

KAJIAN PEMBUATAN ARANG AKTIF BERBAHAN BAKU BAGAS TEBU MELALUI KOMBINASI PROSES KARBONISASI HIDROTERMAL DAN AKTIVASI KIMIA

PREPARATION OF SUGARCANE BAGASSE-BASED ACTIVATED CARBON THROUGH COMBINATION OF HYDROTHERMAL CARBONIZATION AND CHEMICAL ACTIVATION PROCESSES

Nyimas Dewi Sartika^{1)*}, E. Gumbira-Sa'id²⁾, Machfud²⁾, Titi Candra Sunarti²⁾, Gustan Pari³⁾

¹⁾Pusat Audit Teknologi, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi,
Jl. MH Thamrin No.8, Jakarta
Email: nyimads@yahoo.com

²⁾Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor

³⁾Pusat Penelitian dan Pengembangan Keteknikan Kehutanan dan Pengolahan Hasil Hutan, Kementerian Kehutanan

ABSTRACT

Sugarcane bagasse-based activated carbon which has high adsorption capacity of color in microporous and mesoporous size in solution phase was produced through combination of hydrothermal carbonization (HTC) and chemical activation processes using phosphoric acid as an activating agent. The activated carbon which was obtained from HTC process at 250° C for 9 hours, followed by chemical activation process at 750° C for 90 minutes with an impregnation ratio of 10% (weight ratio of phosphoric acid to hydrochar) has a BET surface area of 903.47 m²/g, a total pore volume of 0.597 cm³/g (volume composition: 63.32% of micropores and 36.68 % of meso-macropores), an iodine number of 951.99 mg/g, and a methylene blue number of 170.40 mg/g. The FTIR analysis indicated the presence of an aromatic group and a polarity character in the activated carbon produced. The XRD analysis revealed that the activated carbon had hexagonal crystallite and mesoporous surface structures. The SEM analysis showed that the surface topography of the activated carbon had an average pore diameter between 3-10 µm.

Keywords: activated carbon, sugarcane bagasse, hydrothermal carbonization, chemical activation

ABSTRAK

Arang aktif berbahan baku bagas tebu yang memiliki kapasitas adsorpsi tinggi terhadap zat-zat warna berukuran mikropori dan mesopori pada fasa larutan telah dihasilkan melalui kombinasi proses karbonisasi hidrotermal dan aktivasi kimia dengan menggunakan bahan pengaktif berupa asam fosfat. Arang aktif yang diperoleh melalui perlakuan suhu 250°C selama 9 jam pada proses karbonisasi hidrotermal, yang dilanjutkan dengan perlakuan suhu 750°C selama 90 menit dengan rasio perendaman 10% (persentase bobot asam fosfat terhadap arang hidro) pada proses aktivasi kimia memiliki luas permukaan BET sebesar 903,47 m²/g, volume pori total sebesar 0,597 cm³/g (komposisi volume: mikropori 63,32% dan meso-makropori 36,68%), daya jerap iod sebesar 951,99 mg/g, serta daya jerap biru metilena sebesar 170,40 mg/g. Hasil analisis FTIR menunjukkan keberadaan gugus aromatik dan karakter polar pada arang aktif. Hasil analisis XRD mengindikasikan pembentukan material amorf yang baru (arang aktif) yang memiliki struktur kristalit berbentuk heksagonal dan struktur pori berukuran meso. Hasil analisis SEM memperlihatkan topografi permukaan arang aktif dengan diameter pori berkisar antara 3-10 µm.

Kata kunci: arang aktif, bagas tebu, karbonisasi hidrotermal, aktivasi kimia

PENDAHULUAN

Arang aktif merupakan bahan karbon berpori yang memiliki kemampuan adsorpsi terhadap bahan-bahan yang tidak diinginkan, rasa, warna, dan bau, baik pada fasa cairan maupun fasa gas. Aplikasi arang aktif sudah sejak lama dijumpai di berbagai industri, diantaranya adalah industri pemurnian air (Choromanski, 2004) dan industri pemurnian minyak (Haryono *et al.*, 2012). Seiring dengan semakin meningkatnya kebutuhan industri terhadap proses ramah lingkungan, konsumsi dunia terhadap arang aktif dari tahun ke tahun mengalami peningkatan secara cukup signifikan (Vernersson *et al.*, 2002). Namun demikian, salah satu bahan baku arang aktif yang paling banyak digunakan hingga

saat ini adalah batu bara (Ahmedna *et al.*, 2000; Qureshi *et al.*, 2008).

Mengingat keterbatasan cadangan dalam jangka panjang serta dampak lingkungan yang ditimbulkan, penggunaan batu bara harus mulai ditinggalkan dan disubstitusi dengan bahan-bahan terbarukan (Pendyal *et al.*, 1999a; Li *et al.*, 2008). Penelitian-penelitian terkini membuktikan bahwa semua bahan lignoselulosa berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku arang aktif, salah satunya adalah bagas tebu (Qureshi *et al.*, 2008; Kalderis *et al.*, 2008), dikarenakan limbah padat industri gula ini memiliki kadar karbon total yang cukup tinggi yaitu sekitar 44,60% (Hassuani *et al.*, 2005).

*Penulis untuk korespondensi

Pada prinsipnya, arang aktif dapat dibuat melalui cara fisika dan cara kimia (Marsh dan Rodriguez-Reinoso, 2006). Pembuatan arang aktif secara fisika umumnya berlangsung dalam dua tahap meliputi tahap pembentukan pori (proses karbonisasi) pada suhu 400-600°C dan tahap pengaktifan pori (proses aktivasi) pada suhu 800-1100°C (Sufnarski, 1999), dengan gas pengaktif antara lain berupa H₂O (Li *et al.*, 2008), CO₂ (Mudoga *et al.*, 2008), dan N₂ (Qureshi *et al.*, 2008), sedangkan pembuatan arang aktif secara kimia umumnya berlangsung dalam satu tahap pada suhu 500-900°C (Sufnarski, 1999), dengan bahan pengaktif antara lain berupa H₃PO₄ (Vernersson *et al.*, 2002), ZnCl₂ (Kalderis *et al.*, 2008), dan KOH (Sudaryanto *et al.*, 2006).

Arang aktif yang dijumpai saat ini di pasaran umumnya didominasi oleh struktur mikropori yang hanya cocok digunakan sebagai adsorben pada fasa gas. Padahal untuk berbagai aplikasi industri, dibutuhkan arang aktif yang memiliki perpaduan struktur mikropori dan mesopori, khususnya sebagai adsorben zat-zat warna pada fasa larutan, atau sebagai katalis dan *support* katalis (Klijanienko *et al.*, 2008).

Proses karbonisasi hidrotermal (HTC *hydrothermal carbonization*) sangat potensial untuk diaplikasikan pada pembuatan arang aktif, dikarenakan proses karbonisasi ini umumnya berlangsung pada suhu relatif rendah, menggunakan air sebagai media karbonisasi, serta mampu menghasilkan arang aktif yang memiliki luas permukaan besar dan berstruktur mesopori, serta kaya gugus fungsi oksigen (Sevilla dan Titirici, 2012; Hu *et al.*, 2008). Proses aktivasi secara kimia dengan bahan pengaktif berupa asam fosfat umumnya mampu menghasilkan arang aktif yang memiliki rendemen cukup tinggi dan berstruktur mesopori, serta aman bagi kesehatan dan lingkungan (Vernersson *et al.*, 2002; Diao *et al.*, 2002; Guo dan Rockstraw, 2007; Patnukao *et al.*, 2008; Kalderis *et al.*, 2008; Klijanienko *et al.*, 2008; Yakout dan El-Deen, 2012).

Secara umum, penelitian ini bertujuan menghasilkan arang aktif berbahan baku bagas tebu yang memiliki kapasitas adsorpsi tinggi terhadap zat-zat warna berukuran mikropori dan mesopori pada fasa larutan. Pembuatan arang aktif dilakukan melalui proses HTC pada suhu 250 °C selama 9 jam, yang dikombinasikan dengan proses aktivasi kimia pada suhu 500-750 °C selama 60-90 menit dengan rasio perendaman 10-20% (persentase bobot asam fosfat terhadap arang), dengan menggunakan bahan pengaktif berupa asam fosfat.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah bagas tebu yang diperoleh dari Pabrik Gula Sragi (Pekalongan), larutan asam fosfat (H₃PO₄) 32%

(b/b), larutan iod (I₂) 0,1 N, larutan natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,1 N, larutan biru metilena (C₁₆H₁₈N₃ClS) 1200 ppm (b/b), larutan kanji 1% (b/b), dan akuades. Alat-alat yang digunakan adalah *Elemental Analyzer Leco CHN 2000*, *Surface Area Analyzer Quantachrome Instruments Quadrasorp SI*, *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectrometer* Bruker Tensor 27, *X-Ray Diffractometer (XRD)* 7000 Shimadzu, *Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectrophotometer* 1700 PharmaSpec Shimadzu, *Scanning Electron Microscope (SEM)* Zeiss EVO®50, tungku hidrotermal, tungku aktivasi (*retort*), termokopel, ketel uap, neraca analitik, oven listrik, pH meter, penangas air, pengaduk magnetik, dan alat-alat gelas.

Pembuatan Arang Hidro dan Arang Aktif

Sebanyak 500 g bagas tebu dan 6 L air dimasukkan ke dalam tungku hidrotermal, kemudian dipanaskan pada suhu 250°C selama 9 jam. Setelah itu, arang yang dihasilkan (arang hidro) didinginkan di dalam tungku selama 12 jam, dicuci dengan air hingga pH netral, dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam, kemudian ditimbang bobotnya.

Sebanyak 20 g sampel arang hidro direndam selama 24 jam di dalam larutan asam fosfat dengan rasio perendaman (10; 20%) (persentase bobot asam fosfat terhadap arang), kemudian ditiriskan pada suhu kamar selama 24 jam. Arang hidro selanjutnya dimasukkan ke dalam tungku aktivasi, suhu tungku dinaikkan secara bertahap hingga mencapai suhu aktivasi (500; 750°C). Pada saat suhu aktivasi tercapai, uap air dialirkan ke dalam tungku selama waktu aktivasi (60; 90 menit). Setelah didinginkan selama 12 jam di dalam tungku, arang aktif dicuci dengan akuades pada suhu 70-80°C hingga pH netral, dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam, kemudian ditimbang bobotnya.

Karakterisasi Bahan

Pada penelitian ini, perlakuan suhu, waktu, dan rasio perendaman pada proses aktivasi kimia ditetapkan berdasarkan respons berupa daya jerap iod, daya jerap biru metilena, dan rendemen. Daya jerap iod didefinisikan sebagai banyaknya iod (dalam mg) yang dapat dijerap oleh 1 g arang aktif, sedangkan daya jerap biru metilena didefinisikan sebagai banyaknya biru metilena (dalam mg) yang dapat dijerap oleh 1 g arang aktif (Pradhan, 2011).

Daya jerap iod dan biru metilena ditetapkan berdasarkan SNI 06-3730-1995 (BSN 1995). Rendemen arang aktif ditetapkan berdasarkan metode *Association of Official Agricultural Chemists (AOAC)* menggunakan persamaan (1) dan (2) berikut ini (Haji *et al.*, 2010).

$$\text{Bobot kering arang (\%)} = \frac{\text{bobot arang}}{100 + \text{kadar air}} \times 100\% \dots (1)$$

$$\text{Rendemen arang aktif (\%)} = \frac{\text{bobot kering arang aktif}}{\text{bobot kering arang}} \times 100\% \quad \dots \dots \dots (2)$$

Karakteristik struktur permukaan pori pada arang aktif ditetapkan berdasarkan adsorpsi fisik (*physisorption*) gas nitrogen pada suhu -196°C. Sebelum dianalisis, sampel arang aktif di-degassing selama 7 jam pada suhu 350°C dan tekanan 4.10^4 Pa. Luas permukaan spesifik (S_{BET}) ditetapkan berdasarkan metode BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) pada tekanan relatif $0,05 < p/p_0 < 0,30$, sedangkan volume pori total (V_T) ditetapkan berdasarkan volume nitrogen yang teradsorpsi pada tekanan relatif tertinggi yaitu $p/p_0 = 0,99$. Volume mikropori ditetapkan berdasarkan metode *t-Plot*, sedangkan volume meso-makropori ditetapkan sebagai selisih antara volume pori total dan volume mikropori. Dengan asumsi bahwa pori-pori berbentuk paralel dan silinder, jari-jari pori rata-rata (r_m) dihitung menggunakan persamaan (3) berikut ini (Vernersson et al., 2002):

Karakterisasi bagas tebu, arang hidro dan arang aktif dilakukan dengan teknik FTIR menggunakan metode ATR (*Attenuated Total Reflectance*) dengan mengacu pada ASTM (*American Standard Test and Method*) E1252-07, yang direkam pada bilangan gelombang berkisar antara $600\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Ketiga bahan kemudian dikarakterisasi dengan teknik SEM dengan perbesaran 2500 kali. Untuk memperoleh mikrograf SEM yang lebih jelas, sampel bahan yang memiliki konduktivitas tinggi, seperti bagas tebu dan arang hidro, terlebih dahulu dilapisi dengan emas murni.

Karakterisasi bagas tebu dan padatan selanjutnya dilakukan dengan teknik XRD menggunakan radiasi CuK α pada panjang gelombang $\lambda = 15,41$ nm, tegangan 40 kV, dan arus 30 mA, dengan rentang sudut difraksi (2θ) = 10-80°.

Jarak antar kisi (d) pada kristalit dihitung menggunakan persamaan (4) berikut ini (Pari, 2004).

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Suhu, Waktu, dan Rasio Perendaman terhadap Daya Jerap dan Rendemen Arang Aktif

Menurut Sufnarski (1999), daya jerap iod dapat digunakan sebagai indikator keberadaan struktur mikropori pada arang aktif, dimana banyaknya molekul iod yang teradsorpsi pada permukaan arang aktif umumnya berbanding lurus dengan luas permukaan pori berdiameter sekitar 1,0 nm, sedangkan daya jerap biru metilena dapat digunakan sebagai indikator keberadaan struktur mesopori, dimana banyaknya molekul biru metilena yang teradsorpsi umumnya berbanding lurus dengan luas permukaan pori berdiameter sekitar 1,5 nm. Hasil sidik ragam ($\alpha = 0,05$) dan uji beda Duncan dari pengaruh suhu aktivasi, waktu aktivasi, dan rasio perendaman terhadap daya jerap iod dan biru metilena arang aktif dapat dilihat pada Tabel 1.

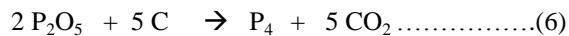
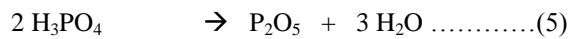
Peningkatan suhu yang berlangsung selama proses aktivasi kimia dengan menggunakan bahan pengaktif berupa asam fosfat dapat mengakibatkan terjadinya transformasi asam fosfat menjadi asam-asam polifosfat, serta pembentukan senyawa ester fosfat dan ester polifosfat pada matriks prekursor (Nahil dan Williams, 2012). Pada suhu di atas 600°C, di satu sisi senyawa-senyawa H_3PO_4 , $H_2PO_4^-$, dan $H_2P_2O_7^{2-}$ dapat menguap yang menyebabkan terputusnya ikatan ester fosfat dan polifosfat pada matriks prekursor (Nahil dan Williams ,2012), di sisi lain asam fosfat dapat bereaksi dengan karbon yang terkandung dalam biomassa dengan mekanisme reaksi disajikan pada persamaan 5 dan 6 (Khorboot, 2009).

Tabel 1. Rendemen, daya jerap iod dan biru metilena arang aktif yang dihasilkan melalui kombinasi proses HTC dan aktivasi kimia

| Kode Sampel | Rendemen (% bobot bagas tebu) | Daya Jerap Iod (mg/g) | Daya Jerap Biru Metilena (mg/g) |
|-------------|----------------------------------|--------------------------|------------------------------------|
| AHK111 | 6,60 | 544,50 ^e | 21,18 ^{dce} |
| AHK112 | 6,99 | 429,96 ^f | 26,18 ^{dc} |
| AHK121 | 5,58 | 364,08 ^g | 19,01 ^{de} |
| AHK122 | 6,15 | 355,68 ^g | 10,86 ^e |
| AHK211 | 4,66 | 783,59 ^b | 78,79 ^b |
| AHK212 | 5,44 | 610,80 ^d | 34,77 ^c |
| AHK221 | 3,95 | 951,99 ^a | 170,40 ^a |
| AHK222 | 4,66 | 657,41 ^c | 68,90 ^b |

Keterangan:

- Kode AHK menunjukkan arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC dan aktivasi kimia dengan bahan pengaktif asam fosfat;
 - Indeks pertama menunjukkan perlakuan suhu aktivasi ($500; 750^{\circ}\text{C}$);
 - Indeks kedua menunjukkan perlakuan waktu aktivasi (60; 90 menit);
 - Indeks ketiga menunjukkan perlakuan rasio perendaman (10; 20%).



Pada umumnya, daya jerap iod dan biru metilena arang aktif meningkat seiring dengan kenaikan suhu dan waktu aktivasi, namun menurun seiring dengan kenaikan rasio perendaman. Semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu pada proses aktivasi mengakibatkan semakin banyaknya ikatan ester fosfat dan polifosfat yang terputus, sehingga semakin banyak pori-pori baru yang terbentuk. Pada suhu tinggi, semakin banyaknya asam fosfat yang dapat bereaksi dengan karbon mengakibatkan semakin membesarnya pori-pori pada permukaan arang aktif, sehingga semakin banyak struktur mikropori yang berubah menjadi struktur mesopori atau bahkan makropori.

Pada penelitian ini, daya jerap iod dan biru metilena yang tertinggi, yaitu sebesar 951,99 dan 170,40 mg/g, diperoleh melalui kombinasi proses HTC pada suhu 250°C dan waktu 9 jam dengan proses aktivasi kimia pada suhu 750°C, waktu 90 menit, dan rasio perendaman 10%. Kedua nilai tersebut memenuhi SNI 06-3730-1995 tentang arang aktif teknis yang mempersyaratkan daya jerap iod dan biru metilena minimal sebesar 750 dan 120 mg/g (untuk arang aktif berbentuk serbuk) (BSN, 1995). Sebagai perbandingan, arang aktif berbahan baku bagas tebu yang dihasilkan melalui kombinasi proses karbonisasi pirolisis dan aktivasi fisika dengan menggunakan gas pengaktif berupa uap air pada suhu 800°C selama 20 menit memiliki daya jerap iod dan biru metilena sebesar 894 dan 152 mg/g (Jaguaribe *et al.*, 2005).

Perolehan rendemen merupakan kriteria yang umumnya digunakan untuk menilai kelayakan ekonomi dari pemilihan bahan baku dan teknologi proses pada pembuatan arang aktif, mengingat rendemen produk umumnya terkait langsung dengan biaya produksi. Pada penelitian ini, diperoleh rendemen arang aktif yang relatif rendah, yaitu berkisar antara 3,95-6,99%, seperti dapat dilihat pada Tabel 1. Sebagai perbandingan, rendemen arang aktif berbahan baku bagas tebu yang dihasilkan oleh Qureshi *et al.* (2008) melalui proses karbonisasi pirolisis pada suhu 700°C yang dilanjutkan dengan proses aktivasi fisika pada suhu 700-900°C mencapai kisaran 15-23%. Lebih rendahnya rendemen arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC dibandingkan dengan proses karbonisasi pirolisis diduga disebabkan oleh tingginya tekanan di dalam tungku hidrotermal hingga mencapai 4.10^6 Pa serta penggunaan air sebagai bahan pelarut pada proses HTC.

Semakin tinggi suhu aktivasi dan semakin lama waktu aktivasi mengakibatkan jumlah karbon

yang bereaksi dengan asam fosfat semakin banyak, jumlah karbon yang tersisa pada matriks prekursor semakin sedikit, sehingga rendemen arang aktif yang dihasilkan semakin rendah. Semakin tinggi rasio perendaman, semakin banyak senyawa ester fosfat dan senyawa ester polifosfat pada matriks prekursor yang terbentuk, penusutan kadar karbon dan kehilangan zat terbang selama proses pemanasan semakin terbatas, sehingga rendemen arang aktif yang dihasilkan semakin tinggi (Vernersson *et al.*, 2002; Kalderis *et al.*, 2008; Patnukao *et al.*, 2008).

Hasil Analisis Struktur Permukaan

Tabel 2 memperlihatkan luas permukaan BET dan volume pori total berdasarkan analisis struktur permukaan pori yang dilakukan terhadap empat sampel arang aktif yang dihasilkan melalui (1) kombinasi proses karbonisasi pirolisis dan aktivasi fisika; (2) kombinasi proses karbonisasi pirolisis dan aktivasi kimia; (3) kombinasi proses HTC dan aktivasi fisika; serta (4) kombinasi proses HTC dan aktivasi kimia. Kombinasi proses HTC dan aktivasi kimia menghasilkan arang aktif yang memiliki luas permukaan BET (S_{BET}) dan volume pori total (V_T) yang tertinggi, yaitu sebesar $903,47 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $0,597 \text{ cm}^3/\text{g}$, dengan komposisi volume mikropori dan meso-makropori sebesar 36,68 dan 63,32%. Secara umum, arang aktif yang dihasilkan melalui kombinasi proses HTC dan aktivasi kimia dapat digolongkan ke dalam material mesopori, karena memiliki diameter pori rata-rata sebesar 2,64 nm (Cuhadar, 2005).

Sebagai perbandingan, arang aktif dari bagas tebu yang dihasilkan melalui proses aktivasi kimia (satu tahap) pada suhu 400-800 °C, waktu 30-60 menit, dan rasio perendaman 75-100% memiliki luas permukaan BET tertinggi sebesar $173\text{ m}^2/\text{g}$ (bahan pengaktif berupa H_3PO_4) dan sebesar $674\text{ m}^2/\text{g}$ (bahan pengaktif berupa ZnCl_2) (Kalderis *et al.*, 2008). Arang aktif dari bagas tebu yang dihasilkan melalui proses aktivasi fisika memiliki luas permukaan BET berkisar antara 135 - $440\text{ m}^2/\text{g}$ (gas pengaktif berupa campuran N_2 dan CO_2) (Pendyal *et al.*, 1999b) dan sebesar $806\text{ m}^2/\text{g}$ (gas pengaktif berupa uap air) (Jaguaribe *et al.*, 2005).

Hasil Analisis Gugus Fungsi

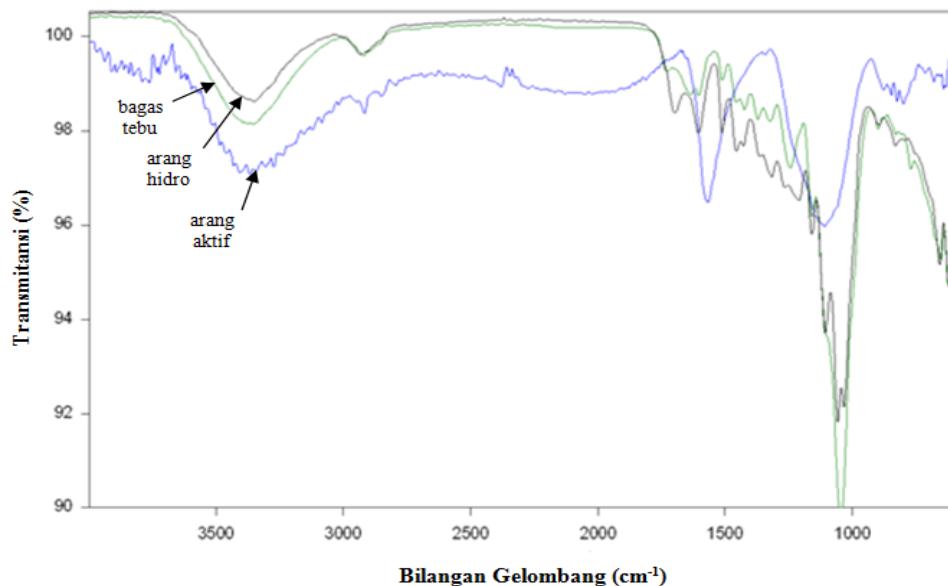
Analisis FTIR yang dilakukan terhadap bagas tebu, arang hidro dan arang aktif bertujuan mengetahui perubahan struktur kimia (gugus-gugus fungsi) yang terjadi selama proses HTC dan aktivasi kimia. Spektrum FTIR bagas tebu, arang hidro dan arang aktif dapat dilihat pada Gambar 1, sedangkan bilangan gelombang dan transmitansi serapan IR untuk ketiga bahan dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 2. Karakteristik struktur permukaan pori arang aktif yang dihasilkan melalui kombinasi proses karbonisasi (hidrotermal dan pirolisis) dan proses aktivasi (fisika dan kimia)

| Parameter | Satuan | APF21 | APK221 | AHF21 | AHK221 |
|------------------------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| Luas permukaan BET (S_{BET}) | m^2/g | 332,16 | 786,06 | 772,69 | 903,48 |
| Volume pori total (V_T) | cm^3/g | 0,237 | 0,485 | 0,518 | 0,597 |
| Volume mikropori | cm^3/g | 0,135 | 0,313 | 0,326 | 0,378 |
| | % | 56,96 | 64,54 | 62,93 | 63,32 |
| Volume meso-makropori*) | cm^3/g | 0,102 | 0,172 | 0,192 | 0,219 |
| | % | 43,04 | 35,46 | 37,07 | 36,68 |
| Jari-jari pori rata-rata (r_m) | nm | 1,426 | 1,233 | 1,341 | 1,320 |

Keterangan:

- *) melalui selisih antara volume pori total dan volume mikropori;
- Kode APF21 menunjukkan arang aktif yang dihasilkan melalui proses karbonisasi pirolisis pada suhu 450°C dan waktu 5 jam, serta proses aktivasi fisika pada suhu 750°C dan waktu 60 menit;
- Kode APK221 menunjukkan arang aktif yang dihasilkan melalui proses karbonisasi pirolisis pada suhu 450°C dan waktu 5 jam, serta proses aktivasi kimia pada suhu 750°C, waktu 90 menit, dan rasio perendaman 10%;
- Kode AHF21 menunjukkan arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC pada suhu 250 °C dan waktu 9 jam, serta proses aktivasi fisika pada suhu 750°C dan waktu 60 menit;
- Kode AHK221 menunjukkan arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC pada suhu 250°C dan waktu 9 jam, serta proses aktivasi kimia pada suhu 750°C, waktu 90 menit, dan rasio perendaman 10%.



Gambar 1. Spektrum FTIR bagas tebu (hijau), arang hidro (hitam), dan arang aktif (biru)

Tabel 3. Bilangan gelombang dan transmitansi serapan IR bagas tebu, arang hidro dan arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC dan aktivasi kimia

| Jenis Gugus Fungsi | Bagas Tebu | | Arang Hidro | | Arang Aktif | |
|----------------------|--------------------------------|------------|--------------------------------|------------|--------------------------------|------------|
| | Bil. Gel. (cm^{-1}) | Trans. (%) | Bil. Gel. (cm^{-1}) | Trans. (%) | Bil. Gel. (cm^{-1}) | Trans. (%) |
| O-H alkohol | 3354 | 98,2 | 3349 | 98,7 | 3399 | 98,3 |
| C-H alifatik (ulur) | 2918 | 99,6 | 2932 | 99,7 | 2918 | 99,2 |
| C=O ester | 1729 | 99,4 | 1698 | 98,7 | 1739 | 99,7 |
| C=C alifatik | 1635 | 98,8 | - | - | - | - |
| C=C aromatik | 1604 | 98,8 | 1604 | 98,1 | 1574 | 97,8 |
| C-H alifatik (tekuk) | 1424 | 98,6 | 1428 | 97,8 | - | - |
| C-O-C eter | 1160 | 96,3 | 1160 | 96,7 | - | - |
| C-O alkohol primer | 1044 | 90,0 | 1034 | 92,2 | 1117 | 97,9 |
| β -glikosida | 899 | 98,2 | 897 | 98,2 | 881 | 99,4 |
| C-H aromatik | - | - | 797 | 98,0 | 810 | 99,1 |

Secara umum, pola spektrum FTIR arang hidro sangat mirip dengan bagas tebu, dimana beberapa serapan inframerah yang khas dari senyawa-senyawa kimia yang terkandung dalam bagas tebu masih dijumpai pada arang hidro. Pada spektrum FTIR arang hidro, pita serapan pada bilangan gelombang 1698 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C=O ester yang berasal dari senyawa hemiselulosa, pita serapan pada bilangan gelombang 1604 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C=C aromatik yang berasal dari senyawa lignin, dan pita serapan pada bilangan gelombang 897 cm^{-1} menunjukkan vibrasi β -glikosida yang berasal dari senyawa selulosa (Corrales *et al.*, 2012).

Pita serapan pada bilangan gelombang 1160 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-O-C eter dan bilangan gelombang 1034 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-O dari C-OH primer (Pradhan 2011). Pita serapan pada bilangan gelombang 3349 cm^{-1} menunjukkan vibrasi O-H (Yakout dan El-Deen, 2012). Pita serapan pada bilangan gelombang 2932 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-H alifatik (ulur) dan bilangan gelombang 1428 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-H alifatik (tekuk) (Cuhadaroglu dan Uygun, 2008). Pita serapan pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi C=C alifatik tidak lagi dijumpai pada spektrum arang hidro (Wibowo *et al.*, 2011), sebaliknya muncul pita serapan baru pada bilangan gelombang 797 cm^{-1} yang diduga kuat berasal dari vibrasi C-H aromatik.

Pergeseran bilangan gelombang dan perubahan intensitas yang terjadi pada spektrum FTIR arang hidro dibandingkan dengan bagas tebu mengindikasikan mulai terjadinya proses degradasi senyawa-senyawa kimia yang terkandung dalam bagas tebu selama proses HTC, khususnya senyawa hemiselulosa, namun belum dijumpai perubahan gugus-gugus fungsi secara signifikan. Hal ini diperkuat oleh Brebu dan Vasile (2010) yang berkesimpulan bahwa senyawa hemiselulosa umumnya terdegradasi pada kisaran suhu $200-300^\circ\text{C}$, senyawa selulosa terdegradasi pada kisaran suhu $300-400^\circ\text{C}$, sedangkan senyawa lignin terdegradasi lebih lambat pada kisaran suhu $200-500^\circ\text{C}$, mengingat senyawa lignin memiliki struktur aromatik dengan berbagai gugus fungsi oksigen yang memiliki stabilitas termal yang berbeda-beda.

Secara umum, pola spektrum FTIR arang aktif lebih sederhana dibandingkan dengan arang hidro, khususnya pada bilangan gelombang $1000-3400\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan yang menunjukkan vibrasi O-H alkohol, C-H alifatik (ulur), dan C=C aromatik mengalami pergeseran bilangan gelombang dari 3349 ke 3399 cm^{-1} , dari 2932 ke 2918 cm^{-1} , dan dari 1604 ke 1574 cm^{-1} , serta peningkatan intensitas serapan dibandingkan dengan arang hidro. Pita serapan yang menunjukkan vibrasi C=O ester, C-O dari C-OH primer, β -glikosida, serta C-H aromatik mengalami pergeseran bilangan gelombang dari 1698 ke 1739 cm^{-1} , dari 1034 ke 1117 cm^{-1} , dari 897

ke 881 cm^{-1} , dan dari 797 ke 810 cm^{-1} , serta penurunan intensitas serapan. Namun, pita serapan yang menunjukkan vibrasi C-H alifatik (tekuk) dan C-O-C eter tidak lagi dijumpai pada spektrum arang aktif.

Proses aktivasi kimia dengan menggunakan asam fosfat sebagai bahan pengaktif mengakibatkan terjadinya pembentukan senyawa ester fosfat dan ester polifosfat yang terikat kuat pada matriks prekursor. Hal ini diindikasikan oleh pelebaran pita serapan pada bilangan gelombang $1000-1300\text{ cm}^{-1}$ pada spektrum arang aktif, yang diduga berasal dari tumpang tindihnya pita serapan yang menunjukkan vibrasi C-O-C eter dan vibrasi C-O dari C-OH primer, dengan pita serapan yang menunjukkan vibrasi P=O, O-C pada P-O-C, P=OOH, P-O pada ester fosfat, dan rantai P-O-P simetrik (Yakout dan El-Deen, 2012).

Pergeseran bilangan gelombang dan perubahan intensitas serapan yang terjadi pada spektrum FTIR arang aktif dibandingkan dengan arang hidro mengindikasikan terjadinya perubahan gugus-gugus fungsi selama proses aktivasi kimia. Peningkatan intensitas serapan secara cukup signifikan pada bilangan gelombang 1574 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi C=C aromatik merupakan indikasi pembentukan struktur aromatik pada arang aktif (Pari, 2004). Pita serapan yang menunjukkan vibrasi O-H dengan intensitas yang cukup tinggi pada spektrum FTIR arang aktif mengindikasikan bahwa arang aktif yang dihasilkan melalui kombinasi proses HTC dan aktivasi kimia cenderung bersifat polar, sehingga cocok untuk digunakan sebagai adsorben molekul-molekul organik yang cenderung bersifat polar, seperti senyawa-senyawa warna pada larutan nira (Lempang *et al.*, 2011; Sevilla dan Titirici, 2012).

Hasil Analisis Struktur Kristalit

Analisis XRD yang dilakukan terhadap bagas tebu, arang hidro dan arang aktif bertujuan mengetahui perubahan struktur kristalit yang terjadi selama proses HTC dan aktivasi kimia. Hasil analisis XRD bagas tebu, arang hidro, dan arang aktif dapat dilihat pada Gambar 2, sedangkan sudut difraksi dan jarak antar kisi pada ketiga bahan dapat dilihat pada Tabel 4.

Secara umum, profil difraktogram sinar-X arang hidro sangat mirip dengan bagas tebu. Puncak utama yang lancip pada sudut difraksi (2θ) = $22,09^\circ$ pada difraktogram sinar-X bagas tebu, serta pada sudut difraksi (2θ) = $22,13^\circ$ pada difraktogram sinar-X arang hidro, diduga kuat berasal dari struktur kristalit senyawa selulosa (Rosa *et al.* 2010). Pergeseran sudut dan penurunan intensitas difraksi menunjukkan bahwa selama proses HTC senyawa-senyawa kimia pada bagas tebu mulai terdegradasi, namun belum mengalami perubahan struktur kristalit.

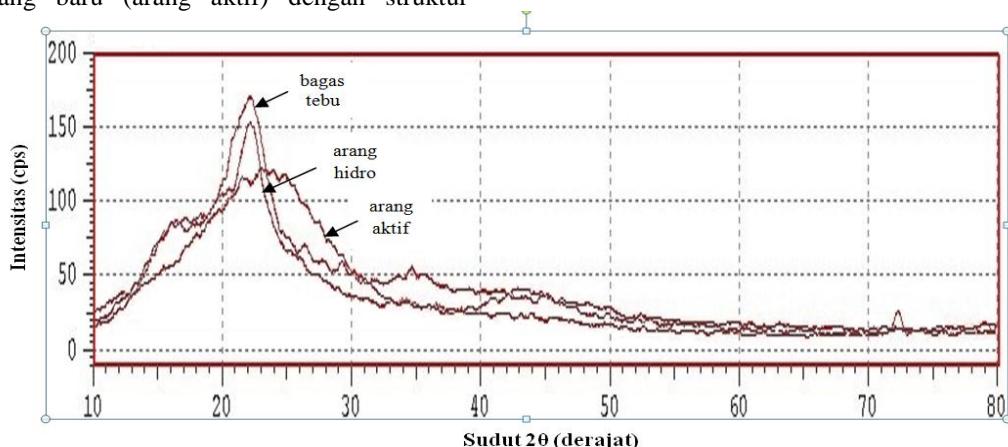
Puncak difraksi yang memperlihatkan keberadaan senyawa selulosa tidak dijumpai pada difraktogram sinar-X arang aktif. Difraktogram sinar-X arang aktif memperlihatkan dua puncak utama pada sudut difraksi $2\theta = 22,99^\circ$ dengan jarak antar kisi (d) = 0,387, dan sudut difraksi $2\theta = 42,87^\circ$ dengan jarak antar kisi (d) = 0,211 nm, yang diduga kuat merupakan refleksi bidang (002) dan bidang (101) dari struktur kristalit heksagonal pada arang aktif. Puncak difraksi yang tumpul dengan intensitas difraksi yang rendah pada difraktogram sinar-X menunjukkan keberadaan struktur material dengan tingkat kristalinitas rendah (material amorf) (Prasetyoko *et al.*, 2011), dimana banyaknya fasa amorf yang terbentuk pada difraktogram sinar-X umumnya berkaitan langsung dengan banyaknya struktur mesopori yang terkandung dalam material yang dianalisis (Hartanto *et al.*, 2011). Secara umum, dapat disimpulkan bahwa selama proses aktivasi kimia telah terjadi pembentukan material amorf yang baru (arang aktif) dengan struktur

kristalit berbentuk heksagonal dan struktur pori berukuran meso.

Hasil Analisis Topografi Permukaan

Analisis SEM yang dilakukan terhadap bagas tebu, arang hidro, dan arang aktif bertujuan mengetahui tingkat porositas permukaan sebelum dan sesudah proses HTC dan aktivasi kimia. Hasil analisis SEM yang dilakukan terhadap bagas tebu, arang hidro, dan arang aktif dapat dilihat pada Gambar 3.

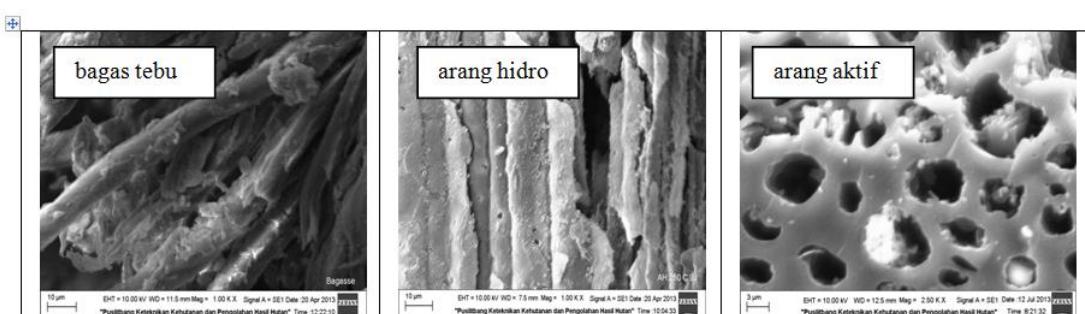
Pada mikrograf SEM bagas tebu, pori-pori pada permukaan bagas tebu tidak tampak secara jelas. Mikrograf SEM arang hidro memperlihatkan perubahan tekstur pada permukaan arang hidro dibandingkan dengan bagas tebu, hal ini menunjukkan mulai terjadinya degradasi senyawa hemiselulosa yang terkandung dalam bagas tebu selama proses HTC, yang didukung oleh hasil analisis FTIR dan XRD.



Gambar 2. Difraktogram sinar-X bagas tebu, arang hidro, dan arang aktif

Tabel 4. Sudut difraksi dan jarak antar kisi pada arang hidro dan arang aktif yang dihasilkan melalui proses HTC dan aktivasi kimia

| Uraian | Sudut Difraksi $2\theta_1$ (°) | Jarak Antar Kisi d_1 (nm) | Sudut Difraksi $2\theta_2$ (°) | Jarak Antar Kisi d_2 (nm) |
|-------------|-----------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| Bagas Tebu | 22,09 | 0,402 | - | - |
| Arang Hidro | 22,13 | 0,401 | - | - |
| Arang Aktif | 22,99 | 0,387 | 42,87 | 0,211 |



Gambar 3. Mikrograf SEM bagas tebu, arang hidro, dan arang aktif (perbesaran 2500 kali)

Hasil analisis SEM memperlihatkan permukaan arang aktif yang bersih dengan ukuran pori-pori berkisar antara 3-10 μm . Keberadaan struktur pori yang berukuran cukup besar pada arang aktif diakibatkan oleh pembentukan senyawa ester fosfat pada matriks prekursor selama proses aktivasi kimia, kristalit karbon mengalami dilatasi, sehingga meninggalkan pori-pori yang cukup besar pada arang aktif pasca pencucian dengan air.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Kombinasi proses karbonisasi hidrotermal dan aktivasi kimia mampu menghasilkan arang aktif yang memiliki kapasitas adsorpsi tinggi terhadap zat-zat warna berukuran mikropori dan mesopori pada fasa larutan. Pada penelitian ini, perlakuan suhu 250°C selama 9 jam pada proses karbonisasi hidrotermal, yang dikombinasikan dengan perlakuan suhu 750°C selama 90 menit dan rasio perendaman 10% (b/b) pada proses aktivasi kimia telah menghasilkan arang aktif yang memiliki luas permukaan BET sebesar 903,47 m^2/g dan volume pori total sebesar 0,597 cm^3/g , dengan komposisi volume mikropori dan meso-makropori sebesar 63,32 dan 36,68%.

Dengan memiliki daya jerap iod sebesar 951,99 dan daya jerap biru metilena sebesar 170,40 mg/g, arang aktif yang dihasilkan pada penelitian ini telah memenuhi kriteria daya jerap iod dan biru metilena yang dipersyarikatan dalam SNI 06-3730-1995 tentang arang aktif teknis. Di samping itu, arang aktif yang dihasilkan melalui kombinasi proses karbonisasi dan aktivasi kimia umumnya bersifat polar yang berasal dari gugus fungsi O-H, sehingga memiliki afinitas yang tinggi terhadap senyawa-senyawa adsorbat yang bersifat polar.

Saran

Kelemahan penelitian ini adalah rendemen yang masih rendah, sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut dalam upaya meningkatkan rendemen arang aktif yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmedna M, Marshall WE, dan Rao RM. 2000. Production of granular activated carbon from selected agricultural by-products and evaluation of their physical, chemical and adsorption properties. *Biores Technol.* 71:113-123.
- [BSN] Badan Standarisasi Nasional. 1995. Standar Nasional Indonesia Nomor 06-3730-1995 tentang Arang Aktif Teknis. Jakarta (ID): BSN.
- Brebu M dan Vasile C. 2010. Thermal degradation of lignin-A review. *Cellulose Chem Technol.* 44 (9):353-363.

- Choromanski J. 2004. Activated carbon. *First Aquality Symposium*; 2004 April 2-4; Lisboa, Portugal. Tersedia pada: <https://pipl.com/directory/name/choromanski/joe/>. [diunduh 2012 Des 6].
- Corrales RCNR, Mendes FMT, Perrone CC, Sant'Anna C, de Souza W, Abud Y, da Silva Bon EP, Ferreira-Leitao V. 2012. Structural evaluation of sugar cane bagasse steam pretreated in the presence of CO₂ and SO₂. *Biotechnol for Biofuels.* 5:36.
- Cuhadar C. 2005. Production and characterization of activated carbon from hazelnut shell and hazelnut husk. [Tesis]. Ankara (TR): Middle East Technical Univ.
- Cuhadaroglu D dan Uygun OA. 2007. Production and characterization of activated carbon from a bituminous coal by chemical activation. *Afr J Biotechnol.* 7 (20):3703-3710.
- Diao Y, Walawender WP, dan Fan LT. 2002. Activated carbons prepared from phosphoric acid activation of grain sorghum. *Biores Technol.* 81:45-52.
- Guo Y dan Rockstraw DA. 2007. Physicochemical properties of carbons prepared from pecan shell by phosphoric acid activation. *Biores Technol.* 98:1513-1521.
- Haji AG, Pari G, Habibati, Amiruddin, Maulina. 2010. Kajian mutu arang hasil pirolisis cangkang kelapa sawit. *J Purifikasi.* 11 (1):77-86.
- Hartanto D, Purbaningtias TE, Fansuri H, Prasetyoko D. 2011. Karakterisasi Struktur Pori dan morfologi ZSM-2 mesopori yang disintesis dengan variasi waktu aging. *J Ilmu Dasar.* 12 (1): 80-90.
- Haryono, Ali M, dan Wahyuni. 2012. Pemucatan minyak sawit mentah menggunakan arang aktif. *J Tek Kim.* 6 (2).
- Hassuani SJ, Leal MRLV, dan Macedo IC. 2005. Biomasse power generation: Sugarcane bagasse and trash [laporan]. Piracicaba (BR): PNUD.
- Hu B, Yu SH, Wang K, Liu L, Xu XW. 2008. Functional carbaceous materials from hydrothermal carbonization of biomass: an effective chemical process. *Dalton Trans.* 40:5414-5423.
- Jaguaribe EF, Medeiros LL, Barreto MCS, Araujo LP. 2005. The performance of activated carbons from sugarcane bagasse, babassu, and coconut shells in removing residual chlorine. *Braz J Chem Eng.* 22 (1):41-47
- Kalderis D, Bethanis S, Paraskeva P, Diamadopoulos E. 2008. Production of activated carbon from bagasse and rice husk by a single stage chemical activation method at low retention times. *Biores Technol.* 99:6809-6816.

- Klijanienko A, Lorenc-Grabowska E, dan Gryglewicz G. 2008. Development of mesoporosity during of wood in steam atmosphere. *Biores Technol.* 99:7208-7214.
- Khorboot P. 2009. Production and characterization of activated carbon from *bambusa arundinacea* (retz), *bambusa oldhamii* and *gigantochloa verticiliata*. [Tesis]. Bangkok (TH): Univ Kasetsart.
- Lempang M, Sayfii W, dan Pari G. 2011. Struktur dan komponen arang serta arang aktif tempurung kemiri. *J Penel Hasil Hut.* 29 (3):278-294.
- Li W, Yang K, Peng J, Zhang L, Guo S, Xia H. 2008. Effects of carbonization temperatures on characteristics of porosity in coconut shell chars and activated carbons derived from carbonized coconut shell chars. *Indust Crop Prod.* 28:190-198.
- Marsh H dan Rodriguez-Reinoso F. 2006. *Activated Carbon*. Burlington (US): Elsevier Science Technology Books.
- Mudoga HL, Yucel H, dan Kincal NS. 2008. Decolorization of sugar syrups using commercial and sugar beet pulp based activated carbons. *Biores Technol.* 99:3528-3533.
- Nahil MA dan Williams PT. 2012. Pore characteristics of activated carbons from the phosphoric acid chemical activation of cotton stalks. *Biomass Bioen.* 37:142-149.
- Pari G. 2004. Kajian struktur arang aktif dari serbuk gergaji kayu sebagai adsorben emisi formaldehyda kayu lapis. [Disertasi]. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Patnukao P dan Pavasant P. 2008. Activated carbon from *Eucalyptus camaldulensis dehn* bark using phosphoric acid activation. *Biores Technol.* 99:8540-8543.
- Pendyal B, Johns MM, Marshall WE, Ahmedna M, Rao RM. 1999a. Removal of sugar colorants by granular activated carbons made from binders and agricultural by-products. *Biores Technol.* 69:45-51.
- Pendyal B, Johns MM, Marshall WE, Ahmedna M, Rao RM. 1999b. The effect of binders and agricultural by-products on physical and chemical properties of granular activated carbon. *Biores Technol.* 68:247-254.
- Pradhan S. 2011. Production and characterization of activated carbon produced from a suitable industrial sludge [tesis]. Rourkela (IN): National Institute Technol.
- Prasetyoko D, Purnamasari I, dan Hartanto D. 2011. Esterifikasi asam lemak stearin kelapa sawit menggunakan katalis H-ZSM-5 mesopori yang disintesis dengan metode nanopreursor. *Seminar Nasional Zeolit VII*. 2011 October 17-18; Surabaya, Indonesia. [23 Juli 2013].
- Qureshi K, Bhatti I, Kazi R, Ansari AK. 2008. Physical and chemical analysis of activated carbon prepared from sugarcane bagasse and use for sugar decolorisation. *Int J Chem Biol Eng.* 1 (3):144-148.
- Rosa MF, Medeiros ES, Malmonge JA, Gregorski KS, Wood DF, Mattoso LHC, Glenn G, Orts WJ, Imam SH. 2010. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydr Polym.* 81:83-92.
- Sevilla M dan Titirici MM. 2012. Hydrothermal carbonization: a greener route towards the synthesis of advanced carbon materials. *Bol. Grupo Espanol Carbon.* 25:7-17.
- Sudaryanto Y, Hartono SB, Irawaty W, Hindarso H, Ismadji S. 2006. High surface area activated carbon prepared from cassava peel by chemical activation. *Biores Technol.* 97:734-739.
- Sufnarski MD. 1999. The regeneration of granular activated carbon using hydrothermal technology [tesis]. Austin (US): Univ Texas.
- Vernersson T, Bonelli PR, Cerrella EG, Cukierman AL. 2002. Arundo donnax cane as precursor for activated carbons preparation by phosphoric acid activation. *Biores Technol.* 83:95-104.
- Wibowo S, Syafi W, dan Pari G. 2011. Karakterisasi permukaan arang aktif tempurung biji nyamplung. *J Makara Teknol.* 15 (1):17-24.
- Yakout SM dan El-Deen GS. 2012. Characterization of activated carbon prepared by phosphoric acid activation of olive stones. *Arab J Chem:*1-8.