



## Pengelupasan Lapisan Grafit secara Elektrokimia dalam Suasana Asam

Dinar Alghifari Ramadhan<sup>✉</sup>, Cegi Kurniawan, dan F. Widhi Mahatmanti

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang  
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Diterima Juni 2019

Disetujui Juli 2019

Dipublikasikan Agustus  
2019

*Keywords:*

*grafen*

*pengelupasan elektrokimia*

### Abstrak

Grafen merupakan alotrop karbon yang paling diminati untuk diteliti dalam bidang ilmu material dikarenakan sifat khasnya. Seiring dengan aplikasi grafen, eksplorasi metoda preparasi yang sederhana terus dikembangkan. Kendala utama dalam preparasi grafen diantaranya adalah kebutuhan bahan kimia yang banyak dan tidak ramah lingkungan. Dalam penelitian ini dilakukan preparasi grafen menggunakan metode pengelupasan elektrokimia dalam dalam elektrolit asam fosfat. Sumber grafit yang digunakan adalah pensil 6B dan konsentrasi asam fosfat 1M. Reaksi pengelupasan elektrokimia dilakukan dalam tabung reaksi berbentuk U. Hasil pengelupasan berbentuk serbuk hitam halus, di bawah pengamatan SEM serbuk ini terlihat sebagai lembaran. Hasil pengujian FT-IR menunjukkan adanya vibrasi pada daerah  $1564\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi karakteristik dari gugus C=C dari grafen.

### Abstract

Graphene is the most desirable carbon allotrope for research in the field of material science due to its characteristics. Along with graphene applications, simple exploration of preparation methods continues to be developed. The main constraints in graphical preparation include the need for many chemicals and not being environmentally friendly. In this study graphene preparation was carried out using the electrochemical exfoliation method in phosphoric acid electrolytes. The graphite source used is pencil 6B and 1M phosphoric acid concentration. the electrochemical exfoliation reaction is carried out in a U-shaped test tube. The exfoliation is in the form of fine black powder, under the observation of SEM the powder is seen as a sheet. The FT-IR test results showed a vibration in the area of  $1564\text{ cm}^{-1}$  which is a characteristic vibration of the C = C group of graphene.

© 2019 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:  
Gedung D6 Lantai 2 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229  
E-mail: [alghifaridinar@gmail.com](mailto:alghifaridinar@gmail.com)

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

## Pendahuluan

Grafen merupakan bentuk dua dimensi dari karbon yang memiliki sifat elektronik yang unggul (Ciesielski & Paolo, 2013). Grafen merupakan material tertipis di dunia yang membentuk satu lapis atom karbon yang memiliki struktur *hexagonal* (Geng, 2012). Selain memiliki konduktivitas elektrik dan termal yang tinggi, grafen juga merupakan material terkuat di dunia. Grafen memiliki kekuatan tarik sebesar 1 TPa (Koch, 2010). Grafen memiliki luas permukaan spesifik yang besar dengan mobilitas elektron yang tinggi (Choi *et al.*, 2011). Sifat-sifat yang tidak biasa ini telah merangsang eksplorasi grafen yang ekstensif dalam pengembangan ilmu material (Yiqing *et al.*, 2011).

Dalam mensintesis grafen, berbagai metode telah dikembangkan untuk menghasilkan grafen dengan kualitas tinggi dan biaya rendah. *Micro-mechanical cleavage* (Novoselov *et al.* 2004), *chemical vapor deposition* (CVD) (Bae *et al.* 2010), dan *epitaxial growth* (Emtsev *et al.*, 2009), merupakan sintesis grafen dengan tingkat kualitas yang tinggi namun tidak praktis untuk aplikasi komersial, karena tingkat produksi rendah serta biaya yang relatif tinggi. Pengelupasan kimiawi *grafen* berdasarkan metode Brodie, Staundenmaier, dan Hummers memiliki keuntungan dalam hal biaya yang rendah dan proses sintesis yang dapat dikontrol. Akan tetapi, metode ini menggunakan beberapa bahan kimia berbahaya ( $\text{KMnO}_4$  dan  $\text{N}_2\text{H}_4$ ) yang dapat merusak lingkungan dan proses produksi yang lama (Li *et al.*, 2009). Alternatif preparasi grafen yang dikembangkan adalah metoda pengelupasan elektrokimia

Metode pengelupasan elektrokimia sedang banyak digemari dalam mensintesis grafen, dikarenakan mudahnya proses pembuatan, cepat, ramah lingkungan, dan biaya yang rendah dalam proses produksinya (Sumanta & Archana, 2015). Hal inilah yang membuat metode pengelupasan elektrokimia sangat cocok untuk pembuatan grafen dalam skala yang besar. Pada suasana asam ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dilaporkan bahwa pengelupasan elektrokimia grafit menghasilkan grafen oksida. Selain itu pengelupasan elektrokimia juga dapat dilakukan pada suasana basa KOH. Pengelupasan pada suasana asam ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) diklaim sebagai metode yang cukup efektif dibandingkan dalam suasana basa. Anion  $\text{SO}_4^{2-}$  menjadi lapisan penginterkalasi pada grafit yang terkelupas.

Selain metode, sumber karbon yang digunakan untuk dikonversi menjadi grafen telah banyak dieksplorasi. Liu (2013) melaporkan konversi grafit pada pensil menjadi grafen dengan metode pengelupasan elektrokimia. Selain itu, dengan metoda pengelupasan elektrokimia grafit pada penggunaan asam ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) juga berhasil dikonversi menjadi grafen. Dari sekian banyak penelitian, penggunaan sumber karbon dari pensil merupakan alternative yang paling diminati untuk kajian penelitian dasar karena tingkat kekerasan dari pensil dapat berpengaruh terhadap hasil grafen yang terbentuk.

Grafen yang dihasilkan dari metode ini memiliki kualitas yang relatif tinggi dengan tingkat kecacatan yang rendah (Ferrari *et al.*, 2015). Untuk proses karakterisasi, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR) digunakan digunakan sebagai analisa gugus fungsi (adanya 'peak' dari gugus fungsi spesifik) beserta polanya dan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dalam skala mikro dan nano. Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dipelajari preparasi grafen menggunakan metode pengelupasan elektrokimia dengan sumber karbon grafit dari pensil 6B dan elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  1M.

## Metode

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah power suplai (*Lion King-2NI*), penjepit buaya, sonikator, *centrifuge*, tabung U. Alat instrumentasi berupa FTIR (Perkin Elmer) dan SEM (JEOL JSM-6360LA). Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah batang grafit dari pensil 6B,  $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$  99%,  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$  96%,  $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$  99 %, kertas saring whatman-42, dan aquades.

Memasang penjepit buaya pada sebuah power suplai (*Lion King-2NI*). Memasukan 40 mL elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  1 M ke dalam tabung U (Liu *et al.*, 2013). Rangkaian pengelupasan elektrokimia dapat dilihat pada Gambar 1. Mengatur bias pada tegangan 14 V, dengan waktu pengelupasan selama 4 jam. Mensonikasi sampel dalam elektrolit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  1 M selama 2 jam dan *mencentrifuge* selama 45 menit (Sumanta & Archana, 2015). Menyaring sampel menggunakan kertas saring whatman-42. Mencuci sampel menggunakan pelarut organik DMF dan etanol sebanyak 2-3 kali. Mencuci kembali sampel menggunakan aquades sampai pH netral. Mengeringkan sampel menggunakan *oven* dengan suhu 70°C sampai berat konstan. Mengkarakterisasi sampel menggunakan FTIR dan SEM (Coros *et al.*, 2016).



**Gambar 1.** Rangkaian pengelupasan elektrokimia

### Hasil dan Pembahasan

Dalam penelitian ini, pengelupasan elektrokimia lembaran grafit dilakukan dalam tabung U dengan larutan elektrolit 1 M  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dengan sumber grafit berasal dari pensil 6B (*Faber Castle*) dengan pengaturan bias *potensial* bias sebesar 14 V dan arus sebesar 0,8 A.

Grafit yang akan digunakan terlebih dahulu ditimbang dan didapatkan massa sebesar 5,83 gram. Kemudian dalam proses pengelupasan elektrokimia, pengaturan bias dimulai dari bias terendah, hal ini dilakukan agar dalam proses pengelupasan, area yang terkelupas dari batang grafit adalah area terluar terlebih dahulu sehingga dapat membentuk ketebalan grafen satu layer. Pada besaran bias 6 V dengan besar arus 0,5 A, telah timbul gelembung gas pada katoda dikarenakan terjadi reaksi reduksi ion hidrogen ( $\text{H}^+$ ) menjadi gas  $\text{H}_2$  dan mulai terjadi pengelupasan pada batang grafit di anoda dikarenakan terjadinya korosi yang disebabkan oleh oksigen yang diikuti dengan terjadinya proses interkalasi pada batang grafit di anoda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Katoda mulai mengeluarkan gelembung gas dan anoda mulai terjadi pengelupasan

Proses ini pada awalnya terjadi di permukaan, batas butir atau situs cacat struktural, menghasilkan -OH, -COC, -CO, dan -COO yang merupakan kelompok fungsional pada permukaan grafit. Selama proses ini,  $\text{CO}_2$  dan  $\text{O}_2$  dapat diproduksi sebagai produk elektrolisis. Setelah ditahan selama 10 menit, bias kembali dinaikan menjadi 14 V dengan besar arus 0,8 A. Dalam bias ini, pelepasan gelembung gas dan pengelupasan kulit menjadi lebih banyak dan semakin cepat seiring dengan penambahan besaran bias seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Gelembung gas dan pengelupasan pada batang grafit semakin besar

Korosi anodik serta pelepasan gas membuka lembaran tepi batang grafit dan memfasilitasi interkalasi anion besar (serta gugus yang terlarut) ke dalam lapisan grafit, membentuk *graphite intercalation compound* (GIC) ( $C + A \rightarrow CA + e^-$ ). Interkalasi dan hidrolisis kompleks *intercalated* ( $CA + H_2O \rightarrow COH + H^+ + e^-$ ) mengarah pada perluasan lembaran grafit dan pengelupasan lembaran grafit fungsional. Selama proses pengelupasan elektrokimia, partikel-partikel yang terkelupas dapat didorong oleh gelembung-gelembung gas jika ukurannya kecil atau ringan, atau mereka akan tenggelam jika partikel yang terkelupas itu besar dan berat. Namun demikian partikel GIC yang mengendap besar dapat melanjutkan pengelupasan elektrokimia ketika mereka memiliki kontak listrik dengan anoda. Proses pengelupasan ganda akan berlanjut sampai membentuk lembaran grafit yang lebih kecil dan menanggukkan dalam larutan. Oleh karena itu, lembaran grafit yang terkelupas yang dihasilkan lebih tipis dan didistribusikan lebih baik dalam jumlah lapisan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 (Khan *et al.*, 2010).



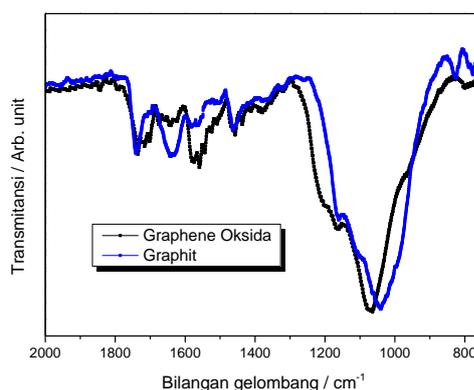
**Gambar 4.** Proses pengelupasan berlanjut pada lapisan yang telah terkelupas

Dari proses pengelupasan elektrokimia didapatkan hasil berupa grafit yang terdispersi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5a dan grafit yang berbentuk serbuk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5b. rendemen yang terbentuk ditimbang dan didapatkan massa sebesar 3,89 gram.



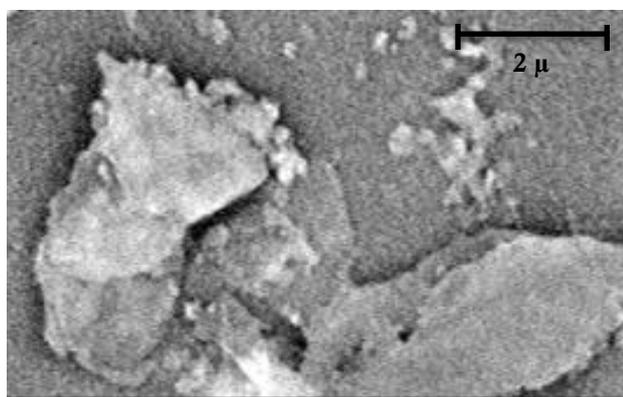
**Gambar 5.** Hasil pengelupasan elektrokimia, (a) grafen terdispersi dan (b) grafen serbuk

Karakterisasi dengan FT-IR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Gambar 6 menunjukkan spektrum FT-IR bubuk grafen oksida.



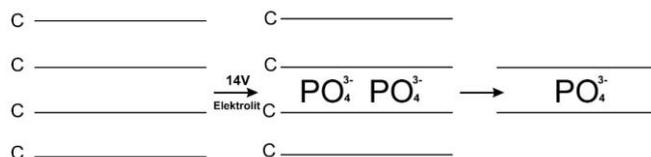
**Gambar 6.** Spektra FT-IR grafen oksida

Dari seluruh spektrum, terkonfirmasi bahwa antara GO memiliki puncak *band* lentur C-H pada  $1446\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan hidroksilasi dari lembaran grafen. Karakteristik infra merah (IR) bilangan gelombang pada  $1738\text{ cm}^{-1}$  dan  $1546\text{ cm}^{-1}$ , adalah bukti untuk getaran peregangan gugus karbonil C=O dan ikatan C=C yang meregang dalam cincin aromatik lembaran karbon masing-masing. Dan puncak pada  $1068\text{ cm}^{-1}$  menunjukan peregangan C – O, alkoksida (Guoxiu *et al.*, 2009).



**Gambar 7.** Hasil SEM grafen

Dalam menganalisis morfologi permukaan dan struktur komposit grafen digunakan metode *scanning electron microscopy*. Gambar 5 menyajikan morfologi grafen. Seperti yang terlihat bahwa serpihan grafen memiliki struktur pipih, yang memberikan luas permukaan yang besar serta transparan yang menunjukkan bahwa grafen telah membentuk satu layer (Bolotin *et al.*, 2008).



**Gambar 8.** Mekanisme pengelupasan pada grafit

Adapun mekanisme pengelupasan dari grafit dapat dilihat pada Gambar 8. Proses pengelupasan terjadi dikarenakan penyisipan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  pada layer grafit sehingga terjadi proses interkalasi yang membuat layer terkelupas dan terbawa oleh  $\text{O}_2$ .

### Simpulan

Berdasarkan penelitian, sintesis grafen menggunakan metode pengelupasan elektrokimia telah berhasil dilakukan. Hal ini dapat ditunjukkan dengan puncak khas pada bilangan gelombang  $1564\text{ cm}^{-1}$  pada spectra IR, serta struktur pipih dan transparan yang ditunjukkan pada SEM.

### Daftar Pustaka

- Bae, S., Kim, H., Lee, Y., Xu, X. F., Park, J. S., Zheng, Y., . . . Iijima, S. 2010. Roll to Roll Production of 30 Inch Grafen Films for Transparent Electrodes. *Nature Nanotechnology*, V(8): 574-578
- Bolotin, K.I., Sikes, K.J., Jiang, Z., Klima, M., Fudenberg, G., Hone, J., . . . Stormer. 2008. Ultrahigh Electron Mobility in Suspended Grafen. *Solid State Communications*, CXLVI(9): 351-355
- Choi, S.M., Wonbong, Lee, & Won. 2011. Synthesis and Characerization of Grafena Supported Metal Nanoparticles by Impregnation Method With Heat Treatment in  $\text{H}_2$  Atmosphere. *Synthetic Metals*, CLXI(11): 2405-2411
- Ciesielski, A., & Paolo, S. 2013. Grafen Via Sonication Assisted Liquid Phase Exfoliation. *Chem Society Reviews*, XLIII(1): 381-398
- Coros, M., Pogacean, F., & Rosu, M.C. 2016. Simple and Cost Effective Synthesis of Grafen by Pengelupasan elektrokimia of Graphite Rods. *RSC Advances*, IV(6): 2651-2661
- Emtsev, K.V., Bostwick, A., Horn, K., Jobst, J., & Kellog, G.L. 2009. Towards Wafer Size Grafen Layers by Atmospheric Pressure Graphitization of Silicon Carbide. *Nature Materials*, 203-207
- Ferrari, A.C., Bonaccorso, F., Falko, V., & Novoselov, K.S. 2015. Science and Technology Roadmap for Grafen, Related Two-Dimensional Crystal, and Hybrid System. *Nanoscale*, VII(11): 4598-4810
- Geng, Z.G. 2012. A Green and Mild Approach of Synthesis of Highly Conductive Grafen Film by Zn Reduction of Exfoliated Graphite Oxide. *China Journal Chemical Physical*, XXV(4): 494-500
- Guoxiu, W., Bei, W., Jinsoo, P., Ying, W., Bing, S., & Jane, Y. 2009. Highly Efficient and Large-Scale Synthesis of Grafen by Electrolytic Exfoliation. *Carbon*, XLVII(14): 3242-3246
- Khan, U., O'Neill, A., Lotya, M., De, S., & Coleman, J.N. 2010. High-Concentration Solvent Exfoliation of Grafen. *National Center for Biotechnology Information*, VI(7): 64-71
- Koch, K.R. 2010. Oxidation by  $\text{Mn}_2\text{O}_7$ : An Impressive Demonstration of the Powerful Oxidizing Property of Dimanganeseheptoxide. *Journal of Chemical Education*, LVIX(11): 973-983
- Li, X. L., Wang, H.L., Robinson, J.T., Sanchez, H., Diankov, G., & Dai, H.J. 2009. Simultaneous Nitrogen Doping and Reduction of Grafen Oxide. *Journal of The American Society*, CXXXI(43): 15939-15944
- Liu, J., Yang, H., Zhen, S.G., Poh, C.K., Chaurasia, A., Luo, J., & Wu, X. 2013. A Green to the Synthesis of High Quality Grafen Oxide Flakes via Electrochemical of Pencil Core. *RSC Advances*, III(29): 1-18

- Sumanta, K.S., & Archana, M. 2015. Simple, Fast and Cost-Effective Electrochemical Synthesis of Few Layer Grafen Nanosheets. *NANO: Brief Reports and Reviews*, X(2): 1550019-1550029
- Yiqing, S., Qiong, W., & Gaoquan, S. 2011. Grafen Based New Energy Materials. *Energy and Environmental Science*, IV(4): 1113–1132