

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi saat ini menyebabkan banyaknya pengembangan material kimia baru dalam berbagai disiplin ilmu. Salah satu material baru yang berkembang saat ini adalah grafena. Grafena memiliki susunan atom berbentuk heksagonal yang menyerupai sarang lebah dan membentuk satu lembaran setipis satu atom. Grafena merupakan material dua dimensi monoatomik dari satu lapis grafit dengan ketebalan sekitar satu atom karbon yang memiliki transparansi optik sebesar 97,7%. Meskipun sangat tipis kekuatan grafena juga melebihi baja (Anwar et al., 2023). Secara eksperimental, alotropi karbon ini ditemukan tahun 2004 pada lapisan terluar dari karbon. Salah satu karakteristik yang paling menarik dari grafena adalah susunan atom karbonnya yang sangat teratur dan hampir sempurna. Kisi grafena tersusun atas dua lapisan atom karbon yang memiliki ikatan σ dan setiap atom karbon pada lapisan ini memiliki orbital π . Berdasarkan sifatnya yang unik ini, grafena telah banyak digunakan secara luas dalam pengembangan material nanokomposit untuk aplikasi yang berbeda seperti superkapasitor, sensor, solar panel, sebagai adsorben (Taufantri et al., 2016) dan sebagai antibakteri (Sjahriza dan Herlambang, 2021).

Dengan mempertimbangkan potensi dan aplikasi grafena tersebut, kebutuhan akan grafena akan terus meningkat. Grafena menjadi bahan baku yang banyak dicari, akan tetapi ketersediaan grafena masih terbatas, sehingga bagaimana menghasilkan bahan ini dalam jumlah yang banyak menjadi perhatian yang menarik. Salah satunya pengembangan metode sintesis yang sederhana dan efisien untuk pengadaan grafena sangat dibutuhkan (Hidayat et al., 2018). Grafena oksida (GO) merupakan turunan grafena yang diperoleh dengan oksidasi grafit melalui oksidator kuat seperti kalium permanganat atau asam kuat. Proses oksidasi memasukkan gugus fungsi oksigen seperti gugus hidroksil, epoksi, dan karboksil ke dalam lembaran grafena. Akibatnya, kandungan oksigen dalam GO lebih tinggi dibandingkan grafena, dan memiliki sifat hidrofilik yang tinggi. rGO adalah GO yang kandungan oksigennya direduksi baik dengan metode termal, kimia, atau metode lainnya. GO direduksi untuk memperbaiki kisi heksagonal sarang lebah yang terdistorsi selama oksidasi grafena (Putri, 2021).

Metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis grafena adalah oksidasi grafit secara kimia. Metode ini melibatkan oksidasi grafit menjadi GO menggunakan reagen pengoksidasi kuat, lalu GO dapat diubah menjadi rGO melalui proses reduksi menggunakan berbagai reduktan. Oksidasi grafit secara kimia merupakan metode yang menggunakan asam pekat (H_2SO_4 , HNO_3 , dan H_3PO_4) dan agen pengoksidasi kuat (KMnO_4 dan KClO_4). Beberapa metode untuk memproduksi GO secara oksida kimia, diantaranya metode Staudeumaier's, dan Brodie's (Huang, 2011). Metode-metode tersebut dianggap masih belum efektif dalam sintesis grafena karena waktu yang diperlukan cukup lama, biaya relatif tinggi dan menghasilkan limbah kimia yang berbahaya (Anwar et al., 2023). Metode Hummers memberikan beberapa

keuntungan seperti mampu menghasilkan grafena dalam jumlah besar dalam bentuk serbuk, yang terdispersi baik pada pelarut polar dan pelarut non polar, sederhana dan hemat biaya. Oleh karena itu, metode ini adalah cara yang paling menjanjikan untuk membuat grafena dalam jumlah besar (Nahrin, 2022).

Hummers dan Offeman (1958) telah mengembangkan metode kimia untuk mensintesis GO. Metode ini menggunakan oksidator kuat yaitu KMnO_4 dan NaNO_3 dalam konsentrasi H_2SO_4 pekat. Akan tetapi prosedur ini melibatkan pembentukan gas beracun NO_2 , N_2O_4 dan bisa juga menjadi bahan peledak. Putri, 2021 dalam skripsinya menyebutkan bahwa Marcano et al. (2010) telah memodifikasi metode tersebut menjadi lebih aman dengan mengganti NaNO_3 dengan H_2SO_4 , H_3PO_4 dan KMnO_4 . Material karbon lebih hidrofilik dan tidak mengeluarkan gas beracun dan menghasilkan produksi GO yang lebih besar. Keunggulan dari metode Hummer yang telah dimodifikasi oleh Marcano et al. (2010) yaitu sederhana, biaya produksi lebih rendah serta bahan yang digunakan ramah lingkungan, produk yang dihasilkan lebih teratur dan membutuhkan waktu sedikit lebih cepat pada saat melakukan percobaan.

Grafena oksida umumnya berbahan dasar grafit komersil, namun pada penelitian ini oksida grafena akan disintesis dengan menggunakan biomassa yakni limbah kulit kluwek. Kulit kluwek dipilih karena kulit kluwek memiliki sumber atom karbon yang melimpah, aman, berkelanjutan dan termasuk pada proses dengan pendekatan kimia hijau. Hasil pertanian yang mengandung karbon, banyak menjadi target untuk dijadikan sebagai penelitian dalam pembuatan grafena oksida seperti pelepah sawit (Thebora et al., 2019), Tempurung kelapa (Honorisal et al., 2020), dan sekam padi (Towoliu et al., 2024). Pohon kluwek merupakan salah satu sumber daya hayati yang banyak dimanfaatkan oleh masyarakat karena mempunyai nilai ekonomi yang tinggi. Biji tumbuhan kluwek banyak dimanfaatkan sebagai bumbu masakan seperti rawon, bahan pengawet ikan, terasi, kecap, dan minyak pangsi (Heriyanto, 2008). Dalam proses pemanfaatannya bagian yang digunakan adalah isinya sedangkan bagian kulit kluwek belum banyak dimanfaatkan bahkan dibuang begitu saja sebagai limbah (Amhadin, 2020). Kluwek adalah salah satu biomaterial yang dapat digunakan dalam sintesis GO karena mengandung beberapa komponen berupa selulosa, hemiselulosa dan lignin yang dapat dikonversi menjadi grafit. Karena adanya kadar lignin dan kadar selulosa dalam suatu bahan maka bahan tersebut dapat menghasilkan karbon yang baik (mashuri et al., 2020).

Dalam penelitian Ghanim et al. (2018) GO dan rGO diketahui dapat menghambat pertumbuhan bakteri. GO dan rGO memiliki gugus O-H pada bagian tepi lapisan yang dapat mengganggu kestabilan permeabilitas membran sel bakteri. GO dan rGO memiliki beberapa gugus fungsi pada permukaannya seperti hidroksil, karbonil, dan karboksilat yang membuat GO dan rGO stabil dalam air. Kelompok fungsional ini menyebabkan GO dan rGO berinteraksi kuat dengan sekitarnya. Oksida grafena menunjukkan aktivitas antibakteri terhadap berbagai patogen melalui interaksi fisik dan kimia. Interaksi fisik terkait kerusakan fisik dengan induksi oleh kontak langsung dari ujung tajam oksida grafena dengan membran bakteri. Interaksi secara kimia terkait dengan stres oksidatif yang dihasilkan oleh transfer muatan dan spesies oksigen reaktif (ROS). Kerusakan membran oleh ujung GO dan rGO yang

tajam dapat menembus membran sel bakteri (Sjahriza dan Herlambang, 2021).

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian mengenai adsorpsi ion $Zn(II)$ dilakukan dengan memanfaatkan mineral alam sebagai bahan baku untuk aktivasi zeolit. Adsorpsi dilakukan sebagai fungsi waktu dan konsentrasi. Isoterm adsorpsi dipelajari menggunakan model Langmuir, Freundlich, dan Sips.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. bagaimana cara mensintesis GO dan rGO dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers?
2. bagaimana sifat dan karakteristik GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers?
3. bagaimana hasil uji antibakteri GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang akan dicapai pada penelitian ini sebagai berikut:

1. mensintesis GO dan rGO dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers,
2. menganalisis sifat dan karakteristik GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers, dan
3. mengetahui hasil uji antibakteri GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai proses sintesis GO dan rGO dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers. Memberikan informasi sifat dan karakteristik GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers. Memberikan data hasil uji antibakteri GO dan rGO hasil sintesis dari limbah kulit kluwek dengan modifikasi metode Hummers. Penelitian ini juga diharapkan dapat menjadi bahan referensi bagi penelitian selanjutnya.

BAB II METODE PENELITIAN

2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel limbah kulit kluwek, H_2SO_4 (95-98%), KMnO_4 , H_2O_2 (30%), HCl (37%), akuades, akuabides, pH universal, kertas saring Whatman No. 42, *aluminium foil*, *tissue roll* dan label.

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium, ayakan 125 mesh, grinder, neraca analitik (Ohaus), *thermometer*, *furnace* (MF 10005L), *Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray* (SEM EDX) (Bruker), *X-Ray Diffraction* (XRD) (X'pert pro) *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Shimadzu), oven (Mettler), serangkaian alat pendingin, *magnetic bar*, *magnetic stirrer hotplate* (Thermo), sonikator (Ohaus), dan *centrifuge* (Magal).

2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus-Desember 2024 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Kimia Organik. Penghalusan sampel dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia, Politeknik Negeri Ujung Pandang. Analisis SEM-EDX dilakukan di Bidang Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Sulawesi Selatan. Analisis XRD dilakukan di Laboratorium Analisis dan Pengolahan Bahan Galian, Departemen Teknik Geologi, Universitas Hasanuddin. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu, Departemen Kimia. Uji antibakteri dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Sains, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel limbah kulit kluwek dilakukan dengan cara dipotong berukuran kecil, dicuci hingga bersih untuk menghilangkan kotoran dan dikeringkan di bawah sinar matahari (Patunregi et al., 2022).

2.4.2 Proses Karbonisasi Sampel

Sampel limbah kulit kluwek diarangkan terlebih dahulu di atas *hotplate*, dikarbonisasi pada suhu 600°C selama 5 jam untuk menghilangkan senyawa volatil. Setelah karbonisasi, karbon yang dihasilkan kemudian didinginkan pada suhu ruangan, dihaluskan, dan diayak dengan ayakan 125 mesh (Putri dan Supardi, 2023).

2.4.3 Sintesis Grafena Oksida (GO)

Serbuk arang limbah kulit kluwek sebanyak 5 g ditambahkan ke dalam gelas kimia yang berisi H_2SO_4 pekat 70 mL. Gelas kimia tersebut diletakkan di dalam ice-bath, lalu dimasukkan KMnO_4 sebanyak 9 g sedikit demi sedikit supaya suhu campuran tidak melebihi 20°C , kemudian ditambahkan 150 mL akuades. Suspensi kemudian diaduk selama dua jam pada suhu 35°C . Selanjutnya, suspensi dibiarkan (proses oksidasi) selama 5 hari dan disaring (Hidayat et al., 2018).

Campuran kemudian dicuci dengan larutan HCl sebanyak 1 L (1 : 10 ~ HCl : akuades) dengan menggunakan kertas saring dan corong, agar ion logam dapat dihilangkan. Pada tahap ini akan dihasilkan pasta yang kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 2 jam, hingga terbentuk padatan, padatan tersebut kemudian didispersikan ke dalam 100 mL akuades dan dibiarkan selama 3 jam. Netralisasi dilakukan dengan cara mencuci suspensi dengan akuades dalam jumlah besar. pH akan meningkat dari 1 hingga 7 selama proses pencucian (Hidayat et al., 2018).

Pasta yang telah dikumpulkan dari kertas saring kemudian didispersikan ke dalam 300 mL akuades lalu di sonikasi dengan sonikator selama 20 menit dengan frekuensi 20.000 Hz. Hasil dispersi berwarna coklat dari oksida grafena (GO) kemudian disentrifugasi pada kecepatan 4000 rpm selama 30 menit untuk memisahkan grafit oksida yang tidak terkelupas. Setelah proses sentrifugasi, GO akan berada di dasar wadah, dan proses dekantasi akan terjadi secara gravitasi tanpa ada masalah. Selanjutnya GO kering akan didapat dengan proses dehidrasi. Tahapan dehidrasi dimulai dengan cara memanaskan GO pada cawan petri dengan suhu 90°C selama 1 jam. Serpihan GO akan diperoleh dengan cara mengerik padatan GO dari cawan petri (Saleh et al., 2022).

2.4.4 Sintesis Grafena Oksida Tereduksi (rGO)

Oksida grafena tereduksi (rGO) disintesis dengan cara mengoksidasi arang limbah kulit kluwek berdasarkan modifikasi metode Hummers yang telah dilakukan sebelumnya oleh Chen, 2013. Serbuk arang limbah kulit kluwek sebanyak 5 g ditambahkan ke dalam gelas kimia yang berisi H_2SO_4 pekat 70 mL. Gelas kimia tersebut diletakkan di dalam ice-bath, lalu dimasukkan KMnO_4 sebanyak 9 g sedikit demi sedikit supaya suhu campuran tidak melebihi 20°C , kemudian ditambahkan 150 mL akuades. Suspensi kemudian diaduk selama dua jam pada suhu 35°C . Selanjutnya, suspensi dibiarkan (proses oksidasi) selama 5 hari.

Setelah proses oksidasi selesai, tahap selanjutnya adalah tahap reduksi dengan menambahkan 500 mL akuades dan H_2O_2 sebanyak 25 mL (proses reduksi), dan tahap ini menyebabkan larutan berbuih dan suhu campuran meningkat. Selama tahap ini, warna campuran akan berubah dari coklat gelap ke kuning. Campuran kemudian dicuci dengan larutan HCl sebanyak 1 L (1 : 10 ~ HCl : akuades) dengan menggunakan kertas saring dan corong, agar ion logam dapat dihilangkan. Pada tahap ini akan dihasilkan pasta yang kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 2 jam, hingga terbentuk padatan, padatan tersebut kemudian didispersikan ke dalam 100 mL akuades dan dibiarkan selama 3 jam. Netralisasi dilakukan dengan cara

mencuci suspensi dengan akuades dalam jumlah besar. pH akan meningkat dari 1 hingga 7 selama proses pencucian (Hidayat et al., 2018).

Pasta yang telah dikumpulkan dari kertas saring didispersikan ke dalam 300 mL akuabides kemudian di sonikasi dengan sonikator selama 20 menit dengan frekuensi 20.000 Hz. Hasil dispersi berwarna coklat dari oksida grafena tereduksi (rGO) kemudian disentrifugasi pada 4000 rpm selama 30 menit untuk memisahkan grafit oksida yang tidak terkelupas. Setelah proses sentrifugasi, rGO akan berada di dasar wadah, dan proses dekantasi akan terjadi secara gravitasi tanpa ada masalah. Selanjutnya rGO kering akan didapat dengan proses dehidrasi. Tahapan dehidrasi dimulai dengan cara memanaskan GO pada cawan petri dengan suhu 90°C selama 1 jam. Serpihan rGO akan diperoleh dengan cara mengerik padatan rGO dari cawan petri (Saleh et al., 2022).

2.4.5 Karakterisasi GO dan rGO

2.4.5.1 Karakterisasi GO dan rGO dengan FTIR

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesis. Pengujian ini menggunakan FTIR dengan rentang bilangan gelombang sebesar 350-4000 cm^{-1} (Thebora et al., 2019).

2.4.5.2 Karakterisasi GO dan rGO dengan SEM-EDX

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan bentuk serta ukuran partikel dari grafena yang terbentuk dari tiap-tiap perlakuan. Pengamatan dilakukan dengan menggunakan mesin SEM EDX dengan tegangan sebesar 20 kv dan perbesaran 2500x dan 10.000x (Nafi dan Santoso, 2018).

2.4.5.3 Karakterisasi GO dan rGO dengan XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui perubahan yang terjadi karena adanya perlakuan yang diberikan kepada sampel. XRD dilakukan dengan rentang sudut 5-80° dan panjang gelombang sebesar 1,5 Å (Sjahriza dan Herlambang, 2021).

2.4.6 Uji Aktivitas Antibakteri

Uji aktivitas antibakteri GO dan rGO diuji terhadap dua jenis bakteri yakni *Escherichia coli* (bakteri gram negatif) dan *Staphylococcus aureus* (bakteri gram positif) dengan metode difusi sumur. Pengujian dilakukan dengan menyiapkan media bakteri yang telah disterilisasi dengan autoklaf selama 1 jam lalu dituangkan sebanyak 20 mL ke dalam cawan petri dan dibiarkan memadat. Media yang telah dibuat lalu ditambahkan masing-masing inokulum bakteri *S. aureus* dan *E. coli*. Media dilubangi dengan jarum steril dengan diameter 6 mm. Selanjutnya GO dan rGO dilarutkan dalam akuabides dengan konsentrasi 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ dan ditetaskan di dalam lubang yang telah dibuat pada media bakteri. Kemudian cawan petri ditutup untuk dilakukan inkubasi selama 24 jam dalam inkubator pada suhu 37 °C. Setelah inkubasi, ada atau tidaknya zona bening yang terbentuk di sekitar sampel diamati dan diameter zona bening diukur (Ghanim et al., 2018).