

DOI: doi.org/10.21009/0305020218

SINTESIS GRAPHENE OXIDE DAN REDUCED GRAPHENE OXIDE

Yeti Rafitasari^{*}, Haris Suhendar, Nurul Imani, Fitri Luciana,
Hesti Radean, Iman Santoso^{**}

Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta
Sekip Utara BLS 21 Yogyakarta 55821

Email: yeti.rafitasari@mail.ugm.ac.id, iman.santoso@ugm.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan sintesis *graphene oxide* (GO) dan *reduced graphene oxide* (rGO) secara kimia dari bahan serbuk *graphite*. Serbuk *graphite* dioksidasi dengan senyawa oksidator kuat untuk memperoleh *graphite oxide*, proses ini disebut dengan metode Hummers. Untuk mendapatkan *graphene oxide* dilakukan proses pengelupasan lapisan *graphite oxide* yang terdispersi dalam aquades dengan menggunakan gelombang ultrasonik. Gugus *epoxy* pada *graphene oxide* kemudian direduksi menggunakan *hydrazine* 80 wt % sehingga diperoleh rGO. Dibandingkan hasil rGO sintesis dengan rGO yang dibeli dari Sigma Aldrich dengan mengati serapan spektroskopi UV-Vis dan FTIR. Bentuk serapan yang diperoleh menunjukkan sifat optik rGO sintesis memiliki kemiripan dengan rGO yang dibeli dari Sigma Aldrich.

Kata-kata kunci: *Graphene Oxide, Reduced Graphene Oxide, Sigma Aldrich, Sifat Optik*

Abstract

Graphene oxide (GO) and reduced graphene oxide (rGO) have been synthesized chemically from graphite powder. Graphite powder was oxidized with strong oxidator agent molekul to get graphite oxide, this process was called by Hummer's methode. Graphite oxide was dispersed in water with ultasonic vibrator to exfoliated graphite oxide layers, and become graphene oxide. Epoxy group in GO structure was reduced by hydrazine 80 wt% to get rGO. Comparison was done between self synthetic rGO and Sigma Aldrich synthetic rGO using UV-Vis and FTIR spectroscopy, which showed that optical properties of self synthetic rGO have same UV-Vis and FTIR spectroscopy with Sigma Aldrich synthetic rGO.

Keywords: *Graphene Oxide, Reduced Graphene Oxide, Sigma Aldrich, Optical Properties.*

1. Pendahuluan

Graphene adalah material yang tersusun atas atom karbon memiliki susunan kisi hexagonal dengan ketebalan satu atom. Susunan *graphene* yang ditumpuk-tumpuk menjadi banyak lapisan dimana satu lapisan dengan lapisan lain berikatan Van Der Wall disebut material *graphite*. *Graphene* merupakan struktur fundamental penyusun *allotropes* karbon seperti *graphite*, *carbon nanotube*, *fullerenes*. Struktur dua dimensi dan ikatan kovalen pada *graphene* membuatnya memiliki sifat-sifat fisika yang menarik seperti sifat elektronik, optik dan mekanik. Dengan keunikan sifatnya, *graphene* berpotensi untuk diaplikasikan diberbagai bidang seperti pada pabrikasi tinta konduktif, transistor terahertz, *ultrafast photodetector*, *flexible touchscreen*, sensor strain dan lain-lain [1]. Pada tahun 2010 Andre Geim dan

Konstantin Novoselov mendapatkan Penghargaan Nobel Fisika atas keberhasilannya menemukan material *graphene*.

Material *graphene* biasanya dipabrikasi diatas substrate SiO_2 . Hal ini karena SiO_2 memiliki sifat isolator yang baik dengan energi gapnya mencapai 9 eV, sehingga pita energi *graphene* di dekat energi Fermi tidak terganggu oleh pita energi oleh substrate.. Jika permukaan substrate dipastikan bersih sehingga *graphene* dapat berdiri bebas pada substrate, maka nilai mobilitas *graphene* dapat mencapai $150.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ pada suhu 300 K dan $60.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ pada suhu 4 K [2]. Kurva dispersi energi *graphene* tidak memiliki energi gap, dan kedua pitanya tidak saling berimpit. Disekitar energi Fermi, kurva dispersinya berbentuk linier [3]. Bentuk pita demikian membuat *graphene* bersifat semimetal dan sangat konduktif. Namun

tidak adanya celah energi pada graphene membuatnya menjadi memiliki keterbatasan dalam aplikasi teknologi transistor. Karena pita energi memiliki peran penting dalam aplikasi teknologi modern, maka eksplorasi terhadap sifat struktur pita telah banyak dilakukan dengan memberikan atom atau molekul tambahan untuk memecah pita energinya sehingga diperoleh graphene yang bersifat semikonduktor. Dengan pemilihan molekul yang tepat dapat menjadikan graphene bersifat semikonduktor tipe-p atau tipe-n, sehingga potensial dalam proses fabrikasi transistor yang berukuran lebih kecil.

Selain sifat elektronik, graphene juga memiliki sifat optik yang unik yang bersifat transparan hingga 98%. Sifat transparan dan konduktif ini membuat graphene berpotensi digunakan sebagai pengganti elektroda transparan *Indium Tin Oxide* (ITO) untuk membuat display optik yang lebih baik dan murah seperti LCD dan LED[4]. Investigasi terhadap sifat optik dan optoelektronik graphene sangat penting dilakukan untuk penggunaan graphene sebagai bahan optoelektronik dan perangkat elektronik transparan. Dari hasil perhitungan menunjukkan ketidak bergantungan serapan graphene terhadap frekuensi pada daerah spektrum infrared hingga sinar tampak yang nilainya yaitu $\alpha=2,293\%$ [5]. Nilai tranmitansi satu lapis dan dua lapis graphene diatas substrate SiO_2 masing-masing sekitar 0,98 dan 0,96 dalam rentang sinar tampak [6-7]

Sintesis graphene dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu *Chemical Vapor Decomposition* (CVD)[8], *micromechanical exfoliation* dengan menggunakan *scout tape* [2], dan penumbuhan *epitaxial* diatas substrate SiC [9]. Namun metode *microchemical exfoliation* tidak efisien untuk dilakukan, sedangkan metode CVD dan penumbuhan *epitaxial* membutuhkan biaya yang sangat mahal. Adapun cara lain untuk melakukan sintesis graphene adalah menggunakan metode sintesis secara kimia melalui sintesis *graphene oxide* (GO) terlebih dahulu kemudian ikatan oksida pada GO direduksi dengan menggunakan suatu senyawa kimia agen pereduksi. Sintesis GO secara kimia menggunakan bubuk graphite yang dioksidasi dengan asam kuat disebut dengan metode Hummer's [10]. Metode ini dikenal dengan cara kotor untuk memperoleh graphene, karena hasil sintesisnya masih mengandung atom-atom pengotor yang berikatan pada struktur karbon penyusun graphene.

Karena berbagai keunikan sifat kimia dan fisika yang dimiliki graphene dan berbagai potensi yang dapat digunakan dalam aplikasi teknologi, maka bagaimana proses memproduksi *reduced graphene oxide* menjadi penting untuk diteliti.

2. Metode Penelitian

A. Sintesis *Graphene Oxide* (GO)

Graphite Oxide disintesis menggunakan metode *Hummers*. Sebanyak 1 gram serbuk *graphite* dioksidasi menggunakan 23 ml H_2SO_4 , 0.5 gram NaNO_3 , 3 gram KMnO_4 . Proses pencampuran bahan dilakukan di dalam *ice bath* dan suhu dijaga dibawah 20°C . Kemudian larutan diaduk pada suhu 40°C di dalam *heat bath*. Setelah 14 jam pengadukan, larutan dipindahkan ke *ice bath* dan sebanyak 50 ml H_2O ditambahkan secara bertahap kedalam larutan dengan suhu dijaga dibawah 90°C . Larutan dipanaskan pada suhu 50°C dalam *heat bath* dan diaduk selama 1 jam. Selajutnya larutan dikeluarkan dari *heat bath* dan 150 ml H_2O ditambahkan dalam larutan. Pada tahap ini terlihat larutan berubah menjadi warna menjadi coklat. Sebanyak 5 ml H_2O_2 ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk selama 30 menit sehingga terlihat larutan berubah warna menjadi warna kuning. Pada tahap ini diperoleh *graphite oxide* yang terdispersi didalam larutan.

Untuk memisahkan *graphite oxide* dengan larutan digunakan kertas saring dan dicuci dengan H_2O secara berulang hingga PH mendekati netral. Endapan *graphite oxide* hasil penyaringan kemudian dipanaskan pada suhu 80°C menggunakan oven selama 4 jam, sehingga diperoleh padatan *graphite oxide*. Kemudian *graphite oxide* dicampurkan dengan H_2O dan didispersi menggunakan vibrasi ultrasonik untuk mengelupas lapisan-lapisan yang menyusun *graphite oxide* sehingga diperoleh *graphene oxide* yang terdispersi dalam cairan.

B. Reduksi *Graphene Oxide* (rGO)

Serbuk *graphite oxide* dicampurkan dalam H_2O sebanyak 3mg/ml. Kemudian didispersi dengan menggunakan vibrasi ultrasonik selama 3 jam. Sebanyak 1uL *hydrazine 80 wt%* ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk selama 3 jam pada suhu 70° hingga diperoleh larutan berubah menjadi berwarna hitam pekat.

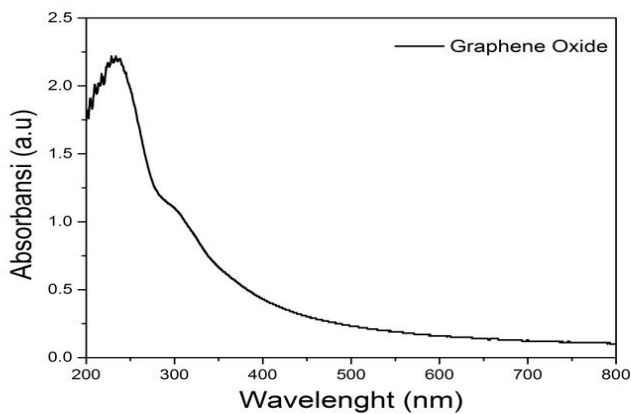
C. Pengukuran Spektroskopi UV-Vis dan FTIR

Pengukuran spektrum absorbansi GO dan rGO dilakukan dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis (Ocean Optics USB4000) pada rentan 200 – 800 nm dalam keadaan ambient dan temperatur ruangan sedangkan untuk mengetahui gugus fungsi dan perubahan ikatan GO dan rGO dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR (Shimadzu).

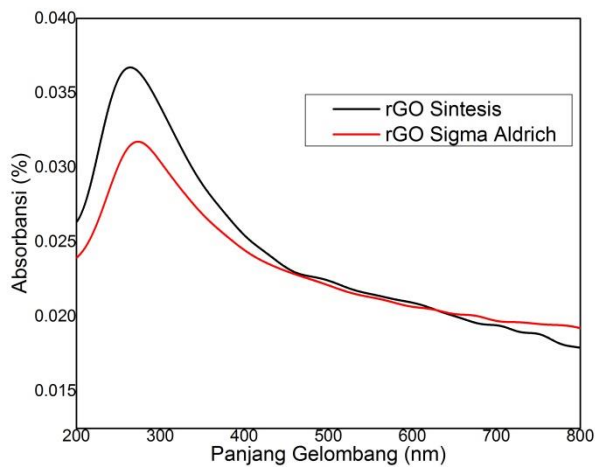
3. Hasil dan Pembahasan

Graphene oxide dan *reduced graphene oxide* hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR dan Uv-Vis.

Hasil karakterisasi seperti yang ditunjukkan pada gambar 1. Hasil UV-Vis *GO* terlihat dua puncak serapan pada panjang gelombang 230 nm dan 300 nm yang masing-masing merupakan transisi elektron pada orbital $\pi-\pi^*$ dan $n-\pi^*$. Keberadaan dua puncak tersebut menunjukkan karakteristik dari *GO*. Pada daerah panjang gelombang tinggi (atau energi rendah) nilai absorbansi *GO* menuju nol. Hal ini menunjukkan sifat semikonduktif dari *GO*, sangat berbeda dengan sifat semimetal yang diharapkan dari material graphene murni.



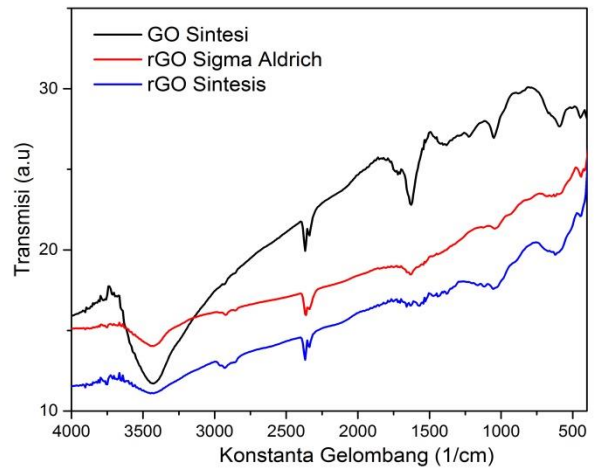
Gambar 1. Serapan UV-Vis Graphene Oxide



Gambar.2 Serapan UV-Vis rGO sintesis dan rGO Sigma Aldrich

Gambar.2 menunjukkan data absorbansi (dalam satuan persentase) dari rGO hasil sintesis dibandingkan dengan rGO yang dibeli dari Sigma Aldrich. Dari hasil UV-Vis rGO terlihat hanya terdapat satu puncak pada panjang gelombang 270 nm yang merupakan transisi elektron pada orbital $\pi-\pi^*$ di titik M pada daerah Brillouin pertama yang berkompetisi dengan interaksi many-body dan eksiton resonan di dalam material graphene [11-15]. Sementara transisi elektron pada orbital $n-\pi^*$ setelah proses reduksi menggunakan *hydrazine* menghilang dari data UV-Vis. Hal ini dikarenakan

atom pengotor seperti ikatan C-O (Epoxy) pada *GO* telah diputus oleh *hydrazine*.



Gambar.3 FTIR *GO*, rGO sintesis dan rGO Sigma Aldrich

Dari hasil uji FTIR terlihat bahwa terdapat puncak lebar pada panjang gelombang 3000-3700 nm dan puncak tajam pada 1635 nm yang dimiliki pada *GO*. Panjang gelombang pada daerah tersebut berhubungan dengan vibrasi *stretching* dan *bending* ikatan OH molekul air. Sementara pada data FTIR rGO terlihat nilai transmisi pada daerah panjang gelombang tersebut mengalami pengurangan yang signifikan, sehingga disimpulkan *GO* yang awalnya bersifat hidrophilik berubah menjadi hidrophobik.

4. Simpulan

Dalam penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis *graphene oxide* dan *reduced graphene oxide*. Hasil rGO sintesis memiliki kemiripan spektroskopi UV-Vis dan FTIR dengan rGO yang dibeli dari Sigma Aldrich.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi Departemen Fisika Universitas Gadjah Mada dan Lembaga Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) Universitas Gadjah Mada. Penelitian ini sebagian dibiayai oleh Universitas Gadjah Mada melalui Hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) nomor kontrak: 157/LPPM/2015, dan Hibah Penelitian dan Kreativitas Mahasiswa (PKM) Dikti 2016.

Daftar Acuan

- [1] Raza, *Graphene Nanoelectronics*, Springer, 2012.
- [2] Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D. Katnelson, (2004) Electric field effect in atomically thin carbon films, *Science*, vol 306,666.
- [3] Geim, A. K, dan K. S. Novoselov, (2007). The rise of graphene. *Nat Matter*,6,3 (183-191), 1476-1122
- [4] Hogan, Hank (2008). Photonic spectra 42, pp.19
- [5] T. Ando, Y.S Zheng, dan H. Suzuura. (2002). *J. Phys. Soc. Jpn.* 71, 1318 (2002)
- [6] Li, Z.Q., Henriksen, E.A., Jiang, Z., Hao, Z., Martin, M.C., Kim, P., Stromer, H.L., dan Basov, D.N. (2008) Dirac charge dynamics in graphene by infrared spectroscopy, *Nat Phys.* 4, pp. 532-535.
- [7] Nair, R.R., Blake, P., Grigorenko, A.N., Novoselov, K.S, Booth, T.J., Stauber, T, Peres N.M.R., dan Geim, A.K. (2008). Fine structure constant defines visual transparency of graphene, *Science* 320, pp. 1308.
- [8] Sutter, P. W., J. I. Flege, et al. (2008). *Nat. Mater.*,7, (406-411)
- [9] Berger, C., Z. Song, et al. (2004). Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics. *Journal of Physical Chemistry B*,108,52,(December 3, 2004) (19912 19916), 1520-6106
- [10] Hummer, W.S., Offerman, R.E., (1958). Preparation of graphitic Oxide. *J Am Chem Soc*; 80(6), 1339
- [11] Yang,L., Deslippe, J., Park, C. H., Cohen, M. L. and Louie, S. G., (2009), Excitonic Effect on the Optical Response of graphene and bilayer graphene. *Phys. Rev. Lett.*, 103, 186802.
- [12] Mak, K. F., Shan, J, and Heinz, T. F, (2011). Seeing many-body effects in single- and few-layer graphene: Observation of two-dimensional saddle-point excitons. *Phys. Rev. Lett.*, 106, 046401.
- [13] Chae, D.H., Utikal, T., Weisenburger S., Giessen, H., von Klitzing, K., Lippitz, M., Smet., J., (2011). Excitonic Fano Resonance in Free-Standing Graphene, *Nano Lett.* 11, 1379.
- [14] Gogoi, P.K., Santoso, I., Saha, S., Wang, S., Castro Neto, A.H., Loh, K.P., Venkatesan, T., Rusydi, A., (2012). Optical conductivity study of screening of many-body effects in graphene interfaces. *Europhys. Lett.* 99, 67009
- [15] Santoso, I.,; Wong, S. L., Yin, X., Gogoi, P. K., Asmara, T. C., Huang, H., Chen, W., Wee, A.T. S., and Rusydi A. (2014). Optical and electronic structure of quasi-freestanding multilayer graphene on the carbon face of SiC *Europhys. Lett.* 108 (3), 37009.