



Artikel Penelitian

Received: 5 June 2023
Revised: 15 July 2023
Accepted: 15 Aug 2023

Kata Kunci:

Reduced Graphene Oxide;
Microwave;
Ultrasonikasi

Keywords:

Reduced Graphene Oxide;
Microwave;
Ultrasonication

INDEXED IN

SINTA - Science and
Technology Index
Crossref
Google Scholar
Garba Rujukan Digital: Garuda

**CORRESPONDING
AUTHOR**

Titin Aryani
Fakultas Ilmu Kesehatan
Universitas 'Aisyiyah
Yogyakarta, Indonesia

EMAIL

titinarianipurnama@gmail.com

OPEN ACCESS

E ISSN 2623-2022

Kajian Awal Sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO) Metode Iradiasi *Microwave* dan Ultrasonikasi

Preliminary Study of Microwave Irradiation and Ultrasonic Reduced Graphene Oxide (rGO) Synthesis

Titin Aryani^{1*}, Isnin Aulia Ulfah Mu'awanah²

¹ Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas 'Aisyiyah Yogyakarta, Jl. Siliwangi No.63, Mlangi, Nogoirtro, Sleman, D.I Yogyakarta, 55292

² Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas 'Aisyiyah Yogyakarta, Jl. Siliwangi No.63, Mlangi, Nogoirtro, Sleman, D.I Yogyakarta, 55292

Abstrak: Grafena merupakan material yang banyak digunakan pada berbagai aplikasi. Salah satu bentuk grafena yang banyak disintesis adalah *reduced Graphene Oxide* (rGO). Metode sintesis grafena telah banyak dipelajari. Umumnya sintesis grafena dilakukan dalam beberapa tahap yang merupakan metode kombinasi. Salah satu cara untuk menilai hasil sintesis adalah melakukan karakterisasi berdasarkan absorbansi grafena menggunakan spektrofotometri Uv-Vis. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis grafena menggunakan *iradiasi microwave* dan ultrasonikasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi menggunakan bahan grafit tereksfoliasi memberikan serapan absorbansi terbaik yang spesifik menunjukkan karakter rGO dibandingkan serbuk grafit. Kesimpulan dari penelitian ini adalah berdasarkan karakterisasi rGO menggunakan spektrofotometri Uv-Vis, grafit tereksfoliasi merupakan bahan yang lebih baik dibandingkan grafit tanpa eksfoliasi untuk digunakan dalam sintesis rGO menggunakan metode *iradiasi microwave* dan ultrasonikasi karena memberikan puncak yang spesifik untuk rGO pada panjang gelombang 266 nm.

Abstract: Graphene is a material that is widely used in various applications. One form of graphene that is widely synthesized is reduced graphene oxide (rGO). Graphene synthesis methods have been widely studied. In general, the synthesis of graphene is carried out in several stages which is a combination method. One way to assess the results of synthesis is to characterize it based on the absorbance of graphene using Uv-Vis spectrophotometry. In this research, graphene synthesis has been carried out using *iradiasi microwave* and ultrasonication. The results showed that the *iradiasi microwave* and ultrasonication methods using exfoliated graphite material gave the best absorbance specificity showing rGO character compared to graphite powder. The conclusion of this study is based on the characterization of rGO using Uv-Vis spectrophotometry, exfoliated graphite is a better material than non-exfoliated graphite for use in rGO synthesis using *iradiasi microwave* and ultrasonication methods because it gives a specific peak for rGO at a wavelength of 266 nm.

Jurnal Kolaboratif Sains (JKS)

Pages: 1055-1060

Doi: 10.56338/jks.v6i8.3623

LATAR BELAKANG

Grafena merupakan alotrof karbon yang tersusun dari karbon atom yang terhibridisasi sp^2 dengan bentuk dua dimensi berupa lembaran tipis datar. Grafena memiliki kisi kristal heksagonal seperti sarang lebah dan bersifat semilogam dengan *band gap* nol (Loryuenyong *et al.*, 2013). Penemu grafena secara eksperimen adalah Andre Geim dan Konstantin Novoselov pada tahun 2004 sehingga memotivasi para ilmuwan untuk mempelajari secara lebih mendalam tentang bahan ini. Grafena memiliki sifat yang menarik seperti luas permukaan ($\sim 2630 \text{ cm}^2/\text{g}$), mobilitas elektron ($\sim 200.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), modulus young ($\sim 1,0 \text{ TPa}$), konduktivitas termal ($\sim 5000 \text{ W/mK}$), transmisi optik ($\sim 97,7\%$) (Lee, dkk., 2019) dan kekakuan ($\sim 130 \text{ Gpa}$) (Ismail, 2019). Grafena dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pengendalian pencemaran elektronik, nanokomposit polimer, biosensor, penyimpan energi dan adsorben (Lee *et al.*, 2019). Hingga sekarang ini telah banyak penelitian mengenai sintesis grafena menggunakan material karbon untuk menghasilkan grafena lapis tunggal dan lapis ganda. Sintesis grafena dapat dilakukan secara kimiawi dengan cara mengoksidasi grafit menjadi *graphene oxide* (GO) yang dilanjutkan dengan proses reduksi untuk mendapatkan rGO (Gebreegziabher *et al.*, 2019).

Metode yang biasa digunakan untuk mengelupas grafit adalah penggunaan oksidator kuat untuk menghasilkan GO. Pendekatan kisi terlihat dengan meningkatnya jarak antar lapisan dari $0,335 \text{ nm}$ grafit menjadi lebih dari $0,625 \text{ nm}$ untuk GO (Marcano *et al.*, 2010). Metode terbanyak yang digunakan untuk sintesis grafena adalah oksidasi grafit secara kimiawi. Metode ini melibatkan oksidasi grafit menghasilkan GO menggunakan oksidator kuat, kemudian GO direduksi menjadi rGO. Oksidasi grafit secara kimia merupakan metode yang menggunakan asam pekat (H_2SO_4 , HNO_3 , dan H_3PO_4) dan agen pengoksidasi kuat (KMnO_4 dan KClO_4). Beberapa metode untuk mensintesis GO secara oksida kimia, diantaranya metode Hummer, Staudeumaier's, dan Brodie's (Huang, 2011). Hummers dan Offeman (1958) telah mengembangkan metode kimia untuk mensintesis GO menggunakan oksidator kuat yaitu KMnO_4 dan NaNO_3 dalam konsentrasi H_2SO_4 pekat. Namun, prosedur ini melibatkan pembentukan gas beracun NO_2 , N_2O_4 dan bisa juga menjadi bahan peledak sehingga diperlukan modifikasi metode hummer (Marcano *et al.*, 2010). Marcano *et al.* (2010) telah memodifikasi metode tersebut dengan mengganti NaNO_3 menjadi H_2SO_4 , H_3PO_4 dan KMnO_4 sehingga prosedur menjadi lebih aman.

Material karbon lebih hidrofilik dan tidak mengeluarkan gas beracun serta menghasilkan produksi GO yang lebih besar (Zaaba *et al.*, 2017). Keunggulan dari metode Hummer yang telah dimodifikasi oleh Marcano *et al.* (2010) yaitu sederhana, biaya produksi lebih rendah serta bahan yang digunakan ramah lingkungan, produk yang dihasilkan lebih teratur dan membutuhkan waktu sedikit lebih cepat pada saat melakukan percobaan. Beberapa pihak juga telah melaporkan metode Hummer termodifikasi menggunakan asam askorbat sebagai agen pereduksi dikarenakan memiliki sifat antioksidan yang baik dan dapat menghasilkan rGO dengan kualitas yang baik (Su *et al.*, 2010). GO dapat diproses lebih lanjut menjadi turunan grafena lain yang dikenal dengan nama rGO. Transformasi GO ke rGO dapat diperoleh melalui reduksi kimia atau fisika. Melalui proses reduksi, gugus yang mengandung oksigen pada GO dihilangkan untuk membentuk rGO dengan karbon oksigen (C/O) rasio 8:1 (Lee *et al.*, 2019). Dalam bidang adsorpsi, grafena, GO dan rGO mendapatkan popularitas belakangan ini sebagai prekursor untuk pengembangan adsorben untuk pemanfaatan dalam logam berat dekontaminasi (Lee *et al.*, 2019). rGO memiliki luas permukaan dan hidrofobisitas relatif tinggi serta kandungan oksigen relatif rendah dibandingkan dengan GO (Chen dan Chen, 2015).

Metode lainnya yang juga bisa digunakan dan lebih ramah lingkungan untuk mensintesis grafena dalam bentuk rGO adalah metode kombinasi iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi. *Microwave* bekerja dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul air yang terdapat pada bahan. Molekul-molekul ini akan menyerap energi elektromagnetik. Pergerakan molekul menciptakan panas seiring dengan timbulnya gesekan antara molekul yang satu dengan molekul lainnya. Pemanasan gelombang mikro menyebabkan penguapan yang cepat dari spesies terinterkalasi pada antar lapis grafit, kemudian menghasilkan gas, asap dan percikan yang pada akhirnya membentuk bahan terstruktur yang disebut grafit terkelupas (EG) (Sykam *et al.*, 2018). Ultrasonikasi akan menyediakan energi tambahan

untuk memutuskan ikatan van der Waals pada antar lapisan multilayer grafena (rGO) (Majumdar, 2017). Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis grafena menggunakan metode *microwave* dan ultrasonikasi menggunakan dua jenis bahan baku yaitu serbuk grafit dan grafit tereksfoliasi dari proses elektrolisis. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui bahan baku terbaik dalam sintesis rGO berdasarkan hasil kajian awal karakterisasi rGO menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis menggunakan metode iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi.

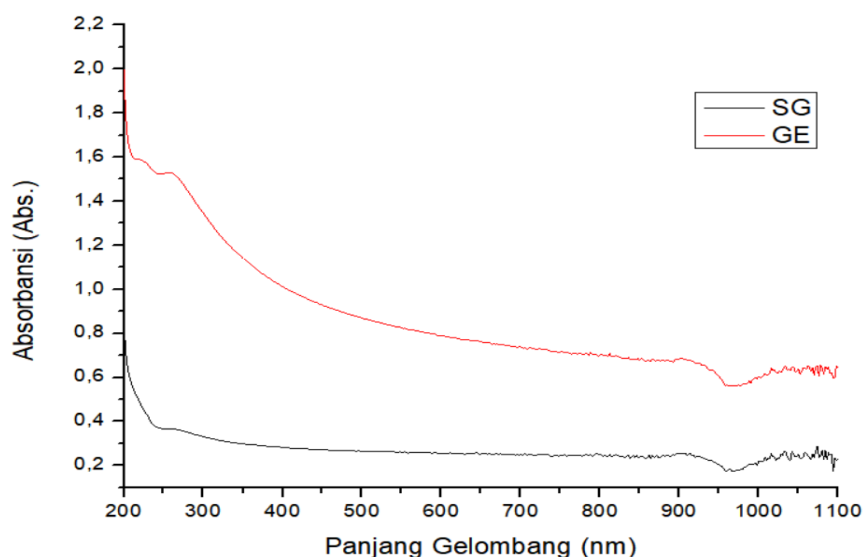
METODE

Sintesis Grafit Tereksfoliasi. Sintesis grafit tereksfoliasi diawali dengan proses pengelupasan elektrokimia dilakukan di dalam sel elektrokimia, yang terdiri dari katoda dan anoda dari batang grafit dengan diameter 10 mm. Elektrolitnya adalah lithium 1,0 M sulfat. Kedua elektroda tersebut disusun secara paralel sedemikian rupa dengan jarak 1 cm. Elektroda terhubung ke catu daya DC industri dengan tegangan yang diberikan sebesar 8,0 V selama 120 menit. Produk yang terkelupas dari elektrolisis disaring dan dicuci dengan air suling. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama satu jam.

Sintesis rGO Metode *Microwave* dan Ultrasonikasi. Sintesis rGO dimulai dengan menyiapkan dan menimbang masing-masing serbuk grafit tereksfoliasi dan serbuk grafit tanpa perlakuan, sebanyak 0,2 gram. Kedua bahan tersebut kemudian diradiasi dengan *microwave* dengan daya 500 watt selama 10 menit. Kemudian ditambahkan akuades sebanyak 70 mL. Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Dilakukan radiasi kembali dengan *microwave* selama 15 menit. Dilanjutkan dengan ultrasonikasi selama 2 jam. Masing-masing produk disaring dan dicuci dengan air suling. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama satu jam.

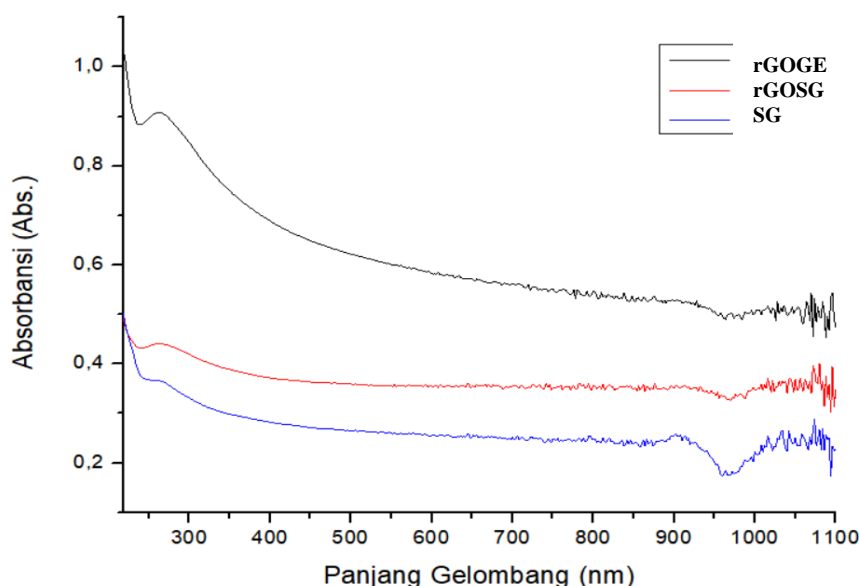
HASIL

Hasil Karakterisasi Grafit dan Grafit Tereksfoliasi menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis. Hasil karakterisasi grafit dan grafit terkesfoliasi menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Karakterisasi Serbuk Grafit (SG) dan Grafit Tereksfoliasi (GE) menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis

Hasil Karakterisasi Grafit, rGO dari serbuk grafit (rGOSG) dan rGO dari Grafit Tereksfoisasi (rGOGE). Hasil karakterisasi grafit, rGO dari serbuk grafit (rGOSG) dan rGO dari grafit tereksfoisasi (rGOGE) disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Karakterisasi Serbuk Grafit (SG), rGO dari Serbuk Grafit (rGOSG) dan Grafit Tereksfoisasi (rGOGE) menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis

DISKUSI

Karakterisasi Grafit dan Grafit Tereksfoisasi menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis. Puncak serapan rGO pada daerah UV ada di sekitar 260-270 nm yang merupakan transisi $\pi-\pi^*$ ikatan C-C aromatik. Spektra absorpsi pada daerah UV dari lembaran GO adalah puncak serapan utama pada sekitar 230 nm dikaitkan dengan transisi $\pi-\pi^*$ ikatan C-C aromatik, dan puncak *shoulder* pada sekitar 300 nm untuk transisi $n-\pi^*$ ikatan C=O (Rattana *et al.*, 2012).

Berdasarkan hasil karakterisasi Serbuk Grafit (SG) dan Grafit Tereksfoisasi (GE) menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis, terlihat bahwa grafit tidak memiliki puncak karakteristik, sedangkan pada grafit tereksfoisasi terlihat terdapat dua buah puncak (230 dan 264 nm) yang merupakan karakteristik dari grafena, khususnya *Graphene Oxide* (GO) pada 230 nm dan *reduced Graphene Oxide* (rGO) pada 264 nm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa grafit yang tereksfoisasi dari proses elektrolisis telah mulai mengalami perubahan bentuk menjadi beberapa jenis grafena, meskipun dalam hal ini puncak yang muncul bukannya puncak yang tunggal. Artinya, GO maupun rGO belum sepenuhnya terbentuk.

Karakterisasi Serbuk Grafit (SG), rGO dari serbuk grafit (rGOSG) dan rGO dari Grafit Tereksfoisasi (rGOGE). Berdasarkan hasil pada Gambar 2, terlihat bahwa serbuk grafit (SG) tidak memiliki puncak karakteristik. Setelah dilakukan sintesis rGO metode *microwave* dan ultrasonikasi terlihat bahwa pada bahan baku serbuk grafit tanpa eksfoisasi secara elektrokimia (SG) maupun grafit tereksfoisasi secara elektrokimia (GE) menunjukkan puncak tunggal yang merupakan karakteristik *reduced Graphene Oxide* (rGO) yaitu pada 264 nm (Rattana *et al.*, 2012) membentuk rGOSG dan rGOGE. Artinya rGO telah terbentuk dan hasil ini mengindikasikan bahwa perlakuan iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi dalam mensintesis rGO menunjukkan hasil positif untuk dapat digunakan sebagai metode alternatif. Pada Gambar 2 juga terlihat bahwa puncak karakteristik rGO dari bahan baku grafit tereksfoisasi secara elektrokimia lebih tajam dan lebih kuat intensitasnya dibandingkan rGO dari bahan baku serbuk grafit tanpa eksfoisasi elektrokimia (SG), sehingga dapat disimpulkan bahwa bahan

baku grafit tereksfoisasi secara elektrokimia lebih baik untuk mensintesis rGO metode iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi dibandingkan grafit tanpa eksfoisasi.

KESIMPULAN

Penelitian ini menyimpulkan bahwa karakterisasi rGO menggunakan spektrofotometri Uv-Vis, grafit tereksfoisasi secara elektrokimia merupakan bahan yang lebih baik untuk digunakan dalam sintesis rGO menggunakan metode iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi dibandingkan grafit tanpa ekfoisasi elektrokimia karena memberikan puncak yang spesifik untuk rGO yaitu terdapat panjang gelombang maksimum pada 266 nm.

IMPLIKASI

Penelitian ini diharapkan menjadi bahan rujukan para peneliti berikutnya dalam melakukan sintesis grafena dengan metode yang lebih ramah lingkungan, yaitu menggunakan metode kombinasi eksfoisasi elektrokimia grafit, *microwave* dan ultrasonikasi.

BATASAN

Keterbatasan pada penelitian ini adalah penelitian ini masih merupakan penelitian pendahuluan yang perlu dilakukan penelitian lanjutan khususnya terkait dengan karakterisasi dari senyawa rGO yang dihasilkan dari sintesis menggunakan metode grafit tereksfoisasi secara elektrokimia, iradiasi *microwave* dan ultrasonikasi. Karakterisasi sebaiknya dilakukan dengan berbagai instrumen, tidak hanya Spektrofotometri Uv-Vis, tetapi juga dengan instrument lainnya seperti XRD, raman, dan SEM.

REKOMENDASI

Saran untuk penelitian selanjutnya, dilakukan penelitian yang lebih komprehensif terkait dengan pengaruh voltase pada proses elektrolisis grafit, pengaruh daya *microwave* dan pengaruh waktu ultrasonikasi untuk mensintesis rGO.

DAFTAR PUSTAKA

- Chen, Xiaoxiao, dan Baoliang Chen. 2015. Macroscopic and Spectroscopic Investigations of the Adsorption of Nitroaromatic Compounds on Graphene Oxide, Reduced Graphene Oxide, and Graphene Nanosheets. *Environmental Science & Technology*. 49 (10): 6181–89.
- Gebreegziabher, G.G., A.S. Asemahegne, D.W. Ayele, M. Dhakshnamoorthy, A. Kumar. 2019. One-Step Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide Using Chemical Exfoliation Method. *Materials Today Chemistry*. 12 (June): 233–39.
- Huang, Nay Ming. 2011. Simple Room-Temperature Preparation of High-Yield Large-Area Graphene Oxide. *International Journal of Nanomedicine*, December, 3443.
- Hummers, William S., dan Richard E. Offeman. 1958. Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*. 80 (6): 1339–1339.
- Lee, Xin Jiat, Billie Yan Zhang Hiew, Kar Chiew Lai, Lai Yee Lee, Suyin Gan, Suchithra Thangalazhy-Gopakumar, Sean Rigby. 2019. Review on Graphene and Its Derivatives: Synthesis Methods and Potential Industrial Implementation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 98: 163–80. Mei 2019.
- Loryuenyong, Vorrada, Krit Totepvimarn, Passakorn Eimburanapratvat, Wanchai Boonchompoo, Achanai Buasri. 2013. Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods. *Advances in Materials Science and Engineering*. 1–5.

- Majumdar, D. 2017. Hydroxy-Functionalized Graphene: A Proficient Energy Storage Material. *Fundam Renewable Energy Appl.* 6(3): 1-5.
- Marcano, Daniela C., Dmitry V. Kosynkin, Jacob M. Berlin, Alexander Sinitskii, Zhengzong Sun, Alexander Slesarev, Lawrence B. Alemany, Wei Lu, James M. Tour. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano.* 4 (8): 4806–14.
- Rattana, T., Chaiyakun, S., Witit-Anun, N., Nuntawong, N., Chindaudom, P., Oaew, S., Kedkeaw, C., and Limsuwan, P. 2012. Preparation and characterization of graphene oxide nanosheets. *Procedia Eng.* 32: 759–764.
- Sykam N. , Naidu D.J, Mohan R. 2018. Highly effiffifficient removal of toxic organic dyes, chemical solvents and oils by mesoporous exfoliated graphite: Synthesis and mechanism. *Journal of Water Process Engineering.* 25 (2018) 128–137
- Su, Ching-Yuan, Yanping Xu, Wenjing Zhang, Jianwen Zhao, Aiping Liu, Xiaohong Tang, Chuen-Horng Tsai, Yizhong Huang, Lain-Jong Li. 2010. Highly Efficient Restoration of Graphitic Structure in Graphene Oxide Using Alcohol Vapors. *ACS Nano.* 4 (9): 5285–92.
- Zaaba, N.I., K.L. Foo, U. Hashim, S.J. Tan, Wei-Wen Liu, C.H. Voon. 2017. Synthesis of Graphene Oxide Using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering.* 184: 469–77.