk CA dan a-CA pada 303 K. Kedua grafik isotermal tersebut juga termasuk Tipe IV. Hal ini mengindikasikan bahwa molekul benzena teradsorb dengan mekanisme yang sama dengan nitrogen pada 77 K, yaitu: mikropori terisi pada daerah tekanan rendah dan terjadi kondensasi dalam mesopori. Sedangkan adsorpsi isotermal metanol dari CA dan a-CA, terlihat pada Gambar 7.29 (e) dan (f), pada dasarnya termasuk Tipe IV. Tetapi ada lekukan kecil di sekitar $P/P_0 \approx 0,35$. Lekukan ini biasanya terjadi karena pengisian mikropori melalui pembentukan cluster molekul, diamati dari kenaikan isoterm yang tinggi dengan sistem interaksi adsorbat-adsorben, misalnya air-carbon fiber teraktivasi, air-karbon aerogel, dan metanol-

atau air- carbon fiber teraktivasi dan terfluorinasi. Meskipun lekukan ke atas ini tidak sesuai dengan volume mikropori, V_{mikro} , jumlah adsorpsi di atas lekukan ini sama dengan adsorpsi nitrogen dan benzena. Karena interaksi antara sisi polar dari metanol dan gugus fungsi karbonaerogel membantu molekul metanol teradsorb di permukaan pada tekanan rendah, maka peningkatan tajam dari pengisian mikropori tidak teramati. Adsorpsi isothermal metanol CA dan a-CA menunjukkan loop histerisis Tipe H1, di mana hal ini tidak teramati ketika adsorpsi air pada karbon aerogel. Tekanan saat terjadi kondensasi kapiler sedikit berbeda dari perhitungan Kelvin (Tabel 3.11) yang hanya memperhitungkan sifat adsorbat. Jadi, kondensasi kapiler sangat tergantung pada interaksi adsorbat-adsorben.

Tabel 3.11

Tekanan Kondensasi Pori berdasarkan Persamaan Kelvin [9]

Sample	R^* / nm	P / P_0		
		Nitrogen	Benzene	Methanol
CA	6.77	0.87	0.75	0.90
a-CA	6.15	0.86	0.73	0.89

*) Average pore radius, R , is calculated geometrically as a cylindrical pore; $R = 2V_{meso} / a_{meso}$

Tiga material sorben (penyerap) yang berbeda, yaitu pasir tercoating MYCELX (Mycelx), karbon granular teraktivasi (GAC), dan zeolit dimodifikasi dengan surfaktan (SMZ), dianalisa dengan adsorpsi nitrogen. SMZ diperoleh dari zeolit alam (clinoptilolit) yang dicoating dengan surfaktan hexadecyl trimethyl ammonium (HDTMA).

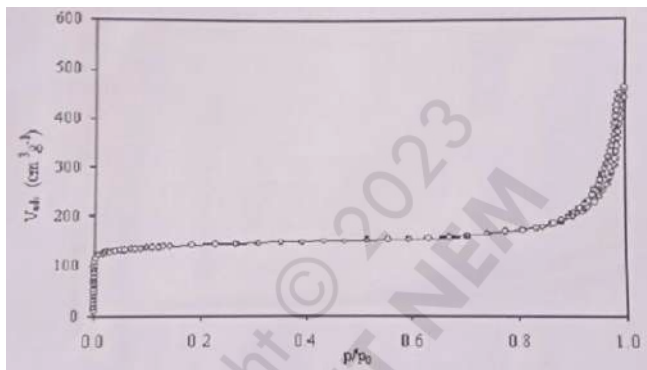
Hasilnya menunjukkan bahwa GAC mempunyai luas permukaan tertinggi ($1290 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$) di antara ketiga material tersebut. Dari literatur [12] diperoleh data luas permukaan antara $800\text{-}1600 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ adalah khas untuk karbon teraktivasi berbahan dasar tempurung kelapa. Hasil yang tinggi ini menunjukkan bahwa karbon teraktivasi merupakan material berpori tinggi. Permukaan totalnya adalah dari permukaan eksternal dan permukaan pori internal. Zeolit tanpa modifikasi mempunyai struktur berpori dan luas permukaan eksternalnya antara $14\text{--}15 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ [13]. Tetapi, luas permukaan SMZ yang dilaporkan Hornig et al. (2008) ini adalah $3,3 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$, lebih rendah daripada GAC. Coating HDTMA menutup mikropori zeolit, menghasilkan permukaan permukaannya. Sedangkan untuk pasir tercoating MYCELX, karena substratnya bersifat non pori maka luas permukaan tidak terdeteksi (titik-titik datanya tidak cukup untuk perhitungan luas permukaan). Hal ini sesuai dengan hasil adsorpsi naftalena, o-Mycelx. Jadi dapat disimpulkan bahwa kemampuan adsorpsi material adsorben tergantung pada luas permukaannya.

Delitala et al. (2008) membandingkan sifat permukaan MCM-22 dengan karbon aktif menggunakan teknik adsorpsi-desorpsi nitrogen.

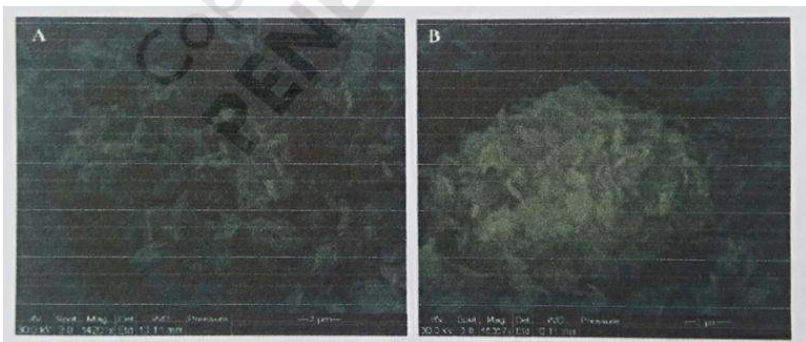
1. MCM-22

Adsorpsi/desorpsi nitrogen pada MCM-22 pada 77 K menghasilkan isothermal pada Gambar 3.30. Bentuknya yang "rectangular", dimana terjadi peningkatan jumlah nitrogen yang diadsorpsi secara tiba-tiba pada P/P_0 yang sangat rendah, diikuti area flat yang memanjang sampai nilai P/P_0 tinggi, merupakan bentuk khas untuk

padatan mikropori. Deviasi peningkatan nitrogen yang diadsorb terjadi ketika P/P_0 mencapai dan loop histerisis vertikal yang sangat sempit, mengindikasikan adanya mesopori besar berbentuk slit (atau makropori kecil) yang disebabkan agregasi partikel berbentuk plat. Hal ini didukung oleh data SEM pada Gambar 3.31.



Gambar 3.30 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen untuk MCM-22

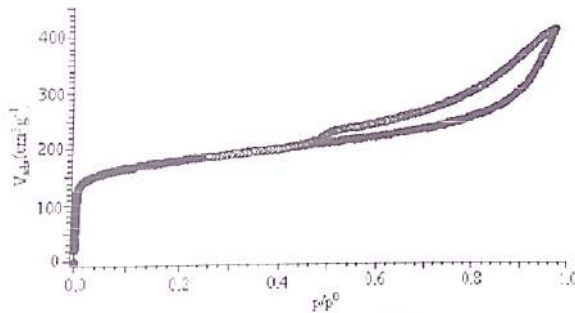


Gambar 3.31 Mikrograf SEM dari MCM-22 [14]

Karena sifat mikropori MCM-22 lebih dominan, metode Dubinin-Raduskevitch (DR) dipilih untuk analisa adsorpsi isotermal nitrogen. Dari

perhitungannya, diperoleh volume mikropori $0,2002 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ dan luas permukaan $597 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Informasi lebih detail tentang struktur mikropori didapatkan dengan metode as. Dengan persamaan Harkins-Jura, diperoleh plot as yang sesuai, kemudian dapat dihitung volume ultra mikropori v_a dan volume mikropori total V . Volume supermikropor v_s , dihitung dari $V - v_a$. Hasilnya adalah sebagai berikut: v_t $0,1841 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$ (sesuai dengan hasil vDR); $v_s = 1350 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$; v_u $0,0491 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$. Dapat dilihat bahwa volume ultramikropori (tempat pengisian mikropori primer oleh nitrogen pada 77 K) hanya menempati 27% dari volume mikropori total. Sedangkan 73% adalah struktur supermikropori. Pendekatan semi-kuantitatif tentang ukuran mikropori dapat dilakukan dengan alasan bahwa pengisian mikropori primer terjadi dalam pori dengan lebar $< 2d$ dan pengisian mikropori sekunder dalam pori dengan lebar sampai $5d$ (dimana d merupakan diameter molekular nitrogen, yaitu $0,36 \text{ nm}$). Karena pada 77 K molekul nitrogen tidak mampu memasuki saluran zeolit yang kurang dari $0,4 \text{ nm}$, maka lebar ultramikropori diperkirakan $0,4-0,7 \text{ nm}$. Sedangkan lebar super mikropori diperkirakan $0,7-1,8 \text{ nm}$. Berdasarkan uraian di atas, dapat diusulkan bahwa volume super mikropori adalah dari supercage besar berbentuk silindris ($0,71 \times 1,84 \text{ nm}$), sedangkan volume ultramikropori diperoleh dari channel (saluran) interconnected berbentuk sinusoidal ($0,40 \times 0,50 \text{ nm}$) dan saluran lurus ($0,40 \times 0,55 \text{ nm}$).

2. Karbon Aktif



Gambar 3.32 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen untuk Karbon Aktif [14]

Adsorpsi-desorpsi isotermal nitrogen untuk karbon aktif ditunjukkan pada Gambar 3.32. Peningkatan tajam jumlah teradsorb terlihat pada P/P_0 0 yang sangat rendah, seperti grafik untuk MCM-22. Tetapi karbon aktif menunjukkan area flat yang tidak terlalu horizontal dibandingkan MCM-22. Loop histeresis Tipe H4 juga terlihat jelas. Hasil tersebut merupakan gambaran umum dari karbon aktif yang mengindikasikan padatan yang mempunyai sifat mesopori dan mikropori. Karena adanya ciri-ciri mesopori, metode BET dan BJH digunakan untuk menentukan luas permukaan dan distribusi ukuran mesopori. Sampel karbon aktif ternyata memiliki luas permukaan $612 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ dan distribusi ukuran pori yang sempit terpusat pada $3,8 \text{ nm}$. Mikroporositasnya dihitung dengan metode as, menghasilkan volume mikropori total $v_t 0,1957 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$.

Nguyen-Thanh et al melakukan sintesis adsorben karbon dengan sedikit logam yang terdispersi tinggi pada permukaannya dengan PCHS (porous clay

heterostructures) sebagai templat. PCHS alami dari montmorillonit Wyoming dinotasikan sebagai Na-M, yang kemudian diperlakukan dan dinotasikan sebagai berikut:

Na-M+TEOS = SiAIM

SiAIM+logam = Logam-SiAIM

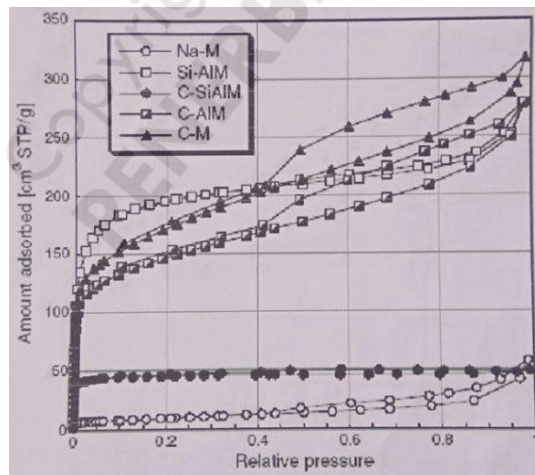
Proses karbonasi pada molekul templat menghasilkan C-SiAIM

C-SiAIM+ treatment HF C-AIM

C-AIM+logam = Logam-CAIM

Logam-CAIM+ treatment HCl = C-M, Fe-CM,...

Setiap langkah perlakuan pada PCHS dan pengaruh logam pada karbon dideteksi dengan adsorpsi nitrogen.

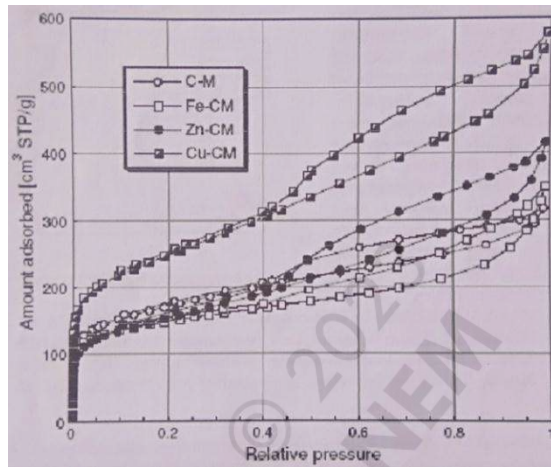


Gambar 3.33 Adsorpsi Isotermal N_2 pada 77 K untuk Tiap Langkah Modifikasi [15]

Gambar 3.33 mengilustrasikan evolusi porositas dari clay awal Na M sampai menjadi produk karbon

akhir C-M. Na-M mempunyai adsorpsi isothermal Tipe II menurut klasifikasi IUPAC, yang karakteristik untuk material non pori atau makropori. PCH porous clay hetero structures) yang disintesis dari Na-M, yaitu Si-AIM, menunjukkan isothermal Tipe I, dengan adsorpsi N₂ yang tinggi pada tekanan relatif rendah. Hal ini mengindikasikan adanya mikropori dan penggabungan silika dalam rongga interlayer. Porositas tersebut kemudian hilang pada C-S.AIM. Sebagian mikroporositas masih muncul setelah karbonisasi, seperti yang terlihat dari jumlah yang diadsorb pada temperatur relatif rendah. Tetapi porositas total dari C-SIAIM mirip dengan Na-M. Hal ini menunjukkan bahwa mayoritas pori-pori Si-AIM terisi karbon setelah pirolisis sukrosa. Porositas Si-AIM ini sebagian diperoleh kembali setelah treatment HF, seperti yang terlihat pada isothermal C-AIM, meskipun mikroporositasnya masih lebih rendah daripada Si-AIM. Peningkatan porositas tersebut disebabkan oleh hilangnya templat organik, yaitu silikon oksida, sehingga membentuk pori-pori dalam karbon. Treatment lanjut dengan HCl menghasilkan material yang lebih berpori, baik mikropori maupun mesopori. Bila dibandingkan dengan templat anorganiknya, C-M memiliki mikropori yang lebih sedikit tetapi lebih banyak mesoporinya. Peningkatan porositas dengan treatment HCl disebabkan penghilangan sisa-sisa templat, yaitu alumina dan sebagian besar logam. Selain isothermal untuk C-SIAIM, semua isothermal pada Gambar 3.33 memiliki loop histeresis, yang mengindikasikan adanya mesopori. Na-M dan Si-AIM mempunyai loop histeresis H₄,

karakteristik untuk kapiler terbuka berbentuk slit. A-AIM dan C-M menunjukkan loop histerisis Tipe H2 untuk kapiler terbuka berbentuk kompleks.

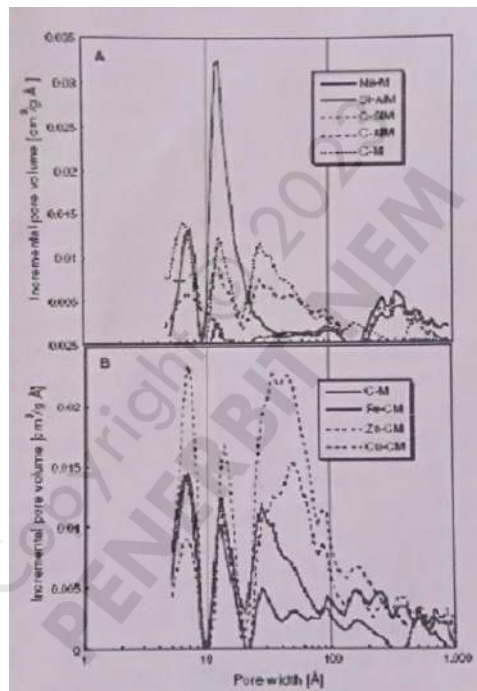


Gambar 3.34 Adsorpsi Isotermal N_2 pada 77 K dari Sampel Karbon Akhir [15]

Perbedaan porositas antara karbon dengan templat berbeda terlihat dari bentuk isotermal adsorpsinya (Gambar 3.34). Berdasarkan pengambilan nitrogen pada tekanan relatif rendah, C-M, Fe-CM, dan Zn-CM mempunyai volume mikropori hamper sama, sedangkan Cu-CM merupakan yang paling berpori dari semua material karbon. Semua karbon yang mengandung logam memiliki porositas total lebih besar daripada C-M.

Distribusi ukuran pori untuk Na-M (Gambar 3.35A) memperlihatkan clay awal sama sekali tidak mengandung mikropori. Puncak kecil sekitar 11 Å dimungkinkan sebagai akibat adanya defect (cacat) di antara pellet clay atau pengotor yang ada dalam clay. Sebaliknya, PCH mempunyai volume yang sangat tinggi untuk pori-pori

berukuran kurang dari 20Å. Mesoporositas Na-M tidak berubah dengan adanya modifikasi yang mengindikasikan bahwa silika dari Si-AIM semuanya berada dalam struktur clay, tidak pada permukaan luarnya. Distribusi ukuran pori untuk C-SIAM tidak menunjukkan adanya pori-pori lebih dari 20 Å.



Gambar 3.35 Distribusi Ukuran Pori

Sedangkan pada daerah mikropori, hanya ada puncak kecil pada $7,3\text{Å}$. Hal ini berarti sukrosa telah mengisi mayoritas pori-pori dalam templat. Volume pori yang kecil setelah karbonisasi adalah akibat dari prekursor organik penyusutan terpirolisasi. Treatment HF menghasilkan material karbon berpori tinggi (Gambar 3.35b). C-AIM mempunyai mikropori dengan

dengan dimensi yang sama templatnya, Si-AIM. Untuk pori-pori lebih dari 100 Å, distribusi ukuran pori dari C-AIM dan Si-AIM terlihat hampir sama. intensitas puncak C-AIM dan Si-AIM, kemiripan porositas kedua material menunjukkan merupakan replika Si-AIM. Volume mikroporinya setelah Selain perbedaan bahwa C-AIM sedikit meningkat HCI karena treatment penghilangan bahan anorganiknya lebih sempurna, tetapi masih lebih rendah daripada Si-AIM. Pencucian dengan asam juga menyebabkan hilangnya pori-pori antara 200 dan 500 Å. Pori-pori ini muncul dari clay awal, Na-M (Gambar 3.35A), jadi hilangnya pori ini disebabkan oleh pencucian clay. Perbandingan distribusi ukuran pori dari sampel Fe-CM dan Zn-CM dengan C-M (Gambar 3.35B) mengindikasikan adanya persamaan dalam ukuran dan volume pori. Ketiga karbon tersebut berbeda pada daerah mesopori, yaitu antara 20 dan 400 Å.

Pori-pori yang dihasilkan pada daerah ini membuat Fe-CM dan Zn-CM lebih berpori daripada C-M. Berdasarkan pengambilan/nitrogen, Cu-CM adalah karbon yang paling berpori dengan volume mesopori berukuran 20 - 100 Å. Secara keseluruhan, semua sampel karbon menunjukkan peningkatan mesoporositas, sifat yang juga dimiliki oleh karbon dengan templat clay alami.

Tabel 3.12
 Parameler Struktural dari Adsorpsi Nitrogen
 pada 77 K[15]

Sample	S_{BET} (m^2/g)	V_{mic} (cm^3/g)	V_t (cm^3/g)	V_{mic}/V_t
Na-M	33	0.014	0.088	0.16
Si-AlM	629	0.301	0.430	0.70
C-SiAlM	140 ✓	0.072	0.076	0.95
C-AlM	490 ✓	0.210	0.432	0.49
C-M	582	0.234	0.490	0.48
Fe-SiAlM	566	0.269	0.390	0.69
Fe-CM	492	0.214	0.541	0.39
Zn SiAlM	436	0.171	0.333	0.51
Zn CM	534	0.214	0.644	0.33
Cu SiAlM	489	0.200	0.455	0.44
Cu CM	793	0.310	0.837	0.37

Parameter struktural dari adsorpsi isothermal nitrogen terangkum dalam Tabel 3.12. Modifikasi dengan silika meningkatkan luas permukaan material (templat). Permukaan baru untuk adsorpsi nitrogen ini terletak di antara layer-layer clay, yang dibuktikan dengan peningkatan volume mikropori. Modifikasi templat dengan logam menyebabkan sedikit penurunan luas permukaan dan volume pori, sebagai akibat penataan ulang dalam struktur interlayer. Karbonisasi sukrosa diikuti penghilangan matriks dengan treatment asam (HF dan HCl) menghasilkan karbon dengan luas permukaan dan volume mikropori yang mirip templatnya, yang berarti bahwa strukturnano dari clay dihasilkan kembali pada produk karbon. Perbedaan nyata terlihat untuk volume mesopori yang menjadi lebih besar daripada clay awal. Hal ini dimungkinkan karena kombinasi pengaruh dari penumpukan partikel

karbon dan pembentukan struktur house-of-card, serta adanya channel (saluran) dalam partikel karbon. Saluran ini dapat terbentuk melalui penataan ulang defect pada layer karbon karena adanya pilar silika dan logam. Untuk Cu-CM, terjadi peningkatan tajam dalam volume mikropori dibandingkan matriksnya karena reduksi Cu oleh karbon. Penurunan volume mikropori pada sampel Fe-CM dibandingkan templatnya disebabkan oleh penghilangan besi yang tidak sempurna, sehingga menutup pori-pori kecil seperti yang disebutkan di atas. Fenomena yang menarik adalah bahwa sampel PCH dengan templat Cu memiliki luas permukaan dan volume mesopori tertinggi. Hal ini berkaitan dengan perbedaan mekanisme karbonisasi. Karena Cu mempunyai potensial redoks terendah dibandingkan Zn dan Fe, maka sangat mungkin bahwa karbon untuk mereduksi Cu selama pirolisis menyebabkan penambahan porositas.

Multiwall carbon nanotubes (MWCNTs) disintesis melalui dekomposisi katalitik metanapada 680-700°C (metode CVD), menggunakan acrogel binary oksida nikel- silikasebagai katalis. MWCNTS hasil sintesis ini (sampel A) kemudian diperlakukan sebagai berikut:

Sampel A + treatment HNO₃ - sampel B
Sampel A + treatment HNO₃ + treatment H₂SO₄ = sampel C
Sampel B + oksidasi dalam atmosfer udara pada 600 °C selama 0,5 jam = sampel D
Sampel B + digerus dengan ball-mill dengan kecepatan tinggi 1200 r min - selama 2 jam - sampel E.

Tekstur dari sampel A - E yang diperoleh dari adsorpsi nitrogen ditunjukkan dalam Tabel 3.13,

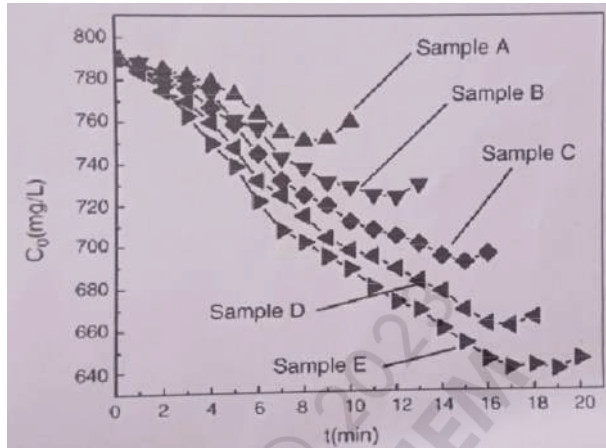
sedangkan kurva desalinasi elektrode yang dihasilkan dari WCNTs dengan metode modifikasi yang berbeda-beda ditunjukkan pada Gambar 3.36. Hasilnya menunjukkan bahwa electrode dari MWCNTs dengan luas permukaan dan volume pori tertinggi mempunyai kemampuan desalinasi terbaik.

Tabel 3.13
Tekstur Permukaan MWCNTs dengan Metode Modifikasi Berbeda-beda

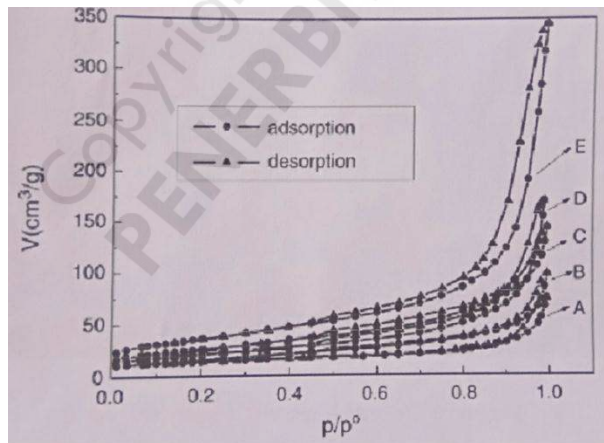
Sample	S_{BET} ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	V ($\text{m}^3 \text{g}^{-1}$)
A	49.9	0.077
B	55.5	0.103
C	75.3	0.186
D	91.2	0.165
E	128.5	0.400

MWCNTS dalam penelitian ini terlihat pada Gambar 3.37 menunjukkan adsorpsi isothermal nitrogen Tipe IV dengan loop histerisis yang khas untuk material mesopori di mana desorpsi memerlukan energi yang lebih tinggi daripada adsorpsi. Histerisis terlihat lebih jelas pada sampel E, yang menunjukkan distribusi pori yang lebar. Setelah modifikasi, volume pori MWCNTS meningkat dari 0,077 menjadi 0,400 m^3/g dan luas permukaan spesifiknya juga meningkat dari 49,9 menjadi 128,5 m^2/g . Hal ini disebabkan oleh hilangnya partikel katalis logam di ujung nanotube, nanotube menjadi lebih pendek, penyumbat pada ujung nanotube terbuka, dan permukaan internal dapat digunakan

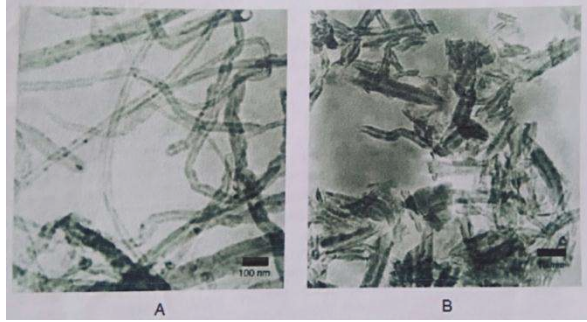
dengan efektif, seperti yang dikonfirmasi dengan mikrograf TEM (Gambar 3.38).



Gambar 3.36 Kurva Desalinasi MWCNTs dengan Metode Modifikasi yang Berbeda-beda



Gambar 3.37 Adsorpsi/Desorpsi Nitrogen dari MWCNTs dengan Metode Modifikasi yang Berbeda-beda



Gambar 3.38 Mikrograf TEM dari: A. MWCNTs, B. Sampel E

~oOo~

Copyright © 2023
PENERBIT NEM

ANALISIS KARBON AKTIF

A. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kombinasi Aktivasi Kimia dan Fisika

Proses pembuatan karbon aktif dari material dasar tempurung kelapa didasarkan pada kadar karbon terikat yang cukup tinggi, sehingga dapat menghasilkan arang yang baik. Pada prinsipnya pembuatan karbon aktif dilakukan melalui proses karbonisasi dan aktivasi. Arang hasil karbonisasi pada umumnya mempunyai luas permukaan yang rendah dan kurang aktif. Hal tersebut kemungkinan disebabkan banyak terbentuk tar yang menutupi pori-pori karbon. Karbon hasil proses karbonisasi tersebut masih memiliki daya adsorpsi yang kecil, walaupun proses karbonisasi sempurna. Proses aktivasi arang akan sangat menentukan konversi menjadi karbon aktif. Oleh karena itu kondisi aktivasi arang perlu dispesifikasikan.

Aktivasi yang dipilih untuk meningkatkan kualitas karbon aktif dalam penelitian ini adalah dengan kombinasi aktivasi kimia menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, ZnCl₂, dan aktivasi fisika dengan dialiri gas CO₂. Diharapkan dengan kombinasi aktivasi tersebut, maka aktivasi dapat tercapai pada temperatur operasi yang tidak terlalu tinggi dan bersamaan dapat mengatur pembentukan pori karbon aktif yang dihasilkan.

Karbon aktif hasil aktivasi dilakukan karakterisasi untuk menguji kualitas karbon aktif tersebut. Tahap

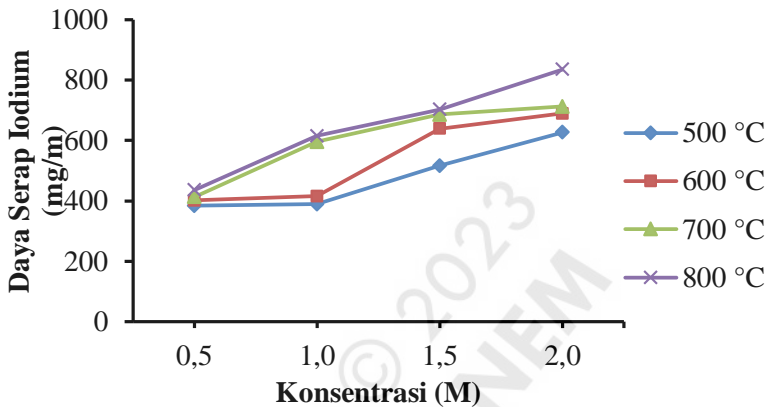
pengujian karbon aktif meliputi sifat-sifat fisika dan kimia karbon aktif. Analisis secara makro yaitu dengan analisis daya serap iodium terhadap karbon aktif hasil aktivasi. Hasil karakterisasi tersebut diperoleh karbon aktif terbaik. Selanjutnya analisis secara mikro karbon aktif meliputi: gugus fungsi dengan FTIR, identifikasi struktur kristal material karbon dengan *X-ray diffraction* (XRD), luas permukaan BET, total volume pori, rata-rata diameter pori, struktur permukaan dengan SEM dan TEM, reaksi termal material karbon dengan *Thermogravimetry Analysis-Differential Thermal Analysis* (TGA-DTA), serta uji aktivitas adsorpsi.

B. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kombinasi Aktivasi Kimia dan Fisika terhadap Daya Serap Iodium

1. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH terhadap Daya Serap Iodium

Salah satu parameter yang dapat menunjukkan kualitas karbon aktif adalah daya adsorpsi karbon aktif terhadap larutan iodium. Daya adsorpsi karbon aktif terhadap iodium memiliki korelasi dengan luas permukaan karbon aktif. Oleh karena itu semakin besar angka iodium, maka semakin besar kemampuan adsorben dalam mengadsorpsi adsorbat atau zat terlarut. Daya serap karbon aktif terhadap iodium menunjukkan kemampuan karbon aktif mengadsorpsi komponen dengan berat molekul rendah. Menurut Jankowska (1991), karbon aktif yang mempunyai daya serap tinggi terhadap iodium berarti memiliki luas permukaan yang lebih besar dan memiliki struktur mikropori dan mesopori yang lebih besar. Gambar 4.1 grafik yang

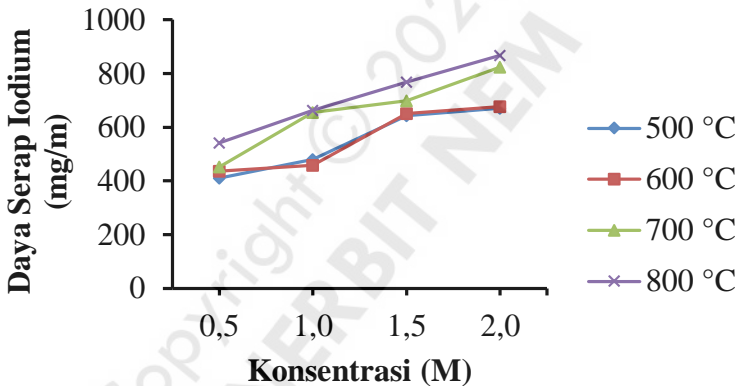
menunjukkan kemampuan adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH dengan variasi konsentrasi, temperatur aktivasi pada lama perendaman 12 jam terhadap larutan iodium.



Gambar 4.1 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 12 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Berdasarkan grafik dalam Gambar 4.1 memperlihatkan bahwa ada kecenderungan semakin besar konsentrasi aktivator, maka daya adsorpsi terhadap iodium makin meningkat. Hasil aktivasi material arang yang mengandung karbon dengan variasi konsentrasi KOH sebagai aktivator, menunjukkan adanya kenaikan daya serap, hal ini berkaitan dengan bertambahnya pori-pori karbon aktif dan itu berarti luas permukaan karbon aktif semakin bertambah. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap iodium adalah karbon aktif dengan konsentrasi KOH 2 M,

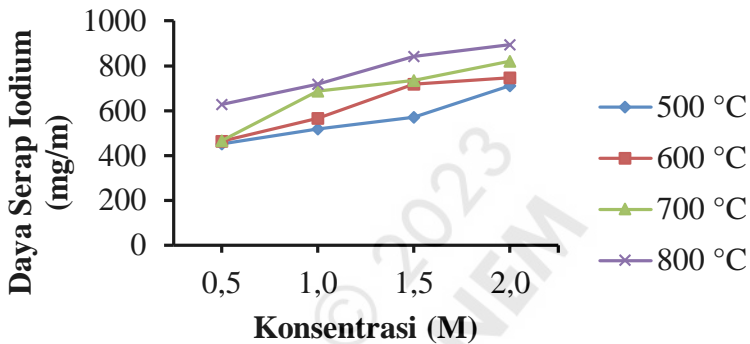
temperatur aktivasi 800°C yaitu sebesar 835,12 mg/g. Menurut Kang dkk. (2006), daya serap karbon aktif semakin besar bersamaan dengan meningkatnya konsentrasi aktivator yang ditambahkan. Penambahan aktivator memberikan pengaruh yang kuat untuk mengikat senyawa-senyawa tar dari pori-pori karbon aktif, sehingga permukaan karbon aktif semakin luas yang mengakibatkan semakin besar pula daya serap karbon aktif tersebut.



Gambar 4.2 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 18 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Berdasarkan Gambar 4.2 grafik yang menunjukkan bahwa daya serap iodium makin besar seiring meningkatnya konsentrasi aktivator dan lama perendaman zat pengaktif dari 12 jam ke 18 jam. Hal ini diduga proses perendaman dengan aktivator KOH menyebabkan degradasi molekul organik semakin banyak, sehingga senyawa-senyawa non karbon yang

tertinggal dalam pori semakin sedikit. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap iodium adalah karbon aktif dengan konsentrasi KOH 2 M, temperatur aktivasi 800°C yaitu sebesar 867,46 mg/g.



Gambar 4.3 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 24 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Berdasarkan Gambar 4.3 diperoleh bahwa semakin besar konsentrasi larutan perendaman dan temperatur aktivasi menyebabkan peningkatan daya serap pada karbon aktif yang dihasilkan. Menurut Meilita dan Tuti (2003), larutan pengaktif berfungsi untuk meningkatkan atau mengembangkan struktur pori dari karbon aktif. Semakin lama perendaman, maka daya serap terhadap iodium semakin meningkat. Jika dilihat dari grafik dalam Gambar 4.3 menunjukkan angka daya serap iodium yang berbeda dengan temperatur aktivasi yang berbeda. Berdasarkan grafik tersebut diperoleh daya serap iodium yang mempunyai nilai terbaik yang nilainya lebih besar

adalah konsentrasi aktivator KOH 2 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur aktivasi 800°C menghasilkan angka iodium sebesar 894,48 mg/g. Daya adsorpsi karbon aktif terhadap iodium memiliki korelasi dengan luas permukaan karbon aktif. Menurut Teng dkk. (1999), porositas karbon aktif yang dihasilkan dalam proses aktivasi meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur aktivasi sampai mencapai maksimum. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa proses aktivasi dengan variasi temperatur 500-800°C dengan rentang 100°C yang luas permukaannya mencapai maksimum pada 800°C, dan kemudian menurun dengan bertambahnya temperatur aktivasi. Hal yang sama juga telah dilakukan oleh Kong dkk. (2013) dengan variasi temperatur 700-850°C dengan rentang 50°C diperoleh luas permukaan BET mencapai maksimum pada 800°C dan akan menurun di atas temperatur 800°C.

2. Analisis Uji Statistik Regresi Berganda Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH

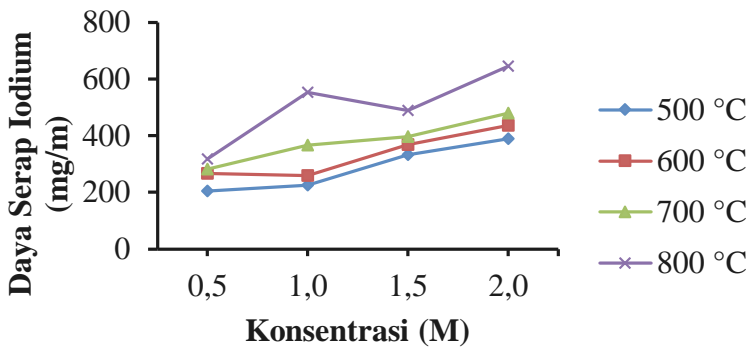
Hasil pengujian statistik menggunakan analisis regresi berganda diperoleh nilai koefisien determinasi antara variabel temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman terhadap daya serap iodium sebesar 0,929 atau 92,9%. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat hubungan yang signifikan antara ketiga variabel tersebut terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH.

Analisis data daya serap iodium karbon aktif menggunakan statistik uji koefisien diperoleh nilai t_{hitung}

pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman secara berturut-turut sebesar 12,279; 20,497; dan 6,829. Nilai t_{tabel} daya serap iodium karbon aktif pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman dengan tingkat toleransi 0,05 pada (5%/2;47) sebesar 2,012. Dari nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil data daya serap iodium karbon aktif mempunyai nilai $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$. Berdasarkan nilai ketiga variasi tersebut menunjukkan bahwa variabel yang paling dominan berpengaruh terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH adalah variabel konsentrasi.

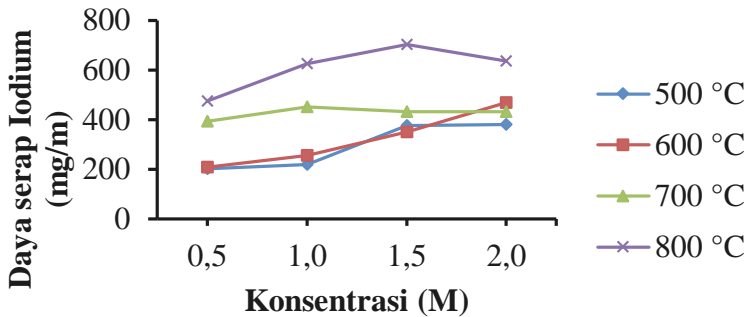
3. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan H₃PO₄ terhadap Daya Serap Iodium

Daya serap karbon aktif terhadap iodium merupakan persyaratan umum untuk menilai kualitas karbon aktif. Menurut Suzuki dkk. (2007), daya serap karbon aktif terhadap iodium mengindikasikan kemampuan karbon aktif untuk mengadsorpsi komponen dengan massa molekul rendah. Karbon aktif dengan kemampuan menyerap iodium tinggi berarti memiliki luas permukaan yang lebih besar dan juga memiliki struktur mikro dan mesoporous yang lebih besar. Gambar 4.4 grafik yang menunjukkan kemampuan adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator H₃PO₄ dengan variasi konsentrasi, temperatur aktivasi pada lama perendaman 12 jam terhadap larutan iodium.



Gambar 4.4 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator H_3PO_4 dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 12 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

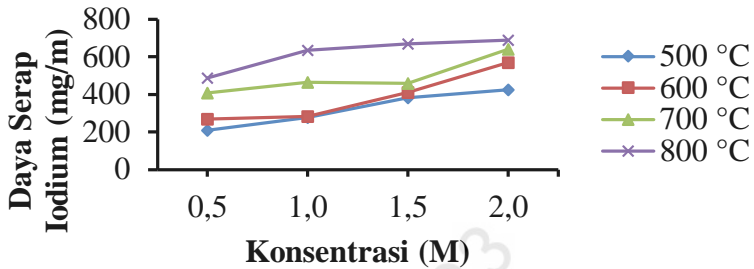
Gambar 4.4 grafik memperlihatkan bahwa konsentrasi aktivator H_3PO_4 semakin besar, seiring peningkatan temperatur, maka daya serap terhadap iodium semakin meningkat. Hal tersebut disebabkan karena terjadi penambahan luas permukaan pori karbon aktif. Gambar 4.4 memperlihatkan adanya penyimpangan yaitu pada konsentrasi 1,5 M temperatur 800 °C nilai daya serap iodium menurun. Hal ini diduga pada konsentrasi tersebut daya serap sudah mencapai maksimal, sehingga daya adsorpsi karbon aktif tersebut menurun. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap iodium adalah karbon aktif dengan konsentrasi H_3PO_4 2 M, temperatur aktivasi 800°C yaitu sebesar 645,88 mg/g.



Gambar 4.5 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator H_3PO_4 dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 18 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Gambar 4.5 grafik yang menunjukkan daya serap iodium makin besar seiring meningkatnya konsentrasi aktivator dan lama perendaman zat pengaktif dari 12 jam ke 18 jam. Hal itu diduga proses perendaman dengan bahan pengaktif yang semakin pekat akan mengurangi kadar tar pada karbon, akibatnya pori-pori yang terdapat pada karbon semakin besar dan berarti luas permukaan karbon aktif semakin bertambah. Semakin luas permukaan karbon aktif, maka akan semakin tinggi daya adsorpsinya. Pada Gambar 4.5 tersebut terlihat adanya penurunan nilai daya serap iodium yaitu pada konsentrasi 1,5 M dan temperatur 700°C. Hal ini diduga pada konsentrasi tersebut daya serap sudah mencapai maksimal, sehingga daya adsorpsi karbon aktif tersebut menurun. Hal yang sama juga terjadi pada konsentrasi 2,0 M dengan temperatur 800°C. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap

iodium pada lama perendaman 18 jam adalah karbon aktif yang diaktivasi dengan konsentrasi H_3PO_4 1,5 M, temperatur aktivasi 800°C yaitu sebesar 704,29 mg/g.



Gambar 4.6 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator H_3PO_4 dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 24 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Gambar 4.6 memperlihatkan bahwa semua arang tempurung kelapa yang diaktivasi kombinasi dengan cara kimia maupun fisika menggunakan aktivator H_3PO_4 memiliki daya serap iodium yang telah memenuhi syarat SII yaitu lebih dari 200 mg/g. Dari grafik tersebut terlihat ada kecenderungan makin tinggi konsentrasi aktivator dan temperatur aktivasi, maka daya serap iodium makin meningkat. Hal ini disebabkan karena makin bertambahnya luas permukaan karbon aktif. Berdasarkan teori, daya serap ditentukan oleh luas permukaan karbon aktif sehingga hal ini pula mempengaruhi kualitas dari karbon aktif tersebut. Pada Gambar 4.6 tersebut terlihat adanya penyimpangan yaitu pada konsentrasi 1,5 M temperatur 700°C nilai daya serap iodium menurun. Hal ini diduga pada konsentrasi tersebut daya serap sudah mencapai maksimal dan pada

kondisi tersebut pori karbon aktif sudah mulai jenuh sehingga daya adsorpsi karbon aktif menurun.

Gambar 4.4, 4.5, dan 4.6 menunjukkan pada umumnya karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 pada berbagai variasi konsentrasi, lama perendaman, dan temperatur aktivasi nilai daya serap iodium meningkat dengan adanya peningkatan konsentrasi aktivator, dan temperatur aktivasi hingga mencapai maksimum dan harganya akan relatif konstan. Berdasarkan grafik tersebut diperoleh daya serap iodium yang mempunyai nilai terbaik yang nilainya lebih besar adalah karbon aktif yang diaktivasi dengan konsentrasi aktivator H_3PO_4 1,5 M, lama perendaman 18 jam, dan temperatur aktivasi $800^\circ C$ menghasilkan angka iodium sebesar 704,29 mg/g.

4. Analisis Uji Statistik Regresi Berganda Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H_3PO_4

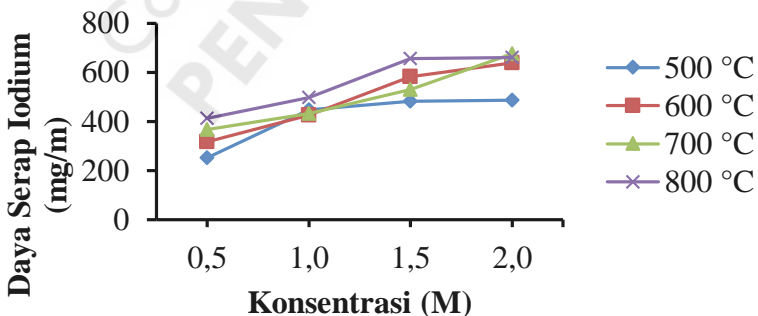
Hasil pengujian statistik menggunakan analisis regresi berganda diperoleh nilai koefisien determinasi antara variabel temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman terhadap daya serap iodium sebesar 0,848 atau 84.80%. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat hubungan yang signifikan antara ketiga variabel tersebut terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 .

Analisis data daya serap iodium karbon aktif menggunakan statistik uji koefisien diperoleh nilai t_{hitung} pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman secara berturut-turut sebesar 12,668, 9,417, dan

3,964. Nilai t_{tabel} daya serap iodium karbon aktif pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman dengan tingkat toleransi 0,05 pada (5%/2;47) sebesar 2,012. Dari nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil data daya serap iodium karbon aktif mempunyai nilai $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$. Berdasarkan nilai ketiga variasi tersebut menunjukkan bahwa variabel yang paling dominan berpengaruh terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator H_3PO_4 adalah variabel temperatur.

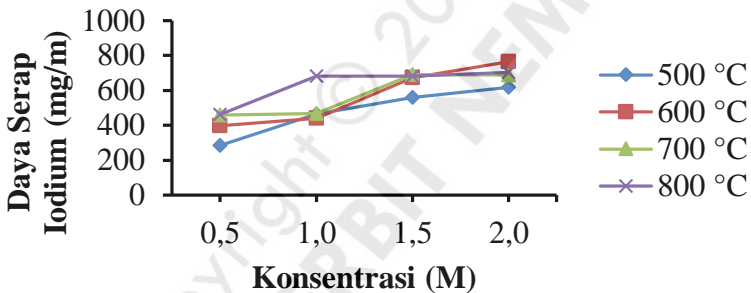
5. Analisis Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan ZnCl_2 terhadap Daya Serap Iodium

Gambar 4.7 grafik yang menunjukkan kemampuan adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator ZnCl_2 dengan variasi konsentrasi, temperatur aktivasi pada lama perendaman 12 jam terhadap larutan iodium.



Gambar 4.7 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator ZnCl_2 dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 12 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

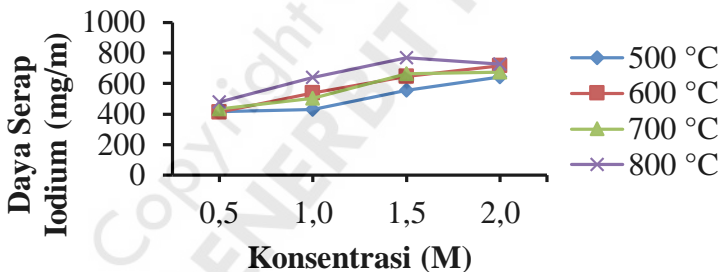
Berdasarkan hasil pengujian daya serap iodium menunjukkan bahwa ada kecenderungan semakin besar konsentrasi aktivator dan temperatur aktivasi, maka daya adsorpsi terhadap iodium semakin meningkat. Hal tersebut disebabkan karena bertambahnya luas permukaan karbon aktif. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap iodium adalah karbon aktif yang diaktivasi dengan konsentrasi 1,5 M, temperatur aktivasi 700 °C yaitu sebesar 675,06 mg/g.



Gambar 4.8 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$ dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 18 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Gambar 4.8 grafik yang menunjukkan daya serap iodium makin besar seiring meningkatnya konsentrasi aktivator dan lama perendaman dan pengaktif dari 12 jam ke 18 jam. Hal itu diduga proses perendaman dengan bahan pengaktif yang semakin pekat akan mengurangi kadar tar pada karbon, akibatnya pori-pori yang terdapat pada karbon semakin besar dan berarti luas permukaan karbon aktif semakin

bertambah. Semakin luas permukaan karbon aktif, maka akan semakin tinggi daya adsorpsinya. Dalam Gambar 4.8 terlihat adanya penyimpangan yaitu pada konsentrasi 2,0 M dengan temperatur 700°C nilai daya serap iodium menurun. Hal ini diduga disebabkan pada kondisi tersebut pori karbon aktif sudah mulai jenuh, sehingga daya adsorpsi karbon aktif semakin menurun. Hasil pengujian menunjukkan bahwa karbon aktif yang mempunyai daya serap yang terbaik terhadap iodium pada lama perendaman 18 jam adalah karbon aktif yang diaktivasi dengan konsentrasi H_3PO_4 1,5 M, temperatur aktivasi 600°C yaitu sebesar 765,06 mg/g.



Gambar 4.9 Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$ dengan Variasi Konsentrasi, Temperatur pada Lama Perendaman 24 Jam, Lama Aktivasi 120 Menit

Berdasarkan Gambar 4.9 terlihat bahwa pengaruh temperatur aktivasi terhadap daya serap iodium menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur aktivasi, maka daya serap terhadap iodium semakin besar dan diperoleh angka iodium terbaik 769,74 mg/g, pada konsentrasi 1,5 M dan temperatur aktivasi

800°C. Sementara itu, dengan semakin besar konsentrasi $ZnCl_2$ yang digunakan yaitu pada konsentrasi 2 M kemampuan adsorpsi karbon aktif mengalami penurunan karena pembentukan pori sudah maksimal. Hal ini diduga pada kondisi tersebut pori karbon aktif sudah mulai jenuh. Oleh karena itu bertambahnya konsentrasi aktivator relatif tidak mempengaruhi lagi daya adsorpsi karbon aktif terhadap larutan iodium.

6. Analisis Uji Statistik Regresi Berganda Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$

Hasil pengujian statistik menggunakan analisis regresi berganda diperoleh nilai koefisien determinasi antara variabel temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman terhadap daya serap iodium sebesar 0,860 atau 86,00% Hal ini menunjukkan bahwa terdapat hubungan yang signifikan antara ketiga variabel tersebut terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi dengan $ZnCl_2$.

Analisis data daya serap iodium karbon aktif menggunakan statistik uji koefisien diperoleh nilai t_{hitung} pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman secara berturut-turut sebesar 6,810, 14,848, dan 4,914. Nilai t_{tabel} daya serap iodium karbon aktif pada variasi temperatur, konsentrasi, dan lama perendaman dengan tingkat toleransi 0,05 pada (5%/2;47) sebesar 2,012. Dari nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil data daya serap iodium karbon aktif mempunyai nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$. Berdasarkan

nilai ketiga variasi tersebut menunjukkan bahwa variabel yang paling dominan berpengaruh terhadap daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator ZnCl_2 adalah variabel konsentrasi.

7. Analisis Uji Statistik *One Way* Anova Daya Serap Iodium Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2

Analisis data daya serap iodium karbon aktif menggunakan uji statistik *one way* anova menghasilkan nilai F_{hitung} pada karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2 sebesar 25,265. Nilai F_{tabel} daya serap iodium karbon aktif hasil aktivasi menggunakan KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2 dengan tingkat toleransi 0,05 pada (5%;2,141) sebesar 0,06. Dari nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil data daya serap iodium karbon aktif mempunyai nilai $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$. Hal tersebut menunjukkan bahwa ada perbedaan hasil daya serap iodium antara karbon aktif yang diaktivasi dengan KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2 yang digunakan.

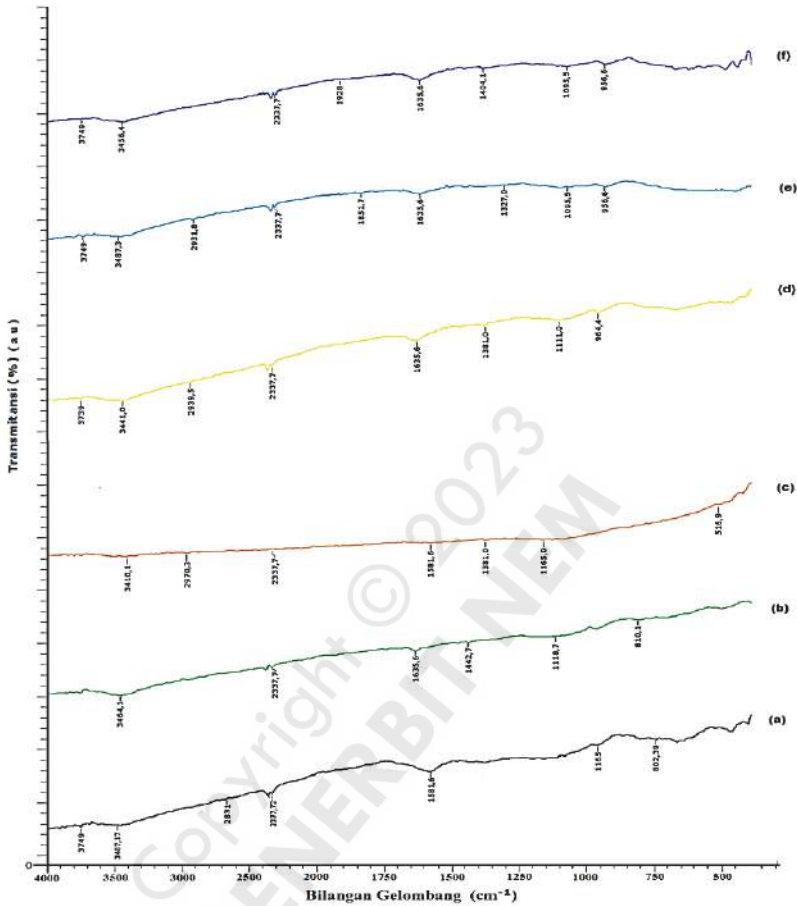
C. Analisis Inframerah dari Arang Tempurung dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika

1. Analisis Inframerah dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH

Pola spektra inframerah dari arang tempurung kelapa yang terdiri dari arang tempurung hasil pirolisis tanpa aktivasi dan arang tempurung yang telah melalui proses aktivasi kimia dan fisika. Analisis FTIR dilakukan terhadap karbon aktif yang memiliki kualitas terbaik

yaitu karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH, dengan variasi konsentrasi, lama perendaman, temperatur aktivasi, dan lama aktivasi masing-masing 0,5 sampai 2 M dengan rentang 0,5 M, 12 sampai 24 jam dengan rentang 6 jam, 500 sampai 800°C dengan rentang 100°C, dan lama aktivasi 30 sampai 150 menit dengan rentang 30 menit.

Spektra inframerah arang tempurung kelapa sebelum diaktivasi dan karbon aktif terbaik hasil aktivasi dengan KOH yaitu pada konsentrasi 2 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur aktivasi 800°C, serta variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.10. Spektrum FTIR dalam Gambar 4.10 menunjukkan karbon aktif hasil aktivasi menggunakan KOH dengan variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit memiliki pola serapan yang relatif sama dan dengan intensitas lemah.



Gambar 4.10 Spektrum FTIR (a) Arang Tempurung Kelapa Sebelum Diaktivasi dan Sesudah Diaktivasi dengan KOH pada Konsentrasi 2 M, Temperatur Aktivasi 800°C dan Variasi Lama Aktivasi (b) 30, (c) 60, (d) 90, (e) 120, (f) 150 Menit

Spektra FTIR arang tempurung kelapa hasil pirolisis tanpa aktivasi, menginformasikan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3487-3417 cm^{-1} sebagai vibrasi ulur dari gugus O-H. Vibrasi ini didukung pita serapan pada bilangan gelombang 1381

cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari OH. Selain itu pada bilangan gelombang 2337 cm^{-1} merupakan vibrasi $\text{C}\equiv\text{C}$ dari kelompok alkil. Pada bilangan gelombang $1581\text{-}1527 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur dari $\text{C}=\text{C}$ pada cincin aromatik. Pita serapan $802,3\text{-}748,3 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk C-H aromatik.

Spektrum FTIR karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH pada konsentrasi 2 M, waktu perendaman 24 jam, dan temperatur 800°C dengan variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit secara umum relatif sama akan tetapi tingkat serapannya ada yang menurun atau meningkat sesuai lama aktivasinya, sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang. Intensitas spektra inframerah K.30 ke K.60 pada pita serapan vibrasi ulur O-H mengalami pergeseran bilangan gelombang yang lebih kecil dari $3461,1$ ke $3410,1 \text{ cm}^{-1}$, begitu pula dari K.120 ke K.150 dari $3487,3$ ke $3456,4 \text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut diduga karena singkatnya lama aktivasi karbon dengan KOH, sehingga tidak merusak struktur ikatan dari situs aktif karbon. Vibrasi ini didukung oleh pita serapan pada bilangan gelombang $1442,7\text{-}1327 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur dari C-O dan vibrasi tekuk OH dari alkohol dan asamkarboksilat.

Serapan pada di sekitar daerah bilangan gelombang $2900\text{-}2990 \text{ cm}^{-1}$ merupakan karakteristik vibrasi ulur gugus C-H alifatik dalam $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$. Pada bilangan gelombang tersebut untuk K.30 dan K.150 hilang atau tidak terbentuk. Hal tersebut diduga karena singkatnya dan lamanya aktivasi. Tidak munculnya

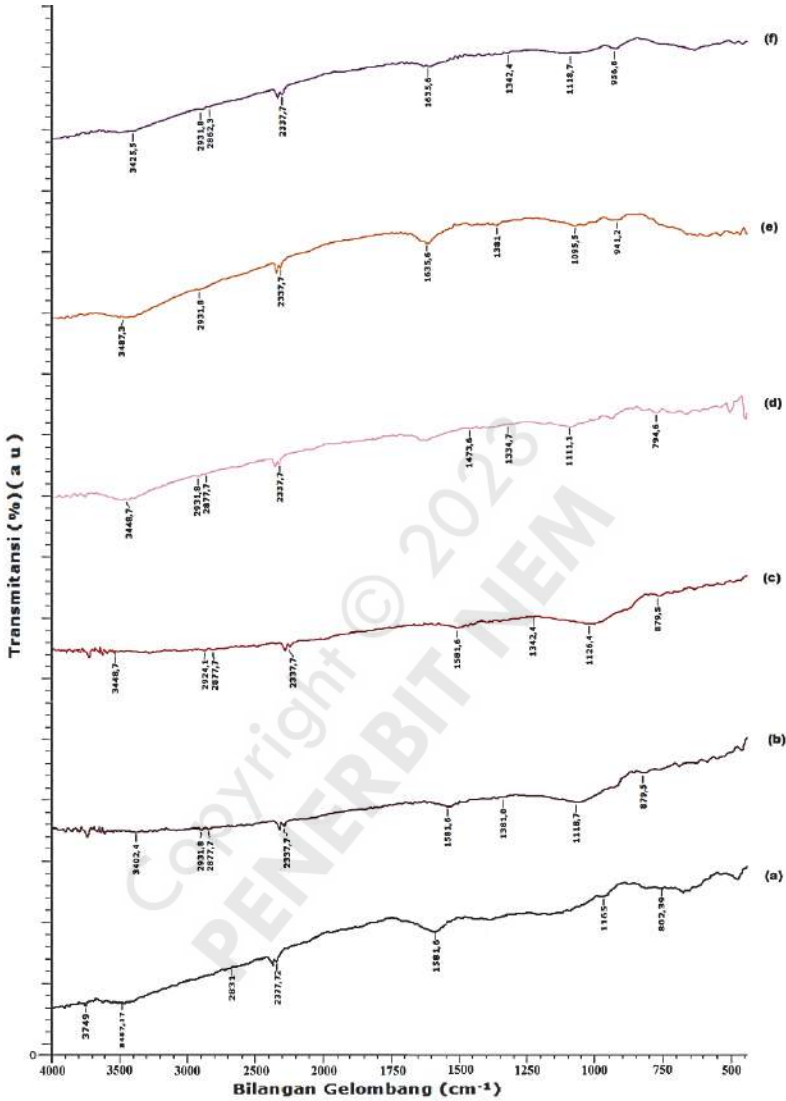
vibrasi ulur dari C-H alifatik pada K.30, diduga waktu aktivasi terlalu singkat, sehingga terjadi pembentukan reaksi kimia melalui mekanisme radikal bebas. Hal ini juga terjadi pada K.150, terjadi pemutusan ikatan melalui mekanisme radikal bebas, diduga karena lamanya waktu aktivasi, atau tingginya temperatur aktivasi (Demirbas, 2005). Selain itu muncul serapan pada bilangan gelombang 2337 cm^{-1} merupakan vibrasi $\text{C}\equiv\text{C}$ yang merupakan asetilena (ikatan karbon rangkap tiga). Pada K.120 dan K.150 munculnya pita serapan 1851 dan 1926 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur $\text{C}=\text{O}$ dari karbonil. Sementara itu pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur $\text{C}=\text{C}$ dari cincin aromatik. Pita serapan pada bilangan gelombang 802 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk ke luar bidang ikatan C-H aromatik.

Berdasarkan serapan-serapan tersebut, maka karbon aktif hasil aktivasi menggunakan KOH dengan variasi lama aktivasi tidak menunjukkan perbedaan yang nyata. Hal ini hanya terjadi pergeseran-pergeseran bilangan gelombang yang kecil dengan tidak terjadi perubahan gugus fungsi aktif pada permukaan karbon aktif. Proses aktivasi dengan KOH telah terbentuk ikatan $\text{C}=\text{C}$ aromatik disekitar $1581,6$ - $1635,6\text{ cm}^{-1}$. Hal ini membuktikan bahwa proses karbonisasi dan aktivasi arang tempurung kelapa menjadi karbon aktif menunjukkan adanya senyawa aromatik yang merupakan penyusun struktur heksagonal karbon aktif (Pari, 2004).

2. Analisis Inframerah dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator Asam Fosfat (H_3PO_4)

Pola spektra inframerah dari karbon aktif yang merupakan hasil gabungan aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator H_3PO_4 dengan gas pengaktif CO_2 . Analisis FTIR dilakukan terhadap karbon aktif yang memiliki kualitas terbaik yaitu karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator H_3PO_4 dengan variasi konsentrasi, lama perendaman, temperatur aktivasi, dan lama aktivasi masing-masing 0,5 sampai dengan 2 M, 12 sampai dengan 24 jam, dan 500 sampai dengan 800°C , 30 sampai dengan 150 menit.

Spektra inframerah karbon aktif terbaik hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 yaitu pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 18 jam, dan temperatur aktivasi 800°C , serta variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.11. Spektrum FTIR dalam Gambar 4.11 menunjukkan karbon aktif hasil aktivasi menggunakan H_3PO_4 dengan variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit memiliki pola serapan yang relatif sama dan dengan intensitas lemah.



Gambar 4.11 Spektrum FTIR (a) Arang Tempurung Kelapa Sebelum Diaktivasi dan karbon aktif sesudah diaktivasi dengan H_3PO_4 pada Variasi Lama Aktivasi selama (b) 30, (c) 60, (d) 90, (e) 120, (f) 150 Menit

Spektrum FTIR karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 pada konsentrasi 2 M, waktu perendaman 18 jam,

dan temperatur 800 °C dengan variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit secara umum relatif sama akan tetapi tingkat serapannya ada yang menurun atau meningkat sesuai lama aktivasinya, sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang. Puncak pita serapan yang selalu ada pada bilangan gelombang sebagai berikut: 3402,4, 3448,7, 3487,3 dan 3425,5 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari O-H bagian luar pada permukaan atau berupa air, H_2O yang terserap pada karbon aktif. Intensitas spektra inframerah ini mengalami pergeseran bilangan gelombang dari H.30 ke H.120 yaitu 3402,1 ke 3487,1 cm^{-1} , sedangkan dari H.120 ke H.150 mengalami penurunan bilangan gelombang dari 3487,3 ke 3425,5 cm^{-1} . Hal tersebut diduga karena pengaruh temperatur aktivasi dan lama aktivasi tetapi tidak merusak struktur ikatan dari situs aktif karbon. Vibrasi ini didukung oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1381,0-1334,7 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari C-O dari OH sekunder dan vibrasi tekuk OH dari alkohol dan asam karboksilat.

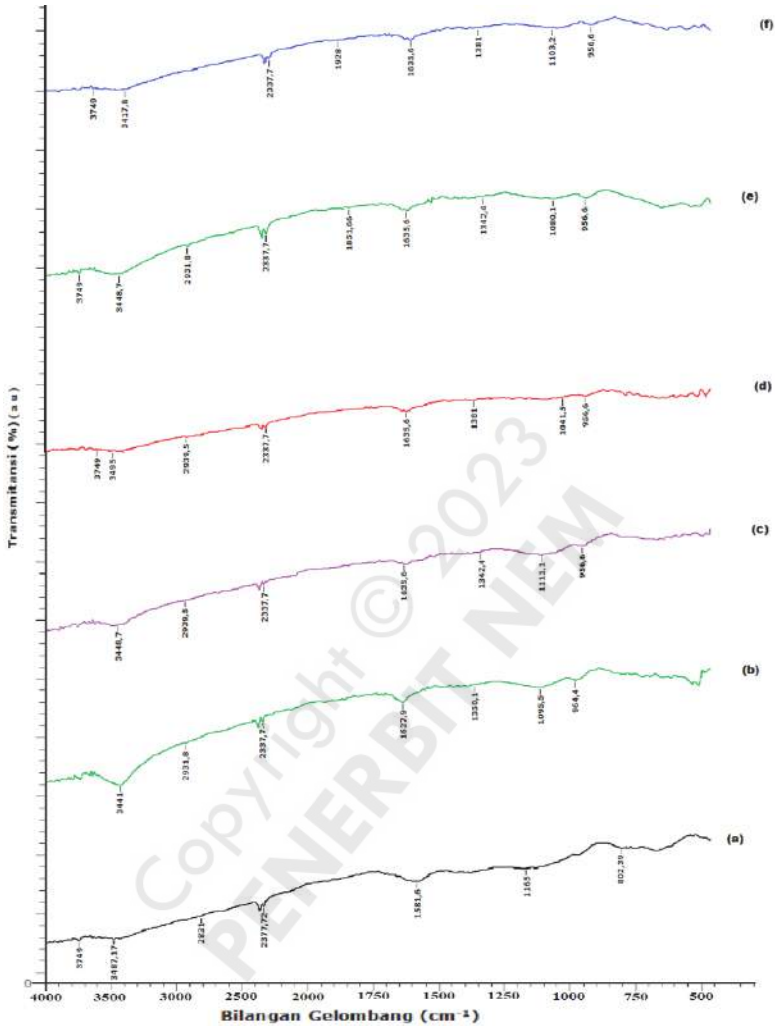
Serapan pada di sekitar daerah bilangan gelombang 2931,8-2924,1 cm^{-1} merupakan karakteristik vibrasi ulur gugus C-H alifatik dalam $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$, juga diperkuat oleh serapan pada 879,5 yang menunjukkan vibrasi tekuk ke luar bidang ikatan C-H aromatik. Selain itu muncul serapan pada bilangan gelombang 2337,7 cm^{-1} merupakan vibrasi $\text{C}\equiv\text{C}$ dari kelompok alkil. Sementara itu, pada bilangan gelombang 1635,6 cm^{-1} mengindikasikan masih adanya vibrasi ulur $\text{C}=\text{C}$ dari cincin aromatik. Adanya pita serapan yang lebar antara 1381-1095,5 cm^{-1} mengindikasikan diduga terjadi

tumpang tindih dari kelompok yang mengandung fosfor. Munculnya pita serapan pada 1126,4-1095,5 cm^{-1} , mengindikasikan adanya vibrasi ulur dari ikatan hidrogen P=O, vibrasi ulur ikatan O-C pada jembatan P-O-C (aromatik), dan P=OOH. Bentuk polifosfat tersebut diduga berasal dari asam fosfat yang tidak dapat hilang secara keseluruhan selama proses pencucian (Prahas, 2008, Allwar, 2013).

3. Analisis Inframerah (IR) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator Seng Klorida (ZnCl_2)

Pola spektra inframerah dari karbon aktif yang merupakan hasil gabungan aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator ZnCl_2 dengan gas pengaktif CO_2 . Analisis FTIR dilakukan terhadap karbon aktif yang memiliki kualitas terbaik yaitu karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator ZnCl_2 dengan variasi konsentrasi, lama perendaman, temperatur aktivasi, dan lama aktivasi masing-masing 0,5 sampai dengan 2 M, 12 sampai dengan 24 jam, 500 sampai dengan 800°C, dan lama aktivasi 30 sampai dengan 150 menit.

Spektra inframerah karbon aktif terbaik hasil aktivasi dengan aktivator ZnCl_2 yaitu pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur aktivasi 800°C serta variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.12. Spektrum FTIR dalam Gambar 4.12 menunjukkan karbon aktif hasil aktivasi menggunakan ZnCl_2 dengan variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit memiliki pola serapan yang relatif sama dan dengan intensitas lemah.



Gambar 4.12 Spektrum FTIR (a) Arang Tempurung Kelapadan Karbon Aktif sesudah Diaktivasi Menggunakan ZnCl₂ dengan Variasi Lama Aktivasi (b) 30, (b) 60, (c) 90, (d) 120, dan (e), 150 Menit

Pola spektrum serapan FTIR karbon aktif hasil aktivasi dengan ZnCl₂ pada konsentrasi 1,5 M, waktu perendaman 24 jam, dan temperatur 800°C dengan

variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.12. Secara umum pola spektrum serapan dari karbon aktif tersebut relatif sama dengan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH dan H_3PO_4 .

Intensitas spektra inframerah dari Z.30 sampai Z.90 pada pita serapan vibrasi ulur O-H mengalami pergeseran bilangan gelombang yang lebih besar yaitu dari 3441,0 ke 3495,0 cm^{-1} , sedangkan dari Z.90 sampai Z.150 mengalami penurunan bilangan gelombang dari 3495,0 ke 3481,8 cm^{-1} . Hal tersebut diduga karena pengaruh temperatur dan lama aktivasi karbon tetapi tidak merusak struktur ikatan dari situs aktif karbon. Vibrasi ini didukung oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1381,0-1342,4 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari C-O dan vibrasi tekuk OH dari alkohol dan asam karboksilat.

Serapan pada di sekitar daerah bilangan gelombang 2939,5-2931,8 cm^{-1} merupakan karakteristik vibrasi ulur gugus C-H alifatik dalam $-CH_3$ dan $-CH_2-$. Pada bilangan gelombang tersebut untuk Z.150 hilang atau tidak terbentuk. Hal tersebut diduga karena lamanya aktivasi dan tingginya temperatur aktivasi, sehingga terjadi pemutusan ikatan melalui mekanisme radikal bebas. Menurut Demibras (2005), makin tinggi temperatur karbonisasi dan lama aktivasi makin banyak gugus fungsi yang teroksidasi atau terurai, sehingga menjadi hilang atau tingkat serapan berkurang yang menyebabkan pergeseran bilangan gelombang serapan. Selain itu muncul serapan pada bilangan gelombang 2337,7 cm^{-1} merupakan vibrasi $C\equiv C$ yang merupakan

asetilena (ikatan karbon rangkap tiga). Pada Z.120 dan Z.150 munculnya serapan di daerah bilangan gelombang 1928,0-1851,6 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O dari karbonil. Sementara itu, pada bilangan gelombang 1635,6-1581,6 cm^{-1} mengindikasikan masih adanya vibrasi ulur C=C dari cincin aromatik. Pita serapan pada bilangan gelombang 802 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk ke luar bidang ikatan C-H aromatik.

4. Analisis Inframerah (IR) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2

Pola serapan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2 menunjukkan peningkatan intensitas serapan pada bilangan gelombang 1500-900 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang tersebut merupakan daerah serapan gugus C=C ikatan rangkap dua, khas aromatik/daerah sidik jari, vibrasi tekuk dari gugus -OH serta vibrasi ulur C-O ester yang memiliki intensitas paling tinggi kemudian menurun setelah melalui proses karbonisasi pada temperatur 800°C dan lamanya waktu aktivasi. Menurunnya intensitas serapan pada bilangan gelombang tersebut merupakan petunjuk mulai terbentuknya senyawa aromatik (Kimura dan Kaito, 2004). Senyawa tersebut merupakan penyusun struktur heksagonal karbon aktif.

Karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH diduga memiliki cincin-cincin pelat karbon menyerupai struktur grafit. Sementara itu, serapan karakteristik dari silika tidak nampak pada karbon aktif. Hal ini berarti kadar

silika dalam karbon aktif ini menurun sangat drastis. Adapun gugus-gugus permukaan yang terdapat pada pelat-pelat karbon didominasi oleh gugus alkohol. Hal ini dimungkinkan karena penambahan KOH menyebabkan senyawa-senyawa pengotor seperti tar dan senyawa alkena yang terdapat pada permukaan karbon terlarut dan keluar bersama air pada waktu pencucian.

Berdasarkan serapan karakteristik karbon aktif yang diaktivasi dengan H_3PO_4 menunjukkan adanya gugus alkohol, dan juga terdapat gugus-gugus alkena maupun fosfat. Diduga adanya gugus alkena disebabkan oleh penambahan asam fosfat pada saat aktivasi yang mengakibatkan sebagian alkohol tereliminasi membentuk alkena. Sementara itu, adanya perubahan gugus fungsi yaitu dengan meningkatnya konsentrasi asam fosfat yang digunakan sebagai aktivator, makaterjadi pengembangan vibrasi C-H. Hal ini diduga disebabkan oleh hilangnya oksigen dari permukaan material karbon dan itu sama dengan meningkatnya kandungan fosfor (Yakout, 2012).

Proses karbonisasi dan aktivasi pada pembuatan karbon aktif dengan aktivator $ZnCl_2$ dengan lama aktivasi berbeda-beda, mengakibatkan perubahan gugus fungsi untuk struktur kimia dari arang, yang diikuti terbentuknya senyawa baru pada arang melalui mekanisme radikal bebas. Berdasarkan serapan karakteristik karbon aktif yang diaktivasi menggunakan aktivator $ZnCl_2$ dapat dikemukakan bahwa gugus-gugus fungsi yang teridentifikasi hasil karbonisasi dengan lama aktivasi yang berbeda-beda, secara umum relatif sama

akan tetapi tingkat serapannya ada yang menurun atau meningkat sesuai dengan lama aktivasinya, sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang. Proses karbonisasi suatu bahan pada temperatur tinggi dan lamanya aktivasi akan meningkatkan atau terjadinya pergeseran bilangan gelombang (Menendez dkk., 1999).

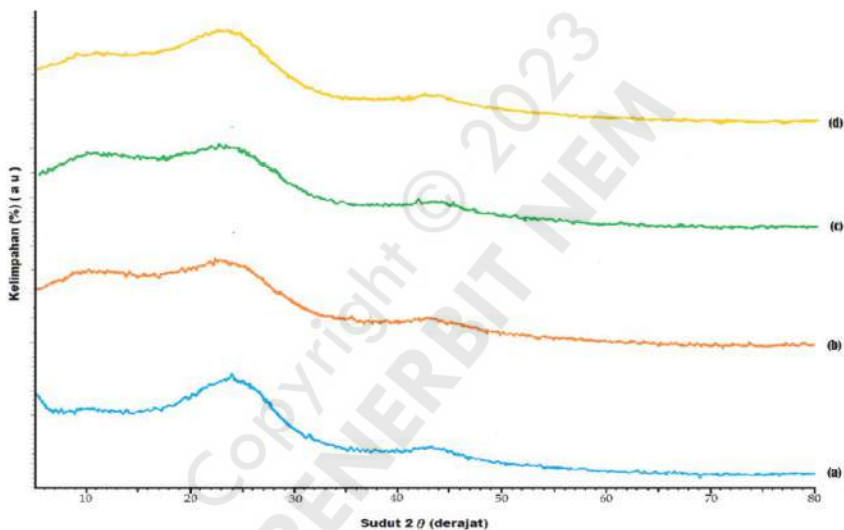
Karbon aktif yang dihasilkan melalui proses kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$ memiliki pola serapan dengan jenis ikatan O-H, C-O, dan C=C. Adanya ikatan O-H dan C-O menunjukkan karbon aktif cenderung bersifat polar, sehingga karbon aktif dapat digunakan sebagai adsorben.

D. Analisis X-Ray Diffraction (XRD) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika Menggunakan Aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$

Analisis menggunakan *X-ray diffraction* merupakan cara analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Apabila seberkas sinar-X dengan panjang gelombang λ diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut datang θ , maka sebagian sinar akan diabsorpsi, ditransmisi, dan sebagian lagi dihamburkan oleh lapisan atom pada permukaan (West, 1989). Efek kumulatif dari hamburan oleh pusat-pusat ruang tertentu pada kristal merupakan difraksi dari radiasi oleh difraksi kristal tersebut.

Analisis difraksi sinar-X bertujuan untuk memberikan informasi tentang perubahan struktur mikro yang terjadi

pada arang tempurung kelapa sesudah mengalami proses aktivasi secara kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$. Gambar 4.13 merupakan pola difraktogram karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$ dan karbon aktif (Merck). Gambar 4.13 menunjukkan refleksi intensitas difraksi struktur karbon aktif yang dilakukan dengan analisis menggunakan metode difraksi sinar-X.



Gambar 4.13 Difraktogram (a) Karbon Aktif Merck, Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator (b) KOH (c) H_3PO_4 dan (d) $ZnCl_2$

Difraktogram karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH pada Gambar 4.13 teramati adanya puncak melebar pada sudut $2\theta = 10,14^\circ$. Sementara itu untuk karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 dan $ZnCl_2$ teramati pada sudut $2\theta = 10,42^\circ$ dan $10,96^\circ$. Difraktogram ini menunjukkan bahwa sampel tersebut

memiliki struktur amorf yang terjadi karena pola keteraturan sampel karbon aktif belum tersusun secara teratur. Kerangka yang tidak teratur ini diakibatkan adanya pengotor organik dan zat volatil yang masih terdapat pada struktur karbon aktif. Pengotor ini menyebabkan struktur karbon aktif terdeteksi struktur amorf pada hasil pengujian difraktogram XRD.

Selanjutnya munculnya puncak melebar dan sedikit tajam pada karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH, H₃PO₄, ZnCl₂ dan karbon aktif Merck pada sekitar sudut $2\theta = 24^\circ$, menunjukkan bahwa karbon aktif tersebut sudah mulai membentuk pola keteraturan yang baik. Kerangka ini memperlihatkan bahwa struktur karbon aktif sudah mulai tersusun dengan pola yang teratur. Menurut West (1984) refleksi intensitas difraksi sinar-X mengindikasikan tentang kesempurnaan kristal dan kerapatan susunan atom dalam kristal. Semakin rampingnya refleksi intensitas suatu materi, maka sifat kekristalannya akan semakin baik dengan susunan atom semakin teratur.

Pola dengan keteraturan yang teratur diakibatkan zat-zat pengotor organik dan zat-zat volatil sudah tidak terikat pada kerangka struktur karbon aktif. Hilangnya pengotor ini menyebabkan terbentuknya keteraturan susunan atom-atom karbon yang teratur pada struktur karbon aktif.

Tabel 4.1 menunjukkan difraktogram karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH, H₃PO₄, ZnCl₂ memiliki ketajaman intensitas yang paling kuat pada 3 sudut 2θ secara berturut-turut: $24,34^\circ$; $24,68^\circ$; $23,26^\circ$, $24,34^\circ$; $24,68^\circ$; $23,26^\circ$, dan $24,82^\circ$; $24,16^\circ$; $23,50^\circ$. Sementara itu karbon aktif (Merck) mempunyai ketajaman intensitas

yang paling kuat pada 3 sudut $2\theta = 23,90^\circ$, $24,98^\circ$, dan $25,44^\circ$. Kajian analisis secara difraksi dilakukan menggunakan data base PCPDF (PDF, *Powder Diffraction File*) yang dikeluarkan oleh JCPDS (PDF 41-1487). Hasil ini sesuai dengan yang dikemukakan oleh Anirudhan dkk. (2009); Kong dkk. (2013), menyatakan bahwa pola puncak lebar terpusat pada sudut 2θ sebesar 25 dan 26° berkaitan dengan bidang 002 grafit merupakan puncak karakteristik dari karbon aktif.

Puncak melebar dengan intensitas rendah muncul pada sekitar sudut $2\theta = 43^\circ$, menunjukkan peningkatan keteraturan struktur kristal secara signifikan. Peningkatan kristalinitas terjadi karena adanya penyusunan struktur kristalit arang yang semakin teratur. Hal ini akan menghasilkan celah di antara kristalit semakin lebar dan pori yang terbentuk bertambah besar (Pari, 2004).

Tabel 4.1

Data Perbandingan Intensitas Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH, H_3PO_4 , $ZnCl_2$ dan Karbon Aktif Merck dari XRD

Jenis	Karbon aktif aktivator KOH		Karbon aktif aktivator H_3PO_4		Karbon aktif aktivator $ZnCl_2$		Karbon aktif Merck	
	2θ	Intensitas	2θ	Intensitas	2θ	Intensitas	2θ	Intensitas
Puncak 1	25,08	95	24,34	100	24,82	100	23,90	152
Puncak 2	24,34	92	24,68	100	24,16	91	24,98	144
Puncak 3	22,84	91	23,26	98	23,50	89	25,44	131
Jumlah		278		298		280		427

Keterangan: Puncak 1, 2 dan 3 puncak yang intensitasnya paling tinggi

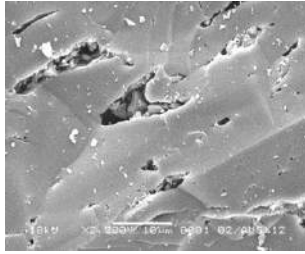
Karakterisasi karbon aktif hasil aktivasi kombinasi aktivasi kimia dan fisika dengan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$ menggunakan metode difraksi sinar-X menunjukkan pola difraksinya memiliki bentuk yang mirip dan intensitas puncaknya pada nilai sudut 2θ yang berdekatan. Hal ini

memperlihatkan bahwa karbon aktif tersebut dengan struktur yang amorf cocok untuk diaplikasikan sebagai adsorben.

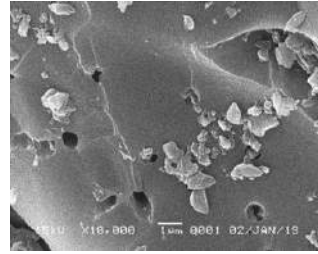
E. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Karbon Aktif sebelum dan sesudah Diaktivasi

1. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari Karbon Aktif sebelum dan sesudah Diaktivasi dengan Aktivator Kalium Hidroksida (KOH)

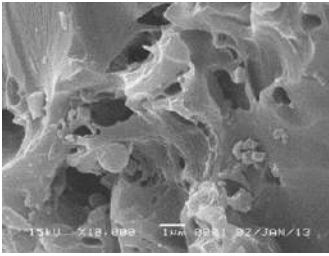
Scanning Electron Microscopy adalah suatu teknik analisis untuk melihat perubahan struktur permukaan dari suatu sampel dengan menggunakan hamburan elektron sebagai ganti cahaya untuk membentuk bayangan gambar. Data yang diperoleh adalah data dari permukaan atau lapisan yang dapat dilihat dari tiga sisi yaitu permukaan atas, permukaan samping, dan permukaan ruang dalam dengan ketebalan sekitar 20 μm dari permukaan. Struktur permukaan arang tempurung kelapa hasil pirolisis dan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH pada konsentrasi 2 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur aktivasi 800°C, serta lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit, karbon aktif Merck dipresentasikan dalam Gambar 4.14.



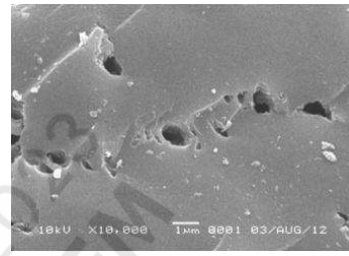
Arang



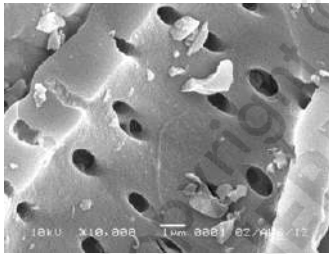
30



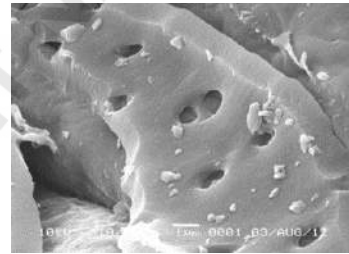
60



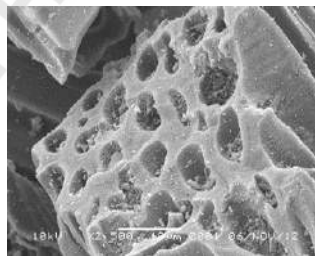
90



120



150



Merck

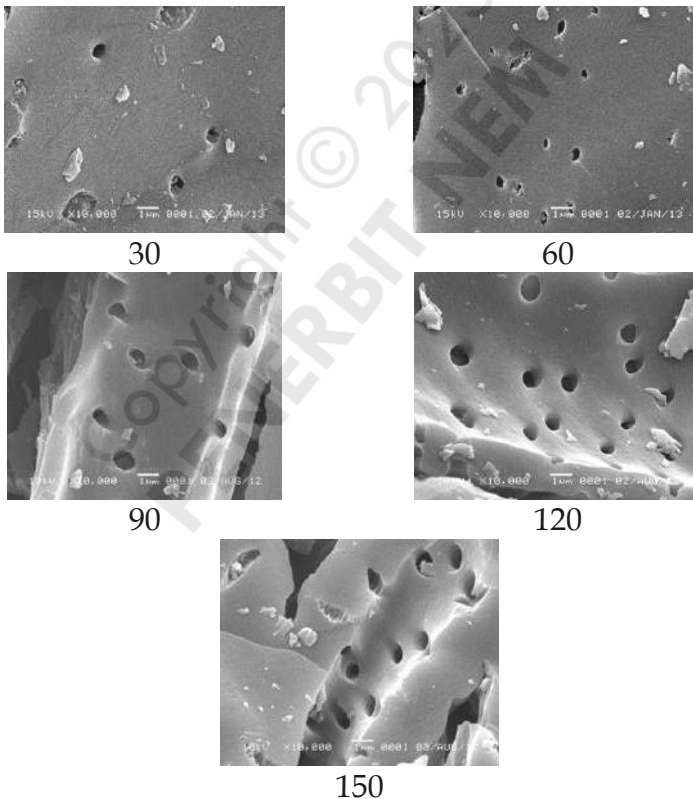
Gambar 4.14 Struktur Permukaan SEM (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi Pembesaran 2500x dan sesudah Diaktivasi dengan KOH pada Variasi Lama Aktivasi dengan Pembesaran 10000 x (b) 30, (c) 60, (d) 90, (e) 120, (f) 150 Menit, dan (g) Karbon Aktif Merck

Hasil pengujian struktur permukaan dengan SEM memperlihatkan terjadi perubahan struktur permukaan dari arang tempurung kelapa tanpa aktivasi dan karbon aktif setelah diaktivasi, dan karbon aktif dari Merck. Perubahan pori-pori terlihat lebih banyak pada permukaan karbon aktif hasil aktivasi dan karbon aktif Merck seperti dalam Gambar 4.14. Gambar 4.14 tersebut terlihat bahwa pori-pori pada permukaan karbon aktif yang sudah diaktivasi cukup banyak dan lekukan-lekukannya cukup dalam dengan jarak antar pori berdekatan seiring dengan bertambahnya waktu aktivasi. Pada arang tempurung kelapa tanpa aktivasi pori-pori yang terbentuk lebih sedikit dan lekukan-lekukannya tidak terlalu dalam dengan jarak antar pori yang berjauhan. Perubahan pori-pori arang tempurung kelapa yang telah diaktivasi terlihat lebih porous dan lebih banyak dibandingkan arang tempurung kelapa tanpa aktivasi, namun tidak cukup jelas diameter pori bila dilihat dari gambar SEM tersebut. Hal ini mengindikasikan bahwa proses aktivasi dapat membuka dan membentuk pori baru pada karbon aktif.

Hasil SEM karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH pada variasi waktu aktivasi dengan pembesaran antara 10000x terlihat bahwa dengan bertambahnya lama aktivasi, maka ukuran pori skalatif karbon aktif semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa pada proses karbonisasi dan aktivasi, telah terjadi pemecahan rantai karbon. Semakin kecil ukuran pori karbon aktif, maka luas permukaan karbon aktif semakin besar.

2. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator Asam Fosfat (H_3PO_4)

Struktur permukaan arang tempurung kelapa hasil pirolisis dan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator asam fosfat pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 18 jam, dan temperatur aktivasi 800°C , serta lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.15.

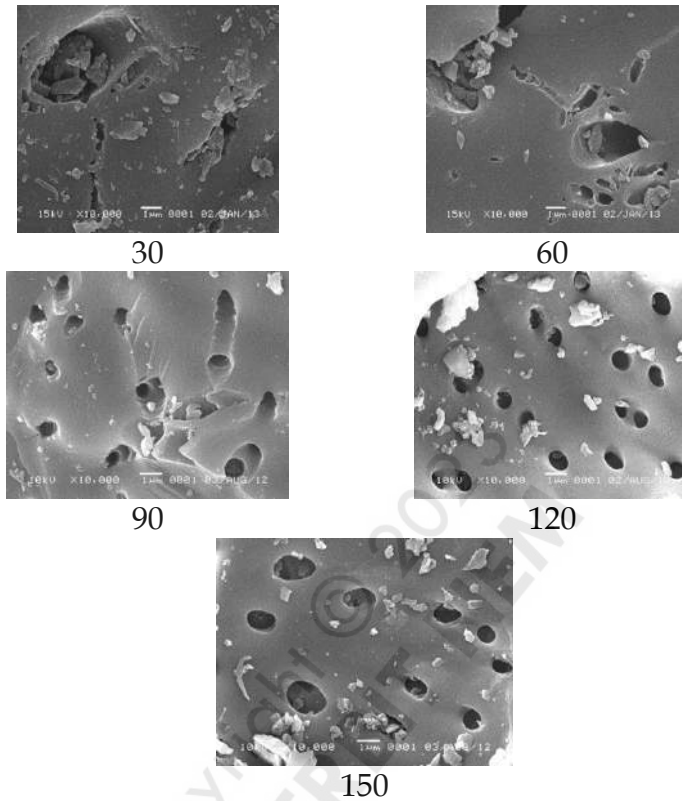


Gambar 4.15 Struktur Permukaan SEM Arang Tempurung Kelapa Sesudah Diaktivasi dengan H_3PO_4 pada Variasi Waktu Aktivasi (a) 30, (b) 60, (c) 90, (d) 120, dan (e) 150 Menit Pembesaran 10000 x.

Hasil pengujian struktur permukaan karbon aktif yang diaktivasi dengan H_3PO_4 dengan SEM dapat dilihat terjadi perubahan struktur permukaan setelah diaktivasi. Perubahan pori-pori terlihat lebih banyak pada permukaan karbon aktif hasil aktivasi seperti dalam Gambar 4.15. Dari gambar tersebut terlihat pada waktu aktivasi 30 menit dan 60 menit dengan pembesaran 10000x menunjukkan permukaan pori karbon aktif masih belum seragam dan jarak antar pori berjauhan. Sementara itu, pada lama aktivasi 90 menit sampai 150 menit mirip perubahan pori yang terjadi pada karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH. Permukaan pori karbon aktif tersebut menunjukkan rongga-rongga pori lebih kecil dan rapat, serta lekukan-lekukannya cukup dalam dengan jarak antar pori berdekatan seiring dengan bertambahnya lama aktivasi. Hal ini mengindikasikan bahwa proses aktivasi dapat membuka dan membentuk pori baru pada karbon aktif. Namun demikian diameter pori tidak cukup jelas bila dilihat dari gambar SEM tersebut.

3. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator $ZnCl_2$

Struktur permukaan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator $ZnCl_2$ pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur aktivasi $800^\circ C$, serta lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit dipresentasikan dalam Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Struktur Permukaan SEM Karbon Aktif sesudah Diaktivasi dengan ZnCl_2 pada Variasi Lama Aktivasi (a) 30, (b) 60, (c) 90, (d) 120, dan (e) 150 Menit Pembesaran 10000x

Hasil pengujian struktur permukaan dengan SEM karbon aktif yang diaktivasi menggunakan aktivator ZnCl_2 relatif sama dengan karbon aktif yang diaktivasi dengan aktivator KOH dan H_3PO_4 . Penampakan hasil topografi permukaan karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menunjukkan kecenderungan pori-pori semakin banyak dan ukuran partikelnya semakin kecil. Hal tersebut diduga akibat dari proses aktivasi kimia menggunakan aktivator sebagai zat pengaktif yang

dapat menghilangkan komponen-komponen selain karbon serta pengotor-pengotor seperti tar dan zat-zat volatil lainnya.

4. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂

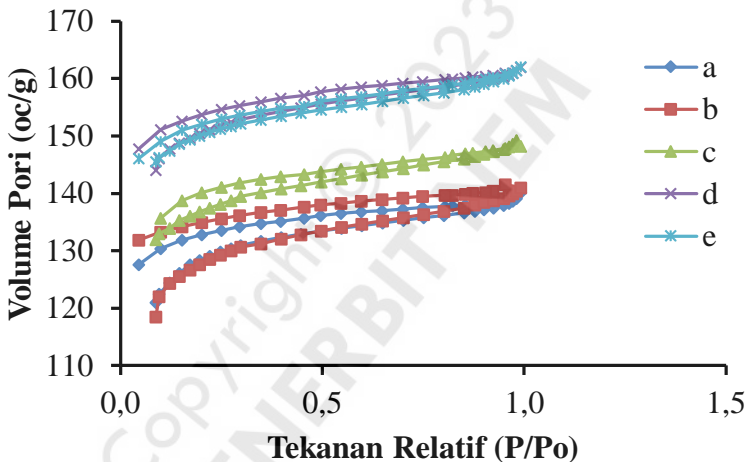
Topografi hasil analisis SEM permukaan struktur karbon aktif yang diaktivasi menggunakan KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ relatif sama, tapi memperlihatkan pola penyebaran ukuran porinya berbeda. Hal ini didukung oleh data hasil analisis luas permukaan BET menggunakan adsorpsi-desorpsi gas N₂. Hasil analisis diameter pori rerata karbon aktif yang diaktivasi dengan menggunakan KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ pada kondisi terbaik yaitu lama aktivasi 120 menit dan temperatur 800°C menunjukkan diameter pori rerata secara berturut-turut sebesar 11,11; 11,46; dan 11,04 Å, sedangkan arang tempurung tanpa diaktivasi memiliki jari-jari sebesar 26,48 Å. Hal ini membuktikan bahwa dengan proses aktivasi kimia dan fisika, mampu menyeragamkan ukuran pori.

F. Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N₂ dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika

1. Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N₂ dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH

Pengukuran adsorpsi merupakan pengukuran untuk jumlah tertentu adsorbat, hubungan antara jumlah gas terserap dan tekanan gas. Pengukuran tersebut dilakukan pada temperatur konstan. Selanjutnya hasil

pengukurannya ditampilkan secara grafis sebagai isoterm adsorpsi (Barrow, 1996). Isoterm adsorpsi-desorpsi arang tempurung kelapa sebelum dan sesudah diaktivasi menggunakan aktivator KOH dengan variasi lama aktivasi 30; 60; 90; 120; dan 150 menit terdapat dalam Gambar 4.17. Berdasarkan pada klasifikasi tipe-tipe adsorpsi bahwa isoterm adsorpsi yang didapatkan pada variasi lama aktivasi tersebut sesuai dengan tipe IV.

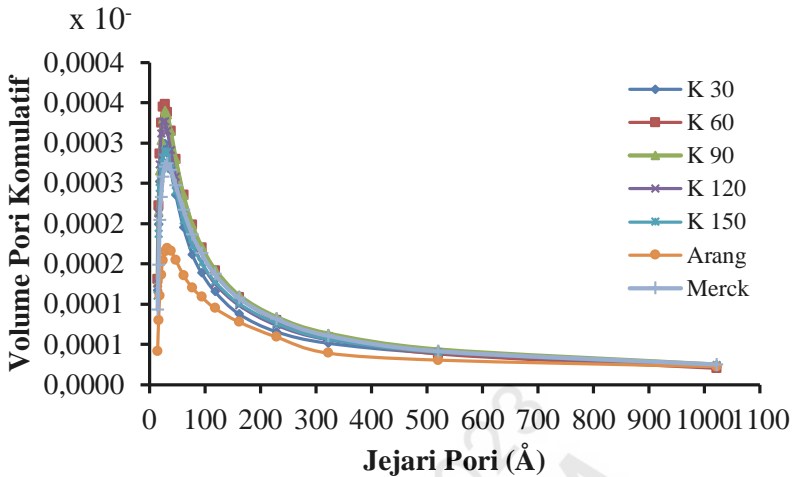


Gambar 4.17 Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N_2 Arang Tempurung Kelapa Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Lama Aktivasi selama (a) 30 Menit, (b) 60 Menit, (c) 90 Menit, (d) 120 Menit, (e) 150 Menit

Adanya histeresis menunjukkan bentuk material yaitu mesopori. Histeresis yang terjadi sebenarnya berbentuk lingkupan (*loop*) tetapi yang ditampilkan dalam Gambar 4.17 tidak ada karena terjadi pada tekanan relatif yang sangat kecil. Sampel waktu aktivasi

30 menit menunjukkan histeresis yang lebih lebar dibandingkan dengan waktu aktivasi 60-150 menit. Namun demikian semua sampel ini memiliki histeresis pada tekanan rendah. Hal ini memberikan informasi tentang penambahan kompleksitas pori karbon aktif sesudah diaktivasi.

Untuk mengetahui homogenitas pori, dilakukan perhitungan mengenai distribusi ukuran pori. Penentuan distribusi ukuran pori digunakan metode BJH (Barrett-Joyner-Halenda), hasilnya disajikan dalam Gambar 4.18. Dari kurva dalam gambar tersebut cukup runcing. Hal ini menunjukkan bahwa karbon aktif yang terbentuk pada variasi waktu aktivasi yang berbeda memiliki keseragaman yang cukup baik. Jari-jari pori karbon aktif sebagian besar berkisar pada 11,05-11,46 Å. Berdasarkan hasil analisis distribusi ukuran pori yang disajikan dalam Gambar 4.18 terlihat bahwa karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH pada variasi waktu aktivasi dan arang tempurung tanpa diaktivasi memiliki pola yang sama yaitu memiliki satu puncak. Puncak distribusi ukuran pori karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator KOH terjadi pada daerah jari-jari yang relatif lebih kecil sebesar 11,11 Å. Sementara itu, karbon aktif dari Merck memiliki jari-jari sebesar 14,09 Å, sedangkan arang tempurung tanpa diaktivasi memiliki jari-jari sebesar 26,48 Å. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses aktivasi kimia dan fisika mampu menyeragamkan ukuran pori.



Gambar 4.18 Kurva Distribusi Ukuran Pori (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Lama Aktivasi (b) 30 Menit, (c) 60 Menit, (d) 90 Menit, (e) 120 Menit, (f) 150 Menit, (g) Karbon Aktif dari Merck

Perbedaan porositas sampel arang tanpa diaktivasi dan sesudah diaktivasi menggunakan aktivator KOH pada variasi waktu aktivasi 30-150 menit disajikan pada Tabel 4.2. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) ditentukan berdasarkan bagian linier dari kurva BET, diameter rerata pori (d_{mp}) dihitung dari data adsorpsi menggunakan metode BJH. Berdasarkan data Tabel 4.2, maka dapat dinyatakan pengaruh waktu aktivasi terhadap karbon aktif menyebabkan terjadinya peningkatan luas permukaan spesifik pada lama aktivasi 30-120 menit dan menurun pada lama aktivasi 150 menit. Menurut Teng dkk. (1999), peningkatan lama aktivasi dapat menyebabkan kerusakan dinding pori sehingga

berkurangnya luas permukaan dan volume mikropori seiring meningkatnya volume mesopori.

Tabel 4.2

Luas Permukaan BET, Volume Total Pori, Rerata Jejari Pori Arang sebelum Diaktivasi dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH dengan Variasi Lama Aktivasi selama 30, 60, 90, 120, dan 150 Menit

Sampel	Luas permukaan spesifik (m^2g^{-1})	Volume total pori ($\times 10^{-1} \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$)	Rerata jejari pori (\AA)
Arang	15,45	0,22	26,48
K8-2-24-30	387,71	2,17	11,18
K8-2-24-60	396,22	2,19	11,05
K8-2-24-90	402,70	2,31	11,46
K8-2-24-120	451,14	2,51	11,11
K8-2-24-150	445,10	2,51	11,27
Karbon aktif (Merck)	793,72	5,59	14,09

Keterangan:

K8: Karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH pada temperatur 800 °C,

2: Konsentrasi larutan KOH (M)

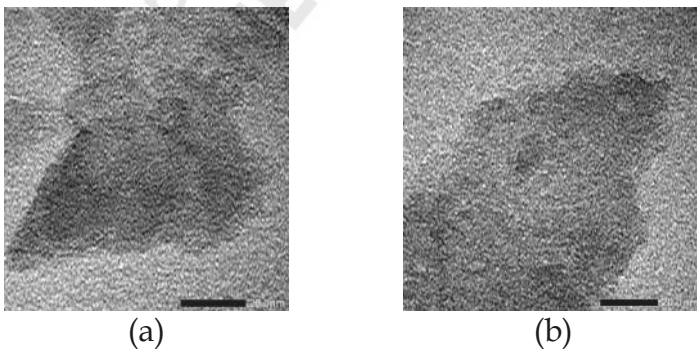
24: Lama perendaman (jam)

30,60, 90, 120, dan 150: Variasi lama aktivasi (menit)

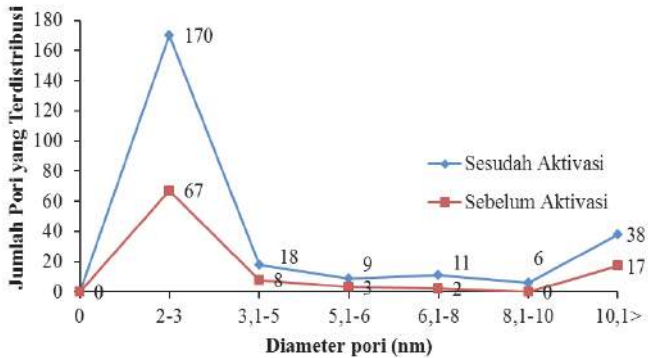
Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa luas permukaan karbon aktif dengan waktu aktivasi 30 menit ke 60 menit meningkat dari 387,71 menjadi 451,14 m^2g^{-1} dan menurun pada waktu aktivasi 150 menit yaitu 445,10 m^2g^{-1} . Hal ini diduga seiring dengan meningkatnya lama aktivasi, maka molekul volatil yang lebih berat akan ikut menguap atau keluar dari pori, sehingga membersihkan pori-pori yang mengakibatkan meningkatnya luas permukaan, volume pori, dan menurunkan diameter pori rata-rata. Karbon aktif pada waktu aktivasi 150 menit mengalami penurunan luas permukaan yaitu 445,10 m^2g^{-1} , diduga karena pada kondisi tersebut sudah

terjadi *knocking* dan kerusakan struktur pada dinding pori, sehingga menghambat pembentukan pori (Allwar dkk., 2008).

Gambar 4.19 mempresentasikan mikrograf TEM arang tempurung kelapa sebelum diaktivasi dan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH pada konsentrasi 2 M, lama perendaman 24 jam, temperatur aktivasi 800°C, lama aktivasi 120 menit. Berdasarkan pada mikrograf tersebut dapat diperkirakan diameter pori sampel yaitu berkisar pada 20-30 Å seperti yang terlihat dalam Gambar 4.20. Hal ini tidak berbeda jauh dibandingkan perhitungan berdasarkan data isothermal adsorpsi-desorpsi N₂, diameter pori rerata sebesar 22,10-22,92 Å sebagaimana disajikan pada Tabel 4.2. Dengan demikian telah diperoleh bukti bahwa karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika yang dihasilkan dalam penelitian ini tergolong material mesopori.

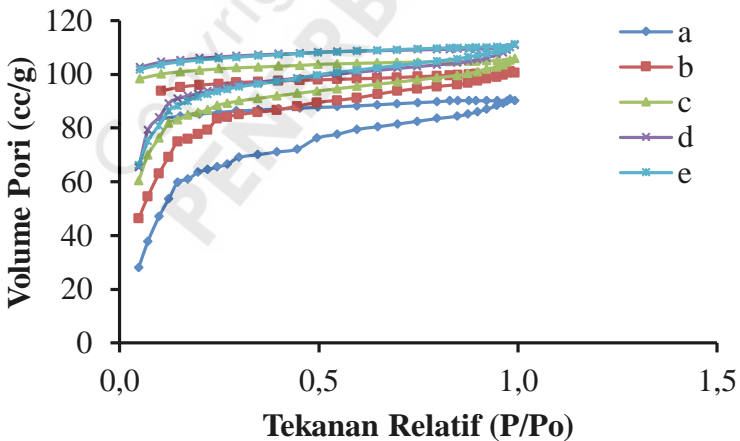


Gambar 4.19 Mikrograf TEM (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan (b) Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH



Gambar 4.20 Kurva Distribusi Diameter Pori berdasarkan Analisis TEM Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator KOH

- Analisis dengan Adsorpsi-Desorpsi N₂ dari Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H₃PO₄

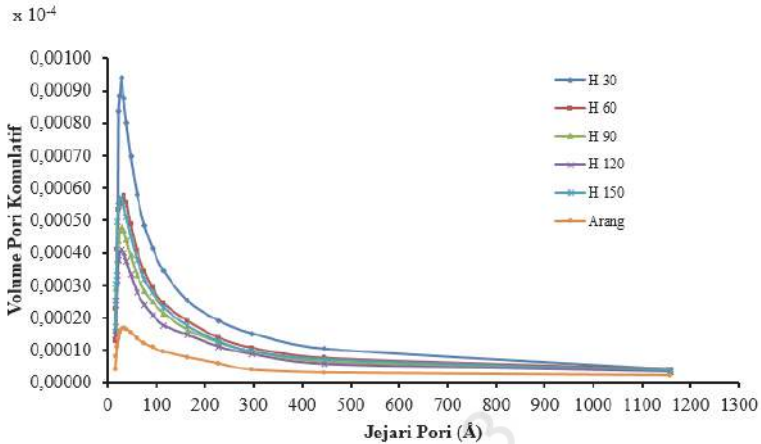


Gambar 4.21 Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N₂ Arang Tempurung Kelapa Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H₃PO₄ dengan Variasi Lama Aktivasi (a) 30 Menit, (b) 60 Menit, (c) 90 Menit, (d) 120 Menit, (e) 150 Menit

Isoterm adsorpsi-desorpsi untuk karbon aktif hasilaktivasi menggunakan aktivator H_3PO_4 dengan variasi lama aktivasi 30; 60; 90; 120; dan 150 menit disajikan dalam Gambar 4.21.

Kurva dalam Gambar 4.21 menunjukkan karbon aktif hasil aktivasi menggunakan H_3PO_4 dengan variasi lama aktivasi menghasilkan kurva isotermal tipe IV berdasarkan klasifikasi IUPAC yang karakterisasi untuk material mesopori. Gambar 4.21 juga memperlihatkan pergeseran titik awal infleksi yaitu semakin ke arah P/P_0 lebih kecil, maka semakin melebarnya distribusi ukuran pori. Hal ini diduga karena terjadi kerusakan pada sebagian struktur heksagonal karbon aktif.

Aktivasi karbon aktif dari arang tempurung kelapa telah merubah karakterisasinya karena adanya pengaruh pemblokiran rongga karbon aktif oleh kation setelah proses aktivasi tidak signifikan karena distribusi mesopori bertambah secara signifikan seperti terlihat dalam Gambar 4.22. Distribusi ukuran pori seperti dalam Gambar 4.22 untuk karbon aktif dengan variasi aktivasi memiliki puncak di sekitar jari-jari pori 11,02-11,57 Å.



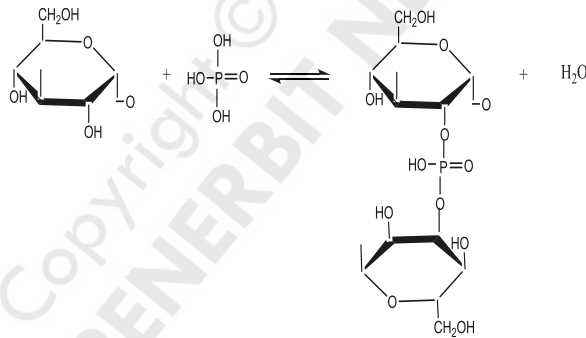
Gambar 4.22 Kurva Distribusi Ukuran Pori (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H_3PO_4 dengan Variasi Lama Aktivasi selama (b) 30 Menit, (c) 60 Menit, (d) 90 Menit, (e) 120 Menit, (f) 150 Menit, (g) Karbon Aktif dari Merck

Luas permukaan (*Surface area*), ukuran pori (*pore size*) dan volume pori (*pore volume*) adalah sifat-sifat yang sangat penting untuk material yang berfungsi sebagai adsorben karena menentukan pengukuran permukaan internal yang tersedia bagi situs aktif. Parameter struktur pori karbon aktif yang telah diaktivasi dapat dilihat pada Tabel 4.3. Pada Tabel 4.3 terlihat bahwa karbon aktif sebelum dan sesudah diaktivasi secara kimia dengan aktivator H_3PO_4 dan aktivasi fisika dengan variasi temperatur mengalami perubahan parameter struktur pori berupa luas permukaan, jejari pori dan volume pori.

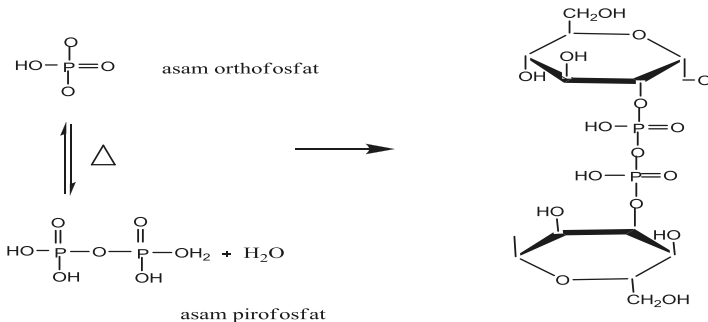
Asam fosfat sebagai *activating agent* mempunyai fungsi yaitu sebagai katalis asam untuk pemutusan ikatan dan pembentukan ikatan silang melalui proses siklisasi dan kondensasi. Selain itu dalam proses aktivasi

kimia asam fosfat juga dapat bereaksi dengan spesies organik untuk membentuk ikatan fosfat dan ester fosfat yang berfungsi untuk jembatan membentuk ikatan silang dengan fragmen biopolimer (Bansal dan Goyan, 2005). Dengan penambahan aktivator tersebut, maka akan menyebabkan dehidrasi, dehidrogenasi, pembentukan ikatan silang. Hasil dari ikatan silang tersebut menyebabkan terjadi polimerisasi, sehingga matriks karbon menjadi kaku. Mekanisme reaksi antara matriks karbon dan asam fosfat untuk pembentukan ester fosfat dan ikatan silang sebagai berikut:

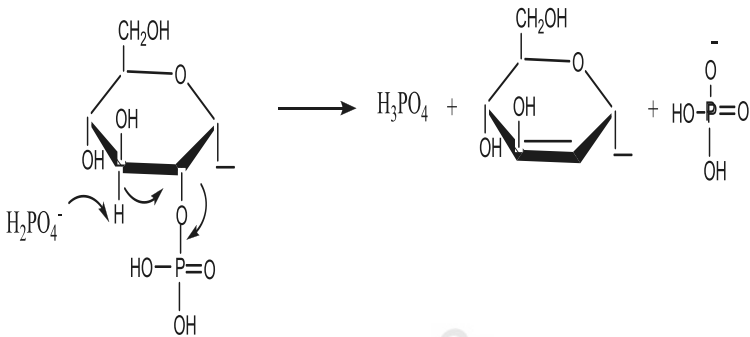
a. Temperatur < 450°C



b. Ester fosfat dalam bentuk turunan asam orto atau pirofosfat

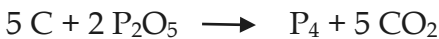


c. Temperatur > 450°C



Gambar 4.23 Mekanisme Reaksi Pembentukan Ester Fosfat melalui Fosforilasi Matriks Karbon (Jagtoyen dan Derbyshire, 1998; Bansal dan Goyan, 2005)

Nahil dan Williams (2012); Jibril, dkk. (2008) menyatakan bahwa pada temperatur tinggi asam polifosfat akan terjadi dekomposisi dengan diikuti pelepasan gas berupa H_2O dan terbentuk P_2O_5 . Jika temperatur di atas $450^\circ C$ polimorf H_3PO_4 akan terurai dan terjadi eliminasi H_3PO_4 dari ester fosfat matrik karbon. Hal ini dapat menghasilkan lebih banyak pori yang terbentuk. Bilamana temperatur di antara 500 dan $600^\circ C$, maka polimorf H_3PO_4 akan meleleh. Pada bentuk lelehan tersebut reaksi dengan matrik karbon meningkat. Hal ini menyebabkan lebih banyak pori terbentuk bersamaan pelepasan P_4 , CO_2 , dan H_2O dan material volatil lainnya berdasarkan pada mekanisme reaksi sebagai berikut:



Tabel 4.3

Luas Permukaan BET, Volume Total Pori, Rerata Jejari Pori Arang Sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H_3PO_4 dengan Variasi Lama Aktivasi selama 30; 60; 90; 120; dan 150 Menit

Sampel	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	Volume total pori ($\times 10^{-1} cm^3/g$)	Rerata jejari pori (Å)
Arang	15,45	0,22	26,48
H8-1,5-18-30	249,37	1,40	11,27
H8-1,5-18-60	283,82	1,56	11,02
H8-1,5-18-90	283,15	1,64	11,57
H8-1,5-18-120	299,43	1,71	11,46
H8-1,5-18-150	298,62	1,72	11,52

Keterangan:

H8: Karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 pada temperatur $800^\circ C$,

1,5: Konsentrasi larutan H_3PO_4 (M)

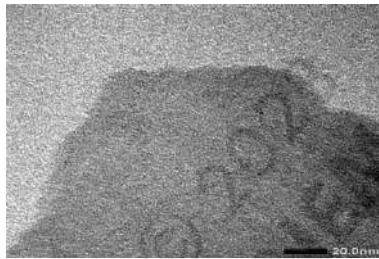
18: Lama perendaman (jam)

30,60, 90, 120, dan 150: Variasi lama aktivasi (menit)

Proses sebelum dan sesudah diaktivasi dengan kombinasi aktivasi kimia dan fisika karbon aktif mengalami peningkatan luas permukaan dari lama aktivasi 30 menit sampai lama aktivasi 120 menit dan menurun pada lama aktivasi 150 menit. Hal yang sama terjadi perubahan jejari pori karena aktivasi menyebabkan penurunan jejari pori sebelum diaktivasi dan sesudah diaktivasi.

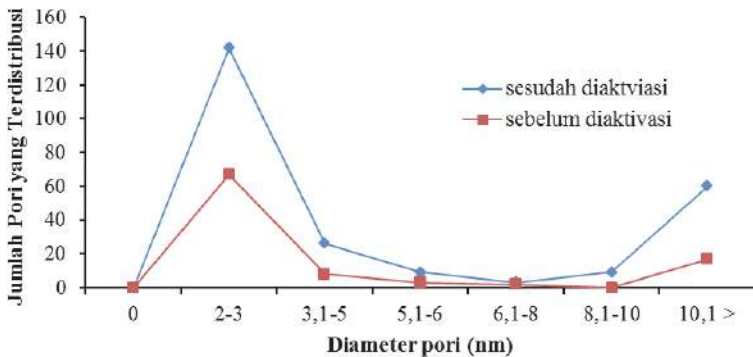
Berdasarkan hasil analisis distribusi ukuran pori yang disajikan dalam Gambar 4.22 tampak bahwa arang tempurung kelapasebelum dan sesudah diaktivasi dengan H_3PO_4 pada variasi waktu aktivasi memiliki pola yang sama yaitu satu puncak. Karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 1,5 M, lama perendaman 18 jam pada temperatur aktivasi $800^\circ C$ serta variasi lama aktivasi masing-masing 30; 60; 90; 120; dan 150 menit

memiliki diameter pori antara 22,04-23,14 Å, Sementara itu, arang tempurung kelapa tanpa diaktivasi memiliki diameter pori 52,96 Å. Hal ini menunjukkan bahwa zat aktivator H_3PO_4 mampu menyeragamkan ukuran pori. Dalam Gambar 4.22 terlihat bahwa volume total pori karbon aktif hasil aktivasi lebih besar dari arang tempurung kelapa tanpa di aktivasi.



Gambar 4.24 Mikrograf TEM Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H_3PO_4

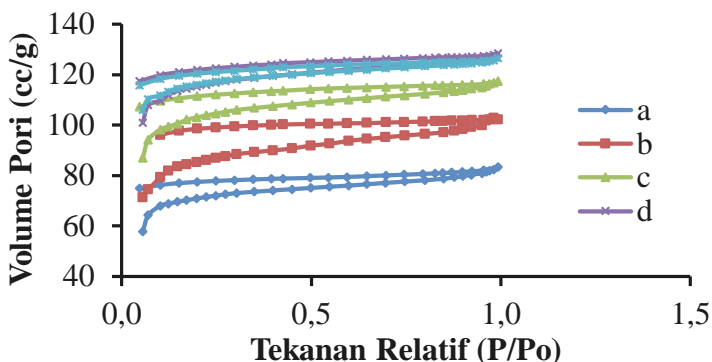
Gambar 4.24 memperlihatkan mikrograf TEM arang tempurung kelapa sesudah diaktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator H_3PO_4 pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 18 jam, temperatur aktivasi $800^{\circ}C$ dengan dialiri gas CO_2 selama 120 menit. Berdasarkan mikrograf tersebut dilakukan analisis untuk menghitung jumlah pori yang paling banyak terdistribusi sesuai ukuran porinya. Hasil perhitungan pori sampel diperoleh jumlah pori terdistribusi yang paling banyak dan mempunyai diameter ukuran pori berkisar 20-30 Å seperti terlihat dalam Gambar 4.25.



Gambar 4.25 Kurva Distribusi Diameter pori berdasarkan Analisis TEM Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator H_3PO_4

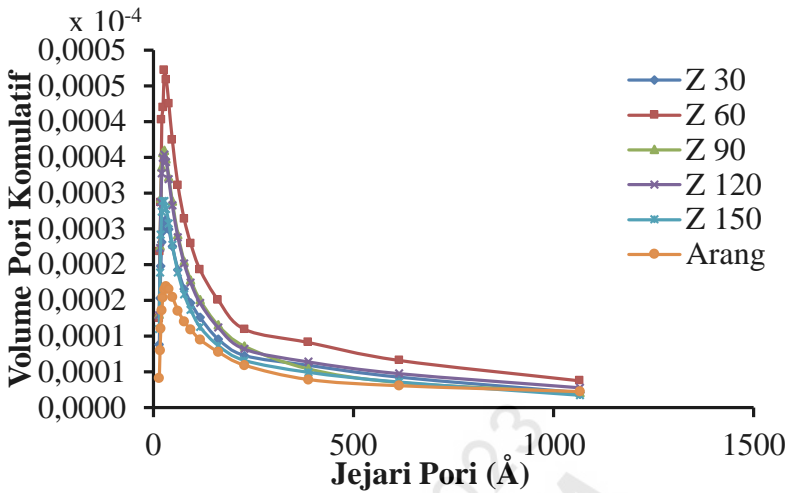
3. Analisis Adsorpsi-Desorpsi N_2 dari Karbon Aktif Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$

Isoterm adsorpsi-desorpsi arang tempurung kelapa sebelum dan sesudah diaktivasi dengan variasi lama aktivasi 30; 60; 90; 120; dan 150 menit terdapat dalam Gambar 4.26. Sampel lama aktivasi 30 menit menunjukkan histeresis yang lebih lebar dibandingkan dengan lama aktivasi 60-150 menit. Namun demikian semua sampel ini memiliki histeresis pada tekanan rendah. Hal ini memberikan informasi tentang penambahan kompleksitas pori karbon aktif sesudah diaktivasi.



Gambar 4.26 Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N_2 (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$ dengan Variasi Lama Aktivasi selama (b) 30 menit, (c) 60 menit, (d) 90 menit, (e) 120 menit, (f) 150 menit

Jari-jari pori karbon aktif sebagian besar berkisar pada 10,94-11,89 Å. Berdasarkan hasil analisis distribusi ukuran pori yang disajikan dalam Gambar 4.27 terlihat bahwa karbon aktif hasil aktivasi dengan $ZnCl_2$ pada variasi waktu aktivasi dan arang tempurung tanpa diaktivasi memiliki pola yang sama yaitu memiliki satu puncak. Puncak distribusi ukuran pori karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator $ZnCl_2$ terjadi pada daerah jari-jari yang relatif lebih kecil 10,4-11,89 Å dibandingkan dengan arang tempurung tanpa diaktivasi 26,48 Å. Hal ini membuktikan bahwa dengan proses aktivasi kimia dan fisika, mampu menyeragamkan ukuran pori. Tabel 4.4 menunjukkan bahwa volume total pori karbon aktif hasil aktivasi dengan lama aktivasi 30; 60; 90; 120; dan 150 menit berturut-turut $1,29 \times 10^{-1}$; $1,59 \times 10^{-1}$; $1,81 \times 10^{-1}$; $1,98 \times 10^{-1}$; dan $1,95 \times 10^{-1} \text{ cm}^3/\text{g}$ lebih besar dari arang tanpa aktivasi sebesar $0,22 \times 10 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$.



Gambar 4.27 Kurva Distribusi Ukuran Pori (a) Arang Tempurung Kelapa sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$ dengan Variasi Lama Aktivasi (b) 30 Menit, (c) 60 Menit, (d) 90 Menit, (e) 120 Menit, (f) 150 Menit, (g) Karbon Aktif dari Merck

Tabel 4.4

Luas Permukaan BET, Volume Total Pori, Rerata Jejari Pori Arang sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator $ZnCl_2$ dengan Variasi Lama Aktivasi 30; 60; 90; 120; dan 150 Menit

Sampel	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	Volume total pori ($\times 10^{-1} \text{ cm}^3/g$)	Rerata jejari pori (Å)
Arang	15,45	0,22	26,48
Z8-1,5-24-30	222,06	1,29	11,60
Z8-1,5-24-60	267,43	1,59	11,89
Z8-1,5-24-90	322,11	1,81	11,27
Z8-1,5-24-120	359,29	1,98	11,04
Z8-1,5-24-150	357,35	1,95	10,94

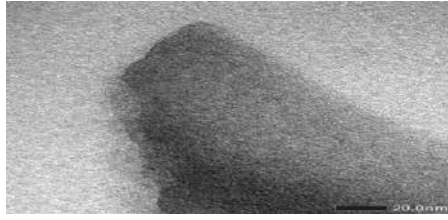
Keterangan:

Z8: Karbon aktif hasil aktivasi dengan $ZnCl_2$ pada temperatur 800°C ,

1,5: Konsentrasi larutan $ZnCl_2$ (M)

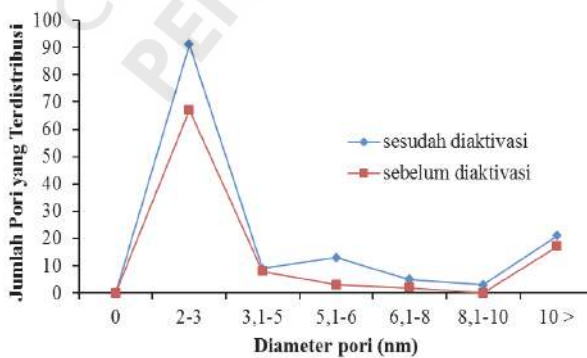
24: Lama perendaman (jam)

30,60, 90, 120, dan 150: Variasi lama aktivasi (menit)



Gambar 4.28 Mikrograf TEM Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator ZnCl_2

Gambar 4.28 memperlihatkan mikrograf TEM arang tempurung kelapa sesudah diaktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator ZnCl_2 pada konsentrasi 1,5 M, lama perendaman 24 jam, dan temperatur 800°C dengan dialirkan gas CO_2 selama 120 menit. Berdasarkan mikrograf tersebut dilakukan analisis untuk menghitung jumlah partikel yang paling banyak terdistribusi sesuai ukuran porinya. Dari hasil perhitungan pori sampel diperoleh jumlah partikel terdistribusi yang paling banyak dan mempunyai diameter ukuran pori berkisar 20-30 Å seperti terlihat dalam Gambar 4.29.



Gambar 4.29 Kurva Distribusi Diameter Pori berdasarkan Analisis TEM Arang Tempurung Kelapa Sebelum Diaktivasi, dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan Aktivator ZnCl_2

4. Analisis Adsorpsi-Desorpsi N₂ dari Karbon aktif Menggunakan Aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂

Adsorpsi-desorpsi isothermal N₂ dapat digunakan untuk mengetahui sifat tekstur materi yaitu luas permukaan, volume pori, distribusi ukuran pori, dan geometri pori (Rouquerol dkk., 1999). Selain itu, melalui adsorpsi-desorpsi isothermal N₂ dapat juga memberi informasi apakah materi tersebut tergolong mikropori, mesopori, ataukah makropori. Berdasarkan analisis isothermal adsorpsi-desorpsi N₂ karakter karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ pada kondisi terbaik yaitu temperatur 800°C dan lama aktivasi 120 menit. Karbon aktif pada kondisi optimum tersebut menghasilkan sifat fisika kimia yang memiliki spesifikasi struktur mesopori dengan rerata jejari pori sebesar 11,02-11,89 Å dan luas permukaan spesifik secara berturut-turut sebesar 451,14; 299,43; dan 359,29 m²g⁻¹.

Berdasarkan analisis luas permukaan spesifik karbon aktif hasil kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ dengan variasi lama aktivasi 30 sampai 120 menit menunjukkan terjadi peningkatan luas permukaan seiring meningkatnya lama aktivasi. Namun demikian pada waktu aktivasi 150 menit mengalami penurunan luas permukaan. Hal ini diduga berkurangnya luas permukaan spesifik diakibatkan karena terjadi proses sintering, sehingga terjadi perubahan dalam komposisi kimia yaitu eliminasi material pengotor pada permukaan material karbon. Perubahan komposisi kimia pada permukaan material karbon menyebabkan pengaturan

kembali kerangka struktur karbon, sehingga terjadi penyusutan pori dan penurunan jejari pori.

Hasil analisis distribusi ukuran pori karbon aktif hasil kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ memiliki pola yang sama yaitu satu puncak. Puncak distribusi ukuran pori karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ terjadi pada daerah jari-jari yang relatif lebih kecil secara berturut-turut adalah sebesar 11,11; 11,46; dan 11,04 Å. Sementara itu, arang tempurung tanpa diaktivasi memiliki jari-jari sebesar 26,48 Å. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses aktivasi kimia dan fisika mampu menyeragamkan ukuran pori.

G. *Thermogravimetry Analysis (TGA)/Differential Thermal Analysis (DTA) Karbon Aktif Hasil Aktivasi Kimia dan Fisika*

1. *Thermogravimetry Analysis (TGA)/Differential Thermal Analysis (DTA) dari Karbon Aktif dengan Aktivator KOH*

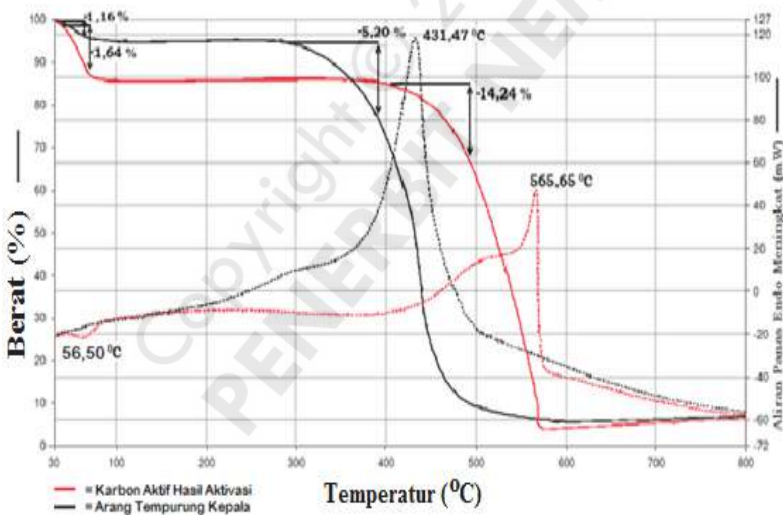
Thermogravimetry analysis (TGA) didasarkan pada perubahan massa (Δw) dan *differential thermal analysis (DTA)* didasarkan pada perubahan energi (ΔH). Termogram arang tempurung kelapa dalam Gambar 4.32 menunjukkan dua tahap pengurangan massa dengan diketahui massa awal arang sebesar 6,99 mg. Pengurangan massa pada tahap pertama sebesar 0,08 mg dalam prosentase sebesar 1,16%, selanjutnya diperoleh residu arang sebesar 6,55 mg dalam prosentase sebesar 98,84%. Tahap 2 sebesar 0,36 mg (5,20%) dengan residu

6,55 mg (93,64%). Tahap pertama tersebut disebabkan reaksi dehidroksilasi berupa hilangnya gugus hidroksil (-OH) atau molekul air (H_2O) yang terserap pada kisi-kisi permukaan arang. Tahap kedua tersebut diduga terjadi penghilangan pengotor seperti gas nitrogen, oksigen dan pengotor anorganik.

Kurva DTA arang tempurung kelapa yang telah melalui proses pirolisis disajikan dalam Gambar 4.30. Kurva DTA arang tempurung kelapa pada rentangan temperatur 25 sampai dengan $800^{\circ}C$. Gambar 4.30 menunjukkan adanya puncak eksotermis yang tajam terjadi pada temperatur $431,47^{\circ}C$ dengan intensitas tinggi. Puncak eksotermis ini diduga adalah adanya reaksi penataan kembali posisi atom C pada struktur heksagonal karbon membentuk struktur dengan keteraturan yang lebih teratur.

Termogram karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH dalam Gambar 4.30 menunjukkan dua tahap pengurangan massa dengan diketahui massa awal arang sebesar 6,03 mg. Pengurangan massa tahap 1 sebesar 0,10 mg dalam prosentase sebesar 1,64%, selanjutnya diperoleh residu arang sebesar 5,93 mg dalam prosentase sebesar 98,36%. Tahap kedua sebesar 0,86 mg (14,24%) dengan residu 5,07 mg (84,11%). Tahap pertama diakibatkan adanya reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air (H_2O) yang terserap dari atmosfer karena sifat higroskopis karbon aktif dan tahap kedua disebabkan oleh pembentukan CO_2 . Hal ini disebabkan pembakaran karbon dengan adanya oksigen di atmosfer. Penurunan massa dalam tahap ini mengindikasikan adalah menghasilkan kandungan kasar

karbon terikat yang ada pada karbon aktif hasil aktivasi. Kurva DTA karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH dalam Gambar 4.30. Gambar 4.30 memperlihatkan adanya puncak endotermis pada temperatur 56,50°C dengan intensitas rendah. Puncak endotermis ini diakibatkan adanya reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air yang terserap pada kisi-kisi dari karbon aktif hasil aktivasi. Selanjutnya puncak eksotermis dengan intensitas yang tinggi pada temperatur 565,65°C diprediksi adalah pembentukan CO₂ yang terikat lemah pada permukaan karbon aktif.

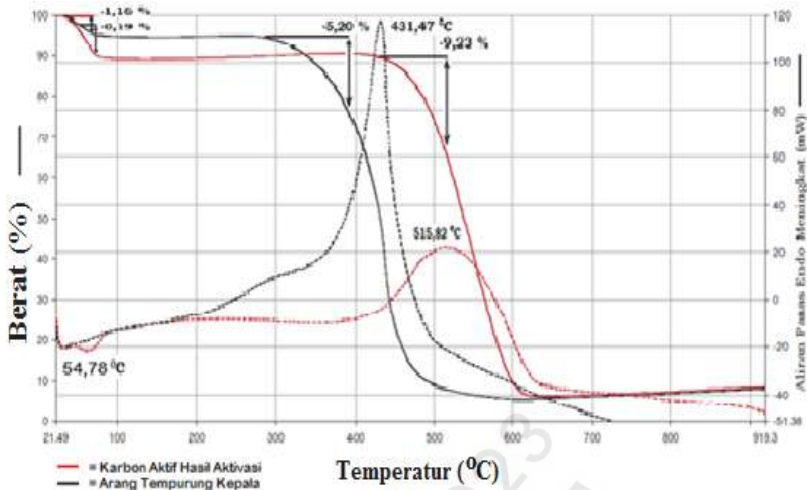


Gambar 4.30 Kurva TGA-DTA Arang Tempurung Kelapa dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH dengan Laju Pemanasan 5 °C/Menit

2. *Thermogravimetry Analysis*(TG)/*Diferensial Thermal Analysis* (DTA) Karbon Aktif dengan Aktivator H₃PO₄
 Gambar 4.31 memperlihatkan kurva *thermogravimetry analysis* (TG)/*diferensial thermal analysis*

(DTA) karbon aktif dengan aktivator H_3PO_4 . Termogram karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 dalam Gambar 4.31 menunjukkan dua tahap pengurangan massa dengan diketahui massa awal arang sebesar 7,96 mg. Pengurangan massa tahap pertama sebesar 0,09 mg dalam prosentase sebesar 1,20%, selanjutnya diperoleh residu arang sebesar 7,86 mg dalam prosentase sebesar 98,80%. Tahap kedua sebesar 0,69 mg (8,66%) dengan residu 7,18 mg (90,15%). Tahap pertama diakibatkan adanya reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air (H_2O) yang terserap dari atmosfer karena sifat higroskopis karbon aktif dan tahap kedua disebabkan oleh pembentukan CO_2 . Hal ini disebabkan pembakaran karbon dengan adanya oksigen di atmosfer. Penurunan massa dalam tahap ini mengindikasikan adalah menghasilkan kadungan kasar karbon terikat yang ada pada karbon aktif hasil aktivasi.

Kurva DTA karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 dalam Gambar 4.31 menunjukkan adanya reaksi endoterm pada temperatur $54,78^\circ C$ dengan intensitas rendah. Puncak endoterm ini diakibatkan reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air yang terserap pada kisi-kisi dari karbon aktif hasil aktivasi. Selanjutnya terjadi reaksi eksoterm dengan intensitas yang tinggi pada temperatur $431,49^\circ C$ diprediksi adalah pembentukan CO_2 yang terikat lemah pada permukaan karbon aktif.



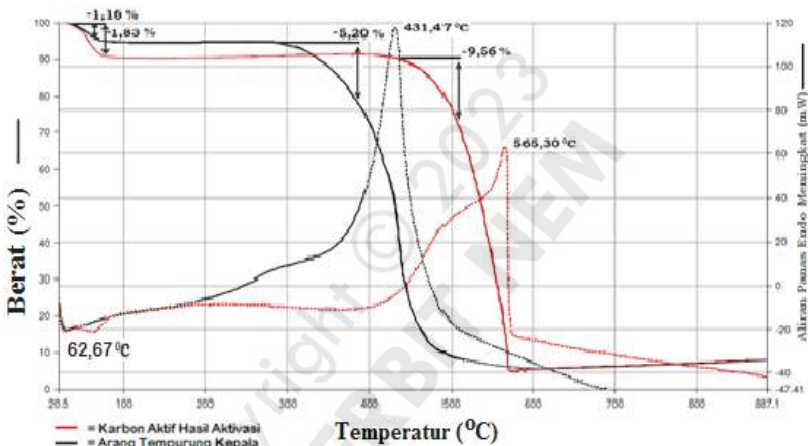
Gambar 4.31 Kurva TGA-DTA Arang Tempurung Kelapa dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan H_3PO_4 dengan Laju Pemanasan $5^\circ C/\text{menit}$

3. *Thermogravimetry Analysis (TG)/Diferensial Thermal Analysis (DTA)* Karbon Aktif dengan Aktivator $ZnCl_2$

Gambar 4.32 memperlihatkan kurva *thermogravimetry analysis (TGA)/differential thermal analysis (DTA)* dari karbon aktif dengan aktivator $ZnCl_2$. Termogram karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator $ZnCl_2$ dalam Gambar 4.32 menunjukkan dua tahap pengurangan massa dengan diketahui massa awal arang sebesar 7,94 mg. Pengurangan massa tahap pertama sebesar 0,15 mg dalam prosentase sebesar 1,83%, selanjutnya diperoleh residu arang sebesar 7,80 mg dalam prosentase sebesar 98,16%. Tahap kedua sebesar 0,76 mg (9,56%) dengan residu 7,04 mg (88,60%).

Kurva DTA karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator $ZnCl_2$ dalam Gambar 4.32 menunjukkan adanya puncak endoterm pada temperatur $62,67^\circ C$

dengan intensitas rendah. Puncak endoterm ini diakibatkan adanya reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air yang terserap pada kisi-kisi dari karbon aktif hasil aktivasi. Selanjutnya terjadi reaksi eksoterm dengan intensitas yang tinggi pada temperatur 565,30°C diprediksi adalah pembentukan CO_2 yang terikat lemah pada permukaan karbon aktif.



Gambar 4.32 Kurva TGA-DTA Arang Tempurung Kelapa dan Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan ZnCl_2 dengan Laju Pemanasan $5^\circ\text{C}/\text{Menit}$

4. *Thermogravimetry Analysis (TG)/Diferensial Thermal Analysis (DTA)* Karbon Aktif dengan Aktivator KOH , H_3PO_4 , dan ZnCl_2

Berdasarkan hasil analisis termal TGA-DTA dapat disimpulkan bahwa sifat termal karbon aktif dipengaruhi oleh sifat termal karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH , H_3PO_4 , dan ZnCl_2 . Sifat termal tersebut ditunjukkan oleh termogram karbon aktif yang mengalami dua kali

penurunan massa. Tahap pertama diakibatkan adanya reaksi dehidroksilasi yang berupa hilangnya molekul air (H_2O) yang terserap dari atmosfer karena sifat higroskopis karbon aktif. Tahap kedua karena adanya penguapan zat-zat non karbon seperti hidrogen, oksigen, sulfur dan nitrogen dalam bentuk gas. Menurut Macedo (2008), perubahan profil dekomposisi termal dari karbon aktif hasil aktivasi akibat pelepasan uap air dan juga pelepasan oksigen dari senyawa organik atau hidrokarbon. Hal tersebut menyebabkan pembentukan senyawa aromatik. Penurunan massa kedua tahap ini mengindikasikan adalah menghasilkan kadungan kasar karbon terikat yang ada pada karbon aktif hasil aktivasi.

Kurva DTA karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH , H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$ terdapat dua puncak. Puncak pertama adalah puncak endotermis diduga penguapan molekul air yang terserap pada kisi-kisi permukaan karbon. Puncak kedua diduga disebabkan oleh pembentukan CO_2 . Hal ini disebabkan oleh pembakaran karbon dengan adanya oksigen di atmosfer.

H. Uji Aktivitas Karbon Aktif

1. Hasil Uji Aktivitas Karbon Aktif dengan Aktivator KOH , H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$
 - a. **Pengaruh pH terhadap biru metilena oleh karbon aktif**

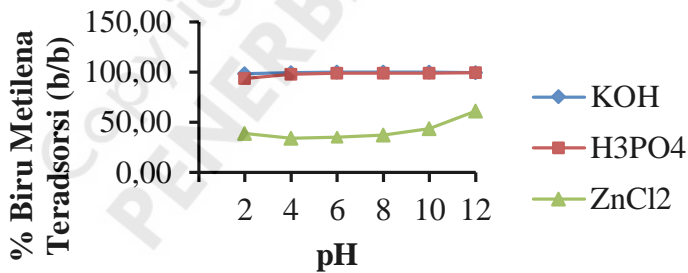
Proses adsorpsi pada karbon aktif dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain pH adsorbat, waktu kontak, konsentrasi adsorbat. Oleh karena itu untuk mendapatkan hasil adsorpsi yang optimum, telah

dilakukan optimasi pH adsorbat, dan konsentrasi adsorbat. Selain itu untuk mengetahui kemampuan karbon aktif dalam mengadsorpsi biru metilena dalam larutan juga telah dilakukan penentuan harga kapasitas dan laju adsorpsi.

Penelitian ini melakukan penentuan pengaruh pH terhadap kemampuan karbon aktif mengadsorpsi biru metilena dengan variasi pH adsorbat $2 \leq \text{pH} \leq 12$. Hasil pengamatan disajikan dalam Gambar 4.33. Gambar 4.33 tidak terlihat grafik yang mengalami penurunan yang sangat tajam dengan meningkatnya harga pH, sehingga dapat dikatakan bahwa adsorpsi biru metilena tidak terlalu dipengaruhi oleh keasaman medium. Hal ini dapat diasumsi bahwa pada adsorpsi hanya terjadi interaksi antara cincin benzena adsorbat biru metilena dengan cincin benzena pada karbon aktif.

Dari grafik dalam Gambar 4.33 terlihat bahwa aktivitas adsorpsi karbon aktif meningkat seiring bertambahnya nilai pH. Hal ini menunjukkan biru metilena sebagai adsorbat lebih mudah teradsorpsi pada kondisi basa. Karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH menunjukkan bahwa biru metilena teradsorpsi dengan baik sampai mencapai kondisi optimum pada pH 8. Sementara itu, grafik adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 terlihat adanya penyimpangan pada nilai pH 11, sehingga terjadi penurunan kapasitas adsorpsi. Diduga turunnya kapasitas adsorpsi disebabkan ion OH^- yang terlalu banyak dalam larutan tidak mampu ditangkap oleh zat warna biru metilena,

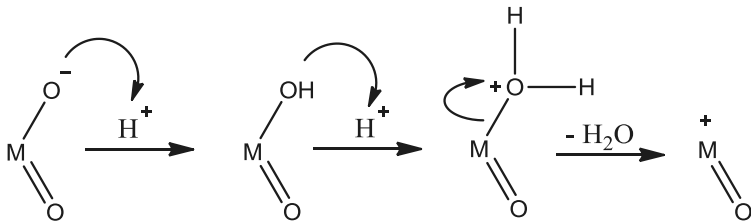
sehingga masih banyak ion OH^- yang bebas di dalam larutan. Hal tersebut mengakibatkan terjadi kompetisi antara zat warna biru metilena dengan ion OH^- bebas untuk menempati permukaan karbon aktif yang akan menurunkan daya adsorpsi karbon aktif terhadap biru metilena. Sementara itu, diduga gugus permukaan yang bersifat asam jumlahnya meningkat oleh adanya asam fosfat, sehingga permukaan karbon aktif ini menarik ion OH^- dari lingkungannya dalam jumlah besar dan melepaskan ion H^+ dalam jumlah besar. Hal tersebut menyebabkan pH lingkungan menjadi kecil. Nilai pH optimum adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 dan ZnCl_2 adalah sama yaitu pada pH 12.



Gambar 4.33 Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Biru Metilena oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH, H_3PO_4 , dan ZnCl_2

Keasaman pH rendah atau suasana asam, maka permukaan kerangka struktur karbon aktif diperkirakan mengalami protonasi yang muatan positif meningkat. Sebaliknya pada kisaran pH yang relatif tinggi permukaan karbon aktif mengalami

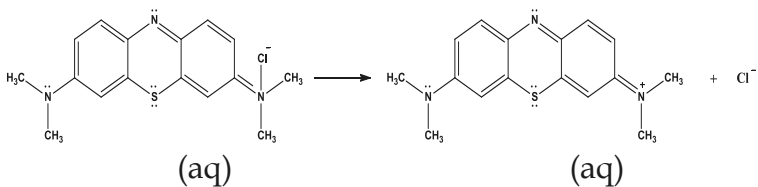
deprotonasi, sehingga jumlah muatan negatif meningkat. Perubahan muatan karbon aktif karena pengaruh pH larutan seperti pada Gambar 4.34.



Gambar 4.34 Protonasi Permukaan Karbon Aktif dalam Suasana Asam

Keterangan: M adalah Situs dari Karbon Aktif

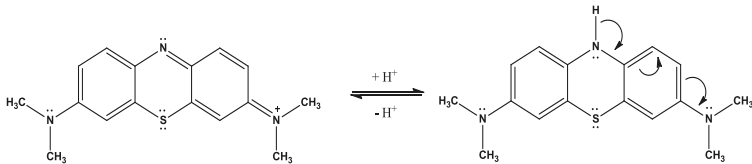
Perubahan pH larutan tidak hanya mempengaruhi muatan pada permukaan karbon aktif saja, tetapi juga muatan molekul BM. Pada pH rendah konsentrasi H^+ dalam larutan cukup besar. Hal ini menyebabkan ion H^+ dengan mudah berinteraksi dengan ion Cl^- yang menyebabkan ion Cl^- lepas dan membentuk molekul BM bermuatan positif. Pelepasan ion Cl^- oleh ion H^+ dapat terjadi di dalam suasana asam dan berlangsung cepat, sehingga molekul BM relatif banyak. Biru metilena dalam larutan berair akan mengalami disosiasi seperti ditunjukkan pada Gambar 4.35.



(Khalid, 2001)

Gambar 4.35 Disosiasi Biru Metilena dalam Larutan

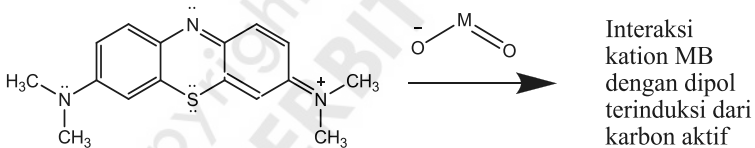
Pada suasana basa konsentrasi OH⁻ yang relatif besar dapat mensubsitusi ion Cl⁻ dari BM, sehingga BM cenderung tidak bermuatan. Deprotonasi BM pada suasana basa ditunjukkan pada Gambar 4.36.



(Khalid, 2001)

Gambar 4.36 Deprotonasi Biru Metilena pada Suasana Basa

Interaksi antara BM dengan karbon aktif pada suasana basa ditunjukkan pada Gambar 4.37.



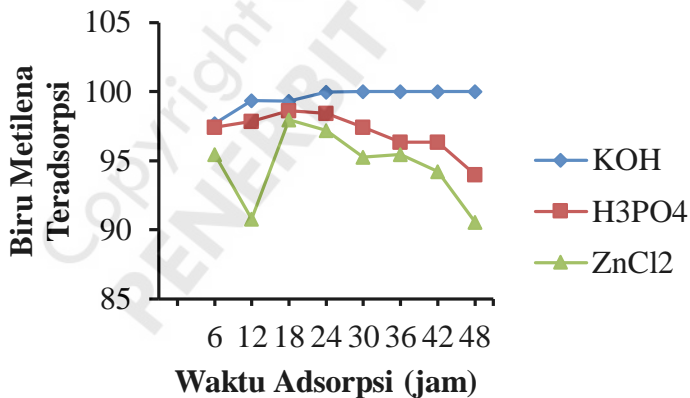
(Khalid, 2001)

Gambar 4.37 Interaksi antara Biru Metilena dengan Karbon Aktif pada Suasana Basa

Pada pH optimum menunjukkan terjadinya kesetimbangan antara zat warna BM dengan ion OH⁻ di dalam larutan. Hal tersebut menyebabkan BM mampu menangkap ion OH⁻ yang ditambahkan. Pada pH optimum telah terjadi interaksi antara cincin benzena BM dengan cincin benzena pada karbon aktif. Sementara itu, kondisi basa permukaan karbon aktif bermuatan parsial negatif.

b. Optimasi waktu kontak

Proses adsorpsi biru metilena pada karbon aktif merupakan reaksi keseimbangan, dan untuk mencapai suatu keseimbangan diperlukan waktu kontak tertentu. Untuk mengetahui waktu keseimbangan telah dipelajari pengaruh waktu kontak antara biru metilena dan karbon aktif. Hal tersebut dilakukan dengan cara menghitung jumlah biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif pada berbagai variasi waktu kontak. Hasil pengamatan pengaruh variasi waktu kontak pada proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif disajikan dalam Gambar 4.38.



Gambar 4.38 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Biru Metilena oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂

Gambar 4.38 merupakan grafik pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂. Gambar 4.38 tersebut

menunjukkan bahwa semakin lama waktu penggojogan, maka adsorpsi biru metilena juga akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan pada awal reaksi karbon aktif hasil aktivasi memiliki banyak rongga pori yang kosong, sehingga mampu mengadsorpsi biru metilena dengan cepat.

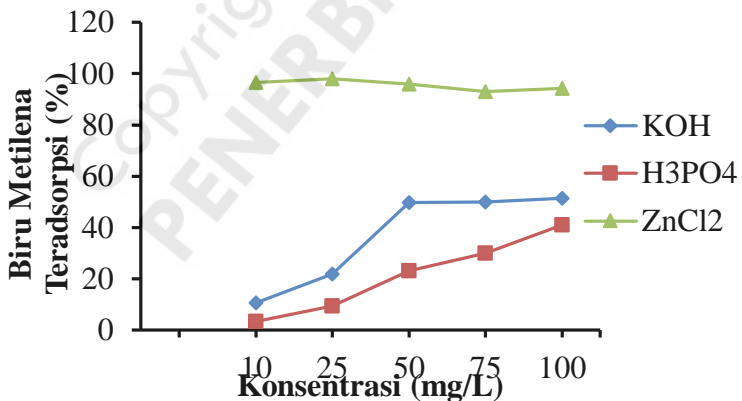
Gambar 4.38 memperlihatkan grafik pengaruh waktu kontak karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH terhadap adsorpsi biru metilena efektif pada interval waktu kontak 30 sampai dengan 48 jam. Pada rentang waktu kontak tersebut, peningkatan jumlah biru metilena yang teradsorpsi relatif kecil atau konstan. Hal ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi berlangsung lambat, disebabkan rongga pori karbon aktif tersebut telah mengalami penjumlahan dan proses adsorpsi telah tercapai keseimbangan. Jika keseimbangan adsorpsi telah tercapai, maka penambahan waktu interaksi tidak menambah jumlah ion biru metilena teradsorpsi. Hasil optimasi waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif diperoleh waktu optimum 24 jam. Hal yang sama telah dilakukan terhadap karbon aktif yang diaktivasi dengan aktivator H_3PO_4 . Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi dilakukan dengan variasi waktu kontak karbon aktif dengan biru metilena 1, 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, dan 48 jam. Gambar 4.40 menunjukkan bahwa aktivitas adsorpsi karbon aktif naik turun dengan bertambahnya waktu. Pada keadaan awal terutama untuk variasi waktu dari jam ke-6 sampai jam ke-24 memperlihatkan kenaikan % teradsorpsi secara

signifikan, tetapi setelah jam ke-30 sampai jam ke-48 jumlah biru metilena yang teradsorpsi semakin menurun. Hal ini disebabkan karena pada keadaan awal reaksi karbon aktif yang diaktivasi dengan H_3PO_4 telah mengalami penjenuhan, dan proses adsorpsi telah mencapai kesetimbangan. Hasil optimasi waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif diperoleh waktu optimum 24 jam. Sementara itu pengaruh waktu kontak antara biru metilena sebagai adsorbat dan karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator $ZnCl_2$ telah dilakukan. Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi dengan variasi waktu kontak karbon aktif dengan biru metilena 1; 6; 12; 18; 24; 30; 36; 42; dan 48 jam. Hasil optimasi waktu ditunjukkan dalam Gambar 4.38. Gambar 4.38 menunjukkan bahwa aktivitas adsorpsi karbon aktif naik turun dengan bertambahnya waktu. Pada keadaan awal terutama untuk variasi waktu dari jam ke-1 sampai jam ke-12 memperlihatkan penurunan % teradsorpsi secara signifikan dan kemudian naik sampai jam ke-18, tetapi dari jam ke-24 sampai jam ke-48 jumlah biru metilena yang teradsorpsi semakin menurun. Hasil optimasi waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif diperoleh waktu optimum 18 jam.

c. Optimasi konsentrasi

Optimasi konsentrasi adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif dilakukan untuk mengetahui kemampuan adsorpsi dari adsorben karbon aktif

dengan variasi konsentrasi dalam mengadsorpsi biru metilena dengan menggunakan kondisi pH optimum dan Waktu kontak optimum yang sudah ditentukan sebelumnya. Hal tersebut dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi awal larutan biru metilena pada variasi konsentrasi 10; 25; 50; 75; dan 100 mg/L. Selanjutnya masing-masing larutan diinteraksikan dengan sejumlah berat tertentu adsorben selama waktu kontak dan pH optimum terhadap adsorpsi BM oleh karbon aktif hasil aktivasi yang sudah diketahui. Gambar 4.39 merupakan grafik pengaruh konsentrasi biru metilena terhadap adsorpsi BM oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$.



Gambar 4.39 Pengaruh Konsentrasi Biru Metilena terhadap Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH, H_3PO_4 , dan $ZnCl_2$

Dalam Gambar 4.39 menunjukkan bahwa adsorpsi ion biru metilena makin tinggi dengan meningkatnya konsentrasi larutan BM. Adsorpsi

yang mula-mula naik secara linier dengan meningkatnya konsentrasi adsorbat, kemudian adsorpsi berkurang secara perlahan-lahan. Hal ini menunjukkan adanya indikasi bahwa lapisan penyerap pada adsorben karbon aktif mulai jenuh, sehingga jika konsentrasi awal ditambah, maka banyaknya ion biru metilena yang terserap tidak bertambah secara signifikan.

Permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan adsorben. Saat situs aktif adsorben belum jenuh oleh adsorbat, maka peningkatan konsentrasi adsorbat makin meningkat secara linier sebanding dengan jumlah adsorbat yang teradsorpsi. Peningkatan konsentrasi adsorbat lebih lanjut tidak meningkatkan jumlah adsorbat yang teradsorpsi. Peningkatan konsentrasi adsorbat lebih lanjut tidak akan meningkatkan jumlah adsorbat yang teradsorpsi apabila situs aktif adsorben telah jenuh oleh adsorbat (Oscik, 1992). Hasil optimasi konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif dengan aktivator KOH diperoleh konsentrasi optimum adalah 100 mg/L. Konsentrasi optimum biru metilena yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif sebanyak 51,47 mg/L.

Sementara itu, telah melakukan optimasi konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif hasil aktivasi menggunakan H_3PO_4 dengan variasi konsentrasi 10; 25; 50; 75; dan 100 mg/L. Pada grafik Gambar 4.39 menunjukkan pada konsentrasi larutan biru metilena 10 sampai 50 mg/L

jumlah biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif sebesar 3,32 sampai 23,10 mg/L. Selanjutnya terjadi peningkatan adsorpsi yang kurang tajam pada konsentrasi awal 75 sampai 100 mg/L sebesar 29,92 sampai 40,95 mg/L. Hasil optimasi konsentrasi awal terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif diperoleh konsentrasi optimum adalah 100 mg/L. Pada konsentrasi optimum biru metilena yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif sebanyak 40,95 mg/L.

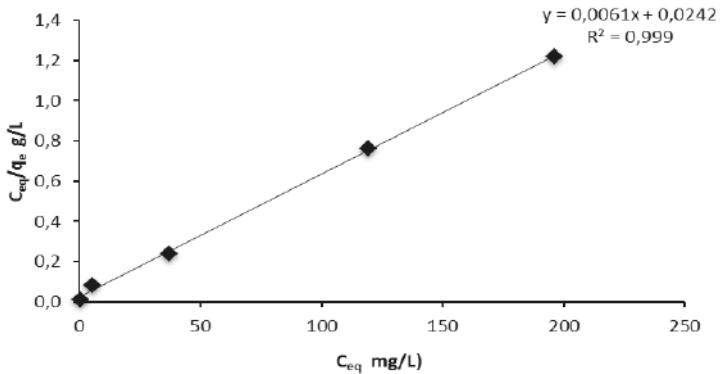
Optimasi konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif dilakukan untuk mengetahui kemampuan adsorpsi dari adsorben karbon aktif yang telah diaktivasi menggunakan $ZnCl_2$. Data hasil optimasi dengan variasi konsentrasi dalam mengadsorpsi biru metilena dengan menggunakan kondisi pH optimum dan waktu kontak optimum yang sudah ditentukan sebelumnya sebagaimana dipresentasikan dalam Gambar 4.39. Gambar 4.39 menunjukkan bahwa pada konsentrasi awal larutan biru metilena 10 sampai 50 mg/L jumlah biru metilena yang teradsorpsi oleh karbon aktif sebesar 0,32 sampai 2,22 mg/L. Selanjutnya terjadi peningkatan adsorpsi yang kurang tajam pada konsentrasi BM 75 sampai 100 mg/L sebesar 2,81 sampai 3,89 mg/L. Pada konsentrasi optimum biru metilena yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif sebanyak 3,89 mg/L.

2. Isoterm Adsorpsi

a. **Isoterm adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH**

Persamaan paling sederhana untuk adsorpsi pada kondisi keseimbangan diperoleh Langmuir menggunakan teori kinetik. Permukaan dengan jumlah tertentu situs mengikat yang identic dan masing-masing dapat menyerap satu molekul, penyerapan terbatas pada monolayer. Isotherm adsorpsi Langmuir amsumsikan bahwa mengikat pada sebuah situs tidak berpengaruh pada sifat situs tetangga laju adsorpsi sama dengan laju desorpsi; dan kesetimbangan dianggap dinamis (Silbey dan Alberty, 2001).

Hasil data isoterm adsorpsi dapat digunakan untuk mengetahui bentuk interaksi larutan dengan adsorben dan juga mengetahui adsorpsi dari adsorben. Data isoterm adsorpsi dikaji dengan model isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich. Data isoterm adsorpsi Langmuir dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif yang dibuat dalam bentuk kurva isoterm model Langmuir disajikan dalam Gambar 4.40.



Gambar 4.40 Isoterm Adsorpsi Model Langmuir untuk Larutan Biru Metilena pada Kabon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH

Gambar 4.40 menunjukkan hasil kurva yang didapat berupa garis linier. Berdasarkan bentuk kurva tersebut, maka proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif yang diaktivasi dengan KOH merupakan proses adsorpsi yang sesuai dengan isoterm adsorpsi Langmuir.

Pola isoterm Langmuir dan Freundlich masing-masing mengikuti persamaan 3.1 dan 3.3 melalui pendekatan isoterm Langmuir diketahui bahwa adsorpsi biru metilena menggunakan karbon aktif memiliki linieritas yang baik yaitu nilai R^2 sebesar 0,999. Sedangkan melalui pendekatan model isoterm Freundlich memiliki nilai R^2 sebesar 0,9506. Berdasarkan data tersebut isoterm Langmuir dapat digunakan untuk menggambarkan adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif. Model yang sesuai untuk adsorpsi birumetilena oleh karbon aktif adalah model adsorpsi Langmuir karena memiliki linearitas lebih tinggi. Hal ini memberi indikasi bahwa

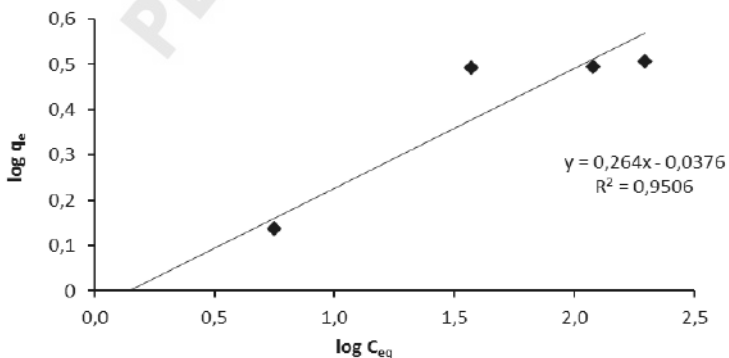
adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif bersifat monolayer. Berdasarkan teori adsorpsi Langmuir proses adsorpsi merupakan interaksi antara adsorbat dengan situs aktif material. Kapasitas adsorpsi dihitung berdasarkan model isoterm Langmuir.

Berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dengan menggunakan hubungan C_{eq}/q_e terhadap C_{eq} melalui persamaan garis $y = 0,0061x + 0,0242$ diperoleh nilai slope sebesar 0,0061 dan intersep sebesar 0,0242. Berdasarkan nilai slope dan intersep tersebut dapat dihitung nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} , konstanta Langmuir, dan energi yang menyertai adsorpsi. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan KOH 2 M adalah $52,44 \text{ mg g}^{-1}$, nilai konstanta Langmuir adalah $252066,11 \text{ g mol}^{-1}$. Hal menunjukkan bahwa dengan dilakukan aktivasi kimia menggunakan KOH 2 M, maka akan meningkatkan nilai kapasitas adsorpsi yang besar. Hal ini dimungkinkan karena di dalam pori karbon aktif terjadi pembersihan pengotor yang menutupi pori karbon, maka jumlah ion biru metilena yang teradsorpsi sangat besar.

Morgan (1981) menyatakan bahwa energi adsorpsi yang menyertai proses fisorpsi berkisar $10-40 \text{ kJ mol}^{-1}$ sedangkan pada proses kimisorpsi energi adsorpsinya kurang sama dengan 40 kJ mol^{-1} , karena melibatkan ikatan kimia yang dapat berupa ikatan kovalen dan elektrostatik. Hal tersebut menyebabkan zat yang teradsorpsi secara kimia sukar dilepaskan. Menurut Adamson (1990), batas

minimal energi adsorpsi kimia adalah $20,92 \text{ kJ mol}^{-1}$. Besarnya energi adsorpsi dapat digunakan untuk mengetahui apakah suatu proses adsorpsi mengikuti proses adsorpsi kimia atau adsorpsi fisika. Berdasarkan hasil perhitungan, energi adsorpsi yang dihasilkan pada proses adsorpsi yaitu sebesar $31,02 \text{ kJ mol}^{-1}$. Hal ini menunjukkan bahwa interaksi biru metilena dengan permukaan karbon aktif berlangsung melalui adsorpsi kimia.

Model adsorpsi Freundlich menyatakan bahwa proses adsorpsi terjadi interaksi antara adsorbat dengan permukaan adsorben yang terdistribusi secara heterogen dengan membentuk lapisan multilayer. Hal ini memberi hubungan distribusi yang eksponensial pada serapan permukaan sisi aktif. Hasil data isoterm adsorpsi Freundlich dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva isoterm model Freundlich seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.41.



Gambar 4.41 Isoterm Adsorpsi Model Freundlich untuk Larutan Biru Metilena pada Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH

Gambar 4.41 memperlihatkan bahwa hasil kurva isoterm adsorpsi diperoleh hubungan yang linier. Proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif yang diinteraksikan dengan KOH 2 M merupakan proses adsorpsi yang sesuai dengan isoterm Freundlich. Berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dengan menggunakan hubungan $\ln C_{eq}$ terhadap q_e melalui persamaan garis $y = 0,264x - 0,0376$, diperoleh nilai slope sebesar 0,264 dan intersep sebesar 0,0376. Berdasarkan nilai slope dan intersep tersebut dapat dihitung nilai K_f dan n yang merupakan suatu konstanta Freundlich yang nilainya relatif terhadap kapasitas adsorpsi dan intensitas adsorpsi. Nilai konstanta kapasitas adsorpsi K_f dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan KOH 2 M dalam mengadsorpsi biru metilena adalah $0,3488 \text{ mg g}^{-1}$. Dari nilai K_f yang kecil tersebut menunjukkan adsorpsi biru metilena akan memberikan afinitas adsorpsi yang rendah dan berlangsung relatif lambat pada konsentrasi rendah. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi rendah, kontak antara adsorbat biru metilena dengan adsorben karbon aktif sangat terbatas.

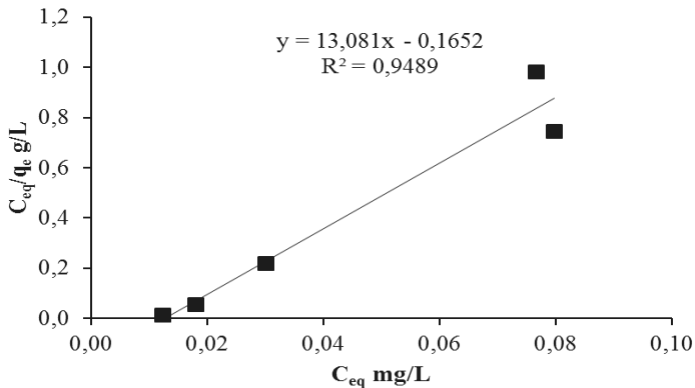
Nilai intensitas n dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan KOH 2 M dalam mengadsorpsi adsorbat biru metilena adalah $26,60 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1}$. Nilai n yang besar menunjukkan bahwa proses adsorpsi karbon aktif yang diinteraksikan dengan KOH 2M dalam mengadsorpsi adsorbat biru metilena, pada konsentrasi adsorbat yang lebih besar afinitasnya akan turun, memiliki rentang konsentrasi

setimbang pada daerah monolayer yang lebar. Hal ini terjadi karena molekul biru metilena memiliki ukuran yang cukup besar, sehingga ketika permukaan sudah mulai jenuh, adsorbat berikutnya yang akan mengisi bagian yang masih kosong terhalang oleh adsorbat yang teradsorpsi lebih awal.

Berdasarkan data perhitungan isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich dapat digunakan untuk menggambarkan adsorpsi karbon aktif terhadap biru metilena. Model yang sesuai untuk adsorpsi tersebut adalah model adsorpsi Langmuir karena memiliki linieritas yang lebih tinggi. Hal ini memberi indikasi bahwa adsorpsi karbon aktif terhadap adsorbat biru metilena bersifat monolayer. Menurut teori Langmuir proses adsorpsi merupakan interaksi antara adsorbat dengan situs aktif material. Kapasitas adsorpsi monolayer dihitung berdasarkan model isoterm Langmuir.

b. Isoterm adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4

Hasil data isoterm adsorpsi dapat digunakan untuk mengetahui bentuk interaksi larutan dengan adsorben dan juga mengetahui adsorpsi dari adsorben. Data isoterm adsorpsi dikaji dengan model isoterm adsorpsi Langmuir dan isoterm adsorpsi Freundlich. Data isoterm adsorpsi Langmuir dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif yang dibuat dalam bentuk kurva isoterm model Langmuir disajikan dalam Gambar 4.42.



Gambar 4.42 Isoterm Adsorpsi Model Langmuir untuk Larutan Biru Metilena pada Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan H_3PO_4

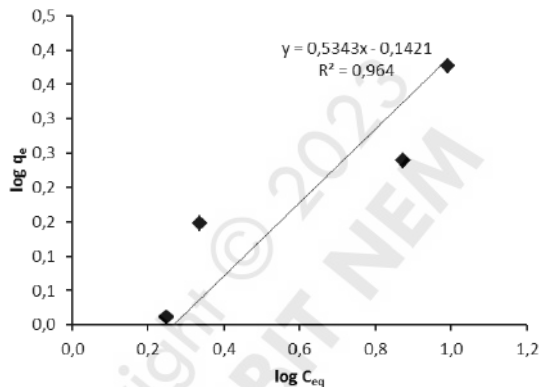
Gambar 4.42 memperlihatkan bahwa hasil kurva yang didapat berupa garis linier, maka proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif yang diaktivasi dengan H_3PO_4 merupakan proses adsorpsi yang sesuai dengan isoterm adsorpsi Langmuir. Berdasarkan kurva dalam Gambar 4.42, maka dilakukan pengujian persamaan adsorpsi Langmuir dan Freundlich untuk mengetahui grafik linieritas yang baik dan mempunyai harga koefisien determinasi (R^2) mendekati angka 1. Dengan pendekatan isoterm Langmuir diketahui bahwa adsorpsi biru metilena menggunakan karbon aktif memiliki linieritas yaitu nilai R^2 sebesar 0,9489. Sedangkan melalui pendekatan model isoterm Freundlich memiliki linieritas yang baik yaitu nilai R^2 sebesar 0,9640. Berdasarkan data tersebut isoterm Freundlich dapat digunakan untuk menggambarkan adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif karena

memiliki linieritas lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat perbedaan afinitas permukaan karbon aktif sebagai adsorben sehingga bersifat heterogen. Permukaan tidak homogen tersebut memungkinkan terjadinya proses adsorpsi secara multilayer pada permukaan adsorben. Kapasitas adsorpsi dihitung berdasarkan model isoterm Freundlich.

Berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dengan menggunakan hubungan C_{eq}/q_e terhadap C_{eq} melalui persamaan garis $y = 13,081x + 0,1652$ diperoleh nilai slope sebesar 13,08 dan intersep sebesar 0,1652. Dari nilai slope dan intersep tersebut dapat dihitung nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} , konstanta Langmuir, dan energi yang menyertai adsorpsi. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan H_3PO_4 1,5 M adalah 0,0244 $mg\ g^{-1}$, nilai konstanta Langmuir adalah 79182814,35 $g\ mol^{-1}$. Hal menunjukkan bahwa dengan dilakukan aktivasi kimia menggunakan H_3PO_4 1,5 M, maka akan meningkatkan nilai kapasitas adsorpsi yang besar. Hal ini dimungkinkan karena di dalam pori karbon aktif terjadi pembersihan pengotor yang menutupi pori karbon, maka jumlah ion biru metilena yang teradsorpsi sangat besar.

Model adsorpsi Freundlich menyatakan bahwa proses adsorpsi terjadi interaksi antara adsorbat dengan permukaan adsorben yang terdistribusi secara heterogen dengan membentuk lapisan

multilayer. Hal ini memberi hubungan distribusi yang eksponensial pada serapan permukaan sisi aktif. Hasil data isoterm adsorpsi Freundlich dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva isoterm model Freundlich seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.43.



Gambar 4.43 Isoterm Adsorpsi Model Freundlich untuk Larutan Biru Metilena Pada Karbon Aktif Hasil Aktiasi dengan H_3PO_4

Gambar 4.43 menunjukkan bahwa hasil kurva isoterm adsorpsi diperoleh hubungan yang linier. Proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif yang diinteraksikan dengan H_3PO_4 1,5 M merupakan proses adsorpsi yang sesuai dengan isoterm Freundlich. Berdasarkan persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dengan menggunakan hubungan $\ln C_{e,q}$ terhadap q_e melalui persamaan garis $y = 0,5843x - 0,1421$, diperoleh nilai slope sebesar 0,5843 dan intersep sebesar 0,1421. Dari nilai slope dan intersep tersebut dapat dihitung nilai K_f dan n

yang merupakan suatu konstanta Freundlich yang nilainya relatif terhadap kapasitas adsorpsi dan intensitas adsorpsi. Nilai konstanta kapasitas adsorpsi K_f dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan H_3PO_4 1,5 M dalam mengadsorpsi biru metilena adalah $0,4437 \text{ mg g}^{-1}$. Dari nilai K_f yang kecil tersebut menunjukkan adsorpsi biru metilena akan memberikan afinitas adsorpsi yang rendah dan berlangsung relatif lambat pada konsentrasi rendah. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi rendah, kontak antara adsorbat biru metilena dengan adsorben karbon aktif sangat terbatas.

Nilai intensitas n dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan H_3PO_4 1,5 M dalam mengadsorpsi adsorbat biru metilena adalah $7,04 \text{ g mol}^{-1}$. Dengan nilai n yang besar menunjukkan bahwa proses adsorpsi karbon aktif yang diinteraksikan dengan H_3PO_4 1,5 M dalam mengadsorpsi adsorbat biru metilena, pada konsentrasi adsorbat yang lebih besar afinitasnya akan turun, memiliki rentang konsentrasi setimbang pada daerah monolayer yang lebar. Hal ini terjadi karena molekul biru metilena memiliki ukuran yang cukup besar, sehingga ketika permukaan sudah mulai jenuh, adsorbat berikutnya yang akan mengisi bagian yang masih kosong terhalang oleh adsorbat yang teradsorpsi lebih awal. Berdasarkan hasil perhitungan, energi adsorpsi yang dihasilkan pada proses adsorpsi yaitu sebesar $45362,59 \text{ kJ/mol}$. Hal ini menunjukkan proses adsorpsi biru metilena oleh

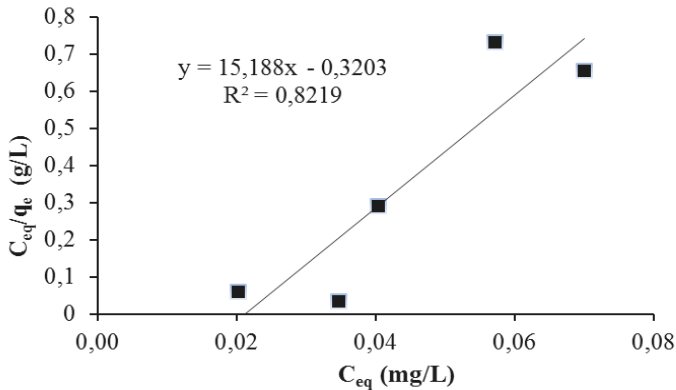
karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator H_3PO_4 melibatkan proses adsorpsi kimia.

Berdasarkan data perhitungan isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich dapat digunakan untuk menggambarkan adsorpsi karbon aktif terhadap biru metilena. Model yang sesuai untuk adsorpsi tersebut adalah model adsorpsi Freundlich karena memiliki linearitas yang lebih tinggi. Hal ini memberi indikasi bahwa adsorpsi karbon aktif terhadap adsorbat biru metilena bersifat multilayer, yang permukaan adsorbatnya heterogen. Hal ini menunjukkan afinitas setiap kedudukan ikatan untuk molekul adsorbat tidak sama, ada interaksi lateral antar molekul adsorbat dan molekul adsorbat yang teradsorpsi terdistribusi pada permukaan.

c. Isoterm adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan $ZnCl_2$

Perubahan konsentrasi adsorbat oleh proses adsorpsi sesuai dengan mekanisme adsorpsinya dapat dipelajari melalui penentuan isoterm adsorpsi. Kesetimbangan adsorpsi merupakan suatu penjabaran matematika suatu kondisi isotermal yang khusus untuk setiap adsorben. Oleh karena itu untuk masing-masing adsorben dan adsorbat memiliki adsorpsi tersendiri. Pengujian model kesetimbangan dapat dikaji dengan model isoterm adsorpsi Langmuir dan isoterm adsorpsi Freundlich. Berdasarkan data isoterm adsorpsi Langmuir dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva isoterm

model Langmuir disajikan dalam Gambar 4.44. Gambar 4.44 memperlihatkan bahwa hasil kurva yang didapat berupa garis linier, maka proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif yang diaktivasi dengan ZnCl_2 merupakan proses adsorpsi yang sesuai dengan isoterm adsorpsi Langmuir. Berdasarkan kurva dalam Gambar 4.46, maka dilakukan pengujian persamaan adsorpsi Langmuir untuk mengetahui grafik linieritas dengan harga koefisien determinasi (R^2) mendekati angka 1. Hasil pengujian linieritas isoterm Langmuir pada adsorben karbon aktif dengan menggunakan hubungan C_{eq}/q_e terhadap C_{eq} melalui persamaan garis $y = 15,188x - 0,3203$ diperoleh nilai slope sebesar 15,188, intersep sebesar 0,3203, dan koefisien determinasi nilai sebesar 0,8219. Dari nilai slope dan intersep dapat dihitung nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} , konstanta Langmuir, dan energi yang menyertai adsorpsi. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum q_{max} dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan ZnCl_2 1,5 M adalah $0,0211 \text{ mg g}^{-1}$, nilai konstanta Langmuir adalah $4741047,03 \text{ g mol}^{-1}$. Hal menunjukkan bahwa dengan dilakukan aktivasi kimia menggunakan ZnCl_2 1,5 M, maka akan meningkatkan nilai kapasitas adsorpsi yang besar. Hal ini dimungkinkan karena di dalam pori karbon aktif terjadi pembersihan pengotor yang menutupi pori karbon, maka jumlah ion biru metilena yang teradsorpsi sangat besar.



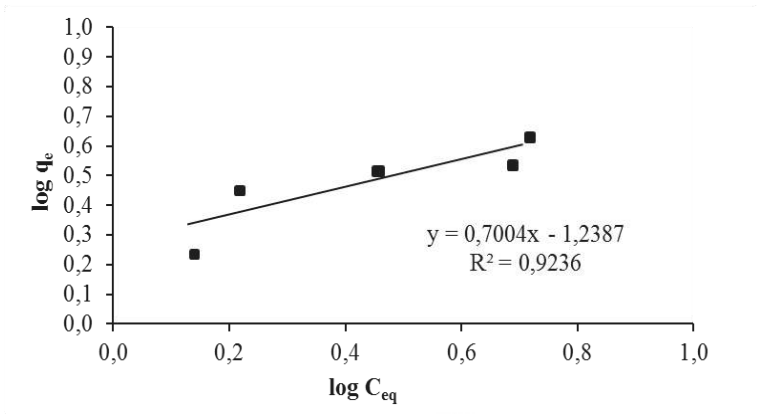
Gambar 4.44 Isoterm Adsorpsi Model Langmuir untuk Larutan Biru Metilena pada Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan $ZnCl_2$

Hasil data isoterm adsorpsi Freundlich dengan variasi konsentrasi awal antara biru metilena dan karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva isoterm model Freundlich seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.45. Pengujian linieritas berdasarkan pendekatan isoterm Freundlich dengan menggunakan hubungan $\ln C_{eq}$ terhadap q_e melalui persamaan garis $y = 0,7004x - 1,2387$, diperoleh nilai slope sebesar 0,7004, intersep sebesar 1,2387, dan koefisien determinasi sebesar 0,9236. Berdasarkan nilai slope dan intersep dapat dihitung nilai K_f dan n yang merupakan suatu konstanta Freundlich yang nilainya relatif terhadap kapasitas adsorpsi dan intensitas adsorpsi. Nilai konstanta kapasitas adsorpsi K_f dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan $ZnCl_2$ 2 M dalam mengadsorpsi biru metilena adalah $5,54 \text{ mg g}^{-1}$. Dari nilai K_f yang kecil tersebut menunjukkan adsorpsi biru metilena akan memberikan afinitas adsorpsi yang rendah dan

berlangsung relatif lambat pada konsentrasi rendah. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi rendah, kontak antara adsorbat biru metilena dengan adsorben karbon aktif sangat terbatas. Nilai intensitas n dari karbon aktif yang diinteraksikan dengan ZnCl_2 2M dalam mengadsorpsi adsorbat biru metilena adalah $0,8073 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1}$.

Berdasarkan kedua persamaan linearitasnya dapat diketahui bahwa adsorpsi biru metilena oleh adsorben karbon aktif mengikuti persamaan isoterm Freundlich karena memiliki linieritas lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat perbedaan afinitas permukaan karbon aktif sebagai adsorben sehingga bersifat heterogen. Permukaan tidak homogen tersebut memungkinkan terjadinya proses adsorpsi secara multilayer pada permukaan adsorben.

Menurut Atkins (1999), energi adsorpsi fisika yang melibatkan ikatan antar molekuler seperti ikatan hidrogen atau van der Waals berada sekitar $10\text{-}40 \text{ kJ/mol}$, sedangkan energi adsorpsi kimia yang melibatkan ikatan elektrostatik dan ikatan kovalen koordinasi dari penggunaan elektron bersama adsorben dan adsorbat $> 40 \text{ kJ/mol}$. Berdasarkan hasil perhitungan, energi adsorpsi yang diperoleh cukup besar sebesar $44083,77 \text{ kJ/mol}$. Hal ini menunjukkan proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator ZnCl_2 melibatkan proses kemisorpsi.



Gambar 4.45 Isoterm Adsorpsi Model Freundlich untuk Larutan Biru Metilena pada Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan ZnCl_2

3. Kinetika Adsorpsi

a. Kinetika adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan KOH

Kinetika adsorpsi adalah salah satu parameter yang dapat mengamati mekanisme proses adsorpsi laju pengambilan adsorbat oleh adsorben dengan bertambahnya waktu kontak. Hal ini merupakan salah satu parameter yang menggambarkan efisiensi adsorpsi.

Mekanisme proses adsorpsi zat warna biru metilena ke dalam adsorben karbon aktif dapat diamati dan hal tersebut tergantung pada karakteristik fisika dan kimia seperti proses transfer massa dan reaksi kimia. Parameter yang biasa digunakan untuk mengetahui besarnya laju adsorpsi adalah konstanta laju reaksi. Berdasarkan data konstanta laju yang diperoleh dari reaksi adsorpsi larutan biru metilena oleh karbon aktif, maka dapat

dievaluasi untuk menentukan model adsorpsi berdasarkan persamaan kinetika adsorpsi orde satu (persamaan 4.1), orde dua (persamaan 4.2) menurut Moore dan Pearson (1981) adalah sebagai berikut:

$$\ln C = -k_1 t + \ln C_0 \dots\dots\dots 4.1$$

$$(1/C) = k_2 t + (1/C_0) \dots\dots\dots 4.2$$

Kinetika reaksi orde satu semu (persamaan 4.3), dan orde dua semu (persamaan 4.4) ditentukan dengan persamaan Ho dan McKay (1998) sebagai berikut:

$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - (k_3/2,303)t \dots\dots\dots 4.3$$

$$t/q_t = 1/(k_4 q_e^2) + (1/q_e)t \dots\dots\dots 4.4$$

C adalah konsentrasi sisa biru metilena pada saat waktu = t (mmol L⁻¹), C₀ adalah konsentrasi awal biru metilena (mmol L⁻¹), q_e dan q_t adalah jumlah biru metilena teradsorpsi setelah setimbang dan pada saat t, k₁ dan k₂ adalah masing-masing konstanta laju reaksi orde satu dan orde dua, k₃ dan k₄ adalah masing-masing laju reaksi pseudo orde satu dan pseudo orde dua. Dengan membuat kurva ln (C₀/C) versus t untuk kinetika orde satu, kurva (1/C) versus t untuk kinetika reaksi orde dua, kurva log (q_e-q_t) versus t untuk kinetika pseudo orde satu, dan kurva t/q_t versus t untuk kinetika reaksi pseudo orde dua. Kinetika adsorpsi dan hasil perhitungan k masing-masing model kinetika reaksi dapat dibandingkan berdasarkan pada nilai koefisien regresi (R²) dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Penentuan model kinetika adsorpsi yang tepat dan sesuai telah dilakukan dari berbagai variasi waktu kontak yaitu 6; 12; 18; 24; 30; 36; 42; dan 48 jam. Interaksi adsorbat biru metilena dan 0,5 g karbon aktif pada konsentrasi awal 50 mg/L dilakukan pada pH optimum 8. Pengaruh waktu kontak pada proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif ditunjukkan dalam Gambar 4.38. Gambar 4.38 merupakan grafik pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH menunjukkan bahwa adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif efektif pada 6 jam pertama. Data penelitian menunjukkan bahwa jumlah biru metilena yang teradsorpsi meningkat seiring bertambahnya waktu kontak dan mencapai keseimbangan pada 24 jam.

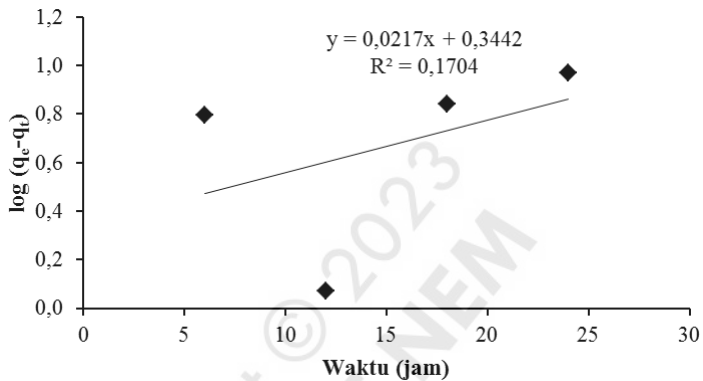
Tabel 4.5

Model Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan KOH terhadap Biru Metilena

Model kinetika	Tetapan Laju Reaksi (k)	r ²
Orde 1	0,0761 min ⁻¹	0,9608
Orde 2	-3599,4 min ⁻¹	0,6427
Pseudo orde-1	0,0421 min ⁻¹	0,2467
Pseudo orde-2	0,2519 g μmol ⁻¹ min ⁻¹	0,9867

Hasil analisis data model kinetika adsorpsi orde satu semu antara adsorbat biru metilena pada konsentrasi 50 mg/L dan adsorben karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva model kinetika adsorpsi diperoleh seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.46. Gambar 4.46 tersebut terlihat bahwa konsentrasi biru metilena

naik secara eksponensial terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L^{-1} oleh karbon aktif. Kinetika adsorpsi dan hasil perhitungan model kinetika reaksi dan lineritas diperoleh konstanta laju reaksi sebesar $0,0499 \text{ min}^{-1}$, dan koefisien regresi (R^2) sebesar $0,1704$.

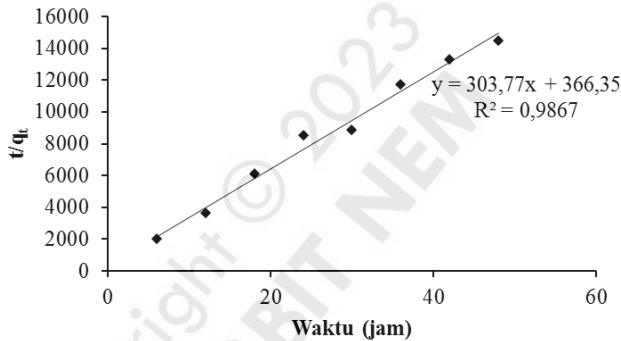


Gambar 4.46 Model Orde Satu Semu terhadap Adsorpsi BM oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH

Gambar 4.46 menunjukkan konsentrasi biru metilena naik secara linier terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L^{-1} oleh karbon aktif. Dari perhitungan kapasitas adsorpsi diperoleh nilai kapasitas adsorpsi sebesar $0,0032 \text{ mg g}^{-1}$, nilai konstanta laju reaksi sebesar $0,2519 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1}\text{min}^{-1}$, dan koefisien determinasi (R^2) sebesar $0,9867$. Hal ini menunjukkan adanya efisiensi adsorpsi yang sangat baik untuk model kinetika orde semu dua, di samping itu juga mengindikasikan bahwa penyerapan adsorben karbon aktif yang relatif tinggi pada konsentrasi adsorbat biru metilena yang rendah dan tinggi. Hal tersebut terjadi karena

dimungkinkan pada temperatur ruang konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi semakin banyak dan merata dipermukaan adsorben karbon aktif.

Pemilihan model kinetika adsorben didasarkan pada tingkat linieritas kurva kinetika adsorpsi. Dari data yang diperoleh, model reaksi kinetika orde semu dua yang paling sesuai karena nilai koefisien deteminasi (R^2) paling tinggi sebesar 0,9867.



Gambar 4.47 Model Orde Dua Semu terhadap Adsorpsi MB oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator KOH

b. Kinetika adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4

Penentuan model kinetika adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 telah dilakukan dari berbagai variasi waktu kontak rentang waktu 1 sampai 48 jam. Interaksi adsorbat biru metilena dan 0,5 gram karbon aktif pada konsentrasi awal 50 mg/L dilakukan pada pH optimum 12. Pengaruh waktu

kontak pada proses adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif ditunjukkan dalam Gambar 4.38.

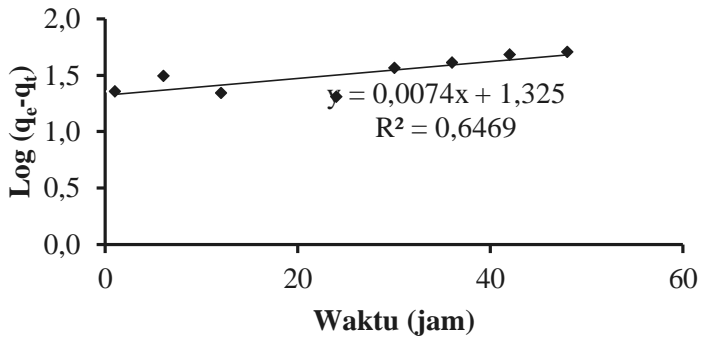
Gambar 4.38 merupakan grafik pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator H_3PO_4 menunjukkan bahwa adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif efektif pada 18 jam pertama. Data penelitian menunjukkan bahwa jumlah biru metilena yang teradsorpsi meningkat seiring bertambahnya waktu kontak dan mencapai kesetimbangan pada 24 jam.

Hasil analisis data model kinetika adsorpsi orde satu semu antara adsorbat biru metilena pada konsentrasi 50 mg/L dan adsorben karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva model kinetika adsorpsi diperoleh seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.48. Gambar 4.48 tersebut terlihat bahwa konsentrasi biru metilena naik secara eksponensial terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L⁻¹ oleh karbon aktif. Kinetika adsorpsi dan hasil perhitungan model kinetika reaksi dan lineritas diperoleh konstanta laju reaksi sebesar 0,0170 min⁻¹, dan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,6469.

Tabel 4.6

Model Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan H_3PO_4 terhadap Biru Metilena

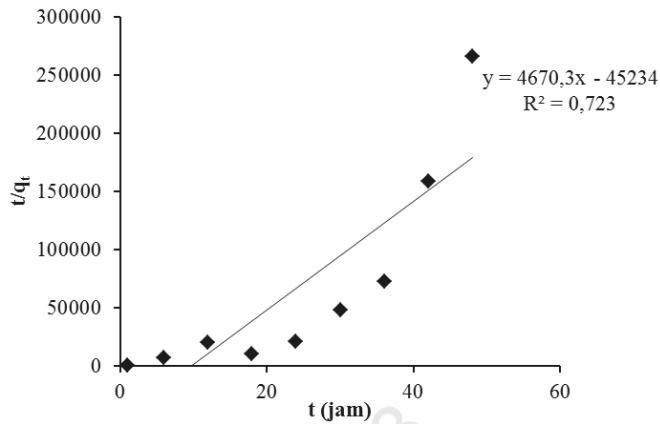
Model Kinetika	Tetapan Laju Reaksi (k)	r^2
Orde 1	0,0181 min ⁻¹	0,4291
Orde 2	11,256 min ⁻¹	0,7926
Pseudo orde-1	0,0170 min ⁻¹	0,6469
Pseudo orde-2	0,4822 g μ mol ⁻¹ min ⁻¹	0,723



Gambar 4.48 Model Orde Satu Semu terhadap BM oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H₃PO₄

Gambar 4.49 menunjukkan konsentrasi biru metilena naik secara linier terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L⁻¹ oleh karbon aktif. Dari perhitungan diperoleh nilai konstanta laju reaksi sebesar 0,4822 g μmol⁻¹.min⁻¹, dan koefisien determinasi (R²) sebesar 0,723. Hal ini mengindikasikan bahwa penyerapan adsorben karbon aktif yang relatif tinggi pada konsentrasi adsorbat biru metilena yang rendah dan tinggi. Hal ini terjadi karena dimungkinkan pada temperatur ruang konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi semakin banyak dan merata dipermukaan adsorben karbon aktif.

Pemilihan model kinetika adsorben didasarkan pada tingkat linearitas kurva kinetika adsorpsi. Dari data yang diperoleh, model reaksi kinetika orde dua yang paling sesuai karena nilai koefisien determinasi (R²) paling tinggi adalah sebesar 0,7926.



Gambar 4.49 Model Orde Dua Semu terhadap Adsorpsi BM oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator H_3PO_4

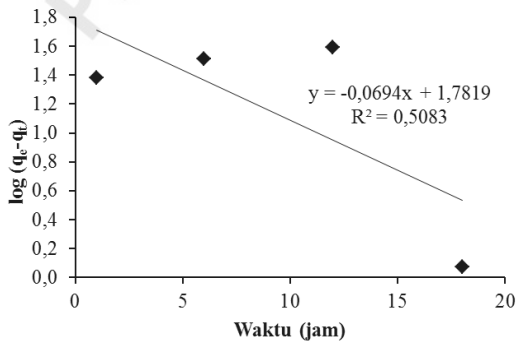
c. Kinetika adsorpsi karbon aktif hasil aktivasi dengan ZnCl_2

Model kinetika adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator ZnCl_2 telah dilakukan dari berbagai variasi waktu kontak dan pH optimum yang sama seperti yang dilakukan pada karbon aktif hasil aktivasi dengan H_3PO_4 . Gambar 4.38 merupakan grafik yang menunjukkan pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator ZnCl_2 . Berdasarkan grafik Gambar 4.38 memperlihatkan bahwa adsorpsi biru metilena oleh karbon aktif efektif pada 6 jam pertama. Data penelitian menunjukkan bahwa jumlah biru metilena yang teradsorpsi meningkat seiring bertambahnya waktu kontak dan mencapai kesetimbangan pada 18 jam.

Tabel 4.7
Model Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Aktivasi dengan ZnCl_2 terhadap Biru Metilena

Model Kinetika	Tetapan Laju Reaksi (k)	r^2
Orde 1	0,002 min^{-1}	0,0035
Orde 2	7,8372 $\mu\text{mol}^{-1} \text{min}^{-1}$	0,768
Pseudo orde-1	0,1598 min^{-1}	0,5083
Pseudo orde-2	384,90 $\text{g} \mu\text{mol}^{-1} \text{min}^{-1}$	0,8655

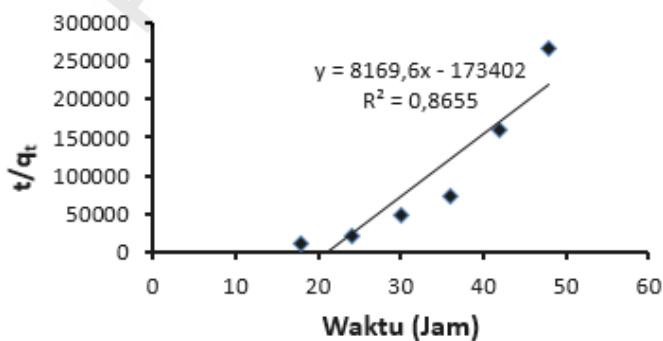
Hasil analisis data model kinetika adsorpsi orde satu semu antara adsorbat biru metilena pada konsentrasi 50 mg/L dan adsorben karbon aktif dibuat dalam bentuk kurva model kinetika adsorpsi diperoleh seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.50. Gambar 4.50 tersebut terlihat bahwa konsentrasi biru metilena naik secara eksponensial terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L^{-1} oleh karbon aktif. Kinetika adsorpsi dan hasil perhitungan model kinetika reaksi dan linearitas diperoleh konstanta laju reaksi sebesar 0,1598 min^{-1} , dan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,5083.



Gambar 4.50 Model Orde Satu Semu terhadap Adsorpsi BM oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator ZnCl_2

Gambar 4.53 menunjukkan konsentrasi biru metilena naik secara linear terhadap waktu pada konsentrasi 50 mg L^{-1} oleh karbon aktif. Dari perhitungan diperoleh nilai konstanta laju reaksi sebesar $384,90 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$, dan koefisien determinasi (R^2) sebesar $0,8655$. Hal ini menunjukkan adanya efisiensi adsorpsi yang sangat baik untuk model kinetika orde semu dua. Hal ini mengindikasikan bahwa penyerapan adsorben karbon aktif yang relatif tinggi pada konsentrasi adsorbat biru metilena yang rendah dan tinggi. Hal ini terjadi karena dimungkinkan pada temperatur ruang konsentrasi biru metilena yang teradsorpsi semakin banyak dan merata dipermukaan adsorben karbon aktif.

Pemilihan model kinetika adsorben didasarkan pada tingkat linearitas kurva kinetika adsorpsi. Dari data yang diperoleh, model reaksi kinetika orde semu dua yang paling sesuai karena nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar $0,8655$ lebih tinggi dibandingkan dengan orde satu, orde dua, dan orde semu satu.



Gambar 4.51 Model Orde Dua Semu terhadap Adsorpsi BM oleh Karbon Aktif Hasil Aktivasi Menggunakan Aktivator ZnCl_2

Berdasarkan kapasitas adsorpsi maksimum karbon aktif hasil aktivasi menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, ZnCl₂ terhadap biru metilena masing-masing secara berturut-turut adalah aktivator KOH sesuai isoterm Langmuir sebesar 52,44 mg g⁻¹, aktivator H₃PO₄ sesuai isoterm Freundlich sebesar 0,4437 mg g⁻¹, dan aktivator ZnCl₂ sesuai isoterm Freundlich sebesar 5,54 mg g⁻¹. Dari nilai-nilai kapasitas adsorpsi karbon aktif tersebut menunjukkan bahwa nilai kapasitas adsorpsi karbon aktif terhadap biru metilena dari nilai yang paling besar secara berturut-turut adalah karbon aktif yang diaktivasi menggunakan aktivator KOH, ZnCl₂, dan H₃PO₄. Hal ini menunjukkan bahwa faktor utama yang sangat berpengaruh terhadap daya adsorpsi adalah luas permukaan karbon aktif karena mekanisme adsorpsi berkaitan dengan jumlah pori-porinya. Daya adsorpsi karbon aktif tersebut diperkuat oleh hasil karakterisasi luas permukaan dengan metode BET. Karbon aktif hasil aktivasi secara kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, ZnCl₂, dan H₃PO₄ pada temperatur 800°C mempunyai luas permukaan dan diameter pori rata-rata masing-masing secara berturut-turut adalah 451,14; 359,29; dan 299,43 m²g⁻¹; 22,2; 22,0; dan 22,8 Å. Dari data diameter pori rata-rata karbon aktif menunjukkan karbon aktif hasil aktivasi kimia dan fisika dikategorikan sebagai struktur mesopori.

Xiaojun dkk. (2014), telah melakukan penelitian pembuatan karbon aktif dari arang kayu menggunakan aktivator H₃PO₄ dan variasi

temperatur 700-850°C menghasilkan karbon aktif yang volume porinya 80,8% terdistribusi ukuran pori 2-4 nm. Sementara itu Kennedy dkk., (2004), telah melakukan penelitian pengaruh proses dua tahap pada pembuatan dan karakterisasi komposit karbon berpori dari sekam padi menggunakan aktivator asam fosfat dan variasi temperatur 700-900°C. Hasil karakterisasi karbon aktif hasil aktivasi pada variasi temperatur 700-900°C menghasilkan luas permukaan spesifik antara 344,7-439,9 m²/g⁻¹ dan rerata diameter pori antara 35,28-39,36 Å, sehingga karbon aktif tersebut berukuran mesopori.

Berdasarkan hasil pembuatan dan karakterisasi karbon aktif hasil aktivasi arang tempurung kelapa dengan kombinasi aktivasi kimia dan fisika menggunakan aktivator KOH, H₃PO₄, dan ZnCl₂ pada temperatur 800°C, menunjukkan karakter karbon aktif tersebut setara dengan hasil sintesis karbon aktif yang sudah dilakukan penelitian-penelitian sebelumnya pada temperatur antara 900-1100°C.

~oOo~

DAFTAR PUSTAKA

- ACS. 1996. Active Carbon Symposium on Production and Use of Carbon Based Materials for Environmental Clean Up. *Fuel Chem. Div.*, 41 (1).
- Abechi, S.E., Gimba, C.E., Uzairu, A., Dallatu, Y.A. 2013. Preparation and Characterization of Activated Carbon from Palm Kernel Shell by Chemical Activation. *Res.J. Chem. Sci.*, 3,7, 54-61.
- Adamson, A.W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*, 5th ed. John Willey and Sons, Toronto.
- Anonim. 1985, Industrial Charcoal Making, FAO Corporate Document Repository, Forestry Department, Roma, www.fao.org/docrep.htm.
- Anonim. 1988. *Mutu dan Cara Uji Arang Aktif, Standar Industri Indonesia (SII) No. 0258-79*. Jakarta: Departemen Perindustrian RI.
- Anonim. 2012. *Rancangan Dasar Proses dan Kajian Ekonomi Global Produksi Karbon Aktif Berbasis Batubara Indonesia*. Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara.
- Ahmadpour, A. King, B. A., and Do, D. D. 1998. Comparison of Equilibria and Kinetics of High Surface Area Activated Carbon Produced from different Precursors and by Different Chemical Treatments. *Ing. Eng. Chem. Res.*, 37, 1329.

- Allwar, A., Ahmad, M.N., Mohd. Asri, M.N. 2008. Textural Characteristics of Activated Carbons Prepared from Oil Palm Shells Activated with ZnCl₂ and Pyrolysis under Nitrogen and Carbon Dioxide. *J. Physic. Sci.*, 19, 2, 93-104.
- Allwar, A. 2013. Porous Structure of Actiated Carbons Derived from Oil Palm Empty Fruit Bunch by Phosphoric Acid Activation under Nitrogen and Carbon Dioxide. *International J.Res. Chem. Environ.*, 3, 2, 62-68.
- Alhamed, Y. A. 2006. Activated Carbon from Dates' from Stone by ZnCl₂ Activation. *JKAU: Eng. Sci.*, 17, 2, 75-100.
- Anirudhan, T.S., Sreekumari, S.S., dan Bringle, C.D. 2009. Removal of Phenol from Water and Petroleum Industry Refinery Effuens by Activated Carbon Obtained from Coconut Coirpith. *Adsorption*, 15, 439-451.
- ASTM International. 2006. *Annual Book of ASTM Standards, Section 5: Petroleum product, Lubricant, and Fossil Fuels*. 05(06): Gaseous Fuels; Coal and Coke.
- Atkins, P. 2006. *Physical Chemistry*. Great Britain: Oxford University Press.
- Austin, G.T. 1996. *Industri Proses Kimia*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Aygun, A., Yenisooy-Karakas, S., Duman, I. 2003. Production of Granular Activated Carbon from Fruit Stones and Nutshells and Evaluation of Their Physical, Chemical and Adsorption Properties. *Micro. and Meso. Mater.*, 66, 189-195.

- Babel, K., Jurewicz, K. 2004. KOH Activated Carbon Fabrics as Supercapacitor Material. *J. Phys. Chem. Sol.*, 65, 275-280.
- Balcı, S., Doğu, T., And Yücel, H. 1994. Characterization of Activated Carbon Produced from Almond Shell and Hazelnut Shell. *J. Chem. Tech. Biotechnol.*, 60, 419-426.
- Bandosz, T. J. 2006. *Activated Carbon Surfaces in Environmental Remediation*. New York, USA: Elsevier Ltd.
- Bansal, R. Ch., and Goyal, M. 2005. *Activated Carbon Adsorption*. Taylor and Francis Group.
- Barrow, G.M. 1996. *Physical Chemistry*, Sixth Edition. Boston: Mc Graw Hill.
- Castello, L., Rodenas, L., Amaros, C., Solano, L. 2001. Preparation of Activated Carbons from Spanish Anthracite Part 1. *Activation by KOH, Carbon*, 39, 5, 741-749.
- Chang, C. H., Gopalan, R., & Lin, Y. S. 1994. A Comparative Study on Thermal and Hydrothermal Stability of Alumina, Titania and Zirconia Membranes. *J. Membrane Sci.*, 91, 27-45.
- Cheremisinoff, N.P. 1978. *Carbon Adsorption Handbook*. Michigan: Ann Arbor Science Publishers Inc.
- Choi, J., Kim, J, Yoo, K.S., dan Lee, T.G. 2008. Synthesis of Mesoporous TiO₂/ γ -Al₂O₃ Composite Granules with different Sol Composition and Calcinations Temperature. *Powder Technology*, 181, 83-88.
- Considine, D.M., and G.D. Considine (eds). 1984. *Encyclopedia of Chemistry*, 4 ed. New York: Van Nostrand Reinhold Company.

- Cuhadaroglu, D. dan Uygun, O., A. 2008. Production and Characterization of Activated Carbon from a Bituminous Coal by Chemical Activation. *Afr. J. Biotechnol.*, 7, 20, 3703-3710.
- Delitala, C., Cadoni, E., Delpiano, D., Meloni, D., Melis, S., dan Ferino, L. 2008. Liquid-Phase Thiophene Adsorption Carbon. *Microporous and Mesoporous Materials*, 110, 197-215 on MCM-22 Zeolite and Actived.
- Demirbas A. 2005. Pyrolysis of Ground Beech Wood in Irregular Heating Rate Conditions. *J. Anal. App. Pyrol.*, 73, 39-43.
- Du, X. dan Wu, E. 2007. Porosity of Microporous Zeolites A, X and ZSM-5 Studied by Small Angle X-Ray Scattering and Nitrogen Adsorption. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 68, 1692-1699.
- Fan, M., Marshall, W., Daugaard, D., Brown, R.C. 2003. Steam Activation of Chars Produced from Oat Hulls and Corn Stover. *Bioresource Technol.*, 1-5.
- Foo, P. Y. L., Lee, L. Y. 2010. Preparation of Activated Carbon from *Parkia Speciosa* Pod by Chemical Activation. *Proceeding of the WCECS*, 2, San Francisco, USA.
- Fraga, M.A., et al. 2002. Properties of Carbon-Supported Platinum Catalysts: Role of Carbon Surface Sites. *J. Catal.*, 209, 355-364.
- Fuertes, A.B. 2005. A general and Low-Cost Synthetic Route to High-Surface Areametal Oxides Through a Silica Xerogel. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 66, 741-747.

- Ghosh, D., Bhattacharyya, K.G. 2002. Adsorption of Methylene Blue on Kaolinite. *Appl. Clay Sci.*, 20, 295-300.
- Girgis, B.S., and El-Hendrawy, A.A. 2002. Porosity Development in Activated Carbons Obtained from Date Pits under Chemical Activation with Phosphoric Acid. *Micro. Meso. Mater.*, 52, 105-117.
- Goni, S., Guerrero, A., dan Lorenzo, M.P. 2006. Efficiency of Fly Ash Belitecement and Zeolite Matrices for Immobilizing Cesium. *Journal of Hazardous Materials B*, 137, 1608-1617.
- Guo, J. and Lua, A.C., 2000, Textural Characterization of Activated Carbons Prepared from Oil-Palm Stones Pre-treated with Various Impregnating Agents. *J. of Porous Mater.*, 7, 491-497.
- Hanzawa, Y., Hatori, H., Yoshizawa, N., dan Yamada, Y. "Adsorption Properties And Pore Structure of Carbon Aerogel". National Institute for Resources and Environment 16-30 Nogawa, Tsukuba, Ibaraki 305-8569, JAPAN.
- Ho, Y.S. and McKay, G. 1998, Pseudo-second Model Order Model for Sorption Processes, *Process Biochemistry*, 34, 451-465
- Hong, E.H., Jung, Y.H., and Lee, K. H. 2000. Preparation of Mesoporous Activated Carbon Fibers by Catalytic Gasification. *Korean J. Chem. Eng.*, 17, 237.
- Honig, G., Northcott, K., Snape, I., dan Stevens, G. 2008. Assessment of Adsorbent Materials for Treatment of Hydrocarbon Contaminated Ground Water in

- Coldregions. *Cold Regions Science and Technology*, 53, 83-91.
- Hu, Z., Srinivasan, M.P. 1999. Preparation of High-Surface Area Activated Carbons from Coconut Shell. *Micropor. Mesopor. Mat.*, 27, 11-18
- Jankowska, H., Swiatkowski, A. and Choma, J. 1991. *Active Carbon*. New York: Ellis Horwood.
- Jibril, B., Maamari, R. S., Houache, O., Aamri, M., Qalhathi, A. 2007. Effects of H₃PO₄ and KOH on Pyrolysis of Bituminous Coal in Preparation of Activated Carbon. *J. Appl. Sci. Res.*, 3, 11, 1343-1351.
- Jibril, B., Houache, O., Al-Maamari, R., Al-Rashidi, B., 2008, Effects of H₃PO₄ and KOH in Carbonization of Lignocellulosic Material. *J. Anal. App. Pyrol.*, 83, 151-156.
- Kang, H.Y., Park, S.S., Rim, Y.S. 2006. *Preparation of Activated from Paper Mill Sludge by KOH Activation*. Korean J. Chem. Eng., 23, 6, 948-953
- Kang, M., Kim, D., Yi, S.H., Han, J.U., Yie, J.E., dan Kim, J.M (2004). Preparation of Stable Mesoporous Inorganic Oxides via Nano-Replication technique. *Catalysis Today*, 93-95, 695-699.
- Khalid, Zalida. 2001. Studies of the Photochemical Kinetic of Methylene Blue with Reductants. *Thesis*, Departement of Chemistry, University of Karachi, Karachi.
- Kennedy, L. J., Vijaya, J. J., and Sekaran, G. 2004. Effect of Two-Stage Process on the Preparation and Characterization of Porous Carbon Composite from Rice Husk by Phosphoric Acid Activation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 43, 1832-1838.

- Kenneth, C. L., Nasrin, R. K., Marta, C., Giselle, S, and Thiyagarajan, P. 2002. Microstructural Analysis of Carbons Prepared from Paper Mill Sludge by SANS and BET. *Chem. Mater.*, 14, 327.
- Kermani, M., Pourmoghaddas, M., Bina, B., Khazaei, Z. 2006. Removal of Phenol from Aqueous Solutions by Rice Husk Ash and Activated Carbon. *Pakistan J. Biol. Sci.*, 9, 10, 1905-1910.
- Ketaren, S. 1986. Minyak dan Lemak Pangan. Edisi Pertama. Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta.
- Kimura Y. Sato., Kaito C. 2004. Production and Structural Characterization of Carbon Soot with Narrow UV Absorption Feature. *Carbon* 42, 33-38.
- Kirk-Othmer. 1983. *Encyclopedia of Chemical Technology*, Edisi Ketiga. A. Wiley-Interscience Publication, New York, 15, 149-151.
- Kong, J., Yue, Q., Huang, L., Gao, Y., Su, Y., Gao, B., Li, Q., Wang, Y. 2013. Preparation, Characterization and Evaluation of Adsorptive Properties of Leather Waste Based Activated Carbon Via Physical and chemical Activation. *Chem. Eng. J.*, 221, 62-71.
- Koumanova, B., Antova, P.P. 2002. Adsorption of p-Chlorophenol from Aqueous Solution on Bentonite and Perlite. *J. Hazard Mater.*, 90, 229-234
- Langergren, S. 1898. Zur Theorie der Sogenanten Adsorption Geloster Stoffe. *Kungliga Svenskapsakademiens, Handlingar*, 24, 1-39.
- Lee, S. H., and Lee, C. D. 2001. Influence of Pretreatment and Activation Condition in the Preparation of Activated Carbons from Anthracite. *Korean J. Chem. Eng.*, 18, 26.

- Lillo-Rodenas, M.A., Juan-Juan, J., Cazorla-Amoros, D., Linares-Solano, A. 2004. About Reactions Occurring during Chemical Activation with Hydroxides. *Carbon*, 42, 1371-1375.
- Lozano-Castello, D., Lillo-Rodenas, M.A., Cazorla-Aramos, D., Linares-Solano, A. 2001. Preparation of Activated Carbons from Spanish Anthracite. Part I. *Activation by KOH*, *Carbon*, 39, 5, 741-749.
- Lua, A.C., Lau, F.Y., Guo, J. 2005. Influence of Pyrolysis Conditions on Pore Development of Oil-Palm-Shell Activated Carbons. *J. Anal. App. Pyrol.*, 1873, 1-7.
- Macedo, J.S., Otubo, I., Ferreira, O.P., Gimenez, I.D.F., Mazali, I.O., Barreto, I.S. 2008. Biomorphic Activated Porous Carbon with Complex Microstructures from Lignocellulosic Residue. *Micropor. Mesopor. Mat.*, 107, 276-285.
- Mahvi, A. H., Maleki, A., Eslami, A. 2004. Potential of Rice Husk and Rice Husk Ash for Phenol Removal in Aqueous Systems. *Am. J. Sci.*, 1, 4, 321-326
- Manocha, S. M. 2003. Porous Carbons. *S Adhan* Vol. 28, Parts 1 dan 2, Feb/Apr, 335-348 .
- Marcilla, A., Beltra'n, M.L, Go'mez-Siurana, A., Navarro, R., dan Valde's F. 2007. A Global Kinetic Model as a Tool to Reproduce the Deactivation Behaviour of the HZSM-5 Zeolite in the Catalytic Cracking of Low-Density Polyethylene. *Applied Catalysis A: General*, 328, 124-131.
- Marsh, H., dan Reinoso, F.R. 2005. *Activated Carbon*. University of Alicante.

- Meilita, S., dan Tuti., S. 2003. Arang Aktif. Jurusan Teknik Industri Fakultas Teknik USU, Medan
- Menendez, J.A., Menendez, E.M., Iglesias, M.J., Garcia, A., And J.J.Pis. 1999. Modification of the Surface Chemistry of Active Carbons by Means of Microwave Induced Treatments. *Carbon*, 37, 1115-1121.
- Nahil, M.A., Williams, P.T. 2012. Pore Characteristic of Activated Carbons from The Phosphoric Acid Chemical Activation of Cotton Stalks. *Biomass and Bioenerg.*, 37, 142-149.
- Moore and Pearson. 1981. *Chemical Kinetics*. New York: John Wiley and Son.
- Ngeryen, Y., Tangsathitkulchai, C., Tangsathitkulchai, M. 2006. Porous Properties of Activated Carbon Produced from Eucalyptus and Wattle Wood by Carbon Dioxide Activation. *Korean J. Chem. Eng.*, 23, 6, 1046-1054.
- Nikitin. 1996. *The Chemistry of Cellulose and Wood*. Israel Program for Scientific Translation, Jerusalem.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*. New York: John Wiley and Sons.
- Palungkun, R. 2003. *Aneka Produk Olahan Kelapa*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Pari, G. 2004. Kajian Struktur Arang Aktif dari Serbuk Gergajian Kayu Sebagai Adsorben Emisi Formaldehida Kayu Lapis. *Disertasi*, Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Pekala, R.W., Alviso, C.T., Kong, F.M., dan Hulsey, S.S. 1992. *J. Non-Cryst.Solids*, 145, 90-98.

- Perry, R.H., dan Green, D.W. 1997. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, Seventh Edition. McGraw-Hill.
- Prahas, D., Kartika, Y., Indraswati, N., Ismadji, S. 2008. The Use of Activated Carbon Prepared from Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) Peel Waste for Methylene Blue Removal. *J. Environ. Protec. Sci.*, 2, 1-10
- Rodenas, M.A., Amoros, D.C., Solano, A.L. 2003. Understanding Chemical Reactions Between Carbons and NaOH and KOH: an Insight into The Chemical Activation Mechanism. *Carbon*, 41, 2, 267-275.
- Rodriquez, R. 1995. Chemistry and Physics of Carbon. *P.A., Thower*, Vol. 21, P.1.
- Rouquerol, F., Rouquerol, J. and Sing, K. 1999. Adsorption by Powders and Porous Solid. San Diego: Akademic Press.
- Xiaojun, M., Zhang, F., Zhu, J., Yu, L., Liu., X., 2014, Preparation of Highly Developed Mesoporous Activated Carbon Fiber from Liquefied Wood using Wood Charcoal as Additive and Ist Adsorption of Methylene blue from Solution. *Bioresource Technol.*, 164, 1-7
- Sánchez, A. R., Elguézabal, A. A. and Saenz, L. L. T. 2001. CO₂ Activation of Char from *Quercus Agrifolia* Wood Waste. *Carbon*, 39, 1367-1377.
- Sharma R.K., Kumar. A., and Joseph, P.E. 2008. Removal of Atrazine from Water by Low Cost Adsorbents Derived from Agricultural and Industrial Wastes. *B. Environ. Contam Tox.*, 80, 461-464.
- Shaw, J., Duncan, J.J. 1999. *Introductin to Colloid and Surface Chemistry*, 4th Edition. Butterwort-Heinemann.

- Smicek, M. And Cerny, S. 1970. *Active Carbon, Manufacture, Properties and Application*. New York: Elsevier Publishing Company.
- Serrano, E. G., Cordero, T., Mirasol, J. R., and Rodriguez, J. J. 1997. Development of Porosity upon Activation of Kraft Lignin with ZnCl₂. *Ind. Eng. Res.*, 36, 4832-4838.
- Silbey, R. And Alberty, R.A. 2001. *Physical Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Sivaraj, R., Rajendran, V., Gunalan, G. S. 2010. Preparation and Characterization of Carbons from Parthenium Biomass by Physical and Chemical Activation Techniques. *E-Journal Chem.*, 7, 4, 1314-1319.
- Smisek, M. and Cerny, S. 1970. *Active Carbon, Manufacture, Properties and Applications*. New York: Elsevier Publishing Company.
- Somboon, W., Mutitamongkol, P., and Tapaiboonkul, P. 2001. Removal of Colored Wastewater Generated from Hand-Made Textile Weaving Industry. Departement Chemistry, Faculty Science, King Mongkut University of Technology.
- Son, S.J., J.S. Choi, K.Y. Chro, S.D. Song, S.T. Vijayalalshmi and T.H. Kim. 2005. Development of Carbon Dioxide Adsorbents Using Carbon Materials Prepared from Coconut Shell. *Korean J. Chem. Eng.*, 22, 2, 291-297.
- Sricharornchaikul, V., Pechyen, C., Aht-ong, D., Atong, D. 2008. Preparation and Characterization of Activated Carbon from the Pyrolysis of Physic Nut (*Jatropha curcas* L.) Waste. *Energ. Fuels*, 22, 31-37.

- St Cloud Mining Company. 2006. St. Cloud Natural Zeolite 13. (Clinoptilolite) Product Information Sheet. Technical Report, 2 pp.
- Stretcher, P.G., Windholz, M., Lechy, D.S., Bolton, DD.M., Eaton, L.G. 1968. *The Merck Index*, Eight edition. New York, USA: Merck & Co. Inc.
- Stum, W., Morgan, J.J. 1981. *Aquatic Chemistry: An Introduction Emphasizing Chemical Equilibria in Natural Waters*. New York: John Wiley and Sons.
- Sudarryanto, Y. 2006. High Surface Area Activated Carbons Prepared from Cassia Peel by Chemical Activation. *Chem. Eng., Widya Mandala Surabaya Catholic University*, 734-739.
- Su-Ling, L., Ya-Nan, W., Kung-Tsung, L. 2014. Preparation and Pore Characterization of Activated Carbon from Ma Bamboo (*Dendrocalamus latiflorus*) by H₃PO₄ Chemical Activation. *J. Porous Mat.*, 21, 459-466.
- Suzuki, R.M. 2007. Preparation and Characterization of Activated Carbon from Rice Bran. Departemen Chemistry, Universidade Estadual de Maringó, Brazil, 1985-1991.
- Su, W., Zhou, L., Zhou, Y. 2003. Preparation of Microporous Activated Carbon from Coconut Shell Without Activating Agents. *J. Carbon*, 41, 861-863.
- Tae-Hwan, K., S.J. Lakshmi., S. Seok-Jin., and K.J. Dong. 2002. The Pore Mouth Tailoring of Coal and Coconut Char Through Acid Treatment Followed by Coke Deposition. *J. Porous Mat.* 9, 279-286.
- Tawalbeh, M., Mamdouh, A., Allawzi and Kandah, M. I. 2005. Production of Carbon from Jojoba Seed Residue

- by Chemical Activation Using a Static Bed Reactor. *J. Appl. Sci.*, 5, 3, 482-487.
- Teng, H., and Yeh, T. S. 1998. Preparation of Activated Carbon from Bituminous Coals with Zinc Chloride Activation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 37, 58-65.
- Teng, H., and Hsu, L.Y. 1999. High-Porosity Carbons Prepared from Bituminous Coal with Potassium Hydroxide Activation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38, 2947-2953.
- Teng, H., Hsu, L.Y. 2000. Influence of Different Chemical Reagents on the Preparation of Activated Carbons from Bituminous Coal. *Fuel Process. Technol.*, 64,1-3, 155-166
- Timur, S., Kantarli, I. C., Ikizoglu, E., Yanik, J. 2006. Preparation of Activated Carbon from Oreganum Stalks by Chemical Activation. *Energ. Fuels*, 20, 2636-2641.
- Tsai, W. T., Chang, C. Y., Wang, S. Y., Chang, C. F., Chien, S.F., and Sun, H.F. 2001. Utilization of Agricultural Waste Com Cob for the Preparation of Carbon Adsorbent. *J. Environ. Sci. Heal.*, 36, 677.
- Udin, M. T., Islam, M.S., and Abedin, M.Z. 2007. Adsorption of Phenol from Aqueous Solution by Water Hyacinth Ash. *J. Eng. Appl. Sci.*, 2, 2.
- Vasu, A.E. 2008. Removal of Phenol and o-Cresol by Adsorption on to Activated Carbon. *E-Journal Chem.*, 5, 2, 224-232
- Wan Mohd Ashri, W.D., Wan Shabuddin, W.A. 2003. Comparison on Pore Development of Carbon Produced from Palm Shell and Coconut Shell. *Bioresource Technol.*, 1-7

- Wang, J., Wu, F., Wang, M., Qiu, N., Liang, Y., Fang, S., Jiang, X. 2010. Preparation of Activated Carbon from a Renewable Agricultural Residue of Pruning Mulberry Shoot. *Afr. J. Biotechnol.*, 9, 19, 2762-2767.
- West, A.R. 1989. *Solid State Chemistry and Its Applications*. Singapore: John Wiley & Sons.
- Wojciechowska, M., Czajka, B., Pietrowski, M., dan Zieliński, M. 2000. MgF₂ as a Non-Conventional Catalytic Support Surface and Structure Characterization. *Catalysis Letters*, 66, 147-153 147.
- Woodroof, J.P. 1970. *Coconuts: Production Processing Products*, Second Edition, Evi publishing Company Inc, Westport-Connecticut
- Yakout, S.M., Sharaf El-Deen, G., 2012. Characterization of Activated Carbon Prepared by Phosphoric Acid Activation of Olive stones. *Arabian Journal Chemistry*, DOI: 10.1016/j.arabj.2011.12.002.
- Yang, T. and Lua, A. C. 2003. Characteristics of Activated Carbons Prepared from Pistachio-Nut Shells by Physical Activation. *J. Colloid and Interf. Sci.*, 267, 2, 408-417.
- Yasin, Y., Husein, M.Z., and Ahmad, F.H.J. 2007. Adsorption of Methylene Blue onto Treated Activated Carbon, *The Malaysian. J. Anal. Sci.*, 11, 11, 400-406.
- Yupeng, G., Yang, S., Yu, K., Zhao, J., Wang, Z., Xu, H. 2002. The Preparation and Mechanism Studies of Rice Husk Based porous Carbon. *Mater. Chem. and Phys.*, 74, 320-323.
- Zhang, Zhi-an., Mu, C., Yan-qing, L., Jie, L., Ye-xiang, L. 2009. Preparation and Electrochemical of Activated

Carbons by Chemical-Physical Activation. *J. Cent. South Univ. Technol*, 16, 0091-0095.

Zhonghua, H., Vansant, E. F. 1995. A New Composite Adsorbent Produced by Chemical Activation of Elutrilithe with Zinc Chloride. *J. Colloid and Interf. Sci.*, 176, 422-431.

~oOo~

Copyright © 2023
PENERBIT NEM

Tentang Penulis



Dr. Djefry Tani, M.Si., lahir di Langowan, 25 Maret 1959. Saat ini penulis tinggal di Kelurahan Paniki Bawah Mapanget, Kota Manado. Pendidikan yang ditempuh mulai dari S-1 di Fakultas Keguruan Ilmu Eksata IKIP Manado (lulus 1985), program Magister di Universitas Padjadjaran (UNPAD) dengan bidang khusus Kimia Analitik (lulus 2001), dan meraih gelas Dr. dari Universitas Gadjah Mada Yogyakarta dengan bidang keahlian Ilmu Kimia (lulus 2015). Selain menempuh pendidikan formal, penulis juga pernah mengikuti pendidikan nonformal Program Pelatihan *Basic Science* mata kuliah Kimia Fisik II (1991), dan mata kuliah Dasar-dasar Kimia Analitik di Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, Pelatihan Laboratorium (1993) di ITB dan FPMIPA IKIP Bandung, Pelatihan Metode Kimia dan Aplikasinya dalam Penelitian (2002) di Intitut Pertanian Bogor, Pelatihan Peningkatan Mutu Praktikum yang Relevan dengan Materi Perkuliahan Menggunakan Instrumentasi (2003) di FMIPA Universitas Malang.

Aktivitas penulis sekarang ini adalah Kepala Laboratorium dan dosen pada jenjang Sarjana S-1 Jurusan Kimia serta S-2 Ilmu kimia Universitas Negeri Manado. Jalin Kerja sama dengan penulis via surel djefritani@unima.ac.id.



Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif

Preparasi dan karakterisasi karbon aktif dari arang hasil pirolisis tempurung kelapa dan aplikasinya sebagai adsorben biru metilena. Preparasi dilakukan dengan metode kombinasi aktivasi kimia dan fisika dengan dialiri gas CO_2 . Aktivasi kimia dilakukan menggunakan aktivator KOH , H_3PO_4 , dan ZnCl_2 dengan variasi konsentrasi dan variasi waktu perendaman. Selanjutnya aktivasi fisika dilakukan pada variasi temperatur dan lama aktivasi. Sementara itu, uji aktivitas adsorpsi karbon aktif untuk mengadsorpsi biru metilena dengan cara menentukan kondisi optimum adsorpsi meliputi pH, waktu kontak, dan konsentrasi biru metilena. Kinetika adsorpsi dianalisis menggunakan beberapa model kinetika, dan model isotherm adsorpsi untuk menentukan kapasitas dan energi adsorpsi.

Karakterisasi karbon aktif meliputi sifat kimia dan fisika yang terdiri dari analisis secara makro dengan menentukan daya serap iodium. Sementara itu, analisis secara mikro meliputi: penentuan gugus fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), identifikasi sifat kekristalan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rerata jejari pori dengan adsorpsi N_2 menurut Brunauer-Emmet-Teller (BET). Morfologi karbon aktif dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), keseragaman pori dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM), dan uji stabilitas termal dengan *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetry Analysis* (DTA-TGA).

Buku ini membahas pembuatan dan karakterisasi karbon aktif hasil pirolisis arang tempurung kelapa menggunakan kombinasi aktivasi kimia dan fisika. Produk karbon aktif hasil kombinasi aktivasi kimia dan fisika mengalami perubahan sifat fisikokimia dari material dasar arang tempurung kelapa menjadi karbon aktif yang mempunyai struktur mesopori.

Hasil kajian kinetika diperoleh bahwa kapasitas adsorpsi karbon aktif terhadap biru metilena masing-masing sesuai dengan aktivator yang digunakan secara berturut-turut adalah aktivator KOH sesuai isotherm Langmuir sebesar $52,44 \text{ mg g}^{-1}$, aktivator H_3PO_4 sesuai isotherm Freundlich sebesar $0,4437 \text{ mg g}^{-1}$, dan aktivator ZnCl_2 sesuai isotherm Freundlich sebesar $5,54 \text{ mg g}^{-1}$. Dengan demikian karbon aktif hasil kombinasi aktivasi kimia dan fisika dapat digunakan sebagai adsorben. Kinetika adsorpsi larutan biru metilena oleh karbon aktif hasil aktivasi dengan aktivator KOH , H_3PO_4 , dan ZnCl_2 pada konsentrasi awal 50 mg L^{-1} secara berturut-turut adalah orde dua semu; orde dua; dan orde dua dengan konstanta laju adsorpsi (k) secara berturut-turut sebesar $0,2519 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1} \text{ min}^{-1}$; $11,26 \text{ mmol}^{-1} \text{ min}^{-1}$; dan $384,90 \text{ g } \mu\text{mol}^{-1} \text{ min}^{-1}$.