

PENGARUH LAMA WAKTU ULTRASONIKASI TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK GRAPHENE

La Agus, Rasap, Yuliana, Yustin Biringgalo, Risal Day, Herdianto

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Haluoleo
Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari, Sulawesi Tenggara

email: yrasap5@gmail.com

ABSTRACT

Research on the effect of ultrasound time on graphene electrical conductivity has been conducted. The purpose of this research is to analyze the best ultrasonication time to synthesize graphene material with high electrical conductivity value. Graphene is synthesized by a graphite oxide reduction method. Graphite is oxidized to form graphite oxide by modifying the Hummer method. Graphite oxide was diultrasonikasi with variation of time 60, 90, 120, 150, and 180 minutes with frequency 53KHz. Then the graphite oxide reduction process was chemically done with the addition of Zn 1,6 gram powder and hydrothermal technique using microwave resistance of 70% for 30 minutes. Analysis of the graphene oxide structure was done by XRD testing and electrical testing of graphene oxide using four probes (FPP). The test results show that graphene with 180 minutes of ultrasonication time has the best electrical conductivity of 0.6512 S / cm.

Keywords: Graphite, ultrasonication, electrical conductivity, graphene oxide.

1. Pendahuluan

Kemajuan teknologi berkembang sangat cepat diberbagai bidang ilmu. Salah satunya dibuktikan dengan adanya berbagai inovasi perangkat elektronik yang serba canggih misalnya pada Printed Circuit Board , chip dan transistor. Namun, saat ini tidak hanya dibutuhkan perangkat elektronik yang serba canggih tetapi juga dibutuhkan perangkat yang berukuran lebih kecil dan ringan sehingga memudahkan pengguna yang memiliki mobilitas tinggi karena ringan dan bersifat portable. Oleh karena itu, dibutuhkan inovasi bidang material elektronik untuk menciptakan material elektronik berukuran kecil dan konduktif sehingga dapat memenuhi kebutuhan saat ini.

Salah satu material yang banyak dikembangkan saat ini adalah graphene. Graphene merupakan material dua dimensi monoatomik dari satu lapis grafit yang ditemukan pada tahun 2004 oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov [1]. Saat ini graphene banyak diinvestigasi oleh para peneliti dari berbagai bidang karena tertarik

dengan keunggulan dan sifat unik yang dimilikinya. Para fisikawan, kimiawan, dan ilmuwan material saat ini telah berfokus pada aplikasi dari graphene untuk beberapa bidang penelitian dan industri karena memiliki sifat yang sangat baik diantaranya mobilitas elektron yang tinggi ($\sim 10.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), transparansi optik yang baik (97,7%), luas permukaan spesifik yang besar ($2.630 \text{ m}^2/\text{g}$), modulus Young yang tinggi ($\sim 1 \text{ TPa}$), dan konduktivitas panas yang tinggi ($\sim 3000 \text{ W/mK}$) [2] Struktur yang terdiri dari lapisan-lapisan karbon membuat graphene sangat konduktif [3]. Dengan keunggulan sifat yang dimilikinya, graphene berpotensi besar untuk dikembangkan sebagai komponen perangkat elektronik.

Pada umumnya metode sintesis graphene yang digunakan ialah metode mechanical exfoliation (scotch tape), dan CVD (Chemical Vapor Deposition). Mechanical exfoliation merupakan metode yang mudah digunakan, akan tetapi hanya dapat menghasilkan graphene dalam jumlah yang sedikit, karena metodenya menggunakan pengelupasan secara

mekanik pada grafit. Pada metode CVD, graphene yang dihasilkan lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan metode mechanical exfoliation. Meskipun produk yang dihasilkan lebih banyak, metode ini membutuhkan biaya relatif mahal karena menggunakan substrat SiO₂ sebagai media pertumbuhan graphene dan juga peralatan penunjang untuk metode CVD tersebut menggunakan teknologi tinggi. Metode lain yang coba dikembangkan adalah mensintesis graphene secara kimiawi atau metode Hummer dengan cara mengoksidasi grafit sehingga menghasilkan graphene oksida (Rohman, 2012). Produk akhir GO dari metode Hummers memiliki tingkat oksidasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan produk akhir dari metode Staudenmaier. Bahan-bahan yang digunakan dalam metode Hummers lebih mudah untuk didapat dan tidak terlalu berbahaya seperti dalam metode Staudenmaier. Oleh karena itu, metode Hummers lebih sering digunakan untuk mensintesis GO [4].

Berdasarkan karakteristik yang sangat baik dari material graphene dan penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya, menjadi sangat penting dan menarik untuk melakukan penelitian dengan judul “Pengaruh Lama Waktu Ultrasonikasi Terhadap Konduktivitas Listrik Graphene”, dan diharapkan dengan memperbesar frekuensi dan rentang lama ultrasonikasi dapat menghasilkan material graphene yang lebih konduktif dan mampu memenuhi kebutuhan saat ini.

2. Metode Penelitian

Grafit batangan dihaluskan dengan mortar kemudian diayak dengan ukuran 250 mesh. Proses sintesis dimulai dengan stirring 2 gram serbuk grafit dan 4 gram NaNO₃ dengan 98ml H₂SO₄ 98% (b/V) selama 4 jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath*. Setelah proses stirring berjalan selama 1 jam 8 gram KMnO₄ dan 4 gram NaNO₃ mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bertahap, lalu pada temperatur 35°C selama 24 jam. Kemudian 200 ml aquades ditambahkan secara bertahap kedalam larutan tersebut dan diaduk kurang lebih selama 1 jam atau sampai larutan tersebut homogen. Setelah larutan

menjadi homogen ditambahkan 15 ml H₂O₂ secara bertahap sampai larutan menjadi homogen. Larutan tadi dipisahkan antara fasa padat dan cair, dipercepat dengan menggunakan sentrifuge 3000 rpm selama kurang lebih 1 jam. Fasa padat yang sudah terpisah dari cair, dicuci menggunakan 10 ml HCl 35% dan dibilas dengan akuades sampai pH larutan netral. Setelah netral dilakukan proses pengeringan pada grafit oksida pada temperatur 110°C selama 12 jam.

Proses sintesis graphene diawali dengan pelarutan masing-masing 40 mg grafit oksida dengan 40 mL akuades. Proses pengadukan dilakukan sampai larutan grafit oksida menjadi homogen. Grafit oksida yang terlarut dalam akuades dilakukan proses ultrasonikasi yang berfungsi untuk mengelupas (exfoliate) grafit oksida menjadi lembaran-lembaran kecil graphene. Proses ultrasonikasi dilakukan menggunakan gelombang ultrasonik dengan variasi lama ultrasonikasi 60, 90, 120, 150 dan 180 menit dengan frekuensi 53 KHz. Kemudian Proses reduksi dilakukan dengan cara menambahkan 10 mL HCl 37% yang berfungsi untuk membuat larutan menjadi asam karena proses reduksi berlangsung pada suasana asam dengan menggunakan Zn sebanyak 1,6 gram sebagai pereduksi kedalam 40 mL larutan graphene oksida. Reaksi reduksi berlangsung dalam kondisi diam agar proses reaksi reduksi berlangsung maksimal. Setelah proses reduksi selesai larutan di stirring selama 1 jam agar larutan menjadi homogen dan setelah itu ditambahkan lagi 10 mL HCl 37% yang berfungsi untuk menghilangkan sisa-sisa Zinc yang tidak bereaksi pada larutan. Setelah itu, dicuci dengan akuades sampai pH netral.

Setelah pH menjadi netral, larutan rGO di-hydrothermal untuk membentuk struktur graphene yang lebih stabil. Proses hydrothermal dilakukan selama 30 menit di dalam microwave dengan tahanan 70% atau 700 Watt. Air dalam larutan rGO akan mencapai kondisi kritis dan memiliki tekanan tinggi akibat temperatur yang tinggi sehingga dapat berperan sebagai agen kristalisasi fasa [5].

Pembuatan lapisan tipis dilakukan dengan metode spray deposition. Sampel

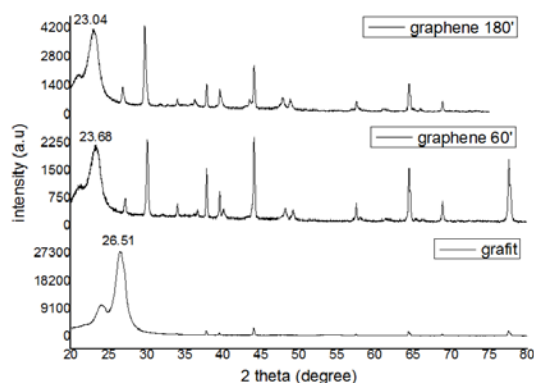
disemprotkan pada substrat kertas dengan jarak semprotan ± 40 cm pada tekanan 30 psi. Setelah kering sampel siap untuk di karakterisasi dan di uji sifat konduktivitas listriknya.

Analisis Struktur Kristal dengan XRD dilakukan untuk melihat karakterisasi struktur kristal graphene yang terbentuk. FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam graphene. Analisis Konduktivitas dengan FPP untuk mengetahui nilai konduktivitas listrik pada graphene. Pengujian dispersi graphene dilakukan untuk mengetahui perbedaan ukuran partikel graphene oksida secara kualitatif.

3. Hasil Penelitian dan Pembahasan

3.1 Analisis Struktur Kristal Graphene dengan XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan perubahan yang terjadi karena adanya perlakuan. Analisis XRD dilakukan dengan menggunakan mesin Ascii Dump dengan tegangan 40 KV dan arus 30 mA. Scanrange yang digunakan adalah 20° sampai 80° dan panjang gelombang $1.54056 \text{ \AA}$. Sampel yang dianalisis adalah grafit, graphene dengan variasi ultrasonikasi 60 dan 180 menit.



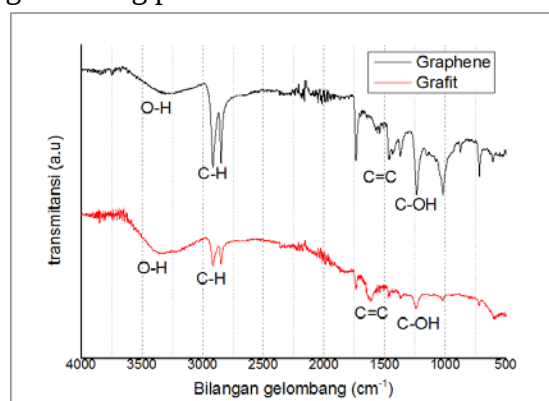
Gambar 1. Perbandingan hasil pengujian XRD grafit, graphene sonikasi 60 dan graphene sonikasi 180 menit

Gambar 1 memperlihatkan hasil XRD dari grafit, graphene dengan variasi ultrasonikasi 60 menit dan 180 menit. Grafit menunjukkan puncak 2θ yang tertinggi pada $26,51^\circ$ dengan d-spacing $3,36 \text{ \AA}$ sedangkan pada graphene

dengan variasi sonikasi 60 menit dan 180 menit menunjukkan puncak 2θ tertinggi masing-masing $23,68^\circ$ dan $23,04^\circ$ dengan d-spacing masing-masing $3,75 \text{ \AA}$ dan $3,86 \text{ \AA}$. Hal ini sejalan dengan penelitian yang telah dilakukan Diah Susanti dkk. dengan puncak 2θ pada grafit murni $26,59^\circ$ dan puncak 2θ pada graphene $23,74 \text{ \AA}$ [5]. Perubahan puncak 2θ pada grafit menjadi graphene mengindikasikan bahwa grafit telah teroksidasi dan kembali tereduksi dengan baik [6]. Selain itu perubahan jarak antar lapisan grafit menjadi graphene yang awalnya $3,36 \text{ \AA} = 0,336 \text{ nm}$ menjadi $3,75 \text{ \AA}$ dan $3,86 \text{ \AA}$ disebabkan oleh adanya penambahan gugus molekul air dan gugus oksigen diantara lapisan pada graphene [7]. Perubahan ini mengindikasikan bahwa grafit telah berubah menjadi lembaran [8]. Sehingga dapat disimpulkan penelitian ini telah berhasil mengubah grafit menjadi graphene.

3.2 Analisis Gugus Fungsi Graphene dengan FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dari sampel grafit dan graphene. Pengujian ini menggunakan rentang bilangan gelombang pada kisaran $500-4000 \text{ cm}^{-1}$.



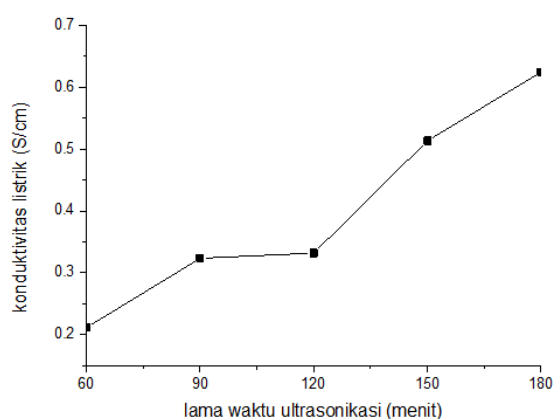
Gambar 2. Spektrum IR pada grafit dan graphene.

Gambar 2 menunjukkan spektrum IR pada grafit dan graphene. Ikatan gugus fungsi antara grafit dan graphene pada umumnya sama yaitu gugus $\text{C}=\text{C}$ aromatik pada bilangan gelombang 1538 cm^{-1} . Gugus-gugus

fungsional oksigen pada grafit dan *graphene* terlihat muncul pada puncak transmitansi sekitar bilangan gelombang 3270 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus O-H. Gugus O-H tersebut diduga berasal dari molekul air. Terdapat gugus C-H akibat pergeseran getaran yang semakin kuat pada *graphene*. Hal ini sejalan dengan penelitian yang telah dilakukan Norman Syakir dkk (2015). Pada bilangan gelombang 1280 cm^{-1} diidentifikasi sebagai ikatan C-OH yang berarti proses oksidasi dari grafit menjadi *graphene* berjalan dengan baik. Hal ini sejalan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Ilhami dkk (2014). Dari uraian diatas dapat disimpulkan bahwa penelitian ini berhasil mengubah grafit menjadi *graphene* oksida dengan metode *Hummer* termodifikasi dimana proses pengelupasan dibantu dengan gelombang ultasonikasi yang membuat intensitas serapan pada *graphene* semakin kuat.

3.3. Pengujian konduktivitas Listrik *Graphene* dengan FPP

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui waktu ultrasonikasi yang paling optimum untuk memperoleh konduktivitas listrik yang tinggi.



Gambar 3. Grafik nilai konduktivitas listrik lapisan *graphene* yang diukur menggunakan metode probe-4

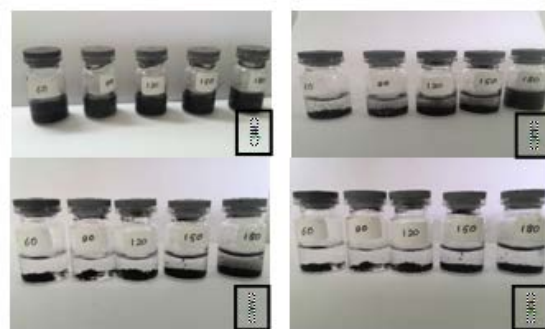
Dari Gambar 3 dapat dilihat grafik nilai konduktivitas listrik semakin meningkat seiring dengan peningkatan lamawaktu ultrasonikasi. Hal ini disebabkan karena

pemberian energi ultrasonik dapat memutuskan interaksi van der Waals yang terjadi pada karbon antar lembaran grafit sehingga grafit akan terkelupas menjadi lembaran-lembaran yang diindikasikan merupakan lembaran *graphene* [9].

Pada ketebalan $0,0004\text{ cm}$ nilai konduktivitas rata-rata *graphene* adalah $0,62461\text{ S/cm}$, ketebalan $0,0005\text{ cm}$ dengan konduktivitas rata-rata $0,42271\text{ S/cm}$ dan ketebalan $0,0007\text{ cm}$ dengan konduktivitas rata-rata $0,26731\text{ S/cm}$. Hal ini menunjukkan semakin tipis lapisan *graphene* maka semakin besar konduktivitas yang dihasilkan. Sebaliknya, semakin tebal lapisan *graphene* maka nilai konduktivitas rata-rata *graphene* akan menurun. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai konduktivitas rata-rata *graphene* berbanding terbalik terhadap ketebalan lapisan *graphene*.

3.4. Uji Dispersi pada Sampel *Graphene*

Uji dispersi dilakukan untuk mengetahui perbedaan ukuran partikel *graphene* yang terbentuk dengan variasi waktu ultrasonikasi. Larutan yang digunakan adalah air 3 mL dan *graphene* oksida 2 mL dan dihomogenkan. Hasil dispersi *graphene* dapat dilihat pada Gambar 4 berikut.



Gambar 4. (a) dispersi *graphene*, (b) disperse *graphene* setelah 12 jam, (c) setelah 18 jam, (d) setelah 24 jam.

Gambar 4 menunjukkan dispersi *graphene* variasi waktu ultrasonikasi dengan konsentrasi yang sama yakni 3 mL *graphene* masing-masing variasi didispersikan kedalam 3 mL akuades. Terlihat pada gambar 2.(a)

graphene masing-masing variasi masih terdispersi dengan sempurna. Setelah 12 jam (b) terlihat adanya perubahan yang terjadi pada variasi lama waktu ultrasonikasi 60 menit yang mulai mengendap, diikuti dengan variasi ultrasonikasi 90 menit, 120 menit dan 150 menit yang perlahan-lahan juga mulai mengendap. Sementara *graphene* dengan variasi ultrasonikasi 180 menit masih terdispersi sempurna. Pada gambar (c), setelah 18 jam *graphene* dengan variasi ultrasonikasi 180 menit mulai mengendap dan mengendap total setelah 24 jam gambar (d). Hal ini menunjukkan adanya perbedaan ukuran partikel yang terbentuk dari variasi lama waktu ultrasonikasi yang telah dilakukan. Dari uraian ini dapat disimpulkan bahwa semakin lama partikel *graphene* dapat terdispersi maka semakin kecil pula ukuran partikel *graphene* tersebut [10].

4. Kesimpulan

Hasil karakterisasi *graphene* menggunakan analisis XRD menunjukkan adanya perubahan jarak antar lapisan *graphene* yang semakin bertambah karena proses oksidasi dan pengelupasan yang di bantu oleh gelombang ultrasonik. Kemudian Analisis FTIR menunjukkan keberhasilan penelitian ini mengubah grafit menjadi *graphene* walaupun masih ada gugus oksigen yang pada ikatan struktur *graphene*. Pengujian dispersi *graphene* didalam air menunjukkan adanya perbedaan ukuran partikel dari variasi sampel yang telah dilakukan. Konduktivitas listrik *graphene* berbanding lurus terhadap lama waktu ultrasonikasi yang diberikan.

Daftar Pustaka

- [1]. Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. V., Grigorieva, I. V., and Firsov, A., 2004, *Electric field effect in atomically thin carbon films*, *Science*, vol. 306, no. 5696, pp. 666-669.
- [2]. Choi, S. M., Wonbong, Lee, Jo-won, 2011, "Synthesis and characterization of graphene -supported metal nanoparticles by impregnation method with heat treatment in H₂ atmosphere", *Synthetic Metals*, 161: 2405-2411.
- [3]. Lee, C., Wei, W., Kysar, J. W., Hone, J. *Measurement of The Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene*. *Science*, vol. 321, no. 5887, 2008, pp. 385 – 388.
- [4]. Hummers, W. S. dan Offeman, R. E., 1958, *Preparation of Graphitic Oxide*. *American Chemical Society*, vol. 80, no. 6, pp. 1339.
- [5]. Ilhami, M.R., dan Susanti, D., 2014, *Pengaruh Massa Zn Dan Temperatur Hydrothermal Terhadap Struktur Dan Sifat Elektrik Material Graphene*. *Jurnal Teknik POMITS*. Vol. 3, No. 2: 2337-3539.
- [6]. Jyothirmayee Aravind SS, Ramaprabhu S. *Surfactant free graphene nanosheets based nanofluids by in-situ reduction of alkaline graphite oxide suspensions*. *J Appl Phys* 2011;110:124326
- [7]. Widiatmoko, E., 2009. *Graphene: Sifat, Fabrikasi, dan Aplikasinya*. *Artikel Ilmiah*.
- [8]. Abdullah, M., dan Khairurrijal, 2009, *Karakterisasi Nanomaterial*, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol. 2(1), 1979-0880.
- [9]. David W. Johnson, Ben P. Dobson, Karl S. Coleman., 2015, *A manufacturing perspective on grapheme dispersions*. *Department of Chemistry, Durham University United Kingdom*.
- [10]. Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*. *Universitas Indonesia Press, Jakarta*.