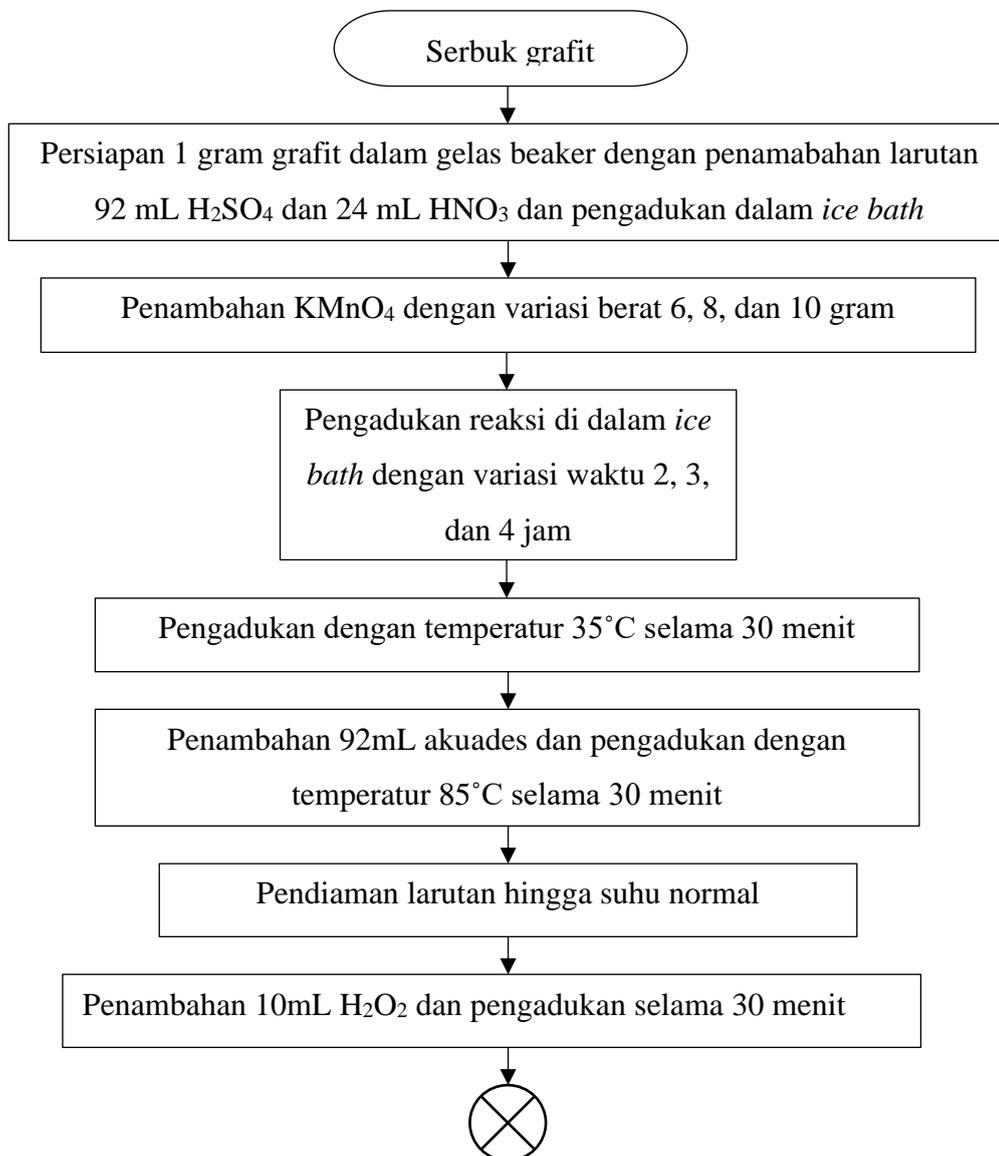


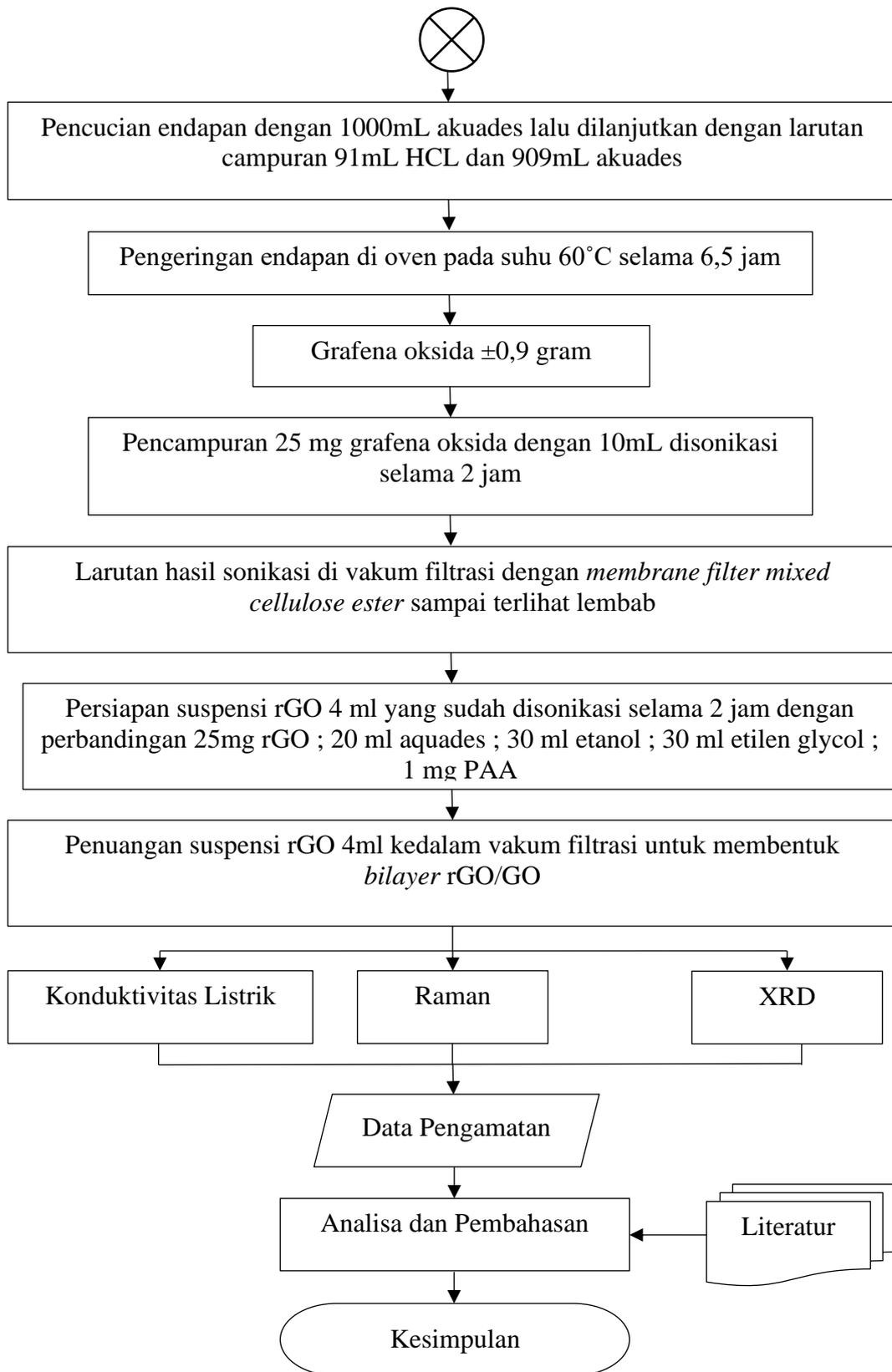
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Adapun Prosedur penelitian yang dilakukan yaitu sintesis grafena menggunakan modifikasi metode *Hummes* 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% (H_2SO_4) (Merck)
3. Asam Nitrat 85% (HNO_3) (Merck)
4. Kalium Permanganat (KMnO_4) (Merck)
5. Hidrazin Monohidrat 80% (N_2H_4) (Merck)
6. Hidrogen Peroksida 30% (H_2O_2) (Merck)
7. pH universal (Merck)

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembuatan Grafena Oksida

1 gram grafit dicampur dengan 92mL H₂SO₄ dan 24mL HNO₃ dalam gelas beker 500mL di dalam wadah *ice bath* kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, selanjutnya menambahkan KMnO₄ 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 H₂O₂ 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

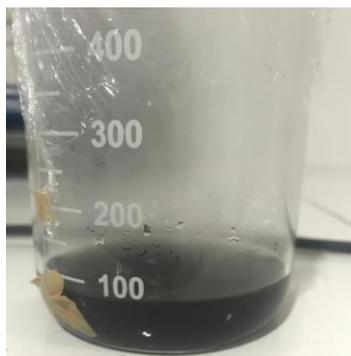
3.3.3 Pembuatan Membran *Bilayer*

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.