

ANALISIS STRUKTUR KARAKTERISASI XRD DAN SEM PADA *REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO)* LIMBAH BAN

Sandi Tri Febriani*, Ety Jumiati, Miftahul Husnah
Program Studi Fisika FST Universitas Islam Negeri Sumatera Utara

*E-mail korespondensi: sandytrifebriani123@gmail.com

ABSTRACT

Research has been carried out using waste tires as the basic material for reduced graphene oxide (rGO). This research has been successfully synthesized using waste tire smoke with combustion and microwave assisted methods as a faster, easier, and safer synthesis process. The characterizations used in this research are X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). The powder is obtained through the process of capturing smoke from burning waste tires manually at a temperature of 300°C for 3 hours. Then it was reduced using microwave heating with variations in heating time of 20, 25, and 30 minutes. The results of the XRD characterization data showed a diffraction peak (002) peak at $2\theta = 25^\circ$ and a diffraction peak (101) peak $2\theta = 43.9^\circ$ which identified rGO and the results of the SEM characterization test obtained that the surface morphology formed a thin sheet.

Keywords: Waste Tires, Reduced Graphene Oxide (rGO), Microwave.

ABSTRAK

Telah diteliti penelitian dengan berbantuan limbah ban sebagai material dasar reduced graphene oxide (rGO). Penelitian ini telah berhasil disintesis menggunakan asap limbah ban dengan metode pembakaran dan berbantuan microwave sebagai proses sintesis yang lebih cepat, mudah, dan aman. Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini yaitu X-ray diffraction (XRD) dan scanning electron microscope (SEM). Serbuk diperoleh melalui proses penangkapan asap dari pembakaran limbah ban secara manual pada suhu 300°C selama 3 jam. Kemudian direduksi menggunakan pemanasan microwave dengan variasi waktu pemanasan 20, 25, dan 30 menit. Hasil data karakterisasi XRD terdapat puncak difraksi (002) peak pada $2\theta = 25^\circ$ dan puncak difraksi (101) peak $2\theta = 43.9^\circ$ yang mengidentifikasi rGO dan hasil uji karakterisasi SEM diperoleh morfologi permukaan membentuk lembaran tipis.

Kata kunci: Limbah Ban, *Reduced Graphene Oxide* (rGO), Microwave.

Diterima 25-11-2022 | Disetujui 06-02-2023 | Dipublikasi 31-03-2023

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologisaat ini mampu menyebabkann banyaknya pengembangn berbagai jenis materiall fisika di bidang ilmu pengetahuan dan penelitian. Salah satu dari new material yang berkembang belakangan ini adalah grafena (*graphene*). *graphene* mempunyai susunan atom yang berbentuk segi enam serupa dengan sarang pada lebah dan membentuk satu lembaran setipis satu atom [1].

Graphene adalah bahan dua dimensi *monoatomic* dari satu lapis *grafitt* yang ditemukan pada tahun 2004 oleh Andree K.

Geim dan Konstantiin Novoselove dengan menggunakan *scotch tape* yang ditempelkan pada *graphite* untuk mengambil sampel serbuk-serbuk karbonnya. *Graphene* memiliki modulus Young 1 TPa, dengan konduktifitas *thermal* 3000 Wm/k, luas permukaan yang terukur sebesar 2.635 m²/g, dan mobilitas electron 15000 cm²V⁻¹s⁻¹ [2]. Aplikasi *graphene* sangat luas diberbagai bidang seperti nanoelektrik, sensor, nanokomposit, baterai, superkapasitor, semikonduktor, dan elektroda transparant.

Pada penelitian sebelumnya, sintesis *reduced graphene oxide* (rGO) telah dilakukan

dengan metode pembakaran yang memanfaatkan sampah anorganik. Hasil karakterisasi dianalisis menggunakan XRD dan diperkuat dengan FTIR mendeskripsikan bahwa asap sampah anorganik yang menggunakan alat penangkap asap berbentuk cerobong ialah berupa material rGO [3].

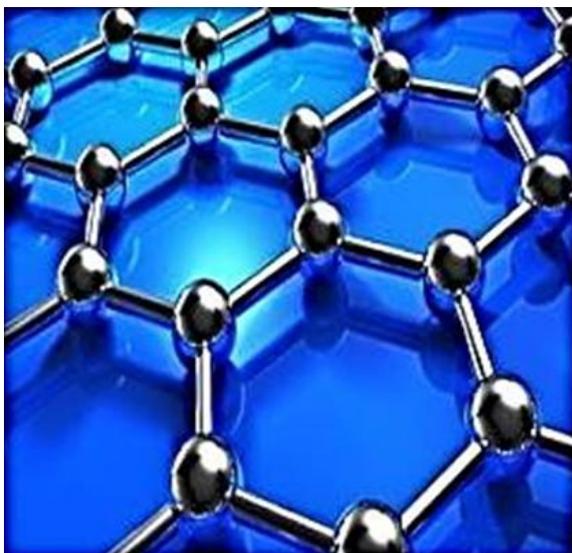
Berdasarkan hasil uji diatas, maka penelitian ini bermaksud untuk mengetahui struktur kristal dan morfologi permukaan rGO dengan memanfaatkan limbah ban sebagai material dasar dengan berbantuan *microwave* dalam mensintesis rGO.

TINJAUAN PUSTAKA

Graphene

Graphene adalah satu dari banyaknya material baru pada bidang *nanotechnology* yang sangat diperluas saat ini. Satu lembar *graphene* dengan luas 1 cm² beratnya sekitar 0,77 miligram. Lapisan tipis ini adalah salah satu contoh material dua dimensi.

Graphene mempunyai satu lapis atom karbon yang susunannya rapat membentuk struktur seperti sarang lebah yang ditunjukkan pada Gambar 1. Struktur tersebut danikatan kovalen pada *graphene* menjadikannya mempunyai sifat-sifat fisika yang sangat menarik seperti sifat elektronik, optik, dan mekanik [4].



Gambar 1. Struktur atom segi enam *graphene*.

Reduced Graphene Oxide (rGO)

rGO merupakan material pengganti *graphene*, karena sintesis rGO lebih sederhana dari *graphene* namun memiliki sifat yang serupa dengan *graphene*. Metode reduksi yang dimodif untuk sintesis rGO dapat dirincikan menjadi empat metode utama yaitu pengelupasan mekanis, *chemistryvapor deposition* (CVD), *chemistry reduct*, dan reduksi berbantuan *microwave* [5]. Menggunakan reduksi termal *microwave* sebagai energi panas dikoreksi mampu mereduksi GO dengan faster. Iridasi *microwave* mampu membuat serbuk GO tidak basah dan mampu mereduksi secara efektif dengan beberapa detik.

Teknik pemanasan *microwave* cenderung lebih efektif untuk mereduksi GO dengan suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan pemanasan konvensional. Selain itu, metode hidrotermal *microwave* juga memberikan karakter yang sangat bagus dibandingkan dengan teknik hidrotermal konvensional sejak perangkat *microwave* dapat memberikan energi gelombang elektromagnetik secara homogeni pada seluruh bahan cair kimia. Kelemahan metode ini yaitu cara reduksi mampu mengetahui kerusakan yang dapat menurunkan sifat elektronik dari *graphene*.

Limbah Ban

Sampah anorganik dapat didefinisikan sebagai sampah yang dihasilkan dari bahan-bahan non hayati, baik berupa hasil sintesis maupun produk proses teknologi pengolahan bahan tambang [6]. Secara khusus sampah anorganik yang saat ini digunakan yaitu karet ban kendaraan yang diproses melalui metode pembakaran dan menghasilkan serbuk. Serbuk yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dan dijadikan sebagai rGO yang mampu diaplikasikan di segala aspek penelitian.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Effendy *et al.* (2021), bahan baku utama pembuatan ban dalam kendaraan bermotor berupa karet alam dan karet sintesis [7]. Karet

sintesis pada ban dalam kendaraan bermotor mengandung polimer isoprena, stirena, dan butadien. Pada ban dalam kendaraan bermotor juga terdapat bahan pendukung di antaranya yaitu senyawa, antioksidan, *softeners*, dan carbon hitam seperti pada Tabel 1. Ditinjau dari bahan-bahan yang terkandung pada ban dalam kendaraan tersebut maka tidak lagi mudah terurai secara biologis.

Tabel 1. Kandungan limbah ban.

Komponen	Kandungan
<i>Black carbon</i>	35%
Karet alam	25%
<i>Styrene Butadiene</i>	15%
Kalsium/kaolin	10%
Butil karet	5%
Unsur ZnO	4%
Senyawa naften/aromatik	3%

Limbah ban dapat dimanfaatkan sebagai karbon, rGO, dan jenis material lainnya apabila diolah sesuai dengan metodenya. Limbah karet ban dipilih karena mampu menghasilkan jumlah karbon yang sangat banyak dikarenakan komposisi penyusun limbah ban mengandung kadar karbon yang tinggi yakni 35%. Banyaknya karbon ini dapat menghomogenisasi senyawa dalam ekstruksi dan adhesi. Susunan dari limbah ban ini mengandung zat pengikat yang dapat menyatukan semua partikel. Limbah ban berasal dari berbagai macam material seperti karet murni, karet saentetik, senyawa kimia, dan minyak tertentu [8].

METODE PENELITIAN

Penelitian ini telah dilakukan dengan menggunakan metode pembakaran dan *microwave* untuk mensintesis asap limbah ban. Dalam penelitian ini menggunakan alat yaitu : *microwave*, kaca preparat, statif, gunting, penjepit buaya, korek api, sikat gigi, wadah, tungku api, seng, oven, *magnetic stirrer*, gelas ukur 100 ml, *beaker glass* 250ml, kertas saring, aluminium foil, timbangan analitik, XRD, dan SEM. Sedangkan bahan-bahannya yaitu : serbuk asap limbah ban, aquades, etanol, lem *polyvinyl acetate* (PVA), dan sodium sulfat.

Adapun prosedur sintesis rGO penelitian ini adalah:

1. Disiapkan kaleng bekas dan seng dengan ukuran 15 cm sebagai tungku pembakaran.
2. Kemudian karet ban dibakar dan asap ditangkap dengan kaca preparat.
3. Digerus asap yang tertempel pada kaca untuk menghasilkan serbuk.
4. Serbuk kemudian dibagi dua untuk metode pembakaran dan *microwave*.
5. Pada metode pembakaran dilakukan selama 3 jam pada suhu 300°C kemudian dikarakterisasi XRD dan SEM.
6. Pada metode *microwave* dicampurkan 25 gr serbuk + 100 ml aquades + 100 ml etanol dalam *beaker glass* lalu di *microwave* pada daya 300 Watt dan variasi waktu 20, 25, dan 30 menit.
7. Dikeluarkan kemudian di cuci tiga kali dengan aquades dan etanol disaring kemudian dipanaskan selama 6 jam pada temperatur 60°C.
8. Serbuk dikarakterisasi XRD dan SEM dan dianalisis data hasil pengujiannya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini berupa gambaran struktur molekul cyanidin yang telah dioptimasi dengan metode DFT. Hasil lain yang diperoleh menggambarkan level energi HOMO-LUMO pada molekul orbital *cyanidin* untuk pelarut *cyanidin* I, air dan acetonitrile. Pada penelitian ini juga membahas tentang sifat optik dari cyanidin dengan ketiga pelarut tersebut. Adapun sifat optiknya berupa pola absorpsi gelombang uv-vis, pola transmitansi spektrum infra red dan pergeseran hamburan spektrum raman.

Hasil penelitian dilakukan dengan pendekatan alitik kuantitatif deskriptif. Dimana hasil penelitian berupa grafik, numerik, dan gambar yang dianalisis secara deskriptif. Serbuk rGO yang dihasilkan dengan menggunakan limbah ban bekas pakai yang dibakar dan direduksi berbantuan pemanasan *microwave*. Untuk data hasil

pengujian karakterisasi yang diperoleh dianalisis menggunakan *software* OriginPro18.

Hasil Karakterisasi XRD

Difraksi X-ray atau biasa dikenal dengan XRD merupakan alat karakterisasi yang diperlukan untuk menganalisis sifat *graphene*. Pada Tabel 2 menunjukkan perbandingan parameter struktur pada rGO hasil karakterisasi XRD.

Tabel 2. Perbandingan parameter struktur rGO karakterisasi XRD.

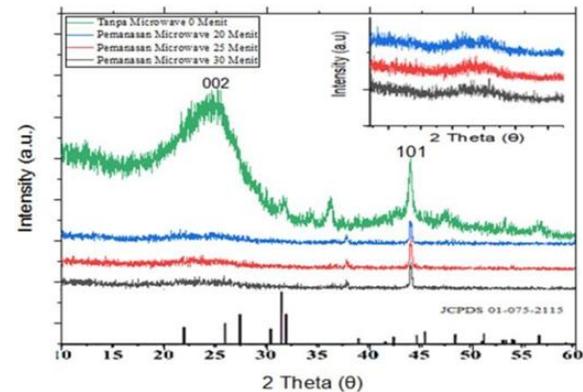
Sampel (menit)	Peak			
	2θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)	Jarak Kristal (nm)
0	25	3,3	2	0,356
20	25,6	1	8	0,347
25	25,8	1,1	7	0,345
30	25,9	1,1	7	0,343

Disesuaikan dengan persamaan Bragg diperoleh jarak antar bidang kristal untuk sampel 0, 20, 25, dan 30 menit jarak antar bidang kristal sebesar 0,356 nm, 0,347 nm, 0,345 nm, 0,343 nm. Ukuran kristalinitas dihitung dengan persamaan Scherrer dan diperoleh ukuran kristal untuk sampel dengan waktu pemanasan 0, 20, 25, dan 30 menit yang terjadi pada puncak (002) diperoleh jarak diantara layer pada rGO sebesar 2 - 8 nm. Jarak pada bidang kristal semakin kecil apabila waktu pemanasan *microwave* semakin meningkat.

Menurunnya jarak bidang kristal maka dapat dinyatakan material tersebut semakin berstruktur kristalin. Ketika suatu material berstruktur kristalin maka susunan atomnya akan lebih teratur dan rapi. Hal tersebut juga akan mempengaruhi sifat dari material itu sendiri, termasuk sifat listriknya [9]. Gambar 2 berikut adalah hasil grafik struktur kristal XRD.

Pada Gambar 2 apabila mengacu pada rujukan sebelumnya maka dapat dinyatakan serbuk dari asap sampah limbah ban berupa rGO. Hal ini dikarenakan terdapat puncak difraksi (002) pada $2\theta = 25^\circ$ yang mengindikasikan

jarak diantara *layer* pada rGO dan puncak difraksi (101) pada $2\theta = 43,9^\circ$.



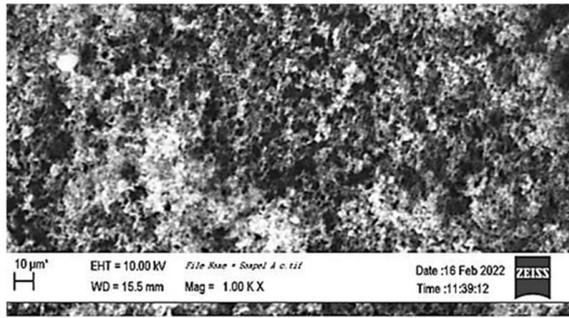
Gambar 2. Hasil karakterisasi XRD.

Hasil ini menunjukkan menggunakan limbah ban dengan metode pembakaran dan *microwave* mengidentifikasi serbuk rGO sesuai dengan penelitian sebelumnya dengan memanfaatkan kain perca dalam menghasilkan serbuk rGO [10].

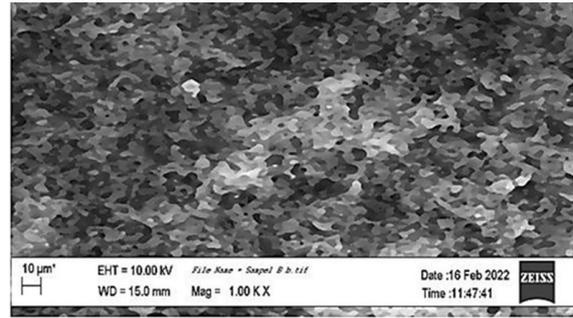
Hasil Karakterisasi SEM

Scanning electron microscopy (SEM) yang digunakan untuk menganalisa sifat material topografi, morfologi, komposisi, dari material tersebut. Serbuk rGO dari asap sampah anorganik limbah ban melalui metode pembakaran dan *microwave*.

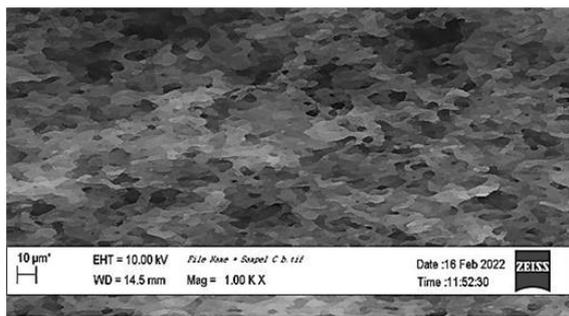
Pada Gambar 3 merupakan hasil karakterisasi SEM pada metode pembakaran yang dilakukan dengan pembesaran 1000 kali. Analisa morfologi rGO pada 0 menit terlihat membentuk tumpukan karbon dan belum lembaran tipis. Pada waktu 20 menit diperoleh sampel serbuk limbah ban yang terbentuk sedikit memiliki morfologi lembaran tipis. Pada waktu 25 menit morfologi rGO terlihat mengelupas membentuk lembaran tipis. Pada metode *microwave* dengan variasi waktu 30 menit diperoleh sampel serbuk karet ban yang terbentuk memiliki morfologi lembaran tipis. Untuk pemanasan rGO dengan waktu 30 menit lembaran tipis dapat terlihat jelas pada metode *microwave*. Lembaran tipis yang menyerupai seperti asap mengidentifikasi serbuk asap limbah ban merupakan rGO.



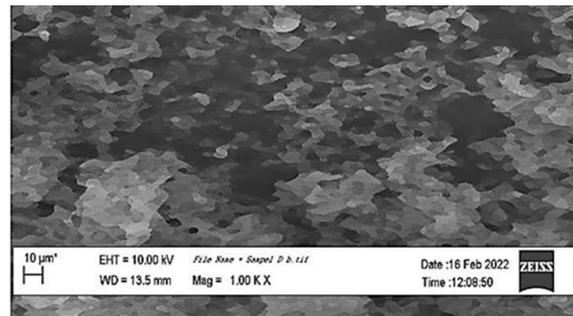
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3. Hasil karakterisasi SEM (a) 0 menit, (b) 20 menit, (c) 25 menit, dan (d) 30 menit.

Apabila jarak antar lapisan rGO semakin dekat maka morfologi permukaan akan terlihat membentuk tumpukan karbon, sehingga lembaran tipis yang dihasilkan tidak terlihat jelas. Pengaruh variasi pemanasan *microwave* mampu menghasilkan lembaran tipis pengelupasan rGO lebih mudah diidentifikasi dibandingkan dengan metode tanpa pemanasan *microwave* [11].

KESIMPULAN

rGO berbahan dasar limbah ban telah berhasil disintesis dengan metode pembakaran dan berbantuan *microwave* dikarakterisasi menggunakan XRD terdapat puncak difraksi (002) pada $2\theta = 25^\circ$ yang mengindikasikan space diantara layer pada rGO dan puncak difraksi (101) pada $2\theta = 43,9^\circ$. Untuk karakterisasi SEM morfologi rGO yang signifikan pada waktu 30 menit dimana lembaran tipis teridentifikasi. Disarankan untuk penelitian selanjutnya menggunakan metode *microwave* dengan peningkatan variasi waktu dan daya

yang berbeda agar menghasilkan morfologi dan struktur kristalinitas rGO yang lebih murni.

REFERENSI

1. Alwin, A. (2020). *Sintesis komposit grafena oksida tereduksi (rGO) dan seng oksida (ZnO) dari Arang Tempurung Kelapa (Cocos Nucifera)*. Doctoral dissertation, Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
2. Honorisal, M. B. P., Huda, N., Partuti, T., & Sholehah, A. (2020). Sintesis dan karakterisasi grafena oksida dari tempurung kelapa dengan metode sonikasi dan hidrotermal. *Teknika: Jurnal Sains dan Teknologi*, **16**(1), 1–11.
3. Najati, B. L., & Norman Syakir, F. (2023). Sintesis dan karakterisasi reduced graphene oxide dari serbuk arang tempurung kelapa menggunakan metode solid state. *JIIF (Jurnal Ilmu dan Inovasi Fisika)*, **7**(1), 30–40.
4. Fathia, A. (2018). *Sintesis dan karakterisasi graphene oxide terkombinasi nanopartikel perak dalam fase cair*.

- Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
5. Tarcan, R., Todor-Boer, O., Petrovai, I., Leordean, C., Astilean, S., & Botiz, I. (2020). Reduced graphene oxide today. *Journal of Materials Chemistry C*, **8**(4), 1198–1224.
 6. Yudiyanto, E. Y., & Tania, A. L. (2019). *Pengelolaan sampah pengabdian pendampingan di Kota Metro*. Metro, Indonesia: Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Institut Agama Islam Negeri Metro dengan Sai Wawai Publishing.
 7. Effendy, S., Rusnadi, I., Amin, J. M., Aina, N., Rossa, B., & Waltin, M. (2021). Unjuk Kerja Proses Pirolisis Katalitik Limbah Ban Bekas Menjadi Bahan Bakar Cair Ditinjau Dari Jumlah Katalis, Variasi Temperatur, dan Waktu Operasi. *Kinetika*, **12**(1), 32–39.
 8. Azhar, I., & Hasyim, W. (2019). Pengaruh Penambahan Serbuk Limbah Karet Ban Bekas Terhadap Karakteristik Aspal Ditinjau dari Nilai Penetrasi dan Daktilitas. *Prosiding Seminar Nasional Program Studi Magister Teknik Sipil ULM*, **6**, 197.
 9. Puspitasari, W. R., & Dwandaru, W. S. B. (2017). *Preparasi dan sintesis graphene oxide dengan variasi waktu pembakaran kain perca menggunakan metode penangkapan asap dengan kaca preparat berdasarkan uji absorbansi dan gugus-gugus fungsional*. Yogyakarta: UNY.
 10. Widyaastuti. (2019). *Karakterisasi material*. Surabaya: ITS Press.
 11. Efelina, V. (2019). Sintesis nanofiber reduced graphene oxide menggunakan fabrikasi elektrospinning. *Orbital Chemistry Journal*, **2**(3), 1–8.



Artikel ini menggunakan lisensi
[Creative Commons Attribution
4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)