



Pengaruh Massa *Graphene Oxide* dan Daya *Microwave* terhadap Sintesis *Graphene* melalui Iradiasi *Microwave*

Alfi Nurul Amalia[✉], Endah Fitriani Rahayu

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

Info Artikel

Diterima Mei 2020

Disetujui Juni 2020

Dipublikasikan Agustus
2020

Keywords:

Graphene
Microwave
Iradiasi

Abstrak

Reduksi *Graphene Oxide (GO)* menjadi *graphene* dilakukan dengan bantuan iradiasi *microwave* dalam media air menghasilkan luas permukaan tinggi dari lembaran tipis *graphene*. Lembaran nano *graphene* bertindak sebagai *susceptor* di bawah iradiasi *microwave* yang memberikan pemanasan cukup cepat untuk mengelupas *GO* dan menghilangkan gugus oksigen secara efektif. Massa *GO* dan daya *microwave* memegang peranan penting dalam meningkatkan kualitas *graphene* dan mencegah kecacatan. Dari ketiga variasi pembuatan *graphene* dari *Graphene Oxide (GO)* melalui iradiasi *microwave* yaitu 0,1 g-450 Watt, 0,1 g-630 Watt dan 0,02 g-450 Watt menunjukkan gugus oksigen yang paling rendah terdapat pada variasi *graphene* 0,02 g-450 Watt. Hal ini mengindikasikan semakin kecil massa *GO* dan semakin tinggi daya *microwave* maka semakin banyak *graphene* yang terbentuk.

Abstract

The reduction of Graphene Oxide (GO) to graphene is carried out with the help of microwave irradiation in water media which produces high surface area from thin graphene sheets. Nano graphene sheets act as susceptors under microwave irradiation which provide fast enough to peel GO and effectively eliminate oxygen groups. GO mass and microwave power play an important role in improving the quality of graphene and preventing defects. Of the three variations of making graphene from Graphene Oxide (GO) through microwave irradiation, namely 0.1 g-450 Watt, 0.1 g-630 Watt and 0.02 g-450 Watt shows the lowest oxygen group according to graphene variation 0, 02 g-450 Watt. This increases the smaller the GO mass and the higher the microwave power, the more graphene is formed.

© 2020 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:
Gedung D6 Lantai 2 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229
E-mail: alfinurulamalia@gmail.com

Pendahuluan

Minat terhadap graphene telah meningkat secara eksponensial sejak penemuannya karena sifatnya yang luar biasa. Salah satu karakteristik graphene adalah keteraturan dalam susunan atom karbon yang membentuk hampir sempurna. Setiap atom karbon pada lapisan *graphene* memiliki hibridisasi sp^2 yang mempunyai tiga ikatan sigma dan satu ikatan pi. Keteraturan atom *graphene* yang sangat tinggi bahkan tanpa cacat timbul sebagai akibat ikatan atom-atom karbon yang kuat. Ikatan kimia atom-atom karbon pada material graphene merupakan superposisi $2s$, dengan orbital $2p_x$ dan $2p_y$ memberikan kesetimbangan energi pada kisi-kisi heksagonal 2D dan ikatan σ dengan 3 atom karbon yang berdekatan.

Baru baru ini telah dilaporkan bahwa *graphene* dapat dibuat dengan eksfoliasi termal *GO* menggunakan *microwave*. Selama eksfoliasi termal *GO*, gugus fungsional yang mengandung oksigen di *GO* dapat terurai dan evolusi gas menyebabkan lembaran lembaran *graphene* mengelupas secara efisien.

Microwave bekerja dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul air. Air dengan rumus molekul H_2O memiliki dipol positif (+) pada atom H dan dipol negatif (-) pada atom O. *Microwave* yang memancarkan radiasi gelombang mikro mengeksitasi molekul air. Molekul air yang mempunyai perbedaan muatan dipol menyebabkan molekul berputar-putar karena medan listrik yang berubah-ubah. Di dalam *microwave*, gelombang mikro yang sudah didistribusikan mampu mengubah arah molekul-molekul dengan kecepatan yaitu sekitar 2450 Megahertz atau 2,45 milyar siklus perdetik. Gerakan molekuler menghasilkan energi panas. Energi panas yang dihasilkan oleh peristiwa inilah yang berfungsi sebagai agen pemanasan di dalam *microwave*.

Metode

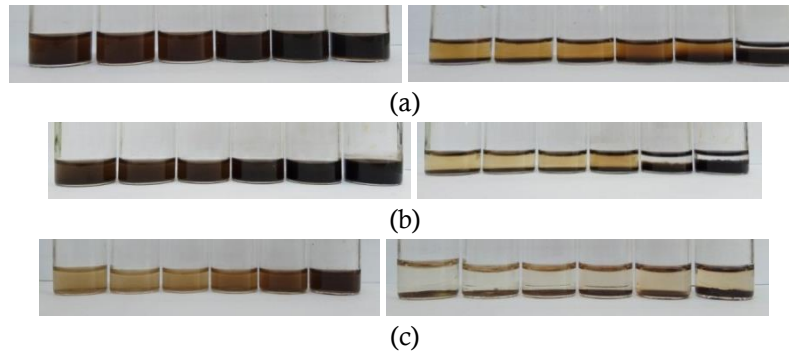
Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu set alat gelas, kertas timbang, timbangan analit, spatula, pengaduk, pipet ukur, *hot plate*, *stirrer*, pompa air, alat refluks, botol sampel, alat sentrifuga. Alat instrumentasi berupa UV-Vis, FTIR (*Perkin Elmer*), SEM. Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah grafit sintetis, H_2SO_4 96%, serbuk $NaNO_3$, serbuk $KMnO_4$, H_2O_2 35%, HCl 10%, etanol 10%, aquademin, dan es batu.

Menimbang grafit sintetis sebanyak 2 g, $NaNO_3$ 1 g dan $KMnO_4$ 6 g. Mengukur larutan H_2SO_4 96% dengan volume 46 mL dan H_2O_2 35% dengan volume 6 mL. Menyiapkan seperangkat alat refluks di atas *magnetic stirrer*. Mencampur grafit sintetis dan H_2SO_4 96% dalam seperangkat alat refluks dan diaduk selama 5 menit, kemudian menambahkan serbuk $NaNO_3$ secara perlahan dan mengaduk selama 30 menit pada suhu di bawah $20^\circ C$. Menambahkan serbuk $KMnO_4$ secara perlahan selama 30 menit. Menaikkan suhu menjadi $40^\circ C$ dan memasukkan aquades sebanyak 80 mL, tunggu selama 30 menit. Kemudian menaikkan suhu menjadi di atas $75^\circ C$ lalu aquades 200 mL dan menambahkan H_2O_2 35% dan aduk selama 90 menit. Ditunggu semalaman hingga terbentuk endapan. Mencuci sampel endapan *GO* yang telah dihasilkan menggunakan sentrifuga berkali-kali dengan pelarut etanol 10%, HCl 10%, dan aquademin agar pH mendekati 7. Mengoven endapan *GO* pada suhu $80^\circ C$ selama 24 jam untuk menghilangkan kadar airnya.

Dalam proses iradiasi *microwave*, menimbang padatan *graphene oxide* yang telah kering dalam variasi massa yaitu dua kali 0,1 g dan satu kali 0,02 g. Menyiapkan pelarut air (aquades) masing-masing 200 mL dan botol sampel untuk tempat sampel. Melarutkan masing-masing massa padatan *graphene oxide* dalam 200 mL aquades untuk kemudian proses ultrasonikasi selama 30 menit. Mengambil larutan baku *graphene oxide* sebanyak 120 mL dalam cawan khusus *microwave*. Kemudian melakukan proses *microwave* dengan variasi daya 50% (450 watt) dan 70% (630 Watt) dan 5 mL larutan pada rentang waktu 1, 5, 10, 15, 20 menit.

Hasil dan Pembahasan

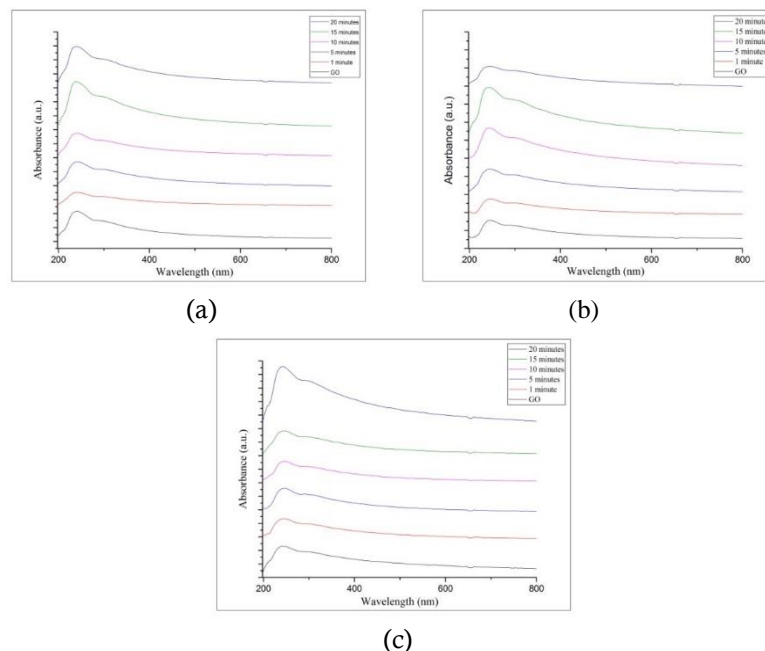
Dalam penelitian ini, sintesis dilakukan dengan variasi massa *GO* 0,02 g dan 0,1 g dengan variasi daya *microwave* 450 dan 630 Watt. Perlakuan masing masing sampel diukur pada waktu 1, 5, 10, 15, dan 20 menit proses *microwave* dan diambil larutan sampelnya untuk kemudian dianalisis. Dari data yang diperoleh diketahui bahwa semakin lama waktu radiasi warna larutan semakin pekat seperti Gambar 1.



Gambar 1. Sampel sintesis *graphene* metode *microwave* dari kiri ke kanan *GO*, 1 menit, 5 menit, 10 menit, 15 menit dan 20 menit. (a) 0,1 g daya 450 Watt, (b) 0,1 g daya 630 Watt dan (c) 0,02 g daya 450 Watt (kiri-sebelum pengendapan, kanan-setelah pengendapan)

Seiring dengan pemanasan *GO* terjadi pemutusan ikatan antara karbon dengan gugus gugus yang menempel terutama yang mengandung oksigen. *Graphene oxide* mempunyai sifat hidrofilik yaitu menyukai air sehingga mudah larut dalam air menghasilkan larutan berwarna coklat, sedangkan *graphene* mempunyai sifat hidrofobik yang sukar larut dalam air. Semakin lama proses *microwave* semakin keruh dan tidak larut pula larutan *GO* yang mengindikasikan bahwa *graphene* semakin banyak terbentuk.

Karakterisasi sifat optik *GO* dianalisis menggunakan *UV-Vis spectrophotometer*. Dengan menguji sampel material menggunakan instrumen ini maka dapat diperoleh data panjang gelombang dan absorbansinya. Nilai absorbansi dari material *GO* dan *graphene* yang didapat ini diukur menggunakan *UV-Vis spectrophotometer* dengan panjang gelombang 200-800 nm. Absorbansi dari ketiga sampel dapat dilihat pada Gambar 2.



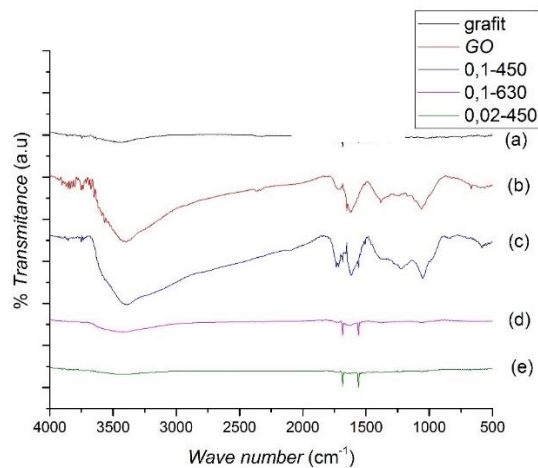
Gambar 2. Hasil karakterisasi *UV-Vis spectrophotometer* (a) 0,1 g dalam 450 Watt, (b) 0,1 g dalam 630 Watt dan (c) 0,02 g dalam 450 Watt

Puncak panjang gelombang *GO* terlihat dua puncak serapan pada panjang gelombang sekitar 230 nm dan 300 nm yang masing masing merupakan transisi elektron pada orbital $\pi-\pi^*$ dari ikatan C-C dan C=C pada sp^2 hibrid area dari *GO* dan $n-\pi^*$ dari ikatan C-O. Puncak gelombang orbital $\pi-\pi^*$ yang semakin bergeser ke kanan dan puncak orbital $n-\pi^*$ yang semakin semakin hilang seiring bertambahnya daya *microwave* menandakan gugus oksigen semakin tereduksi.

Hasil absorbansi berbanding dengan panjang gelombang pada *GO* variasi massa 0,1 g daya 450 Watt. Terdapat 6 puncak yaitu dari sampel *GO*, 1 menit, 5 menit, 10 menit, 15 menit dan 20 menit setelah proses radiasi *microwave* yang masing-masing berturut-turut memiliki puncak pertama pada panjang gelombang 240, 241, 242, 243, 244, dan 245 nm. Variasi kedua masing-masing berturut-turut memiliki puncak pada

panjang gelombang 243, 244, 246, 247, 248, dan 249 nm. Panjang gelombang pada daya 630 Watt lebih besar daripada 450 Watt, manandakan *GO* semakin cepat tereduksi dengan daya yang semakin besar. Variasi ketiga masing-masing berturut-turut memiliki puncak pada panjang gelombang 244, 246, 247, 248, 249, dan 250 nm. Semakin bergesernya puncak pertama yang merupakan orbital π - π^* menandai bahwa *GO* sudah tereduksi dan menjadi *graphene*. Pada ketiga variasi massa dan daya tersebut, dapat dikatakan bahwa semakin lama waktu paparan dan meningkatnya daya *microwave* serta semakin sedikitnya massa maka *GO* semakin banyak yang tereduksi. Bertambahnya waktu reduksi juga mempengaruhi warna dari larutan *GO* yang semakin gelap. Hal tersebut menunjukkan terjadinya perubahan komposisi struktur yaitu tereduksinya gugus fungsi pada *GO* dengan paparan gelombang *microwave*.

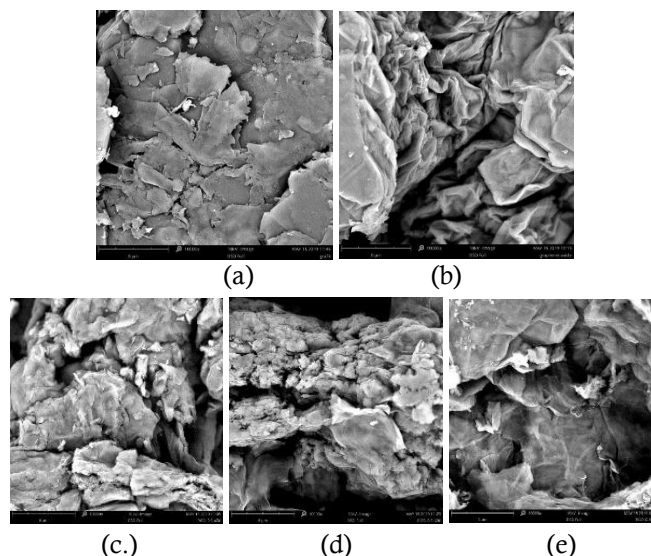
Beberapa gugus fungsi dari *GO* dapat diketahui seperti O–H, C=O, C–OH, and C–O (Cao & Zhang, 2015). Karakteristik pada puncak panjang gelombang $\sim 3464\text{ cm}^{-1}$ diyakini sebagai O–H *stretching* dari golongan hidroksil dan karbonil, karakteristik lainnya terdapat pada puncak panjang gelombang $\sim 1639\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan C=O, $\sim 1288\text{ cm}^{-1}$ merupakan C–OH, $\sim 1493\text{ cm}^{-1}$ menandakan keberadaan C=C dari domain grafit yang belum teroksidasi, dan $\sim 1003\text{ cm}^{-1}$ merupakan C–O yang juga diyakini sebagai golongan asam karboksilat dan karbonil (Chen *et al.*, 2009). Berikut merupakan grafik hasil spektra FTIR pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil uji spektra FTIR (a) grafit, (b) *GO*, (c) *graphene* dengan variasi 0,1 g dalam 450 Watt, (d) *graphene* dengan variasi 0,1 g dalam 630 Watt dan (e) 0,02 g dalam 450 Watt

Dari grafik dapat dilihat perbedaan gugus O–H yang paling banyak tereduksi ada pada variasi ketiga yaitu massa *GO* 0,02 g dan daya *microwave* 450 Watt diperoleh ikatan O–H asam karboksilat dengan cekungan kecil pada panjang gelombang $3420,3\text{ cm}^{-1}$ yang mempunyai transmitansi sebesar 96,42% (absorbansi=0,0158), ikatan C=O pada panjang gelombang $1685,7\text{ cm}^{-1}$ mempunyai transmitansi sebesar 96,58% (absorbansi=0,0151), dan ikatan C=C alkena pada panjang gelombang $1559,99\text{ cm}^{-1}$ mempunyai transmitansi 96,42% (absorbansi=0,01583). Variasi ketiga lebih banyak tereduksi dibandingkan dengan variasi pertama dan kedua, dibuktikan dengan ikatan O–H asam karboksilat yang mempunyai absorbansi paling rendah. Variasi ketiga dengan variasi pertama sama sama menggunakan daya *microwave* 450 Watt yang membedakan adalah massa *GO* yang direduksi. Keduanya memberikan hasil yang berbeda yaitu variasi pertama absorbansi gugus O–H masih tinggi pada bilangan gelombang $3392,68\text{ cm}^{-1}$ yang mempunyai transmitansi sebesar 58,31% (absorbansi=0,2342), sehingga dapat disimpulkan bahwa massa *GO* dapat mempengaruhi proses reduksi oleh gelombang *microwave* yaitu semakin kecil massa *GO* maka semakin besar kemungkinan tereduksi dalam daya yang sama.

Analisis menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran butiran suatu sampel. Berdasarkan analisis menggunakan SEM, diperoleh morfologi ruang pada sampel grafit, *GO* dan *graphene* dengan variasi 0,1 g - 450 Watt, 0,1 g - 630 Watt dan 0,02 g - 450 Watt dengan perbesaran masing masing adalah 10000x seperti Gambar 4.



Gambar 4. Hasil karakterisasi SEM (a) Grafit perbesaran 10000x, (b) GO perbesaran 10000x, (c) *graphene* variasi 0,1 g-450 Watt perbesaran 10000x, (d) *graphene* variasi 0,1 g-630 Watt perbesaran 10000x dan (e) *graphene* variasi 0,02 g-450 Watt perbesaran 10000x

Dari gambar SEM, jelas bahwa grafit mempunyai struktur lembaran-lembaran dan gambar SEM dari GO menunjukkan lembaran yang terkelupas. *Graphene oxide* dan *graphene* keduanya efisien dikelupas untuk membentuk lembaran tipis yang terpisah. Sebagai perbandingan, *graphene* terdiri dari lembaran yang lebih tipis dan pori-pori lebih kecil dari *graphene oxide*. Struktur lipatan dapat ditemukan pada permukaan dan tepi dari bubuk *rGO* (*graphene*). Lipatan tersebut adalah morfologi khas dari *graphene*. Alasan yang mungkin terbentuknya lipatan itu merupakan perlakuan pada suhu tinggi dan waktu lama.

Simpulan

Berdasarkan penelitian, Metode efektif pembuatan *graphene* dari GO dengan memanfaatkan gelombang *microwave* telah ditemukan. Variasi massa GO dan daya *microwave* mempengaruhi sifat *graphene* yang terbentuk. Semakin sedikit massa dan semakin tinggi daya maka GO semakin tereduksi. Berdasarkan hasil uji spektra FTIR menunjukkan terdapat perubahan struktur. Gugus fungsional pada GO dan *graphene* yang dapat diidentifikasi adalah ikatan O-H asam karboksilat, ikatan rangkap C=C alkena dan ikatan C-O.

Daftar Pustaka

- Arthi G,P.B. 2015. A Simple Approach to Stepwise Synthesis of Graphene Oxide Nanomaterial. *Journal of Nanomedicine & Nanotechnology*, 06(01): 1–4
- Cao, N., & Zhang, Y. 2015. Study of Reduced Graphene Oxide Preparation by Hummers' Method and Related Characterization. *Journal of Nanomaterials*
- Chen, K., & Lu, C. 2010. Talanta A Vapor Sensor Array Using Multiple Localized Surface Plasmon Resonance Bands in A Single UV – VIS Spectrum. *Talanta*, 81(4–5): 1670–1675
- Choi, W.M., Shin, K.S., Lee, H.S., Choi, D., Kim, K., Shin, H.J. Kim, S.W. 2011. Selective Growth of ZnO Nanorods on SiO₂/Si Substrates Using a Graphene Buffer Layer. *Nano Research*, 4(5): 440–447
- Javed, S.I., & Hussain, Z. 2015. Covalently Functionalized Graphene Oxide - Characterization and Its Electrochemical Performance. *International Journal of Electrochemical Science*, 10(11): 9475–9487
- Ningrum, A.S. dan D.K. 2008. Pengeringan Kunyit Menggunakan Microwave dan Oven. *Universitas Diponegoro*, (024)
- Saxena, S., Tyson, T.A., Shukla, S., Negusse, E., Chen, H., & Bai, J. 2011. Investigation of Structural and Electronic Properties of Graphene Oxide. *Applied Physics Letters*, 99(1): 67–70
- Terrones, M., Botello-Méndez, A. R., Campos-Delgado, J., López-Urías, F., Vega-Cantú, Y. I., Rodríguez-Macías, F. J., ... Terrones, H. 2010. Graphene and Graphite Nanoribbons: Morphology, Properties, Synthesis, Defects and Applications. *Nano Today*, 5(4): 351–372

- Xu, B., Yue, S., Sui, Z., Zhang, X., Hou, S., Cao, G., & Yang, Y. 2011. What is the Choice for Supercapacitors: Graphene or Graphene Oxide? *Energy and Environmental Science*, 4(8): 2826–2830
- Zhu, X., Liu, Q., Zhu, X., Li, C., Xu, M., & Liang, Y. 2012. Reduction of Graphene Oxide Via Ascorbic Acid and Its Application for Simultaneous Detection of Dopamine and Ascorbic Acid. *International Journal of Electrochemical Science*, 7(6): 5172–5184