

**PENGARUH VARIASI LAMA WAKTU ULTRASONIKASI TERHADAP SPEKTRUM
ABSORBANSI OPTIK GRAPHENE OXIDE (GO) DARI BAHAN PENSIL 2B YANG DISINTESIS
MENGUNAKAN METODE ELEKTROLISIS**

***THE IMPACT OF DIFFERENT ULTRASONICATION DURATION TIME TOWARDS THE OPTICAL
ABSORBANCE SPECTRUM OF GRAPHENE OXIDE FROM 2B PENCIL MATERIAL SYNTHESIZED
USING ELECTROLYSIS METHOD***

Oleh : Bagas Prakoso¹, Rita Prasetrowati², W.S. Brams Dwandaru², Iman Santoso³,

¹Mahasiswa Program Studi Fisika FMIPA UNY

²Dosen Program Studi Fisika FMIPA UNY ³Dosen

Jurusan Fisika FMIPA UGM Email :

(bagasprakoso924@gmail.com)

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis material *graphene oxide* menggunakan metode *electrochemical exfoliation* yang dikombinasikan dengan penambahan solenoida serta variasi lama proses ultrasonikasi dan mengetahui pengaruh variasi lama ultrasonikasi terhadap hasil absorbansi material *graphene oxide*. Penelitian ini dimulai dengan mengelupas grafit pensil 2B menggunakan proses elektrolisis pada campuran larutan elektrolit kuat H₂SO₄ dan KOH. Hasil proses elektrolisis lalu disaring dan dimurnikan menggunakan *vacuum filtration pump* sampai didapatkan serbuk *graphite oxide* yang memiliki pH netral. Serbuk hasil penetralan lalu dikeringkan dan ditimbang sebanyak 0,0003 gram, 0,0006 gram, dan 0,0009 gram. Serbuk itu selanjutnya dilarutkan dalam 4 ml larutan campuran DMF dan aquabides sehingga memiliki konsentrasi 0,1 mg/ml; 0,2 mg/ml; dan 0,3 mg/ml. Tiga variasi konsentrasi ini selanjutnya di ultrasonikasi dengan waktu 30 menit, 60 menit, dan 90 menit. Hasil proses ultrasonikasi selanjutnya diputar dalam *centrifuge* dengan kecepatan 500 rpm. Bagian atas dari larutan setelah proses *centrifuge* ini kemudian diambil untuk dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen UV-Vis spektrofotometer. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan metode elektrolisis telah berhasil mensintesis material *graphene oxide* berbahan dasar pensil 2B yang ditunjukkan dengan munculnya 2 puncak gelombang khas *graphene oxide* pada hasil uji UV-Vis spektrofotometer. Selain itu, semakin lama waktu ultrasonikasi dilakukan, maka diperoleh nilai absorbansi material *graphene oxide* yang semakin tinggi juga, dimana hal itu mengindikasikan konsentrasi *graphene oxide* yang semakin besar.

Kata Kunci: *Graphene oxide*, elektrolisis, ultrasonikasi, UV-Vis spektrofotometer

Abstract

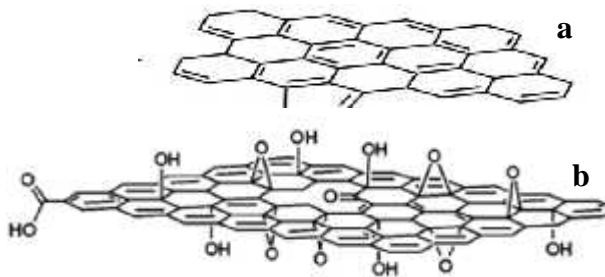
The aims of this research are 1) synthesizing graphene oxide material using the electrochemical exfoliation method combined with additional solenoid coil and variation of ultra-sonication time duration, 2) determining the impact of different ultra-sonication duration times toward the absorbance results of graphene oxide material. Graphene is an allotropy material from carbon which has hexagonal structure similar to beehive and has superiority in some of its physical properties. This research was conducted first by exfoliating graphite of 2B pencil using electrolysis in a mixture solution of strong electrolyte of H₂SO₄ and KOH. The result of the electrolysis was screened and refined using vacuum filtration pump until graphite oxide powder is obtained which has neutral pH. Then the powder obtained are dried and weighed for 0.0003 grams, 0.0006 grams, and 0.0009 grams. The powder was then put into 4 mL of DMF and aquabides solutions thus producing the concentrations of 0.1 mg/mL; 0.2 mg/mL; and 0.3 mg/mL. These variations of concentration are then being ultra-sonicated for 30 minutes, 60 minutes, and 90 minutes. The results of the ultra-sonication are then rotated in a centrifuge with velocity of 500 rpm. The upper part of the solution after centrifuge process were then taken to be characterized using UV-Vis spectrophotometer. The results show that the electrolysis method has successfully synthesized graphene oxide material from 2B pencil which was proven by the appearance of two distinct peaks of graphene oxide absorbances in the UV-Vis spectrophotometer test results. Furthermore, the longer the duration of the ultra-sonication, the greater the value of absorbance of graphene oxide which indicates the greater concentration of graphene oxide.

Keywords: *graphene oxide*, electrolysis method, UV-Vis spectrophotometer

PENDAHULUAN

Perkembangan dunia teknologi saat ini sudah mencapai pada tingkatan yang semakin tinggi, yaitu nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Semakin tingginya tingkat teknologi ini akhirnya mendorong para ilmuan di dunia untuk bisa menghasilkan bahan atau material-material baru yang memiliki kualitas unggul guna memenuhi kebutuhan akan tingkat teknologi yang semakin tinggi.

Sekitar tahun 2004, dua orang ilmuwan dari *University of Manchester* bernama Andre Geim dan Konstantin Novoselov mampu menghasilkan material 2 dimensi yang merupakan alotropi dari atom karbon yang dinamakan *graphene* dengan menggunakan teknik *scotch tape*. *Graphene* merupakan material yang disusun oleh atom karbon yang membentuk struktur kisi atom segienam seperti sarang lebah (Efelina, 2015). Sedangkan *graphene oxide* (GO) merupakan hasil sintesis dari bahan *graphite oxide* melalui proses ultrasonikasi. *Graphene* dan *graphene oxide* diilustrasikan seperti pada gambar 1.



Gambar 1. Struktur material *graphene* (a) dan *graphene oxide* (b).

Graphene banyak dikembangkan karena ia memiliki keistimewaan dan keunggulan dalam sifat yang dimilikinya, seperti sifat listrik, mekanik, optik dan termal. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Peres (2010), Santoso dkk (2011), serta Gogoi dkk(2012), keunggulan yang dimiliki dalam sifat kelistrikannya yaitu *graphene* memiliki mobilitas pembawa muatan mencapai $15000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ pada suhu 300 K dan $\sim 60000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ pada suhu 4 K (Novoselov, 2004). Selain itu, konduktivitas optik universal *graphene* ($\sigma_0 = \pi e^2 / 2h$) pada rentang energi inframerah sampai cahaya tampak (*visible*) (Efelina, 2015:1). Keunggulan lain dari sifat yang dimiliki *graphene* yaitu konduktivitas termal yang tinggi mencapai 5000 W/mK serta memiliki kekuatan tarik 1 TPa (Huss and All, 2010).

Berbagai metode selanjutnya dikembangkan untuk bisa memproduksi material *graphene* ini, seperti *mechanical exfoliation*, pertumbuhan *epitaxial*, *chemical vapor deposition* (CVD), *chemical exfoliation*, serta metode *electrochemical exfoliation*. Metode *mechanical exfoliation* dan *epitaxial* film tipis *graphene* dapat menghasilkan lapisan *graphene* dengan kualitas yang tinggi karena kemurniannya, namun hanya mampu memproduksi *graphene* yang terbatas/kecil. Proses CVD mampu menghasilkan lapisan *graphene* dengan ukuran yang luas, sangat transparan, serta mampu menghasilkan kaca konduktif elastis, namun membutuhkan biaya produksi yang cukup tinggi dan berbagai peralatan yang canggih.

Chemical exfoliation memiliki keunggulan dari segi biayanya yang rendah, biaya murah, meskipun proses oksidasi akan berdampak pada *honeycomb lattice* dari material *graphene* (Su dkk, 2011).

Metode *electrochemical exfoliation* dinilai cukup sederhana dan cepat dalam proses perlakuannya. Berdasarkan sumber yang dijadikan acuan, hasil material *graphene oxide* yang didapatkan dengan metode ini pun dinilai cukup memiliki kualitas yang baik (Su dkk, 2011). Namun, kebanyakan penelitian menggunakan metode ini tidak menyertakan hasil dari pengujian nilai absorbansi optik material yang dihasilkan. Disamping itu, beberapa penelitian yang dilakukan memiliki perbedaan perlakuan dalam proses pemberian lama waktu ultrasonikasi. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis GO menggunakan metode elektrolisis yang dikombinasikan dengan penambahan solenoida serta variasi lama waktu ultrasonikasi untuk selanjutnya diamati pengaruhnya terhadap nilai absorbansi yang didapat.

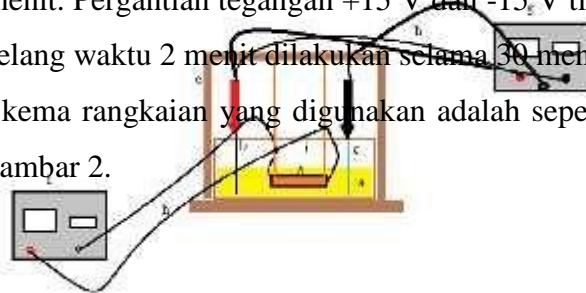
METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Koloid Fisika, Laboratorium Elektronika dan Instrumentasi Fisika, Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (FMIPA UNY) serta di Laboratorium Teknologi Farmasi Departemen Farmasi UGM pada bulan November 2015 – April 2016.

Prosedur Penelitian

Tahapan awal penelitian yang dilakukan yaitu proses pembuatan larutan elektrolit untuk elektrolisis. Larutan elektrolit yang digunakan untuk proses elektrolisis yaitu larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 0,5 M sebanyak 200 ml dan larutan KOH 30% sebanyak 11 ml. Proses elektrolisis dilakukan untuk mensintesis *graphite* menjadi *graphite oxide*. Proses elektrolisis ini diawali dengan memberi tegangan pada kumparan solenoida sebesar 10 V dan tegangan pada elektroda sebesar 3 volt selama 1 menit. Setelah 1 menit, elektroda dikenakan tegangan +15 V selama 3 menit untuk menyebabkan proses oksidasi. Selanjutnya, tegangan diubah menjadi -15 V untuk proses reduksi selama 2 menit. Pergantian tegangan +15 V dan -15 V tiap selang waktu 2 menit dilakukan selama 30 menit. Skema rangkaian yang digunakan adalah seperti gambar 2.



Gambar 2. Skema rangkaian elektrolisis

Keterangan :

- a. Larutan $H_2SO_4 + KOH$,
- b. Batang grafit pensil 2B *faber-castle*
- c. Batang platina
- d. Kumparan solenoida
- e. Gantungan kayu
- f. DC Power supply
- g. Rangkaian bias DC Power supply (Tegangan + dan – dipakai bergantian)
- h. Kabel penghubung
- i. Kotak kaca

Hasil elektrolisis selanjutnya dikenakan proses penyaringan dan pemurnian dengan menggunakan teknik *vacuum filtration*. Kertas saring yang digunakan yaitu kertas *whatman* 42 ukuran 90 nm. Setelah dilakukan proses pemisahan antara larutan dan endapan, langkah selanjutnya adalah proses pencucian endapan yang tersaring dengan menggunakan aquades sampai tingkat pH nya netral. Serbuk yang sudah dinetralkan selanjutnya dikenakan proses pengeringan. Proses pengeringan dilakukan menggunakan *microwave*. Proses ini dilakukan selama 4 jam pada suhu 100 °C.

Serbuk *graphite oxide* yang sudah dikeringkan lalu ditimbang (sebanyak 0,3 mg; 0,6 mg; dan 0,9 mg) dan didispersikan dalam pelarut DMF sebanyak 3 ml sehingga konsentrasi larutan sampelnya yaitu 0,1 mg/ml; 0,2 mg/ml dan 0,3 mg/ml. Selanjutnya sampel yang sudah siap tersebut dilakukan pemberian variasi lama proses ultrasonikasi, yaitu selama 30 menit, 60 menit, dan 90 menit. Hasil proses ultrasonikasi selanjutnya dimasukkan dalam *centrifuge* untuk dapat mengendapkan partikel serbuk yang belum terlarut sempurna dan berukuran cukup besar. Proses *centrifuge* dilakukan menggunakan kecepatan sebesar 500 rpm dan dilakukan selama 10 menit. Larutan hasil proses *centrifuge* diambil bagian paling atasnya (supernatan) untuk kemudian dilakukan uji UV-Vis spektrofotometer.

Teknik Pengambilan Data

Proses karakterisasi dari sampel *graphene oxide* dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Proses ini dilakukan untuk mengetahui nilai absorbansi dan panjang gelombang dari material *graphene oxide* yang diperoleh.

Teknik Analisis Data

Proses analisis data dilakukan untuk bisa menentukan nilai absorbansi absolut material *graphene oxide* (GO) yang didapat. Untuk menentukan nilai absorbansi absolut GO dilakukan melalui 2 tahap, yaitu:

1. Menentukan nilai koefisien serapan (α) berdasarkan variasi konsentrasi

Untuk menentukan nilai koefisien serapan (α) dapat menggunakan persamaan regresi linear yang dinyatakan dalam persamaan

$$\alpha = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Dimana : x_i : nilai konsentrasi larutan, \bar{x} : rata-rata nilai konsentrasi larutan, y_i : nilai absorbansi hasil spektrofotometer UV-Vis, \bar{y} : rata-rata nilai absorbansi hasil spektrofotometer UV-Vis, dan α : koefisien serapan.

Setelah diperoleh nilai koefisien serapan, selanjutnya menentukan nilai absorbansi absolut dari material GO yang didapat.

2. Menentukan nilai absorbansi absolut

Untuk menentukan nilai absorbansi absolut dapat menggunakan persamaan :

$$A = \frac{\alpha \times d}{2,303}$$

Dimana : A = nilai absorbansi absolut, α = nilai koefisien serapan, dan d = ketebalan sampel/kuvet (1 cm).

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

1. Sintesis material *Graphene Oxide*

Metode yang dipakai untuk mensintesis material *graphene oxide* pada penelitian ini yaitu *electrochemical exfoliation method* atau metode elektrolisis. Dalam metode ini, proses elektrolisis dikombinasikan dengan penambahan solenoida serta pemberian variasi lama proses ultrasonikasi. Namun dalam penelitian ini, penambahan solenoida hanya akan dimanfaatkan pengaruhnya terhadap kenaikan suhu dalam proses sintesis yang dilakukan.

Proses elektrolisis dilakukan menggunakan bantuan larutan elektrolit kuat (H_2SO_4 + KOH) dengan anoda adalah grafit serta katodanya adalah platina. Ketika elektroda grafit diberikan tegangan positif (+15V), maka akan terjadi penarikan elektron (proses oksidasi) pada anoda dan menyebabkan tertariknya ion SO_4^{2-} oleh anoda untuk masuk dan menyusup diantara lapisan *interlayer* grafit. Akibatnya, lapisan antar penyusun grafit jaraknya menjadi semakin besar dan akan mengakibatkan terjadinya pengelupasan antar lapisan penyusun bahan

grafit tersebut. Sebaliknya ketika tegangan negatif (-15V) dikenakan maka terjadi penarikan ion-ion bermuatan positif (K^+) dan menyebabkan terjadinya proses reduksi pada anoda (Yu dkk., 2015). Penambahan solenoida mampu meningkatkan suhu larutan yang awalnya hanya 35 °C menjadi 42 °C.

Serbuk hasil dari proses elektrolisis yang sudah mengalami proses penetralan, pengeringan, dan pendispersian dalam pelarut DMF (dengan tiga buah konsentrasi yaitu 0,1 mg/ml; 0,2 mg/ml; dan 0,3 mg/ml) kemudian dilakukan variasi terhadap lama proses ultrasonikasi. Variasi ini dilakukan untuk bisa mengetahui bagaimana pengaruh lama waktu ultrasonikasi terhadap nilai absorbansi material *graphene oxide* yang didapat. Tujuan proses ultrasonikasi ini yaitu melakukan pengelupasan secara mekanik dengan bantuan gelombang ultrasonik serta membuat lembaran *graphene oxide* terdispersi sempurna dalam DMF.

Gelombang bunyi yang dihasilkan oleh tenaga listrik (dihasilkan oleh *transduser* pada *bath Ultrasound*) diteruskan oleh media cair ke medan yang dituju melalui fenomena kavitasi (*cavitation*). Energi dari proses kavitasi inilah yang diharapkan bisa membuat serbuk *graphite oxide* akan terkelupas sehingga menghasilkan *graphene oxide*. Hasil dari material yang didapatkan dengan sintesis menggunakan metode elektrolisis yang dilakukan seperti pada Gambar 3

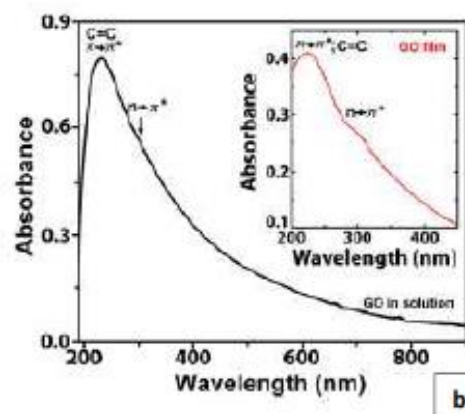
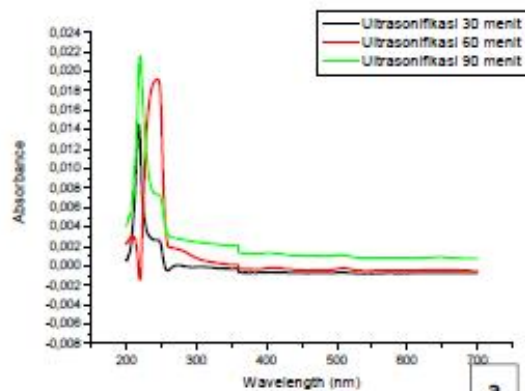


Gambar 3. Hasil serbuk *graphite oxide* a) dan sampel larutan *graphene oxide* setelah proses ultrasonikasi b).

1. Hasil Karakterisasi UV-Vis Sampel *Graphene Oxide*

Karakterisasi UV-Vis dilakukan untuk bisa mengetahui nilai absorpsi dan panjang gelombang dari suatu material sampel yang diuji. Hasil karakterisasi UV-Vis kemudian dinormalisasi untuk memperoleh nilai absorpsi absolut yang dijadikan sebagai indikator untuk menentukan adanya *graphene oxide* pada larutan sampel hasil sintesis dengan menggunakan metode elektrolisis.

Grafik pada Gambar 4 (a) merupakan grafik UV-Vis dari hasil sintesis material *Graphene Oxide* (GO) yang telah dinormalisasi berdasarkan variasi konsentrasi yang dibuat. Sedangkan grafik pada Gambar 4 (b) merupakan salah satu grafik hasil UV-Vis *Graphene Oxide* (GO) standar yang digunakan sebagai acuan atau literatur.



Gambar 4. Kurva absorpsi absolut GO hasil elektrolisis a) dan absorpsi GO murni standar (Saxena dkk, 2011) b)

Secara teori, puncak absorpsi *graphene oxide* pada panjang gelombang sekitar 230 nm yang menunjukkan transisi $\pi-\pi^*$ dari ikatan C=C. Sedangkan puncak absorpsi disekitar panjang gelombang 300 nm menunjukkan transisi $n-\pi^*$ dari ikatan C=O (Saxena dkk, 2011).

Kurva absorbansi absolut hasil variasi ultrasonikasi menunjukkan bahwa material yang dihasilkan sudah mampu menghasilkan 2 buah puncak serapan yang merupakan bentuk khas dari *graphene oxide*. Kurva absorbansi memiliki puncak pertama rata-rata berada pada daerah ~220 nm, sedangkan data literatur standar menjelaskan bahwa panjang gelombang seharusnya berada pada nilai 230 nm. Puncak kedua berdasarkan data yang didapat rata-rata berada di sekitar panjang gelombang ~246 nm, sedangkan sesuai teori harusnya berada di sekitar ~300 nm. Dengan kata lain absorbansi material GO hasil sintesis mengalami pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih pendek.

Pergeseran panjang gelombang diperkirakan terjadi karena adanya pengaruh dari adanya logam tembaga (Cu) dari solenoida yang dipakai akibat interaksinya dengan larutan elektrolit yang digunakan. Penelitian tentang adanya pengaruh logam Cu pada nilai transisi optik *graphene* sebelumnya pernah dilakukan Gogoi dkk (2012). Hasil penelitian (Gogoi dkk, 2012) tersebut menunjukkan bahwa *graphene* yang dilapiskan pada substrat quartz dan tembaga memiliki nilai transisi optik yang berbeda dengan *graphene* murni, sehingga secara otomatis akan berpengaruh pula pada nilai absorbansi yang terukur.

Dari kurva absorbansi yang disajikan dapat dilihat dengan jelas pula bahwa semakin lama variasi waktu ultrasonikasi yang diberikan maka serapan yang terjadi pada material akan memiliki kecenderungan semakin tinggi, dimana semakin tingginya nilai absorbansi diindikasikan dengan semakin banyaknya material *graphene oxide* yang terbentuk.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan penelitian dan analisis data yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa telah berhasil disintesis material *graphene oxide* menggunakan metode *electrochemical exfoliation* yang dikombinasikan dengan penambahan kumparan solenoida serta variasi lama proses ultrasonikasi. Hasil sintesis yang dikarakterisasi menggunakan uji UV-Vis spektrofotometer menunjukkan adanya 2 puncak serapan khas pada panjang gelombang tertentu yang mengindikasikan terbentuknya *graphene oxide*. Selain itu, semakin lama variasi waktu ultrasonikasi dilakukan maka konsentrasi *graphene oxide* yang terbentuk akan semakin besar yang diindikasikan dengan nilai absorbansi yang semakin tinggi.

Saran

Setelah terselesaikannya penelitian ini, berbagai tindak lanjut yang dapat disarankan untuk penelitian selanjutnya antara lain yaitu peneliti selanjutnya, sebaiknya menggunakan jenis grafit dengan kualitas yang lebih baik lagi,

misal yaitu *Highly Oriented Pyrolytic Graphite* atau HOPG untuk dijadikan sebagai sumber penghasil material *graphene oxide*. Untuk peneliti selanjutnya, juga sebaiknya menambah lagi lama waktu ultrasonikasi pada proses sintesis untuk bisa mendapatkan konsentrasi material *graphene oxide* yang lebih besar. Sehingga dengan beberapa hal yang dilakukan tersebut, diharapkan kualitas dari material *graphene oxide* yang dihasilkan akan semakin baik lagi.

DAFTAR PUSTAKA

Efelina, V. (2015). Kajian Pengaruh Konsentrasi Urea dalam Sifat Optik Nanofiber Graphene Oxide/PVA (Polyvinil Alcohol) yang difabrikasi Menggunakan Teknik Electrospinning. *Tesis*. Yogyakarta : FMIPA UGM

Gogoi, P.K., Santoso, I., Saha., Wang, S., Castro neto, A.H.Loh, K.P., Venkatesan, T.Rusydi,.A. (2012). Optical Conductivity Study of screening of many body effects in graphene interfaces. *Europhys. Lett.*99, 67009.

Huss, E. & All, F. (2010). *Graphene*. The Royal Swedish Academy of Science

Novoselov, K.S., Geim, A.K., Morozov, S.V.,

Jiang, D., Katsnelson, M.I.V. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science* vol 306,666

Peres, N.M.R. (2010). The Transport Properties of Graphene. *review modern. Physics.*82, 2673.

Santoso, I., Gogoi, P.K., Su, H.B., Huang, H., Lu, Y., Qi, D., Chen,W., Majidi, M.A., Feng,Y.P., Wee,. A.T.S., Loh, K.P.

Venkatesan, T., Saichu, R.P., Goos, A., Kotlov, A. Reubhausen, M.Rusydi, A. (2011). Observation of room- temperature high-energy 2339 ‘ 2011. Research Center for Applied Sciences, Academia Sinica, Taipei 11529, Taiwan

Yu, P., Lowe, S.E., Simon, G.P., Zhong, Y.L. (2015). Electrochemical Exfoliation of Graphite and Production of Functional Graphene. *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 20 (2015) 329–338