

SINTESIS KOMPOSIT rGO/PANi DENGAN METODE POLIMERISASI *IN-SITU*

Linda Mei Restiana¹, Nugrahani Primary Putri²

^{1,2}Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

lindameirestyana@gmail.com

Abstrak

Komposit rGO/PANi berhasil disintesis dengan metode polimerisasi *in-situ* dengan bahan dasar grafit dan monomer anilin dimana rGO berperan matriks dan PANi sebagai *filler*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik dari komposit rGO/PANi. Hasil yang diperoleh berupa hasil uji XRD yang menunjukkan bahwa pemberian PANi pada rGO dapat menyebabkan pergeseran beberapa puncak difraksi dari Kristal rGO namun pergeseran tersebut tidak jauh berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh para peneliti sebelumnya, sedangkan pada hasil uji Raman spektroskopi menunjukkan bahwa PANi dapat menurunkan rasio I_D/I_G dari rGO yang mengakibatkan *defect* atau kecacatan Kristal dari rGO semakin rendah, selain itu PANi juga menyebabkan rGO yang semula *single layer* menjadi *bi-layer* yang ditunjukkan dengan adanya dua puncak 2D pada hasil pengujian Raman spektroskopi. Hasil uji terakhir yaitu FTIR, menunjukkan komposit yang terbentuk sudah baik dengan ditemukannya gugus fungsi yang menjadi karakteristik dari rGO dan gugus fungsi PANi yang terdapat pada rentang panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} .

Kata kunci : rGO, PANi, Polimerisasi *in-situ*.

Abstract

rGO/PANi composite was successfully synthesized by *in-situ* polymerization method with graphite and monomer aniline as the base material where rGO played a matrix and PANi as filler. This study aims to determine the characteristics of rGO/PANi composites. The results obtained in the form of XRD test results showed that PANi administration in rGO can cause a shift of several diffraction peaks from the rGO crystal but the shift is not significantly different from the previous research, while spectroscopic Raman test results show PANi gain can reduce the ratio I_D/I_G from rGO which resulted in crystal defects from rGO was lower, besides PANi also caused the original rGO single layer to be bi-layer which was shown by the presence of two 2D peaks in the Raman spectroscopic test results. The results of the final test, FTIR, showed that the composites formed were good with the discovery of functional groups which were characteristic of rGO and PANi functional groups found in the range 400 - 4000 cm^{-1} wavelength.

Keywords : rGO, PANi, *in-situ* polymerization.

PENDAHULUAN

Pengembangan teknologi saat ini menyebabkan meningkatnya pengembangan material dalam berbagai disiplin ilmu. Material yang banyak dikembangkan saat ini misalnya *reduced Graphene Oxide* (rGO). Sebagai upaya peningkatan kualitas material rGO, dilakukan inovasi dengan membuat komposit rGO dengan beberapa material pendukung. Material yang sering digunakan sebagai komposit rGO yaitu polimer konduktif seperti PANi. Komposit rGO/PANi banyak diaplikasikan sebagai material superkapasitor (Tao *et al.*, 2017), sebagai material sensor gas amoniak (Wu *et al.*, 2013), dan masih banyak lagi. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa PANi dapat meningkatkan karakteristik dari rGO seperti yang dilakukan oleh Huang *et al.*, (2012) dimana PANi dikomposisikan dengan rGO dengan metode hibrida dan menghasilkan material nanofiber yang sangat konduktif sebagai sensor gas amoniak dengan dihasilkannya sensitivitas sensor sebesar 59,2%. Sedangkan penelitian lain yang dilakukan oleh Tao *et al.*, (2017) menyatakan bahwa PANi yang mengisi permukaan dari rGO dapat memberikan pengaruh yang sangat tinggi terhadap kinerja rGO sebagai superkapasitor. Namun beberapa kelemahan yang dialami

pada saat melakukan sintesis komposit rGO/PANi yaitu pada metode *composite Hybrid* produk material yang dihasilkan sangat sedikit dengan tingkat kegagalan sintesis yang relative tinggi dengan biaya produksi yang relative mahal. Sedangkan penelitian lain yang dilakukan oleh Mitra *et al.*, (2015) dengan mensintesis komposit rGO/PANi dengan metode *Wet Mixing* menunjukkan bahwa PANi tidak dapat mengisi permukaan rGO secara sempurna sehingga *defect* yang dihasilkan sangat tinggi pada pengujian Raman spektroskopi. Pada metode lain yaitu polimerisasi *in-situ* yang dilakukan oleh Yuxi *et al.*, (2017) menunjukkan bahwa PANi dapat mengisi permukaan rGO dengan sempurna. Berdasarkan penelitian-penelitian terdahulu yang relevan, penulis melakukan penelitian dengan melakukan sintesis komposit rGO/PANi dengan metode polimerisasi *in-situ* yang diharapkan PANi dapat meningkatkan karakteristik dari rGO.

METODE

2.1 material

Bahan yang digunakan pada penelitian ini untuk mensintesis komposit rGO/PANi dengan metode polimerisasi *in-situ* yaitu grafit, H_2SO_4 , NaNO_3 , KMnO_4 ,

H₂O, Isopropanol, Monomer Anilin, H₃PO₄, APS, HCl, dan H₂O₂.

2.2 preparasi sampel

Proses sintesis komposit rGO/PANi diawali dengan sintesis grafit menjadi *Graphene Oxide* dengan metode *Hummers* termodifikasi yaitu dengan mencampur 2,5 gram grafit, 70 ml H₂SO₄, dan 0,5 gram NaNO₃ yang distirring pada suhu ruang selama 15 menit. Kemudian larutan dimasukkan kedalam *ice bath* dengan suhu dijaga antara 0°C - 10°C dan distirring selama 15 menit. Dilakukan penambahan 7,5 gram KMnO₄ secara bertahap hingga larutan berwarna hitam kehijauan. Setelah itu larutan dipindahkan kedalam *water bath* dan distirring dengan suhu 35°C selama 30 menit lalu ditambahkan 70 ml H₂O hingga suhu yang dihasilkan mencapai 90°C selama 15 menit hingga larutan berwarna coklat pekat, dan ditambahkan lagi H₂O sebanyak 210 ml secara bertahap untuk menurunkan suhu larutan. Selanjutnya sebanyak 50 ml H₂O₂ 30% dimasukkan secara bertahap hingga warna larutan berubah menjadi coklat kekuningan. Hasil sintesis kemudian dicuci dengan HCl 0,1 M dan aquademin untuk menetralkan pH larutan. Selanjutnya dicentrifuge untuk memperoleh filtrat *Graphite Oxide* yang kemudian dilakukan proses ultrasonikasi untuk menghasilkan *Graphene Oxide*.

Tahap selanjutnya yaitu proses sintesis polimerisasi *in-situ* dimana 12,5 ml *Graphene Oxide* dari proses *Hummers* diultrasonikasi dengan 7,5 ml H₂O dan 10 ml Isopropanol selama 15 menit. Kemudian sebanyak 0,685 ml monomer anilin ditambahkan pada larutan dan diultrasonikasi selama 15 menit. Setelah itu larutan dikeluarkan dari alat ultrasonic dan dimasukkan kedalam *ice bath* dengan ditambahkan 0,61 ml H₃PO₄ 85% dan 0,5 ml HCl 10 M selama 15 menit lalu ditambahkan sebanyak 0,429 gram APS dan distirring selama 6 jam dengan suhu dijaga antara 0°C-5°C hingga warna larutan berubah menjadi hijau emerald. Tahap terakhir yaitu proses pengeringan dimana larutan hasil sintesis komposit rGO/PANi dioven pada suhu 100°C dalam waktu 5 jam sehingga diperoleh komposit rGO/PANi dalam bentuk padatan.

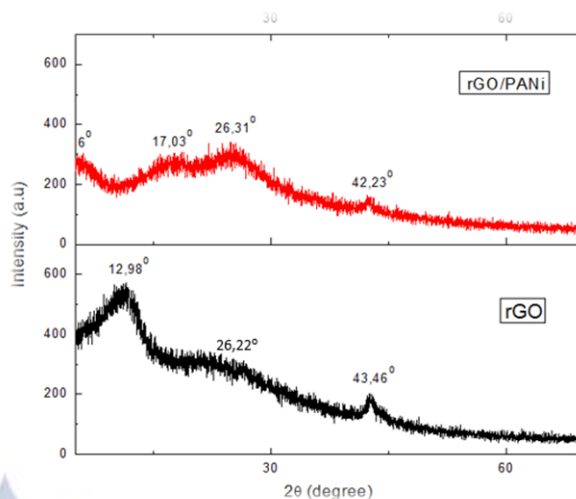
2.3 karakterisasi sampel

Hasil sintesis komposit rGO/PANi dikarakterisasi XRD untuk mengetahui fasa kristalin yang terbentuk, Raman spektroskopi untuk mengetahui kecacatan kristal dari komposit rGO/PANi, dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi pada komposit rGO/PANi,

HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis Hasil Uji XRD

Hasil Uji XRD dari sintesis komposit rGO/PANi dapat dilihat pada gambar berikut:

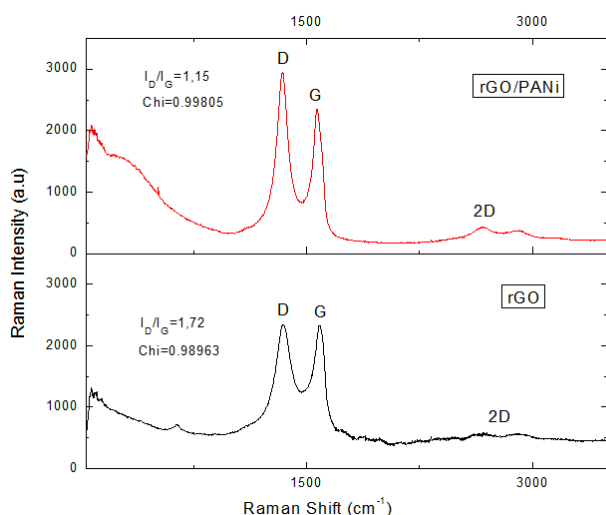


Gambar 3.1. Hasil uji XRD rGO dan komposit rGO/PANi

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Dari hasil uji XRD pada penelitian ini dapat diketahui partikel rGO memiliki puncak difraksi pada 2θ terdapat pada $12,98^\circ$ dengan nilai *d-spacing* 6,8158 Å, dan $43,46^\circ$ dengan nilai *d-spacing* 2,1255 Å. Sedangkan indeks Miller yang menunjukkan karakteristik dari rGO menurut penelitian Mitra *et al.*, (2015) yaitu (002) dan (100) ditemukan pada puncak 2θ yakni pada $26,22^\circ$ dan $43,46^\circ$. Sehingga puncak difraksi partikel rGO/PANi terdapat pada 6° , $17,03^\circ$, $26,31^\circ$, $42,23^\circ$ dengan nilai *d-spacing* sebesar 14,7168 Å, 5,2011 Å, 3,3847 Å, 2,1384 Å dimana penambahan PANi menyebabkan pergeseran puncak difraksi rGO pada $26,22^\circ$ menjadi $26,31^\circ$ dan $43,46^\circ$ menjadi $42,23^\circ$. Nilai ini memiliki kemiripan nilai difraksi partikel PANi pada penelitian yang dilakukan oleh Zhao *et al.*, (2015) yakni pada sudut 6° dan 18° . Adanya puncak 6° dan $17,03^\circ$ yang teridentifikasi sebagai *peak* PANi menandakan bahwa PANi berhasil dikompositkan dengan rGO sehingga dapat menyisip pada struktur kristal dari rGO.

3.2 Analisis Hasil Uji Raman Spektroskopi

Hasil Uji Raman Spektroskopi dari sintesis komposit rGO/PANi dapat dilihat pada gambar berikut:

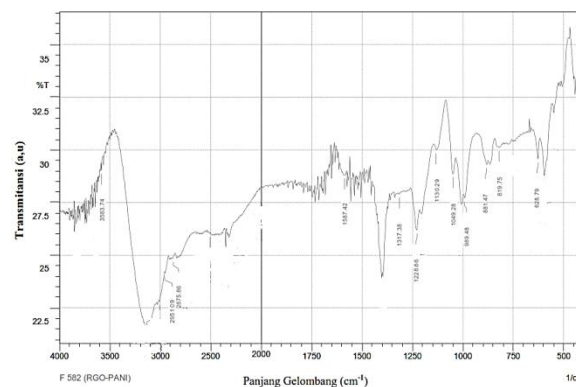


Gambar 3.2. Hasil uji Raman Spektroskopi rGO dan komposit rGO/PANi

Pengujian Raman bertujuan untuk mengetahui rasio I_D/I_G yang kemudian digunakan untuk mengetahui kemurnian dan kecacatan (*defect*) dari suatu material. Pada penelitian ini, rGO memiliki puncak D, G dan 2D berturut-turut 1348,14 cm⁻¹; 1583,70 cm⁻¹; 2780,55 cm⁻¹ dengan nilai rasio I_D/I_G sebesar 1,72. Sedangkan pada komposit rGO/PANi puncak D, G dan 2D berturut-turut 1343,16 cm⁻¹; 1572,59 cm⁻¹; 2667,83 cm⁻¹ dengan nilai rasio I_D/I_G sebesar 1,15. Penambahan PANi pada rGO menyebabkan nilai I_D/I_G yang semakin rendah sehingga menyebabkan *defect* yang dihasilkan semakin rendah (gambar 4.4) dikarenakan PANi dapat menyisip kedalam *defect* yang ada pada rGO dan ini pula yang menyebabkan pada hasil pengujian Raman didapatkan puncak D pada komposit rGO/PANi lebih tinggi dibandingkan dengan puncak D pada rGO. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yuxi *et al.*, (2017). Adanya puncak 2D pada rGO dan komposit rGO/PANi dapat digunakan untuk mengetahui jenis layer pada keduanya. Puncak 2D pada rGO dan rGO/PANi jika dilihat memiliki dua puncak, namun setelah melalui proses *fitting* dapat diketahui bahwa pada rGO puncak 2D sebenarnya hanya ada satu dan pada rGO/PANi memiliki puncak 2D sebanyak 2 puncak (Lampiran 1 hal.51). Satu puncak yang dimiliki oleh rGO menandakan bahwa proses sintesis yang dilakukan pada penelitian kali ini dapat menghasilkan rGO dengan jenis *single layer*, sedangkan penambahan PANi pada rGO menyebabkan material yang terbentuk menjadi *bilayer*.

3.3 Analisis Hasil Uji FTIR

Hasil Uji FTIR dari sintesis komposit rGO/PANi dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 3.3. Hasil uji FTIR komposit rGO/PANi

Komposit rGO/PANi berhasil disintesis dengan ditunjukkannya karakteristik *peak* dari PANi yaitu adanya ikatan C-H bending pada bilangan gelombang 628,79 cm⁻¹, 819,75 cm⁻¹, dan 1317,38 cm⁻¹, ikatan C=C *stretch of quinoid ring* pada bilangan gelombang 1587,42 cm⁻¹ dan ikatan C-N pada bilangan gelombang 1130,29 cm⁻¹ yang memiliki kemiripan dengan penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh beberapa sumber. Efek Dopant pada penelitian ini muncul akibat dari doping asam protonik pada saat proses polimerisasi PANi pada komposit rGO/PANi yang menandakan *Emeraldine Base* yang terbentuk bersifat konduktif. Sedangkan gugus fungsi dari rGO pada komposit ini sangat mendominasi yaitu adanya ikatan O-H pada bilangan gelombang 3583,74 cm⁻¹, ikatan C-O pada 1228,66 cm⁻¹, ikatan C-Cl pada 1049,28 cm⁻¹, ikatan O-H pada 3583,74 cm⁻¹ dan ikatan C-H yang terdapat pada bilangan gelombang 2875,86 cm⁻¹ dan 2951,09 cm⁻¹ dimana dari gugus fungsi tersebut memiliki kemiripan dengan karakteristik *peak* dari rGO dari beberapa penelitian terdahulu.

KESIMPULAN

Karakteristik dari material rGO/PANi yang disintesis dengan menggunakan metode *Hummers* termodifikasi dan metode polimerisasi *in-situ*, diperoleh hasil uji XRD yang memiliki puncak difraksi yang hampir sama dengan referensi dan ditemukannya indeks *Miller* yang menunjukkan karakteristik dari rGO. Hasil uji Raman menunjukkan bahwa PANi yang dikompositkan pada rGO dapat menurunkan rasio I_D/I_G yang menandakan bahwa *defect* dari rGO semakin rendah. Pada uji FTIR ditemukan ikatan PANi yang sesuai dengan referensi dan ikatan rGO yang mendominasi yang menandakan bahwa pada komposit rGO/PANi ini rGO berperan sebagai matriks dan PANi sebagai filer.

DAFTAR PUSTAKA

- Huang, Xiaolu, Nantao Hu, Rungang Gao, Yuan Yu, Yanyan Wang, Zhi Yang, Eric Siu-Wai Kong, Hao Wei, and Yafei Zhang. 2012. "Reduced Graphene Oxide-polyaniline Hybrid: Preparation, Characterization and Its Applications for Ammonia Gas Sensing." *Journal of Materials Chemistry* 22 (42): 22488. <https://doi.org/10.1039/c2jm34340a>.
- Kaitsuka, Yuki, Noriko Hayashi, Tomoko Shimokawa, Eiji Togawa, and Hiromasa Goto. 2016. "Synthesis of Polyaniline (PANi) in Nano-Reaction Field of Cellulose Nanofiber (CNF), and Carbonization." *Polymers* 8 (2): 40. <https://doi.org/10.3390/polym8020040>.
- Khuspe, G.D., D.K. Bandgar, Shashwati Sen, and V.B. Patil. 2012. "Fussy Nanofibrous Network of Polyaniline (PANi) for NH₃ Detection." *Synthetic Metals* 162 (21-22): 1822-27. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2012.08.022>.
- Kumar, Ramesh, D.K. Avasthi, and Amarjeet Kaur. 2017. "Fabrication of Chemiresistive Gas Sensors Based on Multistep Reduced Graphene Oxide for Low Parts per Million Monitoring of Sulfur Dioxide at Room Temperature." *Sensors and Actuators B: Chemical* 242 (April): 461-68. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.11.018>.
- Tao, Yuxi, Ziang Liu, Xue-Zhi Song, Ming Bao, and Zhenquan Tan. 2017. "Solution Effect on Synthesis of Polyaniline/RGO Composite for High-Performance Supercapacitor." *Nano* 12 (07): 1750088. <https://doi.org/10.1142/S1793292017500886>.
- Widiyanti, Nurvita, Putri, Nugrahani Primary 2018. Sintesis Polianilin/Selulosa Sebagai Alternatif material sensor kelembaban. Surabaya: Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Vol 07 No 02 Hal 71-73
- Wu, Zuquan, Xiangdong Chen, Shibu Zhu, Zuowan Zhou, Yao Yao, Wei Quan, and Bin Liu. 2013. "Enhanced Sensitivity of Ammonia Sensor Using Graphene/Polyaniline Nanocomposite." *Sensors and Actuators B: Chemical* 178 (March): 485-93. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.01.014>.
- Yuliah, Y., Hardjo, D.H., Fitrilawati, Deme. T.A., 1997. Pengaruh Pij,stickizer Dalaivi Pelarut Nmp Pada Sifat Mekanik Polianilin. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Padjadjaran.
- Zhou, Lisha, Fangping Shen, Xike Tian, Donghong Wang, Ting Zhang, and Wei Chen. 2013. "Stable Cu₂O Nanocrystals Grown on Functionalized Graphene Sheets and Room Temperature H₂S Gas Sensing with Ultrahigh Sensitivity." *Nanoscale* 5 (4): 1564. <https://doi.org/10.1039/c2nr33164k>.

UNESA
Universitas Negeri Surabaya