

Physical Characterization of Nanomaterial Based Graphite of A Thin Layer By 2B Pencil Drawing With Mechanical Exfoliation Method

Karakterisasi Fisis Nanomaterial Berbasis Grafit dari Lapisan Tipis Hasil Penggoresan Pensil 2b dengan Metode *Mechanical Exfoliation*

Dien Almas Rasis

Program Studi Fisika, Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
didinfisika@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui cara mendapatkan nanomaterial dari grafit pensil 2B. Peneliti juga dapat mengetahui hasil analisa uji XRD, mengetahui pengaruh jumlah ME terhadap lapisan grafit pensil menggunakan mikroskop cahaya, dan mengetahui struktur morfologi permukaan nanomaterial grafit menggunakan uji SEM-EDX. Penelitian ini dimulai dengan membuat sampel dengan cara mengamplas preparat dengan beberapa jenis amplas dengan tingkat kekasaran berbeda. Kemudian setelah diampas, preparat tersebut digores menggunakan material grafit dari pensil 2B dan dilakukan teknik *mechanical exfoliation* untuk mengurangi lapisan grafit tersebut. Uji karakterisasi yang pertama yaitu uji transmitansi preparat kemudian dilanjutkan dengan uji hambatan lapisan grafit yang menempel pada preparat. Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui kekristalan dan ukuran partikel material grafit, uji SEM-EDX dan mikroskop cahaya untuk melihat morfologi permukaan material grafit pada preparat. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, nanomaterial dapat dibuat dengan cara penggoresan pensil 2B pada preparat dan teknik ME untuk mengurangi lapisan grafit pensil tersebut. Uji transmitansi preparat yang diampas dengan amplas tipe P100 menghasilkan nilai transmitansi terkecil, namun grafit pensil yang menempel lebih banyak. Uji XRD menunjukkan bahwa grafit pensil setelah dilakukan ME berfasa semikristal dengan ukuran partikel 7,74 nm dan 27,404 nm. Hasil uji SEM-EDX menunjukkan struktur grafit pensil berbentuk *bulk* dengan ukuran terkecil 0,171 μm dengan komposisi karbon tertinggi yaitu 34,86% dari massa keseluruhan.

Kata kunci: *nanomaterial, grafit pensil 2B, mechanical exfoliation, SEM-EDX*

ABSTRACT

This research aims to understand a way of obtaining nanomaterial of 2B pencil graphite. The researcher was able to find out the results of the XRD analysis test, to know the influence of the number of ME method toward the layer of pencil graphite using a light microscope, and to know the surface morphology structure of graphite nanomaterial using SEM-EDX. This study was begun by rubbing the preparat with some type of sandpaper with different roughness. After rubbing, the preparat can be drawn using graphite material from 2B pencil and the mechanical exfoliation technique to reduce the layers of graphite. The first characterization was transmittation test and then followed by resistance test of graphite layers which was attached to the preparat. The characterization using XRD was held to find out the crystal structure and particle size of graphite material, SEM-EDX and microscopes light test aim to see the surface morphology of the graphite material on the preparat. Based on the result of the research, nanomaterial can be made by drawing 2B pencil on a preparat and ME technique was done to reduce pencil graphite layers. Transmittation test by sandpaper with type P100 produced the smallest value of transmittation. XRD test showed that pencil graphite after ME was in semicrystal phase with size of particles 7.74 nm and 27.404 nm. SEM-EDX test showed that the structure of pencil graphite was bulk with the smallest size 0.171 μm with composition carbon had the highest percentage of 34.86 % of total mass.

Keywords: *nanomaterial, 2B pencil graphite, mechanical exfoliation, SEM-EDX*

PENDAHULUAN

Nanoteknologi menjadi salah satu bidang ilmu Fisika, Kimia, Biologi, dan rekayasa yang penting dan menarik beberapa tahun terakhir ini. Jepang dan Amerika Serikat merupakan dua negara terdepan dalam riset nanoteknologi. Salah satu bagian nanoteknologi yang sedang berkembang yaitu nanopartikel. Penelitian nanopartikel sedang berkembang pesat karena dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optik, dan biomedis (Esty,dkk., 2014). Suatu bahan tergolong nano jika memiliki ukuran (1 – 100) nm (Pramudita, 2006).

Graphene adalah salah satu bahan yang paling menjanjikan dalam nanoteknologi karena mempunyai sifat fisis yang luar biasa, seperti konduktivitas elektronik tinggi, stabilitas termal yang baik dan kekuatan mekanis yang baik pula. Semua sifat-sifat tersebut membuat *graphene* menjadi material ideal untuk dimasukkan dalam bahan atau alat yang fungsional (Seul dan Soo, 2012).

Graphene merupakan salah satu allotropi (seperti karbon *nanotube*, berlian, dan seterusnya) dari unsur karbon dan juga merupakan sebuah monolayer atom karbon dalam dua (2) dimensi berbentuk seperti sarang lebah dengan kisi C-C berukuran 0,142 nm. *Graphene* merupakan lapisan paling tipis dari semua material di alam semesta ini yang pernah diukur. Lembaran-

lembaran *graphene* sangat tipis diambil dari jutaan lapis yang saling menumpuk satu sama lain yang membentuk grafit pada pensil (Seul dan Soo, 2012).

Grafit tersusun dari kristal molekuler atom karbon yang berbentuk heksagonal, terikat dengan ikatan kovalen. Lapisan heksagonal ini terikat dengan lapisan lain dengan ikatan van der Waals. Karena lemahnya ikatan van der Waals, lapisan satu mudah bergerak terhadap lapisan lain, hingga grafit bersifat lunak dan dapat dipakai sebagai pelumas padat (Sukardjo, 1985 : 164).

Mechanical exfoliation (ME) berarti sebuah proses dimana kekuatan mekanik digunakan untuk memisahkan lapisan-lapisan *graphene* dari bagian grafit. Lembaran-lembaran *graphene* yang ditemukan oleh Andre Geim dan Konstantin Novoselov di laboratoriumnya menggunakan metode sederhana yaitu melekatkan pita perekat ke grafit dan dikupas menghasilkan beberapa lapisan. Selanjutnya, mereka menggunakan perekat kedua untuk mengelupas beberapa lapisan grafit dari potongan perekat yang pertama. Mereka melanjutkan proses ini kira-kira dua belas kali. Ketika mereka menempelkan lapisan terakhir dari perekat ke substrat berupa wafer silikon dan mengelupasnya, lapisan sisa pada substrat adalah satu atom tipis yang disebut *graphene* (Angela dan Nathaniel, 2011).

Pembuatan yang mudah dan harga rendah membuat metode *mechanical exfoliation* pada grafit merupakan langkah paling populer untuk menghasilkan *graphene*. Banyak langkah yang sudah dipublikasikan untuk pengelupasan permukaan grafit, termasuk *mechanical exfoliation* yang dilakukan oleh Novoselov pada tahun 2004 (Warner, 2013).

METODE PENELITIAN

Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimen. Eksperimen yang dilakukan yaitu untuk mengetahui pengaruh lama pengamplasan dan variasi teknik ME setelah digores pensil 2B. Kemudian dilakukan beberapa karakterisasi, yaitu uji hambatan menggunakan multimeter, dan uji XRD untuk mengetahui kekristalan dan ukuran partikel pada grafit pensil 2B yang diuji. Pengujian SEM-EDX untuk mengetahui struktur morfologi grafit pensil 2B, serta pengujian menggunakan mikroskop cahaya untuk mengetahui perbedaan lapisan grafit pensil pada preparat setelah variasi teknik ME.

Waktu dan Tempat penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2015 sampai Januari 2016 di kost peneliti, LPPT UGM, Laboratorium Kimia Jurusan Pendidikan Kimia dan Laboratorium Fisika Koloid lantai II Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri

Yogyakarta.

Prosedur

Pembersihan preparat dilakukan dengan cara memasukkan preparat ke *aquades* dalam gelas. Kemudian pengamplasan preparat dilakukan menggunakan amplas dengan waktu dan tipe amplas yang berbeda. Namun, perlakuan yang dilakukan sama, yaitu mengamplas dengan arah yang sama (diamplas dari atas ke bawah). Pengamplasan preparat juga menggunakan aplikasi *android* yaitu *metronome* untuk mengatur tempo sehingga mengurangi kesalahan dalam mengamplas. Spesifikasi pengamplasan dapat diberikan sebagai berikut:

- a. Untuk membuat sampel uji transmitansi, amplas tipe P100 , P120, P150, P240, P320 masing-masing digunakan untuk mengamplas masing-masing satu preparat selama lima menit.
- b. Untuk membuat sampel uji hambatan, amplas tipe P100 digunakan untuk mengamplas preparat dengan variasi waktu satu menit sampai tujuh menit. Kemudian untuk uji mikroskop cahaya digunakan preparat yang diamplas dengan tipe P100 dengan waktu pengamplasan selama lima menit.

Penggoresan pensil 2B dilakukan pada preparat yang sudah diamplas. Penggoresan pensil dilakukan selama dua menit untuk semua preparat yang sudah diamplas. Menggores pensil dengan arah penggoresan yang sama yaitu dari atas ke bawah. Setelah digores, kemudian dibuat

sampel (1 x 1) cm² pada preparat yang dianggap mendapat pengamplasan dan penggoresan yang rata.

Langkah berikutnya adalah melakukan teknik *mechanical exfoliation* (ME) untuk beberapa pengujian, diantaranya sebagai berikut :

- a. Untuk uji transmitansi pada preparat yang sudah digores pensil 2B dan dilakukan dua kali ME.
- b. Untuk pengujian hambatan dengan multimeter dilakukan dua kali ME.
- c. Untuk pengujian sampel menggunakan mikroskop cahaya dilakukan variasi ME yaitu 0 ME, 1 ME, 3 ME, 5 ME, 10 ME, dan 20 ME.

Data, Instrumen, dan Teknik Pengumpulan Data

Ada beberapa karakterisasi dalam penelitian ini. Karakterisasi yang pertama yaitu uji transmitansi untuk mengetahui berapa intensitas yang diteruskan dan diserap oleh grafit pensil yang menempel pada preparat yang sudah diampelas dan dilakukan dua kali ME.

Hambatan yang terbaca pada multimeter merupakan hambatan lapisan pensil yang menempel pada preparat. Cara mengukur yaitu secara langsung dengan menghubungkan multimeter dengan variasi jarak 2 mm, 6 mm, 10 mm, 14 mm, dan 18 mm.

Karakterisasi berikutnya yaitu uji XRD yang bertempat di laboratorium kimia UNY. Uji XRD bertujuan mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Uji sampel selanjutnya yaitu menggunakan mikroskop cahaya dengan perbesaran 40x yang dilakukan untuk mengetahui perbedaan lapisan grafit pensil yang menempel pada preparat dengan variasi teknik ME. Uji SEM-EDX dilakukan di LPPT UGM dengan merk SEM yaitu JEOL JSM-6510 LA. Uji SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi material yang diuji serta kandungan unsur-unsur kimia yang ada di dalamnya.

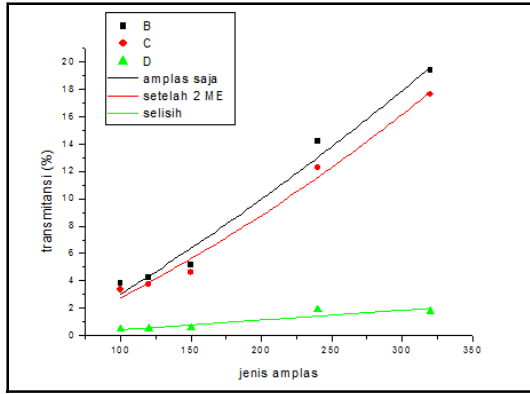
Teknik Analisis Data

Hasil yang didapatkan dari pengukuran intensitas dan hambatan yang terukur kemudian dianalisis menggunakan grafik dengan fitting linear. Hasil uji XRD ditunjukkan dengan grafik, mikroskop cahaya menghasilkan gambar perbedaan variasi ME, dan uji SEM-EDX menunjukkan struktur morfologi dan komposisi bahan kimia pada material yang diuji

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji Transmitansi

Variasi yang digunakan yaitu variasi jenis amplas dengan tingkat kekasaran yang berbeda. Tujuan dilakukan uji transmitansi yaitu untuk menentukan jenis amplas yang menghasilkan grafit pensil paling tebal dengan nilai transmitansi terkecil.

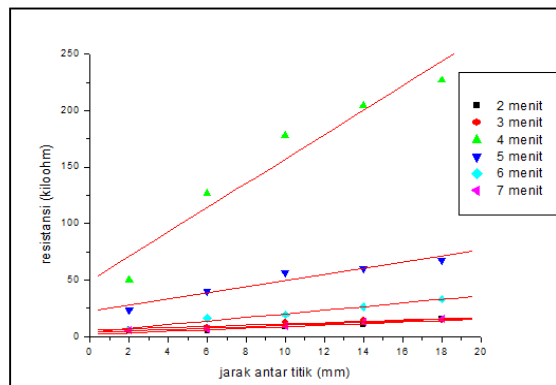


Gambar 1. Grafik hubungan jenis ampas dengan transmitansi.

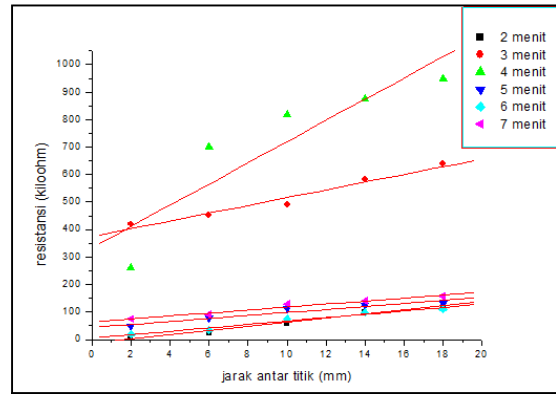
Dari grafik pada gambar terlihat bahwa ampas tipe P100 (paling kasar) menghasilkan nilai transmitansi terkecil dibandingkan dengan tipe lain yang lebih halus.

Hasil Uji Hambatan

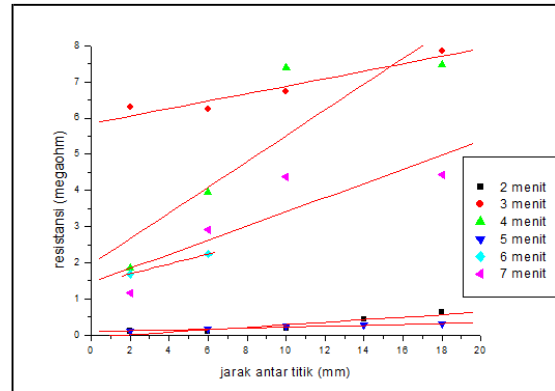
Uji hambatan dilakukan dengan mengukur sampel yang dibuat garis lurus sepanjang 18 mm. Kemudian didapatkan tiga grafik dengan 0 kali ME, 1 kali ME, dan 2 kali ME.



Gambar 2. Grafik hubungan jarak antar titik dengan nilai hambatannya pada 0 ME.



Gambar 3. Grafik hubungan jarak antar titik dengan nilai hambatannya pada 1 ME

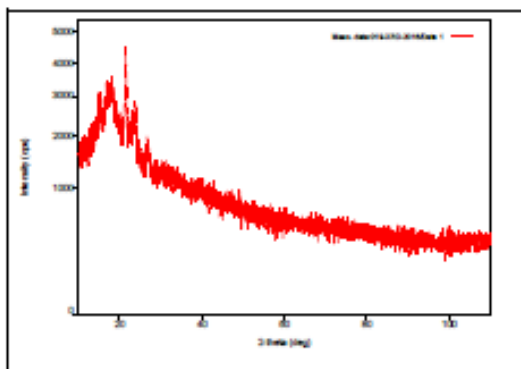


Gambar 4. Grafik hubungan jarak antar titik dengan nilai hambatannya pada 2 ME

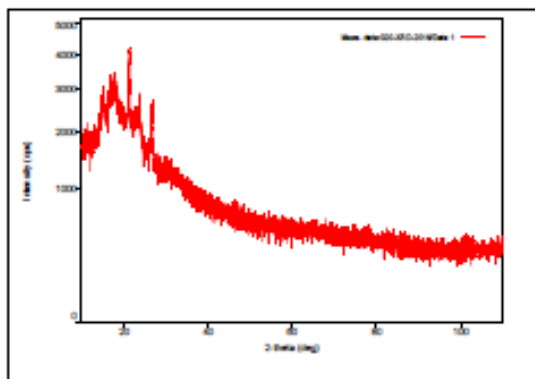
Pada ketiga grafik hubungan jarak antar titik dengan nilai hambatan menunjukkan semakin jauh jarak antar titik yang diukur maka semakin besar nilai hambatan yang dihasilkan. Ketiga grafik menghasilkan fit linear dengan nilai gradien yang berbeda-beda. Pada 0 ME pengamplasan tiga menit menghasilkan gradien terkecil yaitu $(0,5 \pm 0,1) \text{ k}\Omega/\text{mm}$. Kemudian saat 1 ME, pengamplasan tujuh menit mempunyai nilai gradien terkecil yaitu $(5,4 \pm 0,5) \text{ k}\Omega/\text{mm}$. Sedangkan pada 2 ME, pengamplasan lima menit mempunyai nilai gradien terkecil yaitu $(0,013 \pm 0,002) \text{ M}\Omega/\text{mm}$.

Hasil Uji XRD

Pengujian berikutnya menggunakan uji XRD untuk mengetahui kekristalan material grafit yang diuji pada pengamplasan empat menit dan lima menit setelah dilakukan dua kali ME.



Gambar 5. Pola XRD grafit pensil dengan waktu pengamplasan empat menit.



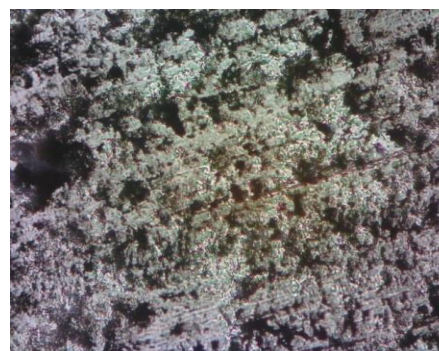
Gambar 6. Pola XRD grafit pensil dengan waktu pengamplasan lima menit.

Dari kedua gambar uji XRD terlihat hanya beberapa puncak yang dapat dibaca oleh detektor dan keduanya menunjukkan pola grafik yang hampir sama. Ini menunjukkan bahwa jumlah kandungan kristal grafit yang menempel pada preparat hanya sedikit saja. Sehingga struktur kristalin grafit yang terbentuk pada preparat mengalami fasa semi-kristalin. Fasa semi

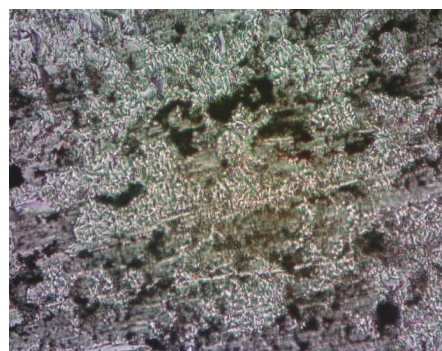
kristalin merupakan fasa zat padat yang tersusun dari kristal dan amorf. Selain mengetahui struktur kristalnya, uji XRD ini dapat digunakan untuk menghitung ukuran partikelnya. Pada pengamplasan lima menit setelah dilakukan perhitungan didapatkan ukuran partikel pada puncak $2\theta = 23,68^\circ$ adalah 7,74 nm dan ukuran partikel pada $2\theta = 26,86^\circ$ adalah sebesar 27,404 nm. Dengan ukuran partikel tersebut material yang diuji termasuk dalam ukuran nanomaterial.

Hasil Uji Mikroskop Cahaya

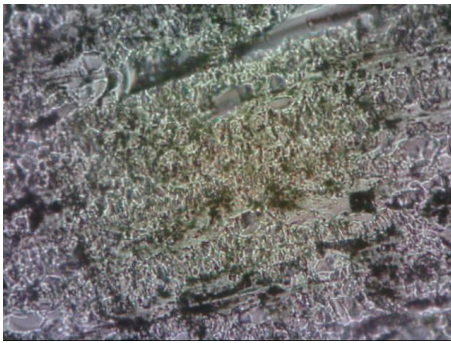
Uji mikroskop cahaya dilakukan untuk mengetahui perbedaan struktur permukaan grafit pensil setelah dilakukan ME 0 ME, 1 kali ME, 3 kali ME, 5 kali ME, 10 kali ME, dan 20 kali.



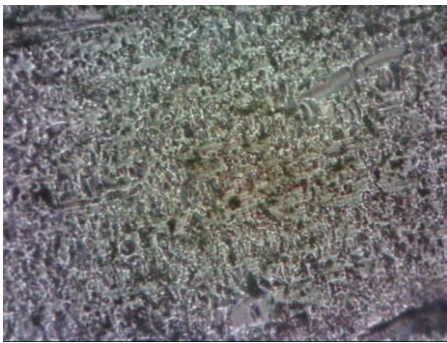
(a) 0 ME



(a) 3 ME



(b) 10 ME



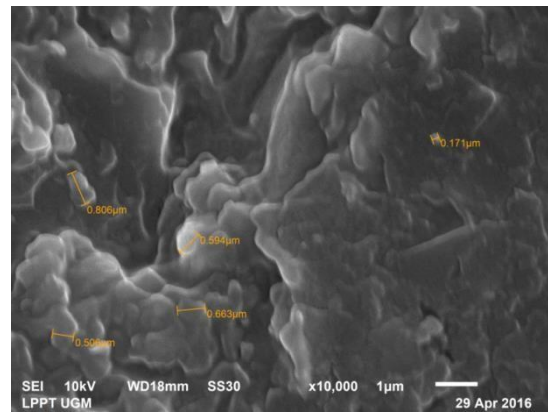
(c) 20 ME

Gambar 7. Hasil pengamatan mikroskop cahaya dengan perbesaran 40x.

Dari keempat gambar yang ditampilkan terlihat bahwa variasi ME menunjukkan bahwa semakin banyak ME yang dilakukan, maka lapisan grafit pensil pada preparat juga semakin tipis. Hal tersebut ditunjukkan oleh semakin rataanya lapisan grafit pensil yang mengisi sela-sela preparat yang diampas dan warna yang ditimbulkan tidak terlalu pekat.

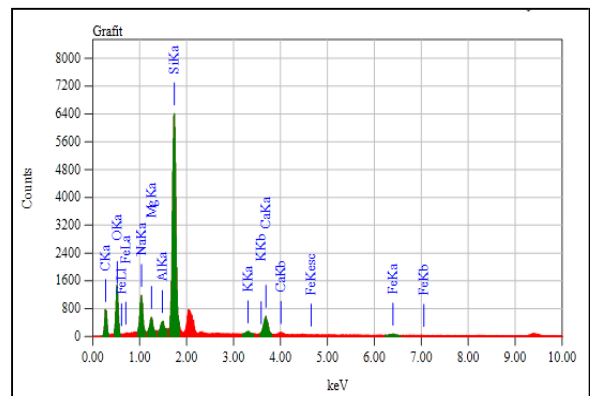
Hasil Uji SEM-EDX

Uji SEM-EDX dilakukan untuk melihat struktur morfologi permukaan grafit lebih detail dan komposisi bahan yang terkandung pada material grafit yang diuji.



Gambar 8. Hasil morfologi penampang atas dari grafit pensil dengan perbesaran 10.000x.

Pada uji SEM ini terlihat struktur morfologi grafit pensil berbentuk seperti *bulk* atau gumpalan yang tidak homogen. Namun dari uji SEM ini terdapat material yang terbaca pada alat dengan ukuran relatif kecil yaitu 0,171 µm atau 171 nm dan masih jarang ditemukan pada sampel.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis						
Fitting Coefficient : 0.1042						
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass% Cation
C	0.277	34.86	0.06	47.12		11.6496
O	0.525	34.50	0.13	35.01		39.5928
Na	1.041	5.11	0.04	3.61		7.2546
Mg	1.253	1.62	0.03	1.08		1.8651
Al	1.486	0.85	0.02	0.51		1.1471
Si	1.739	19.55	0.07	11.30		31.4591
K	3.312	0.25	0.01	0.10		0.4479
Ca	3.690	2.81	0.03	1.14		5.8163
Fe	6.398	0.44	0.02	0.13		0.7676
Total		100.00		100.00		

Hasil EDX memperlihatkan komposisi atau kandungan bahan kimia yang terdapat pada grafit pensil. Selain unsur C milik grafit,

muncul unsur lain yaitu O, Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Fe yang terkandung pada tanah liat yang dicampurkan pada pembuatan grafit pensil. Namun unsur C memiliki persentase terbesar yaitu 36,86 %.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

1. Untuk mendapatkan nanomaterial berbasis grafit dapat dilakukan dengan mengamplas permukaan kaca preparat dan penggoresan pensil 2B serta metode *mechanical exfoliation* dapat mengurangi lapisan grafit pensil yang menempel pada preparat menjadi lebih tipis.
2. Hasil analisis XRD menunjukkan grafit yang menempel pada preparat merupakan struktur semi kristalin, karena mengalami dua fasa yaitu kristalin dan *amorf*. Ukuran partikel kristal yang dapat dihitung sebesar 7,74 nm dan 27,404 nm.
3. Hasil uji mikroskop cahaya menunjukkan jumlah ME berpengaruh terhadap permukaan lapisan grafit yang menempel pada preparat dengan memperlihatkan permukaan grafit yang tidak merata.
4. Hasil uji SEM menunjukkan morfologi lapisan grafit dengan bentuk bongkahan atau *bulk* dengan ukuran partikel terkecil yang terbaca adalah 171 nm. Uji EDX menghasilkan unsur-unsur seperti C, Si, O, Al, Mg, Na, K, Ca, dan Fe. Namun unsur karbon (C) memiliki persentase terbesar yaitu 34,86% dari massa total sampel yang diuji.

Saran

Setelah terselesaikannya penelitian ini,

terdapat saran untuk peneliti selanjutnya.

1. Dalam penelitian ini dilakukan pengamplasan preparat, dimana belum sempurna dalam melakukan pengamplasan khususnya tekanan saat melakukan pengamplasan. Pada penelitian selanjutnya diharapkan bisa mengatur agar pengamplasan dilakukan lebih baik lagi.
2. Grafit pensil yang digunakan pada penelitian ini adalah pensil 2B, namun dapat juga dilakukan variasi jenis pensil yang digunakan sebagai pembanding.
3. Untuk penelitian selanjutnya peneliti dapat menambah variasi dalam mendapatkan nanomaterial yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Angela Jones dan Nathaniel Safron. 2011. *Mechanical Exfoliation to Make Graphene and Visualization*. University of Wisconsin: Madison.
- Anggraita, Pramudita. 2006. *Penelitian Bahan Nano (Nanomaterial) di Badan Tenaga Nuklir Nasional. Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science*. Edisi Khusus Oktober 2006, hal : 6 – 8 ISSN : 1411-109.
- Seul, Yi-Lee & Soo, Jin-Park. 2012. *Comprehensive review on synthesis and adsorption behaviors of aphene-based materials*. Korea Institute of Energy Research & Department of Chemistry, Inha University : South Korea.
- Sukardjo. 1985. *Ikatan Kimia*. PT. BINA AKSARA : Jakarta.
- Warner, Jamie H, dkk. 2013. *Graphene: Fundamentals*
- Yunita Lembang, Esty, dkk. 2014. *Sintesis Nanopartikel Perak Dengan Metode Reduksi Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Ketapang (Terminalia Catappa)*. Jurusan Kimia Universitas Hasanuddin : Makassar