

Karakteristik *Reduced Graphene Oxide* (rGO) Berbahan Dasar Limbah Batang Padi

Characteristics of Reduced Graphene Oxide (rGO) Based on Rice Stem Waste

Puji Rahayu, Nugrahani Primary Putri*, Lydia Rohmawati
Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Negeri Surabaya
Jln. Ketintang, Surabaya 60231

ABSTRAK

Sebagai negara agraris, Indonesia memiliki lahan persawahan yang sangat luas. Padi yang kemudian diolah menjadi beras merupakan bahan pangan utama masyarakat Indonesia. Batang padi selama ini dibuang sebagai limbah dan tidak dimanfaatkan dengan baik, padahal dengan kandungan karbon didalamnya, batang padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar *reduced graphene oxide* (rGO). Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi suhu pemanasan terhadap nilai kapasitansi dan morfologi rGO berbahan dasar limbah batang padi. Pembuatan rGO meliputi beberapa tahap, yaitu dehidrasi, karbonasi dan kalsinasi. Tahap dehidrasi dilakukan pada suhu 110°C selama 12 jam yang dilanjutkan dengan karbonasi pada suhu 400°C selama 1,5 jam. Sampel karbon hasil karbonasi diuji proximate untuk menentukan kandungan fixed carbon pada sampel, dan diuji Thermal Gravimetric Analysis (TGA) untuk mengetahui posisi perubahan massa bila dikenai perubahan suhu. Dari hasil uji proximate dan TGA diketahui bahwa kandungan fixed carbon adalah 18,23% dan perubahan massa terjadi pada suhu 200°C hingga 350°C. Langkah selanjutnya dilakukan tahap karbonasi dengan variasi suhu, dan dilakukan uji X-ray Diffractometer (XRD) dan Voltametri siklik. Hasil karakterisasi XRD diidentifikasi keberadaan puncak rGO dan GO. Nilai kapasitansi rGO dari batang padi cukup kecil bila dibandingkan dengan rGO komersial.

Kata Kunci: batang padi, rGO, kalsinasi

ABSTRACT

As an agrarian country, Indonesia has a very large rice field. Rice which is then processed into rice is the main foodstuff of the Indonesian people. Rice stalks have been thrown away as waste and are not utilized properly, whereas with the carbon content in them, rice stems can be used as a basis for reduced graphene oxide (rGO). This study aims to analyze the effect of heating temperature variations on the capacitance and morphological values of rGO based on rice stem waste. Making rGO includes several stages, namely dehydration, carbonation and calcination. The dehydration stage is carried out at 110°C for 12 hours followed by carbonation at 400°C for 1.5 hours. Carbon samples from carbonation results were tested proximate to determine the fixed carbon content of the samples, and tested by Thermal Gravimetric Analysis (TGA) to determine the position of changes in mass when subjected to changes in temperature. From the proximate and TGA test results it is known that the fixed carbon content is 18.23% and mass changes occur at temperatures of 200 ° C to 350 ° C. The next step is the carbonation stage with temperature variations, and the X-ray Diffractometer (XRD) and cyclic voltammetry tests are performed. From the results of XRD characterization identified the existence of the peak rGO and GO. The capacitance value of rGO from rice stalks is quite small when compared to commercial ones.

Key Words: rice straw, rGO, calcination

PENDAHULUAN

Zaman yang semakin berkembang menjadikan teknologi tidak dapat dipisahkan dengan kehidupan manusia. Permintaan perangkat teknologi meningkat seiring bertambahnya jumlah dan aktifitas manusia, karena itu dikembangkan berbagai macam perangkat teknologi secara massal guna mempermudah aktifitas manusia. Meningkatnya kebutuhan alat-alat elektronik, berdampak pada kebutuhan energi yang semakin meningkat. Permasalahan inilah yang mendorong banyak negara untuk melakukan penelitian dalam menemukan sumber-sumber energi baru dan cara

paling efektif untuk menyimpan energi. Adapun media penyimpanan energi yang paling umum digunakan adalah baterai. Baterai telah menjadi teknologi pilihan dalam berbagai aplikasi, karena dapat menyimpan energi besar dalam volume yang relatif kecil (Burke, 2000).

Material katoda yang umum digunakan adalah senyawa interkalasi lithium, seperti LiCoO_2 , LiMn_2O_4 dan LiFePO_4 , sedangkan material anoda yang umum digunakan adalah grafit, oksida berbasis timah dan oksida logam transisi. Namun material-material ini memiliki beberapa kelemahan yang membatasi penggunaannya. Sebagai contoh,

*Alamat korespondensi:
nugrahaniprimary@unesa.ac.id

LiCoO_2 mempunyai sifat beracun, tidak stabil, dan harganya mahal (Waluyo & Noerochim, 2014), sedangkan oksida berbasis timah memiliki siklus yang baik tetapi mudah kehilangan energi dalam siklus pertama. Solusi untuk menyelesaikan masalah ini adalah dengan mengembangkan material elektroda baru untuk baterai. Salah satu material yang tepat digunakan sebagai elektroda baterai adalah material reduced Graphene Oxide (rGO). Secara kimiawi, rGO merupakan material yang kurang stabil dibandingkan dengan graphene, dan memiliki ikatan karbon dengan oksigen, menjadikan material rGO mudah bereaksi dengan material lainnya. Material rGO memiliki kapasitansi listrik yang cukup tinggi, sehingga rGO dianggap sebagai alternatif material pembuat elektroda baterai. Dari penelitian yang telah dilakukan Rajagopalan & Chung (2014) nilai kapasitansi yang didapatkan mencapai 141 F/g.

Penelitian rGO, terkait dengan material dasar, metode yang digunakan untuk mensintesis rGO hingga aplikasi dari rGO telah banyak dilakukan, sehingga rGO dapat diproduksi secara massal dengan harga murah dan rGO dapat dimanfaatkan secara maksimal. Telah ditemukan beberapa metode sintesis rGO antara lain: reduksi, dispersi, dan pertumbuhan epitaksial yang keseluruhan menggunakan bahan dasar grafit. Adapun yang terbaru adalah sintesis dengan menggunakan metode kalsinasi yang menggunakan material alam sebagai bahan dasar, seperti yang telah dilakukan oleh Nugraheni dkk (2015) dengan sampel dari material dasar tempurung kelapa tua didapatkan fase rGO pada sudut 2θ yaitu 24° . Hal ini sesuai dengan JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) No. 75-1621 fase rGO pada sudut 2θ 24° (Shen, et al., 2012).

Berdasarkan pada beberapa penelitian terdahulu, penelitian ini menggunakan batang padi (*Oryza sativa* L.) sebagai bahan dasar rGO. Batang padi merupakan limbah padi yang belum termanfaatkan secara optimal oleh para petani. Padahal tanaman padi yang ada di Indonesia mengalami kenaikan pertahun 2,63 % dari tahun 2010 sampai 2014 (BPS, Jawa timur). Oleh karena itu, sebagai elektroda baterai rGO dari batang padi perlu dikaji karakteristiknya dengan pengujian proximate, X-ray Diffractometer (XRD) dan voltametri siklik. Karakterisasi yang dilakukan dimaksudkan untuk dapat menjelaskan pengaruh variasi pemanasan batang padi terhadap fase rGO yang terbentuk dan nilai kapasitansi rGO berbahan dasar batang padi.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi suhu pemanasan terhadap nilai kapasitansi dan morfologi rGO berbahan dasar

limbah batang padi. Pembuatan rGO meliputi beberapa tahap, yaitu dehidrasi, karbonasi dan kalsinasi.

METODE PENELITIAN

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah batang padi yang berasal dari daerah Sidoarjo. Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi peralatan kaca, ayakan 200 mesh, cawan porselin, mortal, alu, tanur, kertas saring, aluminium foil, lampu dom 25 watt, magnetic stirrer, dan neraca analitik. Instrumen karakterisasi yang digunakan yaitu X-ray Diffraction (XRD), Differential Thermal Analysis (TGA), Proximate, dan Voltametri siklik.

Metode pembuatan rGO terdiri dari beberapa tahap yaitu, tahap dehidrasi, karbonasi dan kalsinasi. Sebelum dilakukan proses dehidrasi, limbah batang padi dibersihkan dengan cara dicuci dengan air hingga bersih, dan dipotong kecil-kecil ($\pm 5\text{cm}$). batang padi yang telah dipotong dipanaskan untuk menghilangkan kandungan air (dehidrasi) pada suhu 110°C selama 12 jam. Selanjutnya dilakukan proses karbonasi pada suhu 400°C selama 1,5 jam hingga batang padi menjadi arang. Hasil karbonasi diuji proximate untuk menentukan kandungan fixed carbon dan dikarakterisasi dengan TGA untuk mengetahui posisi perubahan massa yang terjadi bila dikenai perubahan suhu. Arang hasil karbonasi dilakukan proses kalsinasi dengan variasi suhu 200°C , 250°C , 300°C , 350°C , dan 400°C selama 5 jam hingga didapatkan serbuk rGO. Serbuk rGO dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pengotor yang ada, kemudian dipanaskan kembali pada suhu 110°C untuk menghilangkan kandungan airnya. Langkah selanjutnya adalah karakterisasi XRD dan voltametri siklik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi Proximate, didapatkan data kadar air, kadar abu, zat volatile dan fixed carbon dari batang padi seperti dapat dilihat pada Tabel 1. Batang padi (BP) setelah karbonasi memiliki kadar karbon sebesar 18,23% b/b. Kadar karbon pada penelitian ini lebih besar dibandingkan penelitian sebelumnya, pada penelitian Janewit (2008) dengan sampel batang padi, sampel dikarbonasi pada suhu 70°C selama 24 jam, sehingga dihasilkan karbon sebesar 15,12% b/b. Perbedaan kadar karbon pada penelitian ini dan Janewit dapat disebabkan karena perbedaan preparasi pada sampel sebelum proses karbonasi dan bahan dasar yang digunakan menggunakan varietas yang berbeda.

Selain karbon, BP juga memiliki kadar abu yang tinggi yaitu 58,89 % b/b. Besarnya kadar abu

dapat disebabkan karena tidak sempurnanya proses karbonasi. Panas dari tanur konvensional tidak merata pada seluruh bagian sampel, sehingga ada bagian dari permukaan sampel yang memiliki panas lebih tinggi dibandingkan panas pada permukaan sampel yang lain. Selain penggunaan tanur konvensional, ukuran sampel juga berpengaruh pada penerimaan panas dari tanur. BP yang memiliki ukuran lebih kecil akan lebih cepat panas dibandingkan BP yang memiliki ukuran besar. Hal ini mengakibatkan besarnya peluang BP yang berukuran kecil, berubah menjadi abu.

Tabel 1. Hasil Uji *Proximate* batang padi

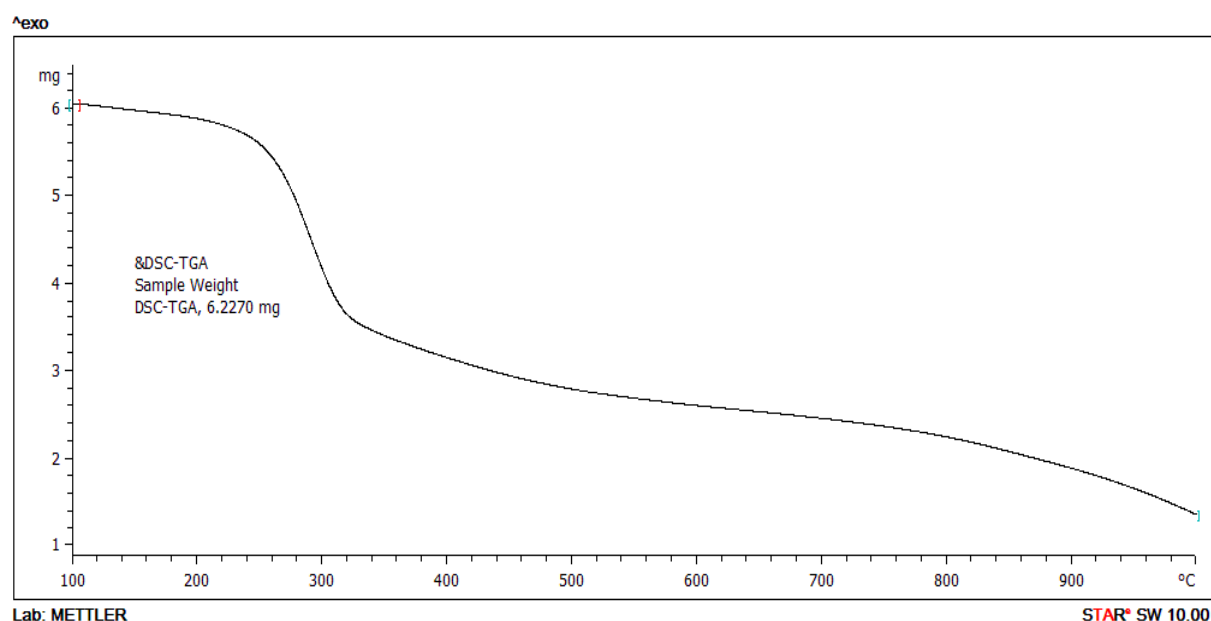
Jenis Uji	Kadar (%b/b)
Air	7,77
Abu	58,89
Volatil	15,12
Karbon	18,23

Batang padi juga memiliki kadar air dan *volatile*, meskipun tidak sebesar kadar abu yaitu 7,77 dan 15,12 %b/b. Kadar air ini diperkirakan bukan berasal dari air pada BP, karena sampel telah dipanaskan melebihi titik didih air sehingga seluruh air dalam BP menjadi fase gas. Adanya kadar air dapat terjadi ketika sampel mengalami proses pendinginan setelah proses karbonasi. Pada suhu ruang, sampel dapat mengikat H₂O di udara bebas sehingga kadar airnya meningkat. BP yang telah dikarbonasi sebaiknya disimpan di dalam desikator untuk menghindari masuknya H₂O di udara bebas (Prastiwi DA, 2013).

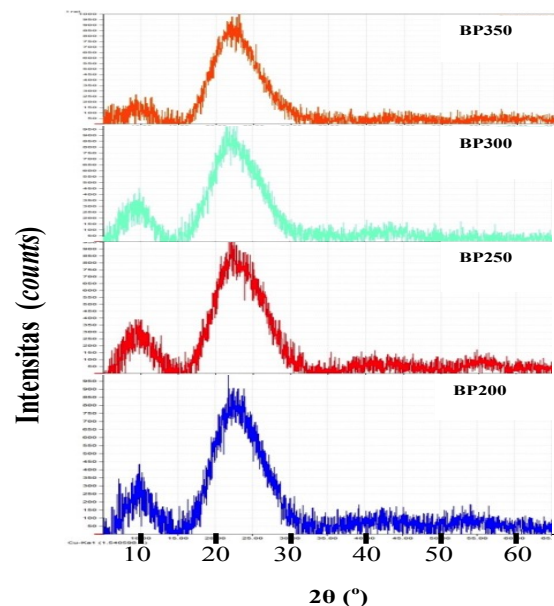
Batang padi yang telah dikarbonasi dikarakterisasi menggunakan TGA untuk menentukan hubungan suhu dengan massa BP yang telah dikarbonasi. Hasil dari uji TGA akan didapatkan suhu yang digunakan untuk pembuatan rGO pada tahap selanjutnya. Karakteristik TGA menghasilkan kurva suhu dan massa seperti pada Gambar 1.

Kurva pada **Gambar 1** menunjukkan dekomposisi sampel berlangsung secara endotermik karena menyerap kalor. Pada suhu kurang dari 200°C tidak terjadi penurunan massa yang signifikan seiring kenaikan suhu. Pada suhu 100 hingga 200°C, massa sampel menurun secara perlahan karena pada rentang tersebut, molekul air menguap. Penurunan massa secara signifikan terjadi pada suhu 200°C sampai 320°C. Pada rentang suhu tersebut terjadi perubahan massa dari struktur karbon menjadi rGO.

Pada suhu yang lebih besar dari 320°C, penurunan massa terjadi secara perlahan dibandingkan suhu sebelumnya, diperkirakan komponen organik pada sampel menguap dan lebih banyak didominasi senyawa anorganik dengan bentuk abu. Berdasarkan analisis diatas, suhu yang digunakan untuk proses selanjutnya menggunakan rentang suhu 200°C hingga 350°C. Karakterisasi XRD (Gambar 2) bertujuan untuk mengetahui fasa rGO berbahan dasar batang padi. Hasil karakterisasi XRD untuk sampel rGO BP dibandingkan dengan penelitian Nugraheni, et al (2015), dan dianalisis dengan *software match* dan *database rGO*.



Gambar 1. Kurva TGA batang padi



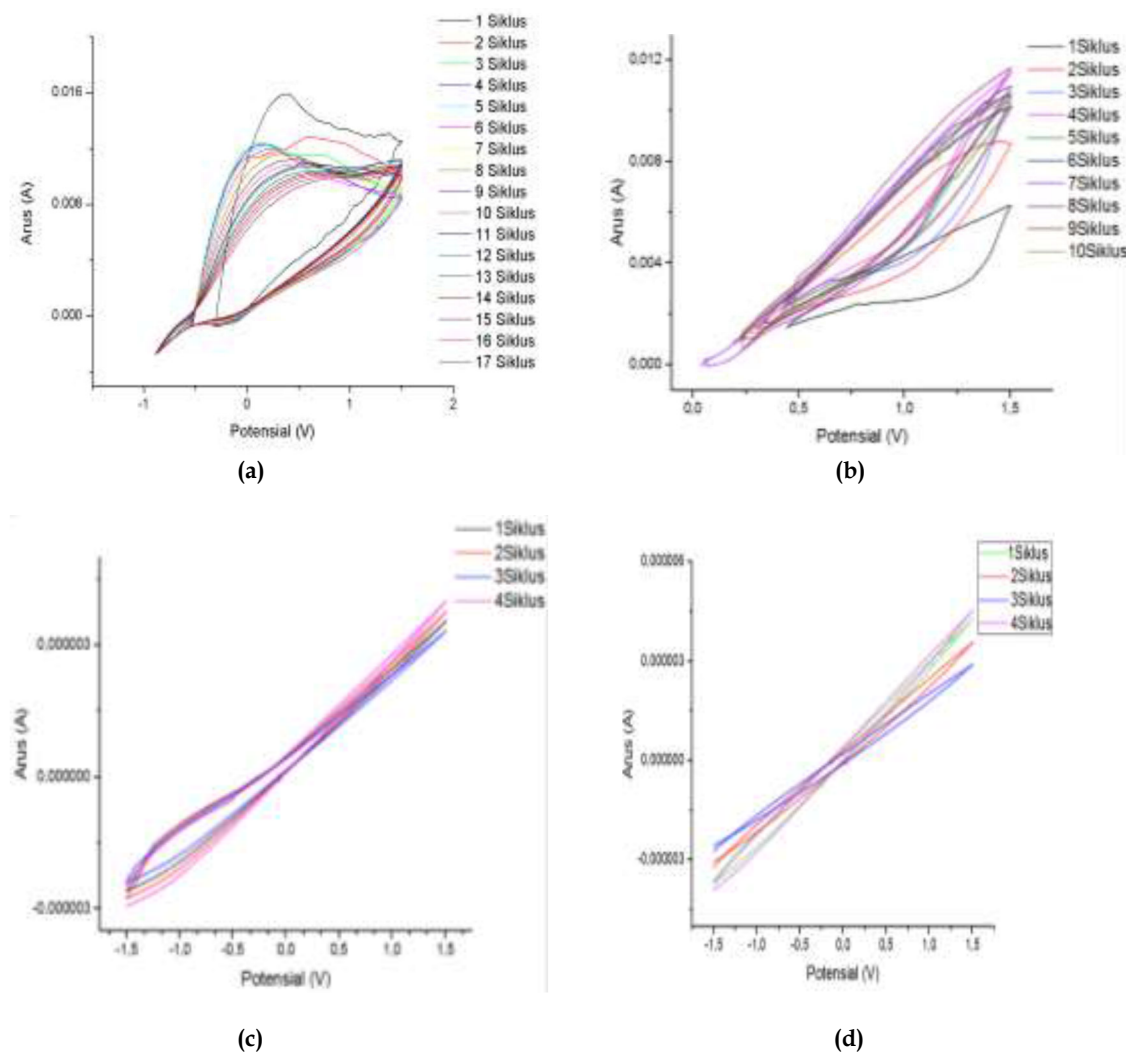
Gambar 2. Hasil karakterisasi XRD rGO batang padi

Seluruh difraktogram menunjukkan terdapat 2 puncak dengan 2θ yang berbeda, dari data tersebut akan diambil puncak yang tertinggi yaitu pada suhu kalsinasi BP-250. Pola difraksi yang dihasilkan dari puncak pertama (2θ) 5° - 14° dengan puncak tertinggi $9,743$ sedangkan pada puncak kedua pola difraksi yang dihasilkan dari puncak kedua (2θ) 15° - 33° dan memiliki puncak tertinggi $22,982^{\circ}$, pola pada kedua puncak menyerupai gunung. Pada penelitian Nugraheni AY, et al (2015) pola difraksi yang dihasilkan dari sampel arang pada rentang sekitar 2θ 15° - 30° dan memiliki puncak tertinggi 24° . Maka untuk rentang puncak kedua BP-250 telah memenuhi rentang puncak dari penelitian Nugraheni AY, et al (2015), meskipun memiliki puncak yang berbeda. Peningkatan suhu pemanasan dan *holding times* menyebabkan puncak difraksi rGO bergeser. Pada pemanasan suhu 250°C , puncak difraksi rGO terletak pada rentang 2θ 15° - 33° , pergeseran puncak difraksi disebabkan semakin bertambahnya keteraturan pada penyusun lapisan rGO dimana variasi temperatur pemanasan yang diberikan termasuk proses pemberian energi aktivasi pada atom penyusun bahan atom. Penyusun bahan akan bervibrasi kemudian melepaskan ikatannya dan bergerak ke posisi baru (Nugraheni, et al., 2015).

Pada difraktogram sampel BP-200, BP-250, BP-300, dan BP-350 juga terdapat puncak yang lebih rendah yaitu berturut-turut $9,812^{\circ}$; $9,743^{\circ}$; $9,575^{\circ}$; dan $9,645^{\circ}$. Puncak tersebut mengindikasikan adanya fasa GO (*Graphene Oxide*). Sarkar SK et al (2014) telah mensintesis rGO yang berasal dari GO, penelitian tersebut menyebutkan bahwa puncak $10,28^{\circ}$ merupakan puncak dari material GO, hal ini dapat menjadi indikasi bahwa puncak pertama

merupakan material GO. Puncak yang semakin menurun dari suhu pemanasan terendah hingga tertinggi menunjukkan bahwa kadar GO dalam sampel semakin menurun dengan suhu pemanasan yang semakin tinggi. Adanya fasa GO pada penelitian disebabkan pemanasan yang tidak merata. Hal ini dikarenakan tebal sampel yang tidak sama. Sehingga terdapat beberapa bagian dari sampel yang tidak tereduksi secara merata, penyebab lainnya karena kandungan selulosa dan hemiselulosa yang tidak dapat terurai secara maksimal menjadi karbon saat karbonasi.

Analisis Voltametri (**Gambar 3**) bertujuan untuk mengetahui sifat elektrokimia berupa reaksi oksidasi dan reduksi pada saat pengosongan atau saat pengisian baterai. Pada penelitian ini larutan elektrolit yang digunakan adalah $1\text{ M Na}_2\text{SO}_4$, dengan beda potensial $-1,5\text{ V.s}^{-1}$ sampai $1,5\text{ V.s}^{-1}$ dan untuk *scan rate* yang digunakan adalah $0,05\text{ V.s}^{-1}$. Data keluaran uji Voltametri adalah kurva Voltamogram. Kurva ini menggambarkan proses de-interkalasi yaitu proses pelepasan ion (reaksi oksidasi), sehingga membentuk puncak anodik, serta menggambarkan proses interkalasi yaitu proses penerimaan ion (reaksi reduksi), sehingga membentuk puncak katodik. Puncak katodik ataupun puncak anodik menunjukkan kemampuan katoda untuk melakukan proses oksidasi dan reduksi. Kurva voltamogram dengan puncak katodik dan anodik yang tajam menunjukkan katoda dapat melakukan proses oksidasi dan reduksi dengan baik. Sebaliknya kurva dengan puncak katodik dan anodik yang tidak tajam menunjukkan katoda tidak dapat melakukan proses oksidasi dan reduksi dengan baik.



Gambar 3. Voltamogram dari semua sampel. (a) BP-200 (b) BP-250 (c) BP-300 (d) BP-350

Gambar 3. menunjukkan bahwa rGO pada suhu kalsinasi 250°C, 300°C, dan 350°C tidak menunjukkan adanya puncak katodik dan anodik, hal ini menunjukkan bahwa rGO dari BP tidak dapat melakukan proses oksidasi dan reduksi. rGO BP dengan suhu kalsinasi 200°C memiliki puncak katodik dan anodik, namun tidak tajam sehingga pada sampel ini proses oksidasi dan reduksi tidak berlangsung dengan baik. Hal ini akan menyebabkan siklus kerja dari rGO sangat pendek, siklus terpanjang terjadi pada rGO dengan suhu kalsinasi 200°C sebanyak 17 siklus. Selain menggambarkan proses oksidasi dan reduksi kurva voltamogram juga menunjukkan arus yang dihasilkan saat terjadi reaksi elektrokimia. Kurva dengan bentuk kecil menunjukkan arus yang dihasilkan juga kecil, seperti pada rGO pada suhu kalsinasi 300°C dan 350°C. Arus yang dihasilkan akan berpengaruh pada hasil perhitungan kapasitansi spesifik, dimana arus yang rendah akan menghasilkan kapasitansi yang rendah dan apabila arus yang dihasilkan tinggi maka nilai kapasitansinya akan tinggi. Hal ini menunjukkan

bahwa nilai kapasitansi akan berbanding lurus dengan besar arus.

Berdasarkan perhitungan yang diperoleh dari sampel rGO BP-200, BP-250, BP-300, dan BP-350 berturut-turut didapatkan kapasitansi terbaik 4,89 F/g, $5,72 \times 10^{-1}$ F/g, $2,19 \times 10^{-4}$ F/g, dan $1,91 \times 10^{-4}$ F/g. Dari data yang diperoleh, baik dari bentuk grafik terkait dengan puncak katodik dan anodik, serta dari nilai kapasitansinya maka untuk material rGO dari batang padi belum dapat diaplikasikan untuk elektroda atau perangkat lainnya. Puncak yang dimiliki sampel tidak cukup baik untuk melakukan proses oksidasi dan reduksi, sedangkan nilai kapasitansinya pun tidak cukup besar untuk dijadikan sebagai elektroda. Berdasarkan Wu YP et al (2013) untuk menjadi elektroda maka material harus memiliki siklus hidup yang panjang, namun pada sampel rGO batang padi siklus hidup yang dimiliki sangat pendek.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan disimpulkan bahwa suhu kalsinasi

berpengaruh terhadap nilai kapasitansi sampel rGO dari batang padi, terbukti dengan nilai kapasitansi yang semakin kecil saat suhu pemanasan yang digunakan semakin tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Waluyo H dan Noerochiem L, 2014. Pengaruh Temperatur *Hydrothermal* terhadap Performa Elektrokimia LiFePO₄ sebagai Katoda Baterai Ion Lithium Type Aqueous Elektrolit. *Jurnal Teknik Pomits*, 3 (2).
- Rajagopalan B and Cung JS, 2014. Reduced Chemically Modified Graphene Oxide For Supercapacitor Electrode. *Nanoscale Research Letters*. 9 (1): 535
- Nugraheni AY, Nasrullah M, dan Prasetya FA, 2015. Study on Phase, Molecular Bonding, and Bandgap of Reduced Graphene Oxide Prepared By Heating Coconut Shell. *Material Science Forum*. 827: 825.
- Shen J, Li T, Long Y, 2012. One-Step Solid State Preparation of Reduced Graphene Oxide. *Carbon*. 50 (6): 2134-2140.
- Prastiwi DA. 2013. Pemanfaatan Arang Aktif Sebagai Carrier Unsur Hara Mikro Dalam Pembuatan Pupuk Lambat Tersedia. Thesis. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Sarkar SK, Raul KK, Pradhan SS, Basu S, Nayak A, 2014. Magnetic Properties of Graphite Oxide and Reduced Graphene Oxide. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*. 64: 78-82.
- Wu YP, Rahm E, Holze R, 2003. Carbon Anode Materials for Lithium Ion Batteries. *Journal of Power Sources*. 114 (2): 228-236.
- Burke A, 2000. Ultracapacitors: Why, How, And Where Is The Technology. *Journal of Power Sources*. 91 (1): 37-50.
- BPS Provinsi Jawa Timur. Luasan, Produktivitas, dan Produksi Komoditi Padi Sawah di Jawa Timur. (Online) diakses 18 Januari 2016. <http://BadanPusatstatistik.com>