

NANOMATERIAL GRAPHENE OXIDE

SINTESIS DAN KARAKTERISASINYA

Wipsar Sunu Brams Dwandaru
Rhyko Irawan Wisnu Wijaya
Lia Desi Parwati

**UNDANG-UNDANG REPUBLIK INDONESIA
NOMOR 28 TAHUN 2014
TENTANG HAK CIPTA**

PASAL 2

Undang-Undang ini berlaku terhadap:

- a. Semua ciptaan dan produk Hak Terkait warga negara, penduduk, dan badan hukum Indonesia;
- b. Semua ciptaan dan produk Hak Terkait bukan warga negara Indonesia, bukan penduduk Indonesia, dan bukan badan hukum Indonesia yang untuk pertama kali dilakukan Pengumuman di Indonesia;
- c. Semua ciptaan dan/atau produk Hak Terkait dan pengguna Ciptaan dan/atau produk Hak Terkait bukan warga negara Indonesia, bukan penduduk Indonesia, dan bukan badan hukum Indonesia dengan ketentuan:
 1. Negeranya mempunyai perjanjian bilateral dengan negara Republik Indonesia mengenai perlindungan Hak Cipta dan Hak Terkait; atau
 2. Negeranya dan negara Republik Indonesia merupakan pihak atau peserta dalam perjanjian multilateral yang sama mengenai perlindungan Hak Cipta dan Hak Terkait.

BAB XVII KETENTUAN PIDANA

PASAL 112

Setiap Orang yang dengan tanpa hak melakukan perbuatan sebagaimana dimaksud dalam Pasal 7 ayat (3) dan/atau Pasal 52 untuk Penggunaan Secara Komersial, dipidana dengan pidana penjara paling lama 2 (dua) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 300.000.000,00 (tiga ratus juta rupiah).

- (1) Setiap Orang yang dengan tanpa hak melakukan pelanggaran hak ekonomi sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf i untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 1 (satu) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 100.000.000 (seratus juta rupiah).
- (2) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf c, huruf d, huruf f, dan/atau huruf h untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 3 (tiga) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).
- (3) Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf e, dan/atau huruf g untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 1.000.000.000,00 (satu miliar rupiah).
- (4) Setiap Orang yang memenuhi unsur sebagaimana dimaksud pada ayat (3) yang dilakukan dalam bentuk pembajakan, dipidana dengan pidana penjara paling lama 10 (sepuluh) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 4.000.000.000,00 (empat miliar rupiah).

NANOMATERIAL GRAPHENE OXIDE

SINTESIS DAN KARAKTERISASINYA

Wipsar Sunu Brams Dwandaru
Rhyko Irawan Wisnu Wijaya
Lia Desi Parwati



NANOMATERIAL GRAPHENE OXIDE

Sintesis dan Karakterisasinya

© 2019, Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Lia Desi Parwati
Rhyko Irawan Wisnu Wijaya,

ISBN 978-602-

Edisi Pertama, 2019

xii + 156 hlm; 16 x 23 cm

Penulis : Wipsar Sunu Brams Dwandaru
Rhyko Irawan Wisnu Wijaya
Lia Desi Parwati

Editor : Shendy Amalia

Desain Cover : Ngadimin

Tata Letak : Fathoni

Diterbitkan dan Dicetak oleh:

UNY Press

Jl. Gejayan, Gg. Alamanda, Komplek Fakultas Teknik UNY

Kampus UNY Karangmalang Yogyakarta 55281

Mail: unypress.yogyakarta@gmail.com

Telp: 0274-589346

Anggota Ikatan Penerbit Indonesia (IKAPI)

Anggota Asosiasi Penerbit Perguruan Tinggi Indonesia (APPTI)

For my son and daughters

DAFTAR ISI

PRAKATA	xi
BAB 1 GRAFIT	1
BAB 2 STRUKTUR KIMIA	5
Grafit	7
<i>Graphene Oxide</i>	5
<i>Reduced Graphene Oxide</i>	9
Grafena	10
BAB 3 SIFAT-SIFAT GO	13
BAB 4 SINTESIS GRAPHENE OXIDE	19
Metode Sintesis	20
<i>Mechanical Exfoliation (ME)</i>	22
<i>Chemical Exfoliation (CE)</i>	23
<i>Chemical Vapor Deposition (CVD)</i>	24
<i>Liquid-Phase Exfoliation (LPE)</i>	25
Metode Hummer	27
Sonikasi atau Ultrasonikasi	28
Electrochemical Exfoliation	30

BAB 5 APLIKASI GRAPHENE OXIDE	33
Desalinasi Air Laut	34
Grabat (Baterai GO)	36
Plester Anti-bakteri dari GO	37
Cat Dinding	39
Lapisan GO untuk Separasi Gas	49
GO pada Alat-alat Elektronik	43
Aplikasi GO dalam Bidang Biomedis	44
GO pada Teknologi Pelapisan	46
GO sebagai Biosensor	47
 BAB 6 METODE HUMMERS	 49
BAB 7 METODE EKSFOLIASI MEKANISME FASE CAIR MENGGUNAKAN BLENDER	 55
BAB 8 METODE EKSFOLIASI MEKANISME FASE CAIR MENGGUNAKAN ULTRASOUND	 59
<i>Liquid Exfoliation</i> (LE)	60
Pelarut	61
Sonikasi atau Ultrasonikasi	63
 BAB 9 METODE CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION	 67
Perkembangan CVD	68
Prinsip Dasar CVD	70
Sintesis Grafena dengan CVD pada Logam	71
 BAB 10 METODE ELEKTROLISIS TERMODIFIKASI KUMPARAN TEMBAGA	 75
Elektrolisis	76
Metode Elektrolisis Termodifikasi Kumparan Tembaga	77

BAB 11 SPEKTROSKOPI UV-VISIBLE	81
Prinsip Kerja Spektroskopi	82
Warna Komplementer	87
Spektrofotometri <i>Visible</i> (Spekto Vis)	88
Kegunaan Spektroskopi UV-Vis	90
Hukum Dasar Spektroskopi Absorpsi	90
 BAB 12 SPEKTROSKOPI FOURIER TRANSFORM	
INFRA RED	93
Gelombang <i>Infra Red</i>	94
Instrumentasi Spektrofotometri Inframerah Transformasi	
Fourier	103
Keunggulan Spektrofotometer Fourier	107
 BAB 13 X-RAY DEFRACTION (XRD)	109
Dasar Teori	110
Prinsip Kerja XRD	113
Aplikasi	115
Hasil Uji Karakterisasi Spektrofotometri XRD	116
 BAB 14 SCANNING ELECTRON MICROSCOPE (SEM)	117
Dasar <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	118
Prinsip Kerja SEM	120
Bagian-Bagian SEM	122
Hasil SEM GO	126
 BAB 15 SPEKTROSKOPI RAMAN	127
Dasar Spektroskopi Raman	128
Prinsip Kerja Spektroskopi Raman	132
Graphene Oxide	135

BAB 16 TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY	
(TEM)	139
<i>Transmission Electron Microscopy (TEM)</i>	140
Prinsip Kerja TEM	141
HR-TEM	142
DAFTAR PUSTAKA	149
TENTANG PENULIS	155

PRAKATA

Segala puji dan syukur kami panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya yang tiada taranya. Shalawat serta salam selalu kami sampaikan kepada Rasulullah Muhammad SAW, beserta para keluarga, dan para sahabatnya. Rasa syukur kami ucapkan kepada Allah SWT atas selesainya buku ini yang berjudul: ‘Nanomaterial *Graphene Oxide*: Sintesis dan Karakterisasinya’.

Buku ini secara spesifik mendeskripsikan tentang salah satu material yang saat ini dalam dunia industri sedang diteliti dan diproduksi secara besar-besaran, yaitu: *Graphene Oxide* (GO). Material GO memiliki kegunaan yang luas di berbagai bidang, di antaranya sebagai anti-bakteri, penyimpanan gas hydrogen, dan bio-sensor. Buku tentang GO masih sangat sedikit dalam literatur, maka buku ini menjadi salah satu kontribusi penulis dalam menambah pustaka tentang GO. Selain itu, buku ini berisi penjelasan yang umum dan sederhana, ditambah dengan berbagai ilustrasi yang menarik dari hasil sintesis dan karakterisasi GO. Buku ini dapat menjadi salah satu buku acuan dalam mata kuliah S-1 dan S-2, yaitu: Fisika Zat Padat Mampat, Fisika Statistika, Nanomaterial, dan Fisika Kuantum.

Terakhir, kami mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam pembuatan dan penyelesaian buku ini. Kami berharap bahwa buku ini dapat berguna dalam pengembang ilmu pengetahuan dan teknologi.

Yogyakarta, September 2019

Penulis



BAB 1

Grafit

Pendahuluan

Grafit ditemukan pada tahun 1564 di Borrowdale, sebuah lembah di Lake District, Inggris bagian utara—yang kemudian dikenal juga di Yunani, Sri Lanka, Kanada, dan Amerika Serikat. Grafit juga disebut sebagai timbal hitam. Grafit dinamai oleh Abraham Gottlob Werner pada tahun 1789 dengan mengambil kata dari bahasa Yunani.

Tahukah Anda?

Metode eksfoliasi mekanik dilakukan dengan blender yang dilengkapi dengan pisau blender, dan *liquid exfoliation* menggunakan surfaktan yaitu linear alkylbenzene sulfonate (LAS). Metode tersebut dapat memisahkan lapisan-lapisan grafit dan membentuk lapisan-lapisan *graphene*.

Grafit merupakan kristalin karbon berbentuk serbuk dan berwarna hitam atau sering disebut bentuk alotrop dari karbon. Alotrop merupakan bentuk struktur yang berbeda-beda dari suatu unsur yang sama. Karbon memiliki alotrop berupa grafit dan intan. Grafit alam ditemukan dalam bentuk endapan dengan kemurnian, ukuran kristal, dan kesempurnaan yang beragam. Beberapa sifat fisik grafit dapat diamati pada Tabel di bawah ini.

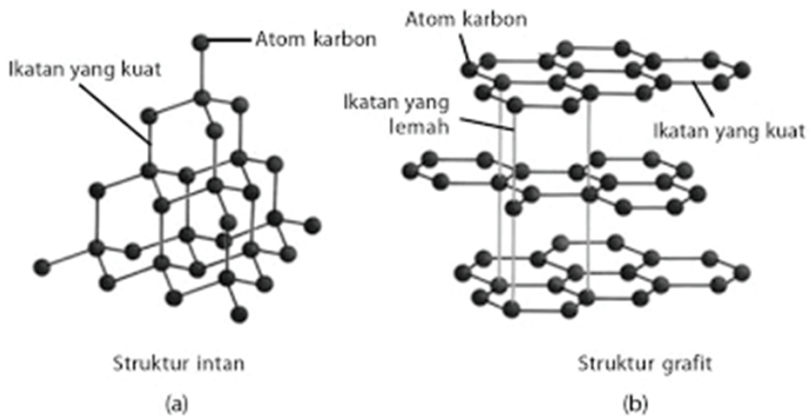
Tabel 1.1 Sifat-sifat Fisik Grafit

Sifat-sifat Grafit	Kapasitas
Rapat massa	2,267 g.cm ⁻³
Panas Fusi	100 kJ.mol ⁻¹
Kapasitas panas (25°C)	8,517 J.mol ⁻¹ K ⁻¹
Konduktivitas termal (300K)	119-165 W.m ⁻¹ K ⁻¹
Tingkatan kekerasan (Mohs)	1-2

Dalam struktur grafit, setiap atom hanya dikelilingi oleh tiga atom tetangganya. Ikatan antar atom karbon membentuk struktur heksagonal dengan jarak ikatan C-C adalah 1,42 angstrom. Jarak ini sedikit lebih panjang daripada jarak C-C sesuai dengan orde ikatannya, yaitu 1,33 angstrom.

Struktur kristal grafit adalah heksagonal dimana ikatan antara atom-atom karbonnya membentuk orbital atom trigonal yang saling berikatan kovalen dengan hibridisasi sp^2 . Hal ini terjadi karena hanya ada tiga orbital yang terlibat secara efektif dengan orbital keempat memungkinkan elektron bergerak bebas pada lapisan atom C. Hal ini menyebabkan grafit bersifat konduktor. Grafit memiliki struktur kristal yang berbeda dengan intan (Gambar 1.1) karena tidak semua elektron valensinya digunakan.

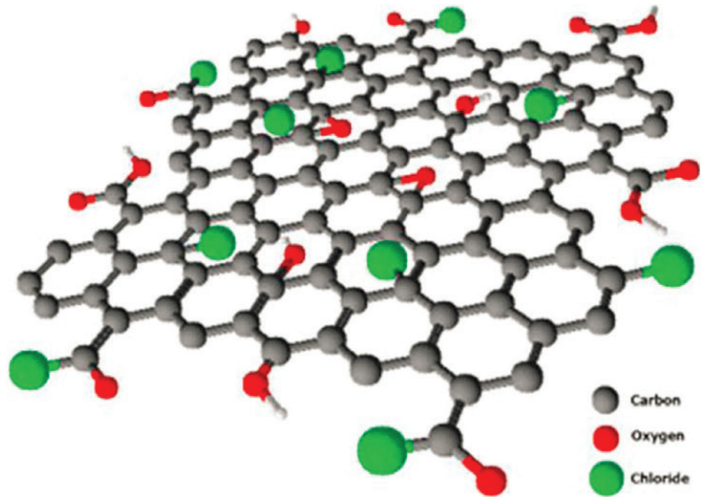
Hanya tiga elektron dari empat elektron valensinya yang digunakan untuk ikatan. Satu elektron yang tak berikatan ini dalam keadaan bebas. Dengan demikian, grafit dapat menghantar listrik sehingga dapat digunakan sebagai konduktor, yang salah satunya sebagai elektroda inert. Tampak struktur grafit adalah heksagonal datar dan berlapis-lapis [Gambar 1.1(b)]. Tiga elektron valensi atom C yang saling berikatan membentuk lapisan heksagonal. Satu elektron valensi yang bebas menyebabkan terjadinya ruang kosong antar lapisan satu dengan lapisan lainnya. Ikatan antar lapisan ini sangat lemah sehingga grafit mudah patah (*brittle*).



Gambar 1.1 Struktur kristal intan (a) dan grafit (b)

Struktur kristal grafit terdiri atas lapisan-lapisan karbon yang disebut dengan lapisan *graphene* (grafena), yang tersusun secara sempurna pada sumbu tegak dan tersusun pada posisi tumpang tindih secara parallel menurut susunan ABAB, dimana A menunjukkan lapisan grafena bentuk pertama dan B lapisan bentuk kedua.

Jarak antar lapisan ini sebesar 3,35 amstrong dengan energi ikat antar lapisan grafena sebesar 17 kJ.mol^{-1} . Sedangkan energi ikat antar atom C-C dalam suatu lapisan grafena sebesar 477 kJ.mol^{-1} . Data ini menunjukkan bahwa ikatan antar lapisan grafena lebih lemah. Hal ini menyebabkan sifat halus dan licin karena lapisan grafena yang satu relatif lebih mudah bergeser terhadap lapisan yang lain.***



BAB 2

Struktur Grafit, Graphene Oxide, Reduced Graphene Oxide, dan Grafena

PENDAHULUAN

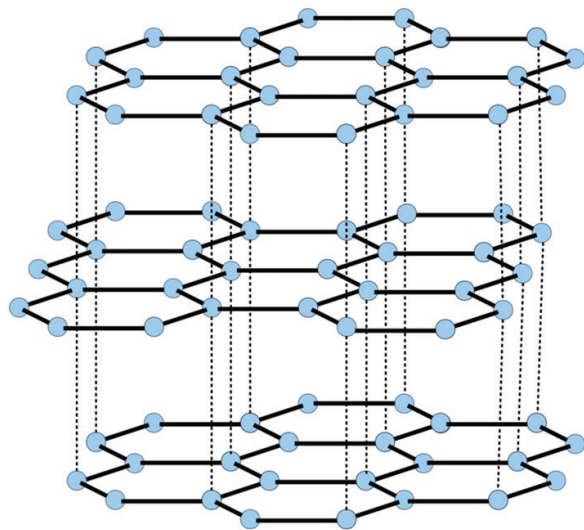
GO (*Graphene Oxide*) merupakan material karbon dengan struktur kimia yang unik. Kenapa dapat dibilang unik? Karena ikatan kimia yang membentuk strukturnya merupakan ikatan kimia yang tidak biasa. Pada bab ini akan dipelajari struktur kimia dari material grafit, GO, reduced-GO (rGO), serta grafena.

1. Grafit

Grafit merupakan suatu material yang tersusun dari banyak tumpukan grafena sehingga grafit memiliki bentuk tiga dimensi (3D). Berbeda dari grafena yang memiliki wujud dua dimensi (2D) karena ketebalan dari grafena hanya sebatas diameter dari atom saja. Grafit memiliki struktur kimia yang unik. Bentuk ikatan karbon pada grafena adalah ikatan kovalen dan terdapat ikatan kovalen rangkap pada salah satu atomnya. Namun, antar dua lapisan terdekat grafena terdapat ikatan van Der Waals. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1 di bawah ini.

Tahukah Anda?

Ikatan van Der Waals sendiri ialah gaya tarik-menarik antara atom atau molekul dimana gaya ini relatif lebih lemah dibandingkan gaya yang muncul karena ikatan valensi (ikatan kovalen). Besarnya gaya ini ialah 10^{-7} kali jarak antar atom-atom atau molekul-molekul.



Gambar 2.1 struktur grafit
 Sumber: www.electroboom.com/?p=835

Oleh sebab itu, grafit ini sangatlah lemah dan lunak. Contoh dari grafit adalah pensil dan juga arang. Isi pensil merupakan grafit sehingga saat ditorehkan pada kertas, grafit akan terkelupas dan menempel pada media (kertas) yang digunakan untuk menulis. Dalam fenomena inilah grafit mengelupas dan menjadi tumpukan-tumpukan grafena. Grafit sendiri merupakan bahan yang murah dan melimpah di alam sehingga banyak pihak yang berlomba-lomba dalam mensintesis grafena dari grafit. Hal ini disebabkan grafena memiliki banyak keunggulan yang dapat diterapkan dan diaplikasikan pada teknologi modern.

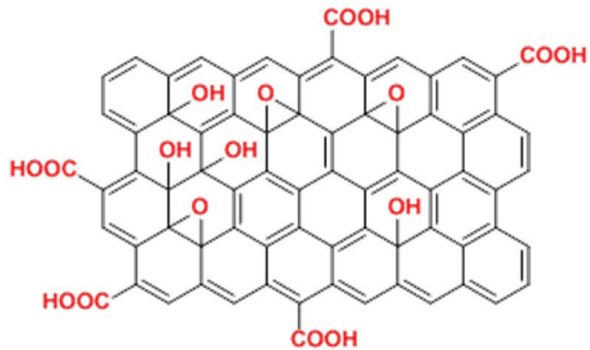
2. *Graphene Oxide*

Graphene Oxide (GO) adalah adalah karbon yang saling berikatan dan membentuk sebuah lapisan 2D. Lapisan ini mempunyai ketebalan sebanding dengan ukuran atom karbon. GO adalah grafena yang teroksidasi sehingga mempunyai ikatan dengan gugus-gugus fungsi. GO bersifat hidrofilik, dan struktur kimia pada bagian basal dan tepitepinya mengandung gugus-gugus fungsional oksigen, yaitu gugus hidroksil, karboksil, alkoksil, dan epoksil. Oleh karena itu, GO mengandung atom karbon hibrid sp^2 dan sp^3 , dan bersifat isolator. Kandungan oksigen

Tahukah Anda?

Gugus fungsional (istilah dalam kimia organik) adalah kelompok gugus khusus pada atom dalam molekul yang berperan dalam memberi karakteristik reaksi kimia pada molekul tersebut.

pada GO juga mengurangi sifat-sifat unggul yang lain dari grafena. Berikut gambaran dari struktur GO.



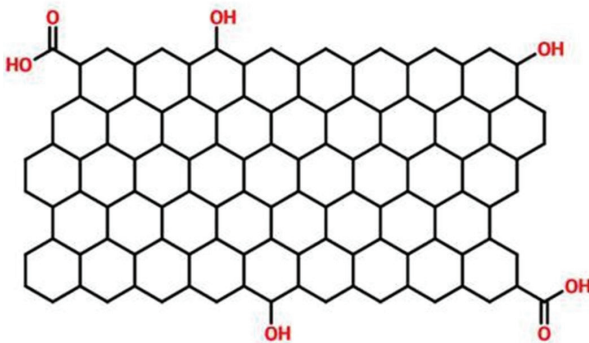
Gambar 2.2 struktur kimia GO

Sumber: www.tcichemicals.com/en/us/support-download/tcicemail/application/167-06.html

Senyawa yang bergugus fungsional sama memiliki reaksi kimia yang sama atau mirip. Gugus fungsi dalam GO ini tentunya melemahkan sifat dan karakter dari GO yang diantaranya adalah konduktivitas termal, konduktivitas listrik, transparansi, serta kuat ikatan GO itu sendiri. Untuk mengatasi hal tersebut, GO direduksi lagi menjadi reduced-GO (rGO) dengan berbagai macam cara, baik secara fisis maupun kimia, dengan tujuan mengurangi gugus fungsi yang berikatan dengan grafena dan terlebih lagi menghilangkan gugus-gugus fungsi ini.

3. *Reduced Graphene Oxide*

rGO adalah GO yang gugus fungsinya sudah tereduksi (berkurang). Ikatan yang sangat dominan terbentuk adalah ikatan kovalen antar atom karbon walaupun masih terdapat karbon yang berikatan dengan gugus fungsi karbonil dan sebagainya. Proses reduksi GO menjadi rGO menghilangkan kandungan oksigen pada GO dan memperkuat ikatan- π atau ikatan kovalen yang berstruktur HCP (*hexagonal closed pack*).



Gambar 2.3 struktur kimia rGO

Sumber: <https://www.ossila.com/products/reduced-graphene-oxide-powders>

Tahukah Anda?

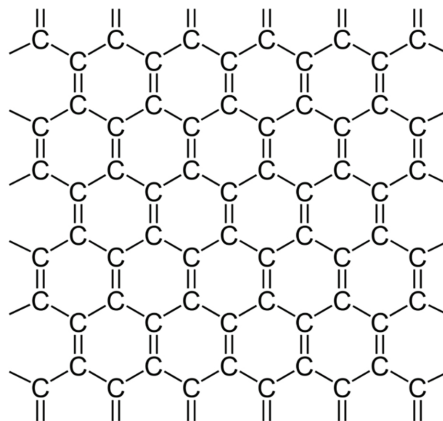
Proses reduksi GO menjadi rGO dapat dilakukan dengan banyak cara baik secara fisis maupun kimia yang di antaranya adalah dengan dipanaskan, diberi perlakuan mekanis, diultrasonifikasi, dan dilarutkan dengan asam kuat.

4. Grafena

Grafena merupakan alotrop karbon yang berbentuk lembaran datar tipis di mana setiap atom karbon memiliki ikatan sp^2 dan dikemas seperti sarang lebah. Material ini dapat diandaikan sebagai suatu jaring-jaring berskala atom yang terdiri dari atom karbon beserta ikatannya. Jarak antara dua karbon terdekat pada grafena adalah sekitar 0,142 nm. Grafena merupakan struktur dasar dari alotrop karbon yang meliputi grafit, tabung nano karbon, dan fulerena. Grafena juga dapat dianggap sebagai molekul aromatik yang sangat besar. Grafena juga merupakan kelompok senyawa hidrokarbon polisiklik aromatik datar.

Tahukah Anda?

Fragmen-fragmen dari grafena dapat dipreparasi di laboratorium melalui modifikasi kimia dari grafit. Mikrokrystalin grafit diperlakukan dengan campuran asam kuat, yaitu asam sulfat dan asam nitrat. Ini disebut metode Hummers.

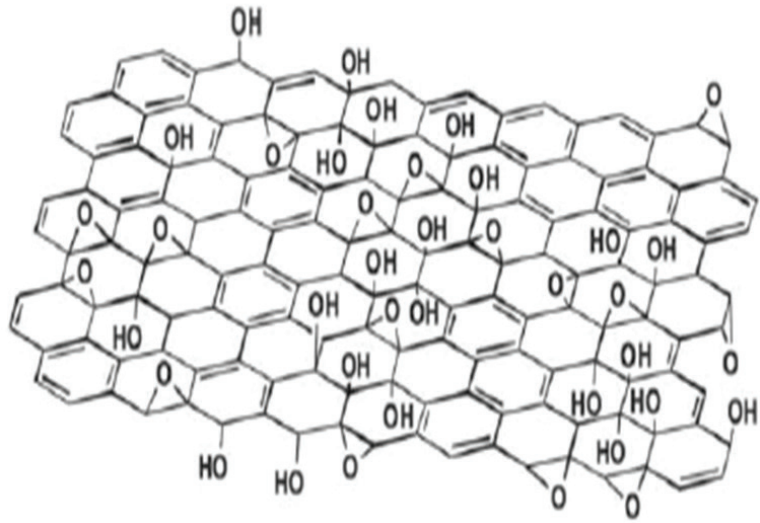


Gambar 2.4 struktur kimia grafena

Sumber: <http://graphenewholesale.com/graphene-structure>

Serangkaian tahap-tahap dalam mensintesis grafena meliputi i) oksidasi, ii) hasilnya berupa tumpukan beberapa lapisan grafena dengan gugus karboksil pada bagian tepinya, iii) bahan ini diubah menjadi gugus asam klorida dengan penambahan tionyl klorida, iv) kemudian dikonversi menjadi grafena amida dengan *treatment* menggunakan oktadecylamine. Akhirnya, dihasilkan material berupa lembaran grafena berbentuk lingkaran dengan ketebalan 5,3 Angstrom yang larut dalam tetrahidrofur, tetraklorometana, dan dikloroetana.

Grafena sendiri dengan struktur kimianya yang unik mempunyai sifat-sifat yang unik pula, di antaranya adalah karena ikatannya yang kovalen menjadikan material ini lebih kuat daripada logam. Kemudian, karena grafena berbentuk 2D, memungkinkan transpor elektron yang cepat sehingga konduktivitas listriknya sangat tinggi, begitu pula dengan konduktivitas termalnya. Dengan ketebalan yang sebanding dengan diameter atom karbon, grafena ini menjadi material yang tipis, fleksibel, serta mempunyai transparansi yang tinggi. ***



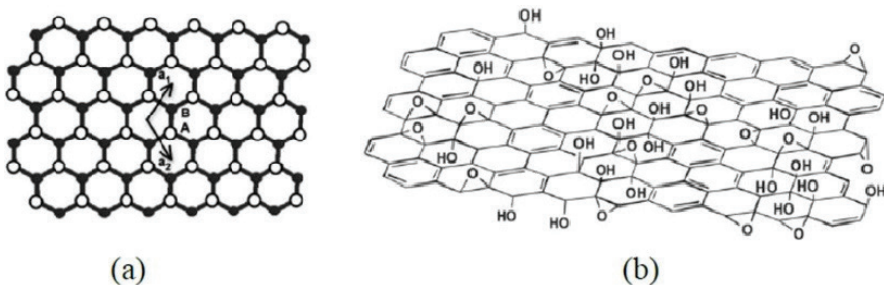
BAB 3

Sifat-Sifat GO

Pendahuluan

Secara umum GO memiliki empat sifat, yaitu listrik, magnet, optik, dan mekanik. Sifat listrik menjelaskan tentang kemampuannya dalam menghantarkan arus listrik. Sifat magnet menjelaskan tentang respons GO terhadap medan magnet. Sifat mekanis menjelaskan tentang kemampuan GO dalam menerima gaya atau energi dari luar. Adapun sifat optik terkait dengan kemampuan GO dalam interaksinya dengan cahaya.

Struktur dan sifat dari GO bergantung pada metode sintesis masing-masing dan derajat oksidasinya. Biasanya metode sintesis GO mempertahankan struktur lapisan grafit induk, tetapi lapisan tersebut saling melengkung sehingga jarak antar lapisannya dua kali lebih besar daripada grafit (~ 0.7 nm). GO yang didapatkan dari metode Hummers sering sekali didapatkan pengotor sulfur di dalamnya (karena dalam metode Hummers digunakan asam sulfat sebagai oksidan) dalam bentuk organosulfat. Terdapat bukti juga dengan metode sintesis GO dapat pula terjadi lengkungan (penyimpangan), penumpukan, dan keretakan dari lembaran GO. Dengan demikian, struktur dan sifat detail GO masih belum dapat dipahami karena kuatnya penyimpangan dan pengemasan yang tidak baku dari lembaran-lembaran GO.



Gambar. 3.1 (a) grafena dan (b) GO

Lapisan GO memiliki ketebalan sekitar 1.1 ± 0.2 nm. GO merupakan senyawa hidrofilik dan sangat mudah dihidrasi dengan cara penguapan air sehingga terjadi peningkatan jarak antar lembarannya. Penambahan air juga menyebabkan masuknya air di antara lembaran GO yang diakibatkan oleh tingginya tekanan. Salah satu sifat yang unggul dari GO adalah kemudahannya untuk dapat larut dalam air (hidrofilik) dan pelarut organik lainnya, dan juga dalam berbagai matriks yang disebabkan oleh adanya gugus fungsi oksigen di dalam GO. Hal ini merupakan salah satu sifat penting yang dimiliki GO ketika akan digunakan sebagai campuran dalam bahan keramik atau polimer terutama untuk meningkatkan sifat listrik maupun mekanik dari bahan keramik atau polimer tersebut.

Di sisi lain, dalam hal sifat kelistrikannya, GO telah disinggung sebagai bahan isolator disebabkan terganggunya jaringan ikatan sp^2 oleh adanya gugus-gugus fungsi oksigennya. Untuk mendapatkan kembali struktur kisi heksagonal sarang lebah dan sifat kelistrikannya, maka gugus-gugus fungsi pada GO haruslah direduksi. Namun demikian, dengan berkurangnya gugus-gugus fungsi oksigen tersebut, maka sifat kelarutan di dalam air atau bahan pelarut organik lain-

Tahukah Anda?

Sifat-sifat fisis GO bergantung pada metode sintesis yang digunakan. Hasil sintesis GO oleh kelompok penelitian tertentu bisa jadi memiliki sifat yang berbeda dengan kelompok penelitian lainnya.

nya akan terkorbankan karena rGO tidak mudah larut karena terjadinya penggumpalan.

Fungsionalisasi GO dapat mengubah sifat-sifat GO secara mendasar. Grafena yang diperoleh dari modifikasi kimiawi GO terfungsionalisasi ini dapat lebih beradaptasi untuk berbagai aplikasi. Berbagai cara dapat dilakukan untuk melakukan fungsionalisasi GO bergantung pada aplikasi yang diinginkan. Sebagai contoh, dalam bidang optoelektronik dan bahan pengantar-obat (*drug-delivery*) dimungkinkan untuk mensubstitusi gugus amine untuk fungsionalisasi kovalen organik grafena untuk meningkatkan sifat kelarutan grafena dalam pelarut organik.

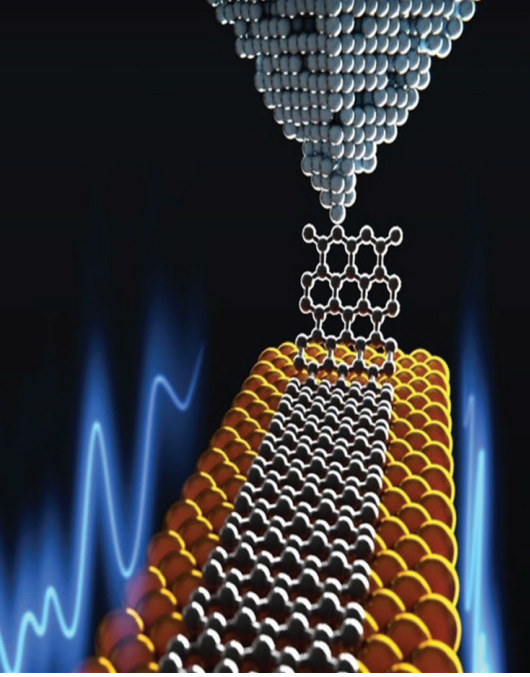
Untuk saat ini, sifat magnetik GO sedang banyak dipelajari oleh berbagai pihak. Berbagai penelitian mengindikasikan bahwa GO memiliki sifat magnetik yang justru berasal dari gugus-gugus fungsi yang melekat pada GO. Secara teoretis, sebuah grup gugus hidroksil pada grafena dapat menghasilkan momen magnetik setara dengan $1 \mu_B$ (Boukhvalov & Katsnelson, 2011; Santos, et.al., 2012; Wang, et.al., 2011), sedang sifat ferromagnetik dapat disebabkan oleh adanya gugus epoksi pada nano-pita grafena

(Wang & Li, 2010). Namun demikian, secara eksperimental, penelitian mengenai sifat magnetik GO masih membingungkan dan memunculkan berbagai interpretasi yang berbeda (Tang, et al., 2014). Hal ini dapat disebabkan oleh komposisi atom-atom dalam GO yang tidak stokiometrik dan sangat bergantung dari bahan dasar grafit dan cara sintesis GO. Tetapi di lain pihak, GO biasanya juga digunakan sebagai bahan awal untuk preparasi turunan grafena lainnya, seperti grafena terdeposisi-N atau F, untuk meningkatkan sifat magnetiknya (Feng et al., 2013; Liu, et al., 2013). Oleh karena itu, penelitian tentang sifat magnetik material GO menjadi sangat penting.

Selanjutnya, sifat mekanis dari GO dapat diamati dari modulus Young yang dimilikinya. Namun, modulus Young material GO bergantung pada jenis material GO yang dihasilkan. Atomic force microscope (AFM) *nanoidentation* telah dilakukan untuk mengukur modulus Young GO lapisan tunggal yang direduksi secara kimiawi dan dihasilkan nilai 0.25 ± 0.15 TPa (Gomez-Navarro, et.al., 2008). Metode pencitraan AFM mode-kontak digunakan untuk menentukan sifat mekanis dari membran GO yang terdiri atas satu sampai 3 lapisan grafena, dan diperoleh modulus Young dengan nilai ± 208

± 23 GPa dan nilai pre-stress sebesar 77 ± 20 Mpa (Suk et. al., 2010). Lapisan atau selaput (*film*) GO terdeposisi secara elektroforetik dengan ketebalan 50 nm sampai 60 nm memiliki modulus Young sebesar 695 Gpa sampai 697 Gpa. Nilai energi kritis untuk selaput GO dengan ketebalan 50 nm dan 60 nm berturut-turut adalah $0,142 \text{ J/m}^2$ sampai $0,201 \text{ J/m}^2$ dan $0,479 \text{ J/m}^2$ sampai $0,596 \text{ J/m}^2$ (Kang, et.al., 2013). Khususnya untuk nilai modulus Young semua jenis GO tersebut di atas, nilainya masih lebih rendah daripada grafena murni yang nilai modulus Young-nya dapat mencapai orde 1 Tpa.

Kandungan gugus fungsi oksigen menentukan sifat optis dari GO. Reduksi gugus-gugus ini mempengaruhi sifat optis yang dimiliki GO. Transisi antara insulasi GO dan konduksi grafena akan berpengaruh terhadap sifat optis GO.***



BAB 4

Sintesis Graphene Oxide

Pendahuluan

G*raphene oxide* (GO) memiliki berbagai kegunaan di bidang elektrokimia dan aplikasi elektroanalitik. GO merupakan material berbasah dasar karbon, seperti grafena, grafit, *carbon nanotubes*, *fullerene*, dan intan. Kelebihan GO di antaranya proses sintesis yang mudah dilakukan, mudah larut, konduktivitasnya mudah disesuaikan, area permukaan luas (*high surface area*), *biocompatibility*, dan sumber daya materialnya melimpah, dan murah.

Seiring dengan perkembangannya, telah dikenal berbagai metode pembuatan GO baik melalui pendekatan *bottom-up* maupun *top-down*. Dari kedua pendekatan tersebut yang paling banyak digunakan adalah pendekatan *top-down* dengan mensintesis material-material yang berupa grafit (banyak lapis karbon) menjadi grafena dan GO.

1. Metode Sintesis

Ada dua pendekatan utama yang digunakan dalam pembuatan nanomaterial, yaitu *bottom-up* dan *top-down* (www.sciencedaily.com). Dalam pendekatan *bottom-up*, bahan dan perangkat dibangun dari komponen molekuler yang disusun secara kimiawi dengan prinsip-prinsip molekuler yang telah dikenal. Pendekatan *bottom-up* dapat dilakukan dengan berbagai proses di antaranya adalah proses evaporasi, *sputtering*, *chemical vapour deposition* (CVD), dan *metal organic chemical vapour deposition* (MOCVD). Sementara pada pendekatan *top-down*, nanomaterial dibangun dari entitas yang berukuran besar dengan diberikan perlakuan khusus untuk menghasilkan material berukuran nano. Pendekatan *top-down* dilakukan dengan menggunakan teknik MA-PM (*mechanical alloying-powder metallurgy*) atau

Tahukah Anda?

Isi pensil yang sering kita pakai itu terbuat dari grafit. Grafit ini mudah hancur menjadi serpihan. Inilah yang sebenarnya terjadi saat kita menulis. Pada saat kita menggoreskan pensil ke kertas, sebagian kecil isi pensil akan hancur menjadi serpihan. Serpihan-serpihan itu kemudian tertinggal di kertas dan membentuk goresan pensil sesuai dengan gerakan pensil itu sendiri.

MM-PM (*mechanical milling-powder metallurgy*). Dalam mekanisme MA-PM, material dihancurkan hingga menjadi bubuk dan dilanjutkan dengan penghalusan butiran partikelnya sampai berukuran puluhan nanometer. Kemudian, bubuk yang telah halus disintesis hingga didapatkan material akhir.

Menurut Krane (2013), secara umum terdapat 2 metode untuk membuat GO, yaitu *exfoliation* (pengelupasan) dan *growth on surfaces* (penumbuhan pada permukaan). Metode *exfoliation* merupakan metode pembuatan GO dengan pendekatan *top-down*. Adapun metode *growth on surface* merupakan metode dengan pendekatan *bottom-up*. Metode *exfoliation* meliputi *scotch tape method (mechanical exfoliation-ME)*, *dispersion of graphite*, *graphite oxide exfoliation*, dan *substrate preparation*. Sintesis graphene yang pertama kali dilakukan oleh Geim dan Novoselov pada tahun 2004 menggunakan selotip merupakan contoh dari *scotch tape method (ME)*. Adapun metode *growth on surfaces* meliputi *epitaxial growth* dan CVD.

Menurut Truong (2013), terdapat beberapa metode dengan pendekatan *top-down* untuk memperoleh grafena, yaitu ME, *reduction of graphene oxide (rGO)*, *liquid phase exfoliation (LPE)*, dan sebagainya. Pada dasarnya,

metode untuk mensintesis grafena dan GO hampir sama, karena grafena berasal dari GO. Berikut ini merupakan beberapa metode untuk sintesis grafena maupun GO.

2. Mechanical Exfoliation (ME)

Metode ME dipandang sebagai salah satu metode yang paling populer dan sukses untuk sintesis lapisan tunggal atau beberapa lapisan grafena. Metode ini dikenal juga sebagai “metode plester”. Metode ini dianggap mudah karena dilakukan hanya dengan mengelupas lapisan grafit menggunakan gaya adhesi pada plester. Jumlah lapisan *graphene* yang terbentuk dapat diperkecil dengan mengulangi pengelupasan plester. Kekurangan dari metode ini adalah lapisan grafena yang tertinggal pada plester tidak banyak sehingga kurang praktis untuk aplikasi skala besar serta memakan banyak waktu untuk memisahkan lapisan grafena menjadi lapis tunggal.

Metode ME dilakukan dengan cara mengelupas lapisan-lapisan kristalin grafit atau karbon hingga skala mikrometer menggunakan selotip (Geim, 2017). Selain itu, metode ME dapat dilakukan menggunakan blender secara terus-menerus dalam jangka waktu tertentu, misalnya 1 jam hingga 5

jam (Pratiwi, 2016). Di dalam blender terdapat pisau yang berfungsi untuk memotong-motong grafit agar terbentuk lembaran grafena yang halus.

Metode ini dipandang cocok untuk mengetahui sifat fisis grafena karena sintesisnya mudah, murah, dan menghasilkan lembaran grafena dengan kualitas tinggi. Hanya saja, metode ME ini kurang efisien untuk produksi grafena skala besar.

3. *Chemical Exfoliation (CE)*

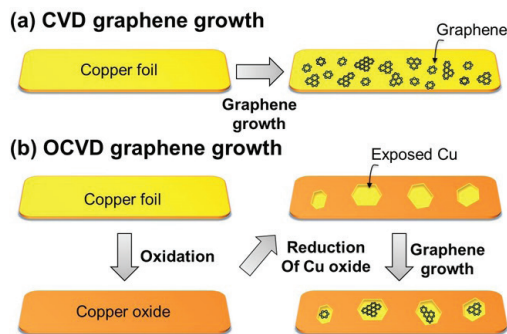
Metode lain yang umum digunakan untuk sintesis grafena atau GO dengan kualitas baik dan murah adalah metode CE. Termasuk metode ini adalah penggunaan bunyi ultrasonik pada larutan GO dan tahap interkalasi. Pada metode ini penggunaan bunyi ultrasonik dibantu juga dengan larutan surfaktan sebagai pelarut bahan grafit.

Metode CE ini telah dikenal luas karena dimungkinkan untuk dilakukan tanpa zat tambahan dalam pelarut organik yang memiliki afinitas tinggi untuk grafit. Bunyi ultrasonik digunakan untuk memberikan energi pada pengelupasan lapisan grafena. Keberhasilan penggunaan bunyi ultrasonik dipengaruhi oleh pemilihan pelarut dan

surfaktan yang diiringi dengan frekuensi, amplitudo, dan waktu sonikasi.

4. Chemical Vapor Deposition (CVD)

Salah satu metode pembuatan grafena yang menarik adalah CVD. Metode ini terlihat cocok untuk aplikasi dalam elektrokimia dengan mengacu pada keseragaman lembaran grafena dengan kristal berkualitas tinggi dan luas permukaan yang lebar sehingga dimungkinkan untuk pembuatan dalam jumlah besar. Ditambah lagi, metode CVD menghasilkan bentuk zat padat yang dapat diolah untuk tujuan tertentu. CVD adalah metode sintesis grafena menggunakan substrat SiO_2 sebagai media penggabungan atau pertumbuhan atom-atom karbon menjadi grafena. Hal ini dapat diamati pada Gambar 4.1 di bawah ini.



Gambar 4.1 Teknik CVD untuk sintesis grafena

Sumber: <http://www.mse.ntu.edu.tw>

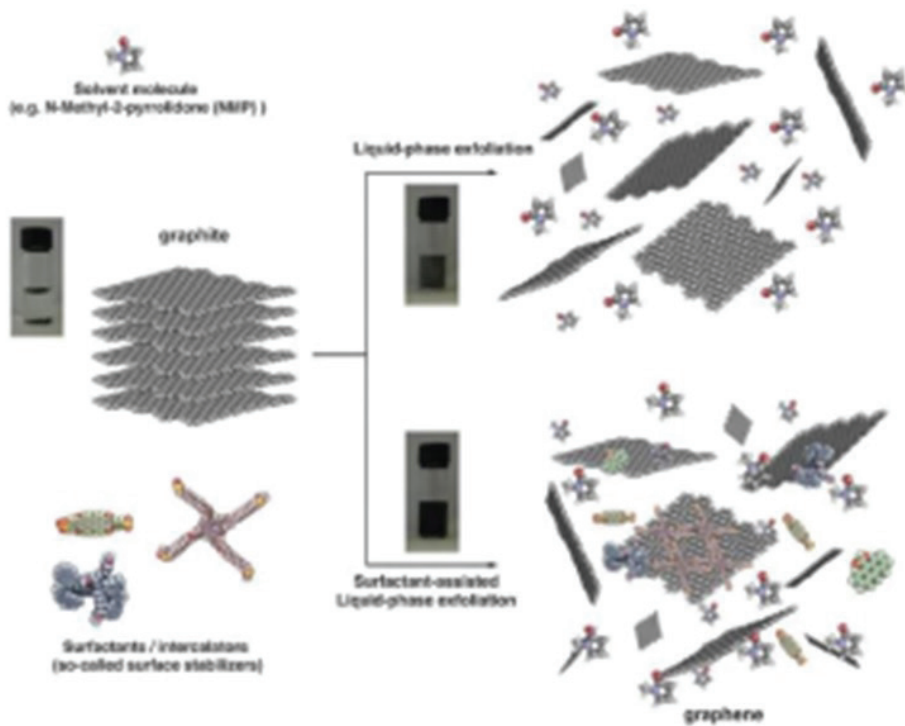
Metode ini dapat menghasilkan grafena dalam jumlah banyak tapi kualitasnya tidak sebaik metode lainnya. CVD juga membutuhkan biaya yang mahal karena menggunakan substrat SiO_2 dan peralatan penunjang yang berteknologi tinggi (Ilhami, 2014).

5. Liquid- Phase Exfoliation (LPE)

Metode LPE pertama kali diperkenalkan oleh Coleman, *et al.*, pada tahun 2008. LPE adalah salah satu metode sintesis grafena atau GO dalam fasa cair menggunakan teknologi surfaktan (Wang et al., 2014).

Sintesis menggunakan LPE ini dilakukan dengan cara mencampur serbuk grafit ke dalam surfaktan anionik (fungsi pembersih) yang kemudian didiamkan selama satu malam. Surfaktan akan bekerja selama satu malam agar didapatkan material grafena atau GO. Teknologi surfaktan dalam metode ini berfungsi untuk melemahkan ikatan *van der Waals* antar lembaran grafena pada material graphite. Ketika ikatan *van der Waals* mengalami pelemahan, lembaran-lembaran grafena akan terlepas. Material grafit yang terdiri atas banyak lembaran grafena dapat disintesis menjadi hanya beberapa lembar grafena berkat peran dari surfaktan.

Material grafit yang terdiri dari banyak lembaran grafena dapat disintesis menjadi beberapa lembar grafena berkat peran dari surfaktan.



Gambar 4.2 Teknik LPE dengan sonikasi langsung (LSE) dan penggunaan bantuan dari surfaktan (Ciesielski, 2013:5).

6. Metode Hummer

Sintesis GO secara kimia menggunakan bubuk grafit yang dioksidasi dengan asam kuat disebut dengan metode Hummer. Metode ini dikenal dengan cara 'kotor' untuk memperoleh grafena karena hasil sintesisnya masih mengandung atom-atom pengotor yang berikatan pada struktur karbon penyusun grafena.

Sintesis GO dengan metode Hummer menggunakan asam kuat telah dilakukan oleh Yeti Rafitasari, *et.al.* (2016). Sebanyak 1 gram serbuk grafit dioksidasi menggunakan 23 ml H_2SO_4 , 0,5 gram NaNO_3 , dan 3 gram KMnO_4 . Proses pencampuran bahan dilakukan di dalam *ice bath* dan suhu dijaga di bawah 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 ke dalam larutan dengan suhu dijaga di bawah 90°C . Larutan dipanaskan pada suhu 50°C dalam *heat bath* dan diaduk selama 1 jam. Selanjutnya, 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 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 di dalam larutan. Untuk memisahkan *graphite oxide* dengan larutan digunakan kertas saring dan dicuci dengan H₂O secara berulang hingga pH mendekati netral. Endapan oksida grafit hasil penyaringan, lalu dipanaskan pada suhu 80°C menggunakan oven selama 4 jam hingga diperoleh padatan oksida grafit. Kemudian, oksida grafit tersebut dicampur dengan H₂O dan didispersi menggunakan bunyi ultrasonik untuk mengelupas lapisan-lapisan yang menyusun oksida grafit sehingga diperoleh GO yang terdispersi dalam cairan.

Salah satu kekurangan dari metode Hummer adalah banyaknya bahan-bahan kimia yang digunakan, terutama sebagai oksidator dan reduktor, seperti H₂SO₄, NaNO₃, dan KMnO₄. Zat-zat kimia ini jika menjadi sisa dan dibuang begitu saja akan menjadi limbah yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan.

7. Sonikasi atau Ultrasonikasi

Sonikasi atau ultrasonikasi terbukti menjadi alternatif untuk membuat grafena atau GO dengan kualitas tinggi. Sebagai contohnya

grafit ditambahkan ke dalam campuran asam organik yang ditambahkan air dan alkohol, lalu campuran dikenai gelombang ultrasonik. Asam bekerja sebagai '*molecular wedge*' yang akan memisahkan lembaran-lembaran grafena dari induk grafit. Dengan proses mudah ini grafena dengan kualitas tinggi yang terdispersi dalam air tercipta.

Penggunaan gelombang ultrasonik berdasarkan rentangnya yang luas ini dibagi menjadi dua bagian. *Bagian pertama* adalah suara beramplitudo rendah (frekuensi lebih tinggi). Gelombang beramplitudo rendah ini secara umum digunakan untuk analisis pengukuran kecepatan dan koefisien penyerapan gelombang pada rentang 2 hingga 10 kHz. *Bagian kedua* adalah gelombang berenergi tinggi dan terletak pada frekuensi 20 hingga 100 kHz. Gelombang ultrasonik ini dapat digunakan untuk pembersihan, pembentukan plastik, dan modifikasi bahan-bahan organik ataupun anorganik (Rani, 2015).

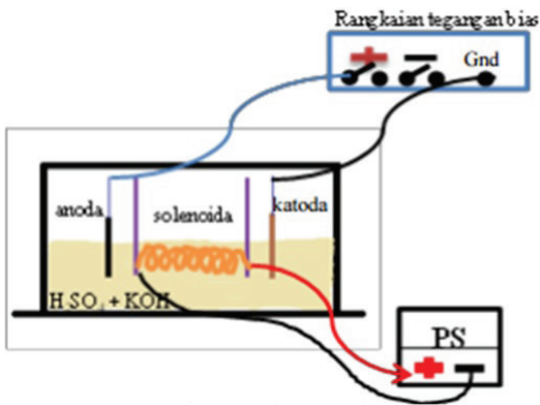
Ultrasonik dengan frekuensi 20 sampai 100 kHz diketahui mempunyai efek signifikan dalam mempercepat berbagai proses kimia dan fisika (Leong, *et al.*, 2011). Efek penggunaan bunyi ultrasonik dalam proses pembersihan (*cleaning*), baik ekstraksi, ataupun

pemurnian suatu senyawa adalah waktu proses yang lebih singkat dan peningkatan kualitas produk (Chemat *et al.*, 2011; John, 2002). Gelombang ultrasonik kekuatan tinggi diketahui mampu merusak atau mengikis dinding sel atau permukaan bahan padat (John, 2002). Pada reaktor ultrasonik, gelombang ultrasonik digunakan untuk memunculkan efek kavitasi akustik, yaitu pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung dalam medium cairan. Ketika gelembung kavitasi pecah di dekat atau pada permukaan padat maka permukaan padat akan memberikan resistensi terhadap aliran cairan. Hal ini menyebabkan cairan mikrojet mengarah ke permukaan padat dengan kecepatan mendekati 400 km/jam (Suslick, 1995). Dampak dari mikrojet ini sangat kuat, antara lain dapat mengupas (*peeling*) permukaan, mengikis, atau memecah dinding sel (Vilkhu, 2008; Baig, 2010).

8. *Electrochemical Exfoliation*

Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Arif Rahman, *et.al.*, (2016) digunakan metode *electrochemical exfoliation* untuk mensintesis GO. Metode *electrochemical exfoliation* mensintesis GO dari batang grafit menggunakan proses elektrokimia.

Salah satu contoh metode *electrochemical exfoliation* untuk mensintesis GO adalah menggunakan metode elektrolisis. Dalam melakukan proses elektrolisis dibutuhkan seperangkat rangkaian sistem elektrolisis seperti yang ditunjukkan oleh Gambar di bawah ini.

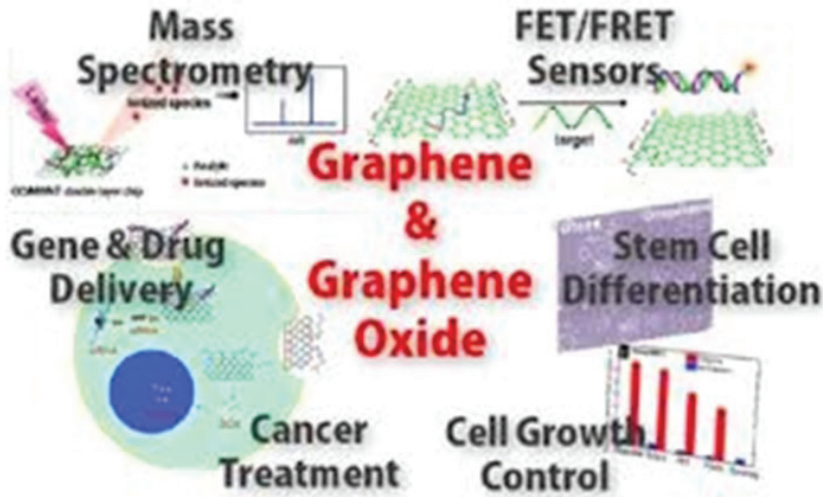


Gambar 4.3 Rangkaian sistem elektrolisis

Sumber: Arif Rahman *et al.*, 2016

Dalam penelitian ini digunakan larutan elektrolit, yaitu H_2SO_4 dan KOH dalam konsentrasi tertentu. Selanjutnya, dilakukan penambahan kumparan solenoida dan variasi tegangan bias pada elektroda. Dari metode elektrolisis yang dilakukan ini akan dihasilkan GO dalam bentuk endapan yang kemudian difiltrasi dan dilakukan pembersihan menggunakan aquades hingga pH netral dan ion sulfat tidak ada lagi dalam endapan.

Endapan hasil filtrasi kemudian dikeringkan menggunakan oven selama kurang lebih 4 jam pada suhu 100°C hingga dihasilkan serbuk oksida grafit. Serbuk oksida grafit dilarutkan dalam pelarut DMF dengan konsentrasi 0,1 mg/ml; 0,2 mg/ml; dan 0,3 mg/ml kemudian dilakukan ultrasonikasi selama 1 jam untuk menghasilkan GO.***



BAB 5

Berbagai Aplikasi dan Pemanfaatan Graphene Oxide

Pendahuluan

Graphene oxide (GO) merupakan material baru berbasis karbon yang mengandung gugus fungsi oksigen dan menjadi kandidat untuk berbagai aplikasi seperti sensor dan elektroda fleksibel, transparan, dan konduktif. Namun, dalam penelitian sebelumnya ditunjukkan bahwa GO merupakan isolator dengan sifat listrik yang kurang baik. Sehingga mengontrol oksidasi GO dengan berbagai bahan kimia maupun bahan termal penting untuk meningkatkan sifat elektronik dan mekanik GO. Dalam bab ini akan dibahas berbagai manfaat yang dihasilkan dari sintesis GO.

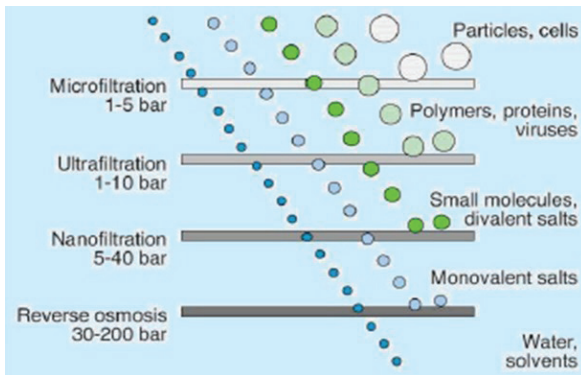
1. Desalinasi Air Laut

Semakin bertambahnya populasi manusia merupakan masalah serius yang dihadapi pada masa mendatang. Konsekuensi dari meledaknya populasi manusia ini adalah semakin berkurangnya sumber air tanah bersih. Desalinasi adalah salah satu metode yang penting dan paling menjanjikan untuk menambah sumber air tawar bersih. Membran GO dapat digunakan dalam desalinasi air laut. Salah satu metode desalinasi air yang dapat digunakan ialah *reverse osmosis* (RO). Teknologi membran RO saat ini dianggap berpotensi besar untuk desalinasi air karena menunjukkan hasil yang baik terhadap rejeksi garam dan konsumsi energi yang rendah. Salah satu pengembangan untuk teknologi desalinasi membran adalah meningkatkan fluks air dan rejeksi terhadap garam.

Perkembangan yang cepat dari nanoteknologi menciptakan kesempatan untuk mengkolaborasikan nanoteknologi dengan perkembangan membran RO. Kemajuan ini telah dicapai meski masih dalam taraf laboratorium seperti kombinasi karbon nanotube (CNT), GO, dan zeolit ke dalam membran RO. Namun, ada tantangan dalam penggunaan bahan-bahan baru dalam skala besar,

di antaranya rejeksi garam yang rendah pada CNT berbasis membran dan fluks air yang rendah pada penggunaan zeolit.

Dalam pembuatan membran desalinasi, GO berpotensi diterapkan sebagai komponen utama dalam membran, pada permukaan membran, atau dituang pada membran. Berbagai cara mengintegrasikan GO ke dalam membran RO adalah i) GO sebagai lapisan pemisah langsung; ii) GO untuk modifikasi permukaan membran, dan iii) GO dimasukkan ke dalam matriks polimer.



Gambar 5.1 Proses membran berdasarkan beda tekan.

Sumber: Zaki, 2016

2. Grabat (Baterai GO)

Perusahaan asal Spanyol, Graphenano yang bekerja sama dengan perusahaan China, Chint, memperkenalkan *Graphene Polymer Battery*. Sebuah baterai yang memungkinkan kendaraan listrik memiliki jangkauan maksimal hingga 800 km dengan satu kali pengisian. Baterai ini juga dapat diisi hanya dalam hitungan menit. Perusahaan ini mencatat bahwa baterai berbahan grafena dapat digunakan dan dirancang untuk beragam keperluan.



Gambar 5.2 Salah satu baterai berbahan dasar GO
Sumber: <https://www.pugam.com>

Baterai yang kemudian diberi nama Grabat ini sudah mulai diproduksi di Yecla, Spanyol dan mempunyai kepadatan energi sekitar 1.000 Wh/kg. Sebagai perbandingan, baterai litium umumnya hanya mempunyai kepadatan energi 180 Wh/kg. Grabat juga akan memiliki tegangan sebesar 2,3 volt. Proses

pengisian ulang daya Grabat lebih cepat dari baterai lithium ion standar, yaitu hampir 33 kali lebih cepat. Grabat juga tidak menimbulkan efek “memori”, yaitu kondisi dimana pengisian baterai beberapa kali dapat menurunkan potensi energi maksimum baterai. Telah lama diketahui bahwa grafena memiliki konduktivitas termal dan listrik yang sangat tinggi.

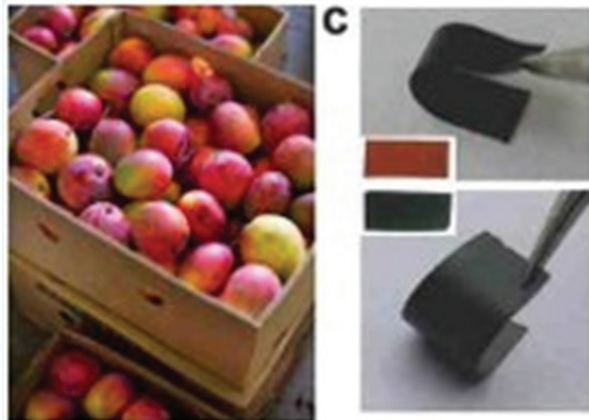
3. Plester Anti-bakteri dari GO

Sepatu dan buah-buahan yang hendak dipasarkan dapat ditumbuhi bakteri selama penyimpanan. Dengan plester yang menggunakan teknologi terbaru, pertumbuhan bakteri dapat dihambat sehingga buah tetap segar dan sepatu tidak mudah berbau. Plester ini terbuat dari GO.

Ide mengaplikasikan GO dalam industri pengemasan baru muncul belum lama ini. Pencetusnya adalah dua ilmuwan dari jurusan ilmu Fisika Terapan, Shanghai Intitute, yaitu Chunfai Fan dan Qing Huang. Dalam suatu eksperimen, keduanya mencoba membiakkan bakteri pada media kertas yang dibuat dari GO. Ternyata bakteri tidak tumbuh, yang berarti material tersebut memiliki sifat anti-bakterial. Keduanya juga meletakkan sel manusia pada media yang sama.

Hasil yang teramati adalah tidak ada kerusakan pada sel tersebut sehingga kesimpulannya GO atau grafena aman bagi manusia.

Dengan sifat anti-bakteri dan keamanannya, GO dapat diproduksi secara massal untuk kepentingan klinis dan lingkungan termasuk industri pengemasan. Penggunaan GO dalam bentuk plester atau perekat untuk pengemasan diklaim akan mencegah pertumbuhan bakteri jahat yang merugikan. Beberapa diantaranya dapat menyebabkan penyakit, sedangkan pada kemasan sepatu dan pakaian menyebabkan bau badan.



Gambar 5.3 Plester anti-bakteri
Sumber: <http://health.detik.com>

4. Cat Dinding

GO juga dapat diintegrasikan untuk cat ramah lingkungan oleh pabrik Graphenstore. Cat dibuat dari bahan dasar kapur murni yang telah dikombinasikan dengan GO. Cat berbasis kapur telah dipasarkan selama bertahun-tahun. Penambahan GO dengan sifat konduktivitasnya mengakibatkan cat tersebut dapat memperbaiki sifat termal bangunan. Oleh karena itu, penggunaan GO dalam cat dinding mengakibatkan konsumsi pemanas atau pendingin udara dapat lebih dihemat lagi.



Gambar 5.4 Tembok yang telah dicat dengan cat berbahan GO
Sumber: <http://info.hahapro.com>

Dinding yang dicat menggunakan produk Graphenstone akan meningkatkan sifat isolasinya dengan memperlambat konduksi panas melalui dinding. Manfaat lain penggunaan cat dinding berbahan GO berasal

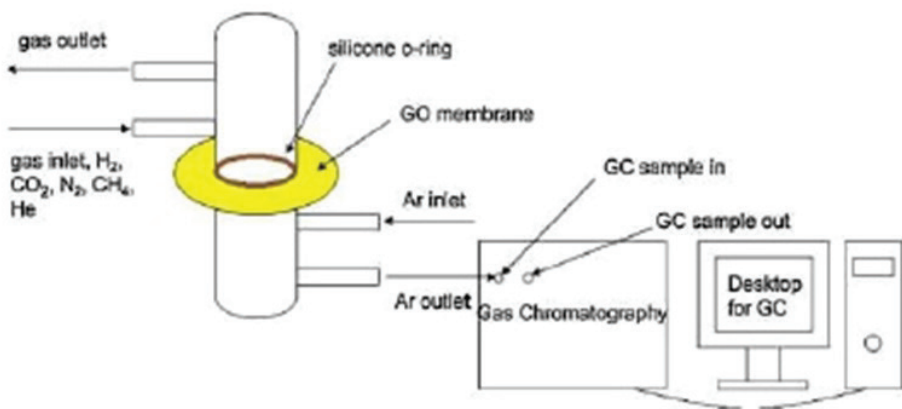
dari ketebalan dan kekuatan GO. Dengan bahan ini, cat akan bertahan lama dan tahan terhadap korosi. Integrasi GO ke dalam cat, pelapis, dan bahan bangunan lainnya akan meningkatkan kekerasan, daya tahan, kompresi, kekuatan tarik, elastisitas, dan jangkauan dari dinding, pelapis, atau bahan bangunan tersebut secara eksponensial.

5. Lapisan GO untuk Separasi Gas

Kim *et al.* (2013) menunjukkan bahwa lembaran GO dapat digunakan untuk aplikasi pemisahan gas. Dalam hal ini, digunakan dua metode *coating* yang berbeda dalam menyiapkan GO. *Metode pertama*, beberapa lapis membran GO disiapkan dengan menghubungkan permukaan membran pada permukaan cairan pada larutan GO diikuti dengan *spin-coating*. Sedang dalam *metode kedua*, membran tipis GO dipersiapkan dengan *spin-casting* larutan GO pada permukaan membran. Dalam metode yang pertama, membran GO berperilaku sebagai *nanoporous*, sedang dalam metode kedua GO berperilaku sebagai membran penyaring molekul dengan metode susun.

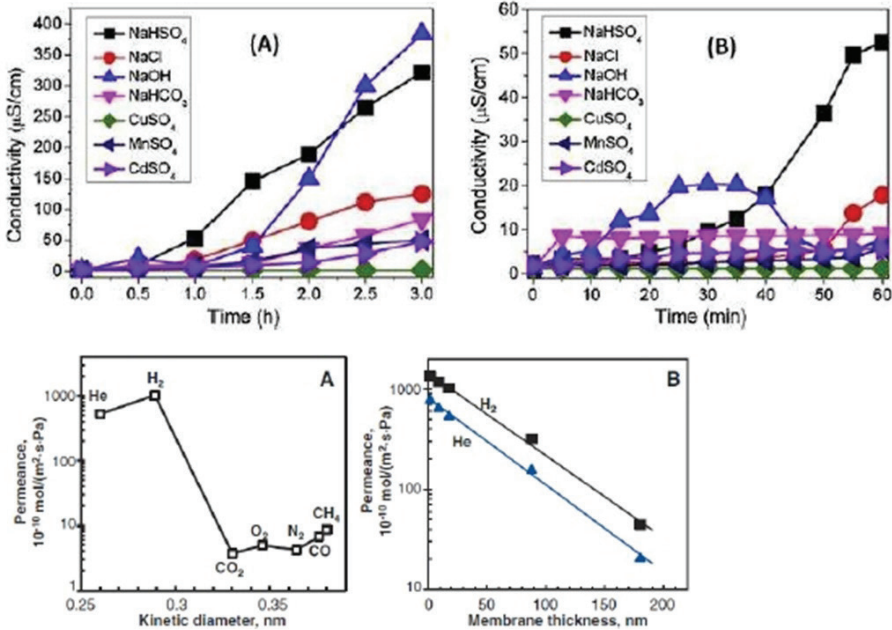
Difusi selektif gas dapat dilakukan dengan mengendalikan saluran aliran gas dan pori-pori melalui metode penyusunan tertentu.

Selektivitas CO_2/N_2 yang tinggi didapatkan dari ikatan yang baik antar membran GO. Selain itu, permeasi gas berkurang seiring dengan peningkatan kelembaban aliran sumber (*feed*). Artinya, molekul air yang dipadatkan juga mempengaruhi transportasi gas. Dengan demikian, membran GO ini adalah bahan yang menjanjikan untuk industri pemisahan CO_2 berkaitan dengan rekayasa petrokimia (pembersihan gas CO_2 dari gas alam), lingkungan (penangkapan CO_2 dari pipa pembuangan gas), dan energi biomassa (pembaruan gas CO_2 dari sampah).



Gambar 5.5 Skema eksperimen yang digunakan oleh Li et al. (2103) untuk mengukur permeasi.

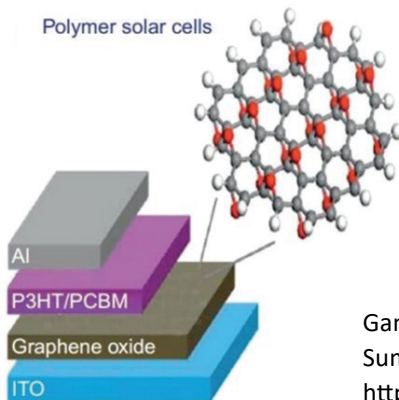
Penelitian lain dilakukan Li, *et.al.* (2013), yang mengkaji tentang pemisahan hidrogen menggunakan membran GO yang ultra-tipis (lihat Gambar 5.5). Penelitian ini menunjukkan hasil permeasi sebagai fungsi diameter kinetik molekul gas dan ketebalan membran. Membran GO ultra-tipis dengan ketebalan mendekati 1,8 nm dibuat dengan proses filtrasi. Membran ini menunjukkan selektivitas pemisahan campuran H₂/CO₂ dan H₂/N₂ dua kali lipat lebih tinggi daripada membran *microporous*.



Gambar 5.6 Hasil penelitian yang diperoleh Li et al. (2013)

6. GO pada Alat-alat Elektronik

Beberapa peralatan elektronik sudah dibuat dengan memanfaatkan GO sebagai salah satu bahan awal komponen. Salah satu *device* elektronik tersebut adalah *field effect transistor* (FET). Salah satu bidang pengembangan dimana GO diharapkan dapat digunakan adalah pembuatan lapisan-lapisan konduktif dan transparan (*transparent conducting oxide*-TCO) yang dilapiskan pada sembarang substrat. Pelapisan ini dapat diaplikasikan pada elektronik yang fleksibel, sel surya, *device* berbasis kristal cair, sensor kimia, dan layar sentuh (*touch screen*). Caia *et al.* (2014), Matyba *et al.* (2010), dan Becerril *et al.* (2008) menggunakan GO sebagai elektroda transparan untuk *light emitting diode* (LED) dan sel surya. Elektroda tersebut juga sudah digunakan sebagai lapisan *hole* pada sel surya polimer dan LED.

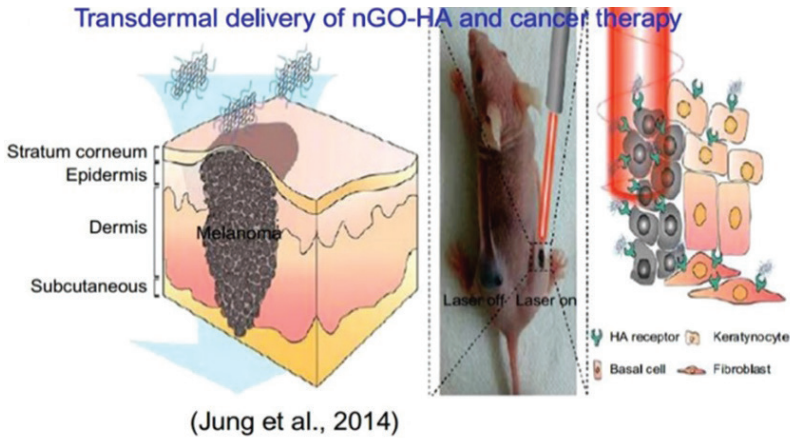


(Li *et al.* 2010)

Gambar 5.7 Sel Surya Polimer
 Sumber: Ray, Sekhar C. (2015)
<http://www.sciencedirect.com>

7. Aplikasi GO dalam Bidang Biomedis

GO yang digunakan dalam ranah biomedis utamanya untuk penyaluran obat atau *drug delivery*. GO mempunyai kelebihan untuk diintegrasikan ke dalam obat-obatan anti-kanker karena tidak menarget sel-sel sehat, tetapi hanya menarget tumor, dan memiliki toksisitas yang rendah (Yang *et.al.*, 2011). Nano-GO (nGO) terfungsionalisasi sudah digunakan pada beberapa penelitian penyaluran obat anti-kanker. Politelin glikol atau PEG-nGO yang difungsikan dengan SN38, sebuah turunan *camptothecin*, menyerap ke lapisan nGO-PEG-SN38 yang digunakan sebagai sumber larutan air dan serum dari obat. nGO-PEG-SN38 dapat ditunjukkan lebih efektif daripada *irinotecan* (CPT-11) dan merupakan sebuah obat untuk mengurangi kelangsungan hidup sel-sel kanker pada usus besar manusia. Efektivitas dari nGO-PEG-SN38 sama dengan SN38 dalam DMSO (Liu *et al.*, 2008).



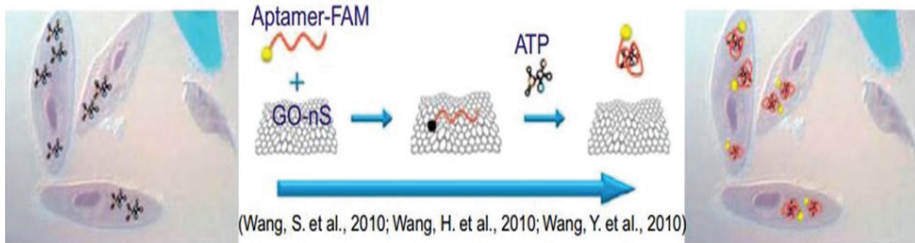
Gambar 5.8 Terapi kanker dan penyaluran transdermal nGO-HA
 Sumber: Ray, Sekhar C. (2015) <http://www.sciencedirect.com>

Kanker kulit melanoma pada tikus dapat disembuhkan dengan menggunakan terapi ablasi foto-termal dengan sebuah laser infra merah-jarak dekat dan nGO yang difungsionalisasi dengan PEG dan asam hialuronat serta disalurkan secara transdermal (Jung, *et.al.*, 2014)—lihat Gambar 5.8. Pada penelitian lainnya, *magnetite* diserap ke dalam material GO dengan obat anti-kanker doxorubicin hidroklorida untuk penyaluran obat yang ditargetkan secara khusus untuk daerah tertentu menggunakan magnet (Yang *et.al.*, 2009). Shen *et.al.* (2012) mempelajari berbagai aplikasi biomedis menggunakan GO khususnya pada penyaluran obat dan terapi kanker, serta pencitraan biologis.

8. GO pada Teknologi Pelapisan

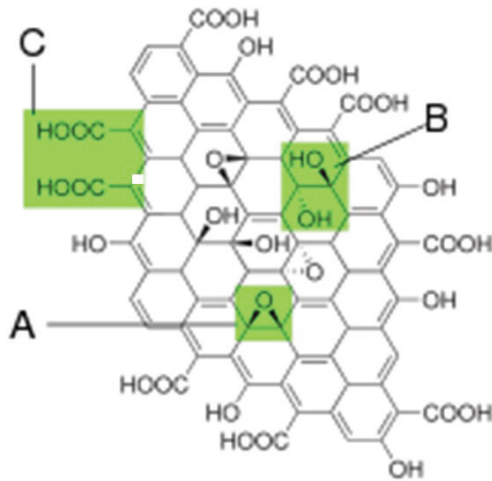
Multi-lapisan GO secara optis mempunyai sifat transparan dan kedap air pada kondisi kering. Ketika terkena air (atau uap air), lapisan-lapisan GO menyebabkan bagian dari molekul tersebut mengecil sampai ukuran tertentu. Lapisan-lapisan GO ini terdiri atas jutaan serpihan berbentuk batang atau tiang secara acak sehingga terjadi kapiler-kapiler berukuran nano di antara lapisan-lapisan tersebut. Penutupan kapiler-kapiler nano tersebut menggunakan reduksi kimia dengan asam hidro-iodic membuat lapisan GO yang seutuhnya kedap air terhadap gas, cairan, atau senyawa-senyawa kuat dengan ketebalan lebih besar dari 100 nm. Barang pecah belah atau piring-piring tembaga yang diselimuti dengan lapisan grafena dapat digunakan sebagai wadah untuk asam-asam korosif. Lapisan plastik yang diselimuti oleh material grafena juga dapat digunakan dalam pengemasan medis untuk peningkatan *self-life*.

9. GO sebagai Biosensor



Gambar 5.9 Pengamatan molekular pada sel hidup menggunakan aptamer/nanokompleks GO-nS.
Sumber: Ray, Sekhar C. (2015) www.sciencedirect.com

GO dapat digunakan sebagai bahan berpijar untuk aplikasi biosensing seperti i) mendeteksi dini penyakit; dan ii) mendeteksi molekul-molekul tertentu secara biologis. GO digunakan sebagai biosensor berdasarkan sifat pendarannya (*fluorescent*) untuk mendeteksi DNA dan protein dengan diagnosa yang lebih baik untuk HIV. GO telah digunakan pula sebagai material pendingin berflouresensi pada biosensor yang memanfaatkan efek pemindahan energi resonansi flouresensi (FRET). Wang *et.al.* (2010) menggunakan efek FRET pada aptamer ATP berlabel *fluorescein* untuk mendeteksi ATP sekecil 10 μM (lihat Gambar 5.9). Song *et.al.* (2011) menggunakan GO terfungsionalisasi asam folat untuk mendeteksi kanker serviks dan sel kanker payudara pada manusia.



BAB 6

Metode Hummers

Pendahuluan

Metode Hummers adalah proses kimia yang dapat digunakan untuk menghasilkan oksida grafit melalui penambahan kalium permanganat menjadi larutan grafit, natrium nitrat, dan asam sulfat. Hal ini biasa digunakan oleh para teknisi dan laboran sebagai metode yang dapat diandalkan untuk menghasilkan sejumlah jumlah oksida grafit. Metode ini juga dapat dimodifikasi untuk pembuatan material yang tebalnya ber-orde satu molekul dan dikenal sebagai *graphene oxide* (GO) ataupun grafena.

Metode Hummers dikembangkan pada tahun 1958 sebagai metode yang lebih aman, cepat, dan lebih efisien untuk menghasilkan oksida grafit. Sebelum metode ini dikembangkan, produksi oksida grafit lambat dan berbahaya karena penggunaan asam sulfat dan nitrat pekat. Metode Staudenmeier-Hoffman-Hamdi memperkenalkan penambahan kalium klorat. Namun, metode ini lebih banyak bahayanya dan hanya menghasilkan 1 gram oksida grafit menggunakan 10 gram kalium klorat.

William S. Hummers dan Richard E. Offeman menciptakan sebuah metode sebagai alternatif metode di atas setelah mendapati berbagai potensi bahaya yang dihadapi oleh para pekerja di National Lead Company. Pendekatan mereka serupa karena melibatkan pelarutan grafit ke larutan asam pekat. Namun, mereka menyederhanakannya menjadi hanya grafit, asam sulfat pekat, natrium nitrat, dan kalium permanganat. Metode ini juga tidak harus menggunakan suhu di atas 98 °C dan menghindari risiko terjadinya ledakan sebagaimana halnya metode Staudenmeier-Hoffman-Hamdi. Perbandingan antara metode Hummers dan Staudenmeier dapat dilihat pada Tabel 6.1.

Prosedur ini dimulai dengan melarutkan 100 gram grafit dan 50 gram natrium nitrat

ke dalam asam sulfat pada suhu 66°C yang kemudian didinginkan sampai 0°C . 300 gram kalium permanganat kemudian ditambahkan ke dalam larutan di atas dan diaduk. Air kemudian ditambahkan secara bertahap sampai volume larutannya kira-kira menjadi 32 liter.

Tabel 6.1

Perbandingan metode Hummers dan Staudenmeier

Metode	% oksigen	% karbon	% air	% abu	rasio atomik karbon-oksigen
Hummers	47.06	27.97	22.99	1.98	2.25
Staudenmeier	52.112	23.99	22.2	1.90	2.89

Reaksi kimia utama yang terlibat dalam metode Hummers adalah oksidasi grafit yang berarti memasukkan atau menambahkan molekul oksigen pada lapisan grafena karbon murni. Reaksi ini terjadi antara lapisan grafena dan asam sulfat pekat dengan kalium permanganat dan natrium nitrat yang bertindak sebagai katalis. Proses ini mampu menghasilkan sekitar 188 gram oksida grafit dari 100 gram grafit yang digunakan. Banyaknya pengotor atau kontaminan ditentukan sebagian besarnya oleh abu dan air. Gas beracun seperti dinitrogen tetraoksida dan nitrogen dioksida juga terjadi dalam proses reaksi ini. Produk akhir biasanya 47,06% oksigen,

27,97% karbon, 22,99% air, dan 1,98% abu dengan rasio karbon terhadap oksigen 2,25. Semua hasil ini sebanding dengan hasil dari metode sebelumnya (Staudenmeier)—lihat Tabel 6.1.

Metode ini telah digunakan oleh banyak periset dan ahli kimia yang tertarik dengan penggunaan oksida grafit untuk berbagai aplikasi karena merupakan metode konvensional yang paling cepat untuk menghasilkan oksida grafit dan pada saat yang sama mempertahankan rasio C/O yang relatif tinggi. Metode Hummers atau modifikasinya biasa dirujuk oleh para peneliti dan ahli kimia untuk dapat memproduksi oksida grafit dalam jumlah besar dalam waktu tertentu.

Berbagai material oksida menarik perhatian komunitas ilmiah setelah penemuan grafena pada tahun 2004. Banyak peneliti yang mencari cara dalam menggunakan oksida grafit sebagai jalan pintas untuk memproduksi grafena secara massal. Sejauh ini, bahan yang dihasilkan oleh metode Hummers terbukti memiliki lebih banyak cacat daripada yang dihasilkan langsung (misalnya, eksfoliasi mekanis) dari grafit. Namun demikian, metode Hummers tetap menjadi metode yang paling banyak digunakan karena me-

tode ini mudah menghasilkan oksida grafit dalam jumlah banyak.

Perbaikan metode Hummers agar lebih efisien dan ramah lingkungan sedang diteliti saat ini. Salah satu proses tersebut adalah dengan menghilangkan penggunaan NaNO_3 . Penambahan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ memastikan terjadinya oksidasi dan eksfoliasi grafit sehingga dihasilkan suspensi lembaran individual oksida grafit. Tidak digunakannya bahan nitrat juga menguntungkan karena menghentikan terjadinya gas seperti nitrogen dioksida dan di-nitrogen tetraoksida. Selain itu, metode ini juga telah dimodifikasi untuk menghasilkan GO melalui penggunaan eksfoliasi lapisan dan ultrasonikasi.

Selain untuk menghasilkan grafena, metode Hummers juga menjadi perhatian utama untuk fotokatalis. Setelah diketahui bahwa oksida grafit bersifat reaktif terhadap berbagai panjang gelombang cahaya dari sinar matahari, berbagai pihak telah meneliti metode Hummers untuk meningkatkan kecepatan reaksi dalam dekomposisi air dan bahan organik oleh sinar matahari. Metode yang paling umum untuk menghasilkan oksida grafit dalam eksperimen ini adalah metode Hummers.^{***}



BAB 7

Metode Eksfoliasi Mekanis Fase Cair Menggunakan Blender

Pendahuluan

Metode *mechanical exfoliation* (ME) merupakan metode yang pertama kali dipakai untuk mensintesis grafena oleh penemu grafena sendiri, yaitu Andre Geim dan Kostya Novoselov pada 2004 di Universitas Manchester, United Kingdom. Metode ME dilakukan dengan cara mengelupas lapisan-lapisan kristalin grafit atau karbon hingga skala mikrometer menggunakan selotip. Satu lembar grafena teramati (dengan mikroskop optik menggantung pada substrat sili-

kon oksida. Metode ME ini kemudian dikembangkan secara sederhana untuk menghasilkan GO atau grafena pada skala besar menggunakan peralatan rumah tangga yang berupa blender.

Metode ME termasuk metode yang mudah digunakan, akan tetapi hanya dapat menghasilkan grafena dalam jumlah yang sedikit. Metode ME ini menggunakan pengelupasan secara mekanik pada grafit. Bubuk grafit yang berupa padatan ditemplei menggunakan selotip lalu selotip tersebut dilepas. Setelah dilepas selotip tersebut direkatkan kembali sampai pada akhirnya, semoga, diperoleh sebuah lembaran grafena. Metode ME dapat dimodifikasi untuk menghasilkan GO atau grafena dalam jumlah banyak. Prinsip kerjanya sama dengan metode selotip, tetapi dalam hal ini digunakan blender dan grafit berada pada fase cair. Terdapat komponen pisau di dalam blender yang berfungsi untuk mencacah grafit yang bertujuan untuk mendapatkan GO yang halus.

Metode eksfoliasi fase cair atau metode *liquid exfoliation* (LE) pertama kali diperkenalkan Coleman *et.al.* pada tahun 2008. LE adalah salah satu metode sintesis grafena dalam fasa cair yang dibantu oleh surfaktan. Sintesis menggunakan LE dilakukan

Tahukah Anda?

Metode exfoliasi mekanik dilakukan dengan blender yang dilengkapi dengan pisau blender dan dikombinasi dengan *liquid exfoliation* menggunakan surfaktan berjenis linear alkylbenzene sulfonate (LAS). Metode kombinasi ini dapat memisahkan lapisan-lapisan grafena.

dengan cara mencampur serbuk grafit ke dalam larutan surfaktan anionik (fungsi pembersih) yang kemudian didiamkan selama satu malam. Surfaktan akan bekerja selama satu malam agar didapatkan jarak antarlapisan-pasifan grafena semakin besar. Surfaktan dalam metode ini berfungsi untuk melemahkan ikatan van der Waals antar lembaran-lembaran grafena pada material grafit. Jika kedua metode di atas, yaitu ME dan LE digabungkan dihasilkan metode *liquid mechanical exfoliation* (LME) dimana ME dilakukan dengan blender yang dilengkapi pisau blender dan LE dengan surfaktan berjenis linear alkylbenzene sulfonate (LAS). Jika bahan LAS dan serbuk grafik dalam pelarut, semisal aquades, dengan komposisi tertentu dimasukkan ke dalam blender dan dinyalakan dengan frekuensi putaran tetap, maka tercipta tenaga putaran dalam kecepatan tertentu. Pisau blender akan memisahkan lapisan-lapisan grafena, sedangkan surfaktan membantu eksfoliasi lembaran-lembaran grafena dengan memperlebar jarak antar lembaran grafena.

Metode LME adalah metode eksfoliasi di mana sampel berada pada fase cair dan dihancurkan menggunakan blender. LME merupakan gabungan dari dua metode, yaitu metode ME dan LE. Dengan demikian,

metode LME dapat diartikan sebagai metode sintesis grafena yang dilakukan dalam fasa cair dengan blender yang mempunyai komponen pisau sehingga dapat memisahkan lapisan-lapisan grafena menjadi GO. Dalam hal ini, dihasilkan GO karena grafit berada pada fase cair yang banyak mengandung oksigen. Setelah GO berhasil disintesis maka dapat dilakukan karakterisasi GO menggunakan berbagai metode seperti UV-Vis, SEM-EDX, dan XRD.**



BAB 8

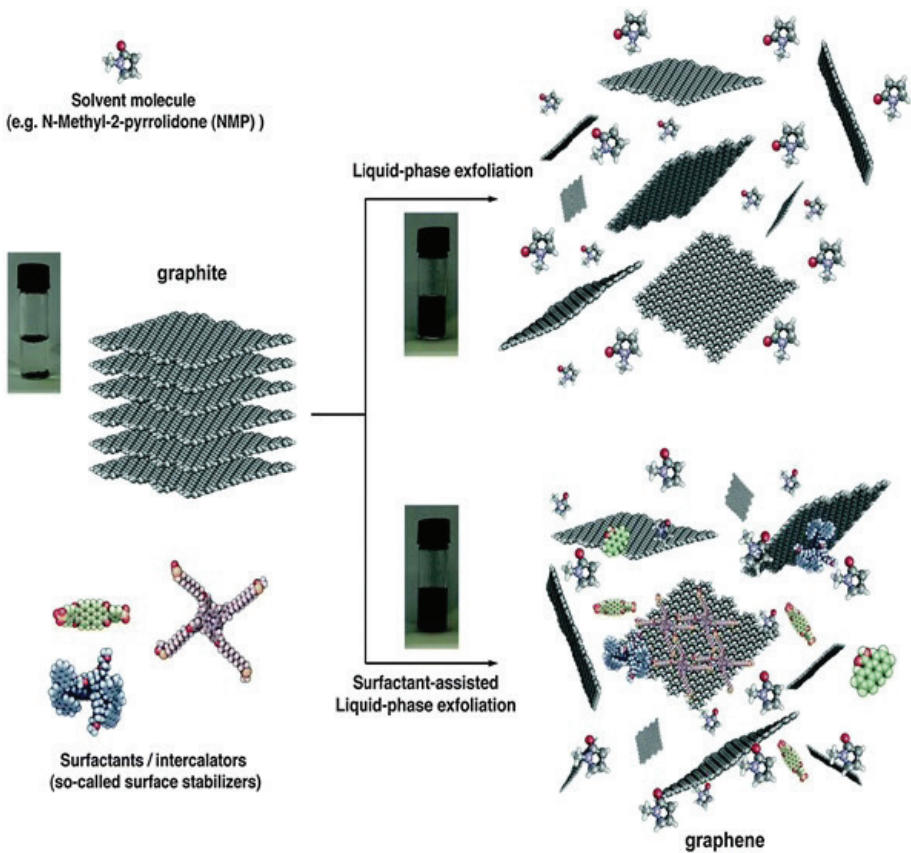
Metode Eksfoliasi Mekanis Fase Cair Menggunakan Ultrasound

Pendahuluan

Material grafit dieksfoliasi untuk menghasilkan lembaran-lembaran GO atau grafit dua dimensi (2D). Proses eksfoliasi fase cair dapat dilakukan dengan melarutkan grafit pada surfaktan. Selanjutnya, larutan dikenai bunyi ultrasonik untuk memecah ikatan van der Waals pada material grafit. Penggunaan gelombang ultra-sonik terbagi berdasarkan rentang frekuensinya. Frekuensi bunyi ultrasonik yang bervariasi mempunyai kegunaan dan manfaat yang berbeda.

1. Liquid Exfoliation (LE)

Graphite Oxide dapat dieksfoliasi dalam bentuk larutan untuk memecahkan lapisan-lapisan grafit. Proses *liquid exfoliation* (LE) secara umum terdiri atas tiga langkah, yaitu



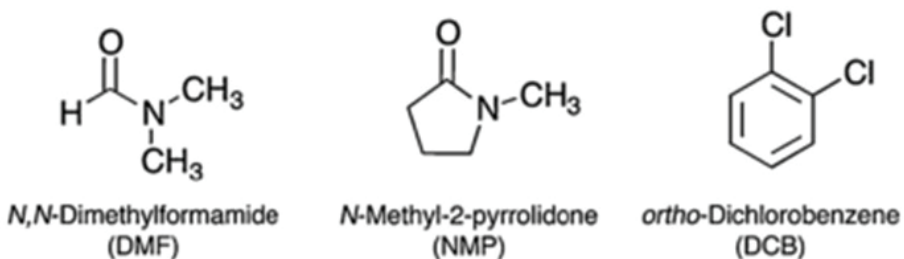
Gambar 8.1 Representasi skematik metode LE untuk material grafit dengan ada (kanan-atas) dan tidak adanya (kanan-bawah) surfaktan (Ciesielski & Samori, 2014).

(1) dispersi grafit dalam suatu pelarut, (2) larutan grafit di-eksfoliasi, dan (3) dilakukan proses purifikasi (Ciesielski & Samori, 2014). Sintesis GO menggunakan LE dilakukan dengan cara mencampur bubuk grafit ke dalam surfaktan anionik (fungsi pembersih) yang kemudian didiamkan selama satu malam (Pratiwi, 2016). Surfaktan bekerja selama satu malam agar terjadi proses perenggangan jarak antar lembaran-lembaran grafena. Teknologi surfaktan dalam metode ini berfungsi untuk melemahkan ikatan van der Waals antar lembaran grafena pada material grafit.

2. Pelarut

Ikatan van der Waals yang terjadi di antara lapisan-lapisan grafena yang berdekatan cukup lemah sehingga dapat dipisahkan atau dikelupas antara satu sama lainnya. Namun, gaya tarikan van der Waals yang terjadi juga cukup kuat untuk membuat proses eksfoliasi menjadi sulit. Dengan demikian, proses eksfoliasi memerlukan adanya usaha untuk mengatasi interaksi van der Waals yang terdapat antara lapisan grafena yang berdekatan. Salah satu metode paling efektif dan menjanjikan untuk mengurangi mengatasi gaya van der Waals adalah per-

endaman pada zat cair. Tegangan permukaan (*interfacial tension*) menjadi salah satu aspek utama saat permukaan padat dilarutkan dalam medium cair (Israelachvili, 2011). Apabila tegangan permukaan antara padatan dan cairan tinggi maka terdapat diper-sibilitas yang rendah dari padatan dalam larutan. Oleh karena itu, digunakan pelarut dengan tegangan permukaan sebesar 40 mJ/m^2 (Israelachvili, 2011). Contoh pelarut tersebut adalah *N*-methyl-2-pyrrolidone (NMP -40 mJ/m^2), *N,N*-dimethylformamide (DMF $-37,1 \text{ mJ/m}^2$), dan *ortho*-dichlorobenzene (o-DCB -37 mJ/m^2). Namun, pelarut-pelarut di atas juga memiliki beberapa kekurangan, di antaranya NMP dapat mengiritasi mata dan dapat beracun untuk organ reproduksi, sedangkan DMF dapat beracun untuk beberapa organ (Kennedy, 1986).



Gambar 8.2 Struktur kimiawi pelarut yang umum digunakan sebagai media cair dalam prose eksfoliasi grafit (Ciesielski & Samori, 2014).

3. Sonikasi atau Ultrasonikasi

Berbagai metode dalam pembuatan GO atau grafena sudah banyak dikembangkan. Pembuatan GO dengan metode kimia memiliki kelemahan, di antaranya dibutuhkan reduktor dan oksidator yang sangat kuat. Selain itu, GO atau grafena yang diperoleh dari metode kimia ini sering memiliki perbedaan setelah proses reduksi dibandingkan dengan material grafena yang diperoleh dengan metode lain. Oleh karena itu, diperlukan metode alternatif untuk memperoleh material GO dalam skala besar. Dalam hal ini, ultrasonikasi terbukti menjadi metode alternatif untuk sintesis GO atau grafena dengan kualitas tinggi. Contohnya, material grafit dilarutkan ke dalam campuran asam organik yang ditambahkan alkohol dan air, lalu diberi perlakuan gelombang ultrasonik. Asam bekerja sebagai *molecular wedge* yang akan memisahkan lembaran-lembaran grafena dari material grafit. Dengan proses ini, akan diperoleh GO atau grafena kualitas tinggi yang terdispersi dalam air (An, *et.al.*, 2010).

Penggunaan gelombang ultrasonik berdasarkan rentangnya yang luas ini dibagi menjadi dua bagian. Bagian pertama adalah suara beramplitudo rendah (frekuensi lebih

tinggi). Gelombang beramplitudo rendah ini secara umum digunakan untuk analisis pengukuran kecepatan dan koefisien penyerapan gelombang pada rentang 2 hingga 10 kHz. Bagian kedua adalah gelombang berenergi tinggi dan terletak pada frekuensi 20 hingga 100 kHz. Gelombang ini dapat digunakan untuk pembersihan, pembentukan plastik, dan modifikasi bahan-bahan organik maupun anorganik (Rani, 2015).

Ultrasonik dengan frekuensi 20 hingga 100 kHz diketahui mempunyai efek signifikan dalam mempercepat berbagai proses kimia dan fisika (Leong, *et.al.*, 2011). Efek dari penggunaan ultrasonik dalam proses pembersihan (*cleaning*), ekstraksi, ataupun pemurnian senyawa adalah waktu pemrosesan yang lebih singkat dan peningkatan kualitas produk (Chemat, *et.al.*, 2011; John, 2002). Gelombang ultrasonik dengan kekuatan tinggi diketahui mampu merusak atau mengikis dinding sel atau permukaan bahan padat (John, 2002). Pada reaktor ultrasonik, gelombang ultrasonik digunakan untuk menimbulkan efek kavitasi akustik, yaitu pembentukan, dan pertumbuhan, serta pecahnya gelembung-gelembung dalam medium cairan. Ketika gelembung kavitasi pecah di dekat atau pada permukaan padat, maka permukaan padat akan memberikan resistensi

terhadap aliran cairan. Hal ini menyebabkan cairan mikrojet mengarah ke permukaan padat dengan kecepatan mendekati 400 km/h (Suslick, 1995). Dampak dari mikrojet yang sangat kuat ini, antara lain dapat mengupas (*peeling*) permukaan, mengikis, atau memecah dinding sel (Vilkhu, 2008; Baig, 2010).***



BAB 9

Metode Chemical Vapour Deposition

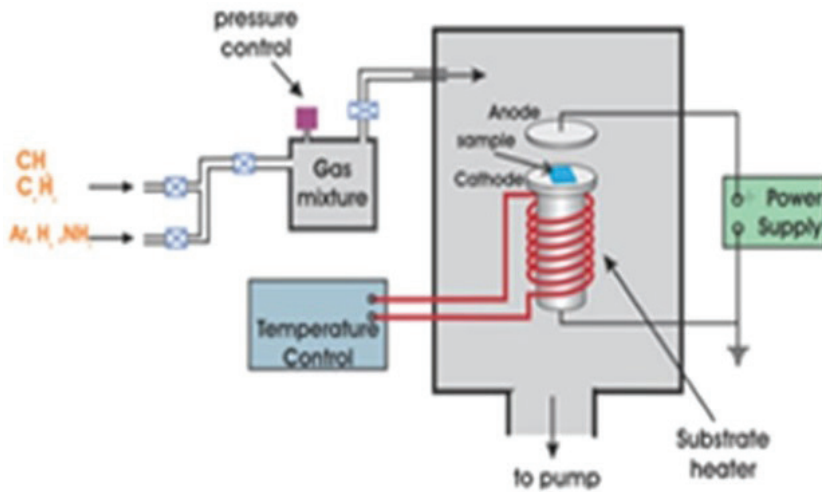
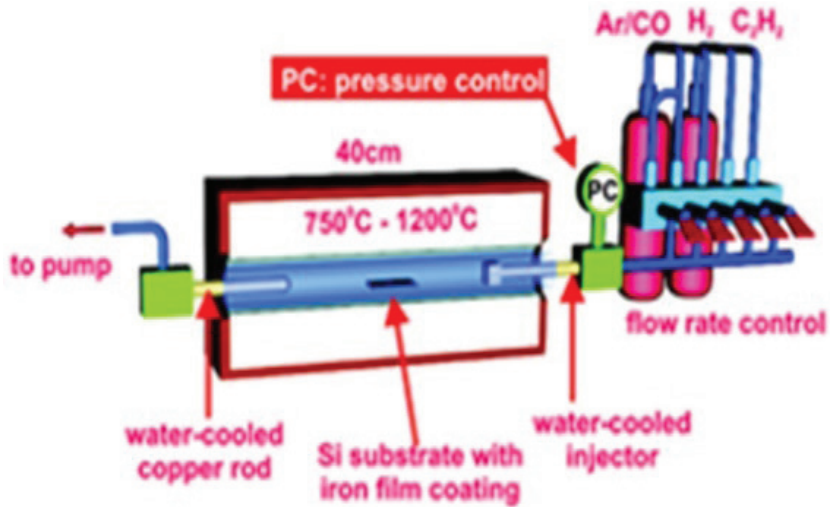
Pendahuluan

Metode *chemical vapour deposition* (CVD) merupakan proses termokimia dan salah satu teknologi fabrikasi lapisan tipis yang dimanfaatkan untuk mendapatkan lapisan tipis hingga ber-orde nano. CVD dapat digunakan untuk mendeposisikan kaca konformal dan penambahan permukaan substrat, yang biasanya tidak mampu dilakukan jika menggunakan teknik modifikasi tradisional biasa. Metode ini dapat pula digunakan untuk menghasilkan material GO atau pun grafena.

1. Perkembangan CVD

CVD berguna untuk pendeposisian lapisan atomic dari material yang sangat tipis. Proses CVD biasanya menghasilkan material yang lebih tebal daripada proses *physical vapour deposition* (PVD). Proses pendeposisian menggunakan metode CVD memerlukan waktu yang cukup lama, yaitu: 3 jam untuk pemanasan, 4 jam untuk pelapisan, dan 6 sampai 8 jam untuk pendinginan. Ketebalan yang dihasilkan bergantung pada gas yang digunakan, waktu pendeposisian, dan suhu.

Berbagai penerapan hasil CVD meliputi gallium arsenide yang dapat digunakan di beberapa *integrated circuit* (IC) dan piranti *photovoltaic*, *polysilicon amorf* yang dapat digunakan untuk piranti *photovoltaic*, serta karbida dan nitrida tertentu yang dapat digunakan untuk memberikan ketahanan aus. Polimerisasi menggunakan CVD merupakan aplikasi yang paling sering digunakan pada berbagai aplikasi. CVD memungkinkan untuk menghasilkan lapisan sangat tipis yang mempunyai beberapa sifat yang diinginkan seperti licin, hidrofobik, dan tahan cuaca. Adapun beberapa jenis metode yang dapat diterapkan dengan menggunakan CVD, yaitu *atmospheric pressure*, *low pressure*, *metalorganic*, *photon (laser) induced*, *plasma enhanced CVD*.



Gambar 9.1 skema metode CVD; (a) thermal CVD dan (b) plasma-enhanced CVD

2. Prinsip Dasar CVD

Pada CVD terdapat satu atau lebih gas yang dapat direaksikan di permukaan untuk membentuk suatu lapisan tipis. Lapisan yang nantinya akan terbentuk memiliki ketebalan, dan komposisi yang diharapkan merata, serta struktur yang dapat ditentukan.

Tahapan proses kerja CVD adalah mendifusikan molekul reaktan ke permukaan substrat yang nantinya akan diserap oleh permukaan substrat tersebut lalu terjadilah reaksi kimia. Reaksi-reaksi kimia inilah yang nantinya akan membentuk lapisan tipis dan gas hasil produksi proses CVD akan terpisah dari substrat untuk didaur-ulang.

Pada permukaan substrat terjadi gaya tarik aliran fluida sehingga mempengaruhi kecepatan alirannya. Pada ketinggian substrat tertentu kecepatan aliran dapat mencapai 99% dari kecepatan maksimumnya. Ketinggian ini didefinisikan sebagai lapisan batas (*boundary layer*). Kecepatan dalam pembentukan lapisan tipis ini ditentukan oleh *boundary layer* dan difusivitas.

Pada suhu tinggi terbentuk daerah yang disebut *mass transport limited*. Kenaikan suhu menyebabkan kecepatan reaksi melampaui kecepatan datangnya reaktan yang disuplai

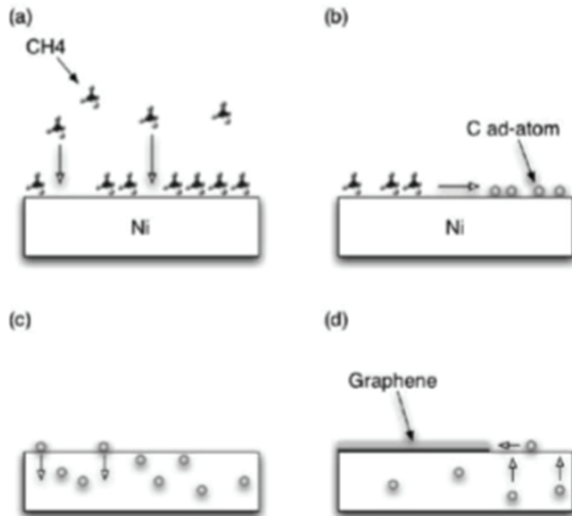
ke permukaan substrat. Sedangkan untuk suhu rendah kecepatan reaktan yang sampai dapat melebihi kecepatan reaktan yang dikonsumsi oleh reaksi permukaan. Daerah ini disebut *surface reaction rate limited*. Pada daerah ini kontrol suhu harus dilakukan dengan baik.

3. Sintesis Grafena dengan CVD pada Logam

Penumbuhan material grafena dengan CVD dapat dilakukan pada substrat logam seperti Ni dan Cu. Ni dan Cu dipilih karena dapat dikikis dengan etsa, sehingga grafena yang dihasilkan tidak terikat pada substrat logam. Gas yang dapat digunakan untuk penumbuhan grafena adalah metana yang dicampur dengan hidrogen. Pada eksperimen ini telah dapat ditumbuhkan material grafena pada nikel yang lebarnya mencapai beberapa sentimeter yang seluruhnya saling bersinambungan. Jika digunakan substrat Cu, lapisan grafena yang dihasilkan memiliki jumlah lapisan yang lebih sedikit dibandingkan lapisan grafena dengan substrat nikel. Dengan demikian, sebagian besar lapisan grafena yang terbentuk menggunakan substrat Cu merupakan lapisan tunggal.

Adapun cara penumbuhan graphene pada logam sebagai berikut:

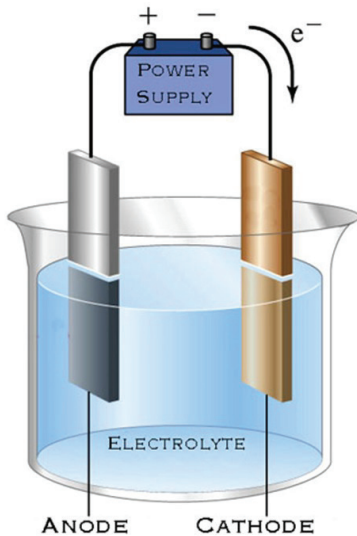
- a. Atom karbon yang berasal dari gas tertentu dilarutkan ke dalam substrat logam pada suhu mencapai $\pm 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- b. Saat suhu diturunkan kelarutan karbon akan berkurang sehingga atom-atom karbon mengendap di permukaan logam dan terbentuklah lapisan grafena.



Gambar 9.2 Ilustrasi sintesis graefena menggunakan metode CVD. (Sumber: Congqin Miao et al., 2011)

Ilustrasi penumbuhan lapisan grafena dapat dilihat pada Gambar 9.2. Gambar 9.2 menunjukkan mekanisme penumbuhan lapisan grafena dengan logam nickel sebagai katalis. Molekul-molekul gas metana terdifusi dan

terserap ke dalam permukaan logam nikel (Gambar 9.2a). Selanjutnya terjadi pyrolysis metana pada permukaan logam nikel menjadi ad-atom karbon (Gambar 9.2b). Ad-atom karbon terlarut ke dalam bongkahan logam nikel (Gambar 9.2c), dan selanjutnya suhu diturunkan sehingga atom-atom karbon mengalami presipitasi ke permukaan logam nikel (Gambar 9.2d) sehingga terbentuk lapisan grafena. Pertumbuhan lapisan grafena hanya akan membentuk satu lapisan saja. Grafena berlapis lebih dari satu ditemukan pada perbatasan kristal (*grain boundary*) logam.



BAB 10

Metode Elektrolisis Termodifikasi Kumparan Tembaga

Pendahuluan

Sebuah metode untuk mensintesis material GO adalah menggunakan proses elektrolisis. Metode elektrolisis ini dikombinasi dengan penambahan kumparan solenoida dari tembaga dan memvariasi tegangan elektroda serta massa serbuk *graphite oxide* untuk menghasilkan material GO.

1. Elektrolisis

Elektrolisis sendiri adalah peristiwa penguraian elektrolit dalam sel elektrolisis oleh arus listrik. Elektrolisis merupakan reaksi kebalikan dari sel Volta atau Galvani. Dalam sel Volta atau Galvani, reaksi oksidasi-reduksi (redoks) berlangsung dengan spontan dan energi kimia yang menyertai reaksi kimia diubah menjadi energi listrik.

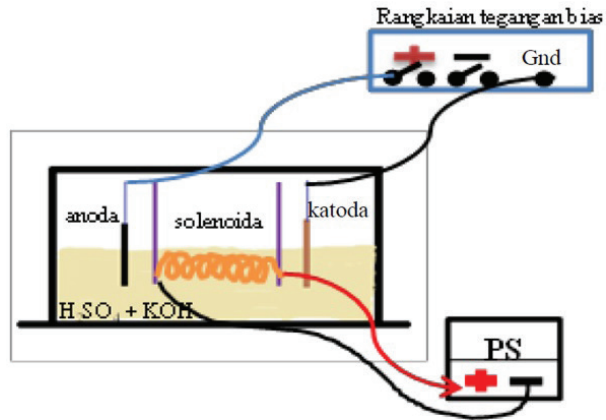
Sel elektrolisis adalah sel yang menggunakan arus listrik untuk menghasilkan reaksi redoks yang diinginkan dan digunakan secara luas di dalam masyarakat. Baterai aki yang dapat diisi ulang merupakan salah satu contoh aplikasi sel elektrolisis dalam kehidupan sehari-hari. Baterai aki yang sedang diisi kembali (*recharge*) mengubah energi listrik yang diberikan menjadi produk berupa bahan kimia yang diinginkan. H_2O dapat diuraikan oleh listrik dalam sel elektrolisis. Proses ini akan mengurai air menjadi unsur-unsur pembentuknya.

Rangkaian sel elektrolisis hampir menyerupai sel Volta. Perbedaannya adalah pada sel elektrolisis, komponen voltmeter diganti dengan sumber arus (umumnya baterai). Larutan atau lelehan yang ingin dielektrolisis ditempatkan dalam suatu wadah. Selanjut-

nya, elektroda dicelupkan ke dalam larutan atau lelehan yang ingin dielektrolisis. Elektroda yang digunakan umumnya merupakan elektroda inert, seperti grafit (C), platina (Pt), dan emas (Au). Elektroda berperan sebagai tempat berlangsungnya reaksi. Reaksi reduksi berlangsung di katoda, sedangkan reaksi oksidasi berlangsung di anoda. Kutub negatif sumber arus mengarah pada katoda (sebab memerlukan elektroda) dan kutub positif sumber arus tentunya mengarah pada katoda (sebab memerlukan elektron) dan kutub positif sumber arus tentunya mengarah pada katoda. Akibatnya, katoda bermuatan negatif dan menarik kation-kation yang akan tereduksi menjadi endapan logam. Sebaliknya, anoda bermuatan positif dan menarik anio-anion yang akan teroksidasi menjadi gas.

2. Metode Elektrolisis Termodifikasi Kumpan Tembaga

Salah satu contoh metode *electrochemical exfoliation* untuk mensintesis GO adalah menggunakan metode elektrolisis. Dalam melakukan proses elektrolisis dibutuhkan seperangkat rangkaian sistem elektrolisis seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 10.1.



Gambar 10.1 Ilustrasi peralatan elektrolisis untuk sintesis GO

Sebelum melakukan proses elektrolisis, diukur terlebih dahulu suhu larutan elektrolit. Ketika tegangan bias maju (dengan variasi tegangan +12 V, +15 V, dan +18V) digunakan, maka akan terjadi penarikan elektron pada anoda. Muatan positif ini akan menyebabkan tertariknya ion SO_4^{2-} oleh anoda untuk masuk dan menyusup di antara lapisan grafena pada grafit. Akibatnya, lapisan antar penyusun grafit jaraknya menjadi semakin besar dan akan mengakibatkan terjadinya pengelupasan antar lapisan penyusun grafit. Batang grafit secara cepat terdisosiasi menjadi bagian-bagian kecil dan menyebar di permukaan larutan. Sebaliknya ketika tegangan bias mundur (dengan variasi tegangan -12 V, -15 V, dan -18 V) diken-

kan pada grafit yang berfungsi sebagai elektroda aktif (*working electrode*), maka akan terjadi penarikan ion-ion bermuatan positif (K^+).

Dari proses elektrolisis ini diperoleh nilai suhu akhir yang berbeda-beda untuk setiap variasi tegangan. Sedangkan serbuk *graphite oxide* yang dihasilkan setelah melalui proses filtrasi dan pengeringan menggunakan oven pada suhu $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam dari setiap variasi tegangan 12 V, 15 V, dan 18 V ditimbang menggunakan timbangan digital. Untuk mengetahui kandungan GO yang dihasilkan dapat dideteksi menggunakan uji UV-Vis. Tegangan elektroda berpengaruh terhadap nilai absorbansi absolut dari GO yang dihasilkan. Semakin besar nilai tegangan elektroda maka semakin tinggi pula nilai absorbansi absolutnya.***



BAB 11

Spektroskopi UV-Visible

Pengertian Spektroskopi

Spektroskopi merupakan ilmu yang mempelajari interaksi materi dengan energi pada level mikroskopis. Spektroskopi menghasilkan sinar dengan panjang gelombang tertentu, dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi. Jadi, spektroskopi digunakan untuk mengukur energi relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan, atau diemisikan sebagai fungsi panjang gelombang. Kelebihan spektroskopi dengan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat lebih dideteksi dan cara ini diperoleh dengan alat pengurai seperti prisma, *grating* atau celah optis.

Tahukah Anda?

Pada pertengahan abad ke-19, kimiawan Jerman Robert Wilhelm Bunsen (1811-1899) dan fisikawan Jerman Gustav Robert Kirchhoff (1824-1887) bekerjasama mengembangkan spektrometer menemukan dua unsur baru: rubidium dan cesium. Yang digunakan banyak kimiawan untuk menemukan unsur baru. Spektroskopi telah memainkan peran penting dalam penemuan gas-gas mulia.

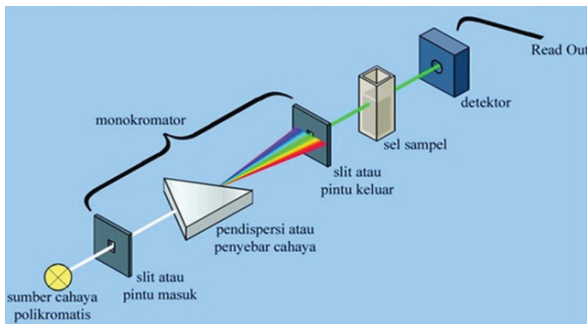
1. Prinsip Kerja Spektroskopi

Spektrum elektromagnetik dibagi dalam beberapa daerah cahaya. Suatu daerah akan diabsorpsi oleh atom atau molekul dan panjang gelombang cahaya yang diabsorpsi dapat menunjukkan struktur senyawa yang diteliti. Spektrum elektromagnetik meliputi suatu daerah panjang gelombang yang luas dari sinar gamma dengan gelombang pendek berenergi tinggi sampai pada panjang gelombang mikro (Marzuki Asnah, 2012).

Spektrum absorpsi di dalam daerah-daerah ultra ungu dan sinar tampak umumnya terdiri dari satu atau beberapa pita absorpsi yang lebar, semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-tampak, oleh karena itu mengandung elektron yang dapat dieksitasi ke tingkat yang lebih tinggi. Panjang gelombang pada saat absorpsi terjadi tergantung pada seberapa kuat elektron terikat di dalam molekul. Elektron dalam satu ikatan kovalen tunggal mempunyai ikatan yang kuat dan radiasi dengan energi tinggi atau panjang gelombang pendek, diperlukan eksitasinya (Wunas, 2011).

Keuntungan utama dari metode spektroskopi adalah metode ini memberikan cara sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Selain itu, hasil yang

diperoleh cukup akurat, dimana angka yang terbaca langsung dicatat oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital ataupun grafik yang sudah diregresikan (Yahya S, 2013). Secara sederhana instrumen spektroskopi terdiri dari sumber cahaya, monokromatis, sel sampel, detektor dan *read out*, dapat dilihat seperti pada gambar 11.1

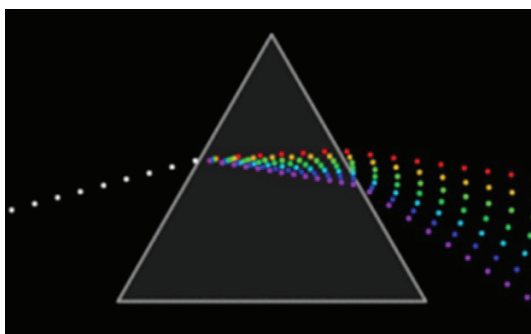


Gambar 11.1
Instrumen pada spektrofotometri UV-Vis

Fungsi masing-masing bagian:

1. Sumber sinar polikromatis berfungsi sebagai sumber sinar polikromatis dengan berbagai macam rentang panjang gelombang.
2. Monokromator berfungsi sebagai penyeleksi panjang gelombang, yaitu mengubah cahaya yang berasal dari sumber sinar polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Pada gambar di atas disebut sebagai pendispersi (penyebar) cahaya.

Dengan adanya pendispersi hanya satu jenis cahaya atau cahaya dengan panjang gelombang tunggal yang mengenai sel sampel. Pada gambar di atas hanya cahaya hijau yang melewati pintu keluar. Proses dispersi atau penyebaran cahaya seperti yang tertera pada gambar 11.2.



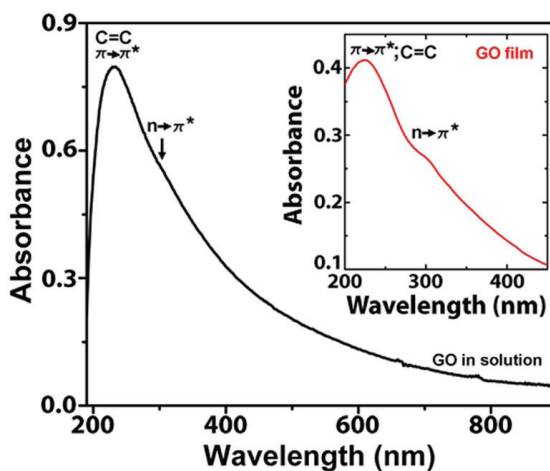
Gambar 11.2 Proses dispersi cahaya

3. Sel sampel berfungsi sebagai tempat meletakkan sampel
 - a. UV, VIS dan UV-VIS menggunakan kuvet sebagai tempat sampel. Kuvet biasanya terbuat dari kuarsa atau gelas, namun kuvet dari kuarsa yang terbuat dari silika memiliki kualitas yang lebih baik. Hal ini disebabkan yang terbuat dari kaca dan plastik dapat menyerap UV sehingga penggunaannya hanya pada spektrofotometer sinar tampak (VIS). Kuvet

- biasanya berbentuk persegi panjang dengan lebar 1 cm.
- b. IR, untuk sampel cair dan padat (dalam bentuk pasta) biasanya dioleskan pada dua lempeng natrium klorida. Untuk sampel dalam bentuk larutan dimasukkan ke dalam sel natrium klorida. Sel ini akan dipecahkan untuk mengambil kembali larutan yang dianalisis, jika sampel yang dimiliki sangat sedikit dan harganya mahal.
4. Detektor berfungsi menangkap cahaya yang diteruskan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik. Macam-macam detektor, yaitu detektor foto (*photo detector*), *photocell* misalnya CdS, *phototube*, hantaran foto, dioda foto, detektor panas.
 5. *Read out* merupakan suatu sistem baca yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor. Adapun hal-hal yang harus diperhatikan dalam spektrofotometri adalah:
 - a. Pada saat pengenceran, alat-alat pengenceran harus bersih tanpa adanya zat pengotor.
 - b. Dalam penggunaan alat-alat harus betul-betul steril.

- c. Jumlah zat yang dipakai harus sesuai dengan yang telah ditentukan.
- d. Dalam penggunaan spektrofotometri UV-Vis, sampel harus jernih dan tidak keruh.
- e. Dalam penggunaan spektrofotometri UV-Vis, sampel harus berwarna.

Serapan dapat terjadi jika foton/radiasi yang mengenai sampel mempunyai energi yang sama dengan energi yang dibutuhkan untuk menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari keadaan dasar (*ground state*) menuju ke keadaan tereksitasi (*excited states*). Contoh Hasil uji menggunakan spektrofotometri UV-Vis dapat dilihat pada gambar 11.3 berikut.



Gambar 11.3 Grafik hasil uji sampel GO menggunakan spektrofotometri UV-Vis (Saxena, 2011: 4).

B. Warna Komplementer

Apabila radiasi atau cahaya putih dilewatkan melalui larutan yang berwarna, maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap secara selektif dan radiasi sinar lainnya akan diteruskan. Absorbansi maksimum dari larutan berwarna terjadi pada daerah warna yang berlawanan dengan warna yang diamati, misalnya larutan berwarna merah akan menyerap radiasi maksimum pada daerah warna hijau. Dengan kata lain warna yang diserap adalah warna komplementer dari warna yang diamati (Suharta, 2005).

Tabel 11.1 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400-435	Violet	Kuning-Hijau
435-480	Biru	Kuning
480-490	Hijau-Biru	Oranye
490-500	Biru-Hijau	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Kuning-Hijau	Violet
580-595	Kuning	Biru
595-610	Oranye	Hijau-Biru
610-750	Merah	Biru-Hijau

Berikut merupakan pelarut yang biasa digunakan untuk uji spektrofotometri *visible* suatu bahan.

Tabel 11.2 Daftar nilai batas serapan pelarut suatu bahan

Pelarut	Batas Serapan (nm)	Pelarut	Batas Serapan (nm)
Asetonitril	190	n-heksan	201
Kloroform	240	Methanol	205
Sikloheksan	195	isooktan	195
1-4 dioksan	210	Air	190
Etanol	205	Aseton	330

C. Spektrofotometri Visible

Pada spektrofotometri ini yang digunakan sebagai sumber sinar/energi adalah cahaya tampak (*visible*). Cahaya tampak termasuk spektrum elektromagnetik yang dapat ditangkap oleh mata manusia. Panjang gelombang sinar tampak adalah 380 sampai 750 nm. Sehingga semua sinar yang dapat dilihat oleh mata, entah itu putih, merah, biru, hijau, apapun selama ia dapat dilihat oleh mata, maka sinar tersebut termasuk ke dalam sinar tampak.

Sumber sinar tampak yang umumnya dipakai pada spektrofotometri *visible* adalah lampu tungsten. Tungsten yang dikenal juga *Wolfram* unsur kimia dengan simbol W dan nomor atom 74. Tungsten mempunyai titik didih yang tertinggi (3422°C) dibanding logam lainnya, karena sifat inilah maka ia digunakan sebagai sumber lampu.

Sampel yang dapat dianalisa dengan metode ini hanya sampel yang mempunyai warna. Hal ini menjadi kelemahan tersendiri dari metode spektrofotometri *visible*. Oleh karena itu, untuk sampel yang tidak memiliki warna harus terlebih dulu dibuat berwarna dengan menggunakan *reagent* spesifik yang akan menghasilkan senyawa berwarna. *Reagent* yang digunakan harus betul-betul spesifik hanya bereaksi dengan analat yang akan dianalisis. Selain itu, juga produk senyawa berwarna yang dihasilkan harus benar-benar stabil.

Salah satu contohnya adalah pada analisa kadar protein terlarut (*soluble protein*). Protein terlarut dalam larutan tidak memiliki warna. Oleh karena itu, larutan ini harus dibuat berwarna agar dapat dianalisa. *Reagent* yang biasa digunakan adalah *reagent folin*.

Saat protein terlarut direaksikan dengan Folin dalam suasana sedikit basa, ikatan peptide pada protein akan membentuk senyawa kompleks yang berwarna biru yang dapat dideteksi pada panjang gelombang sekitar 578 nm. Semakin tinggi intensitas warna biru menandakan banyaknya senyawa kompleks yang terbentuk yang berarti semakin besar konsentrasi protein terlarut dalam sample.

D. Kegunaan Spektroskopi UV-Vis

Adapun kegunaan spektroskopi UV-Vis antara lain:

1. Untuk analisis kuantitatif molekul.
2. Untuk meninjau stokiometri reaksi.
3. Untuk studi termodinamika dan kinetika reaksi.
4. Untuk analisis kualitatif gugus fungsional pada senyawa organik.

E. Hukum Dasar Spektroskopi Absorpsi

Jika suatu berkas cahaya melewati suatu medium homogen, sebagian dari cahaya datang (P_o) diabsorpsi sebanyak (P_a), sebagian dapat diabaikan dipantulkan (P_r), sedang sisanya ditransmisikan (P_t) dengan efek intensitas murni sebesar

$$P_o = P_a + P_t + P_r$$

dengan P_o = intensitas cahaya masuk, P_a = intensitas cahaya diabsorpsi, P_r = intensitas cahaya dipantulkan, P_t = intensitas cahaya ditransmisikan. Pada praktiknya, nilai P_r adalah kecil (4%), sehingga untuk tujuan praktis

$$P_o = P_a + P_t$$

Lambert (1760), Beer (1852), dan Bouger menunjukkan hubungan berikut:

$$T = P_t / P_o = 10^{-abc}$$

dengan b = jarak tempuh optic dan c = konsentrasi.

$$\text{Log}(T) = \text{Log} \frac{[P_t]}{[P_o]} = -abc$$

dengan a = tetapan absorbtivitas dan T = transmitansi.

$$\text{Log} \frac{[1]}{[T]} = \text{Log} \frac{[P_t]}{[P_o]} = abc = A$$

dengan A = absorbansi

$$-\log T = abc = A = \epsilon bc$$

Hukum di atas dapat ditinjau sebagai berikut:

1. Jika suatu berkas cahaya monokromatis yang sejajar jatuh pada medium pengabsorpsi pada sudut tegak lurus setiap lapisan yang sangat kecil akan menurunkan intensitas berkas.
2. Jika suatu cahaya monokromatis perihai suatu medium yang transparan, laju pengurangan intensitas dengan ketebalan medium tertentu sebanding dengan intensitas cahaya.
3. Intensitas berkas cahaya monokromatis berkurang secara eksponensial apabila

konsentrasi zat pengabsorpsi bertambah. Hal di atas menunjukkan persamaan mendasar untuk spektroskopi absorpsi, dan dikenal sebagai hukum Lambert Beer atau hukum Beer Bouger. Satuan untuk b (cm), c (mol/ L), a = absorbtivitas molar adalah absorpsi larutan yang diukur dengan ketebalan 1 cm dan konsentrasi 1 mol/ L. Absorbtivitas molar juga dikenal sebagai koefisien ekstingsi molar (ϵ).***



BAB 12

Spektroskopi Fourier Transform Infra Red

©Copyright 2010, Kelly Lasby Photography, All Rights Reserved

Pendahuluan

Inframerah ditemukan pertama kali oleh William Herschel pada tahun 1800. Penelitian selanjutnya diteruskan oleh Young, Beer, Lambert, dan Julius melakukan berbagai penelitian dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Pada tahun 1892 Julius menemukan dan membuktikan adanya hubungan antara struktur molekul dengan inframerah dengan ditemukannya gugus metil dalam suatu molekul akan memberikan serapan karakteristik yang tidak dipengaruhi oleh susunan molekulnya.

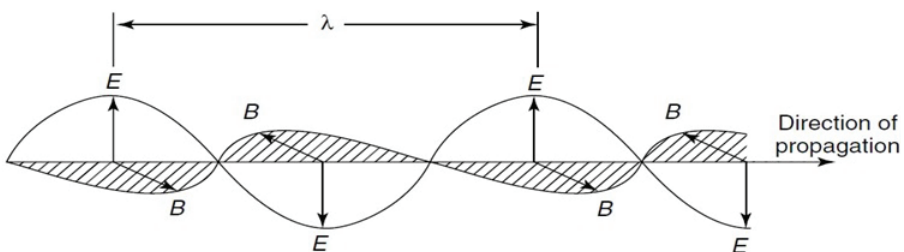
1. Gelombang Infra Red

1.1 Infra Red

Tahukah Anda?

Sir Frederick William Herschel lahir pada 15 November 1738 di Hannover; meninggal dunia di Slough pada umur 83 tahun atau pada 25 Agustus 1822. Sir Frederick William Herschel adalah seorang astronom dan komponis kelahiran Jerman-Inggris yang terkenal karena menemukan planet Uranus. Ia juga menemukan radiasi inframerah dan melakukan penemuan lainnya dalam bidang astronomi.

Radiasi gelombang elektromagnetik adalah energi yang dipancarkan menembus ruang dalam bentuk gelombang-gelombang atau paket-paket energi. Tiap tipe radiasi gelombang elektromagnetik (mulai dari radiasi gelombang radio hingga radiasi gamma) dicirikan oleh panjang gelombang (λ) atau frekuensi (ν) dari gelombang tersebut. Radiasi Elektromagnetik mempunyai panjang gelombang, frekuensi, kecepatan, dan amplitudo. Panjang gelombang (dengan simbol λ) adalah jarak antara dua puncak atau dua lembah dari suatu gelombang seperti terlihat pada Gambar 12.1 di bawah ini.



Gambar 12.1 Gelombang Elektromagnetik
Biasanya satuan panjang gelombang dinyatakan dalam nm atau Angstrom (Stuart, 2004).

Ketika suatu radiasi gelombang elektromagnetik tentang suatu materi, maka akan terjadi suatu interaksi yang berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh atom-atom atau molekul-molekul dari materi tersebut. Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.75–1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000–10 cm^{-1} . Metode spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang meliputi teknik serapan (*absorption*), teknik emisi (*emission*), dan teknik fluoresensi (*fluorescence*). Komponen medan listrik yang banyak berperan dalam spektroskopi umumnya hanya komponen medan listrik seperti dalam fenomena transmisi, pemantulan, pembiasan, dan penyerapan. Penyerapan gelombang elektromagnetik dapat menyebabkan terjadinya eksitasi tingkat-tingkat energi dalam molekul. Dapat berupa eksitasi elektronik, vibrasi, atau rotasi.

Inframerah pertama kali ditemukan oleh William Herschel pada 1800. Penelitian selanjutnya diteruskan oleh Young, Beer, Lambert, dan Julius melakukan berbagai penelitian dengan menggunakan spektroskopi infra merah. Pada 1892 Julius menemukan dan membuktikan adanya hubungan antara

struktur molekul dengan inframerah dengan ditemukannya gugus metil dalam suatu molekul akan memberikan serapan karakteristik yang tidak dipengaruhi oleh susunan molekulnya.

Persamaan yang digunakan untuk menghitung besarnya energi yang diserap oleh ikatan pada gugus fungsi adalah:

$$E = h \cdot \nu = h \cdot \frac{C}{\lambda} = h \cdot C$$

Keterangan:

E = energi yang diserap

h = tetapan Planck = $6,626 \times 10^{-34}$ Joule.det

ν = frekuensi

C = kecepatan cahaya = $2,998 \times 10^8$ m/det

λ = panjang gelombang

ν = bilangan gelombang

1.2 Daerah Panjang Gelombang *Infra Red*

Berdasarkan pada pembagian daerah panjang gelombang (lihat Tabel 12.1), sinar inframerah dibagi atas tiga daerah yaitu:

- a. Daerah inframerah dekat
- b. Daerah inframerah pertengahan
- c. Daerah inframerah jauh

Tabel 12.1
Pembagian daerah panjang gelombang

Jenis	Panjang Gelombang	Bilangan Gelombang	Fq (Hz)
Inframerah dekat	0,75 - 2,5 μm	13.000 - 4.000 cm^{-1}	$3,8 \times 10^{14}$ - $1,2 \times 10^{14}$
Inframerah pertengahan	2,5 - 50 μm	4.000 - 200 cm^{-1}	$1,2 \times 10^{14}$ - $6,0 \times 10^{12}$
Inframerah jauh	50 - 1.000 μm	200 - 10 cm^{-1}	$6,0 \times 10^{12}$ - $3,0 \times 10^{11}$

Dari pembagian daerah spektrum elektromagnetik pada tabel 12.1, daerah panjang gelombang yang sering digunakan pada alat spektroskopi inframerah adalah pada daerah inframerah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang 2,5–50 μm atau pada bilangan gelombang 4.000–200 cm^{-1} . Daerah tersebut adalah cocok untuk perubahan energi vibrasi dalam molekul. Daerah inframerah yang jauh pada bilangan gelombang 400–10 cm^{-1} , berguna untuk molekul yang mengandung atom berat seperti senyawa anorganik tetapi lebih memerlukan teknik khusus dalam percobaannya.

Senyawa kimia tertentu (hasil sintesa atau alami) mempunyai kemampuan menyerap radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum inframerah. Absorpsi radiasi inframerah pada material tertentu berkaitan

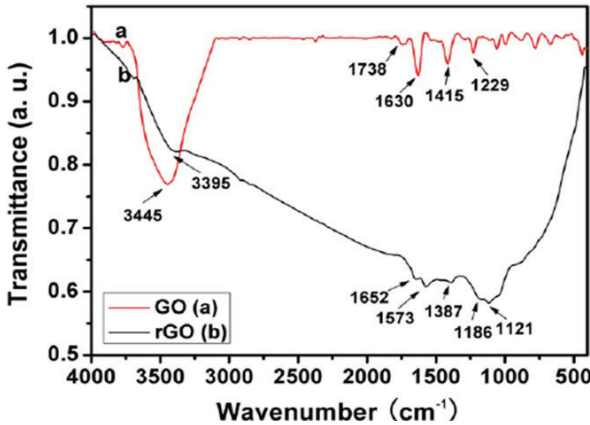
dengan fenomena bergetarnya molekul atau atom. Metode Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut. Metode ini banyak digunakan karena:

1. Cepat dan relatif murah.
2. Dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul.
3. Spektrum inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas dan oleh karena itu dapat menyajikan sebuah *fingerprint* atau sidik jari untuk senyawa tersebut.

Tabel 12.2
Serapan khas beberapa gugus fungsi

Gugus	Jenis Senyawa	Daerah Serapan (cm ⁻¹)
C-H	alkana	2850-2960, 1350-1470
C-H	alkena	3020-3080, 675-870
C-H	aromatik	3000-3100, 675-870
C-H	alkuna	3300
C=C	Alkena	1640-1680
C=C	aromatik (cincin)	1500-1600
C-O	alkohol, eter, asam karboksilat, ester	1080-1300
C=O	aldehida, keton, asam karboksilat, ester	1690-1760

Gugus	Jenis Senyawa	Daerah Serapan (cm ⁻¹)
O-H	alkohol, fenol (monomer)	3610-3640
O-H	alkohol, fenol (ikatan H)	2000-3600 (lebar)
O-H	Asamkarboksilat	3000-3600 (lebar)
N-H	amina	3310-3500
C-N	Amina	1180-1360
NO ₂	Nitro	1515-1560, 1345-1385



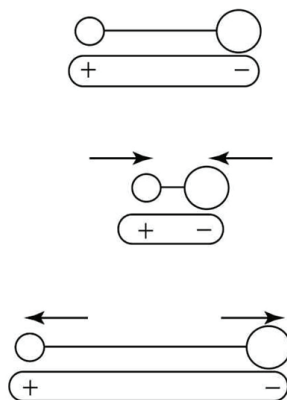
Gambar 12.2 Hasil Uji karakterisasi FTIR sampel GO dan rGO.

1.3 Vibrasi

Jika radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu sampel, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi terjadilah transisi antara tingkat vibrasi dasar (*groundstate*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exited state*). Pengabsorpsian energi pada

berbagai frekuensi bisa dideteksi oleh spektrofotometer inframerah, yang memplot jumlah radiasi inframerah yang diteruskan melalui suatu sampel sebagai fungsi frekuensi (atau panjang gelombang) radiasi. Plot tersebut disebut spektrum inframerah yang akan memberikan informasi penting perihal gugus fungsional suatu molekul.

Vibrasi molekul hanya akan terjadi apabila suatu molekul terdiri dari dua atom atau lebih. Untuk dapat menyerap radiasi inframerah (aktif inframerah), vibrasi molekul harus menghasilkan perubahan momen dipol. Gambar 12.2 tersebut memperlihatkan vibrasi molekul yang menghasilkan perubahan momen dipol.



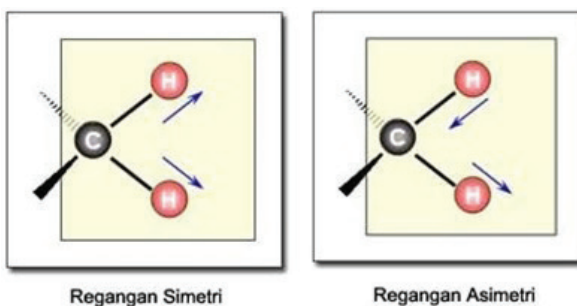
Gambar 12.3 Vibrasi molekul yang menghasilkan perubahan momen dipol

Molekul yang tidak memiliki momen dipol ($\mu = 0$) atau selama bervibrasi ikatannya tidak menghasilkan perubahan momen dipol seperti O₂, N₂ atau C₁₂, maka rotasi ataupun vibrasi molekulnya tidak menyerap radiasi inframerah (inframerah non aktif) (Mudzakir, 2008: 46-47).

Vibrasi molekul digolongkan atas dua golongan besar, yaitu:

a. Vibrasi Regangan (*Stretching*)

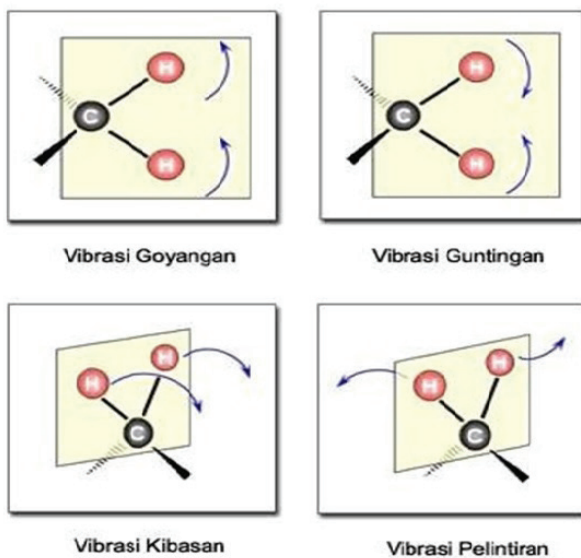
Pada vibrasi ini atom bergerak terus sepanjang ikatan yang menghubungkannya sehingga akan terjadi perubahan jarak antara keduanya, meski sudut ikatan tidak berubah. Terdapat dua macam vibrasi regangan, yaitu vibrasi regangan simetri dan vibrasi regangan asimetri yang ditunjukkan pada gambar 12.3.



Gambar 12.4 Vibrasi regangan simetri (kiri) dan vibrasi regangan asimetri (kanan).

b. Vibrasi *Bending*

Vibrasi *bending* merupakan pergerakan atom yang menyebabkan perubahan sudut ikatan antara dua ikatan atau pergerakan dari sekelompok atom terhadap atom lainnya. Vibrasi bengkokan ini terbagi menjadi empat jenis, yaitu vibrasi goyangan, vibrasi guntingan, vibrasi kibasan, dan vibrasi pelintiran.

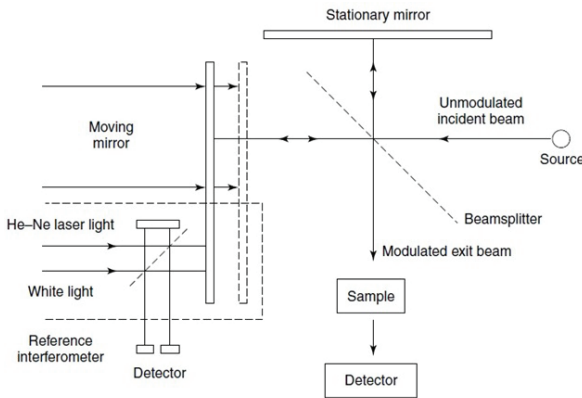


Gambar 12.5 Jenis-jenis vibrasi bending

- c. **Vibrasi *Rocking***, bergerak mengayun asimetri tetapi masih dalam bidang datar.
- d. **Vibrasi *Scissoring***, dimana atom-atom yang terikat pada atom pusat bergerak saling mendekat dan menjauh satu sama lain sehingga sudutnya berubah-ubah.

- e. **Vibrasi *Wagging***, atom-atom bergerak keluar molekul, bolak-balik.
- d. **Vibrasi *Twisting***, atom-atom yang terikat pada molekul yang diam berotasi di sekitar ikatannya.

2. Instrumentasi Spektrofotometri Inframerah Transformasi Fourier



Gambar 12.6 Skema kerja instrumen spektrofotometri FTIR

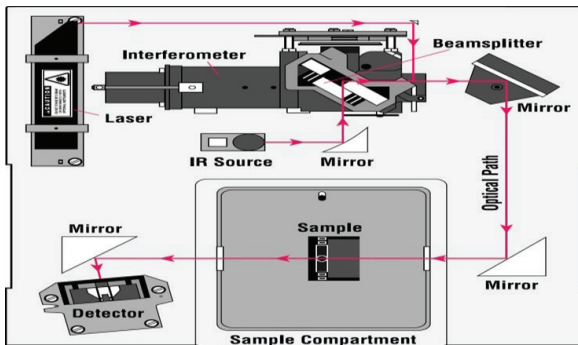
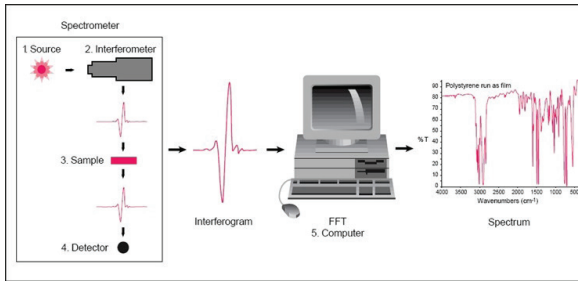
Pada dasarnya Spektro fotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) adalah sama dengan Spektrofotometer Inframerah yang membedakannya ialah pengembangannya pada sistem optiknya sebelum berkas sinar inframerah melewati sampel. Dasar pemikiran dari Spektrofotometer FTIR ialah dari persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830) se-

orang ahli matematika dari Perancis. Persamaannya adalah sebagai berikut:

$$I(\delta) = \int_0^{+\infty} B(\bar{\nu}) \cos(2\pi\bar{\nu}\delta) d\bar{\nu}$$

$$B(\bar{\nu}) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\delta) \cos(2\pi\bar{\nu}\delta) d\delta$$

Dari deret Fourier tersebut, intensitas gelombang dapat digambarkan sebagai daerah waktu atau daerah frekuensi. Perubahan gambaran intensitas gelombang radiasi elektromagnetik dari daerah waktu ke daerah frekuensi atau sebaliknya disebut Transformasi Fourier (*Fourier Transform*). Selanjutnya pada sistem optik, peralatan instrumen FTIR dipakai dasar daerah waktu yang non dispersif. Sebagai contoh aplikasi pemakaian gelombang radiasi elektromagnetik yang berdasarkan daerah waktu adalah interferometer yang dikemukakan oleh Albert Abraham Michelson (Jerman, 1831). Pada sistem optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi inframerah agar sinyal radiasi inframerah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.



Gambar 12.7 Skema alat FTIR [Thermonicolet Corporation (2001) *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*]

Pada proses instrumen analisis sampelnya meliputi:

1. *The source*: energi IR yang dipancarkan dari sebuah benda hitam menyala. Balok ini melewati melalui logam yang mengontrol jumlah energi yang diberikan kepada sampel.
2. Interferometer: sinar memasuki interferometer, spectraencoding mengambil tempat, kemudian sinyal yang dihasilkan keluar dari interferogram.

3. *Sample*: sinar memasuki kompartemen sampel yang diteruskan melalui cermin dari permukaan sampel yang tergantung pada jenis analisis.
4. *Detector*: sinar akhirnya lolos ke detektor untuk pengukuran akhir. Detektor ini digunakan khusus dirancang untuk mengukur sinar interferogram khusus. Detektor yang digunakan dalam spektrofotometer FTIR adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respons yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, dan tidak dipengaruhi oleh temperatur, serta sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi inframerah.
5. *Computer*: sinyal diukur secara digital dan dikirim ke komputer untuk diolah oleh Fourier Transformation berada. Spektrum disajikan untuk interpretasi lebih lanjut.

3. Keunggulan Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red

Secara keseluruhan, analisis menggunakan Spektrofotometer ini memiliki dua kelebihan utama dibandingkan metode konvensional lainnya, yaitu:

1. Dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat dari pada menggunakan cara sekuensial atau pemindaian.
2. Sensitivitas dari metoda Spektrofotometri Fourier Transform Infra Red lebih besar dari pada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah.



BAB 13

X-Ray Diffraction (XRD)

Pendahuluan

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu alat yang memanfaatkan prinsip Bragg dengan menggunakan metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Bahan yang dianalisis adalah tanah halus yang telah dihomogenisasi, dan rata-rata komposisi

massal yang ditentukan. Sinar X ditemukan pertama kali oleh Wihelm Conrad Rontgen pada 1895. Dinamakan sinar X karena tidak diketahui asalnya.

Tahukah Anda?

Wilhelm Conrad Röntgen (27 Maret 1845 – 10 Februari 1923) ialah fisikawan Jerman yang merupakan penerima pertama Penghargaan Nobel dalam Fisika, pada tahun 1901, untuk penemuannya pada sinar-X, yang menandai dimulainya zaman fisika modern dan merevolusi kedokteran diagnostik.

1. Dasar Teori

1.1 Sinar-X

Hamburan sinar-X dihasilkan apabila suatu elektroda logam ditembakkan dengan elektron-elektron dengan kecepatan tinggi dalam tabung vakum. Suatu kristal dapat digunakan untuk mendifraksi berkas sinar-X sebab orde dari panjang gelombang sinar-X hampir sama atau lebih kecil dengan orde jarak antar atom dalam suatu Kristal.

Karakterisasi menggunakan metode difraksi adalah metode analisis yang penting untuk menganalisis suatu kristal. Karakterisasi XRD dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal dengan menggunakan sinar-X. Metode ini dapat digunakan untuk menentukan jenis struktur, ukuran butir, konstanta kisi, dan FWHM. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang di antara 400-800 nm.

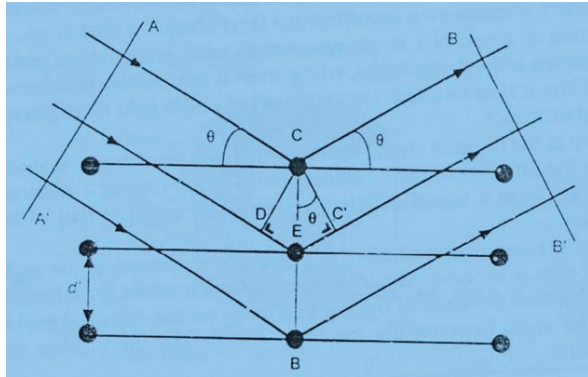
1.2 Hukum Dasar

Dasar dari prinsip pendifraksian sinar-X, yaitu difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif.

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta ; n = 1, 2, \dots$$

Dasar penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah persamaan Bragg. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang mempunyai panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut.

1.3 Difraksi Sinar X



Gambar 13.1 Difraksi Sinar X

Berdasarkan Gambar dapat dituliskan suatu persamaan yang disebut dengan hukum Bragg.

Persamaan tersebut adalah:

$$\text{Beda lintasan } (\delta) = n \lambda$$

$$\delta = DE + EC'$$

$$\delta = 2EC'$$

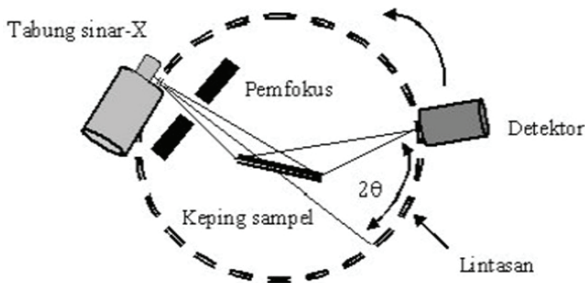
$$\delta = 2EC \sin \theta, EC = d$$

$$\delta = 2 d \sin \theta$$

Dengan λ merupakan panjang gelombang, d adalah jarak antar bidang, n adalah bilangan bulat (1, 2, 3, ...) yang menyatakan orde berkas yang dihambur, dan θ adalah sudut difraksi.

2. Prinsip Kerja XRD

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (*X-ray powder diffraction*) seperti terlihat pada Gambar 13. Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang mempunyai ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar 10^{-7} – 10^{-4} m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu).



Gambar 13.2 Skema prinsip kerja Alat XRD

Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan sampel. Sampel

serbuk atau padatan kristalin mempunyai bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula dengan partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut mempunyai beberapa sudut orientasi sudut tertentu sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dengan n : orde difraksi (1, 2, 3, ...).

λ : Panjang sinar-X

d : Jarak kisi

θ : Sudut difraksi

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit sehingga sumbu-x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan

distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter, dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Jadi, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda.

3. Aplikasi

a. Dalam Teknologi Material

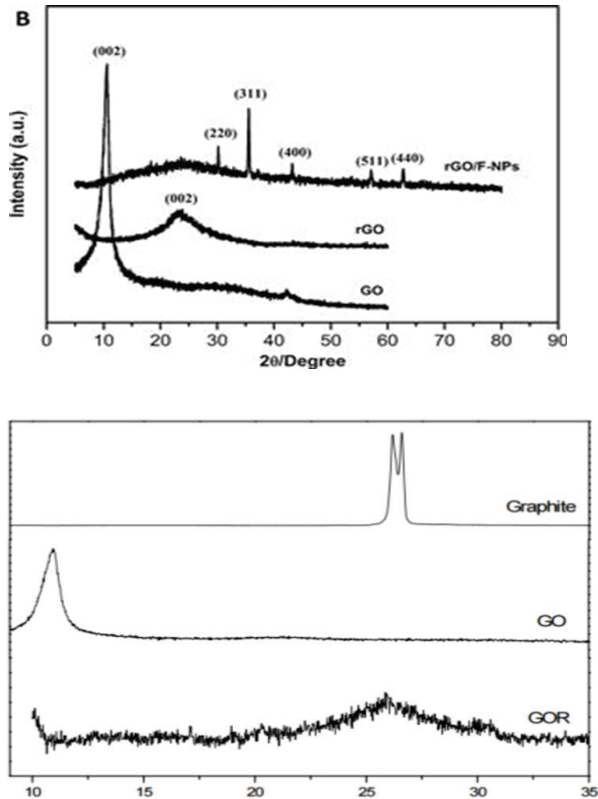
Dalam ilmu material, banyak sistem anorganik dan organologam rumit telah dianalisis menggunakan metode kristal tunggal, seperti fullerenes, metaloforfin, dan senyawa kompleks lainnya.

b. Dalam Dunia Industri

Pada perusahaan semen dan perusahaan-perusahaan besar lain, XRD digunakan sebagai alat uji jaminan mutu suatu bahan.

4. Hasil Uji Karakterisasi Spektrofotometri XRD

Hasil uji karakterisasi XRD pada sampel Grafit, Go, dan rGO dapat diamati pada gambar 13.3. Hasil uji karakterisasi XRD pada Sampel GO memiliki ciri khas yaitu terdapat puncak signifikan pada sudut 10° . Adapun untuk puncak dari grafit dan rGO cenderung tidak terlalu signifikan.



Gambar 13.3 Grafik Hasil uji karakterisasi Grafit, GO, dan rGO.



BAB 14

Scanning Electron Microscope (SEM)

Pendahuluan

Scanning electron microscope (SEM) merupakan salah satu tipe mikroskop yang menggambarkan permukaan sampel melalui proses *scan* dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi elektron dalam suatu pola *scan raster*. Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membuat sampel menghasilkan sinyal yang memberikan informasi mengenai permukaan topografi sampel, komposisi, dan sifat lainnya. Cara yang dilakukan *scanning electron microscope* ialah dengan memindaikan berkas elektron yang dihasilkan oleh *electron gun* ke sampel.

A. Dasar Scanning Electron Microscope (SEM)

Awal munculnya ide mikroskop elektron ini bermula dari diperlukannya alat yang dapat melihat benda berukuran di bawah 200 nm. Karena memiliki ukuran yang sangat kecil, maka diperlukan mikroskop yang mempunyai panjang gelombang pendek sehingga akan bersesuaian dengan ukuran sampel yang kecil. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1–0,2 nm. Dari gagasan inilah, di tahun 1932 lahir mikroskop elektron. Seperti namanya, mikroskop elektron menggunakan sinar elektron yang panjang-gelombangnya lebih pendek dari panjang gelombang cahaya. Karena itu, mikroskop elektron memiliki kemampuan pembesaran objek (resolusi) yang lebih tinggi dibanding mikroskop optik.

Sebenarnya, dalam fungsi pembesaran objek, mikroskop elektron juga menggunakan lensa, namun bukan berasal dari jenis gelas sebagaimana pada mikroskop optik, tetapi dari jenis magnet. Sifat medan magnet ini dapat mengontrol serta mempengaruhi elektron yang melaluinya, sehingga dapat berfungsi menggantikan sifat lensa pada mikroskop optik. Keunikan lain dari mikroskop elek-

Tahukah Anda?

Konsep awal SEM diperkenalkan pertama kali oleh M. Knoll di Jerman tahun 1935 dan diperbaharui dengan penambahan scan kumparan oleh Manfred von Ardenne pada 1938. Pada 1942, desain SEM dimodifikasi oleh Zworykin ketika bekerja untuk RCA Laboratories di Amerika Serikat. Pengembangan berikutnya dilakukan oleh *Cambridge Groups* yang dipimpin oleh Charles Oatley pada 1950 hingga awal 1960.

tron ini adalah pengamatan objek dalam kondisi hampa udara (*vacum*). Hal ini dilakukan karena sinar elektron akan terhambat alirannya jika menumbuk molekul-molekul yang ada di udara normal. Dengan membuat ruang pengamatan objek berkondisi *vacum*, tumbukan antara elektron dengan molekul bisa dihindarkan.

SEM memiliki kedalaman ruang (*depthof-field*) yang besar, yang dapat memfokuskan jumlah sampel yang lebih banyak pada satu waktu dan menghasilkan bayangan yang baik dari sampel secara tiga dimensi. SEM juga menghasilkan bayangan dengan resolusi tinggi, yang berarti mendekati bayangan yang dapat diuji dengan perbesaran tinggi. Kombinasi perbesaran yang lebih tinggi, ruang gelap (*dark field*), resolusi yang lebih besar, dan komposisi serta informasi kristalografi membuat SEM merupakan satu dari peralatan yang paling banyak digunakan dalam penelitian, industri riset dan pengembangan khususnya industri semikonduktor.

Prinsip kerja dari SEM adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron dari *electron gun* yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali

berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Selain itu, SEM juga dapat menentukan letak berkas elektron yang berintensitas tertinggi.

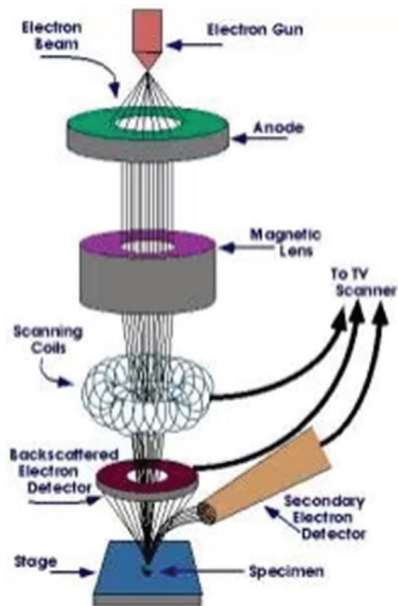
Pada saat dilakukan pengamatan terhadap material, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron yang berintensitas tertinggi dipindai (*scan*) ke seluruh permukaan material sampel. Karena luasnya daerah sampel dapat membatasi lokasi pengamatan yang dilakukan dengan melakukan *zoon-in* atau *zoon-out*. Dengan memanfaatkan berkas pantulan dari benda tersebut, maka informasi dapat diketahui dengan menggunakan program pengolahan citra yang terdapat dalam komputer.

B. Prinsip Kerja SEM

1. Sebuah *electron gun* memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.

3. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

Secara lengkap skema SEM dijelaskan oleh gambar dibawah ini:



Gambar 14.1 Skema SEM

C. Bagian-Bagian SEM

SEM memiliki bagian-bagian penting yang digunakan dalam fungsinya mengkaraktisasi suatu sampel. Bagian-bagian SEM terdiri dari beberapa bagian utama sebagai berikut:

1. Penembak Elektron (*Elektron Gun*)

Elektron Gun terdiri atas dua, yakni termal dan *field emission*.

a. Termal

Pada emisi jenis ini, energi luar yang masuk ke bahan ialah dalam bentuk energi panas. Oleh elektron energi panas ini diubah menjadi energi kinetik. Semakin besar panas yang diterima oleh bahan, maka akan semakin besar pula kenaikan energi kinetik yang terjadi pada elektron, dengan semakin besarnya kenaikan energi kinetik dari elektron, maka gerakan elektron menjadi semakin cepat dan semakin tidak menentu. Pada situasi inilah akan terdapat elektron yang pada akhirnya terlepas keluar melalui permukaan bahan. Pada proses emisi *thermionic* dan juga pada proses emisi lainnya, bahan yang digunakan sebagai asal ataupun sumber elektron disebut sebagai "emiter" atau lebih sering disebut *cathode*, sedan-

gkan bahan yang menerima elektron disebut sebagai anoda. Dalam konteks tabung hampa (*vacuum tube*) anoda lebih sering disebut sebagai *plate*. Dalam proses emisi *thermionic* dikenal dua macam jenis katoda yaitu katoda panas langsung (*Direct Heated Cathode*, disingkat DHC) dan katoda panas tak langsung (*Indirect Heated Cathode*, disingkat IHC). Pada katoda jenis ini, katoda selain sebagai sumber elektron juga dialiri oleh arusheater (pemanas). Material yang digunakan untuk membuat katoda di antaranya adalah Tungsten Filamen.

Tungsten Filamen ialah material yang pertama kali digunakan orang untuk membuat katoda. Tungsten memiliki dua kelebihan untuk digunakan sebagai katoda yaitu memiliki ketahanan mekanik dan juga titik lebur yang tinggi (sekitar 3.400 °C), sehingga tungsten banyak digunakan untuk aplikasi khas yaitu tabung x-ray yang bekerja pada tegangan sekitar 5.000 V dan temperatur tinggi. Tetapi, untuk aplikasi yang umum terutama untuk aplikasi Tabung Audio dimana tegangan kerja dan temperatur tidak terlalu tinggi maka tungsten bukan material yang ideal, hal ini disebabkan karena tungsten memiliki fungsi kerja yang tinggi (4,52 eV) dan juga temperatur kerja optimal yang cukup tinggi (sekitar 2.200 °C).

b. Field Emission

Bagian ini menjadi penyebab lepasnya elektron dari bahan ialah adanya gaya tarik medan listrik luar yang diberikan pada bahan. Pada katoda yang digunakan pada proses emisi ini dikenakan medan listrik yang cukup besar sehingga tarikan yang terjadi dari medan listrik pada elektron menyebabkan elektron memiliki energi yang cukup untuk lompat keluar dari permukaan katoda. Emisi medan listrik adalah salah satu emisi utama yang terjadi pada *vacuum tube* selain emisi thermionic. Jenis katoda yang digunakan adalah *Cold Field Emission* dan *Schottky Field Emission Gun*.

2. Lensa Magnetik

Lensa magnetik yang digunakan, yaitu dua buah *condenser lens*. *Condenser lens* kedua (biasa disebut lensa objektif) memfokuskan *electron* dengan diameter yang sangat kecil, yaitu sekitar 10-20 nm.

3. Detektor

SEM memiliki beberapa detektor yang berfungsi untuk menangkap hamburan elektron dan memberikan informasi yang berbeda-beda. Detektor-detektor tersebut antara lain:

- a. *Backscatter detector*, berfungsi untuk menangkap informasi mengenai nomor atom dan topografi.
- b. *Secondary detector*, berfungsi untuk menangkap informasi mengenai topografi.

4. Sample Holder

Untuk meletakkan sampel yang akan dianalisis dengan SEM.

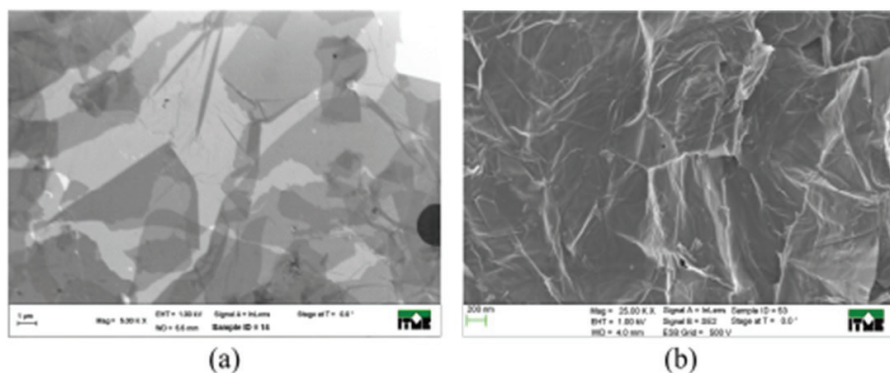
5. Monitor *Cathode Ray Tube* (CRT)

Di layar CRT inilah gambar struktur objek yang sudah diperbesar dapat dilihat.

- a. Topografi, yaitu ciri-ciri permukaan dan teksturnya (kekerasan, sifat memantulkan cahaya, dan sebagainya).
- b. Morfologi, yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek (kekuatan, cacat pada *Integrated Circuit* (IC) dan *chip*, dan sebagainya).
- c. Komposisi, yaitu data kuantitatif unsur dan senyawa yang terkandung di dalam objek (titik lebur, kereaktifan, kekerasan, dan sebagainya).
- d. Informasi kristalografi, yaitu informasi tentang bagaimana susunan dari butir-butir dalam objek yang diamati (konduktivitas, sifat elektrik, kekuatan, dan sebagainya).

D. Hasil SEM GO

Hasil uji karakterisasi GO dan rGO dapat diamati pada gambar 14.2. GO mempunyai permukaan yang relatif besar (dengan tepi lembaran kira-kira ukuran mikrometer) dan morfologinya menyerupai tirai tipis. Parameter ini menunjukkan pengelupasan grafit yang sangat baik selama proses oksidasi. Larutan rGO mempunyai konsentrasi yang lebih tinggi daripada GO. Oleh karena itu, lembaran tersebut diaplikasikan pada substrat Si/SiO₂ Tumpang tindih membentuk struktur yang kompak pada morfologi rGO.



Gambar 14.2 Karakterisasi menggunakan SEM.
(a) GO dan (b) rGO



BAB 15

Spektroskopi Raman

Pendahuluan

Pada saat cahaya berserakan dari molekul atau kristal, kebanyakan foton secara elastis tersebar. Foton yang tersebar mempunyai energi yang sama (frekuensi) dan panjang gelombang, seperti kejadian foton. Namun, sebagian kecil cahaya (sekitar 1 dari 10⁷ foton) tersebar pada frekuensi optik yang berbeda, dan biasanya lebih lambat daripada frekuensi foton kejadian. Proses yang menyebabkan penyebaran inelastis ini disebut efek Raman. Penyebaran Raman dapat terjadi dengan perubahan energi vibrasi,

rotasi atau elektronika dari sebuah molekul. Apabila hamburannya elastis, prosesnya disebut hamburan Rayleigh. Jika tidak elastis, prosesnya disebut hamburan Raman.

A. Dasar Spektroskopi Raman

Pada 1928 seorang ahli fisika kebangsaan India bernama Chandra Venkrama Raman melakukan penelitian sulit dengan hasil temuan yang berarti. Menurut temuan Raman tampak gejala pada molekul dengan struktur tertentu apabila dikenakan radiasi infra merah dekat atau radiasi sinar tampak, akan memberikan sebagian kecil hamburan yang tidak sama dengan radiasi semula. Hamburan yang berbeda dengan radiasi semula (sumber radiasi) tersebut berbeda dalam hal panjang gelombang, frekuensi serta intensitasnya dikenal sebagai *feeble fluorescence* atau hamburan Raman. Hamburan Raman tersebut memberikan garis Raman dengan intensitas tidak lebih dari 0,001% dari garis spektra sumber radiasinya.

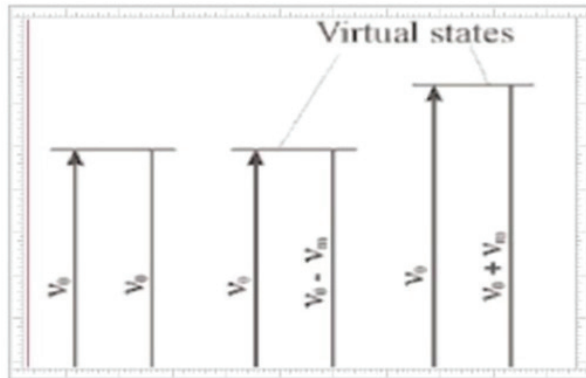
Efek Raman ini sangat lemah dan menjadi kenyataan setelah ditemukan teknik laser 40 tahun kemudian. Cahaya sinar laser tidak sama dengan cahaya matahari atau cahaya dari bola lampu, karena cahaya laser seluruhnya memiliki satu panjang gelombang.

Jadi, jika cahaya mengenai objek, seluruh cahaya akan dihamburkan balik oleh objek tersebut, dimana panjang gelombang cahaya yang datang sama dengan yang dipancarkan balik. Tidak hanya itu saja, gelombang cahayanya berjajar rapat dengan arah yang sama (polarisasi). Dengan demikian, laser dapat meletakkan banyak foton pada spot yang kecil. Ada banyak foton yang menumbuk sampel, satu dalam sejuta, meningkatkan sinyal sehingga menjadi cukup kuat untuk dideteksi. Karena seluruh foton memiliki panjang gelombang yang sama, maka semua akan berinteraksi dengan cara yang sama pada molekul yang jenisnya sama, sehingga memperkuat efek yang terjadi.

Spektroskopi Raman ialah teknik spektroskopi yang berdasarkan pada hamburan inelastik dari cahaya monokromatik yang biasanya berasal dari sinar laser sehingga mengakibatkan deformasi molekular oleh medan listrik E yang ditentukan dengan kemampuan polarisasi molekular α . Spektroskopi Raman dapat digunakan untuk mempelajari material padat, cair, dan gas.

Efek Raman berdasarkan pada hamburan inelastik dari cahaya monokromatik yang biasanya berasal dari sinar laser sehingga mengakibatkan deformasi molekular oleh

medan listrik E yang ditentukan dengan kemampuan polarisasi molekular α . Sinar laser dapat dianggap sebagai gelombang E_M beresilasi dengan vektor listrik E . Saat terdapat interaksi dengan sampel, maka akan terbentuk momen dipole magnet $P = \alpha E$. Karena adanya deformasi periodik, molekul mulai bergetar dengan karakteristik frekuensi V_m .



Gambar 15.1 Skema Transisi Raman

Pada gambar di atas, dipol yang beresilasi akan menghasilkan cahaya dengan tiga frekuensi yang berbeda.

1. Ketika sebuah molekul yang tidak mempunyai mode Raman menyerap foton dengan frekuensi V_0 , maka molekul yang telah tereksitasi akan kembali ke keadaan vibrasi dasar dan memancarkan cahaya dengan frekuensi yang sama

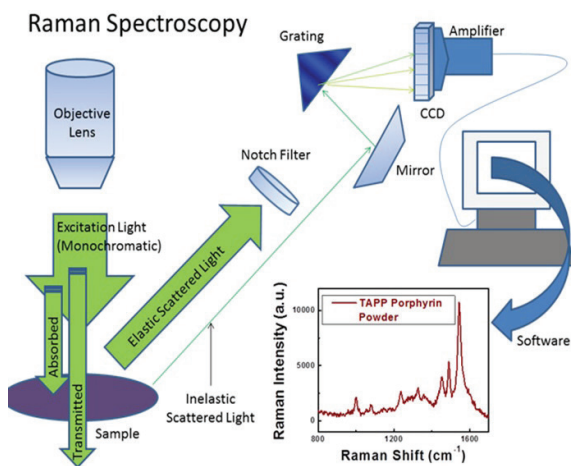
ν_0 dengan sumber eksitasi. Interaksi inilah yang disebut *interaksi Rayleigh*.

2. Ketika sebuah foton dengan frekuensi ν_0 diserap oleh molekul *Raman-active* pada keadaan vibrasi dasar, maka sebagian dari energi foton akan berubah menjadi mode *Raman-active* dengan frekuensi ν_m yang menyebabkan frekuensi hamburan cahaya berkurang menjadi $\nu_0 - \nu_m$. Frekuensi Raman ini disebut *frekuensi Stokes*.
3. Ketika sebuah foton dengan frekuensi ν_0 diserap oleh molekul *Raman-active* pada keadaan vibrasi tereksitasi, maka sejumlah besar energi dari mode *Raman-active* yang tereksitasi akan dilepaskan sehingga molekul kembali ke keadaan vibrasi dasar dan frekuensi yang dihasilkan oleh cahaya yang terhambur akan meningkat hingga $\nu_0 + \nu_m$. Frekuensi Raman ini disebut *frekuensi Anti-Stokes*.

Spektrofotometer Raman umumnya terdiri atas empat komponen utama, yaitu

1. Sumber eksitasi (laser).
2. Sample sistem iluminasi dan optik pengumpul cahaya.
3. Filter atau *spectrophotometer*.
4. Detector (*Photodiode array*, CCD, atau PMT).

B. Prinsip Kerja Spektroskopi Raman



Gambar 15.2 Rangkaian penyusun Spektroskopi Raman

Adapun prinsip kerja spektroskopi Raman dapat dilihat pada gambar 15.2. Di mana sampel disinari dengan sinar laser yang mempunyai *range* antara UV hingga NIR. Hamburan cahaya kemudian dikumpulkan oleh lensa dan dikirim melalui filter interferensi atau spectrophotometer untuk mendapatkan *spectrum Raman sample*. Kemudian digunakan *Photodiode Arrays (PDA)* atau *Charge-Coupled Devices (CCD)* untuk mendeteksi cahaya terhambur Raman.

Pengembangan spektroskopi Raman dapat dilakukan dengan meningkatkan intensitas sinyal Raman dengan metode berikut:

1. *Stimulated Raman*

Hamburan Raman terstimulasi merupakan peristiwa spektroskopi Raman “non-linear“. Di mana lebih banyak sinar datang yang ditransformasi menjadi hamburan Raman sehingga meningkatkan *perbandingan signal-to-noise*. Karena frekuensi Stoke yang besar, maka frekuensi ini kemudian berperan menjadi sumber eksitasi sekunder dan menghasilkan garis Stokes kedua dan seterusnya.

2. *CARS (Coherent Anti Raman Stokes)*

CARS menggunakan dua collinear laser untuk menerangi sampel, dimana laser pertama mempunyai frekuensi konstan sedangkan frekuensi laser kedua diatur sedemikian rupa agar memiliki perbedaan frekuensi diantara dua laser sama dengan frekuensi mode Raman-active. CARS akan menghasilkan satu puncak Raman yang kuat.

3. *SERS (Surface-Enhanced Raman Spectroscopy)* dan *SERRS (Surface-Enhanced Resonance Spectroscopy)*

Salah satu sifat dari sinyal Raman adalah sinyal raman molekul yang terserap oleh permukaan metal dapat menjadi 5 hingga enam kali lebih kuat dari sinyal raman

molekul yang sama dengan jumlah besar. Peristiwa inilah yang mendasari *Surface-Enhanced Raman Spectroscopy*. Permukaan substrat yang paling umum digunakan adalah elektroda perak yang telah digores secara elektrokimia dengan ukuran partikel kurang dari 20 nm. Salah satu kelemahan dari SERS adalah sulitnya interpretasi *spectra*. Karena penguatan sinyal yang dramatis, pita Raman yang lemah pun akan muncul pada SERS. Serta karena interaksi dengan logam, maka dimungkinkan puncak tertentu yang pada konvensional Raman adalah puncak yang kuat, tidak akan terdeteksi di SERS. Untuk mengatasi hal ini, maka diciptakan *Surface-Enhanced Resonance Spectroscopy* (SERRS) yang dapat menghasilkan *spectra* yang mirip dengan *spectra* regular resonansi raman.

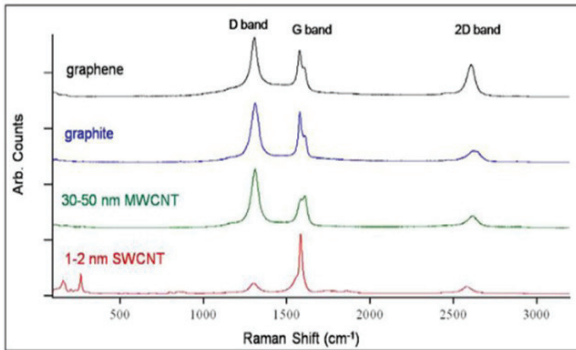
4. Resonance Raman

Terdapat beberapa material terutama yang berwarna, yang menyerap sinar laser dan menghasilkan *fluorescence* yang mengontaminasi spectrum Raman. Hal ini akan menjadi masalah ketika kita melakukan analisis. Terutama apabila yang digunakan merupakan laser UV. Efek resonansi Raman dapat digunakan untuk meminimalisir kendala tersebut. Efek ini terjadi ketika frekuensi laser eksitasi berpotongan dengan frekuensi

elektronik keadaan eksitasi dan beresonansi bersama.

C. Graphene Oxide

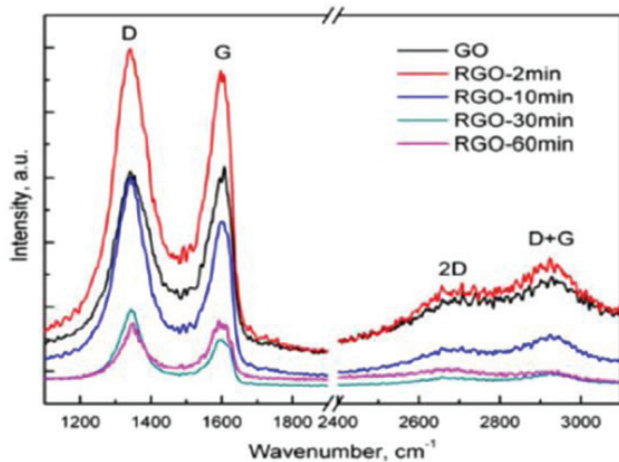
Material GO dan hasil sintesis rGO diuji menggunakan spektroskopi Raman sehingga menghasilkan grafik seperti berikut:



Gambar 15.3 Pola spektroskopi Raman pada grafit, graphene, Multi Walled CNT, dan Single Walled CNT.

Pada spektroskopi Raman setelah sampel ditembak dengan laser didapatkan data yang menunjukkan hubungan antara intensitas Raman dengan bilangan gelombang (*wavenumber*). Pada grafik yang dihasilkan oleh Spektroskopi Raman pada gambar 15.4 memiliki tiga puncak, yaitu puncak atau pita D (*defect*), G (*graphitic*), dan 2D. Puncak D menunjukkan ketidakteraturan susunan kristal atau defek kristal. Puncak G dan 2D

menjadi puncak utama dalam pola Spektroskopi Raman dan menunjukkan keteraturan pada sampel. Puncak G dan 2D juga dapat menunjukkan doping level yang ditunjukkan melalui variasi lebar puncaknya, sedang untuk pita 2D menunjukkan jumlah lapisan sampel. Artinya, semakin tipis sampel maka puncak 2D yang muncul juga akan semakin tinggi. Untuk analisis kuantitatif pada spektroskopi raman, yaitu menghitung perbandingan intensitas puncak D terhadap puncak G. Pada spektroskopi raman tidak semua puncak selalu muncul pada saat karakterisasi sampel, hal ini bergantung pada jenis sampel yang dikarakterisasi.



Gambar 15.4 Pola spektroskopi Raman pada GO dan rGO

Dari hasil grafik di atas menghasilkan letak puncak GO dan rGO, yaitu berada di puncak D dan G secara berturut turut terletak pada bilangan gelombang di sekitar 1.300 cm^{-1} dan 1.590 cm^{-1} . Akan tetapi letak puncak rGO lebih besar dibandingkan puncak pada GO.



BAB 16

Transmission Electron Microscopy (TEM)

Pendahuluan

T*ransmission Electron Microscopy* (TEM) didasarkan pada deteksi elektron yang ditransmisikan melalui sebuah sampel yang tipis. TEM merupakan sebuah metode yang sangat mudah digunakan untuk material dua dimensi seperti grafena dan *graphene oxide* (GO) karena sampel dengan mudah dapat dipreparasi menggunakan bercak tersuspensi pada kisi TEM.

1. *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

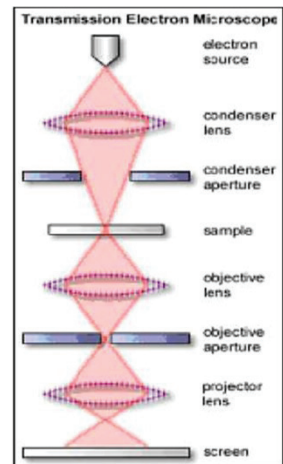
TEM dikembangkan pertama kali oleh dua peneliti dari Jerman, Ernst Ruska dan Max Knoll, pada tahun 1932. Ernst Ruska waktu itu masih seorang mahasiswa doktor dan Max Knoll sebagai dosen pembimbingnya. Oleh karena hasil penemuan mereka yang mengejutkan dunia, Ernst Ruska mendapat penghargaan Nobel Fisika pada tahun 1986. Sebagaimana namanya, TEM bekerja dengan prinsip menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi mengenai komposisi struktur dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut. Dari sifat pantulan sinar elektron tersebut juga bisa diketahui struktur kristal maupun arah dari struktur kristal tersebut. Bahkan dari analisis yang lebih detail, dapat diketahui deretan struktur atom dan ada tidaknya cacat (*defect*) pada struktur tersebut. Hanya perlu diketahui, untuk observasi TEM ini, sampel perlu ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer. Dan ini bukanlah pekerjaan yang mudah, perlu keahlian dan alat secara khusus. Objek yang tidak bisa ditipiskan sampai order tersebut sulit diproses oleh TEM. Dalam pembuatan

perangkat elektronik, TEM sering digunakan untuk mengamati penampang (irisan), berikut sifat kristal yang ada pada perangkat tersebut. Dalam kondisi lain, TEM juga digunakan untuk mengamati irisan permukaan dari sebuah perangkat.

2. Prinsip Kerja TEM

Skema kerja dari TEM dapat diamati pada gambar 16.1 yang menunjukkan tahapan kerja TEM. Beberapa komponen dalam alat TEM adalah sebagai berikut:

1. *Electron Gun*: elektron dihasilkan dan dipercepat sehingga energi besar terpecah.
2. Sistem kondenser: satu set lensa magnetik berbeda-beda dan terpisah sehingga memungkinkan untuk mendapatkan sebuah pancaran sejajar (*microprobe* pada TEM) atau pancaran konvergen dengan sudut konvergen yang dipilih (*nano probe* pada STEM dan CBED). Selanjutnya, pancaran dapat di-*scan* (STEM) atau dimiringkan (DF-TEM).
3. Lensa objektif: lensa sangat berpengaruh pada mikroskop oleh karena lensa menghasilkan gambaran menengah mula-mula, secara kualitas yang menentukan resolusi gambaran akhir.



Gambar 16.1
Skema kerja TEM

4. Difraksi/lensa tengah: pergantian antara penggambaran dan mode difraksi.
5. Lensa proyektif: magnifikasi lebih lanjut dari gambaran menengah kedua (gambar atau pola difraksi, masing-masing).
6. Observasi gambar: gambar dan pola difraksi dapat secara langsung diobservasi pada layar yang menampilkannya dalam ruang proyeksi atau melalui kamera TV peningkatan di bawah kolom mikroskop. Gambar dapat direkam pada film negatif, pada *scan* kamera CCD yang diperlambat atau pada plat yang menampilkan gambaran.
7. Sistem vakum: karena kuatnya interaksi elektron dengan bahan, partikel gas seharusnya tidak tampak dalam kolom. Vakum tingkat tinggi yang dibutuhkan dipertahankan oleh sebuah sistem vakum secara tipikal yang mengompres sebuah pompa rotari (*pre-vacuum pump*), sebuah pompa cabang dan satu atau lebih ion yang diperoleh pompa.

3. HR-TEM

Mikroskopi elektron transmisi resolusi tinggi (HRTEM) (atau HREM) adalah mode pencitraan mikroskop elektron transmisi (SU) yang memungkinkan pencitraan langsung

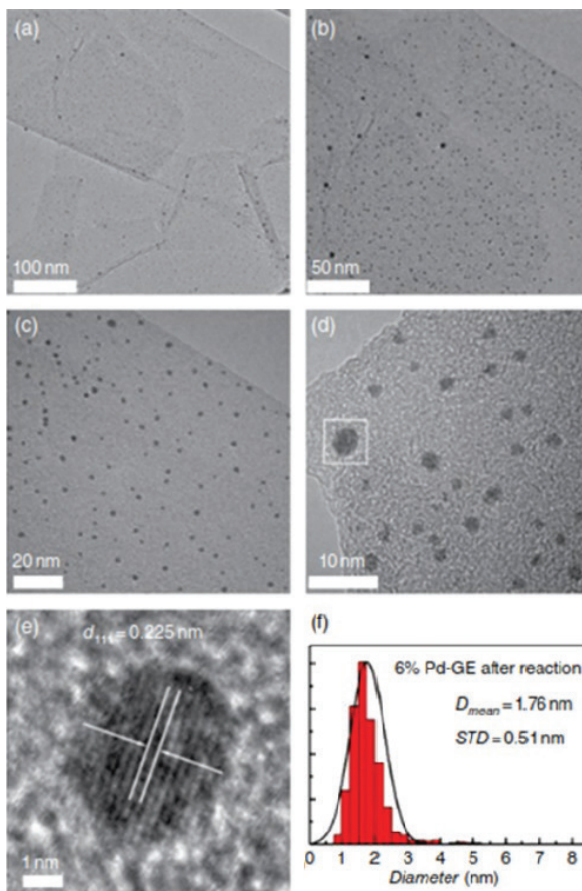
struktur atom sampel. HRTEM adalah alat yang ampuh untuk mempelajari sifat material pada skala atom, seperti semikonduktor, logam, nanopartikel dan sp^2 karbon halus (misalnya graphene, nanotube C). Sementara HRTEM sering juga digunakan untuk merujuk pada pemindaian resolusi tinggi TEM. Saat ini, resolusi titik tertinggi yang direalisasikan pada fase kontras TEM adalah sekitar 0,5 ångströms (0,050 nm). Pada skala kecil ini, atom individu dari kristal dan cacatnya dapat diatasi. Untuk kristal 3 dimensi, mungkin perlu menggabungkan beberapa pandangan, diambil dari sudut yang berbeda, ke dalam peta 3D. Teknik ini disebut kristalografi elektron.

Salah satu kesulitan dengan HRTEM adalah pembentukan gambar bergantung pada kontras fase. Pada pencitraan kontras fase, kontras tidak harus secara intuitif dapat ditafsirkan, karena gambar dipengaruhi oleh penyimpangan lensa pencitraan di mikroskop. Kontribusi terbesar untuk instrumen yang tidak dikoreksi biasanya berasal dari defocus dan astigmatisme. Yang terakhir dapat diperkirakan dari pola cincin Thon yang disebut yang muncul dalam modulus transformasi Fourier dari gambar film amorf tipis.

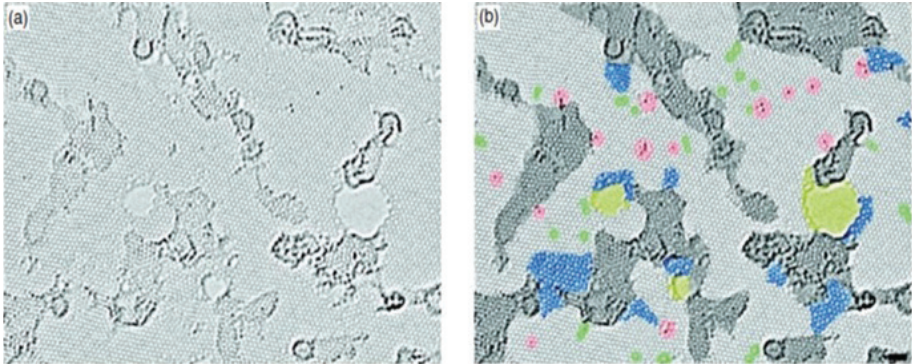
Karena perbesaran secara signifikan lebih tinggi yang diizinkan oleh transmisi beresolusi tinggi elektron mikroskopi (HRTEM), metode ini memberikan banyak kemungkinan dibandingkan dengan TEM biasa. Tingkat resolusi, memungkinkan atom tunggal atau kelompok atom terlihat, memberikan banyak rincian yang berharga untuk memahami struktur GO. Penyimpangan pertama gambar HRTEM yang dikoreksi ransum untuk RGO (dikurangi dengan plasma hidrogen) dilaporkan oleh Gómez-Navarro, dkk. pada tahun 2010. Gambar yang dilaporkan membantu memahami struktur kimia sebenarnya dari GO. Di bawah ini, secara singkat membahas hal itu gambar dalam kaitannya dengan struktur kimia GO. Jelas bahwa bagian terbesar lapisan karbon terdiri dari kristal bersih daerah *graphenic* dimana kisi heksagonal diamati dengan jelas (warna abu-abu terang). Ukuran rata-rata area yang dapat dikristalisasi dengan baik adalah dari 3 sampai 6 nm, dan statistik menunjukkan bahwa mereka mencakup ~ 60% pesawat rGO. Sebagian ada titik cacat terlihat di daerah daerah *grafenic*. Selain area *graphenic*, sejumlah besar daerah yang rusak secara topologis yang tampak seperti kuasiamorf Struktur karbon satu lapis (ditandai dengan warna biru pada Gambar

16.3b) juga dapat diamati. Cacat yang diperluas ini menggabungkan sejumlah besar pentagonan karbon, heptagons dan heksagon diputar di area berukuran nanometer terbatas. Meski demikian, semua atom-atom karbon pada area diikat terhadap 3 atom tetangga dalam planar kovigurasi sp^2 . Cacat topologi yang diperluas mencakup $\sim 5\%$ permukaan dan memamerkan ukuran khas Berdiameter 1-2 nm.

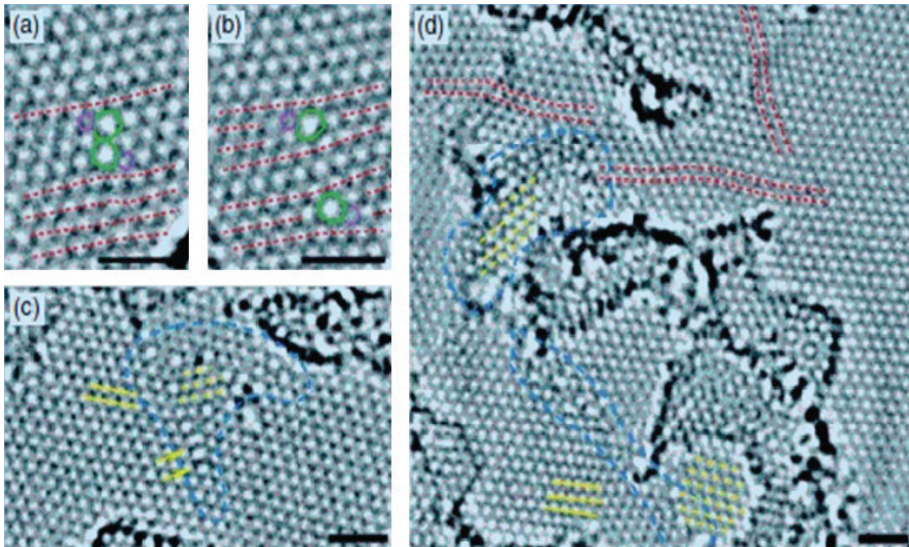
Anehnya, terlepas dari adanya sejumlah besar cacat topologi, orientasi jarak jauh bidang grafena dipertahankan. Urutan jarak jauh ini adalah sebagian diawetkan bahkan di dalam area yang diberi kode warna sebagai cacat topologis. Daerah yang cacat dibatasi oleh garis melengkung hitam. Ini kemungkinan besar poinnya Pembelahan ikatan C-C. Tepi garis hitam memiliki kepadatan yang lebih tinggi dari cluster berwarna putih, atom oksigen yang tersisa. Jadi, titik-titik ikatan C-C Pembelahan diakhiri oleh kelompok fungsional oksigen. Perhatikan bahwa sampel RGO yang dianalisis pada penelitian ini kurang cacat dibandingkan dengan pada sampel pekerjaan serupa oleh Erickson, dkk. Jadi, lebih banyak studi HRTEM diperlukan untuk mendapatkan lebih banyak pengetahuan tentang struktur aktual GO dan RGO. .***



Gambar 16.2 TEM gambar GO-Pd nanopartikel (NP) komposit. Bintik-bintik gelap di panel (a) - (d) adalah NP Pd. (e) Citra HRTEM menunjukkan struktur kristal NP Pd. (f) Histogram distribusi ukuran partikel.



Gambar 16.3 Atom-resolusi, citra TEM yang dikoreksi dengan kelainan dari satu layer rGO. (a) Gambar asli dan (b) gambar warna yang sama dikodekan untuk menyorot berbagai fitur. Area graphene kristal bebas cacat ditampilkan dalam warna abu-abu terang asli. Daerah yang rusak Berbayang dalam abu-abu gelap. Daerah berwarna biru ialah jaringan karbon *single-layer* yang tidak teratur, atau cacat topologi diperpanjang, diidentifikasi sebagai sisa-sisa proses reduksi oksidasi. Area berwarna merah menyoroti adatoms atau substitusi individu. Daerah berwarna hijau menunjukkan cacat topologi terisolasi, yaitu rotasi ikatan tunggal atau inti dislokasi. Lubang dan Rekonstruksi tepi mereka berwarna.



Gambar 16.4 (a, b) Pentagon-heptagon dipole diamati pada dua waktu yang berbeda (2 menit terpisah) di TEM. Pemisahan antara pasangan dislokasi telah meningkat, menunjukkan mobilitas dari grid karbon, dan sejumlah besar strain menyebabkan pemisahan. (c, d) Tambahan kelompok cacat, ditandai dengan garis putus-putus biru. Garis putus-putus kuning menunjukkan daerah dengan sebuah Kisi heksagonal diputar ke orientasi dominan (garis padat kuning untuk perbandingan). Merah Garis putus-putus menunjukkan distorsi pada kisi heksagonal. Panah kuning di (c) menunjukkan poligon karbon yang memanjang. Semua bar skala adalah 1 nm.

DAFTAR PUSTAKA

1. A. Ciesielski dan P. Samori, *Chem. Soc. Rev.*, 43, 381-398 (2014).
2. A. K. Geim dan K. S. Novoselov, *Nature Materials* 6, 1-14 (2007).
3. A. Mudzakir, et al., *Praktikum Kimia Organik (KI425)*, Jurusan Pendidikan Kimia FP MIPA, Universitas Pendidikan Indonesia (2008).
4. A. Nugraha, *Grabat: Baterai Berbahan Graphene Pertama di Dunia*. <https://www.pugam.com/9299/grabat-baterai-berbahan-graphene-pertama-di-dunia/>
5. A. Rahman, R. Prasetyowati, I. Santoso, dan W. S. B. Dwandaru, *Jurnal Fisika*, 5(4) (2016).
6. C. Gomez-Navarro, M. Burghar, K. Kern, *Elastic Properties of Chemically Derived single Graphene Sheets*, *Nano Lett.* 8, 2045-2049 (2008).
7. C. Miao, C. Zheng, O. Liang, dan Y.-H. Xie, *Chemical Vapour Deposition of Graphene, Physics and Applications of Graphene* Sergey Mikhailov, IntechOpen (2011). www.intechopen.com/books/physics-and-applications-of-graphene-experiments/chemical-vapor-deposition-of-graphene

8. D. W. Boukhvalov dan M. I. Katsnelson, *ACS Nano* 5, 2440 (2011).
9. D. Yang, F. Yang, J. Hu, J. Long, C. Wang, D. Fu, dan Q. Ni, *Chem. Commun.*, 4447-4449 (2009).
10. E. J. G. Santos, A. Ayuela, dan D. Sanchez-Portal, *New J. Phys.* 14, 043022 (2012).
11. F. Anwar, *Kendalikan Pemakaian Antibiotik, ilmuwan kembangkan Plester 'Pintar'* (2015). <https://health.detik.com/berita-detikhealth/d-3072231/kendalikan-pemakaian-antibiotik-ilmuwan-kembangkan-plester-pintar>.
12. F. Chemat, Z. Huma, and M. K. Khan, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 813–835 (2011).
13. F. J. Fuchs, *Ultrasonic Cleaning: Fundamental Theory and Application*. Blackstone-Ney Ultrasonics, 2002. <http://www.mrc.magicnet.co.il/data/MagicNetFiles/General//Ultrasonic%20Cleaning.pdf>
14. G. L. Kennedy Jr. dan H. Sherman, *Drug. Chem. Toxicol.*, 9(2) 147-170 (1986).
15. G. Sukmawati, *Grapene Oxide: Bahan Baru Membran* (2016). https://www.academia.edu/22621825/GRAPHENE_OXIDE_BAHAN_BARU_MEMBRAN
16. H. A. Becerril, J. Mao, Z. Liu, R. M. Stoltenberg, Z. Bao, Y. Chen, *CAS Nano*, 2 463-470 (2008).
17. H. Li, Z. Song, X. Zhang, Y. Huang, S. Li, Y. Mao, H. J. Ploehn, Y. Bao, M. Yu, *Science*, 342(6154) 95-98 (2013).
18. H. Shen, L. Zhang, M. Liu, dan A. Zhang, *Theranostics*, 2(3) 283-294 (2012).

19. H. W. Kim, H. W. Yoon, S. M. Yoon, B. M. Yoo, B. K. Ahn, Y. H. Cho, et al., *Science*, 342 91-95 (2013).
20. Ilhami dan Susanti, Pengaruh Massa Zn dan Temperatur Hydrothermal Terhadap Struktur dan Sifat Elektrik Material Graphene, Institut Teknologi Surabaya (2014).
21. J. N. Coleman, *Adv Funct Mater*, 19(23) 3680-3695 (2009).
22. J. N. Israelachvili, *Intermolecular and Surface Forces*, Academic Press (2011).
23. J. W. Suk, R. D. Piner, J. An, and R. S. Ruoff, *ACS Nano* 4, 6557-6564 (2010).
24. K. S. Suslick, *Applications of Ultrasound to Materials Chemistry*. *MRS Bulletin*, 29-34 (1995).
25. K. Vilku, R. Mawson, L. Simons, dan D. Bates, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 9 161 -169 (2008).
26. M. Wang and C. Ming Li, *New J. Phys.* 12, 083040 (2010).
27. M. Wang, W. Huang, M. B. Chan-Park, and C. M. Li, *Nanotechnology* 22, 105702 (2011).
28. N. Krane, *Preparation of Graphene Selected Topics in Physics of Nanoscale Carbon* (2013).
29. NN, *Graphite and its Awesome Properties*, www.electroboom.com/?p=835, diakses tanggal 19 Juli 2018.
30. NN, <http://info.hahapro.com>, diakses pada tanggal 2 Juni 2018.
31. NN, <http://www.mse.ntu.edu.tw>, diakses pada 1 April 2018.
32. NN, *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, Thermo Nicolet Corporation (2007).

33. NN, Struktur Kimia GO, <https://www.tcichemicals.com/en/us/support-download/tcicemail/application/167-06.html>, diakses pada tanggal 19 Juli 2018.
34. P. D. Pratiwi, Preparasi Nanomaterial Karbon Menggunakan Metode Liquid Mechanical Exfoliation Dibantu oleh Linear Alkylbenzene Sulfonate dengan Variasi Waktu Pencampuran, Skripsi, Universitas Negeri Yogyakarta (2016).
35. P. Matyba, H. Yamaguchi, G. Eda, M. Chhowalla, L. Edman, dan N. D. Robinson, *ACS Nano*, 4(2) 637-642 (2010).
36. Q. Feng, N. J. Tang, F. C. Liu, Q. Q. Cao, W.H. Zheng, W. C. Ren, X. G., Wan, and Y. W., Du, *ACS Nano* 7, 6729 (2013).
37. R. Kalyani and K. Gurunathan, *Kenkyu Journal of Nanotechnology & Nanoscience*, 1 30-33 (2015).
38. Rani, <http://www.dokumen/Tinjauan/Pustaka/Document.html#>, diunduh pada tanggal 10 Januari 2018.
39. S. Baig, R. Farooq, and F. Rehman, *World Applied Sciences Journal*, 10 (8), 936 – 944 (2010).
40. S. C. Ray, S. K. Bhunia, A. Saha, dan N. R. Jana, *Microelectronic Engineering*, 146 (1) 48-52 (2015).
41. Shao-Hui Kang, Te-Huang Fang, Zheng-Han Hong, and Cheng-Hsin Chuang, *Diamond & Related Materials* 38, 73 – 78 (2013).
42. Stefan S., Nina H., Mohammadreza K., Antonio A., Emanuele O., Pasqualino M., Federico C., *Applied Surface Science* 421, B 778-782 (2017).
43. Struktur kimia grafena struktur kimia GO, <http://www.graphenewholesale.com/graphene-structure>, diakses tanggal 18 Juni 2018.

44. Struktur Kimia rGO, <https://www.ossila.com/products/reduced-graphene-oxide-powders>, diakses tanggal 19 Juli 2018.
45. T. Leong, M. Ashokkumar, dan S. Kentish, *Acoustics Australia*, 39 (2) (2011).
46. Tao Tang, Fuchi Liu, Yuan Liu, Xinyu Li, Qinghua Xu, Qian Feng, Nuian Tang, and Youwei Du, *Applied Physics Letters* 104, 123104 (2014).
47. Truong and Lee, *Graphene From Fundamental to Future Application*. South Korea: Chonbuk National University (2013).
48. W. W. Cai, Y. W. Zhu, X. S. Li, R. D. Piner, and R. S. Ruoff, *Appl. Phys. Lett.*, 95 123115 (2009).
49. Wang S., dkk., *The Effect of Surfactants and Their Concentrations On The Liquid-Exfoliation of Graphene*, Beijing University (2014).
50. X. An, T. Simmons, R. Shah, C. Wolfe, K. M. Lewis, M. Washington, S. K. Nayak, S. Talapatra, dan S. Kar, *Nano Letters*, 10 4295-4301 (2010).
51. X. Yang, Y. Wang, X. Huang, Y. Ma, Y. Huang, R. Yang, H. Duan, dan Y. Chen, *J. Mater. Chem.*, 21 3448-3454 (2011).
52. Y. Liu, N. J. Tang, X. G. Wan, Q. Feng, M. Li, Q. H. Xu, F. C. Liu, and Y. W. Du, *Sci. Rep.* 3, 2566 (2013).
53. Y. Rafitasari, H. Suhendar, N. Imani, F. Luciana, H. Radean, I. Santoso, *Sintesis Graphene Oxide dan Reduced Graphene Oxide, Prosiding Seminar Nasional Fisika (E-Journal) SNF 2016*, V, Oktober (2016).
54. Y. Song, Y. Chen, L. Feng, J. Ren, dan X. Qu, *Chem. Commun.* 47 4436-4438 (2011).

55. Zaki, Preparasi Membran Graphene Oxide untuk Desalinasi Air Laut, Institut Teknologi Bandung (2016). https://www.researchgate.net/publication/303725102_Preparasi_Memban_Graphene_Oxide_Untuk_Desalinasi_Air_Laut

TENTANG PENULIS



Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Ph.D lahir di Sleman Yogyakarta pada 29 Januari 1980, putra dari Bapak Bambang Sugeng dan Ibu Susi Susilowati (alm.) yang beralamat di Dusun Gemawang, RT 01/RW 43, No, 15A, Sinduadi, Mlati, Sleman, Yogyakarta. Ia memulai pendidikan sekolah dasar di Cranbrook Elementary School, Amerika Serikat lulus tahun 1992, kemudian melanjutkan ke SMP Negeri 6 Yogyakarta lulus tahun 1995. Pendidikan SMA Negeri 6 Yogyakarta lulus tahun 1998. Pendidikan berikutnya ditempuh di Universitas Gadjah Mada, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program studi Fisika S-1 lulus tahun 2003. Kemudian menempuh pendidikan S-2 dan S-3 program studi Fisika di Bristol University (UK) lulus tahun 2011. Saat ini beliau mengabdikan diri sebagai staf pengajar di Universitas Negeri Yogyakarta, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program studi Fisika.



Rhyko Irawan Wisnuwijaya, S.Si lahir di Bantul pada 17 Juli 1995, putra dari Bapak Dhedhy Subarmo dan Ibu Wasiyem yang beralamat di Dusun Gendeng, RT 03, Bangunjiwo, Kasihan, Bantul, Yogyakarta. Memulai pendidikan sekolah dasar di SD Bibis, lulus tahun 2007, kemudian melanjutkan ke SMP Negeri 2 Kasihan lulus tahun 2010. Pendidikan SMA 1 Kasihan lulus tahun 2013. Pendidikan berikutnya ditempuh di Universitas Negeri Yogyakarta, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program Studi Fisika S-1, lulus tahun 2017. Selain menjalani aktivitas kuliah, ia juga tergabung dalam Unit Kegiatan Mahasiswa FMIPA UNY Kelompok Sekrup yang bergerak dalam bidang seni sebagai ajang pengembangan diri dalam berorganisasi selama rentang waktu 3 tahun.



Lia Desi Parwati, S.Si lahir di Klaten 25 Desember 1995, Memulai pendidikan sekolah dasar di SD N 1 Blimbing, lulus tahun 2007, dan melanjutkan ke Sekolah Menengah Pertama Negeri 1 Karangnongko lulus pada tahun 2010. Pendidikan Menengah Atas Negeri 1 Karangnongko lulus pada tahun 2013. Pendidikan berikutnya ditempuh di Universitas Negeri Yogyakarta, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program Studi Fisika S-1 lulus pada tahun 2017.