

Analisis fasa dan ikatan molekul *reduced graphene oxide* (rGO) berbahan dasar tempurung kelapa

L Agustina¹ dan N P Putri^{1, a}

¹Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Surabaya
Kampus Ketintang, Jl. Ketintang Surabaya 60231, Indonesia

^anugrahaniprimary@unesa.ac.id

Abstrak. *Reduced graphene oxide* (rGO) berhasil disintesis dengan metode kalsinasi pemanasan suhu 1000⁰C selama 2 jam dan Hummers termodifikasi. Serbuk hasil sintesis dikarakterisasi XRD, FTIR dan spektroskopi Raman (532 nm). Berdasarkan kajian dan karakterisasi, semua sampel teridentifikasi material *reduced graphene oxide* (rGO). Hasil XRD menunjukkan pola *reduced graphene oxide* (rGO) dengan posisi puncak 23⁰ dan 43⁰ dalam keadaan amorf. Gugus fungsi utama C=C *reduced graphene oxide* (rGO) teridentifikasi melalui karakterisasi FTIR serta terdapatnya gugus fungsi impuritas O-H, C=O, C-O-C dan C-Cl. Tingginya rasio I_D/I_G data spektroskopi Raman diperoleh dari hasil sintesis dengan metode kalsinasi yakni 2,21, sedangkan metode Hummers termodifikasi diperoleh nilai I_D/I_G 1,49. Tingginya rasio I_D/I_G menunjukkan *defect* sampel kalsinasi lebih tinggi daripada sampel Hummer termodifikasi.

1. Pendahuluan

Grafrit merupakan polimorf karbon yang tersedia di alam. Sebagai polimorf karbon lainnya, *reduced graphene oxide* (rGO) merupakan material pengganti *graphene*, karena sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) lebih sederhana daripada *graphene* namun memiliki sifat yang mirip dengan *graphene* [1]. Sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) bisa dilakukan pada material berbasis karbon selain grafrit, misalnya bahan organik seperti tempurung kelapa yang memiliki kandungan karbon tinggi [2]. Sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) dengan bahan dasar grafrit umumnya menggunakan metode Hummers [3], sedangkan sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) berbahan dasar tempurung kelapa disintesis secara termal [2]. Untuk itu dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) berbahan dasar tempurung kelapa menggunakan metode kalsinasi dan Hummers termodifikasi.

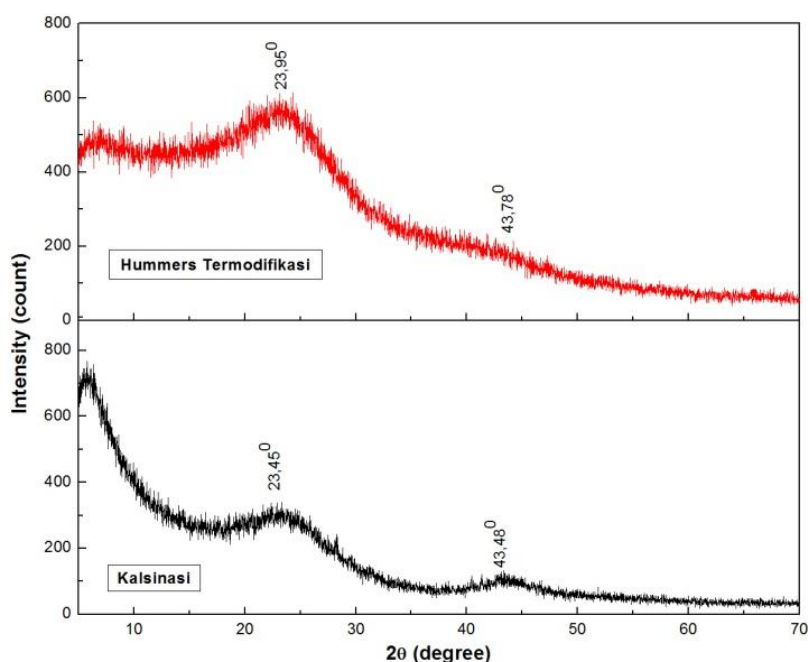
2. Metode

Penelitian ini menggunakan bahan dasar tempurung kelapa varietas kelapa dalam yang akan disintesis menggunakan dua metode, yakni metode kalsinasi dan metode Hummer termodifikasi. Terlebih dahulu tempurung kelapa dibersihkan dari serabutnya dan direduksi kandungan airnya dengan pemanasan dalam oven suhu 110⁰C selama 1 jam, kemudian direduksi hingga menjadi serbuk lolos saring 100 *mesh*. Untuk metode kalsinasi tempurung kelapa diberi perlakuan panas pada suhu 1000⁰C.

Sedangkan untuk sampel Hummer termodifikasi terlebih dahulu serbuk tempurung kelapa dipanaskan pada suhu 400°C selama 3 jam lalu dicampurkan dalam larutan H_2SO_4 , serbuk NaNO_3 dan KMnO_4 yang kemudian direduksi secara termal [4, 5]. Serbuk hasil sintesis akan dikarakterisasi XRD menggunakan radiasi Cu-K α dengan panjang sinar-X $1,54056 \text{ \AA}$ pada rentang sudut $5^{\circ} - 70^{\circ}$, FTIR dengan rentang *wavenumber* 400 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} , serta karakterisasi spektroskopi Raman dengan panjang gelombang laser eksitasi 532 nm .

3. Hasil dan Pembahasan

Dari hasil karakterisasi XRD maka diperoleh pola difraksi yang ditampilkan pada Gambar 1, secara umum kedua sampel memiliki pucak lebar dengan posisi puncak pertama pada $2\theta = \sim 23^{\circ}$ dan kedua pada $\sim 43^{\circ}$. Pola puncak yang melebar mengindikasikan bahwa sampel dalam keadaan amorf. Pola XRD kedua sampel sesuai dengan penelitian sebelumnya sehingga dapat diidentifikasi bahwa kedua sampel termasuk dalam material *reduced graphene oxide* (rGO) [6]. Posisi puncak Hummer termodifikasi mengalami sedikit pergeseran kearah kanan dari pada sampel kalsinasi. Hal ini dikarenakan proses sintesis yang berbeda dimana sampel kalsinasi disintesis secara termal sedangkan sampel Hummer termodifikasi disintesis secara kimia, sehingga mengakibatkan derajat oksidasi yang berbeda dan mengalami pergeseran puncak pada pola XRD.

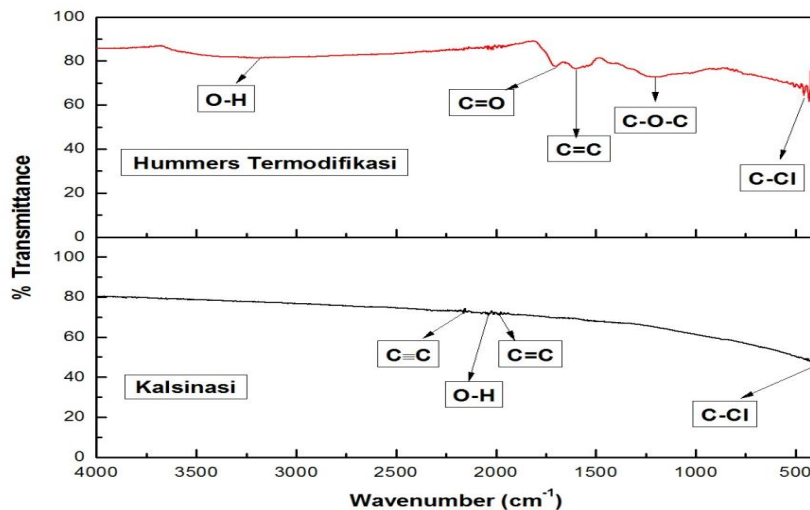


Gambar 1. Pola XRD sampel kalsinasi dan Hummer termodifikasi.

Pola FTIR sampel kalsinasi dan Hummer termodifikasi ditampilkan pada Gambar 2 serta identifikasi pola serapan dengan referensi pada Tabel 1 untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel. Hasil identifikasi gugus fungsi pada spektrum FTIR menunjukkan bahwa masing-masing sampel teridentifikasi gugus fungsi C=C yang merupakan ikatan utama material *reduced graphene oxide* (rGO) dengan impuritas pada sampel Hummers termodifikasi lebih banyak daripada sampel kalsinasi. Banyaknya impuritas yang muncul pada sampel Hummer termodifikasi menggambarkan proses reduksi secara termal masih belum optimal untuk menghilangkan gugus hidroksil dan karboksil. Sedangkan untuk sampel kalsinasi, hadirnya gugus fungsi C=C mengindikasikan bahwa pada suhu 1000°C belum mampu memutus ikatan C=C menjadi C=C seluruhnya.

Tabel 1. Pencocokan gugus fungsi hasil uji sampel *reduced graphene oxide* (rGO) dengan referensi.

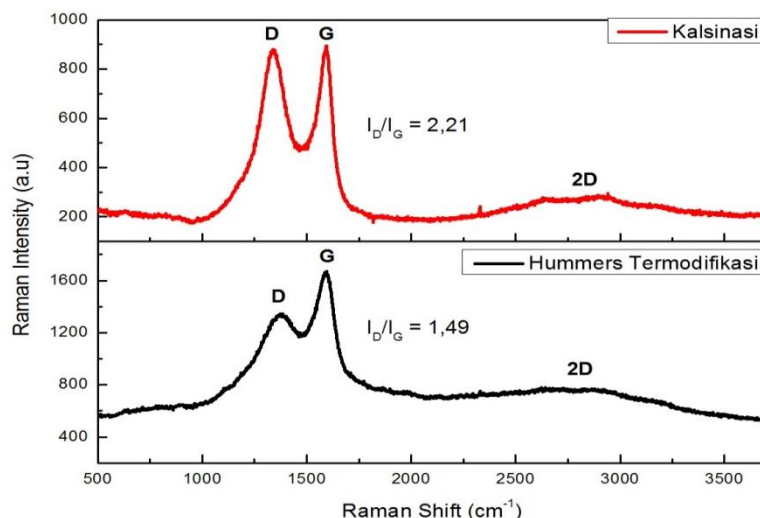
Datasheet ⁷ (cm ⁻¹)	Sampel		Jenis ikatan
	Ref jurnal (cm ⁻¹)	Eksperimen (cm ⁻¹)	
400 - 515	420 ⁸	416,82 418,20	C-Cl stretching
1310 - 1020	1080 ⁹	1203,90	C-O-C strerching, ethers (aromatic, olefinic or aliphatic)
1580 - 1625	1619 ⁹	1598,89	C=C stretching aromatic ring
1550 - 1870	1720 ⁹	1698,84	C=O stretching of carboxyl group
-	2045 ¹⁰	2038,19	O-H stretching
-	1990 ¹⁰	1983,44	C=C stretch of alkena
2100 - 2260	2120 ⁵	2161,39	C≡C stretching
3100 - 3600	3400 ⁹	3183,57	O-H stretch of carboxylic acid

**Gambar 2.** Gugus fungsi spektrum FTIR sampel kalsinasi dan Hummer termodifikasi.

Spektrum Raman sampel uji ditunjukkan pada Gambar 3. Terdapat 2 puncak utama pada masing-masing sampel yakni *D-band* dan *G-band*. Posisi *D-band* dan *G-band* dengan intensitas maksimum untuk kalsinasi dan Hummer termodifikasi tercantum pada Tabel 3.2. Kemudian terdapat puncak *2D-band* dengan pola bergelombang sekitar 2700cm⁻¹. Hasil yang serupa teramati pada panjang gelombang laser Raman yang sama. Hasil *fitting* diperoleh nilai rasio I_D/I_G sampel kalsinasi dan Hummer termodifikasi masing-masing adalah 2,21 dan 1,49. Perbedaan metode yang diberikan pada tempurung kelapa menghasilkan radio I_D/I_G yang cukup signifikan, dimana dari hasil tersebut dapat menentukan kualitas sampel [12]. Semakin rendah nilai rasio I_D/I_G menyatakan kualitas material yang lebih baik dengan *defect* dan impuritas lebih rendah [13]. Oleh karena itu, sintesis secara termal menimbulkan *defect* yang sangat besar pada material daripada sintesis secara kimiawi. Meskipun kedua sampel memiliki perbedaan nilai I_D/I_G yang cukup signifikan, akan tetapi kedua sampel tersebut termasuk dalam rentang material *reduced graphene oxide* (rGO) [11, 12, 14].

Tabel 2. Letak dan intensitas puncak sampel *reduced graphene oxide* (rGO).

	D-Band		G-Band		2D-Band
	Raman Shift (cm ⁻¹)	Intensitas (a.u)	Raman Shift (cm ⁻¹)	Intensitas (a.u)	Raman Shift (cm ⁻¹)
Kalsinasi	1341,50	880,31	1593,50	894,34	~2700
Hummer Termodifikasi	1383,50	1345,00	1595,50	1670,60	~2700



Gambar 3. Pola Raman sampel kalsinasi dan Hummer termodifikasi.

4. Kesimpulan

Material *reduced graphene oxide* (rGO) berhasil disintesis menggunakan bahan tempurung kelapa dengan metode kalsinasi suhu 1000°C dan Hummer termodifikasi. Kedua metode tersebut diperoleh pola XRD yang hampir sama dengan posisi puncak 23° dan 43°. Meskipun dari hasil FTIR menunjukkan impuritas yang lebih besar pada sampel Hummer termodifikasi, namun hasil karakterisasi Raman menunjukkan kualitas material yang lebih baik dengan *defect* lebih rendah daripada sampel kalsinasi. Nilai I_D/I_G kalsinasi dan Hummer termodifikasi adalah 2,21 dan 1,49.

Referensi

- [1] Emiru T F dan Ayele D W 2017 *Egyptian J. Basic App. Sci.* **4** (1) 74
- [2] Nashrullah M dan Darminto 2014 *J. Seni Sains POMITS*
- [3] Hyunwoo K, Abdala A A dan Macosko C W 2010 *Macromolecules* **43** (16) 6515
- [4] Mohan A N, Ramya A V dan B Manoj 2016 *Adv. Sci. Eng. Medicine* **8** (02) 112
- [5] Khadifah F M dan Nurisal R 2017 *Sintesis Graphene Berbasis Arang Tempurung Kelapa dengan Metode Hummers Termodifikasi* (Surabaya: Jurusan Fisika FMIPA-ITS)
- [6] Fu C, Zhao G, Zhang H dan Li S 2014 *Int. J. Electrochem. Sci.* **8** (5) 6269
- [7] Socrates G 2001 *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts* Third Edition (England: John Willey & Sons Ltd)
- [8] Nurdiansyah H 2017 *Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Waktu Ultrasonikasi terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) dari Material Grafena* (Surabaya: Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS)
- [9] Nugraheni A Y 2017 *Analisis Struktur Grafena Oksida Tereduksi dari Tempurung Kelapa Tua dengan Hamburan Sinar-X Sudut Kecil Sinkrotron (Saxs)* (Surabaya: Jurusan Fisika FMIPA-ITS)
- [10] Eigler S, Dotzer C dan Hirsch A 2012 *Carbon* **50** (10) 3666
- [11] Sharma N, Sharma V, Jain Y, Kumari M, Gupta R, Sharma S K dan Sachdev K 2017 *Macromol. Symp.* **376** 1700006
- [12] Garg B, Bisht T dan Yong-Chien L 2014 *Molecules* **19** (9) 14582
- [13] Ickecan D, Zan R dan Nezir S 2017 *J. Phys.: Conf. Ser.* **902** 012027