

KARAKTERISASI GRAPHENE ARANG AMPAS TEBU BERBASIS X-RD DAN TEM CHARACTERIZATION OF GRAPHENE FROM BAGASSE CHARCOAL USING X-RD AND TEM

Ladhita Triprayoga Sutayasa dan I Gusti Made Sanjaya*

Departement of Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science

State University of Surabaya, Ketintang Street, Surabaya, 60231

*corresponding author: ladhita1994@gmail.com

Abstrak. Telah dilakukan penelitian mengenai pembuatan dan karakterisasi graphene dari arang ampas tebu menggunakan metode kimia modifikasi Improved Graphene Oxide (IGO). Pada penelitian ini menggunakan material awal berupa ampas tebu hasil penggilingan pabrik gula Candi Sidoarjo serta digunakan material pembanding berupa grafit alam. Pada uji kristalinitas X-RD menunjukkan puncak 2θ pada $26,343^\circ$ dengan nilai d -spacing $0,338050$ nm serta ukuran kristal sebesar $15,41$ nm. Hasil uji morfologi TEM menunjukkan adanya few-layer graphene (FLG) serta bagian layer graphene yang sangat tipis dan transparan hingga penanda mikron pada ukuran 20 nm. Pada pengujian menggunakan. Pada material pembanding berupa grafit alam, produk graphene yang dihasilkan juga menunjukkan hasil yang serupa pada pengujian instrumen yang sama. Produk graphene dari arang ampas tebu dan grafit alam menunjukkan adanya few-layer graphene dalam produk yang dihasilkan.

Kata kunci: modifikasi IGO, graphene, few-layer graphene

Abstract. The research has been done to making and characterization of graphene from bagasse charcoal using chemical modification methods of Improved Graphene Oxide (IGO). In this research, using a starting material from bagasse, the grinding results of Candi Sidoarjo sugar mill, and use reference material from natural graphite. The crystallinity X-RD test results showed peaks at 2θ $26,343^\circ$ with d -spacing value of 0.338050 nm and the crystal size of 15.41 nm. TEM morphology test results indicate the presence of few-layer graphene (FLG) as well as part of the graphene layer is very thin and transparent to the marker microns in size 20 nm. Meanwhile the reference material from natural graphite, graphene product from graphite also showed similar results in testing the same instrument. The graphene product from bagasse charcoal and natural graphite showed few-layer graphene in the resulting product.

Key words: modification of IGO, graphene, few-layer graphene

PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun belakangan, graphene (nanomaterial karbon dua dimensi tertipis dengan sifat yang unik) telah menarik banyak perhatian ilmuwan dunia [1]. Graphene merupakan satu atau beberapa lapis atom karbon yang membentuk struktur heksagonal dan telah muncul sebagai pemimpin dari material karbon dua dimensi berskala nano [2].

Proses pembuatan graphene melalui oksidasi grafit dan dikelupas sering menimbulkan cacat berlebih pada struktur graphene. Dengan penambahan asam sekunder seperti konsentrasi asam fosfat ke dalam konsentrasi asam sulfat dan grafit (improved method) dapat meminimalkan kerusakan akibat proses oksidasi pada bidang graphene dibandingkan metode Hummers [3].

Dalam pembuatan graphene secara massal, skala penelitian maupun industri harus mulai menggunakan bahan baku alternatif. Bahan utama berupa grafit alam merupakan bahan tambang yang tidak terbarukan. Selain itu, penggunaan grafit sintesis yang memiliki kualitas baik juga memiliki

harga yang tinggi. Sehingga diperlukan pencarian bahan baku sumber karbon selain grafit yang efisien.

Limbah ampas tebu merupakan limbah pertanian yang jumlahnya melimpah di Indonesia. Pada tahun 2012, potensi limbah ampas tebu berjumlah $6,5$ juta ton per tahun dan merupakan jumlah terbesar kedua setelah sekam padi di Indonesia [4]. Penanganan untuk mengurangi limbah ampas tebu hanya dibakar menjadi arang dan sebaliknya sering menimbulkan polusi udara akibat proses pembakaran yang tidak sempurna.

Maka dari itu, penelitian ini bertujuan membuat material graphene menggunakan bahan baku berupa limbah ampas tebu yang dihasilkan dari pabrik gula Candi Sidoarjo. Dan sebagai bahan pembanding digunakan bahan baku grafit alam.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam pembuatan graphene yaitu serbuk arang hasil karbonisasi, serbuk grafit alam, asam sulfat p.a. 97% (Merck), asam fosfat p.a. 85% (SAP Chemical), serbuk

KMnO₄ (Wako Chemical), hidrogen peroksida p.a. 30% (Merck), aquademineral (BratacoChem), HCl p.a. 37% (Merck), serbuk Zn (Merck), dan etanol p.a. 97% (BratacoChem). Alat karakterisasi yang digunakan meliputi instrumen Fourier Transform-Infrared (Perkin Elmer) bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹, X-Ray Diffraction (D8 Brucker Advance) dengan radiasi CuK α ($\lambda=0,154060$ nm), dan Transmission Electron Microscopy (JEOL JEM 1400) dengan akselerasi tegangan 120 kV. Pengujian dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Negeri Surabaya dan Jurusan Kimia Universitas Gadjah Mada.

Prosedur penelitian

Pembuatan *graphene* grafit

Pembuatan *graphene* dari grafit menggunakan metode modifikasi *Improved Graphene Oxide*. Proses awal menimbang grafit 300 mesh sebanyak 1 gram dan dimasukkan kedalam gelas kimia. Lalu dimasukkan pelarut asam sulfat p.a. 97% dan asam fosfat p.a. 85% dengan rasio 9:1 sebanyak 100 mL. Larutan di-stirer pada suhu ruangan selama 6 jam. Kemudian ditambahkan kalium permanganat sebanyak 6 gram. Setelah itu larutan kembali distirer selama 18 jam dengan suhu 50 °C. Larutan yang semula berwarna hitam kehijauan berubah menjadi warna coklat tua dan kental. Kemudian ditambah 1 mL hidrogen peroksida p.a. 30%. Selanjutnya, larutan kembali diaduk dan ditambahkan aquademineral sebanyak 400 mL. Larutan diendapkan dan didekantasi. Endapan kemudian disentrifuse pada 4000 rpm. Endapan dicuci berulang kali menggunakan aquademineral, HCl 1 M, serta etanol p.a. untuk mengurangi konsentrasi asam, mengikat ion logam yang ada, dan mendehidrasi air yang ada didalam grafit oksida. Kemudian endapan dioven pada 70 °C selama 24 jam.

Film grafit oksida yang terbentuk diambil sebanyak 50 mg dan dihomogenisasi dengan aquademineral sebanyak 50 mL dengan alat ultrasonic bath menjadi lembaran *graphene* oksida. Proses sonikasi grafit oksida menjadi *graphene* oksida dilakukan selama 120 menit. Selanjutnya mereduksi *graphene* oksida dengan agen pereduksi serbuk logam Zn. Serbuk logam Zn ditimbang sebanyak 0,8 gr. Larutan *graphene* oksida dimasukkan 10 mL HCl 37% p.a. sebagai pembuat suasana asam dan diaduk. Kemudian dimasukkan serbuk logam Zn yang sudah ditimbang dan diaduk

selama 30 menit. Lalu kembali ditambahkan 10 mL HCl 37% p.a. kedalam larutan. Fasa endapan yang terbentuk setelah proses reduksi dicuci berulang kali dengan aquademineral untuk mengurangi konsentrasi asam serta etanol p.a. untuk mendehidrasi sisa air. Selanjutnya endapan dioven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

Pembuatan *graphene* arang ampas tebu

Pada proses awal pembuatan arang, ampas tebu yang sudah dikumpulkan dimasukkan kedalam *crucible* keramik dan dioven pada suhu 100 °C selama 60 menit. Kemudian ampas tebu dimasukkan kedalam *furnace* pada suhu 300 °C selama 90 menit. Setelah itu, hasil arang yang didapatkan di gerus dan diayak ukuran 300 mesh. Pada pembuatan *graphene* dari arang ampas tebu, dilakukan dengan modifikasi metode *Improved Graphene Oxide*. Proses awal menimbang arang ampas tebu 300 mesh sebanyak 1 gram. Kemudian dimasukkan gelas kimia dan ditambah asam sulfat 97% p.a. dan asam fosfat 85% p.a. dengan rasio 9:1 sebanyak 100 mL. Larutan di-stirer selama 24 jam pada suhu ruangan. Kemudian larutan ditambah aquademineral sebanyak 400 mL untuk mengurangi konsentrasi asam dan diendapkan. Selanjutnya endapan didekantasi disentrifuse pada 4000 rpm selama 30 menit. Endapan yang didapat dicuci berulang kali dengan aquademineral untuk mengurangi konsentrasi asam, HCl 1 M untuk mengikat ion logam yang ada, dan etanol p.a. untuk mendehidrasi sisa air yang ada. Selanjutnya endapan dioven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

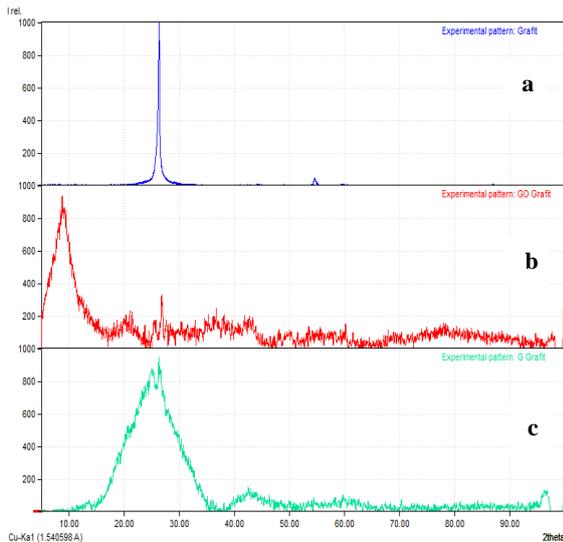
Hasil dan pembahasan karakterisasi *graphene* grafit

Produk *graphene* grafit berwarna hitam dan memiliki fasa hidrofobik dan tidak menyatu dengan air.



Gambar 1. *Graphene* grafit

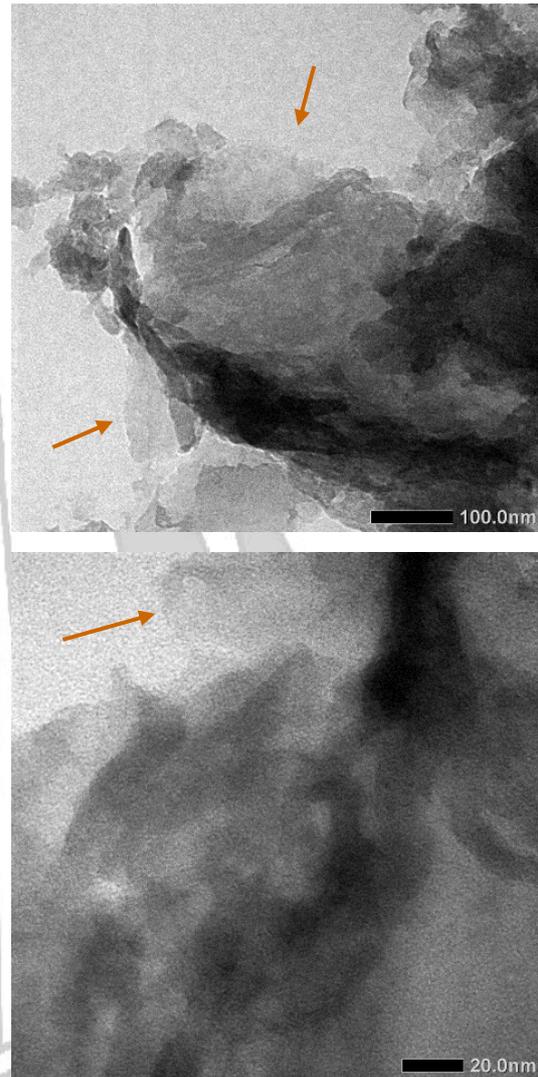
Pada pengujian X-Ray Diffraction, muncul beberapa *peak* pada seperti pada gambar 2.



Gambar 2. Grafik XRD (a) grafit; (b) GO; (c) *graphene*

Pada grafik XRD serbuk grafit alam muncul puncak gelombang pada sudut 2θ $26,385^\circ$ dengan nilai d-spacing $0,334991$ nm dengan bidang kristal (002) grafit. Nilai FWHM grafit sebesar $0,0056^\circ$ dengan ukuran kristal sebesar $30,15$ nm. Pada uji sampel GO muncul puncak gelombang tertinggi pada sudut 2θ $9,531^\circ$ dengan nilai d-spacing $0,927227$ nm. Nilai untuk FWHM dari GO sebesar $0,023^\circ$. Perbesaran nilai d-spacing juga dikarenakan selama proses interkalasi grafit, beberapa gugus fungsional masuk ke dalam bidang grafit yang melebar dan melemahkan ikatan antar bidang dalam grafit. Beberapa gugus fungsi seperti epoksi, hidroksi, karbonil serta karboksil masuk ke bidang dan tepi bidang grafit [6]. *Graphene* grafit menghasilkan puncak gelombang tertinggi pada sudut 2θ $26,347^\circ$ dengan nilai d-spacing $0,337994$ nm. Nilai FWHM dari *graphene* grafit sebesar $0,002^\circ$ dan ukuran kristal *graphene* grafit yaitu $84,54$ nm.

Hasil uji TEM dari *graphene* grafit pada perbesaran 20.000 kali dengan penanda mikron 100 nm, tampak beberapa layer (few-layer) dan bagian transparan pada tepi bidang yang ditunjukkan oleh anak panah. Bagian transparan tersebut mengindikasikan adanya terdapat *single-layer* yang terakumulasi di bagian tepi layer *graphene*. Sedangkan pada pengamatan perbesaran 150.000 kali dengan penanda mikron 20 nm, dihasilkan morfologi yang jelas bahwa sampel *graphene* grafit yang diuji memiliki bagian *single-layer* serta *few-layer graphene* yang ditunjukkan anak panah.



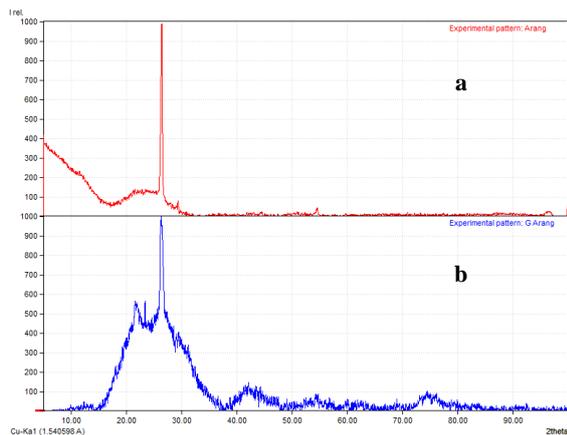
Gambar 3. Morfologi *graphene* grafit dengan penanda mikron 100 nm dan 20 nm

Hasil dan pembahasan karakterisasi *graphene* arang ampas tebu

Produk *graphene* arang ampas tebu berbentuk serbuk padatan dan berwarna hitam mengkilap. *Graphene* arang ampas tebu juga memiliki sifat hidrofobik.



Gambar 5. *Graphene* arang ampas tebu



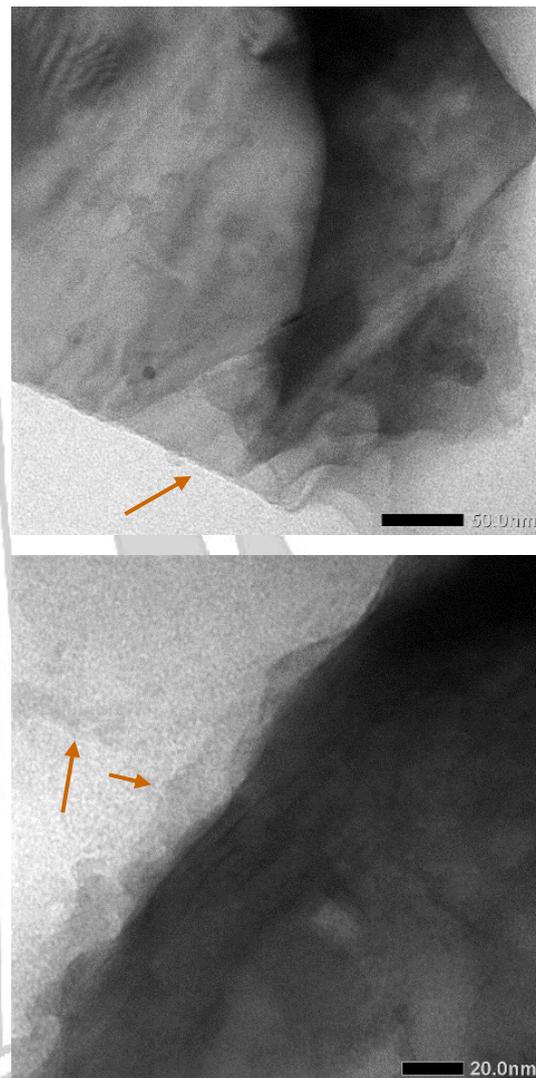
Gambar 7. Grafik XRD (a) arang ampas tebu (b) *graphene* arang ampas tebu

Pada grafik XRD arang ampas tebu, muncul puncak pada sudut 2θ $26,427^\circ$ dengan nilai d-spacing $0,336993$ nm. Arang ampas tebu memiliki nilai FWHM sebesar $0,005^\circ$ dan ukuran kristal yaitu $34,67$ nm. Arang ampas tebu sebenarnya merupakan jenis karbon dengan fasa semi-kristalin (turbostatik) dimana berada diantara fasa kristalin dan amorf. Tetapi pada pengujian difraksi, arang ampas tebu memiliki fasa yang cukup kristalin dan memiliki karakter identik dengan material grafit. Pada uji difraksi dari *graphene* arang ampas tebu, didapatkan data sudut pada 2θ $26,343^\circ$ dengan nilai d-spacing sebesar $0,338050$ nm. *Graphene* memiliki nilai FWHM sebesar $0,0095^\circ$ dan ukuran kristal sebesar $15,41$ nm. Tingginya puncak fasa kristalin pada *graphene* arang ampas tebu menunjukkan bahwa *graphene* cukup kristalin dengan jumlah *single-layer* dan *few-layer graphene*.

Hasil morfologi TEM dari *graphene* arang ampas tebu pada perbesaran 80.000 kali dengan penanda mikron 50 nm, tampak beberapa *layer* (*few-layer*) dengan bentuk melipat pada tepi bidang yang ditunjukkan oleh anak panah.

Sedangkan pada pengamatan perbesaran 150.000 kali dengan penanda mikron 20 nm, dihasilkan morfologi sampel *graphene* arang ampas tebu memiliki bagian *single* serta *few-layer graphene* yang ditunjukkan anak panah.

Pada morfologi *graphene* skala nanometer, bagian yang tebal dan hitam merupakan bentuk aglomerasi dari lembaran *graphene* (*multi-layer graphene*). Namun bentuk *multi-layer* tersebut masih dalam rentang sekitar 10-15 nm [8].



Gambar 8. Morfologi *graphene* arang ampas tebu dengan penanda mikron 50 nm dan 20 nm

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Pembuatan *graphene* dari bahan arang limbah ampas tebu dan grafit melalui metode modifikasi *Improved Graphene Oxide* dapat dilakukan dan menghasilkan produk *graphene* dengan hasil yang sesuai dengan penelitian sebelumnya.

Saran

Diperlukan eksplorasi penggunaan bahan limbah pertanian yang telah dikarbonisasi untuk dijadikan material awal pembuatan *graphene*.

DAFTAR PUSTAKA

1. M. I. Katsnelson and K. S. Novoselov. 2007. Graphene: New Bridge between Condensed Matter Physics a Quantum Electrodynamics. *Sol. Sta. Commun.*, 143, 3-13.

2. K. Geim, K. S. Novoselov. 2007. The rise of Graphene. *Nat. Mater.* 6: 183.
3. Marcano, D. C., Kosynkin D. V., Berlin J. M., Sinitskii A., Sun, Z., Slesarev, A., Alemany, L. B., Lu, W., Tour J. M. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano* Vol 4. No 8: 40806-4814.
4. EBTKE. 2012. Potensi Energi Biomassa untuk Listrik. Online. <http://ebtke.esdm.go.id/energi/energi-terbarukan/bioenergi/175-potensi-energi-biomassa-untuk-listrik.html>. Diakses pada 22 Maret 2015
5. Low, F.W., Lai, C.W., Abd Hamid, S.B. 2015. Easy preparation of ultrathin reduced graphene oxide sheets at a high stirring speed. *J. Ceramics International* 2015.01.008.
6. Liu, L.L., Mao-zhong, A., Pei-xia, Y., Jin-qiu, Z. 2015. Few-layer Graphene Prepared Via Microwave Digestion Reduction and its Electrochemical Performances in Lithium Ion Batteries. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 10 (2015) 1582-1594.
7. Tang, S., Zhang, S. 2011. Adsorption of epoxy and hydroxyl groups on zigzag graphene nanoribbons: Insight from density functional calculations. *Chemical Physics* 392 (2012) 33-45.
8. Sahoo, S., Hatui, G., Bhattacharya, P., Dhibar, S., Das, C.K. 2013. One Pot Synthesis of Graphene by Exfoliation of Graphite in ODCB. *J. Of Scientific Research Graphene*, 2013, 2, 42-28.

