

SINTESIS DAN KARAKTERISASI GRAPHENE BERBAHAN DASAR GRAFIT MENGGUNAKAN METODE AUDIOSONIKASI

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF GRAPHENE BASED ON GRAPHITE USING THE AUDIOSONICATON METHOD

Daniella W Ginting^{1*}, Wipar Sunu Brams Dwandaru²

Mahasiswa Jurusan Pendidikan Fisika Universitas Negeri Yogyakarta¹ dan Dosen Jurusan Pendidikan Fisika, Universitas Negeri Yogyakarta²

daniellawilfredlynne.2017@student.uny.ac.id

Abstrak- Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis material graphene berbahan dasar grafit menggunakan metode liquid sonication exfoliation (LSE) berbasis getaran audisonik dalam horn speaker, dan melakukan karakterisasi material graphene yang diperoleh menggunakan uji spektrofotometer ultraviolet-visible (UV-Vis) dan spektrometer Fourier transform infrared (FTIR). Bahan dasar yang digunakan untuk sintesis graphene adalah serbuk grafit dengan memanfaatkan metode LSE berbasis getaran audisonik dalam horn speaker. Eksperimen dimulai dengan mencampurkan 0,3 gram serbuk grafit dengan 100 ml aquades, lalu disonikasi di dalam horn speaker selama 10 detik. Proses sonikasi dilakukan dengan variasi frekuensi audio frequency generator (AFG) dan waktu lamanya penggetaran. Frekuensi AFG yang digunakan adalah 42 Hz, 48 Hz, dan 50 Hz, sedangkan lamanya getaran audisonik yang digunakan adalah 15 menit, 30 menit, 60 menit, dan 120 menit. Hasil getaran sonikasi kemudian dikarakterisasi menggunakan uji UV-Vis dan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan terbentuknya material graphene berdasarkan uji UV-Vis dan FTIR. Hasil uji UV-Vis dengan variasi frekuensi AFG 42 Hz, 48 Hz, dan 50 Hz menunjukkan puncak absorbansi masing-masing pada panjang gelombang 263 nm, 258 nm, dan 264 nm. Dapat diperoleh pula getaran audisonik yang paling kuat terjadi pada frekuensi 50 Hz. Uji FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi C = C sebagai core dari graphene dan gugus O – H sebagai suspensi grafit (aquades).

Kata-Kata Kunci: *graphene*, grafit, UV-Vis, FTIR, sonikasi, audisonik.

Abstract- *This study aims to determine the effect of sonication on the exfoliation of graphite layer into graphene with frequency and time variation based on ultraviolet-visible (UV-Vis) spectrophotometer and Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy. The experiment started with mixing 0,3 grams of commercial graphite with 100 ml aqua dest mixed for 10 seconds. The Sonication process varies by the frequency of the audio frequency generator (AFG) and the time spent to sonicate. Time of that are used vary by 15 minutes, 30 minutes, 1 hour, and 2 hours obtained peak absorption respectively at 264, 265, 265, and 261 nm. The strongest vibration at a frequency of 50 Hz indicates peak absorption at a wavelength of 264 nm. FTIR spectroscopy indicates the presence of C = C and O-H function groups.*

Keywords : *graphene, graphite, UV-Vis, FTIR, sonication, audisonic.*

PENDAHULUAN

Grafit tersusun dari kristal atom karbon yang berbentuk heksagonal dan terikat dengan ikatan kovalen. Lapisan atau lembaran heksagonal ini terikat dengan lapisan lain melalui ikatan van der Waals. Lemahnya ikatan van der Waals mengakibatkan lapisan satu mudah bergerak terhadap lapisan lain sehingga grafit bersifat lunak dan dapat dipakai sebagai pelumas padat (Sukardjo, 1985).

Satu lapisan grafit disebut graphene. Graphene merupakan nanomaterial dua dimensi (2D) yang tersusun atas atom karbon yang memiliki susunan heksagonal. Graphene memiliki sifat transparan hingga 98% sehingga berpotensi digunakan sebagai pengganti elektroda transparan indium tin oxide (ITO) dalam pembuatan layar optik. Material ini dapat diaplikasikan pada fabrikasi tinta konduktif, transistor terahertz, ultrafast photodetector, flexible touchscreen, dan lain-lain (Rafitasari, et al., 2016). Sifat menarik dan unggul inilah yang membuat material graphene banyak diteliti. Meskipun graphene memiliki ketebalan satu atom, kekuatan graphene melebihi baja. Ikatan kovalen antar karbon yang kuat menyebabkan graphene sulit diregangkan (Rafitasari, et al., 2016).

Metode LSE merupakan metode sintesis graphene dalam fase cair modifikasi dari metode liquid phase sonication (LPE) yang menggunakan surfaktan maupun tanpa surfaktan. Grafit dapat tereksfoliasi dalam fase cair dengan memanfaatkan ultrasonikasi. Metode ini pertama kali diperkenalkan oleh Coleman dkk. (2008) yang melibatkan tiga langkah, yaitu: dispersi grafit dalam pelarut, eksfoliasi (Coleman, et al., 2008), dan pemurnian (Ciesielski, 2013). Metode LPE dengan surfaktan menggunakan serbuk grafit dicampur dengan surfaktan anionik kemudian didiamkan sepanjang waktu tertentu agar didapatkan material graphene. Surfaktan berperan dalam melemahkan ikatan van der Waals antar susunan graphene pada material grafit. Proses sonikasi langsung tanpa bantuan surfaktan pada larutan grafit dapat disebut juga dengan metode LSE (Ciesielski & Paolo, 2014).

Metode yang dapat digunakan dalam pengolahan karbon menjadi graphene adalah metode *liquid sonication exfoliation* (LSE). Dengan metode tersebut dapat dihasilkan *graphene* dalam bentuk larutan. Metode ini merupakan eksfoliasi larutan grafit dalam fase cair dan sonikasi. Penelitian tentang eksfoliasi lapisan grafit menggunakan metode ini telah banyak dilakukan, tetapi proses sonikasi dilakukan dengan frekuensi ultrasonik. Pada penelitian ini, proses sonikasi dilakukan dengan frekuensi audiosonik. Audiosonik menggunakan frekuensi antara 20 Hz – 20 kHz

(Dwandaru, 2019). Proses eksfoliasi pada penelitian ini memanfaatkan getaran pada horn speaker sehingga getaran akan lebih maksimal pada frekuensi rendah, yaitu audiosonik.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Getaran dan Gelombang lantai 2 Jurusan Pendidikan Fisika Universitas Negeri Yogyakarta. Pengujian bahan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilaksanakan di laboratorium Kimia Analitik lantai 2 Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Negeri Yogyakarta dan pengujian bahan menggunakan spectrometer FTIR dilaksanakan di laboratorium FMIPA Universitas Islam Indonesia. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2020 hingga Februari 2021. Jenis penelitian ini adalah eksperimen.

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah bubuk grafit komersial yang dapat di beli di pasaran. Penelitian ini dilakukan dengan dua tahap, yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi.

Ada 7 macam data pada penelitian ini, yaitu variasi waktu 15 menit, 30 menit, 1 jam, dan 2 jam serta untuk variasi frekuensi AFG 42, 48, dan 50 Hz. Tahap pertama penelitian ini adalah tahap sintesis, penelitian dimulai dengan melarutkan 0,3 gr serbuk grafit ke dalam 100 ml aquades yang kemudian diblender selama 10 detik dan langsung dituangkan ke dalam *horn speaker* yang telah dihubungkan dengan amplifier. Larutan yang telah dituangkan ke dalam *horn speaker* selanjutnya disonikasi sesuai dengan variasi waktu yang telah ditentukan. Frekuensi yang dipakai untuk proses sonikasi pada seluruh sampel adalah 50 Hz.

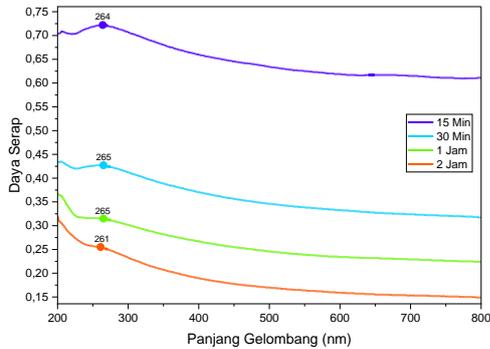
Selanjutnya adalah tahap karakterisasi sampel. Karakterisasi dilakukan dengan dua macam uji, yaitu spektrofotometer UV-Vis dan FTIR. Karakterisasi UV-Vis dilakukan untuk mengetahui puncak absorbansi sampel pada panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang yang digunakan berada pada rentang 200 - 800 nm. Karakterisasi kedua dengan menggunakan uji FTIR. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada sampel melalui grafik transmittan dan bilangan gelombang.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Uji UV-Vis Spektrofotometer

1. Variasi Waktu

Karakterisasi UV-Vis digunakan untuk mengetahui puncak absorpsi sampel pada panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang yang digunakan dalam karakterisasi UV-Vis dari material graphene adalah 200 – 800 nm. Hasil karakterisasi spektrofotometer UV-Vis variasi waktu dapat dilihat pada Gambar 1.

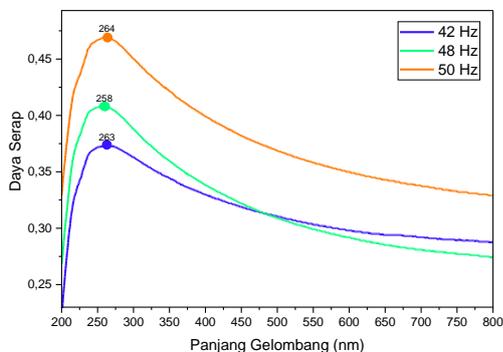


Gambar 1. Spektrum UV-Vis sampel hasil sonikasi variasi waktu.

Gambar 1 menunjukkan adanya satu puncak pada setiap sampel dengan variasi waktu yang telah ditentukan. Puncak absorpsi sampel untuk variasi waktu sonikasi 15 menit; 30 menit; 1 jam; dan 2 jam masing-masing berada pada panjang gelombang 264 nm; 265 nm; 265 nm, dan 261 nm. Dapat pula diamati bahwa waktu sonikasi 15 menit menunjukkan puncak yang lebih jelas terlihat yang kemudian melebar dengan semakin lamanya waktu sonikasi. Untuk waktu sonikasi 2 jam puncak absorpsinya nampak sebagai puncak bahu.

2. Variasi Frekuensi

Hasil karakterisasi di uji UV-Vis variasi waktu ditunjukkan pada Gambar 2. Proses sonikasi dilakukan dengan *horn speaker* selama 1 jam.



Gambar 2. Spektrum UV-Vis sampel hasil sonikasi variasi frekuensi AFG.

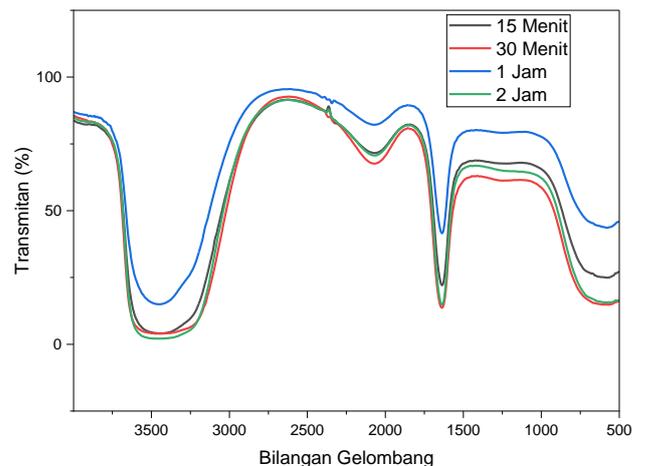
Berdasarkan gambar grafik karakterisasi UV-Vis variasi frekuensi diatas menunjukkan adanya beberapa puncak pada setiap variasi waktu yang

ditentukan. Didapatkan hasil pada frekuensi 42 Hz menunjukkan puncak absorpsi pada panjang gelombang 263 nm, pada frekuensi 48 Hz menunjukkan puncak berkisar 258 nm dan frekuensi 50 Hz menghasilkan puncak 264 nm.

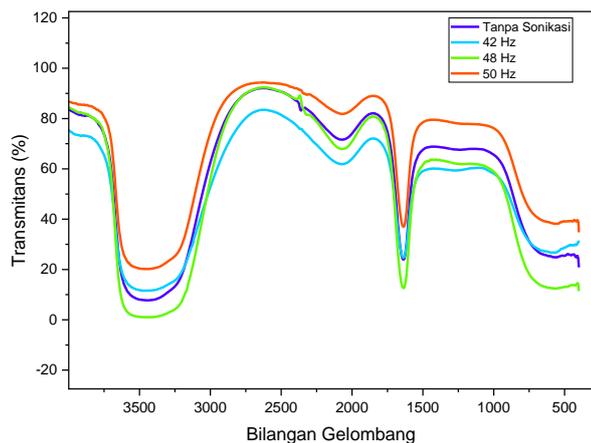
Karakterisasi spektrum UV-Vis dengan puncak absorpsi pada panjang gelombang 265 nm menunjukkan reduksi dari GO menuju graphene. Puncak serapan untuk GO berada pada nilai 235 nm, hal menunjukkan adanya transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ pada ikatan $sp^2 C = C$. Puncak serapan GO kemudian bergeser ke arah panjang gelombang yang lebih besar, yakni 265 nm, setelah reduksi dari GO menuju graphene. Reduksi dari GO menuju graphene meningkatkan konjugasi π , atau dalam kata lain mengembalikan hubungan konjugasi π . Semakin besar nilai konjugasi π , energi yang diperlukan untuk transisi semakin sedikit, sesuai dengan pengamatan hail UV-Vis dimana puncak serapan bergeser ke nilai panjang gelombang lebih besar (Johra, 2014).

Panjang gelombang pada puncak absorpsi yang diperoleh dari penelitian ini mengindikasikan kesesuaian dengan hasil yang diperoleh oleh (Johra, 2014). Berdasarkan hasil spektrum UV-Vis untuk variasi lamanya waktu sonikasi, puncak absorpsi yang paling mendekati material graphene diperoleh pada waktu sonikasi 30 menit dan 1 jam, yakni pada panjang gelombang 265 nm. Berdasarkan hasil spektrum UV-Vis untuk variasi frekuensi sonikasi, puncak absorpsi yang paling mendekati material graphene diperoleh pada frekuensi 50 Hz dengan nilai puncak 264 nm.

B. Uji FTIR Spektroskopi



Gambar 3. Grafik perbandingan karakterisasi FTIR variasi waktu.



Gambar 4. Grafik perbandingan karakterisasi FTIR variasi frekuensi.

Gambar 3 dan Gambar 4 dapat diidentifikasi gugus-gugus fungsi dari sampel material graphene. Gugus-gugus fungsi yang diidentifikasi dari Gambar 3 dan Gambar 4 hampir sama bahkan hampir tidak terdapat perubahan gugus-gugus fungsi secara signifikan pada setiap variasi frekuensi AFG dan lama waktu sonikasi. Gugus-gugus fungsi diamati dengan mencocokkan pita transmittansi dengan Referensi bilangan gelombang dari Sigma Aldrich (Sigmaaldrich.com).

Penelitian yang telah dilakukan Mewada et al. menyatakan bahwa gugus fungsi C = C berada pada rentang bilangan gelombang 1600 cm^{-1} – 1650 cm^{-1} (Mewada, et al., 2013). Hal tersebut sesuai dengan gugus fungsi yang didapat pada variasi lama waktu sonikasi dan frekuensi AFG, yaitu berada pada rentang bilangan gelombang 1635,421 cm^{-1} hingga 1637,349 cm^{-1} . Ikatan C = C stretching senyawa alkena yang terbentuk pada sampel graphene menandakan adanya material karbon (Manoratne, et al., 2017). Adanya ikatan -OH menandakan adanya molekul campuran berupa aquades. Hasil yang sama juga diperoleh oleh (Dwandaru, et al., 2019) dimana gugus fungsi yang terbentuk adalah ikatan C = C dan -OH. Hasil uji FTIR menampilkan material graphene berbahan dasar grafit telah berhasil disintesis. Hal tersebut didukung dengan terdapatnya gugus fungsi C = C selaku inti graphene dan gugus fungsi -OH selaku campuran atau suspensi grafit berupa aquades.

Penelitian ini menggunakan metode LSE. Horn speaker digunakan untuk menggetarkan material grafit yang dilarutkan dalam aquades. Adanya getaran yang merambat pada corong horn speaker menyebabkan terjadinya mode-mode getar pada larutan grafit. Mode getar inilah yang akan menyebabkan terjadinya interkalasi antar lapisan graphene dalam larutan grafit sehingga jarak antar lapisan graphene makin semakin besar. Hasil larutan graphene yang terbaik diperoleh

dengan frekuensi AFG 50 Hz dan waktu sonikasi selama 30 menit dan 1 jam.

SIMPULAN

Hasil uji UV-Vis yang menunjukkan puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang *graphene* yang mengindikasikan telah terjadinya eksfoliasi pada sampel. Frekuensi audiosonikasi paling mendekati hasil uji UV-Vis untuk material Igraphene adalah 50 Hz, sedangkan untuk lama waktu sonikasi yang paling mendekati material *graphene* adalah 30 menit dan 1 jam. Hasil sintesis *graphene* yang dikarakterisasi menggunakan uji FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi OH dan C=C yang merupakan gugus fungsi utama penyusun *graphene*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyadari bahwa penelitian ini tidak lepas dari bantuan beberapa pihak. Maka dari itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada: Dr. Ariswan, S.Si., M. Si. selaku penguji utama, Fika Fauzi S.SI., M.Sc., selaku penguji pendamping, Wipar Sunu Brams D., M.Sc., Ph.D., selaku dosen pembimbing, dan seluruh pihak yang berperan aktif dalam membantu menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Ciesielski, A. & Paolo, S., 2014. Graphene Via Sonication Assiated Liquid-Phase Exfoliation. *The Royal Society og Chemistry*.
- Ciesielski, S., 2013. Saponified waste palm oil as an attractive renewable resource for mcl-polyhydroxyalkanoate synthesis. *Journal of bioscience and bioengineering*, pp. Vol. IV, 485-492.
- Coleman, J., Heenandez, Y. & Nicolosi, V., 2008. High yield production of graphene by liquid phase exfoliation of graphite. *Nature Nanotech*, pp. Vol.III, 563-568.
- Dwandaru, W. B., 2019. Formation of graphene oxide from carbon rods of zinc-carbon battery wastes by audiosonic sonication assisted by commercial detergent. *Nanotechnology and Precision Engineering*.
- Dwandaru, W. B., Parwati, L. D. & Wisnuwijaya, R. I., 2019. Formation of graphene oxide from carbon

rods of zinc-carbon battery wastes by audiosonic sonication assisted by commercial detergent. *Nanotechnology and Precision Engineering*, pp. Vol. 2, 89-94.

Johra, F. T., 2014. Facile and safe graphene preparation on solution based platform. *The Korean Society of Industrial and Engineering Chemistry*, pp. Vol. V, 2883-2887.

Manoratne, C., Kottegoda, I. & Rosa, S., 2017. XRD-HTA, UV Visible, FTIR and SEM Interpretation of Reduced Graphene Oxide Synthesized from High Purity Vein Graphine. *Material Science Research India*, pp. Vol. 14, 19 - 30.

Mewada, A., Pandey, S. & Shinde, S., 2013. Green synthesis of biocompatible carbon dots using aqueous extract of *Trapa bispinosa* peel. *Elsevier; PubMed*.

Rafitasari, Y. et al., 2016. Sintesis Graphene Oxide dan Reduced Graphene Oxide. *Seminar Nasional Fisika 2016 UNJ*, p. Vol. 5.

Sukardjo, 1985. *Kimia Anorganik*. Jakarta: Penerbit Rineka Cipta.