

Preparation Nanomaterial Carbon Using The Liquid Mechanical Exfoliation by Linear Alkylbenzene Sulfonate with Variation Time of Mixing Ingredients

Preparasi Nanomaterial Karbon Menggunakan Metode *Liquid Mechanical Exfoliation* dibantu oleh *Linear Alkylbenzene Sulfonate* dengan Variasi Waktu Pencampuran Bahan

Phatma Dhian Pratiwi

Program Studi Fisika Jurusan Pendidikan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Dianpadma23@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan (1) mengetahui besarnya Energi *Gap* pada hasil karakterisasi UV-Vis dengan variasi waktu (10 menit, 20 menit, dan 30 menit) pencampuran bahan antara LAS, air, dan *graphite* dari pensil 2B serta pencampuran bahan antara air dan *graphite* dari pensil 2B menggunakan metode LME (2) mengetahui struktur kristal dan parameter kisi pada hasil karakterisasi XRD dengan variasi waktu (10 menit, 20 menit, dan 30 menit) pencampuran bahan antara LAS, air, dan *graphite* dari pensil 2B serta pencampuran bahan antara air dan *graphite* dari pensil 2B menggunakan metode LME dan (3) mengetahui morfologi permukaan dan hasil komposisi kimia pada hasil karakterisasi SEM dan EDAX dengan variasi waktu (20 menit) pencampuran bahan antara LAS, air, dan *graphite* dari pensil 2B menggunakan metode LME.

Sintesis *graphene* dengan LAS dan sintesis *graphene* tanpa LAS menggunakan metode LME. Variasi waktu pencampuran bahan yang digunakan adalah 10 menit, 20 menit, dan 30 menit dengan frekuensi blender tetap yaitu 36.89 Hz. Selanjutnya, dilakukan sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit sebanyak 12 kali. Karakterisasi yang dilakukan adalah karakterisasi menggunakan UV-Vis, XRD, SEM dan EDAX.

Hasil penelitian dari karakterisasi spektrofotometer UV-Vis dengan variasi waktu pencampuran, menunjukkan bahwa semakin besar panjang gelombang, E_g yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini sesuai dengan teori bahwa panjang gelombang berbanding terbalik dengan E_g . Pada karakterisasi XRD terhadap variasi waktu pencampuran muncul *peak* pada hasil difaktogram sinar-X. Munculnya *peak* menunjukkan bahwa *graphene* yang dihasilkan adalah kristal. Dan diketahui struktur kristal dari material tersebut adalah heksagonal dengan parameter kisi $a = 0,235686$ nm dan $c = 0,370314$ nm. Hasil dari karakterisasi SEM dengan variasi waktu pencampuran 20 menit, diketahui morfologi dari sampel menghasilkan *graphene* berbentuk *flakes*, menyebar, dan bertumpuk-tumpuk, dengan ukuran (1.292 – 3.467) μm serta karakterisasi menggunakan EDAX menunjukkan presentase kandungan karbon sebesar 77.68% dan oksigen sebesar 17.27%.

Kata Kunci: Nanomaterial, *graphene*, *graphite*, *liquid mechanical exfoliation*, *linear alkylbenzene sulfonate*, waktu pencampuran bahan.

ABSTRACT

The objectives of the research are 1) know the Energy Gap's outcome of UV-Vis characterization from mixing material between LAS, water, and graphite from 2B pencil along with mixing between water and graphite from 2B pencil using the LME method in some variation of time (10 minutes, 20 minutes, and 30 minutes), 2) know the crystal structure and the lattice parameters of XRD characterizing outcome from mixing material between of LAS, water, and graphite from 2B pencil along with mixing between water and graphite from 2B pencil with LME method in several variation of time (10 minutes, 20 minutes, and 30 minutes), and 3) know the surface morphology and result of chemical composition characterization outcome of SEM and EDAX from mixing between LAS, water, and graphite from 2B pencil using LME method on variation of time (20 minutes).

The synthesis of graphene with LAS and the synthesis of graphene without LAS uses the LME method. Variation of mixing time materials are 10 minutes, 20 minutes, and 30 minutes with the frequency of blender is 36,89 Hz. Next, centrifugation at the speed of 3000 rpm for 20 minutes as many as 12 times. The characterization that used is UV-Vis, XRD, SEM, and EDAX characterization.

The result of UV-Vis cauterization research in variation of mixing time, show that in the bigger wavelength, E_g that produced is less. This is accordance with the theory that wavelengths inversely to E_g . In XRD characterization to variation mixing time appear the peak from the result of x-rays difaktogram. This peak shown the graphene that produced was crystal. And the crystal structure is hexagonal with lattice parameter $a = 0,235686$ nm and $c = 0,370314$ nm. The result of SEM characterization in variation of mixing time 20 minutes, shown that graphene that was flakes form, reams, and speard whit size (1.292 -3.467) μm , and the EDAX characterization shown the percentage of any carbon content is 77.68% and oxygen 17.27%.

Keyword: nanomaterial, graphene, graphite, liquid mechanical exfoliation, linear alkylbenzene sulfonate, mixing time variation.

PENDAHULUAN

Nanoteknologi saat ini berkembang dengan pesat. Salah satu produk nanoteknologi adalah *graphene*. Tahun 2004, Andre K. Geim dan Konstantin berhasil mensintesis karbon menjadi material *graphene* (Randviir, 2014).

Graphene merupakan bentuk dua dimensi dari karbon dan memiliki sifat elektronik yang unggul. Sifat tersebut diantaranya mobilitas elektron sekitar 15000 cm^2/Vs , sehingga konduktivitas listriknya

baik dan bersifat konduktor, konduktivitas termal yang baik, sangat transparan karena setipis satu atom. Keunggulan sifat *graphene* inilah yang menyebabkan *graphene* sangat berpotensi di aplikasikan pada berbagai piranti elektronik (Rohman, 2012).

Metode sintesis *graphene* yang digunakan adalah metode *liquid mechanical exfoliation* (LME), dengan menggunakan LAS dan air sebagai metode *liquid exfoliation* (LE) dan blender digunakan

untuk metode *mechanical exfoliation* (ME)W Adanya variasi waktu pencampuran bahan antara LAS, air, dan *graphite* akan menghasilkan pembentukan *graphene* yang berbeda. Untuk mengetahui karakteristik *graphene* dilakukan karakterisasi menggunakan UV-Vis untuk mengetahui Energi *Gap*, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal. Pengujian lainnya, yaitu *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan yaitu butiran kristalnya, dan *Energy Dispersive Analysis X-Ray* (EDAX) untuk mengetahui komposisi secara kuantitatif.

METODE PENELITIAN

Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimen. Eksperimen dilakukan untuk mengetahui Energi *Gap* dengan karakterisasi UV-Vis, mengetahui struktur kristal dan parameter kisi menggunakan XRD serta mengetahui morfologi permukaan dan komposisi kimia menggunakan SEM serta EDAX dengan variasi waktu pencampuran bahan antara *tri graphite* pensil 2B *faber castell* yang dicampur dengan air serta LAS, menggunakan metode LME.

Waktu dan Tempat penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai bulan Juli 2016. Dilakukan di Laboratorium Koloid lantai II Jurusan Pendidikan Fisika, FMIPA UNY, Laboratorium Kimia lantai II dan III Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA UNY, dan Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu, Universitas Gajah Mada (UGM).

Prosedur

Menghitung frekuensi putar blender menggunakan stroboskop. Menumbuk *graphite* isi batang pensil 2B *faber castell* menggunakan penumbuk mortar hingga halus kemudian ditimbang menggunakan timbangan digital sebanyak 4 gram. Menuangkan serbuk *graphite*, air (100 ml), dan LAS (2 ml) ke dalam blender untuk sampel satu. Menuangkan serbuk *graphite* dan air (100 ml) ke dalam blender untuk sampel dua. Menyalakan blender pada frekuensi putar 36.89 Hz dengan variasi waktu pemutaran. Variasi waktu pemutaran blender yang dilakukan adalah 10, 20, dan 30 menit. Setelah preparasi selesai selanjutnya karakterisasi dengan UV-Vis, XRD, SEM, dan EDAX.

Teknik Analisis Data

Hasil karakterisasi UV-Vis yaitu spektrum berupa panjang gelombang dan absorbansi. Analisis dilakukan untuk menghitung besarnya energi *Gap* menggunakan persamaan *Planck* yaitu: $E = h \cdot \nu$ atau $= h \cdot \frac{c}{\lambda}$. Hasil karakterisasi XRD yaitu spektrum berupa intensitas dan sudut 2θ untuk menghitung parameter kisi dengan rumus:

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin\theta} \sqrt{h^2 + hk + k^2}$$

$$c = \frac{\lambda}{2 \sin\theta} l$$

Sedangkan karakterisasi SEM dan EDAX digunakan untuk menganalisis morfologi dan komposisi kimia dari *graphene*.

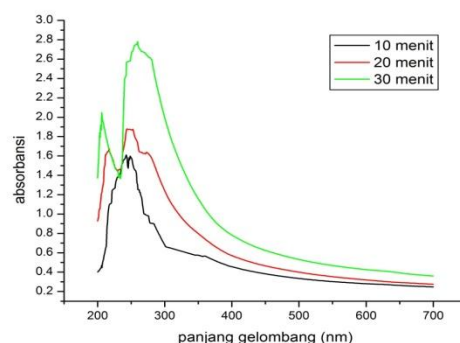
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Metode pada penelitian ini menggunakan metode LME dengan variasi waktu pencampuran bahan antara *graphene* menggunakan LAS dan *graphene* tanpa LAS.

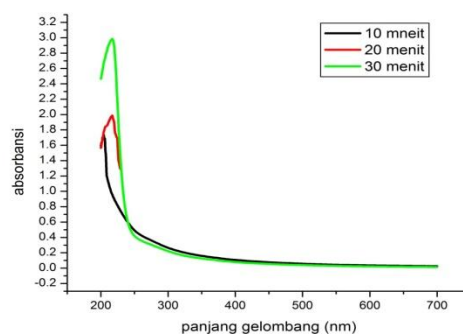
A. Hasil Karakterisasi UV-Vis

Pada penelitian ini, sampel yang dikarakterisasi dengan UV-Vis yaitu sampel dengan variasi terhadap waktu pencampuran bahan yaitu 10 menit, 20 menit, dan 30 menit menggunakan LAS

dan hasil karakterisasi akan dibandingkan dengan *graphene* tanpa LAS.



Gambar 1. Perbandingan spektrum absorbansi *graphene* menggunakan LAS dengan variasi waktu.



Gambar 2. Perbandingan spektrum absorbansi *graphene* tanpa LAS dengan variasi waktu.

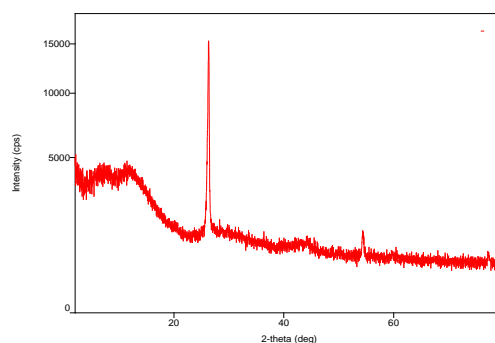
Tabel 1. Perbandingan panjang gelombang terhadap Energi *Gap* (E_g) hasil karakterisasi UV-Vis.

<i>Graphene</i> dengan LAS			<i>Graphene</i> tanpa LAS		
t (menit)	λ (nm)	E_g (eV)	t (menit)	λ (nm)	E_g (eV)
10	242,500	5.1168	10	204,500	6.0676
20	244,000	5.0853	20	216,500	5.7313
30	259,500	4.7816	30	217,000	5.7181

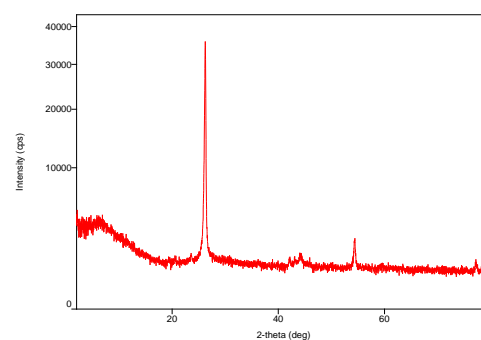
Gambar 1 dan Gambar 2 menunjukkan bahwa semakin lama variasi waktu yang digunakan, puncak panjang gelombang menuju ke arah yang lebih besar. Tabel 1 memberikan informasi bahwa puncak terjadi pada panjang gelombang 200 - 400 nm yang merupakan karakterisasi dari *graphene* atau *graphene oxide* menggunakan metode LE (Shuai, 2014). Tabel 1 menunjukkan bahwa *graphene* yang disintesis dengan LAS memiliki E_g lebih rendah dibandingkan dengan *graphene* tanpa LAS. *Graphene* dengan LAS telah mengalami pengelupasan dengan metode LME. Hal ini sesuai dengan teori bahwa panjang gelombang berbanding terbalik dengan E_g .

B. Hasil Karakterisasi XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari lapisan yang terbentuk. Karakterisasi menggunakan sumber Cu dengan panjang gelombang (λ) adalah 1,54060 Å serta range 2θ yang digunakan yaitu $10^\circ - 110^\circ$. Data hasil pengujian XRD berupa spektrum XRD yang menyatakan hubungan antara sudut hamburan (2θ) dengan intensitas (I) puncak spektrum. Material yang diuji tersebut kristal sehingga grafik XRD muncul banyak *peak*.

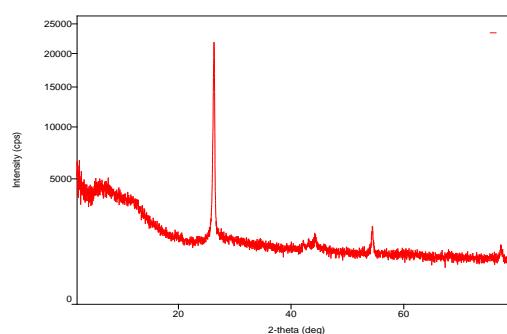


(a)

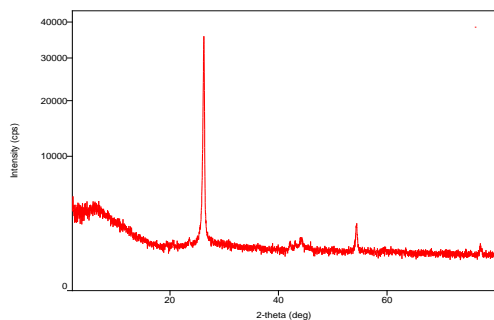


(b)

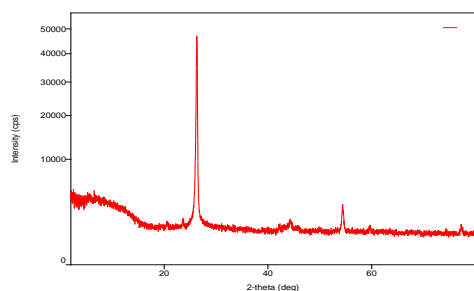
Gambar 3. Difaktogram XRD *graphene* variasi waktu 10 menit (a) dengan LAS (b) tanpa LAS.



Gambar 4. Difaktogram XRD *graphene* variasi waktu 20 menit dengan LAS.



(a)



(b)

Gambar 5. Difaktogram XRD *graphene* variasi waktu 30 menit (a) dengan LAS (b) tanpa LAS.

Data hasil karakterisasi XRD dengan variasi waktu terlampir pada lampiran.

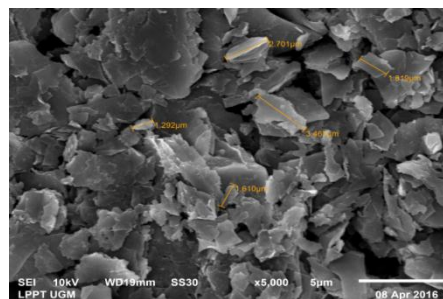
Tabel 2. Tabel struktur kristal dan parameter kisi hasil karakterisasi XRD.

t (menit)	<i>graphene</i>	a (nm)	c (nm)	struktur kristal
10	dengan LAS	0,23601	0,37044	heksagonal
	tanpa LAS	0,23611	0,37032	heksagonal
20	dengan LAS	0,23601	0,37039	heksagonal
30	dengan LAS	0,23450	0,37026	heksagonal
	tanpa LAS	0,23580	0,37016	heksagonal

Dari Tabel 2 dapat diketahui nilai parameter kisi untuk struktur kristal heksagonal yaitu $a = 0,235686$ nm dan $c = 0,370314$ nm. Nilai parameter kisi dari sampel sesuai dengan teori dimana $a = b \neq c$, $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$.

C. Hasil Karakterisasi SEM

Pada penelitian ini, sampel yang di analisis dengan SEM adalah *graphene* menggunakan LAS dengan variasi waktu 20 menit.

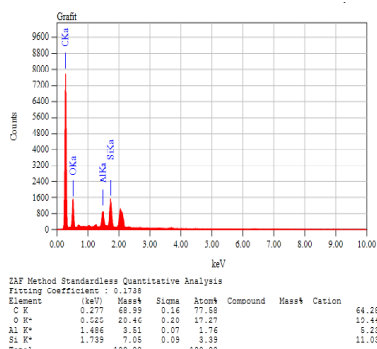


Gambar 6. Foto morfologi *graphene* dibantu oleh LAS dengan perbesaran 5000X.

Gambar 6 merupakan *graphene* yang memiliki morfologi berupa *flakes*, menyebar, dan bertumpuk – tumpuk. Ukuran lembaran yang ditunjukkan berkisar 1.2 mikrometer sampai 3,4 mikrometer.

D. Hasil Karakterisasi EDAX

Karakterisasi EDAX berupa spektrum yang menunjukkan hubungan antara energi dengan intensitas.



Gambar 7. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX nanomaterial *graphene* menggunakan metode LME dibantu oleh LAS dengan variasi waktu 20 menit.

Dari hasil karakterisasi EDAX pada gambar 30, diketahui unsur karbon berasal dari pensil 2B dan merupakan unsur paling besar yang terdapat pada sampel yaitu sebesar 77.68 %. Unsur oksigen sebesar 17.27% yang menunjukkan terdapatnya *graphene oxide*.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

1. Dari hasil karakterisasi spektrofotometer UV-Vis dengan variasi waktu pencampuran, menunjukkan bahwa semakin besar panjang gelombang, Eg yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini sesuai dengan teori bahwa panjang

gelombang berbanding terbalik dengan Eg .

2. Melalui karakterisasi XRD terhadap variasi waktu pencampuran muncul *peak* pada hasil difraktogram sinar-X. Munculnya *peak* menunjukkan bahwa *graphene* yang dihasilkan adalah kristal. Dan diketahui struktur kristal dari material tersebut adalah heksagonal dengan parameter kisi $a = 0.235686$ nm dan $c = 0.370314$ nm.
3. Dari hasil karakterisasi SEM dengan variasi waktu pencampuran 20 menit, diketahui morfologi dari sampel menghasilkan *graphene* berbentuk *flakes*, menyebar, dan bertumpuk – tumpuk dengan ukuran (1.292 – 3.467) μm serta karakterisasi menggunakan EDAX menunjukkan presentase kandungan karbon sebesar 77.68% dan oksigen sebesar 17.27%.

Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya :

1. Dapat dilakukan penelitian lebih lanjut dengan memvariasi waktu yang lebih banyak agar menghasilkan data yang lebih baik.
2. Melakukan karakterisasi SEM dan EDAX menggunakan *graphene* tanpa LAS agar dapat membandingkan

morfologi permukaan dan komposisi unsur dari *graphene* menggunakan LAS.

3. Dapat dilakukan penelitian lebih lanjut dengan variasi banyaknya pemberian surfaktan pada sampel.

Daftar Pustaka

Randviir, Edward P. et al. (2014). *Review A Decade of Graphene Research*. UK: Elsevier.

Rohman, Fadli. (2012). *Aplikasi Graphene untuk Lithium Ion Battery*. Bandung: ITB.

Shuai, Wang. dkk. (2014). *The Effect of Surfactants and Their Concentrations On The Liquid-Exfoliation of Graphene*. Cina: Beijing University.

Yogyakarta, 4 Oktober 2016

Reviewer,
Penguji Utama



Dr. Ariswan
NIP. 19590914198803103

Menyetujui
Pembimbing



Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Ph. D.
NIP. 19800129 200501 1 003

