



## Karakterisasi Karbon Hasil Pirolisis Nanokristal Selulosa dengan Spektroskopi Raman

Mahyuni Harahap<sup>a\*</sup>, Muhammad Balyan<sup>a</sup>, Nirmawan<sup>a</sup>, Devika Adelita<sup>a</sup>, Sahat Fernando Bakara<sup>b</sup>, Riski Damayanti<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Program Studi Teknik Mesin, Politeknik Negeri Medan, 20155 Medan, Indonesia

<sup>b</sup>Departemen Kimia, Fakultas Sains Teknologi dan Informasi, Universitas Sari Mutiara Indonesia, 20124 Medan, Indonesia

<sup>c</sup>Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Samudra, 24416 Aceh, Indonesia

\*Korespondensi penulis: mahyuniharahap1@polmed.ac.id (MH)

### Sorotan

- Pengembangan Bionanomaterial
- Pengembangan Karbon Material Berbasis Biomassa
- Pengembangan Bidang Teknologi

### INFO ARTIKEL

#### Riwayat artikel:

Diajukan pada 30 Oktober 2025  
Direvisi pada 25 November 2025  
Disetujui pada 29 November 2025  
Tersedia daring pada 04 Desember 2025

#### Kata kunci:

karbonisasi, biomaterial, modulus ultra tinggi, manufaktur.

#### Keywords:

carbonisation, biomaterial, ultra high modulus, manufacture.

### ABSTRAK

Nanokristal selulosa (NKS) merupakan biopolimer yang sangat diminati sebagai prekursor karbon material. Pada penelitian ini, NKS telah berhasil dikarbonisasi pada suhu 900 °C untuk menghasilkan material karbon. NKS dicetak menjadi bentuk film dengan menimbang sebanyak 200 mg NKS dan dimasukkan ke dalam cetakan kompresi dengan diameter 13 mm dan dikompresi menggunakan tekanan 10 ton untuk membuat film. Tahap kedua proses pirolisis film NKS pada 300 °C, 600 °C, dan 900 °C dengan laju pemanasan 10 °C/minit. Selanjutnya karbon hasil pirolisis NKS dikarakterisasi menggunakan spektroskopi Raman. Dari hasil Raman diperoleh rasio ID/IG NKS hasil pirolisis pada suhu 300 °C adalah 0,69. Rasio ini berkurang dengan kenaikan suhu yaitu 0,62 untuk NKS 600 °C dan 0,59 untuk NKS 900 °C. Perubahan intensitas puncak pada spektrum Raman bisa memberi gambaran tentang tingkat konversi NKS menjadi karbon dan karakteristik struktur karbon yang terbentuk selama pirolisis. Sementara rasio ID/IG dari karbon komersil jenis UHM K63712 adalah 0,31 lebih rendah jika dibandingkan dengan karbon NKS hasil pirolisis.

### ABSTRACT

Cellulose nanocrystals (NS) are the most popular precursors for carbon materials. The carbon from NS pyrolysis has been successfully produced. NS was molded into a film by weighing 200 mg of NS and inserted into a compression mold with a diameter of 13 mm and compressed using a pressure of 10 tons to form a flat circular disc. The second stage of the NS film pyrolysis process at 300 °C, 600 °C, and 900 °C with a heating rate of 10 °C/min. Furthermore, the carbon from NS pyrolysis was characterized using Raman spectroscopy. From the Raman results, the ID/IG ratio of NS pyrolysis at 300 °C was 0.69. This ratio decreased with increasing temperature, namely 0.62 for NS

---

600 °C and 0.59 for NS 900 °C. Changes in peak intensity in the Raman spectrum can provide insight into the degree of conversion of NS to carbon and the characteristics of the carbon structure formed during pyrolysis. Meanwhile, the ID/IG ratio of commercial UHM carbon K63712 is 0.31, lower than that of NKS carbon from pyrolysis.

---

## 1. Pendahuluan

Karbon didefinisikan sebagai material yang terdiri dari sedikitnya 92% karbon menurut beratnya dan ini berdasarkan data yang diperoleh melalui pirolisis prekursor karbon. Karbon material biasanya diproduksi dengan mengekstruksi prekursor melalui proses pirolisis atau karbonisasi [1]. Karbon komersil dengan kode (T 700) adalah material ringan dengan kekuatan tarik tinggi (4,90 GPa), modulus tarik (230 GPa) dan kepadatan rendah (1,80 g/cm<sup>3</sup>) [2]. Sifat-sifat ini menjadikan karbon sebagai material yang menarik untuk aplikasi bernilai tinggi dalam peralatan olahraga, kedirgantaraan, dan bidang teknik lainnya [3]. Misalnya, Boeing 777 menggunakan lebih dari 50% berat karbon komposit dalam strukturnya [4]. Prekursor yang paling dominan untuk produksi material karbon adalah poliakrilonitril (PAN), diikuti oleh pitch berbasis minyak bumi [5]. Namun, PAN memiliki beberapa kelemahan seperti menjadi prekursor yang mahal dan monomernya beracun. Biaya saat ini untuk karbon material dengan mutu tertentu di atas adalah £9,09/0,5m atau setara dengan Rp.200.000/0,5m [6]. Selain itu, PAN melepaskan gas beracun, hidrogen sianida (HCN), selama karbonisasi. Hal ini meningkatkan biaya produksi karbon material karena kebutuhan untuk menghilangkan gas HCN sebelum melepaskan produk sampingan ke atmosfer [7]. Oleh karena itu, ada manfaat yang signifikan dalam mengembangkan prekursor untuk material karbon yang berasal dari sumber daya terbarukan dan berbasis hayati seperti selulosa.

Selulosa merupakan biopolimer alami yang paling melimpah di dunia yang dapat diperbarui, dapat diurai secara hayati, dan tidak beracun [8]. Selulosa telah menarik perhatian besar terkait dengan kesesuaiannya sebagai prekursor untuk produksi serat karbon. Lebih jauh lagi, selulosa memiliki struktur kristal yang menjadikan material ini sebagai prekursor yang menjanjikan untuk produksi material karbon. Kandungan kristal yang lebih tinggi dapat ditemukan dalam nanokristal selulosa (NKS) yang dapat diekstraksi dengan hidrolisis asam selulosa [9]. Saat ini, masih kurang penelitian mengenai pentingnya kristalinitas awal prekursor dan konversi berikutnya menjadi struktur grafit melalui pirolisis.

NKS paling baik dideskripsikan sebagai serat nano berbentuk batang dengan lebar antara 5-70 nm dan panjang berkisar antara 100 nm hingga beberapa mikrometer tergantung pada sumber NKS [10]. NKS telah digunakan sebagai penguat dalam matriks selulosa asetat dan terjadi peningkatan untuk kekuatan tarik dan modulus masing-masing [11]. Selain itu, karbon yang diproduksi dari serat selulosa dilaporkan memiliki modulus 100 GPa [12]. Dalam penelitian

ini, NKS dikarbonisasi mulai dari suhu 300 °C, 600 °C, dan 900 °C dengan menggunakan gas nitrogen. Karbon yang dihasilkan kemudian diuji dengan spektroskopi Raman.

## 2. Metode

### 2.1 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NKS dengan derajat kristalitas 80% dan ukuran diameter 1-100 nm yang diperoleh dari Celluforce, Kanada dan gas nitrogen. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat pirolisis, seperangkat alat kempa, seperangkat spektroskopi Raman, peralatan gelas laboratorium kimia, dan timbangan.

### 2.2 Preparasi Film Nanokristal Selulosa

Sebanyak tiga sampel dipersiapkan dengan menimbang NKS sebanyak +150 mg dan dimasukkan ke dalam cetakan kompresi dengan diameter 13 mm dan dikompresi menggunakan tekanan 10 ton.

### 2.3 Pirolisis Film Nanokristal Selulosa

Film NKS dimasukkan ke dalam alat pirolisis dan dikarbonisasi dengan menggunakan tungku tabung (Tungku Pyro Therm) di bawah atmosfer nitrogen. Sampel ditempatkan dalam tempat sampel grafit dan ditempatkan di dalam tungku tabung. Laju pemanasan 10 °C.menit<sup>-1</sup> digunakan pada proses pra-karbonisasi dari 25 °C hingga 300 °C dan suhu dipertahankan selama 1 jam pada 300 °C. Karbonisasi dilakukan dari suhu 300 °C hingga 600 °C pada 10 °C.menit<sup>-1</sup> dan dipertahankan secara isothermal selama 1 jam pada 600 °C. Urutan pemanasan akhir adalah dari suhu 600 °C hingga 900 °C pada 10 °C.menit<sup>-1</sup> dan isothermal selama 1 jam pada 900 °C. NKS yang dikarbonisasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi Raman.

### 2.4 Spektroskopi Raman

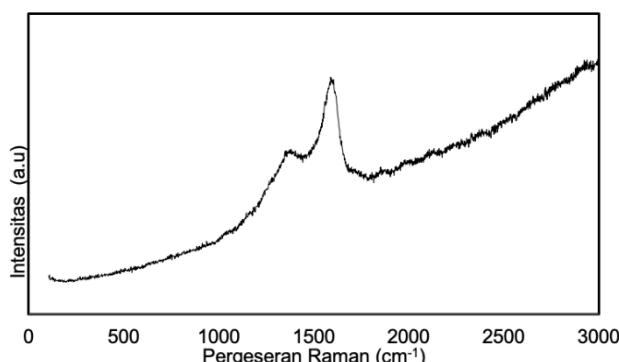
Struktur material yang dikarbonisasi diselidiki menggunakan Raman (penutup mikroskop Raman, RE-04, Renishaw, Inggris). Spektrometer ini menggunakan laser 488 nm untuk membangkitkan getaran molekuler. Sampel dianalisis tanpa perlakuan atau persiapan sampel apa pun. Daerah yang dianalisis divisualisasikan melalui mikroskop dengan perbesaran 50x. Rentang panjang gelombang yang dikumpulkan biasanya dari 150 hingga 3200 cm<sup>-1</sup> selama periode waktu minimal 30 detik dan beberapa akumulasi untuk sensitivitas tinggi. Untuk pengukuran, digunakan parameter berikut: (i) Pengaturan akuisisi spektral: pilih statis, konfokalitas standar, pusat 520 cm<sup>-1</sup>, laser dan pencangkokan sesuai kebutuhan; (ii) Akuisisi di bawah: 1 detik, 1 akumulasi dan daya 10%.

## 3. Hasil dan Pembahasan

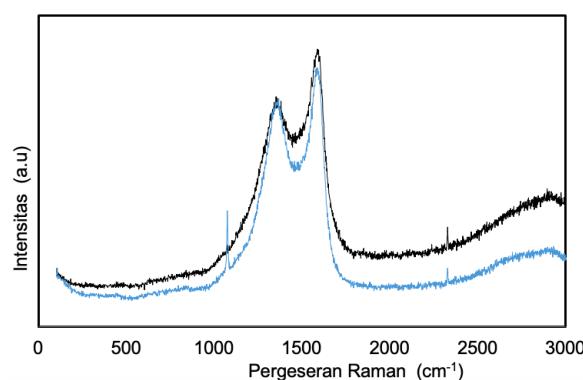
Raman adalah teknik yang digunakan untuk menganalisis vibrasi molekul dalam material. Dalam konteks pirolisis NKS, analisis Raman bisa memberikan informasi tentang perubahan

struktur kimia yang terjadi selama proses pemanasan. Selulosa adalah polimer alami yang tersusun dari unit glukosa. Ketika selulosa dipanaskan atau dipirolysis pada suhu tinggi, selulosa terdegradasi dan berubah menjadi produk-produk seperti karbon, gas, dan tar. Proses pirolisis dapat menghasilkan NKS yang memiliki struktur berbeda dari selulosa asli.

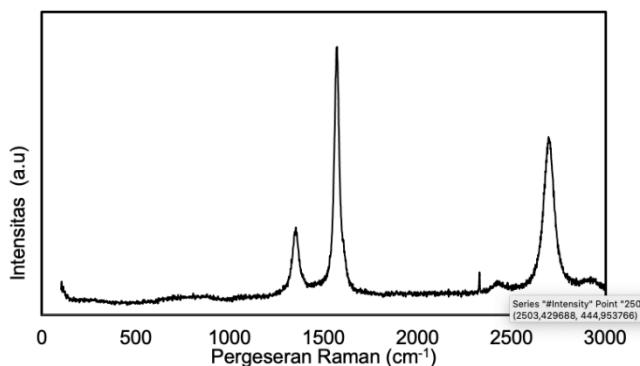
Dalam penyerapan Raman, selulosa menunjukkan puncak-puncak di sekitar  $1100\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan regangan C-O,  $2900\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan CH<sub>2</sub>, dan sekitar  $3300\text{ cm}^{-1}$  merupakan regangan O-H. Setelah pirolisis, puncak-puncak ini akan beralih posisi dan dapat menunjukkan informasi tentang degradasi struktural yang terjadi, termasuk pembentukan struktur karbon misalnya puncak sekitar  $1350\text{ cm}^{-1}$  untuk mode D dan sekitar  $1600\text{ cm}^{-1}$  untuk mode G, yang berkaitan dengan struktur grafitik dalam karbon [13]. Mode ini juga merupakan tanda adanya struktur karbon amorf atau nanokristal karbon. Puncak G menggambarkan vibrasi grafitik, sedangkan puncak D berkaitan dengan defek atau ketidakteraturan dalam struktur karbon. Rasio antara puncak D dan G (ID/IG) sering digunakan untuk menilai tingkat kekasaran atau defek dalam material karbon yang dihasilkan [14]. Raman spektra hasil pirolisis NKS pada suhu  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , dan karbon komersial jenis UHM KM63712 ditampilkan pada Gambar 1, 2, dan 3.



**Gambar 1.** Raman spektra karbon hasil pirolisis NKS pada suhu  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$



**Gambar 2.** Raman spektra karbon hasil pirolisis NKS pada suhu  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (garis hitam) dan suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  (garis biru)



Gambar 3. Raman spektra karbon komersil jenis UHM KM63712

Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa rasio ID/IG NKS hasil pirolisis pada suhu 300 °C adalah 0,69. Rasio ini berkurang dengan kenaikan suhu yaitu 0,62 untuk NKS 600 °C dan 0,59 untuk NKS 900 °C (Gambar 2). Perubahan intensitas puncak pada spektrum Raman bisa memberi gambaran tentang tingkat konversi NKS menjadi karbon dan karakteristik struktur karbon yang terbentuk selama pirolisis. Selain itu, proses pirolisis yang lebih panas akan menghasilkan struktur karbon yang lebih teratur (grafitik), sedangkan pada suhu rendah, struktur karbon mungkin lebih amorf [15, 16].

Gambar 3 merupakan Raman spektra dari karbon komersil jenis UHM K63712, yang merupakan jenis karbon ultra-high modulus (UHM) yang digunakan dalam aplikasi yang membutuhkan kekuatan dan kekakuan tinggi. Memiliki modulus tinggi, yang berarti struktur karbonnya sangat terorganisir, dan biasanya memiliki tingkat kekristalan yang lebih tinggi dibandingkan dengan karbon standar. Pada karbon dengan struktur seperti ini, puncak G akan lebih dominan dibandingkan dengan puncak D, yang menunjukkan tingkat keteraturan yang lebih baik dalam struktur grafitik. Karbon dengan modulus tinggi biasanya lebih teratur dalam struktur kristalin grafitik, sehingga rasio antara puncak D dan G (ID/IG) akan lebih kecil, yang menunjukkan lebih sedikit cacat dan ketidakteraturan dalam material [17,18]. Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa rasio ID/IG dari karbon komersil jenis UHM K63712 adalah 0,31 lebih rendah jika dibandingkan dengan karbon NKS hasil pirolisis.

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, karbon amorf (kualitas rendah) akan menunjukkan rasio ID/IG yang lebih tinggi, dengan puncak D yang lebih kuat. Hal ini menandakan banyaknya defek dan ketidakteraturan dalam struktur karbon. Karbon kristalin (kualitas tinggi) akan menunjukkan rasio ID/IG yang rendah, dengan puncak G yang lebih dominan. Ini menunjukkan adanya struktur grafitik yang lebih teratur, dan dengan tingkat kekristalan yang lebih baik. Sementara karbon jenis UHM memiliki puncak-puncak Raman yang lebih jelas dan tajam, mencerminkan kualitas tinggi dan tingkat keteraturan yang lebih baik.

Dari hasil studi sebelumnya [19], perubahan struktur material karbon selama proses pembuatannya menunjukkan bahwa puncak Raman mode D dan G digunakan untuk menilai

tingkat defek dan keteraturan struktur karbon. Penelitian ini juga menunjukkan bahwa pada material karbon dengan kualitas tinggi, rasio puncak D dan G (ID/IG) sangat rendah, yang menunjukkan struktur grafitik yang lebih teratur dan sedikit defek. Karbon dengan modulus tinggi seperti UHM memiliki nilai ID/IG sangat rendah, mencerminkan tingkat keteraturan yang lebih tinggi. Raman juga digunakan untuk menilai perubahan struktur mikroskopis selulosa selama proses pemanasan. Hasilnya menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur, ada peningkatan intensitas puncak G yang menunjukkan peningkatan keteraturan lapisan grafitik. Sementara itu, puncak D menurun, menandakan pengurangan defek dan peningkatan kristalisasi dalam struktur karbon yang lebih baik [20].

## 4. Kesimpulan

Hasil Raman menunjukkan bahwa rasio ID/IG NKS hasil pirolisis pada suhu 300 °C adalah 0,69. Rasio ini berkurang dengan kenaikan suhu yaitu 0,62 untuk NKS 600 °C dan 0,59 untuk NKS 900 °C. Perubahan intensitas puncak pada spektrum Raman bisa memberi gambaran tentang tingkat konversi NKS menjadi karbon dan karakteristik struktur karbon yang terbentuk selama pirolisis. Sementara rasio ID/IG dari karbon komersil jenis UHM K63712 adalah 0,31, lebih rendah jika dibandingkan dengan karbon NKS hasil pirolisis.

## Kontribusi Penulis

Naskah ini ditulis melalui kontribusi semua penulis. Semua penulis telah menyetujui versi akhir naskah. **M. Harahap:** konseptualisasi, penulisan draft asli, kurasi data. **M. Balyan:** metodologi, visualisasi data, analisis formal. **Nirmawan:** sumber daya, penulisan tinjauan dan penyuntingan. **D. Adelita:** sumber daya, penulisan tinjauan dan penyuntingan. **S.F. Bakara:** investigasi, penulisan draft asli, metodologi. **R. Damayanti:** analisis formal, kurasi data.

## Konflik Kepentingan

Penulis menyatakan bahwa tidak memiliki konflik kepentingan finansial atau hubungan pribadi yang dapat memengaruhi penelitian dalam manuskrip ini.

## Daftar Pustaka

- [1] E. Frank, F. Hermanutz, and T. Buchmeiser, "Carbon Fibers: Precursor, Manufacturing, and Properties," *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 297, pp. 493–501, 2012, doi: 10.1002/mame.201100406.
- [2] Toray, "US Toray Group," Oct. 8, 2025. [Online]. Available: [https://www.toray.us/products/search/details.html?contentId=us\\_carbon001](https://www.toray.us/products/search/details.html?contentId=us_carbon001)
- [3] J.-B. Donnet, T. K. Wang, W. C. Peng, and S. Rebouillat, *Carbon Fibers, Filaments and Composites*, Dordrecht, Netherlands: Springer, 2000, doi: 10.1007/978-94-015-6847-0.
- [4] C. Soutis, "Carbon Fiber Reinforced Plastics in Aircraft Construction," *Mater. Scie. Eng.*, vol. A412, pp. 171-176, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.08.064

- [5] H. Mahyuni, B. Harahak, I. Khan, S. Pandhita, and G. Saharman, "Wet-spinning of Cellulose Acetate Reinforced with Acetylated Nano-crystalline Cellulose as Carbon Fibre Precursors," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 553, 2019, doi: 10.1088/1757-899X/553/1/012038.
- [6] Easycomposite, "Easy Composite," Oct. 8, 2025. [Online]. Available: <https://www.easycomposites.co.uk>
- [7] P. Morgan, "Carbon Fibres and Their Composites," *Taylor and Francis*, 2005, doi: 10.1007/978-981-13-0538-2-9
- [8] S. Bagheri, N. M. Julkapli, and N. Mansouri, "Nanocrystalline Cellulose: Green, Multifunctional and Sustainable Nanomaterials," *Handb. Compos. From Renew. Mater.*, vol. 1, pp. 523-555, 2017, doi: 10.1002/9781119441632.ch142
- [9] W. P. F. Neto, H. A. Silverio, N. O. Dantas, and D. Pasquini, "Extraction and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Agro-industrial Residuea," *Crops Prod.*, vol. 42, pp. 480-488, 2011, doi: 10.1016/j.indcrop.2012.06.041
- [10] D. Klemm, F. Kramer, S. Moritz, T. Lindstrom, M. Ankerfors, D. Gray, and A. Dorris, "Nanocelluloses: A New Family of Nature-based Materials," *Angew.Chemie*, vol. 50, 2011, doi: 10.1002/anie.201001273
- [11] S. Chen, G. Schueneman, R. B. Pipes, J. Youngblood, and R. J. Moon, "Effects of Crystals Orientation on Cellulose Nanocrystals-Cellulose Acetate Nanocomposite Fibers Prepared by Dry Spinning," *Biomacromolecules*, vol. 15, pp. 3827-3835, 2014, doi: 10.1021/bm501161v
- [12] K. Kong, L. Deng, I. A. Kinloch, R. J. Young, and S. J. Eichhorn, "Production of Carbon Fibres from a Pyrolysed and Graphitised Liquid Crystalline Cellulose Fibre Precursor," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, pp. 5402-5410, 2012, doi: 10.1007/s10853-012-6426-y
- [13] U.P. Agarwal, "Analysis of Cellulose and Lignocellulose Materials by Raman Spectroscopy: A Review of the Current Status," *Molecules*, vol. 24, pp. 1659, 2019.
- [14] T. Saito, R. Kuramae, J. Wohlert, L. A. Berglund, and A. Isogai, "An Ultrasong Nanofibrilllar Biomaterial: The Strength of Single Cellulose Nanofibriles Via Sonication-Induced Fragmentation," *Biomolecules*, vol. 14, pp. 248-253, 2013, doi: 10.1021/bm301674e
- [15] P. Tan, Y. Deng, Q. Zhao, and W. Cheng, "The Intrinsic Temperature Effect of the Raman Spectra of Grapgite," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 74, pp. 1818-1820, 1999.
- [16] P. Kashyap, S. Bhardwaj, V. P. Chodimella, and A. K. Sinha, "Carbon-based Heterogeneous Catalysts for Conversion of Cellulose and Cellulosic Feedstock," *Biomass Conversion and Biorefinery*, vol. 14, pp. 2937-2957, 2022, doi: 10.1007/s13399-022-02675-y.
- [17] M. Aiti, S. A. Boddu, P. Reinig, and G. Cuniberti, "Characterization of Highly-Oriented Carbon and Graphite Fibers by High-Temperature Raman Spectroscopy," *Rapid Research Letter*, vol. 9, pp. 2500107, 2025, doi: 10.1002/pssr.202500107.
- [18] X Qian, X. Wang, J. Zhong, J. Zhi, F. Heng, Y. Zhang, and S. Song, "Effect of Fiber Microstructure Studied by Raman Spectroscopy Upon the Mechanical Properties of Carbon Fibers," *Journal of Spectroscopy*, vol. 50, pp. 665-673, 2019, doi: 10.1002/jsr.5569.
- [19] S. Mignuzzi, A. J. Pollard, N. Bonini, B. Brennan, I. S. Gilmore, M. A. Pimenta, D. Richards, and D. Roy, "Effect of Disorder on Raman Scattering of Single-Layer Mau S," *Phys. Rev.*, vol. B91, pp. 195411, 2015.
- [20] U.P. Agarwal, S. A. Ralph, C. Baez, and R. S. Reiner, "Detection and Quantitation of Cellulose II by Raman Spectroscopy," *Cellulose*, vol. 28, pp. 9069-9079, 2021.