

**PENGARUH BERAT  $\text{KMnO}_4$  DAN WAKTU OKSIDASI DI METODE  
HUMMERS PADA MEMBRAN RGO/GO *BILAYER* DENGAN  
METODE VAKUM FILTRASI UNTUK APLIKASI MATERIAL  
PENGHANTAR LISTRIK**

**SKRIPSI**

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan Teknik  
Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh :  
Muhammad Irwansyah  
3334160016

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA  
CILEGON – BANTEN  
2022**

**LEMBAR PENGESAHAN**

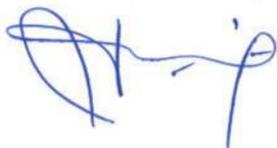
**PENGARUH BERAT  $\text{KMnO}_4$  DAN WAKTU OKSIDASI DI METODE  
HUMMERS PADA MEMBRAN RGO/GO *BILAYER* DENGAN  
METODE VAKUM FILTRASI UNTUK APLIKASI MATERIAL  
PENGHANTAR LISTRIK**

**SKRIPSI**

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan Teknik  
Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

Pembimbing I



**Adhitya Trenggono. ST., M.Sc.**  
NIP. 197804102003121001

Pembimbing II



**Yus Rama Denny M. S.Si., M.Si., Ph.D**  
NIP. 198206222009121002

**LEMBAR PERSETUJUAN**

**PENGARUH BERAT  $\text{KMnO}_4$  DAN WAKTU OKSIDASI DI METODE  
HUMMERS PADA MEMBRAN RGO/GO *BILAYER* DENGAN  
METODE VAKUM FILTRASI UNTUK APLIKASI MATERIAL  
PENGHANTAR LISTRIK**

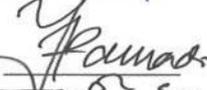
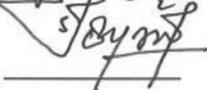
**SKRIPSI**

Disusun dan diajukan oleh:

**Muhammad Irwansyah**

**3334160016**

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal 22 Juli 2022

	Susunan Dewan Penguji	Tanda Tangan
Penguji I	: <u>Adhitya Trenggono, S.T., M. Sc</u>	
Penguji II	: <u>Yus Rama Denny M, M.Si., Ph.D</u>	
Penguji III (Ketua Sidang)	: <u>Suryana, ST., M. Si</u>	

Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana  
Teknik

Mengetahui  
Ketua Jurusan Teknik Metalurgi

  
  
**Adhitya Trenggono, ST., M.Sc.**  
NIP. 197804102003121001

## LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis skripsi berikut:

Judul : PENGARUH BERAT  $KMnO_4$  DAN WAKTU OKSIDASI  
DI METODE HUMMERS PADA MEMBRAN RGO/GO  
*BILAYER* DENGAN METODE VAKUM FILTRASI  
UNTUK APLIKASI MATERIAL PENGHANTAR  
LISTRIK

Nama Mahasiswa : Muhammad Irwansyah

NIM : 3334160016

Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi tersebut diatas adalah benar- benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar pernyataan.

Cilegon, Juli 2022



**Muhammad Irwansyah**  
NIM. 3334160016

## ABSTRAK

Penggunaan limbah untuk digunakan kembali menjadi bahan baku merupakan salah satu upaya untuk pencegahan pencemaran lingkungan. Selain itu pada perkembangan jaman yang terus berjalan, penggunaan teknologi mengalami inovasi yang sangat cepat, sehingga hal ini dikembangkan untuk menjadi material maju yang terbaru. Grafena oksida merupakan zat antara dalam sintesis kimia grafena sebelum gugus fungsional oksigen dihilangkan. Oleh karena itu, grafena oksida dan grafena oksida tereduksi memiliki sifat untuk potensi aplikasi baru. Belakangan ini, grafena oksida dan grafena oksida tereduksi berpotensi untuk digunakan pada aplikasi modern seperti sensor, sel surya, *transistors circuits interconnects memory*, dan *conductive inks*. Material grafit yang disintesis sebagai grafena berpotensi dalam penyerapan gelombang elektromagnetik yang baik, serta memiliki sifat konduktivitas dan mekanik yang lebih menjamin. Pada penelitian ini berhasil dilakukan pembuatan membran rGO/GO *bilayer* dengan metode deposisi vakum filtrasi menggunakan variasi berat  $\text{KMnO}_4$  sebesar 6 gr, 8 gr, dan 10 gr, serta variasi waktu oksidasi sebesar 2 jam, 3 jam, dan 4 jam. Membran rGO/GO *bilayer* yang terbentuk memiliki permukaan yang halus. Membran rGO/GO yang dihasilkan memiliki nilai konduktivitas terbesar yaitu  $66,046 \text{ m}^{\text{S}}/\text{m}$  pada berat  $\text{KMnO}_4$  10 gr serta waktu oksidasi 2 jam. Pengujian konduktivitas juga menunjukkan bahwa dari penelitian ini semakin homogen dan stabil suspensi rGO maka nilai konduktivitas yang diperoleh akan meningkat. Karakterisasi raman digunakan dalam penelitian ini, tujuan utamanya adalah untuk mempelajari karakteristik elektronik dan komposisi grafena. membran GO/rGO hasil sintesis menghasilkan puncak difraksi  $2\theta$  untuk GO pada rentang  $9,04^\circ - 11,56^\circ$  dan untuk rGO pada rentang  $23,05^\circ - 23,42^\circ$ .

**Kata Kunci:** Grafena, Membran, Filtrasi, Listrik, Hummers

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat yang diberikan-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Berat  $\text{KMnO}_4$  dan Waktu Oksidasi Di Metode Hummers Pada Membran *rGO/GO Bilayer* Dengan Metode Vakum Filtrasi Untuk Aplikasi Material Penghantar Listrik”. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Adhitya Trenggono, ST., M.Sc., selaku ketua jurusan Teknik Metalurgi dan selaku Koordinator Skripsi, serta sebagai Pembimbing I dan bapak Yus Rama Denny M., S.Si., M.Si., Ph. D sebagai Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan serta motivasi sehingga Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
2. Kedua orang tua yang selalu memberi dukungan dan do’a kepada Penulis.
3. Kinanti Ambarwati, S.Pd. yang telah memberikan dukungan dan motivasi selama penelitian.
4. Serta teman-teman Metalurgi 2016, Himamet Untirta, dan PM3I.

Sekian dari penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pihak lain yang membacanya.

Cilegon, Juli 2022



Muhammad Iwansyah

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PERSETUJUAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>LEMBAR PERNYATAAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>BAB I     PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah .....	2
1.3 Tujuan .....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Sistematika Penulisan.....	4
<b>BAB II    TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
2.1 Karbon.....	6
2.2 Grafena .....	7
2.2.1 Struktur Grafena .....	8
2.2.1 Sifat Grafena .....	9

2.3	Grafena Oksida.....	11
2.3.1	Struktur Grafena Oksida .....	12
2.4	Grafena Oksida Tereduksi .....	14
2.5	Sintesis Grafena .....	15
2.5.1	<i>Micromechanical Cleavage</i> .....	15
2.5.2	<i>Electrochemical Exfoliation</i> .....	16
2.5.3	<i>Exfoliation Graphite Oxide</i> .....	16
2.5.4	<i>Arc Discharge</i> .....	16
2.5.5	<i>Unzipping Carbon Nanotube</i> .....	16
2.5.6	<i>Epitaxial Growth On Silicon Carbide</i> .....	17
2.5.7	<i>Chemical Vapor Deposition (CVD)</i> .....	17
2.5.8	<i>Mischellaneous Method</i> .....	17
2.6	Vakum Filtrasi.....	18
2.7	Karakterisasi Grafena.....	19
2.7.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	19
2.7.2	<i>Raman Specroscopy</i> .....	20
2.7.3	<i>Four Point Probe (FPP)</i> .....	22
<b>BAB III</b>	<b>METODE PENELITIAN .....</b>	<b>25</b>
3.1	Diagram Alir .....	25
3.2	Alat dan Bahan .....	27
3.2.1	Alat.....	27
3.2.2	Bahan.....	27
3.3	Prosedur Penelitian.....	28

3.3.1 Pembuatan Grafena Oksida.....	28
3.3.2 Sintesis Grafena Oksida Tereduksi .....	29
3.3.3 Pembuatan Membra <i>Bilayer</i> .....	30
3.3.4 Karakterisasi.....	31
3.3.4.1 <i>Four Point Probe</i> (FPP) .....	31
3.3.4.2 Raman Spectroscopy.....	31
3.3.4.3 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	32
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>33</b>
4.1 Hasil dan Pembahasan.....	33
4.2 Karakterisasi <i>Four Point Probe</i> (FPP) .....	34
4.3 Karakterisasi Raman Spectroscopy .....	40
4.3 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) .....	45
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>48</b>
5.1 Kesimpulan.....	48
5.2 Saran.....	48
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>50</b>
<b>LAMPIRAN A CONTOH PERHITUNGAN .....</b>	<b>54</b>
<b>LAMPIRAN B DATA HASIL PENELITIAN .....</b>	<b>57</b>
<b>LAMPIRAN C DATA HASIL PENELITIAN .....</b>	<b>59</b>

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 4.1</b> Nilai Hasil Pengujian FPP.....	34
<b>Tabel 4.2</b> Data Pengujian Raman Spectroscopy .....	40
<b>Tabel B.1</b> Nilai Hasil Pengujian FPP .....	58
<b>Tabel B.2</b> Data Pengujian Raman Spectroscopy .....	58

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Jumlah total publikasi ilmiah grafena.....	7
<b>Gambar 2.2</b> Kisi Honey Comb.....	8
<b>Gambar 2.3</b> Struktur Hexagonal Grafena.....	9
<b>Gambar 2.4</b> Sintesis Grafit menjadi Grafena .....	11
<b>Gambar 2.5</b> Skematik struktur Grafena Oksida.....	12
<b>Gambar 2.6</b> Skematik grafena oksida tereduksi.....	14
<b>Gambar 2.7</b> Vakum filtrasi.....	18
<b>Gambar 2.8</b> Skematik Raman Spectroscopy.....	22
<b>Gambar 3.1</b> Diagram AlirPercobaan.....	26
<b>Gambar 3.2</b> Serbuk Grafena Oksida.....	29
<b>Gambar 3.3</b> Grafena Oksida Tereeduksi.....	30
<b>Gambar 4.1</b> Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan KMnO <sub>4</sub> 6gram.....	30
<b>Gambar 4.2</b> Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan KMnO <sub>4</sub> 8 gram .....	35
<b>Gambar 4.3</b> Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan KMnO <sub>4</sub> 10 gram.....	36
<b>Gambar 4.4</b> Pengaruh Penambahan KMnO <sub>4</sub> Pada Waktu Oksidasi 2 jam.....	37
<b>Gambar 4.5</b> Pengaruh Penambahan KMnO <sub>4</sub> Pada Waktu Oksidasi 3 jam.....	38
<b>Gambar 4.6</b> Pengaruh Penambahan KMnO <sub>4</sub> Pada Waktu Oksidasi 4 jam .....	39
<b>Gambar 4.7</b> Hasil Pengujian Raman pada: (a) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (d) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 4 jam, dan (e) Membran GO Standar.....	42
<b>Gambar 4.8</b> Pola Difraksi XRD pada: (a) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan KMnO <sub>4</sub> 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 2	

jam, dan (d) Membran GO Standar .....	46
<b>Gambar C.1</b> Air Deionisasi .....	60
<b>Gambar C.2</b> Asam Fosfat .....	60
<b>Gambar C.3</b> Asam Klorida .....	60
<b>Gambar C.4</b> Asam Sulfat .....	60
<b>Gambar C.5</b> Cawan Krusibel .....	60
<b>Gambar C.6</b> Corong .....	60
<b>Gambar C.7</b> Gelas Beker .....	61
<b>Gambar C.8</b> Gelas Ukur .....	61
<b>Gambar C.9</b> Grafit .....	61
<b>Gambar C.10</b> Hidrazin Monohidrat .....	61
<b>Gambar C.11</b> Hidrogen Peroksida .....	61
<b>Gambar C.12</b> Kalium Permanganat .....	61
<b>Gambar C.13</b> Kertas Lakmus .....	61
<b>Gambar C.14</b> Kertas Saring .....	61
<b>Gambar C.15</b> <i>Magnetic Stirrer</i> .....	62
<b>Gambar C.16</b> Minyak .....	62
<b>Gambar C.17</b> Neraca Digital .....	62
<b>Gambar C.18</b> Oven .....	62
<b>Gambar C.19</b> Pipet Tetes .....	62
<b>Gambar C.20</b> Vakum Filtrasi .....	62

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Penggunaan limbah untuk digunakan kembali menjadi bahan baku merupakan salah satu upaya untuk pencegahan pencemaran lingkungan. Selain itu pada perkembangan jaman yang terus berjalan, penggunaan teknologi mengalami inovasi yang sangat cepat, sehingga hal ini dikembangkan untuk menjadi material maju yang terbarukan. Penerapan teknologi rekayasa material pada saat ini semakin bervariasi hal ini disebabkan oleh kebutuhan manusia yang sangat beraneka ragam. Oleh karena itu manusia dituntut untuk semakin kreatif dan produktif terutama dalam bidang pengembangan teknologi rekayasa material. Tujuan utama dalam rekayasa material yaitu merekayasa permukaan suatu material agar diperoleh material baru yang mempunyai sifat lebih baik dari sifat material sebelumnya. Salah satu sifat yang harus dimiliki oleh material dalam penelitian ini adalah ramah lingkungan dan mengutamakan "*smart green industries*".

Grafena terbentuk dari satu lapisan atom karbon dua dimensi dengan struktur sarang lebah heksagonal yang terdiri dari dua sub-kisi setara atom karbon yang terikat bersama dengan ikatan. Struktur grafena menunjukkan sifat mekanik, listrik, dan termal yang baik. Sebagai hasil dari sifat-sifat tersebut, graphene memiliki potensi untuk digunakan dalam persiapan bahan elektroda dan tinta konduktif;

dengan demikian, grafena dapat digunakan secara luas dalam film konduktif transparan.

Grafena oksida merupakan zat antara dalam sintesis kimia grafena sebelum gugus fungsional oksigen dihilangkan. Oleh karena itu, grafena oksida dan grafena oksida tereduksi memiliki sifat untuk potensi aplikasi baru. Belakangan ini, grafena oksida dan grafena oksida tereduksi berpotensi untuk digunakan pada aplikasi modern seperti sensor, sel surya, *transistors circuits interconnects memory*, dan *conductive inks* (Saqib dkk, 2015).

Penelitian sebelumnya (Jinxing wang, 2015), 1 gram grafit dicampur dengan 92mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan 24mL HNO<sub>3</sub> dalam gelas beker 500mL di dalam wadah *ice bath* kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, selanjutnya menambahkan KMnO<sub>4</sub> 6 gram, kemudian pengadukan di dalam wadah *ice bath* selama 2 jam. Dilanjutkan dengan pengadukan pada suhu 35°C selama 30 menit, Penambahan 92mL akuades perlahan dengan pengadukan suhu 85°C selama 30 menit. Kemudian mendinginkan larutan sampai dengan suhu ruang, selanjutnya menambahkan 10mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan diaduk selama 30 menit lalu diamati terjadi perubahan warna menjadi coklat muda. Endapan dicuci dengan 1L akuades dan dilanjutkan dengan larutan campuran 1:10 HCl:Akuades. Lalu endapan dipanaskan pada oven dengan suhu 60°C selama 6,5 jam untuk mendapatkan serbuk grafena oksida. Kemudian ditambahkan larutan hidrazin monohidrat (N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) untuk menghasilkan grafena oksida tereduksi (rGO).

## 1.2 Identifikasi Masalah

Sisa limbah grafit pada tungku busur listrik *electric arc furnace* hasil produksi peleburan baja masih belum maksimal untuk dimanfaatkan sebagai material baru, maka dari itu dijadikan bahan baku sintesis grafena. Sintesis grafena dengan menggunakan metode Hummers dilakukan untuk menghasilkan grafit yang tereduksi menjadi grafena oksida tereduksi, sehingga memiliki unsur karbon yang lebih tinggi untuk dijadikan sebagai material fungsional. Disisi lain berat  $\text{KMnO}_4$  dan waktu lamanya oksidasi mempengaruhi grafena yang dihasilkan.

## 1.3 Tujuan

Tujuan dilakukan penelitian ini antara lain yaitu:

1. Memanfaatkan limbah elektroda *electric arc furnace* sebagai bentuk dari produk terbarukan.
2. Melakukan pengujian konduktivitas membran dengan *Four Point Probe* (FPP).
3. Mengetahui *deffect* dengan menggunakan *Raman Spectroscopy*
4. Mengetahui struktur kristal yang terbentuk dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).
5. Memperoleh hasil optimum dari grafena hasil pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  dan waktu oksidasi menggunakan metode *Hummers*.

## 1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Grafit didapatkan dari sisa limbah elektroda *electric arc furnace*

peleburan baja.

2. Grafit serbuk diperoleh dari reduksi ukuran dari pengerjaan *crushing* dan *grinding* limbah elektroda *electric arc furnace*.
3. Grafena oksida yang digunakan didapatkan dari sintetis menggunakan modifikasi metode Hummers.
4. Parameter penelitian terdiri dari variabel tetap dan variabel bebas.

Variabel tetap sebagai berikut:

Suspensi rGO = 4 ml; PAA = 1 mg; Hidrazin monohidrat = 0.1 ml

Variabel bebas penelitian ini yaitu berat  $\text{KMnO}_4$  dan waktu oksidasi dengan uraian sebagai berikut:

Berat  $\text{KMnO}_4$  : 6; 8; dan 10 gram.

Waktu oksidasi : 2; 4; dan 8 jam.

5. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan *Four Point Probe* (FPP), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Raman Spectroscopy*.
6. Penelitian dilakukan di Laboratorium Material Fungsional dan Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Metalurgi FT. Untirta.

## 1.5 Sistematika Penulisan

Penulisan skripsi ini dibagi menjadi lima bab dan daftar pustaka. Bab I menjelaskan mengenai latar belakang, identifikasi masalah, tujuan, batasan masalah, dan sistematika penulisan penelitian mengenai proses sintesis grafena dengan menggunakan metode Hummers. Bab II menjelaskan mengenai teori-teori dasar yang mendukung penelitian ini sekaligus sebagai acuan dalam analisis dan

pembahasan. Bab III menjelaskan mengenai metode penelitian yang berisi tentang diagram alir penelitian, alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian, prosedur dan metode penelitian yang dilakukan. Bab IV menjelaskan hasil-hasil yang didapat dari penelitian serta analisis lebih lanjut terhadap hasil-hasil tersebut. Bab V menjelaskan kesimpulan dari hasil serta saran-saran untuk perbaikan atau aspek lain yang perlu dikaji lebih lanjut.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Karbon**

Karbon adalah salah satu unsur pertama yang diketahui manusia, dan merupakan salah satu unsur kimia yang paling luar biasa. Penggunaan bahan karbon untuk banyak aplikasi berasal dari keragaman struktur dan sifat unik bahan yang membentang dari ikatan kimia antara atom karbon hingga struktur nano, penyetaraan kristal, dan struktur mikro. Intan dan grafit keduanya merupakan bentuk kristal tiga dimensi (3D) dari unsur karbon. Grafit murni terdiri dari ikatan hibridisasi  $sp^2$ , sedangkan berlian murni terdiri dari ikatan hibridisasi  $sp^3$ . Atom karbon dalam intan tersusun dalam kisi, yang merupakan variasi dari struktur kristal kubus berpusat muka (fcc). (M.H. Nazaré, 2000).

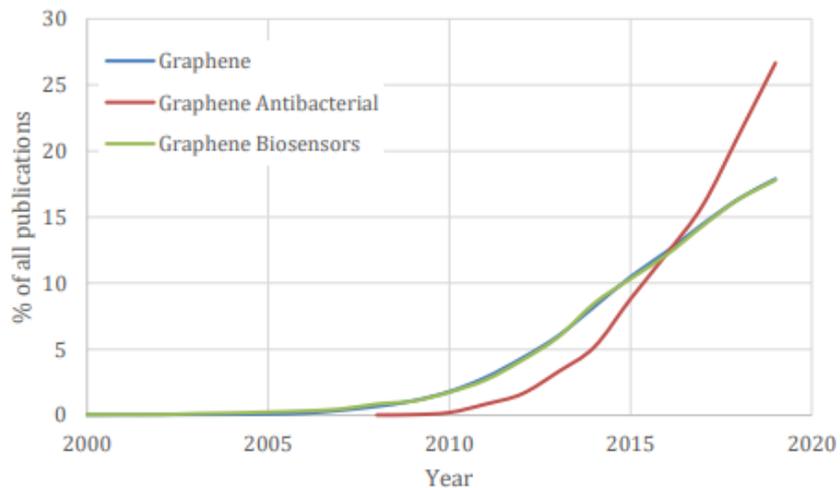
Karbon memiliki kualitas fisik superlatif, yang sebagian besar berasal dari ikatan kovalen yang kuat antara atom-atomnya (hibridisasi  $sp^3$ ). Tidak seperti berlian, grafit khususnya digambarkan terdiri dari struktur pipih (berlapis, planar). Pada setiap lapisan, atom karbon tersusun dalam kisi heksagonal dengan pemisahan 0,142 nm (hibridisasi  $sp^2$ ), dan jarak antar bidang (lapisan) adalah 0,335 nm. Dua bentuk grafit yang diketahui, (heksagonal) dan (rhombohedral), memiliki sifat fisik yang sangat mirip. Struktur pipih memiliki gaya yang jauh lebih kuat di dalam bidang lateral daripada di antara bidang.

## 2.2 Grafena

Grafena merupakan alotrop kristalin dari atom karbon yang membentuk struktur kisi heksagonal dengan hibridisasi  $sp^2$ . Atom karbon  $sp^2$  membentuk kisi kristal *honeycomb*. Grafena memiliki sifat yang istimewa dan sedang banyak dikembangkan beberapa tahun terakhir. Grafena dapat diaplikasikan pada berbagai bidang, seperti dalam pembuatan elektroda, superkapasitor, dan baterai lithium ion. Selain itu juga dapat digunakan sebagai bahan pembuatan layar sentuh, bola lampu, dan sel surya karena memiliki konduktivitas panas dan listrik yang baik. Grafena berikatan secara heksagonal dengan luas permukaan sebesar  $0,052 \text{ mm}^2$  dan massa jenisnya adalah  $0,77 \text{ mg/m}^2$  dengan konduktivitas listrik grafena sebesar  $0,96 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$  dengan konduktivitas termal yang tinggi yaitu  $5000 \text{ W/mK}$ . Sehingga dinilai dapat menjadi solusi yang baik untuk material penyerapan gelombang yang transparan karena grafena mempunyai sifat optis lebih dari 97% dan mempunyai ketebalan yang tipis (Khalid dkk, 2017).

Kapasitas produksi serpihan grafena di seluruh dunia setara dengan sekitar 7000 ton per tahun. Cina memiliki sejumlah besar sumber daya grafit di seluruh dunia dan dikenal sebagai negara dengan kapasitas produksi yang sangat besar di banyak sektor. Ini juga dapat dilihat dalam statistik paten karena sebagian besar paten yang terkait dengan manufaktur graphene diajukan di China. Grafena memiliki banyak potensi untuk bioteknologi, dan jalur pemasarannya yang berbeda secara signifikan (dalam waktu, investasi, sumber daya, persyaratan peraturan) antara berbagai jenis aplikasi (diagnostik, implan, pengiriman obat, dll.). Tingkat

publikasi artikel ilmiah yang menyebutkan pembuatan graphene meningkat pesat hingga sekitar tahun 2014 dan sejak saat itu cukup stabil, lihat gambar 2.1.



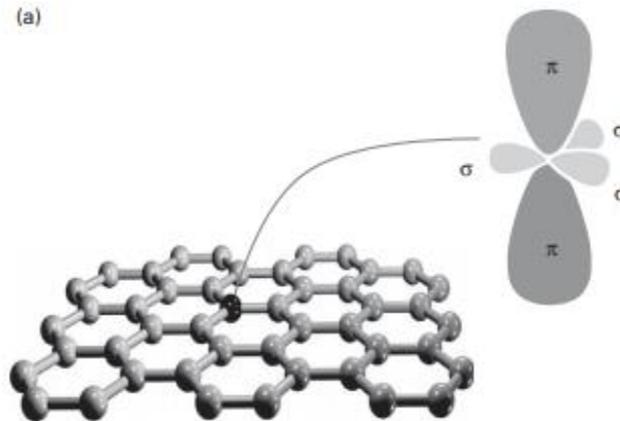
**Gambar 2.1** Jumlah total publikasi ilmiah per tahun untuk pembuatan grafena (Sophie, 2020)

Hal ini sangat kontras dengan jumlah total artikel yang diterbitkan tentang grafena yang tingkat publikasinya meningkat lebih dari dua kali lipat sejak tahun 2014. Salah satu alasannya mungkin karena banyak perkembangan di bidang ini sekarang menjadi paten atau rahasia perusahaan alih-alih dipublikasikan secara terbuka dalam komunitas ilmiah. (Sophie, 2020)

### 2.2.1 Struktur grafena

Grafena, menurut definisi, adalah alotrop karbon dalam bentuk 2D, skala atom, kisi heksagonal heksagonal di mana satu atom membentuk setiap simpul dengan hibridisasi  $sp^2$ . Karbon adalah satu-satunya elemen yang memiliki alotrop stabil di dimensi 0 hingga 3, yang kesemuanya memiliki banyak sifat luar biasa. Grafena adalah blok bangunan dasar dari

alotrop karbon dan merupakan *single layer* dari grafit. Dalam grafena dua dimensi, atom karbon disusun secara berkala tak terhingga dalam kisi sarang lebah (*honeycomb*) yang dapat dilihat pada Gambar 2.1. Struktur atom seperti itu ditentukan oleh dua jenis ikatan dalam hibridisasi  $sp^2$ .



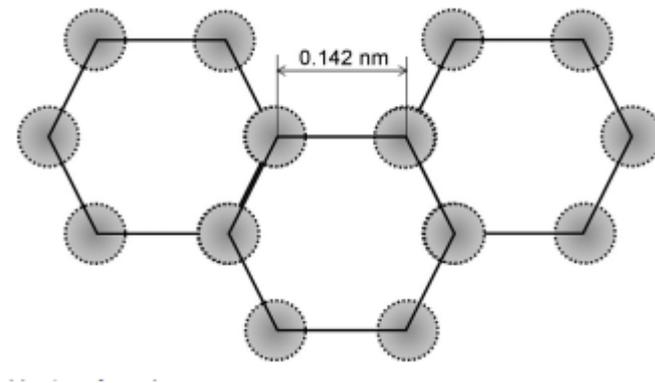
**Gambar 2.2** Kisi Struktur Honeycomb Grafena (Luis. E.F. 2020)

Tiga orbital  $\sigma$  dalam graphene, dan orbital  $\pi$  tegak lurus dengan lembaran. Ikatan  $\sigma$  dalam jaringan heksagonal karbon sangat menghubungkan atom karbon dan bertanggung jawab atas energi ikat dan sifat struktural dari atom karbon lembar graphene. Ikatan  $\pi$  tegak lurus dengan permukaan lembaran. Yang sesuai ikatan dan anti ikatan pita  $\sigma$  dipisahkan oleh celah energi yang besar sebesar  $\sim 12$  eV; sementara (b) ikatan dan anti ikatan  $\pi$  terletak di sekitar tingkat Fermi (EF). Akibatnya,  $\sigma$  obligasi sering diabaikan untuk prediksi sifat elektronik graphene di sekita Energi fermi.

### 2.2.2 Sifat Grafena

Grafena memiliki banyak sifat luar biasa dalam hal transparansi optik, konduktivitas listrik, kekuatan mekanik, dan konduktivitas termal. Grafena

adalah bahan super ringan dengan kerapatan planar  $0,77 \text{ mg/m}^2$ . Seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3, struktur unit grafena adalah cincin karbon heksagonal dengan luas  $0,052 \text{ nm}^2$ .



**Gambar 2.3** Struktur Hexagonal Grafena

panjang ikatan karbon karbon sekitar  $0,142 \text{ nm}$ . Ada tiga ikatan di setiap kisi dengan koneksi kuat membentuk struktur heksagonal yang stabil. Konduktivitas listrik graphene sebagian besar dikaitkan dari ikatan yang terletak secara vertikal ke bidang kisi. Stabilitas grafena adalah karena atom karbonnya yang padat dan hibridisasi orbital  $sp^2$  kombinasi orbital s, px, dan py yang membentuk ikatan- $\sigma$ . Elektron pz terakhir membentuk ikatan  $\pi$ . Ikatan- $\pi$  berhibridisasi bersama untuk membentuk pita- $\pi$  dan pita- $\pi^*$ . Pita ini bertanggung jawab atas sebagian besar sifat elektronik penting graphene, melalui pita setengah terisi yang memungkinkan elektron bergerak bebas. (Zhen, 2018)

Grafena dapat dianggap sebagai struktur unit grafit, CNT, dan fullerene, serta molekul aromatik dengan ukuran tak terbatas, seperti hidrokarbon aromatik

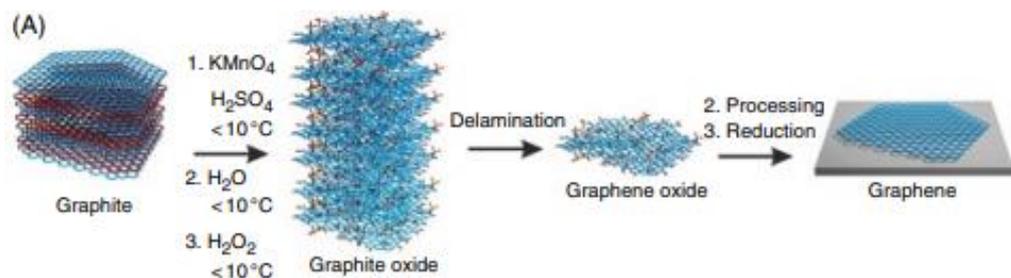
polisiklik yang sangat planar. Cincin seperti itu hanya terdiri dari dua atom karbon karena setiap atom di titik dibagi oleh tiga cincin satuan. Grafena hanya terdiri dari satu lapisan atom atom karbon yang juga berkontribusi pada keunggulannya sebagai supertipis dan ultraringan.

Properti lain yang menarik dari graphene adalah mobilitas elektron. Grafena adalah bahan yang paling konduktif sejauh ini pada suhu kamar, dengan konduktivitas  $10^6$  S/m dan resistansi lembaran  $31 \Omega / \text{sq}$  ( Ks Kim, dkk 2009). Hal ini dikaitkan dengan mobilitas ultra tinggi  $2 \times 10^5$   $\text{cm}^2/\text{Vs}$  yang hampir 140 kali mobilitas dalam silikon. Seperti disebutkan sebelumnya, atom karbon dalam graphene adalah  $\text{sp}^2$  hibridisasi, menyumbangkan satu elektron ekstra ke ikatan . Elektron , dalam hal ini, benar-benar bebas bergerak dengan sedikit gangguan pada suhu kamar, menghasilkan konduktivitas yang tinggi. Selain itu, graphene adalah semimetal yang khas di mana ada tumpang tindih kecil antara pita konduksi dan pita valensinya. Oleh karena itu, elektron di bagian atas pita valensi dapat mengalir ke bagian bawah pita konduksi dengan energi yang lebih rendah tanpa adanya rangsangan panas. Bahkan pada suhu nol mutlak, konsentrasi elektron tertentu sudah berada di pita konduksi sementara konsentrasi lubang tertentu ada di pita valensi (Y.W Son, 2006).

### **2.3 Grafena Oksida**

Grafena oksida merupakan senyawa turunan grafit dengan karakteristik yang serupa serta struktur yang mirip dengan grafena. Perbedaan tersebut yaitu pada struktur grafena yang berbentuk planar, sedangkan pada struktur grafena oksida

terdapat adanya gugus oksigen di dalamnya sehingga membuat strukturnya terdapat lengkungan. Perbedaan grafena dengan grafena oksida secara umum terlihat grafena oksida yang ditandai hadirnya gugus hidroksil dan karbonil. GO, Grafena oksida dapat disintesis dari grafit yang terjadi secara alami, maupun dari grafit sintetis. Tiga bentuk grafit alam ditambang: grafit vena, grafit serpihan dan grafit amorf/mikrokristalin. Grafit vena adalah bijih yang paling murni, dengan yang tertinggi kandungan karbon sebelum perlakuan (> 90%). Namun, grafit vena saat ini hanya diproduksi oleh dua tambang di Sri Lanka dengan kapasitas terbatas, yang hanya menghasilkan 1% dari total produksi grafit alam dunia. (Wiley, 2017)



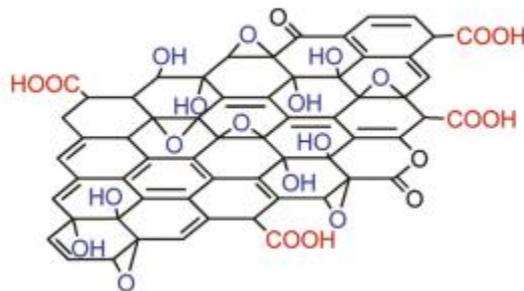
**Gambar 2.4** Sintesis Grafit Menjadi Grafena (John. E 2016)

Grafit serpihan telah menjadi sumber utama grafit alam yang digunakan dalam penelitian GO dan pengembangan. Salah satu prekursor utama untuk sintesis grafena, biasanya dibuat dengan metode *hummers* terutama menggunakan grafit, asam sulfat pekat, natrium nitrat, kalium permanganat, dan hidrogen peroksida sebagai reagen. Setelah oksidasi, banyak oksigen- gugus yang mengandung, seperti gugus hidroksil, karboksil, dan epoksi, yang mengisi ke dalam struktur grafit.

### 2.3.1 Struktur Grafena Oksida

Untuk grafit oksida, terdapat puncak D yang lebar pada  $1350\text{ cm}^{-1}$

yang mewakili cacat struktural dan puncak G pada sekitar  $1594\text{ cm}^{-1}$  yang sesuai dengan getaran domain grafit dalam spektrum Raman. Rasio D/G mendekati 0,95, menunjukkan sejumlah besar cacat dalam kisi kristal (Kudin, 2008). Dalam spektrum UV-vis, grafit oksida menunjukkan puncak serapan sekitar 233 nm karena transisi p ke p\* ikatan C=C, dan lebar bahu antara 290 dan 300 nm menyumbang transisi p ke p\* ikatan C=O. Grafit oksida tidak stabil secara termal seperti yang ditentukan oleh analisis gravimetri termal, dan mulai terurai saat suhu naik di atas 60-80 C, dan kehilangan hingga 60% dari total beratnya saat dipanaskan hingga 950 C.



**Gambar 2.5** Skematik struktur Grafena Oksida

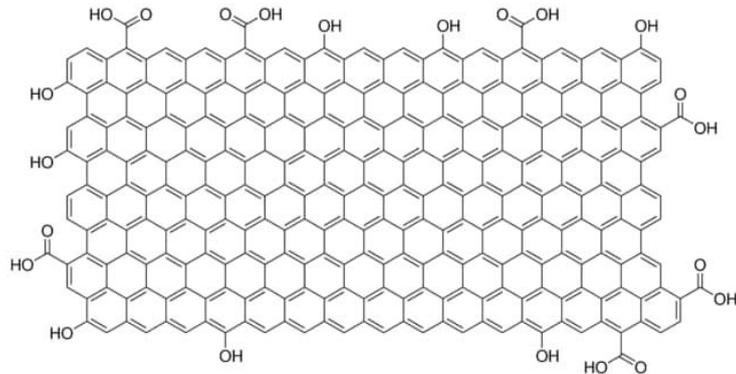
Salah satu keunggulan GO adalah mudah terdispersi dalam air dan pelarut organik lainnya, serta dalam matriks yang berbeda, karena adanya fungsi oksigen. Ini tetap menjadi properti yang sangat penting ketika mencampur bahan dengan matriks keramik atau polimer ketika mencoba meningkatkan sifat listrik dan mekaniknya. Namun, dalam hal konduktivitas listrik, GO sering digambarkan sebagai isolator

listrik karena terganggunya jaringan ikatan  $sp^2$  nya. Untuk memulihkan kisi heksagonal sarang lebah, dan dengan itu konduktivitas listrik, pengurangan GO harus dicapai. Harus diperhitungkan bahwa setelah sebagian besar gugus oksigen dihilangkan, rGO yang diperoleh lebih sulit untuk didispersikan karena kecenderungannya untuk membuat agregat. Fungsionalisasi GO secara mendasar dapat mengubah properti GO. (S.Ray. 2014)

#### 2.4 Grafena Oksida Tereduksi

Gangguan jaringan dua dimensi (2D) murni dari ikatan hibridisasi  $sp^2$  biasanya dieksploitasi sebagai sarana pembukaan celah energi. Hal ini terjadi karena adanya modulasi kisi periodik, pembentukan pita nano atau anti-titik dan adsorpsi permukaan yang berpola. Fungsionalisasi grafena dengan adsorpsi permukaan oksigen atom, fluorin, dan hidrogen telah ditunjukkan secara eksperimental untuk mempengaruhi modifikasi elektronik semacam itu. Sampai saat ini, hidrogenasi graphene telah menjadi pendekatan eksperimental yang paling umum terhadap pembentukan celah energi. Dalam kasus ini, satu elektron 1s hidrogen memutus ikatan rangkap C–C hibridisasi  $sp^2$  untuk membentuk ikatan hibridisasi  $sp^3$ , mengganggu jaringan p-elektron. Metode *hummers* yang dimodifikasi menggabungkan oksidasi dan sonifikasi untuk mengubah grafit menjadi grafena oksida (GO) dan kemudian GO terkena bahan kimia pereduksi seperti hidrazin. Karena grafena yang dihasilkan hanya berkurang sebagian, konduktivitasnya jauh lebih rendah dibandingkan dengan sampel berkualitas tinggi

yang diperoleh melalui pengelupasan grafit secara mekanis.



**Gambar 2.6** Skematik grafena oksida tereduksi

Meskipun masih tidak cocok untuk aplikasi dalam nano-elektronik kinerja tinggi, oksida graphene (rGO) tereduksi diharapkan dapat dimanfaatkan dalam superkapasitor untuk penyimpanan energi, elektroda dalam baterai *Li-ion* atau untuk transparan elektroda dalam sel surya.

## 2.5 Sintesis Grafena

Sintesis grafena dapat dibagi menjadi dua jenis pembuatan yaitu *top-down* dan *bottom-up* (Edwards dan Coleman, 2013):

### *Top Down*

**2.5.1** *Micromechanical cleavage, scotch tape* atau *peel-off* melibatkan pengelupasan grafit menggunakan pita perekat untuk membelah lapisan, dan merupakan metode pertama yang digunakan untuk secara eksperimental mengisolasi grafena.

- 2.5.2** *Electrochemical exfoliation*, dalam studi awal untuk pengelupasan elektrokimia grafit melibatkan penggunaan grafit sebagai elektroda korban dan mengumpulkan bahan terkelupas dari larutan elektrolit. Elektrolit yang digunakan sampai saat ini termasuk larutan surfaktan dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-KOH.
- 2.5.3** *Exfoliation graphite oxide*, metode untuk mendapatkan grafena yang paling umum adalah eksfoliasi dan reduksi oksida grafit. Secara historis grafit oksida telah disintesis melalui oksidasi grafit menggunakan asam pekat dan oksidan kuat, dalam metode telah dicetuskan oleh Straudenmaier, Brodie, atau Hummers. Menjelaskan grafit oksida memiliki struktur berlapis dengan gugus hidroksil dan karboksil pada tepi lembaran grafena.
- 2.5.4** *Arc discharge*, pencabutan busur dimana arus searah melewati antara elektroda grafit dengan kemurnian tinggi, telah banyak digunakan dalam sintesis bahan nano karbon termasuk *fullerene* dan *carbon nanotube*. Metode ini telah digunakan untuk mensintesis grafit menjadi *few-layer graphene*.
- 2.5.5** *Unzipping carbon nanotubes*, grafena dapat disintesis dengan membuka carbon nanotube tunggal atau multi-walled menggunakan metode kimia basah seperti agen

pengoksidasi kuat, atau dengan metode fisik seperti iradiasi laser 120 dan etsa plasma *nano ribbon* yang ditentukan dari diameter tabung.

### ***Bottom-Up***

**2.5.6** *Epitaxial growth on silicon carbide*, pembentukan grafena pada silikon karbida (SiC) menghasilkan sublimasi silikon dari permukaan SiC dan selanjutnya grafitisasi atom karbon. Proses ini terjadi pada temperatur tinggi (>1000°C) dan umumnya dilakukan dalam kondisi *ultra-high vakum* (UHV), meskipun pertumbuhan dalam atmosfer argon atau dengan adanya sejumlah kecil disilan telah terbukti mengurangi tingkat sublimasi silikon, temperature yang lebih tinggi akan menghasilkan kualitas grafena semakin baik.

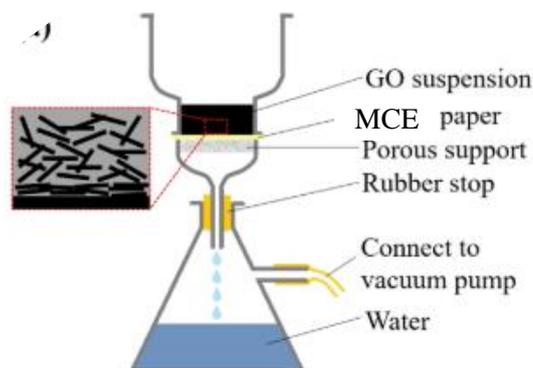
**2.5.7** *Chemical vapour deposition* (CVD), dimana grafena dibentuk oleh hasil pirolisis karbon yang mengandung gas bertemperatur tinggi, telah banyak digunakan untuk menumbuhkan lapisan grafena pada substrat transisi logam dan merepresentasikan area yang sangat aktif dari grafena. Pertumbuhan grafena CVD dapat dikategorikan sebagai proses melalui metode katalisis permukaan atau pemisahan berdasarkan logamnya.

**2.5.8** *Miscellaneous methods*, metode sintesis grafena hasil

pirolisis *solvothermal* natrium dan etanol yang menghasilkan beberapa lapisan grafena melalui pengurangan senyawa selain karbon menggunakan asinasi magnesium dalam *dry ice*, mengkalsinasi kalsium karbonat dengan bubuk magnesium, dan mengkalsinasi aluminium sulfida ( $\text{Al}_2\text{S}_3$ ) dalam karbon monoksida.

## 2.6 Vakum Filtrasi

Filtrasi vakum adalah teknik untuk memisahkan produk yang solid dari campuran reaksi pelarut atau cair. Campuran padat dan cair dituangkan melalui kertas filter dalam corong Buchner. Dalam vakum filtrasi, teknik laboratorium kimia yang memungkinkan laju filtrasi yang lebih besar. Sedangkan dalam filtrasi normal, gravitasi memberikan gaya yang menarik cairan melalui kertas saring, dalam filtrasi hisap, gradien tekanan melakukan fungsi ini. Dapat dilihat untuk sekematik vakum filtrasi dalam Gambar 2.7. Adapun dalam vakum filtrasi memiliki keuntungan seperti tingkat variabel tergantung pada kekuatan pompa yang digunakan untuk mengekstrak udara dari labu Büchner.



**Gambar 2.7** Skematik Vakum Filtrasi (S. Liu. 2019)

## 2.7 Karakterisasi Grafena

Parameter keberhasilan dalam penelitian ini yaitu dengan mengkarakterisasi material menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), *Raman Spectroscopy*, *Spectroscopy Electron Microscopy* (SEM), *Four Point Probe* (FPP).

### 2.7.1 *X-ray Diffraction* (XRD)

*X-ray diffraction* disingkat XRD adalah instrument untuk menyelidiki struktur kristal material. Teknik ini berawal dari penemuan von Laue pada tahun 1912 ialah kristal difraksi sinar, cara difraksi mengungkapkan penentuan struktur kristal. Namun telah dikembangkan saat ini tidak hanya untuk penentuan struktur, tetapi juga untuk Analisa senyawa kimia, pengukuran tegangan, kesetimbangan fasa, pengukuran ukuran kristal, hingga penentuan orientasi satu kristal (Cullity, 1978).

Data dari XRD berupa intensitas dari difraksi sinar X dari radiasi gelombang elektromagnetik hasil penembakan logam berelektron tinggi dengan panjang gelombang  $0,5\text{\AA} - 2,5\text{\AA}$  yang disimbolkan dengan sudut difraksi  $2\theta$ . Intensitas merupakan pantulan sinar X yang terdeteksi oleh *detector* bergantung pada susunan orientasi kristal tiga dimensi dari atom- atom yang berulang. Kondisi ini ditulis dengan persamaan Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan:

$n$  = bilangan bulat 1, 2, 3

$\lambda$  = panjang gelombang

$d$  = jarak antar bidang

$\theta$  = sudut difraksi

Pola difraksi yang dipengaruhi oleh sinar X dapat membentuk grafik kurva, sehingga ukuran kristal pada material dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer-Warren constant (Stobinski dkk, 2014):

$$L = \frac{1,84 \lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots(2.2)$$

Dimana:

$L$  = ukuran kristal

$\lambda$  = panjang gelombang

$\beta$  = FWHM (*Full Width Half Maximum*)

$\theta$  = sudut difraksi

### **2.7.2 Raman Spectroscopy**

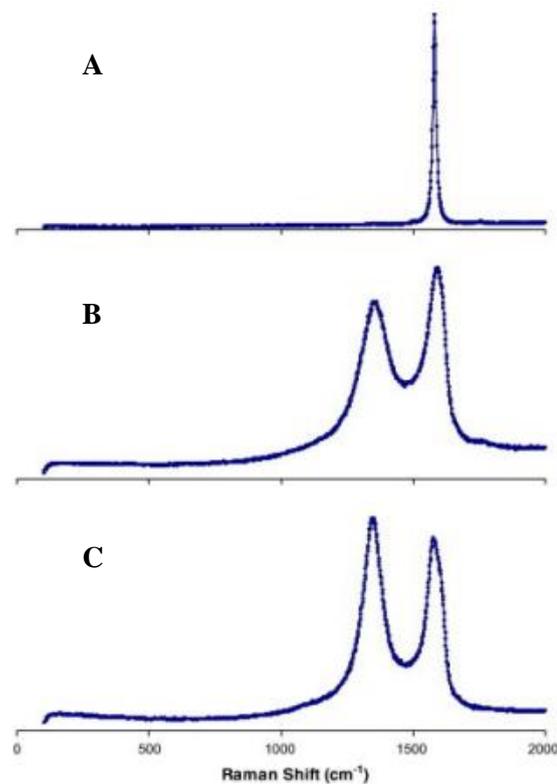
Spektroskopi Raman adalah teknik populer untuk analisis struktur molekul dan sekarang dianggap melengkapi spektroskopi inframerah. Spektroskopi Raman didasarkan pada efek Raman, yang pertama kali ditemukan oleh fisikawan India Chandrasekhara Venkata Raman pada tahun 1928. Menurut mekanika kuantum, ketika foton

berinteraksi dengan molekul, molekul dapat maju ke keadaan virtual energi yang lebih tinggi. Dari keadaan energi yang lebih tinggi ini, ada beberapa kemungkinan hasil. Salah satu hasil seperti itu adalah molekul turun ke tingkat energi vibrasi yang berbeda dari tingkat energi awalnya, dengan menghasilkan foton dengan energi berbeda. Selisih antara energi foton yang dihamburkan dan energi foton yang datang disebut Pergeseran Raman 1.

Spektrum Raman diukur dengan menarik sampel menggunakan sinar laser intensitas tinggi, dan melewatkan cahaya yang tersebar melalui spektrometer. Perbedaan energi antara cahaya datang dan cahaya yang dihamburkan disebut Pergeseran Raman. Dalam spektrum yang diperoleh, sumbu horizontal adalah bilangan gelombang dari pergeseran Raman ( $\text{cm}^{-1}$ ) dan sumbu vertikal adalah intensitas cahaya yang dihamburkan. Bahan yang berbeda memiliki mode getaran yang berbeda, dan karena itu karakteristik spektrum Raman mereka sendiri. Hal ini membuat spektroskopi Raman menjadi teknik yang berguna untuk identifikasi material.

Ada satu perbedaan penting yang harus dibuat antara spektrum Raman gas dan cairan, dan yang diambil dari padatan (seperti kristal). Untuk gas dan cairan, memiliki tingkat energi vibrasi yang berbeda dari masing-masing molekul yang membentuk materi. Tapi, kristal terdiri dari molekul dengan tingkat energi vibrasi tertentu. Jadi, seluruh kisi kristal mengalami getaran pada tingkat makroskopik. Mode vibrasi

makroskopik ini disebut fonon. Berikut dapat dilihat pada Gambar 2.8 bentuk grafik raman spectroscopy oleh grafit, grafena oksida dan grafena oksida tereduksi



**Gambar 2.8** Skematik *Raman Spectroscopy* a) Grafit, b) GO  
c) rGO (Isaac, 2013)

### 2.7.3 *Four Point Probe (FPP)*

*Four-point probe measurer* (FPP) adalah alat yang biasa digunakan untuk mengukur nilai resistivitas suatu lapisan suatu bahan elektronik, yaitu bahan semi konduktor seperti silikon (Si), Germanium (Ge), Gallium Arsenide (GaAs). serta material logam dalam film tipis

(*thin layer*) yang digunakan pada perangkat elektronik. Seperti namanya, pengukur ini mengandalkan 4 *probe*; 2 *probe* untuk arus listrik dan 2 *probe* lainnya untuk mengukur tegangan ketika diterapkan pada material (sampel). Untuk menentukan dan mengkaji karakteristik material, perlu dilakukan pengukuran nilai resistivitas untuk luas dan ketebalan tertentu.

Beberapa parameter lain yang dapat diperoleh dari pengukuran material menggunakan alat ini adalah untuk mengetahui jenis doping suatu bahan semi konduktor (positif dan negatif) dan mobilitas elektronik suatu bahan. Dalam praktikum ini sampel atau bahan yang digunakan adalah kapur dan arang. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui resistivitas dan konduktivitas suatu material pada sampel berupa lembaran curah dan lembaran tebal.

Untuk memantau karakteristik listrik suatu bahan, sering digunakan metode *probe* empat titik (*probe* dengan empat titik). Disebut *probe* empat titik karena ada empat titik yang bersentuhan pada permukaan sampel. Keempat titik (*probe*) tersebut dibuat berjajar dalam satu garis lurus dengan jarak antar *probe* diatur sedemikian rupa, sehingga masing-masing *probe* memiliki jarak yang sama. Arus listrik konstan dialirkan sepanjang sampel melalui dua *probe* terluar. Jika sampel memiliki hambatan, maka akan terjadi penurunan tegangan ketika arus mengalir di sepanjang sampel. Perubahan tegangan diukur melalui dua *probe* bagian dalam. Besaran listrik yang menunjukkan kualitas konduktivitas material, seperti tegangan keluaran dan arus

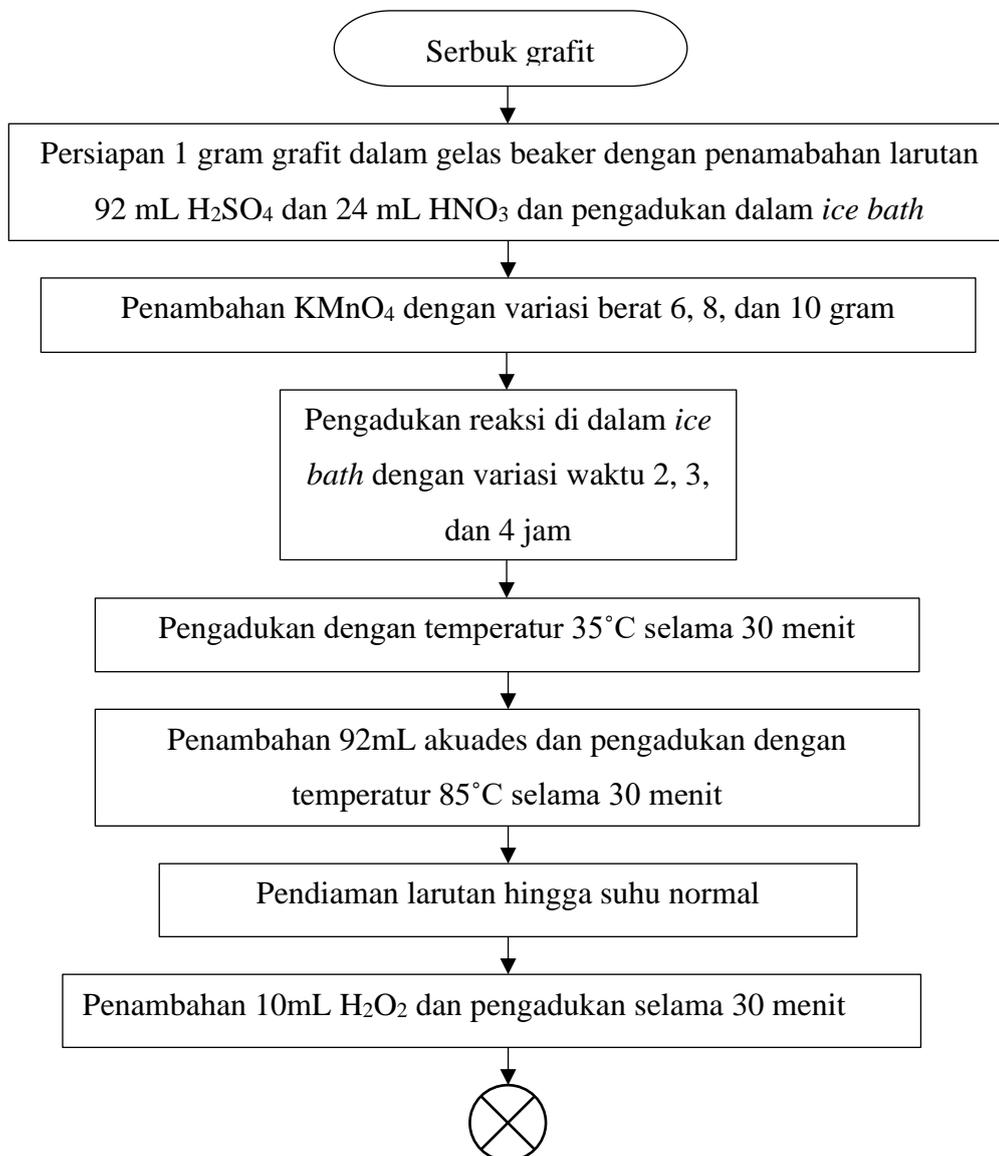
keluaran, dapat ditentukan dengan cermat menggunakan metode *probe* empat titik.

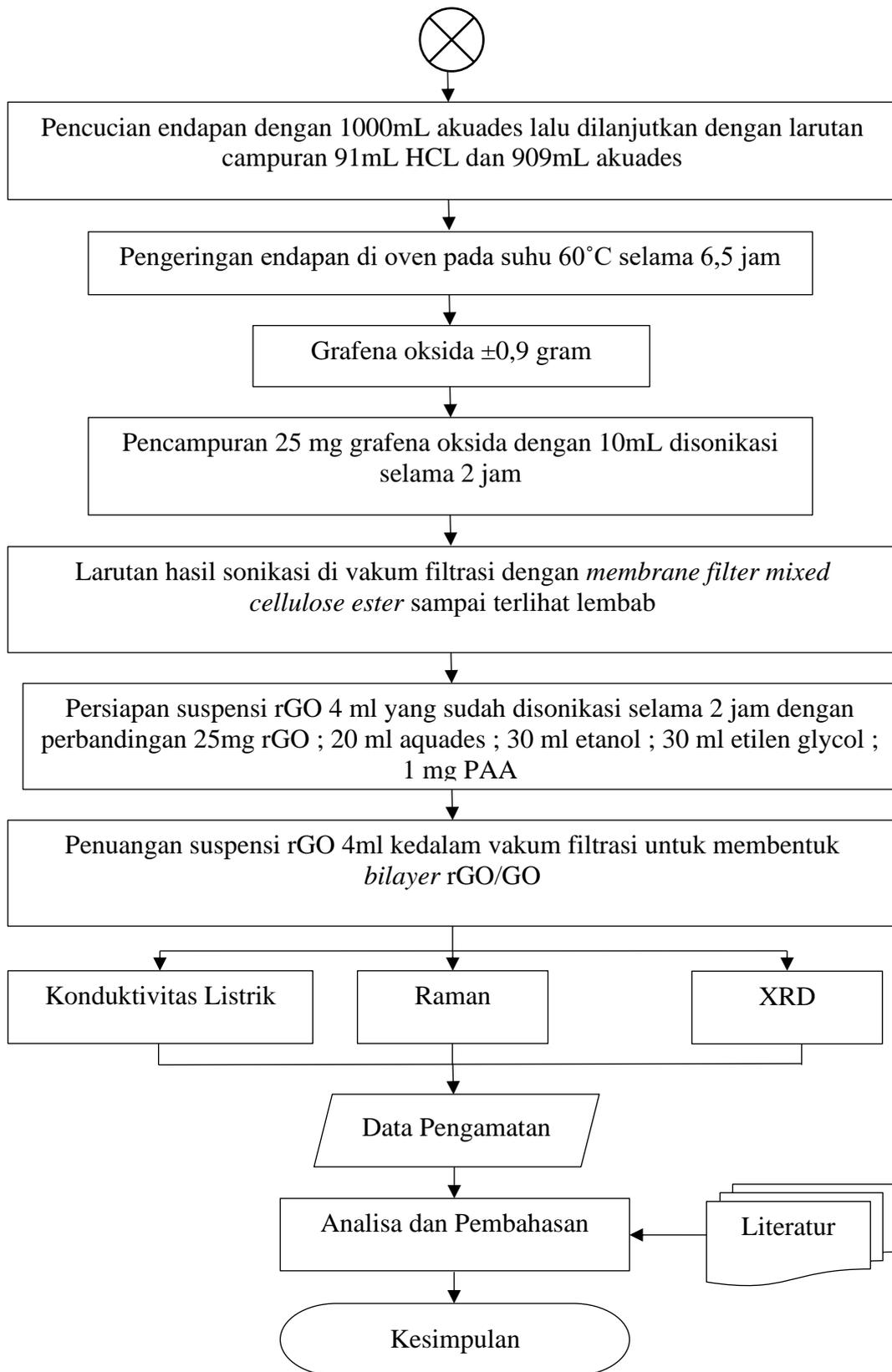
## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir

Adapun Prosedur penelitian yang dilakukan yaitu sintesis grafena menggunakan modifikasi metode *Hummel* dapat dilihat pada Gambar 3.1.





**Gambar 3.1** Diagram Alir Percobaan

## **3.2 Alat dan Bahan**

### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. *Magnetic stirrer*
2. Spatula
3. *Vacuum Filtration* (Fedito Bahtera Abadi)
4. Membran MCE
5. Gelas Beker (BORO 3.3)
6. *Magnetic Stirrer* (FAITHFUL SH 3)
7. Oven (KIRIN)
8. Neraca Digital (U.S Solid)

### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Air Deionisasi
2. Asam Sulfat 95% ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (Merck)
3. Asam Nitrat 85% ( $\text{HNO}_3$ ) (Merck)
4. Kalium Permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) (Merck)
5. Hidrazin Monohidrat 80% ( $\text{N}_2\text{H}_4$ ) (Merck)
6. Hidrogen Peroksida 30% ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) (Merck)
7. pH universal (Merck)

## **3.3 Prosedur Penelitian**

### **3.3.1 Pembuatan Grafena Oksida**

1 gram grafit dicampur dengan 92mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan 24mL HNO<sub>3</sub> dalam gelas beker 500mL di dalam wadah *ice bath* kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, selanjutnya menambahkan KMnO<sub>4</sub> secara perlahan dengan spatula dengan variasi 6;8;10 gram, kemudian melanjutkan pengadukan di dalam wadah *ice bath* dengan variasi waktu 2;3;4 jam. Kemudian dilanjutkan dengan pengadukan pada suhu 35°C selama 30 menit, lalu menambahkan 92mL akuades dengan pipet tetes secara perlahan dengan pengadukan suhu 85°C selama 30 menit. Kemudian mendinginkan larutan sampai dengan suhu ruang, selanjutnya menambahkan 10mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan diaduk selama 30 menit lalu diamati terjadi perubahan warna menjadi coklat muda. Endapan dicuci dengan 1L akuades dan dilanjutkan dengan larutan campuran 1:10 HCl:Akuades. Lalu endapan dipanaskan pada oven dengan suhu 60°C selama 6,5 jam untuk mendapatkan serbuk grafena oksida.



**Gambar 3.2** Serbuk Grafena Oksida

### **3.3.2 Sintesis Grafena Oksida Tereduksi**

Proses pembuatan grafena oksida tereduksi yaitu dengan

mendispersikan grafena oksida hasil sintesis dalam 100 ml air deionisasi kemudian ditambahkan dengan 0,1 ml  $N_2H_4$  80%. Selanjutnya, campuran diletakkan dalam wadah *oil bath* dan diaduk dengan temperatur  $80^{\circ}C$  dengan *magnetic stirrer* selama satu jam hingga terjadi perubahan warna menjadi kehitaman. Kemudian campuran dicuci dan dilakukan penyaringan untuk menghilangkan residu  $N_2H_4$ . Selanjutnya endapan di keringkan dengan oven.



**Gambar 3.3** Serbuk Grafena Oksida Tereduksi

### 3.3.3 Pembuatan Membran *Bilayer*

Proses pembuatan membran bilayer yaitu dengan cara menimbang 25 mg grafena oksida hasil sintesis, kemudian dicampurkan dengan air deionisasi sebanyak 10 ml. Selanjutnya yaitu disonikasi selama 2 jam hingga terbentuk suspensi grafena oksida, setelah itu membran MCE diletakkan pada lingkaran filter dan ditutup dengan klep dari vakum filtrasi.



**Gambar 3.4** Skema Vakum Filtrasi

Kemudian penuangan suspensi grafena oksida sampai terlihat lembab akibat tarikan dari vakum filtrasi. Setelah itu mempersiapkan suspensi rGO dengan cara menyiapkan 25 mg serbuk rGO yang dicampurkan dengan 20 ml aquades, 30 ml etanol dan 30 ml etilen glikol dan 1mg PAA. Selanjutnya yaitu disonikasi selama 4 jam untuk mendapatkan suspensi rGO.



**Gambar 3.5** Suspensi rGO

Kemudian mengambil 4 ml suspensi rGO dan dituangkan kedalam vakum filtrasi yang sudah terisi membran GO yang masih lembab sampai terlihat secara

visual permukaan yang kering menjadi warna hitam, menandakan bahwa pertumbuhan rGO sudah menutupi permukaan GO. Setelah itu membran bilayer dikeringkan dalam furnace dengan suhu 100°C selama 30 menit.



**Gambar 3.6** Membran *Bilayer GO/rGO*

### **3.3.4 Karakterisasi**

#### **3.3.4.1 *Four Point Probe (FPP)***

Pengujian *Four Point Probe* (FPP) dilakukan menggunakan ossila untuk mengetahui adanya nilai dari konduktivitas listrik dan *sheet resistance* dari membran bilayer yang dihasilkan sehingga dapat dikatakan sebagai material konduktif yang dilakukan di Center of Excellent, FT Untirta - Cilegon.

#### **3.3.4.2 *Raman Spectroscopy***

Pengujian *Raman Spectroscopy* adalah teknik analisis kimia non-destruktif, yang memberikan informasi rinci tentang struktur kimia, fase dan polimorfisme, kristalinitas dan interaksi

molekul. Ini didasarkan pada interaksi cahaya dengan ikatan kimia dalam suatu material.. Pengujian dilakukan menggunakan Horiba Scientific LabSpec6 single spectrum 532 di Integrated Laboratory & Research Center, Universitas Indonesia, Margonda - Depok.

#### **3.3.4.3 *X-Ray Diffraction (XRD)***

Pengujian XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fase bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang dimensi unit sel. XRD adalah teknik yang bergantung pada berkas sinar-X yang memiliki panjang gelombang pada skala  $\pm 1\text{\AA}$ . Ketika berkas tersebut terhambur dari suatu bahan dengan struktur atom/molekul pada skala tersebut, akan terjadi interferensi yang menghasilkan pola dengan intensitas berbeda. Secara kualitatif serupa dengan pola warna-warni yang dihasilkan oleh gelembung sabun – warna berbeda terlihat dari arah berbeda.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil dan Pembahasan

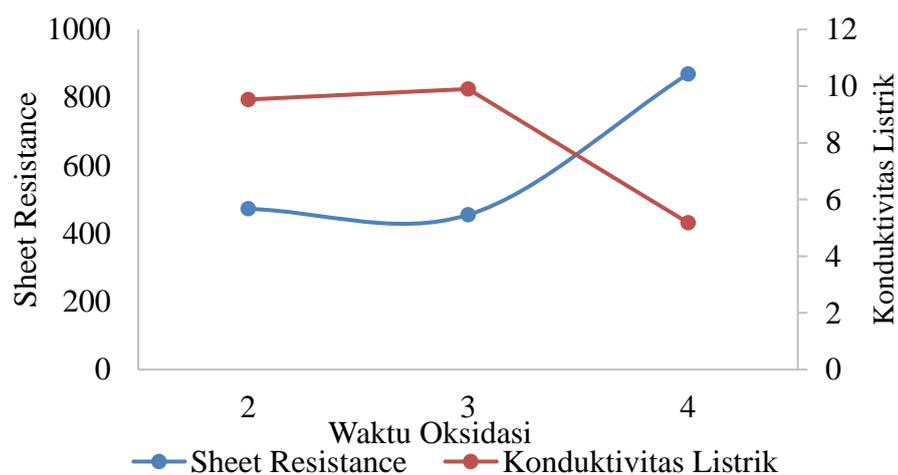
Metode modifikasi Hummers dilakukan untuk mendapatkan grafena oksida (GO), dalam metode ini menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{KMnO}_4$  selama 2, 3 dan 4 jam waktu oksidasi serta berat  $\text{KMnO}_4$  sebesar 6, 8 dan 10 mg. Selanjutnya untuk menghasilkan grafena oksida tereduksi (rGO) dilakukan proses reduksi menggunakan  $\text{N}_2\text{H}_2$  (Olofinjana dkk, 2016). Hasil dari variasi waktu oksidasi dan pengaruh berat  $\text{KMnO}_4$  yang telah diuji dengan menggunakan *Four Point Probe* (FPP) dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut:

**Tabel 4.1** Nilai Hasil Pengujian FPP

No	$\text{KMnO}_4$	Ice bath	Sampel	Sheet Resistance ( $\text{k}\Omega/\text{sq}$ )	Konduktivitas ( $\text{mS/m}$ )	Ketebalan	RESISTANSI
1	6	2	m1t1 IR	472,64	9,530519	222	104,9261
2	6	3	m1t2 IR	455	9,90001	222	101,01
3	6	4	m1t3 IR	868,98	5,183669	222	192,9136
4	8	2	m2t1 IR	1190,96	10,7576	80	95,2768
5	8	3	m2t2 IR	588,58	14,358	120	70,6296
6	8	4	m2t3 IR	350,2	36,456	80	28,016
7	10	2	m3t1 IR	178,8	66,046	90	16,092
8	10	3	m3t2 IR	282,06	61,046	60	16,9236
9	10	4	m3t3 IR	479,4	45,334	50	23,97
10	6	2	Standar	4856	1,029654	200	971,2

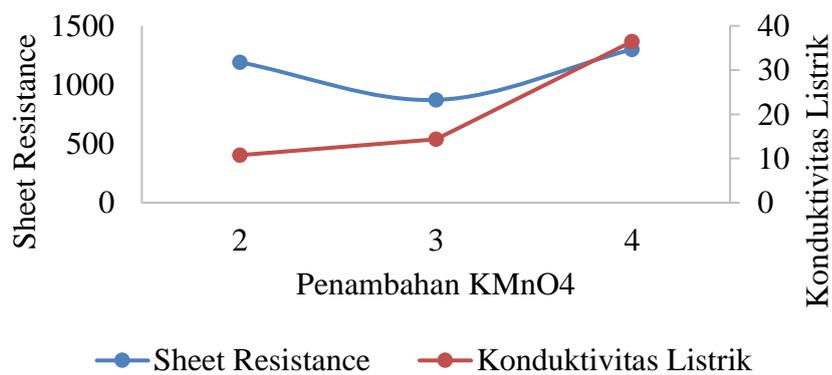
#### 4.2 Karakterisasi *Four Point Probe* (FPP)

Pengukuran konduktivitas listrik dengan menggunakan alat *four point probe* (FPP) berguna untuk bahan material logam dalam bentuk thin film (lapisan tipis) yang dipergunakan dalam pembuatan piranti elektronika, Seperti namanya, alat ukur ini didasarkan pada 4 buah probe dengan 2 probe berfungsi untuk mengalirkan arus listrik dan 2 probe yang lain untuk mengukur tegangan listrik sewaktu probe-probe tersebut dikenakan pada sampel membrane ini. Dapat dilihat pada tabel 4.1 untuk nilai hasil pengujian konduktivitas tertinggi diperoleh dari sampel 10 mg/ 2jam sintesis dengan nilai 66,046 mS/m. Sedangkan untuk nilai hasil pengujian konduktivitas terendah diperoleh dari sampel 6 gr / 4 jam sintesis dengan nilai 5, 183 mS/m. Adapun untuk nilai dari sheet resistance tertinggi pada penelitian ini yaitu diperoleh dari sampel 8 gr / 3 jam sintesis dengan nilai 1190,96 M $\Omega$ /sq. Sedangkan untuk nilai dari *sheet resistance* terendah pada penelitian ini yaitu diperoleh dari sampel 10 gr/ 2 jam sintesis dengan nilai sebesar 178,8 M $\Omega$ /sq.



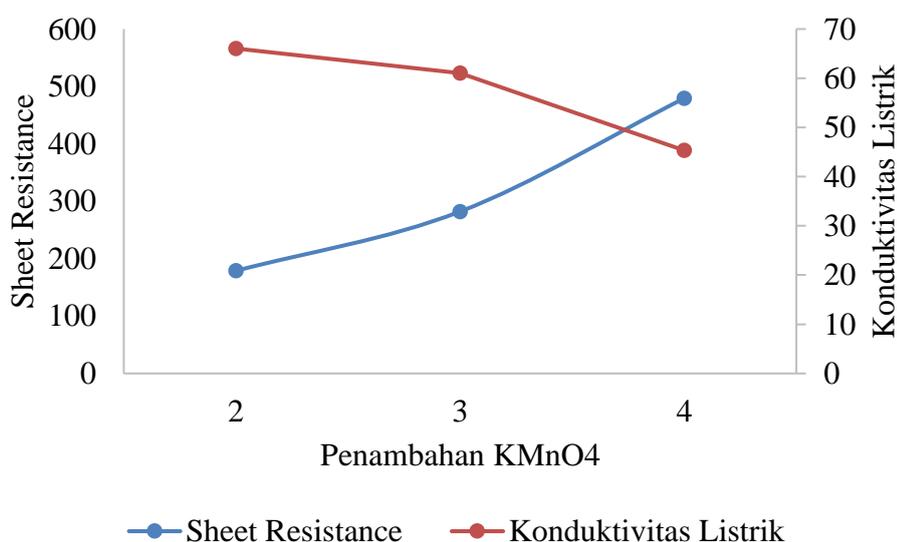
**Gambar 4.1** Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan  $\text{KMnO}_4$  6gram.

Terlihat pada Gambar 4.1 yaitu pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan  $\text{KMnO}_4$  dimana terjadi penurunan yang signifikan untuk nilai konduktivitasnya yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan waktu oksidasi awal 2 jam dengan berat  $\text{KMnO}_4$  yang konstan sebesar 6 gram memiliki nilai konduktivitas listrik 9,5303 mS/m terjadi kenaikan pada waktu oksidasi 3 jam, memiliki nilai konduktivitas sebesar 9,9 mS/m sampai akhirnya terjadi penurunan nilai konduktivitas pada waktu oksidasi 4 jam dengan nilai konduktivitas sebesar 5,1857 mS/m. Adapun nilai konduktivitas listrik berbanding terbalik dengan nilai *sheet resistance*, disini terjadi kenaikan nilai *sheet resistance* yang semula kenaikan tidak terjadi secara signifikan, menjadi signifikan pada rentan waktu oksidasi 4 jam dan penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 10 gram. Dapat dilihat pada Gambar 4.1 dengan *sheet resistance* dengan waktu oksidasi 2 jam diperoleh nilai 472,64  $\text{k}\Omega/\text{sq}$  kemudian terjadi penurunan yang tidak signifikan pada waktu oksidasi 3 jam sebesar 455  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , kemudian pada waktu oksidasi 4 jam terjadi kenaikan yang signifikan pada *sheet resistance* yaitu sebesar 868.98  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ .



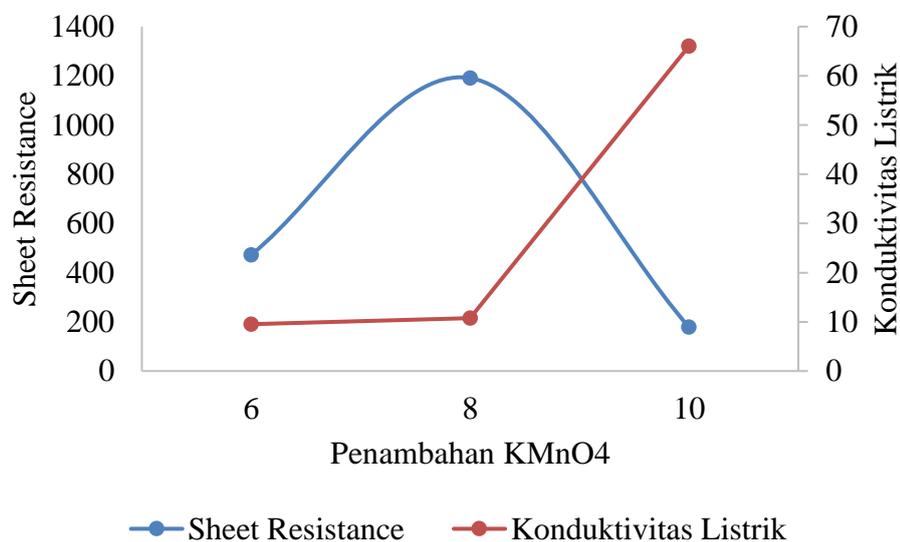
**Gambar 4.2** Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram.

Terlihat pada Gambar 4.2 yaitu pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 8 gram, dapat dilihat untuk nilai konduktivitas pada waktu oksidasi selama 2 jam diperoleh nilai konduktivitas sebesar 10,758 mS/m, kemudian pada waktu oksidasi selama 3 jam diperoleh nilai konduktivitas sebesar 14,358 mS/m, selanjutnya untuk waktu oksidasi selama 4 jam diperoleh nilai konduktivitas sebesar 36,456 mS/m. Berbeda dengan nilai *sheet resistance* yang memiliki pola berbentuk parabola dari masing masing waktu oksidasi yang dilakukan, diperoleh nilai *sheet resistance* dengan penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 8 gram pada waktu oksidasi 2 jam yaitu memiliki nilai 1190  $\text{M}\Omega/\text{sq}$ , terjadi penurunan pada waktu oksidasi 3 jam, yaitu memiliki nilai sebesar 872  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , kemudian terjadi kenaikan *sheet resistance* pada waktu oksidasi 4 jam sebesar 1300  $\text{M}\Omega/\text{sq}$ .



**Gambar 4.3** Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram.

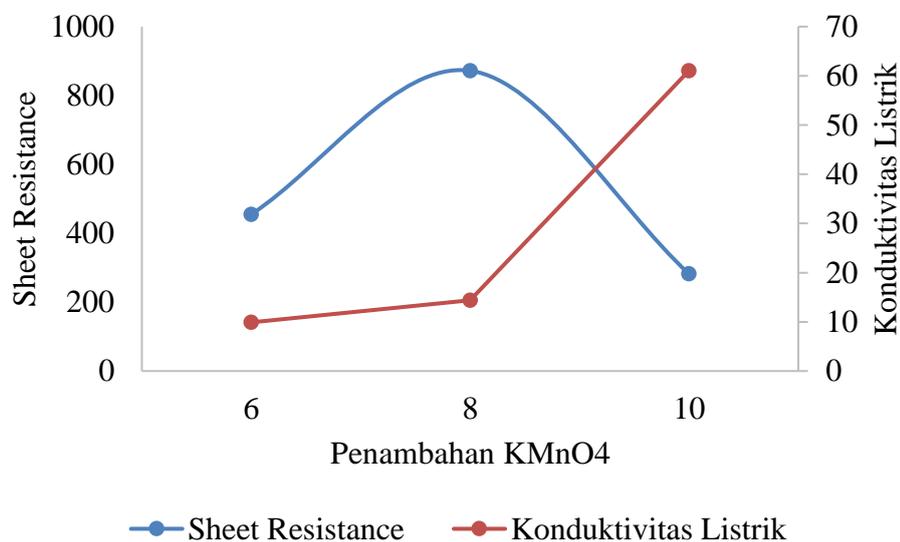
Dapat dilihat pada Gambar 4.3 tentang pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 10 gram, diperoleh hasil dari nilai konduktivitas yang cenderung menurun dan nilai *sheet resistance* yang cenderung naik, adapun pada waktu oksidasi 2 jam, memiliki nilai konduktivitas tertinggi yaitu sebesar 66,046 mS/m, kemudian terjadi penurunan pada waktu oksidasi 3 jam yaitu memiliki nilai konduktivitas sebesar 61,046 mS/m, kemudian terjadi penurunan kembali pada waktu oksidasi 4 jam dengan nilai konduktivitas sebesar 45,334 mS/m. Berkebalikan dengan *sheet resistance* dimana pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 10 gram, terjadi kenaikan pada *sheet resistance*, diperoleh nilai *sheet resistance* pada waktu oksidasi 2 jam yaitu sebesar 178,8  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , kemudian terjadi kenaikan pada waktu oksidasi 3 jam yaitu sebesar 282,08  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , kemudian terjadi kenaikan lagi pada waktu oksidasi 4 jam yaitu sebesar 479,4  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ .



**Gambar 4.4** Pengaruh Penambahan  $\text{KMnO}_4$  Pada Waktu Oksidasi 2 jam

Terlihat pada Gambar 4.4 yaitu pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  terhadap

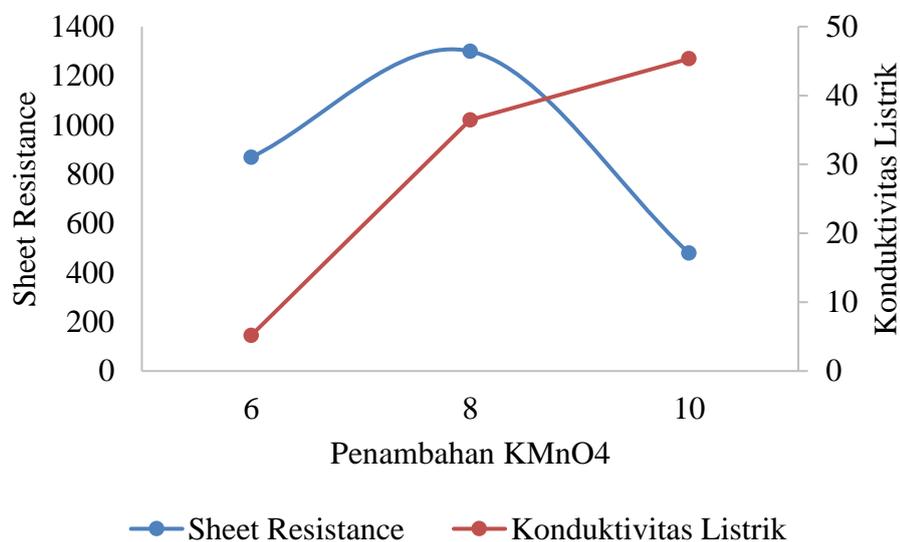
waktu oksidasi selama 2 jam, dimana terjadi kenaikan yang signifikan untuk nilai konduktivitasnya yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan penambahan  $\text{KMnO}_4$  6 gram dan waktu sintesis yang konstan 2 jam, memiliki nilai konduktivitas listrik 9,5305 mS/m terjadi kenaikan pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram, memiliki nilai konduktivitas sebesar 10,758 mS/m sampai akhirnya terjadi kenaikan nilai konduktivitas yang signifikan pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram dengan nilai konduktivitas sebesar 66,046 mS/m. Selanjutnya yaitu terbentuk kurva parabola untuk *sheet resistance* pada pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  terhadap waktu oksidasi 2 jam, diperoleh pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  6 gram, memiliki nilai *sheet resistance* sebesar 472,64  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , sedangkan untuk penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram, memiliki kenaikan nilai *sheet resistance* sebesar 1190  $\text{M}\Omega/\text{sq}$ , selanjutnya untuk penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram, terjadi penurunan *sheet resistance* sebesar 178,8  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ .



**Gambar 4.5** Pengaruh Penambahan  $\text{KMnO}_4$  Pada Waktu Oksidasi 3 jam

Terlihat pada Gambar 4.4 yaitu pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  terhadap

waktu oksidasi selama 3 jam, dimana terjadi kenaikan yang signifikan untuk nilai konduktivitas listrik yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan penambahan  $\text{KMnO}_4$  6 gram dan waktu sintesis yang konstan 3 jam, memiliki nilai konduktivitas listrik 9,9 mS/m terjadi kenaikan pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram, memiliki nilai konduktivitas sebesar 14,358 mS/m sampai akhirnya terjadi kenaikan nilai konduktivitas yang signifikan pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram dengan nilai konduktivitas sebesar 61,046 mS/m. Kemudian terbentuk kurva parabola untuk sheet resistance pada pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  terhadap waktu oksidasi 3 jam, diperoleh pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  6 gram, memiliki nilai *sheet resistance* sebesar 455  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , sedangkan untuk penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram, memiliki kenaikan nilai sheet resistance sebesar 872  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , selanjutnya untuk penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram, terjadi penurunan sheet resistance sebesar 282,06  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ .



**Gambar 4.6** Pengaruh Penambahan  $\text{KMnO}_4$  Pada Waktu Oksidasi 4 jam

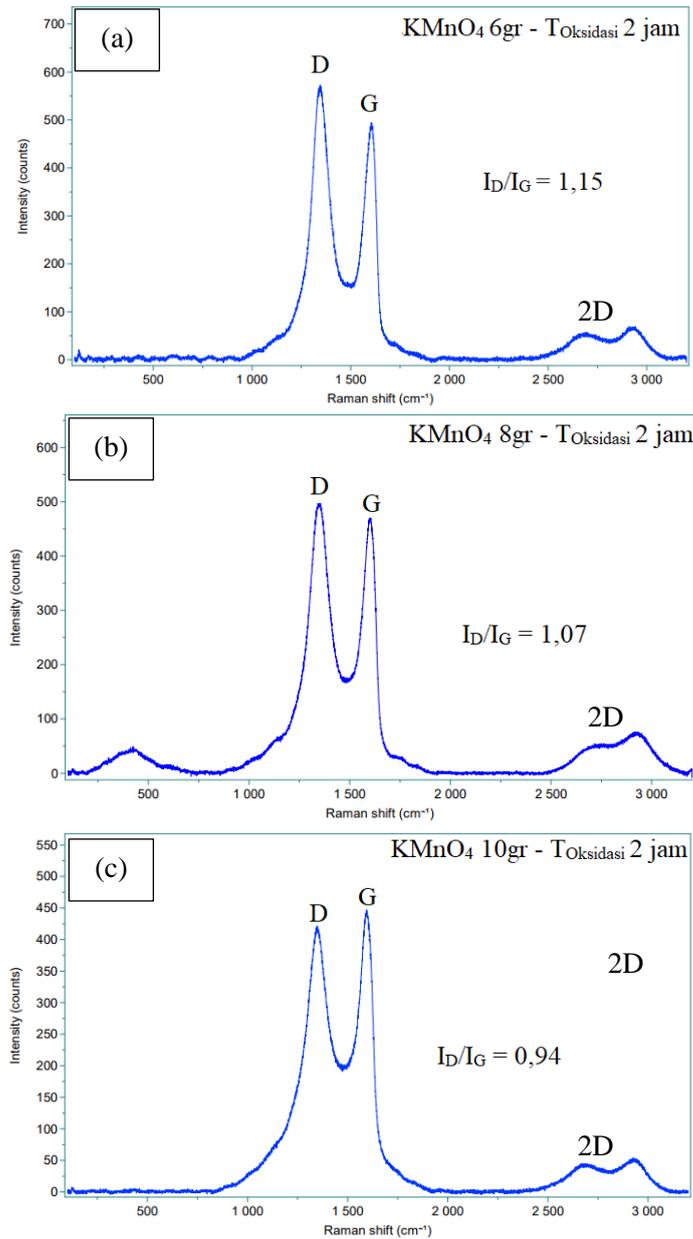
Terlihat pada Gambar 4.6 yaitu pengaruh penambahan  $\text{KMnO}_4$  terhadap

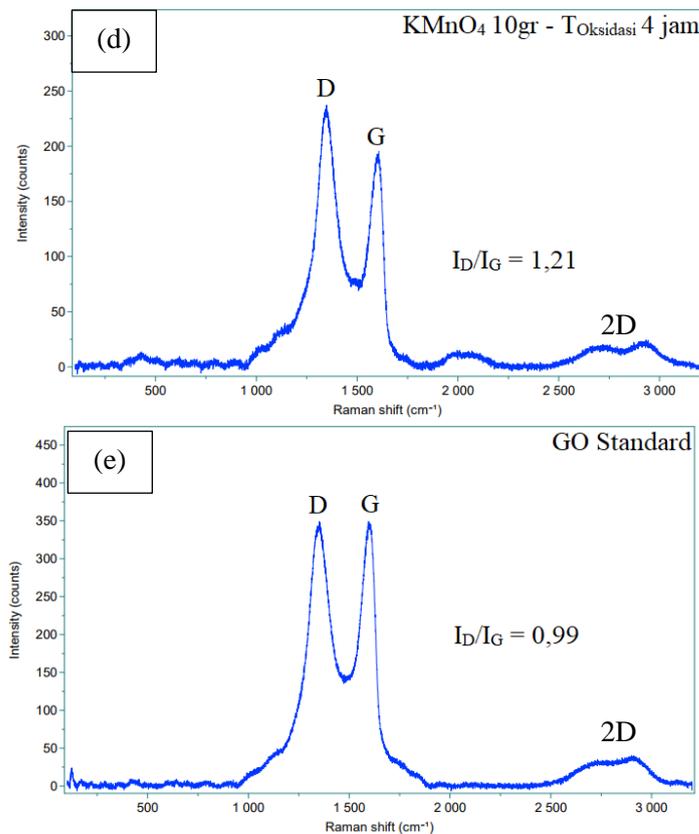
waktu oksidasi selama 4 jam, dapat dilihat untuk nilai konduktivitas pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebanyak 6 gram, diperoleh nilai konduktivitas sebesar 5,1837 mS/m, kemudian pada penambahan 8 gram diperoleh kenaikan nilai konduktivitas sebesar 36,456 mS/m, selanjutnya untuk penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 10 gram, diperoleh kenaikan nilai konduktivitas sebesar 45,334 mS/m. Berbeda dengan nilai sheet resistance yang memiliki pola berbentuk parabola dari masing masing penambahan berat  $\text{KMnO}_4$  dengan waktu oksidasi yang konstan 4 jam, diperoleh nilai *sheet resistance* dengan penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 6 gram yaitu memiliki nilai 868,48  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ , terjadi kenaikan *sheet resistance* pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebesar 8 gram, yaitu memiliki nilai sebesar 1300  $\text{M}\Omega/\text{sq}$ , kemudian terjadi penurunan sheet resistance pada penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram sebesar 479,4  $\text{k}\Omega/\text{sq}$ .

### 4.3 Karakterisasi Raman Spectroscopy

Spektroskopi Raman adalah alat yang paling penting untuk mengkarakterisasi graphene. Tujuan utamanya adalah untuk mempelajari karakteristik elektronik dan komposisi graphene. Spektrum Raman menampilkan dua pita: pita D dan pita G bersama dengan pita 2D yang lemah. Perbandingan nilai intensitas antara D dan G ( $I_D/I_G$ ) menunjukkan penghilangan gugus fungsi yang disebabkan oleh penambahan kalium permanganat akibat dari oksidasi, sehingga perbandingan nilai  $I_D/I_G$  yang semakin besar maka *defect* pada struktur grafena akan semakin banyak dan menghasilkan fasa amorf. Fasa amorf yang terbentuk biasanya berasal dari banyaknya jumlah cacat yang ditemui berupa kekosongan kristal kisi

(*vacancies*), batas butir dan dari jenis karbonnya sendiri. Sedangkan nilai  $I_D/I_G$  yang semakin kecil akan maka cacat pada struktur grafena akan semakin sedikit dan menghasilkan fasa kristalinitas yang lebih tinggi (Claramunt, 2015). Dapat dilihat pada Gambar 4.7 untuk hasil pengujian *Raman Spectroscopy* pada penelitian ini.





**Gambar 4.7** Hasil Pengujian Raman pada: (a) Penambahan KMnO<sub>4</sub> 6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan KMnO<sub>4</sub> 8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan KMnO<sub>4</sub> 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (d) Penambahan KMnO<sub>4</sub> 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 4 jam, dan (e) Membran GO Standar.

Setelah reaksi oksidasi, grafena oksida yang disintesis menunjukkan karakteristik pita D pita G pada masing-masing sekitar 1350 dan 1580 cm<sup>-1</sup>. Di GO, pita G melebar dan biru bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi dibandingkan dengan grafit murni. Di sisi lain, pita D dari spektrum Raman GO menjadi menonjol. Ini memastikan degradasi domain sp<sup>2</sup> dalam bidang di GO karena oksidasi yang luas. Saat GO sedang direduksi, baik pita D dan pita G

berwarna biru bergeser ke bilangan gelombang yang lebih rendah. Ini mengungkapkan konstruksi struktur baru melalui reaksi reduksi. Secara struktural, pita D dan pita G dari RGO lebih tajam dan lebih intens dibandingkan dengan GO. Selain itu, pita 2D lemah dari spektrum Raman dari RGO berpusat dalam kisaran  $2700\text{ cm}^{-1}$ . (Toasin,2016)

Rasio dari intensitas D/G bands merupakan ukuran cacat/*deffect* yang terbentuk dari struktur grafena. pita G merupakan hasil dari getaran/*vibrasi* dalam bidang atom karbon terikat  $SP^2$ , sedangkan pita D disebabkan oleh getaran luar bidang yang dikaitkan dengan adanya cacat struktural. Dapat dilihat pada Tabel 4.2 tentang perbandingan hasil dari pengujian raman spectroscopy pada penelitian.

**Tabel 4.2** Data Pengujian Raman Spectroscopy

Sampel	Raman Shift		Intensity (Counts)		I <sub>D</sub> /I <sub>G</sub>
	D	G	I <sub>D</sub>	I <sub>G</sub>	
M1T1 IR	1345.31	1604.43	572.768	494.229	1.158
M2TI IR	1348.81	1601.90	507.024	470.008	1.078
M3T1 IR	1347.50	1594.30	421.472	447.251	0.942
M3T3 IR	1347.44	1606.96	237.332	195.328	1,215
GO (Y GONG,2015)	-	-	-	-	0,92
rGO (Y GONG, 2015)	-	-	-	-	0,78
N-G (Y GONG, 2015)	-	-	-	-	0,88
STANDAR	1351.40	1595.96	349.094	349.311	0.999

Puncak G pada  $1580\text{ cm}^{-1}$  adalah puncak karakteristik struktur hibrida  $sp^2$ , yang mewakili simetri dan kemampuan kristalisasi bahan karbon; dan puncak D pada  $1350\text{ cm}^{-1}$  adalah puncak cacat, yang mewakili cacat permukaan dan ketidakteraturan lapisan grafit. Nilai GO  $I_D/I_G = 0,92$  menunjukkan bahwa

perlakuan kimia yang menghancurkan integrasi lapisan dan memperkenalkan sejumlah besar cacat pada lapisan terintegrasi dan memperkenalkan sejumlah besar cacat pada permukaan grafit. nilai rGO  $I_D/I_G = 0,78$  mengungkapkan bahwa perlakuan reduksi menghapus gugus oksigen dan mengembalikan struktur lapisan aslinya. Karena pengenalan atom N, substitusi dopan N mengacaukan integritas kisi graphene, dan dengan demikian lebih banyak cacat permukaan ada di N-G ( $I_D/I_G = 0.88$ ) daripada rGO. (Y Gong, 2015)

GO, akan memiliki pita D yang lebih tinggi, karena gangguan ikatan  $SP^2$  karbon, karena GO memiliki gugus fungsi oksidatif. Jadi, jika pita D lebih tinggi, berarti ikatan  $SP^2$  terputus yang pada gilirannya berarti semakin banyak ikatan  $SP^3$ . Nilai  $I_D / I_G$  yang lebih tinggi berarti lebih banyak gugus fungsi yang mengandung oksigen dikeluarkan dari film GO, menunjukkan tingkat reduksi graphene yang tinggi. (YingTian, 2021)

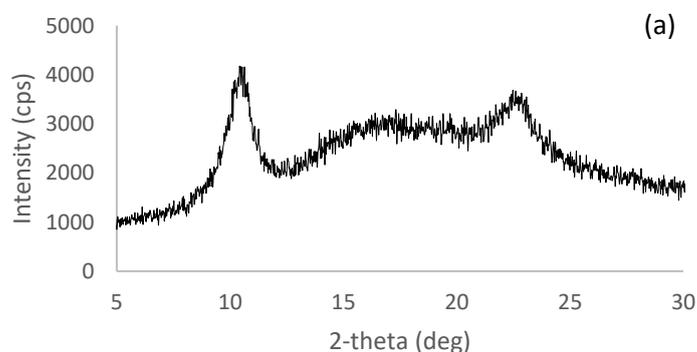
Selain itu, lebar dan bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi dari pita 2D terlihat pada  $2716,77 \text{ cm}^{-1}$  untuk GO. Pita 2D dapat digunakan untuk menentukan lapisan graphene (*monolayer*, *double layer* atau *multilayer*) karena sangat sensitif untuk menumpuk lapisan graphene. Dengan demikian, lokasi pita 2D menegaskan bahwa GO yang dihasilkan adalah *multilayer* karena grafena *monolayer* biasanya diamati pada  $2679 \text{ cm}^{-1}$  dari spektrum. Selain itu, pergeseran lokasi pita 2D juga karena adanya gugus fungsi yang mengandung oksigen yang mencegah lapisan graphene menumpuk. Selain itu, RGO juga memiliki pita 2D yang ditunjukkan pada  $2706,20 \text{ cm}^{-1}$  seperti pada gambar. Hal ini karena setelah reduksi GO menjadi RGO, jumlah residu gugus fungsi yang mengandung oksigen

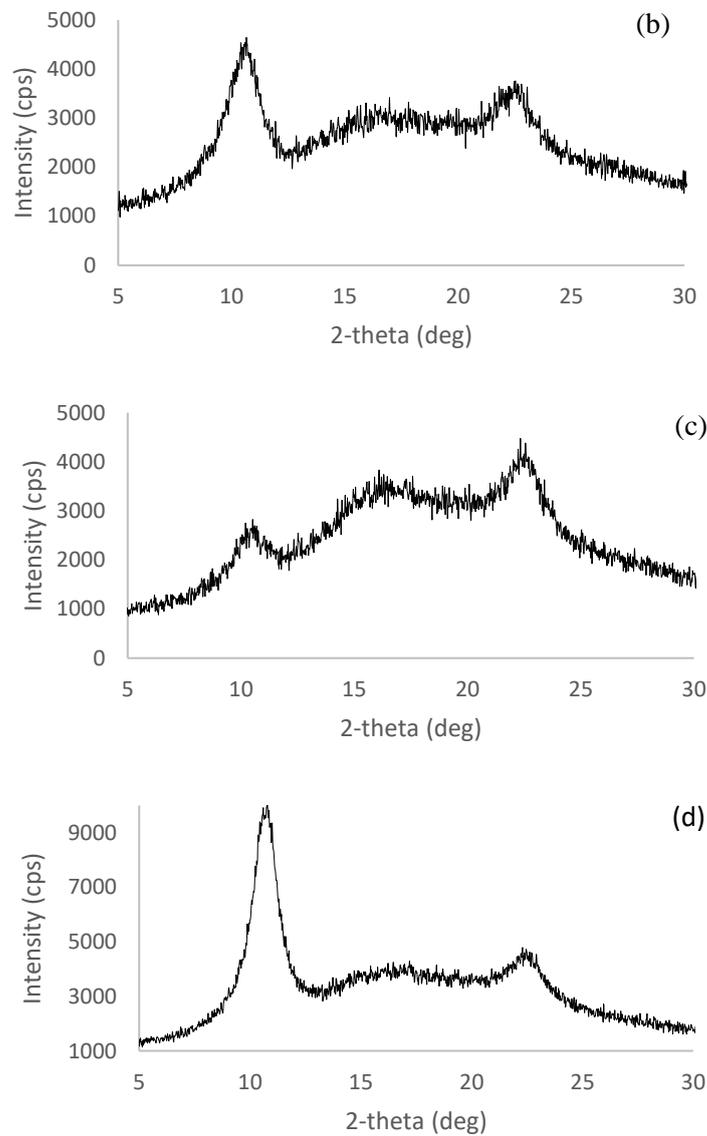
yang tersisa lebih sedikit dan menyebabkan RGO menumpuk. (Thakur, 2012)

#### 4.4 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui puncak difraksi dan struktur kristal pada suatu material, Sehingga dapat menkonfirmasi suatu puncak difraksi yang dihasilkan. Rentang  $2\theta$  yang digunakan antara  $0^\circ$ - $60^\circ$ , rentang sudut ini berfungsi agar data yang dihasilkan lebih terfokus dan puncak sudut  $2\theta$  tidak melebar. Difraksi pada grafit dikatakan sangat tinggi intensitas puncak (002)  $2\theta$  sebesar  $26,42^\circ$  dan memiliki jarak antar bidang ( $d$  hkl)  $3.37 \text{ \AA}$ . GO memiliki  $2\theta$  sebesar  $11.95^\circ$  memiliki  $d$  hkl  $7.4 \text{ \AA}$ . Sedangkan pada rGO  $2\theta$  sebesar  $26.55^\circ$  di puncak (002) pada  $d(\text{hkl})$   $c$ -axis  $3.372 \text{ \AA}$  (Kumar dkk, 2017).

Puncak difraksi pada grafit elektroda  $2\theta$  bernilai  $26,58^\circ$  dengan  $d$  hkl (002)  $3,3515 \text{ \AA}$ , hal ini menunjukkan bahwa limbah elektroda grafit EAF terkonfirmasi memiliki unsur karbon seluruhnya dengan struktur kristal *hexagonal close packed* (HCP). (Arri, 2020). Hasil karakterisasi XRD dari penelitian ini dengan perbandingan waktu oksidasi yang berbeda beda dapat dilihat pada Gambar 4.8.





**Gambar 4.8** Pola Difraksi XRD pada: (a) Penambahan  $\text{KMnO}_4$  6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan  $\text{KMnO}_4$  8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan  $\text{KMnO}_4$  10 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, dan (d) Membran GO Standar.

Nilai  $d(hkl)$  GO memiliki nilai yang cukup besar hal ini karena pada saat oksidasi menggunakan  $\text{KMnO}_4$  ikatan van der Waals melemah sehingga jarak antar

lapisan membesar (Akhmat dkk, 2018). Dapat dilihat pada Gambar 4.8 tentang pola difraksi pada penelitian ini yaitu *peak* yang terbentuk dalam grafik XRD yaitu pada penambahan 6 gram  $\text{KMnO}_4$  dengan waktu oksidasi 2 jam pada membran GO/rGO memiliki nilai puncak difraksi GO  $10,41^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $8,48 \text{ \AA}$ , sedangkan pada rGO memiliki puncak sebesar  $23,42^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $3,79 \text{ \AA}$ . Pada penambahan 8 gram  $\text{KMnO}_4$  dengan waktu oksidasi 2 jam pada membran GO/rGO memiliki nilai puncak difraksi GO  $11,56^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $7,64 \text{ \AA}$ , sedangkan pada rGO memiliki puncak sebesar  $23,11^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $3,84 \text{ \AA}$ . Pada penambahan 10 gram  $\text{KMnO}_4$  dengan waktu oksidasi 2 jam pada membran GO/rGO memiliki nilai puncak difraksi GO  $9,04^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $9,76 \text{ \AA}$ , sedangkan pada rGO memiliki puncak sebesar  $23,05^\circ$  dengan jarak antar bidang  $d(\text{hkl})$   $3,85 \text{ \AA}$ . Pola difraksi sinar-X (XRD) dari sisi GO menunjukkan puncak karakteristik pada  $2\theta = 11,3^\circ$ , yang sesuai dengan struktur nano berlapis dengan jarak interlamelar  $0,78 \text{ nm}$ . Namun, dalam kasus sisi rGO, puncak karakteristik pindah ke sudut  $2\theta$  yang jauh lebih tinggi ( $\approx 24^\circ$ ), yang menunjukkan jarak antarlapisan (spasi  $d$   $0,37 \text{ nm}$ ) menjadi lebih kecil (Jia Nan, 2019). Selain itu, membran GO/rGO hasil sintesis menghasilkan puncak difraksi  $2\theta$  pada rentang  $9,04^\circ - 11,56^\circ$  (002) dan pada rentang  $23,05^\circ - 23,42^\circ$  (010), Dari hasil analisa menggunakan perangkat lunak HighScore Plus yang dicocokkan pada database ICSD 96-590-0025. Pergeseran nilai puncak  $2\theta$  dari semula ke kiri menjadi ke kanan dikarenakan setelah direduksi menggunakan  $\text{N}_2\text{H}_4$  puncak difraksi bergeser kembali ke kanan, hal ini disebabkan karena hilangnya gugus hidroksil dan karbonil yang ikut tereduksi.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Setelah dilakukan analisa dan pembahasan terhadap hasil penelitian, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Penambahan banyaknya berat  $\text{KMnO}_4$  dan lamanya waktu oksidasi mengakibatkan grafena oksida mengalami banyak *deffect*.
2. Diperoleh nilai konduktivitas tertinggi yaitu 66,046 mS/m dengan berat  $\text{KMnO}_4$  10 gram dengan 2 jam lamanya waktu oksidasi.
3. Waktu oksidasi dalam metode hummers untuk membran GO/rGO *bilayer* yang optimal adalah 2 jam.
4. Berat  $\text{KMnO}_4$  dalam metode hummers untuk membrane GO/rGO *bilayer* yang optimal adalah 10 gram.
5. Diperoleh hasil pengujian raman dengan fasa amorf yang terbentuk serta banyaknya cacat permukaan pada  $I_D/I_G$  0,942.
6. Hasil pengujian XRD menghasilkan struktur GO/rGO *bilayer* dengan adanya unsur carbon memiliki struktur kristal *hexagonal closed pack* (HCP).

#### 5.2 Saran

Adapun beberapa saran untuk penelitian selanjutnya yaitu:

1. Melepaskan membran *filter* sebelum dilakukan pengujian.

2. Mengukur ketebalan membran awal sebelum dideposisi menjadi *bilayer*.
3. Karakterisasi membran awal GO sebelum dideposisi menjadi *bilayer*.

## DAFTAR PUSTAKA

- M.H. Nazaré, A.J. Neves (Eds.) 2000., *Properties, Growth and Applications of Diamond, Institution of Engineering and Technology.*
- Khalid, A., Ambri, M., & Ali, A. 2017. *Graphene Growth at Low Temperatures using RF-Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition* (Pertumbuhan Grafin pada Suhu Rendah menggunakan Pemendapan Wap Kimia secara 48 Peningkatan RF-Plasma). *Sains Malaysiana*, 46(7), 1111–1117. <https://doi.org/10.17576/jsm-2017-4607-14>
- Sophie Charpentier, dkk 2020. *Graphene Research and Advanced.*, SIO Grafen Finland.
- K.S. Kim, Y. Zhao, H. Jang, et al., *Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes*, *Nature* 457 (7230) (2009) 706–710.
- Y.W. Son, M.L. Cohen, S.G. Louie, *Half-metallic graphene nanoribbons*, *Nature* 444 (7117) (2006) 347–349
- Wiley, 2017. *Graphene Oxide and Fundamental Application*. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Chalmers University of Technology, Sweden.
- S. Ray, 2014. Applications of Graphene and Graphene-Oxide based Nanomaterials.
- S. Liu, Kaiwen Hu, Marta Cerruti, Francois Barthelat, 2019. Ultra-stiff graphene oxide paper prepared by directed-flow vacuum filtration. S0008-6223(19)31131-5.
- Ying Tian, dkk, 2021. Bilayer and three dimensional conductive network composed by SnCl<sub>2</sub> reduced rGO with CNTs and GO applied in transparent conductive films. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-89305-1>
- Toasin, 2016. The green reduction of graphene oxide. Shahjalal University of Science and Technology.
- Thakur, 2012. Green reduction of graphene oxide by aqueous phytoextracts. Advanced Polymer and Nanomaterial Laboratory, Department of

- Chemical Sciences, Tezpur University, Tezpur 784028, India.
- Coleman, dkk. 2012. *Graphene synthesis: relationship to applications*. *Nanosclae* 5-38. DOI:10.1039/cn2r3269a.
- Isaac Childres, 2013. *Raman Spectroscopy of Graphene and Related Materials*. Department of Physics, Purdue University, West Lafayette, IN, US
- Cornillault J. 1972. *Particle Size Analyzer*. *APPLIED OPTICS* / Vol. 11, No. 2.
- D'Spiza F & Kadish K. 2014. *HANDBOOK OF CARBON NANO MATERIALS Volume 5: Graphene — Fundamental Properties*. World Scientific Publishing ISBN 978-981-4566-72-8.
- D'Spiza F & Kadish K. 2014. *Handbook of Carbon Nano Materials Volume 6 Graphene – Energy and Sensor Applications*. World Scientific Publishing ISBN 978-981-4566-73-5.
- Deriyana R, dkk. 2015. *VARIASI PENAMBAHAN Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> PADA PADUAN PANi/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> SEBAGAI BAHAN PENYERAP GELOMBANG MIKRO*. *Jurnal Fisika*. Volume 04 Nomor 01 Tahun 2015, hal 1-5.
- Ding S, dkk. 2019. *Preparation and adsorption property of graphene oxide by using waste graphite from diamond synthesis industry*. *Materials Chemistry and Physics* 221 (2019) 47-57.
- Enoki T & Ando T. 2014. *PHYSICS AND CHEMISTRY GRAPHENE, Graphene to Nanographene*. Taylor & Francis Group, LLC. ISBN-3:978-981-4241-49-6.
- Fang Ye, dkk. 2018. *Broadband Microwave Absorbing Composites with a Multi-Scale Layered Structure Based on Reduced Graphene Oxide Film as the FrequencyS elective Surface*. *Materials MDPI*. September 2018.
- Feng, Xinliang, dkk. 2014. *Exfoliation of Graphite into Graphene in Aqueous Solutions of Inorganic Salts*. *Journal of The American Chemical Society (JACS)*.
- Hanifah M, dkk. 2015. *Synthesis of Graphene Oxide Nanosheets via Modified Hummers' Method and Its Physicochemical Properties*. *Jurnal Teknologi*. Malaysia.
- Hidayat A, dkk. 2018. *SINTESIS OKSIDA GRAFENA TEREDUKSI (rGO) DARI ARANG TEMPURUNG KELAPA (Cocos nucifera)*. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung. *al-Kimiya*, Vol.

5, No. 2 (68- 73).

- Hou Y, dkk. 2019. *High-quality preparation of graphene oxide via the Hummers' method: Understanding the roles of the intercalator, oxidant, and graphite particlesize*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.231>.
- Jinxing Wang, 2015. *Synthesis of free-standing reduced graphene oxide membranes with different thicknesses and comparison of their electrochemical performance as anodes for lithium-ion batteries*
- Hu Y, dkk. 2015. *Effects of Oxidation on the Defect of Reduced Graphene Oxides in Graphene Preparation*. *Journal of Colloid and Interface Science*. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2015.02.059>
- Hummers W dan Offeman R. 1957. *Preparation of Graphitic Oxide*. 25 September 1957.
- Kudin, 2008. KN, Ozbas B, Schniepp HC, Prud'homme RK, Aksay IA, Car R. *Raman spectra of graphite oxide and functionalized graphene sheets*. *Nano Letters* 2008;8: 36e41.
- Olofinjana B, dkk. 2016. *Synthesis and Characterization of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis Method*. Scientific Research Publishing Inc.
- Y Gong, 2015. *Influence of graphene microstructures on electrochemical performance for supercapacitors Influence of graphene microstructures on electrochemical performance for supercapacitors*.
- Jia-Nan Ma , 2019. *Laser Programmable Patterning of RGO/GO Janus Paper for Multiresponsive Actuators*.
- Kumar L, dkk. 2017. *Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO)\**. *Graphene* 1-18. <http://dx.doi.org/10.4236/graphene.2017.61001>

**LAMPIRAN A**  
**CONTOH PERHITUNGAN**

## LAMPIRAN A

### CONTOH PERHITUNGAN

#### A.1 Perhitungan Nilai Konduktivitas

##### Sampel 8gr KMnO<sub>4</sub> 2jam waktu oksidasi

$$\text{Thickness} = 80 \mu\text{m}$$

Nilai *sheet resistance*:

$$\text{Titik Tengah} = 793.8 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Titik Pinggir 1} = 1157 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Titik Pinggir 2} = 1445 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Titik Pinggir 3} = 1398 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Titik Pinggir 4} = 1298 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Nilai } \textit{sheet resistance} \text{ rata-rata} = 1190.96 \times 10^3 \Omega/\text{square}$$

$$\text{Nilai resistivitas} = \frac{\textit{sheet resistance} \times \textit{thickness}}{1000}$$

$$= \frac{1190.96 \times 80}{1000}$$

$$= 95.27$$

$$\text{Nilai Konduktivitas Listik} = \frac{1}{\text{resistivitas}} \times 1000$$

$$= 10.49 \times 10^{-3} \text{ S/m}$$

#### A.2 Perhitungan nilai d(hkl) dan ukuran kristalit (L)

##### Sample 8 gram KMnO<sub>4</sub> dengan waktu oksidasi 2 jam

$$\text{Panjang gelombang} = 3,84 \text{ \AA}$$

$$\text{Sudut } 2\theta = 23,11^\circ$$

$$\text{FWHM (B)} = 0,0786 \text{ rad}$$

$$D = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$= \frac{3,84}{2 \sin (23,11)} = 48,66$$

**LAMPIRAN B**  
**DATA HASIL PENELITIAN**

**Tabel B.1** Nilai Hasil Pengujian FPP

No	KMnO <sub>4</sub>	Ice bath	Sampel	Sheet Resistance (k $\Omega$ /sq)	Konduktivitas (mS/m)	Ketebalan	RESISTANSI
1	6	2	m1t1 IR	472,64	9,530519	222	104,9261
2	6	3	m1t2 IR	455	9,90001	222	101,01
3	6	4	m1t3 IR	868,98	5,183669	222	192,9136
4	8	2	m2t1 IR	1190,96	10,7576	80	95,2768
5	8	3	m2t2 IR	588,58	14,358	120	70,6296
6	8	4	m2t3 IR	350,2	36,456	80	28,016
7	10	2	m3t1 IR	178,8	66,046	90	16,092
8	10	3	m3t2 IR	282,06	61,046	60	16,9236
9	10	4	m3t3 IR	479,4	45,334	50	23,97
10	6	2	Standar	4856	1,029654	200	971,2

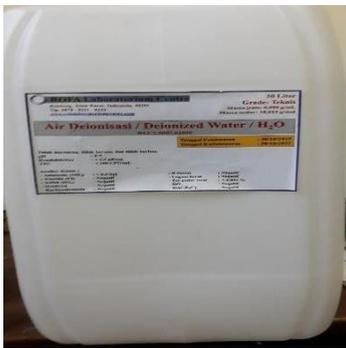
**Tabel B.2** Data Pengujian Raman Spectroscopy

Sampel	Raman Shift		Intensity (Counts)		I <sub>D</sub> /I <sub>G</sub>
	D	G	I <sub>D</sub>	I <sub>G</sub>	
M1T1 IR	1345.31	1604.43	572.768	494.229	1.158
M2TI IR	1348.81	1601.90	507.024	470.008	1.078
M3T1 IR	1347.50	1594.30	421.472	447.251	0.942
M3T3 IR	1347.44	1606.96	237.332	195.328	1,215
STANDAR	1351.40	1595.96	349.094	349.311	0.999

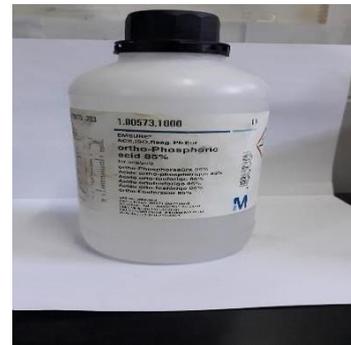
**LAMPIRAN C**  
**GAMBAR ALAT DAN BAHAN**

## C. GAMBAR ALAT DAN BAHAN

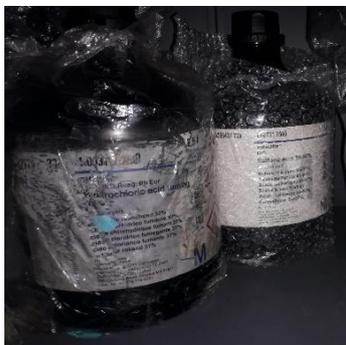
### C.1 Gambar Alat dan Bahan



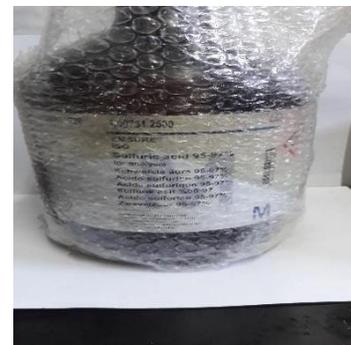
**Gambar C.1** Air Deionisasi



**Gambar C.2** Asam Fosfat



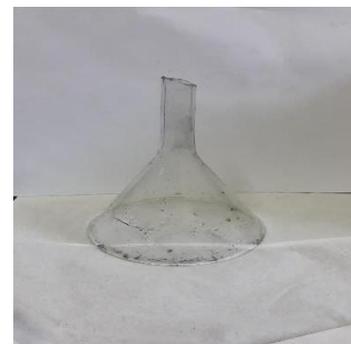
**Gambar C.3** Asam Klorida



**Gambar C.4** Asam Sulfat



**Gambar C.5** Cawan Krusibel



**Gambar C.6** Corong



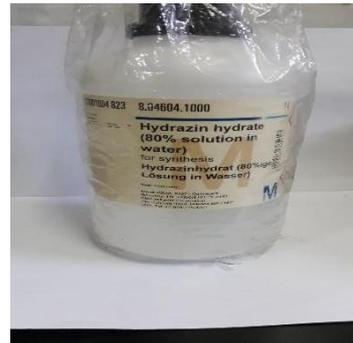
**Gambar C.7** Gelas Beker



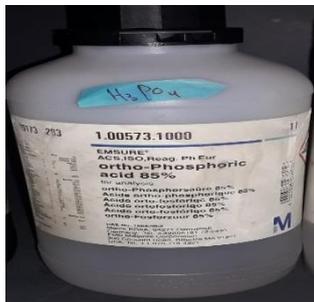
**Gambar C.8** Gelas Ukur



**Gambar C.9** Grafit



**Gambar C.10** Hidrazin Monohidrat



**Gambar C.11** Hidrogen Peroksida



**Gambar C.12** Kalium Permanganat



**Gambar C.13** Kertas Lakmus



**Gambar C.14** Kertas Saring



**Gambar C.15** *Magnetic Stirrer*



**Gambar C.16** Minyak



**Gambar C.17** Neraca Digital



**Gambar C.18** Oven



**Gambar C.19** Pipet Tetes



**Gambar C.20** Vakum Filtrasi