

Analisis Fase Karbon Pada Pemutih Gigi Berbasis Arang Aktif Tempurung Kelapa Dengan Metode Difraksi Sinar-X (XRD)

Analysis of Carbon Phase in Activated Coconut Shell Charcoal Based Teeth Whitening Using X-Ray Diffraction (XRD) Method

Muna Alfira¹, Made Sumadiyasa^{1*}, Komang Ngurah Suarbawa¹, Nyoman Wendri¹

¹Prgram Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana, Kampus Bukit Jimbaran, Badung, Bali, Indonesia 8036

Email: munaalfira@student.unud.ac.id, *sumadiyasa@unud.ac.id, suarbawa@unud.ac.id, wendri@unud.ac.id

Abstrak – Sekarang telah banyak beredar di pasaran produk pemutih gigi yang diklaim terbuat dari arang tempurung kelapa. Arang di dalam suatu material adalah dalam bentuk senyawa karbon, dapat dalam bentuk fase grafit (GP), Grafen Oksida (GO), dan/atau grafen oksida tereduksi (rGO). Salah satu metode untuk mengidentifikasi keberadaan fase karbon tersebut adalah dengan menggunakan metode X-Ray Diffraction (XRD). Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi XRD terhadap salah satu pemutih gigi berbahan dasar arang tempurung kelapa yang telah terdaftar di BPOM. Analisis fase karbon dilakukan dengan menggunakan software Match-3 dan Origin 2019a. Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel pemutih gigi mengandung karbon dalam fase kristal grafit turbostratik dan amorf grafen oksida tereduksi dengan persentase kandungan masing masing adalah 1,48% dan 81,69%. Hasil analisis juga menunjukkan adanya senyawa logam P, Al, dan Si.

Kata kunci: Karbon; tempurung kelapa; grafit; grafen oksida tereduksi; grafit turbostratik

Abstract – Now there are many teeth whitening products on the market which are claimed to be made from coconut shell charcoal. Charcoal in a material is in the form of carbon compounds, which can be in the form of graphene (GP), graphene oxide (GO) phases, and/or reduced graphene oxide (rGO). One method to identify the presence of the carbon phase is to use the X-Ray Diffraction (XRD) method. In this study, XRD characterization was carried out on one of the coconut shell charcoal-based tooth whiteners that has been registered with BPOM. Carbon phase analysis was carried out using software Match-3 and Origin 2019a. The results of the analysis showed that the tooth whitening samples contained carbon in the crystal phase of turbostratic graphite and amorphous reduced graphene oxide with a percentage content of 1.48% and 81.69%, respectively. The results also showed the presence of P, Al, and Si metal compounds.

Keywords: Carbon; coconut shell; graphite; reduced graphene oxide; turbostratic graphite.

1. Pendahuluan

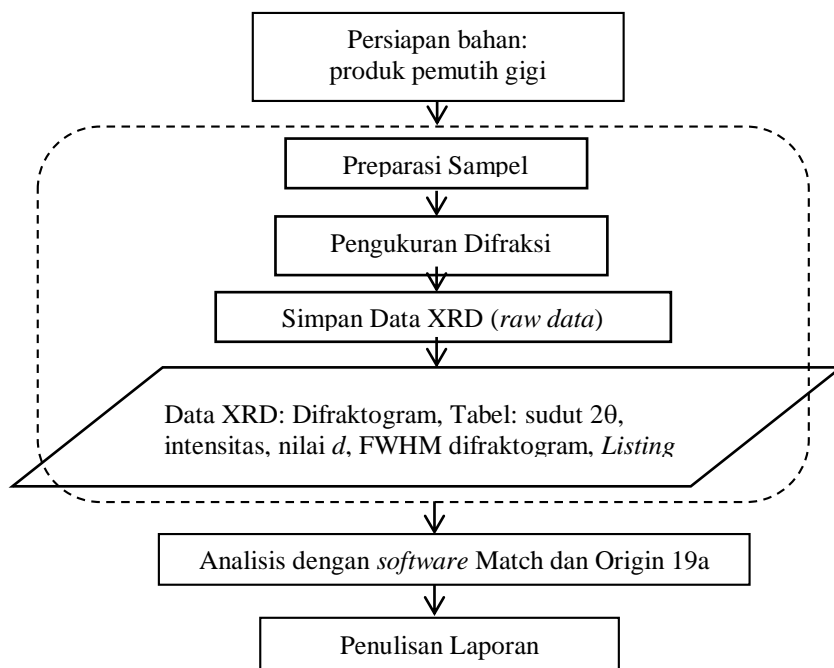
Biomassa adalah sumber daya alam terbarukan yang tersedia secara stabil dan melimpah seperti tandan kelapa, tempurung kelapa, kayu dan bambu. Biomassa secara tradisional digunakan untuk produksi arang karena mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin yang sebagian besar tersusun dari unsur karbon [1, 2]. Arang pada dasarnya terkonfigurasi atas atom-atom karbon dalam bentuk senyawa karbon, dapat dalam fase grafit (*graphite*), grafen oksida (*graphene oxide*), grafen oksida tereduksi (*reduced graphene oxide*), dan/atau grafen (*graphene*) [3, 4]. *Graphene* adalah material yang tersusun atas atom-atom karbon yang terikat bersama dalam pola segi enam. *Graphene* sangat tipis sehingga dianggap sebagai struktur dua dimensi (2D). *Graphene* merupakan satu lapisan atom karbon dengan masing-masing atom secara kovalen terikat pada tiga tetangga dalam struktur “sarang lebah (*honeycomb*)” [5, 6]. Beberapa lembar grafen yang ditumpuk satu di atas yang lain disebut *graphene multylayer*, dan pada struktur tertentu material menjadi grafit. Grafit adalah struktur 3D yang tersusun atas lapisan grafen yang mana memperlihatkan karakteristik kristal, sementara grafen memperlihatkan karakteristik amorf [7, 8].

Arang digunakan sebagai sumber karbon untuk pembuatan karbon aktif yang memiliki struktur berpori. Material karbon mikropori banyak digunakan sebagai adsorben, penyaring air, gas, dan pendukung katalis [8, 9]. Sekarang arang telah digunakan juga sebagai material utama untuk pembuatan produk dalam bidang kesehatan, salah satunya sebagai pemutih gigi [10]. Arang aktif dari tempurung kelapa dan batang bambu digunakan sebagai pengganti metode *bleaching*, yaitu memutihkan gigi dengan proses kimiawi dengan menggunakan material hidrogen peroksida, karbamid peroksida serta sodium perborat [11, 12]. Karbon aktif dari tempurung kelapa digunakan sebagai pemutih gigi karena memiliki mikropori yang banyak, kadar abu yang rendah, dan kelarutan di dalam air yang tinggi [13].

Dari berbagai produk pemutih gigi yang mengklaim bahwa produknya adalah berbahan dasar arang dari tempurung kelapa telah ada yang terdaftar di BPOM. Produk pemutih gigi tersebut dapat digunakan sebagai acuan untuk menilai apakah suatu produk pemutih gigi telah memenuhi standar atau tidak. Oleh karena itu penting melakukan identifikasi komponen-komponen utama penyusun arang aktif, yaitu grafit, grafen oksida, grafen oksida tereduksi (grafen). Identifikasi dilakukan dengan metode difraksi sinar-X (*X-ray diffraction* (XRD)).

2. Metode

Gambar 1 memperlihatkan skema langkah-langkah pelaksanaan penelitian. Material yang dianalisis adalah pemutih gigi yang mengklaim bahwa produknya adalah berbahan dasar arang aktif dari tempurung kelapa yang telah terdaftar di BPOM dengan No. Reg. NA18201400011 (Notifikasi Kosmetika Direktorat Registrasi Obat Tradisional Suplemen Kesehatan dan Kosmetik).



Gambar 1. Skema pelaksanaan eksperimen.

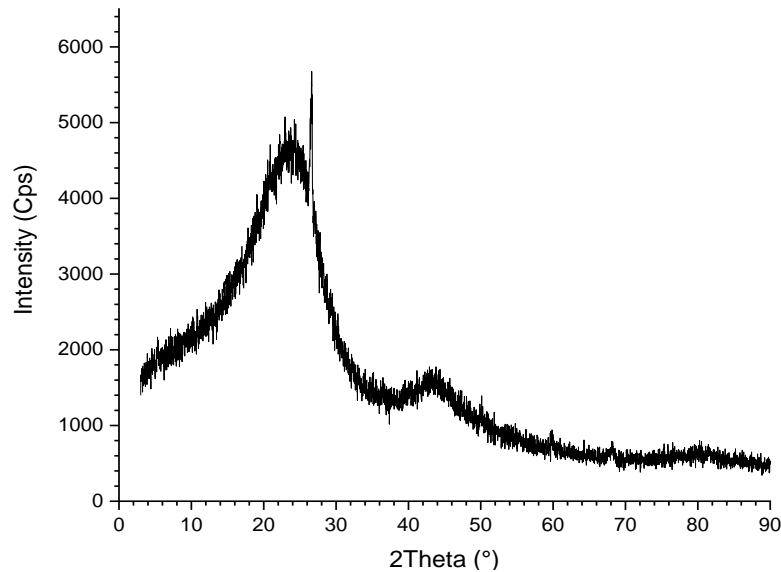
Keberadaan komponen-komponen dasar senyawa karbon penyusun arang aktif, yaitu grafen oksida, grafit atau grafen oksida tereduksi diidentifikasi dengan melakukan karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X MiniFlex 600 W X-ray Tube. Sumber radiasi yang digunakan adalah $\text{CuK}\alpha$ dengan panjang gelombang 0,15406 nm. Kecepatan pemindaian 10%/menit, *step* 0,02°, pada rentang pengukuran dari $2\theta = 5^\circ$ sampai dengan 90° . Hasil karakterisasi XRD dianalisis dengan software MATCH-3 Version 3.6.1.115 dan Origin 2019a.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1. Pola spektra XRD

Pola spektra XRD sampel pemutih gigi yang teregistrasi di BPOM dengan No. Reg. NA18201400011 seperti tampak pada Gambar 2. Dari gambar tampak spektrum dengan pola puncak difraksi yang lebar, yaitu melebar dari sudut $2\theta \sim 15^\circ$ sampai $\sim 30^\circ$. Puncak difraksi melebar dengan posisi puncak pada sudut

$2\theta \sim 24,6^\circ$ adalah merepresentasikan puncak difraksi karakteristik dari bidang (hkl) = (002) dari karbon dalam fase grafen (G) [14, 15] atau fase grafen oksida tereduksi (rGO) [16, 17]. Puncak difraksi yang melebar menunjukkan bahwa fase karbon adalah dalam struktur amorf. Puncak difraksi yang sempit dan tinggi pada sudut $2\theta \sim 26,5^\circ$ adalah puncak difraksi bidang (hkl) = (002) dari fase grafit. Puncak difraksinya yang tajam/sempit menunjukkan bahwa fase grafit tersebut memiliki struktur kristal.



Gambar 2. Pola spektra XRD sampel pemutih gigi yang teregistrasi di BPOM dengan No. Reg. NA18201400011.

Teramati juga puncak lemah melebar dari sudut $2\theta \sim 40^\circ$ sampai $\sim 50^\circ$. Posisi puncaknya adalah pada sudut $2\theta \sim 43,6^\circ$, merupakan puncak difraksi karakteristik bidang (hkl) = (100) dari fase grafit [16, 18]. Puncak difraksi yang melebar tersebut mengindikasikan bahwa fase grafit pada sampel adalah dalam bentuk kristal turbostratik [17]. Pola spektra difraksi XRD tidak memperlihatkan puncak difraksi karakteristik pada sudut antara $2\theta \sim 3^\circ - 15^\circ$. Ini memberikan indikasi bahwa pada sampel tidak ada fase grafen oksida (GO). Jadi, dari analisis secara kualitatif diperoleh bahwa pada sampel pemutih gigi yang teregistrasi di BPOM dengan Reg. No. NA18201400011 mengandung karbon dalam fase grafen oksida tereduksi dalam bentuk amorf dan grafit dalam bentuk kristal turbostratik.

3.2. Hasil analisis dengan *software* Origin.

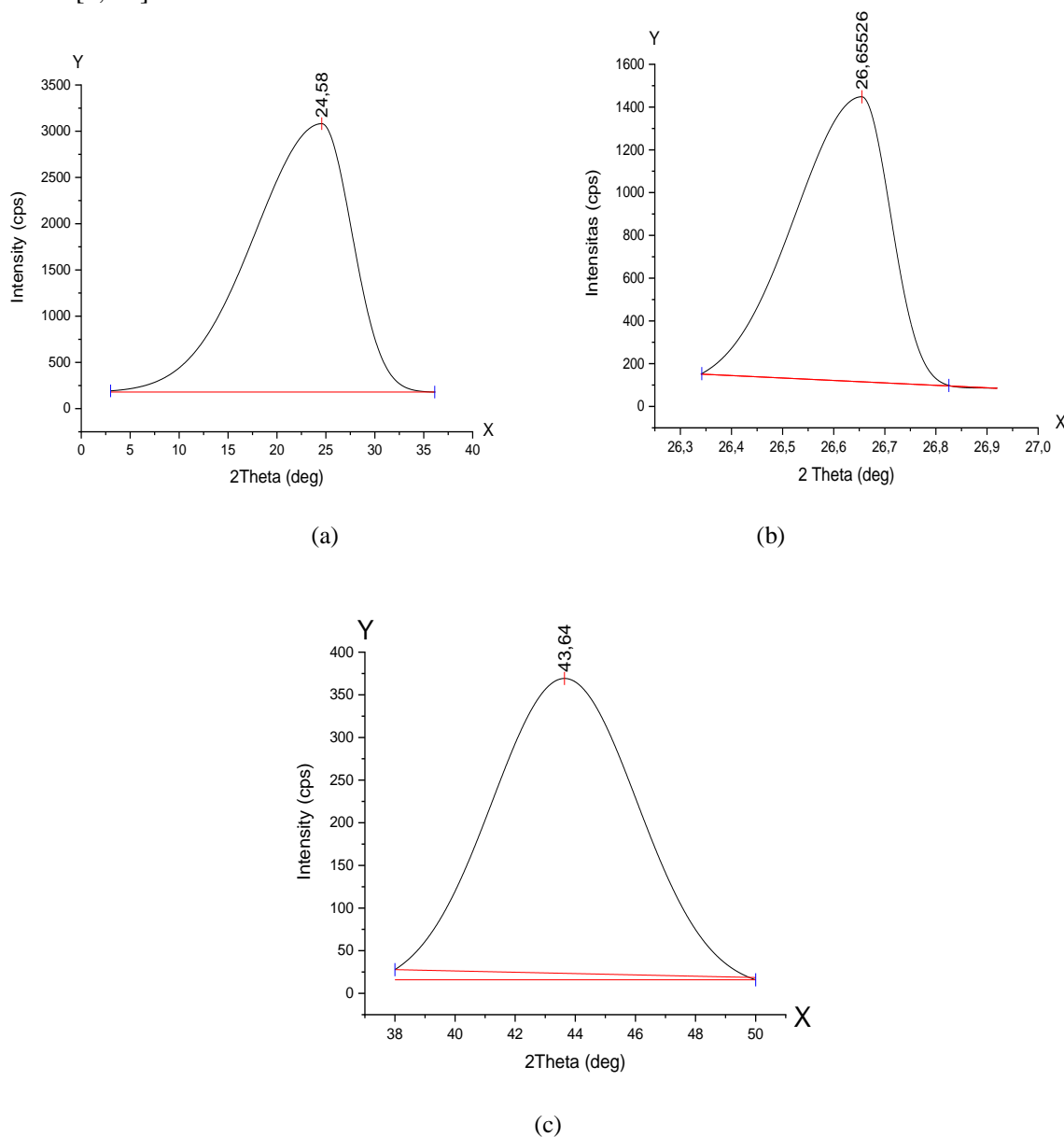
Gambar 3 memperlihatkan puncak difraksi karakteristik bidang (hkl) = (002) dari grafen oksida tereduksi, bidang (hkl) = (002) dari kristal grafit, dan (hkl) = (100) dari grafit turbostratik. Nilai beberapa parameter hasil analisis seperti disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Analisis Puncak Difraksi Dengan Menggunakan *Soft-Ware* Origin Pro 2019a.

Sudut 2θ ($^\circ$)	FWHM ($^\circ$)	2θ ($^\circ$)	Height (cps)	Centroid ($^\circ$)	Area (cps. $^\circ$)
$\sim 5 - \sim 35$	12,69825	24,58	3186,57536	23,29105	41861,03457
~ 26	0,24319	26,65	1669,90025	26,54766	421,07469
$\sim 40 - \sim 50$	6,22877	43,64	355,39132	43,69514	218,56324
Luas puncak fase kristal lainnya					7235,6222
Luas seluruh puncak					49315,2200

Dengan menggunakan persamaan Bragg $2d_{(hkl)} \cdot \sin(\theta) = n\lambda$ ($\lambda = 0,15406$ nm) dan dengan nilai sudut 2θ pada Table 1 diperoleh nilai $d_{(002)}$ untuk grafen oksida tereduksi dan $d_{(100)}$ untuk grafit turbostratik, seperti disajikan pada kolom 2 pada Tabel 2. Tampak bahwa nilai $d_{(002)}$ untuk grafit hampir sama dengan nilai $d_{(002)}$ ideal grafit, yaitu 0,3440 nm [19]. Sedangkan nilai $d_{(002)}$ untuk grafen oksida tereduksi adalah 0,36174 nm, lebih besar dari pada 0,3440 nm. Ini menunjukkan adanya interkalasi gugus fungsi seperti karboksil (-

OOH), hidroksil (-OH), dan/atau epoksi (-O) di antara ruang lapisan grafen penyusun grafen oksida tereduksi [6, 20].



Gambar 3. Grafik puncak difraksi: a) Puncak lebar antara $2\theta \sim 5 - \sim 35^\circ$; b) Puncak tajam pada $2\theta = 26,66^\circ$; c) Puncak lebar antara $2\theta \sim 40 - \sim 50^\circ$.

Dengan menggunakan persamaan (1) dan nilai *area* pada Tabel 1 diperoleh persentase grafen oksida tereduksi, kristal grafit, grafit turbostratik dan fase kristal lain, seperti disajikan pada kolom 3 Tabel 2.

$$\text{Persentase (\%)} = \frac{\text{Luas puncak difraksi tertentu}}{\text{Luas seluruh puncak difraksi}} \quad (1)$$

Tabel 2. Persentase Grafen Oksida Tereduksi dan Grafit Turbostratik.

Sudut 2θ ($^\circ$)	$d_{(hkl)}$ (nm)	Persentase (%)
$\sim 5 - \sim 35$	0,36174	81,6859
$\sim 26,6$	0,33409	0,9792
$\sim 40 - \sim 50$	0,20716	0,5083
Puncak fase kristal lainnya		16,8266

Dari nilai persentase luas puncak pada sudut 20~26,6 dan fase kristal lainnya pada Tabel 2 diperoleh tingkat kekristalan sampel adalah 17,8058%. Dengan jelas diperlihatkan bahwa pada sampel pemutih gigi yang teregistrasi di BPOM mengandung karbon dalam fase grafen oksida tereduksi sebanyak 81,6859%. Kemudian, dari nilai persentase luas puncak pada sudut ~40 - ~50 sampel mengandung karbon dalam fase grafit turbostratik sebanyak 1,4875%.

3.3. Hasil analisis dengan *Match-3*

Puncak-puncak difraksi XRD Gambar 2, selain puncak fase kristal grafit turbostratik juga memperlihatkan puncak-puncak fase kristal lainnya. Ini memberi indikasi bahwa pada sampel juga mengandung senyawa kristal yang lain. Dari hasil analisis dengan *soft-ware* Origin 2019a dan dengan menggunakan persamaan (1) diperoleh persentase fase kristal tersebut adalah sebesar 16,8266% . Hasil analisis fase kristal (Gambar 2) dengan *soft-ware* Match-3 Version 3.6.1.115 seperti pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Analisis Fase Dengan *Soft-ware* MATCH-3 Version 3.6.1.115.

Sample	Peak area Amount (%)	Name	Formula
No. Reg. NA18201400011.	39,0	Carbon Graphite 2H	C
	33,0	Aluminum Phosphate	AlO ₄ P
	15,7	SiO ₂	O ₂ Si
	12,3	Al(PO ₄)	AlO ₄ P

Pada Tabel 3 tampak bahwa sampel mengandung senyawa kristal karbon dalam fase grafit dan senyawa logam Aluminium (Al), Posfor (P), Silikon (Si). Ini serupa dengan hasil karakterisasi SEM-EDS oleh Frischa M. Wachid *et al.* (2014), yang menunjukkan bahwa arang aktif yang digunakan adalah dibuat dari tempurung kelapa [2].

4. Kesimpulan

Dari hasil analisis fase karbon dari sampel pemutih gigi yang telah terdaftar di BPOM diperoleh bahwa sampel pemutih gigi tersebut mengandung senyawa karbon, yang secara dominan dalam fase grafen oksida tereduksi, sedikit dalam fase grafit turbostratik, dan tidak terindikasi adanya fase grafen oksida. Pada sampel juga teridentifikasi adanya senyawa logam P, Al, Si dalam fase kristal.

Ucapan Terima Kasih

Penulis ucapkan banyak terimakasih kepada Prof. Ni Nyoman Rupiasih, S.Si., M.Si.,Ph.D. dan Dr. Ir. Drs. I Nengah Simpen. M.Si yang telah memberikan masukan-masukan dalam penulisan artikel ini.

Pustaka

- [1] H Susila, R Susanti, B S Purwono, and T S Heru, Biomassa Sebagai Sumber Energi Masa Depan, Universitas Pembangunan Nasional Veteran Yogyakarta, Gerbang Media, 2017.
- [2] Frischa M. Wachid, Adhi Y. Perkasa, Darminto, Synthesis and Characterization of Nanocrystalline Graphite from Coconut Shell with Heating Process, *AIP Conference Proceedings* 1586, 2014, pp. 202–206.
- [3] Siburian, R., Sari, D. R., Gultom, J., Sihotang, H., Raja, S. L. and Supeno, M., Performance of graphite and graphene as electrodes in primary cell battery, *Journal of Physics: Conf. Series*, 1116, 2018, pp. 042034.
- [4] Fatima Tuz Johra, Jee-Wook Lee, Woo-Gwang Jung, Facile and safe graphene preparation on solution based platform, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 20, 2014, pp. 2883-2887.
- [5] ISO/TS 80004-11:2017 (en), Nanotechnologies-Vocabulary-Part 11: Nanolayer, Nanocoating, Nanofilm and related terms, *Technical Committee ISO/TC 229, Nanotechnologies*, 2017.
- [6] Krzysztof Tadyszak, Jacek K. Wychowaniec, and Jagoda Litowczenko Biomedical Applications of Graphene-Based Structures, *Nanomaterials*, Vol. 8, 2018, pp. 944.

- [7] Franziska Schäffel, *The Atomic Structure of Graphene and Its Few-layer Counterparts*, In: Jamie H. Warner, Franziska Schäffel, Alicja Bachmatiuk, Mark H. Rümmeli, *Graphene: Fundamentals and Emergent Applications*, Elsevier Inc, 2013.
- [8] Michio Inagaki, *Advanced Carbon Materials*, In: Shigeyuki Somiya, Second Edition, *Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing, and Properties*, Elsevier Inc., 2013.
- [9] Michael C. Rowe, Brendon J. Brewer, AMORPH: A statistical program for characterizing amorphous materials by X-ray diffraction, *Computers & Geosciences*, Vol. 120, 2018, pp. 21-31.
- [10] Atom Hamasaki, Ayumi Furuse, Yuya Sekinuma, Kazuki Fujio, Masashi Iide & Sumio Ozeki, Improving the Micropore Capacity of Activated Carbon by preparation under a High Magnetic Field of 10 T, *Scientific Reports*, Vol. 9, 2019, pp. 7489.
- [11] Rifki Husnul, K, *Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa Sebagai Adsorben Zat Warna Metilan Biru*, Universitas Lampung, 2016.
- [12] Garg A., *Textbook of Operative Dentistry*. 3rd ed., New Delhi, Jaypee, 2015, pp. 443-462.
- [13] Annisa Athirah, *Pengaruh Waktu Aktivasi Arang Tempurung Kelapa (Cocos Nucifera) Sebagai Alternatif Bahan Home Bleaching Alami Terhadap Perubahan Kecerahan Gigi (In Vitro)*, Skripsi, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Sumatera Utara Medan, 2019.
- [14] Pambayun, G. S., Yuliantom, R.Y.E., Rachimoellah M., Putri E.M.M, *Pembuatan karbon aktif dari arang tempurung kelapa dengan aktivator $ZnCl_2$ dan Na_2CO_3 sebagai adsorben untuk mengurangi kadar fenol dalam air limbah*”. *Jurnal Teknik POMITS*, Vol. 2(1), 2013, pp. 116–120.
- [15] Fatima Tuz Johra, Jee-Wook Lee, Woo-Gwang Jung, *Facile And Safe Graphene Preparation on Solution Based Platform*, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 20, 2014, pp. 2883-2887.
- [16] Sujiono, E.H., Zurnansyah, D. Zabrian, M.Y. Dahlan, B.D. Amin, Samnur, J. Agus, *Graphene oxide based coconut shell waste: synthesis by modified Hummers method and characterization*, *Heliyon*, Vol.6, 2020, pp. e04568.
- [17] Xinfeng Xie, *Production And Characterization Of Carbon Structures Derived From Wood*, *Thesis*, Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Doctor, 2008.
- [18] Fahmi, Nur Anggita Ayu Dewayanti, Widiyastuti Widiyastuti & Heru Setyawan, *Preparation of porous graphene-like material from coconut shell charcoals for supercapacitors*, *Cogent Engineering*, Vol. 7, 2008, pp. 1748962.
- [19] Manoj B, Kunjomana, A.G., *Study of Stacking Structure of Amorphous Carbon by X-Ray Diffraction Technique*, Int., *J. Electrochem. Sci.*, Vol. 7, 2012, pp. 3127-3134.
- [20] Manoj B, *Investigation of nanocrystalline structure in selected carbonaceous materials*, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, Vol. 21, No. 9, 2014, pp. 940-946.