

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil dan Pembahasan

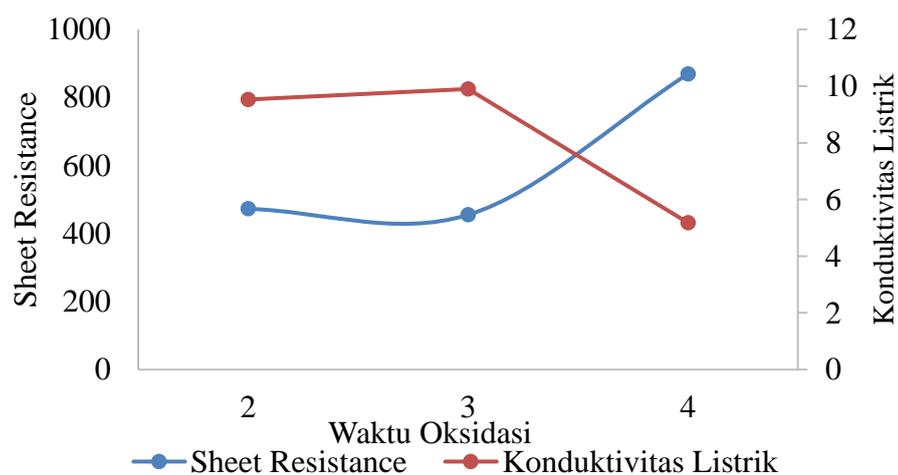
Metode modifikasi Hummers dilakukan untuk mendapatkan grafena oksida (GO), dalam metode ini menggunakan H_2SO_4 , HNO_3 dan KMnO_4 selama 2, 3 dan 4 jam waktu oksidasi serta berat KMnO_4 sebesar 6, 8 dan 10 mg. Selanjutnya untuk menghasilkan grafena oksida tereduksi (rGO) dilakukan proses reduksi menggunakan N_2H_2 (Olofinjana dkk, 2016). Hasil dari variasi waktu oksidasi dan pengaruh berat 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	KMnO_4	Ice bath	Sampel	Sheet Resistance ($\text{k}\Omega/\text{sq}$)	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

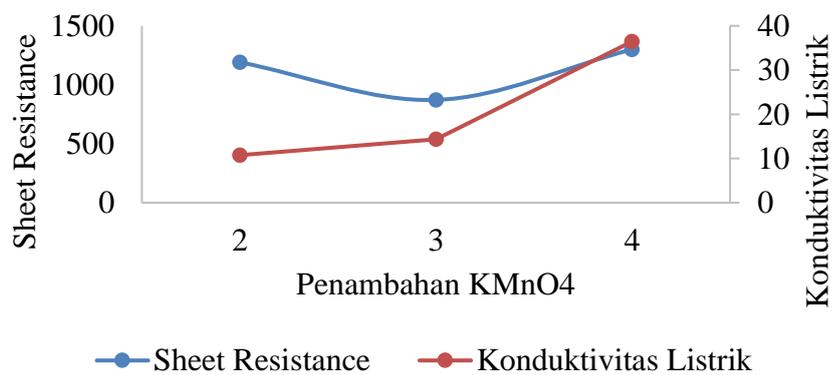
4.2 Karakterisasi *Four Point Probe* (FPP)

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 Ω /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 Ω /sq.



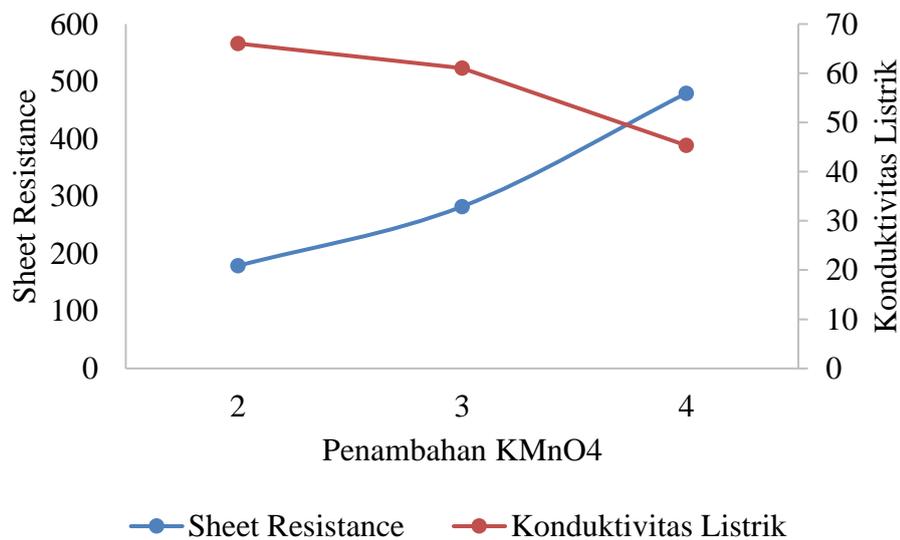
Gambar 4.1 Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan KMnO_4 6gram.

Terlihat pada Gambar 4.1 yaitu pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan KMnO_4 dimana terjadi penurunan yang signifikan untuk nilai konduktivitasnya yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan waktu oksidasi awal 2 jam dengan berat 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 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 $\text{k}\Omega/\text{sq}$.



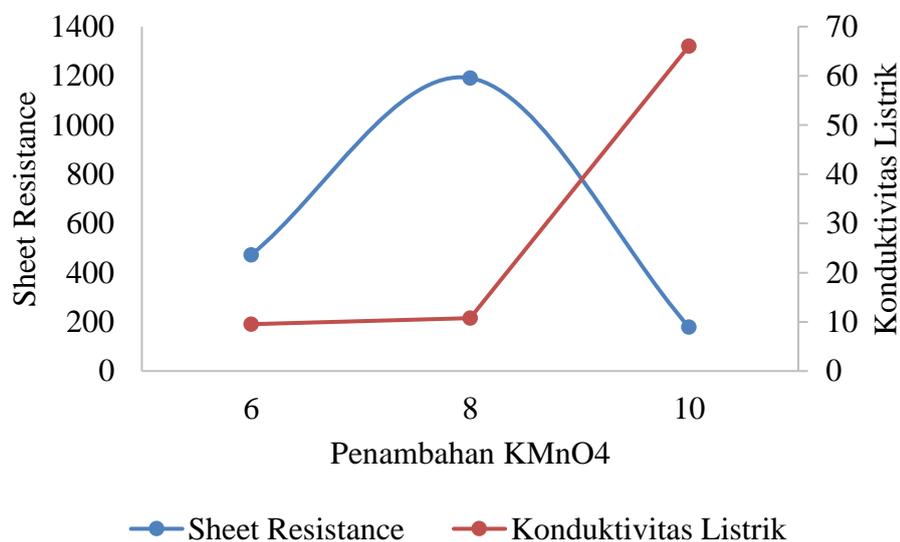
Gambar 4.2 Pengaruh Waktu Oksidasi Terhadap Penambahan KMnO_4 8 gram.

Terlihat pada Gambar 4.2 yaitu pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan 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 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 KMnO_4 10 gram.

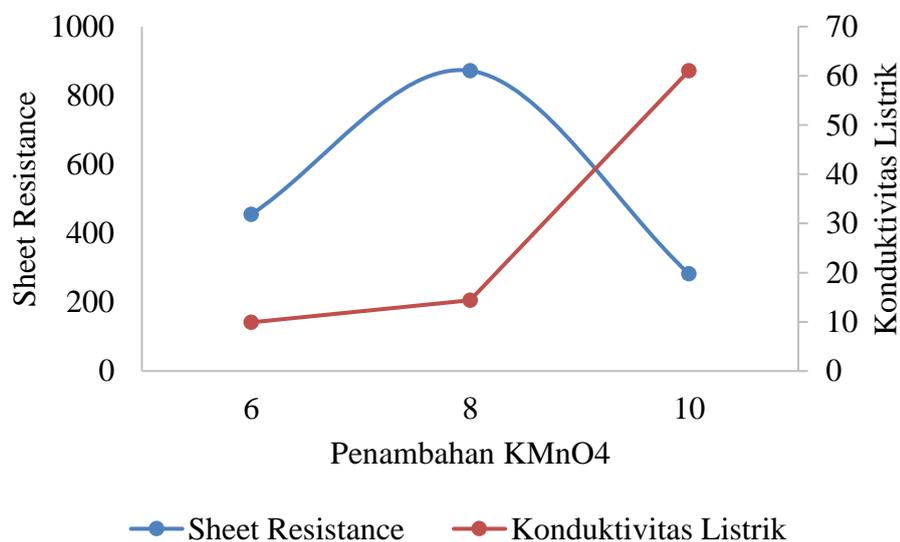
Dapat dilihat pada Gambar 4.3 tentang pengaruh waktu oksidasi terhadap penambahan KMnO_4 sebesar 10 gram, diperoleh hasil dari nilai konduktivitas yang cenderung menurun dan nilai *sheet resistance* yang cenderung naik, adapun pada waktu oksidasi 2 jam, memiliki nilai konduktivitas tertinggi yaitu sebesar 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 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 KMnO_4 Pada Waktu Oksidasi 2 jam

Terlihat pada Gambar 4.4 yaitu pengaruh penambahan KMnO_4 terhadap

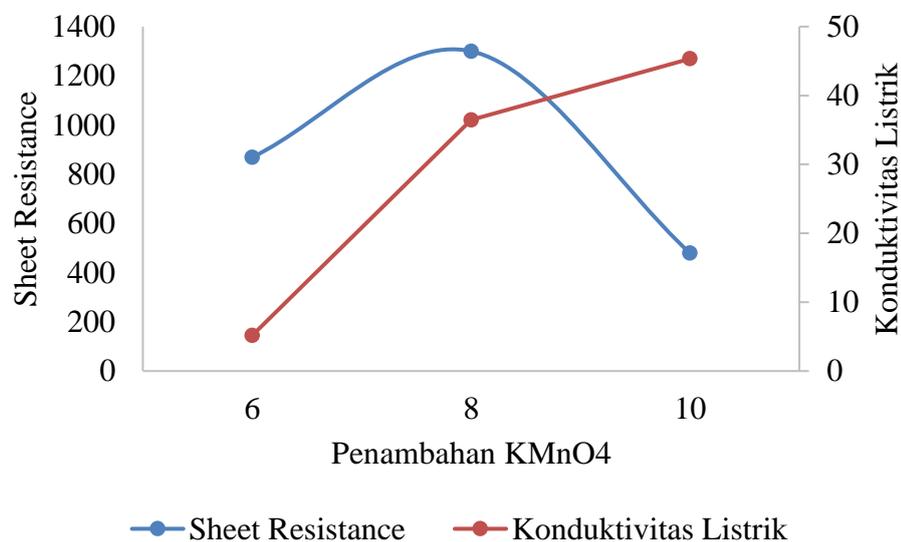
waktu oksidasi selama 2 jam, dimana terjadi kenaikan yang signifikan untuk nilai konduktivitasnya yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan penambahan KMnO_4 6 gram dan waktu sintesis yang konstan 2 jam, memiliki nilai konduktivitas listrik 9,5305 mS/m terjadi kenaikan pada penambahan KMnO_4 8 gram, memiliki nilai konduktivitas sebesar 10,758 mS/m sampai akhirnya terjadi kenaikan nilai konduktivitas yang signifikan pada penambahan KMnO_4 10 gram dengan nilai konduktivitas sebesar 66,046 mS/m. Selanjutnya yaitu terbentuk kurva parabola untuk *sheet resistance* pada pengaruh penambahan KMnO_4 terhadap waktu oksidasi 2 jam, diperoleh pada penambahan KMnO_4 6 gram, memiliki nilai *sheet resistance* sebesar 472,64 $\text{k}\Omega/\text{sq}$, sedangkan untuk penambahan KMnO_4 8 gram, memiliki kenaikan nilai *sheet resistance* sebesar 1190 $\text{M}\Omega/\text{sq}$, selanjutnya untuk penambahan KMnO_4 10 gram, terjadi penurunan *sheet resistance* sebesar 178,8 $\text{k}\Omega/\text{sq}$.



Gambar 4.5 Pengaruh Penambahan KMnO_4 Pada Waktu Oksidasi 3 jam

Terlihat pada Gambar 4.4 yaitu pengaruh penambahan KMnO_4 terhadap

waktu oksidasi selama 3 jam, dimana terjadi kenaikan yang signifikan untuk nilai konduktivitas listrik yaitu yang semula terjadi kenaikan dengan penambahan KMnO_4 6 gram dan waktu sintesis yang konstan 3 jam, memiliki nilai konduktivitas listrik 9,9 mS/m terjadi kenaikan pada penambahan KMnO_4 8 gram, memiliki nilai konduktivitas sebesar 14,358 mS/m sampai akhirnya terjadi kenaikan nilai konduktivitas yang signifikan pada penambahan KMnO_4 10 gram dengan nilai konduktivitas sebesar 61,046 mS/m. Kemudian terbentuk kurva parabola untuk sheet resistance pada pengaruh penambahan KMnO_4 terhadap waktu oksidasi 3 jam, diperoleh pada penambahan KMnO_4 6 gram, memiliki nilai *sheet resistance* sebesar 455 $\text{k}\Omega/\text{sq}$, sedangkan untuk penambahan KMnO_4 8 gram, memiliki kenaikan nilai sheet resistance sebesar 872 $\text{k}\Omega/\text{sq}$, selanjutnya untuk penambahan KMnO_4 10 gram, terjadi penurunan sheet resistance sebesar 282,06 $\text{k}\Omega/\text{sq}$.



Gambar 4.6 Pengaruh Penambahan KMnO_4 Pada Waktu Oksidasi 4 jam

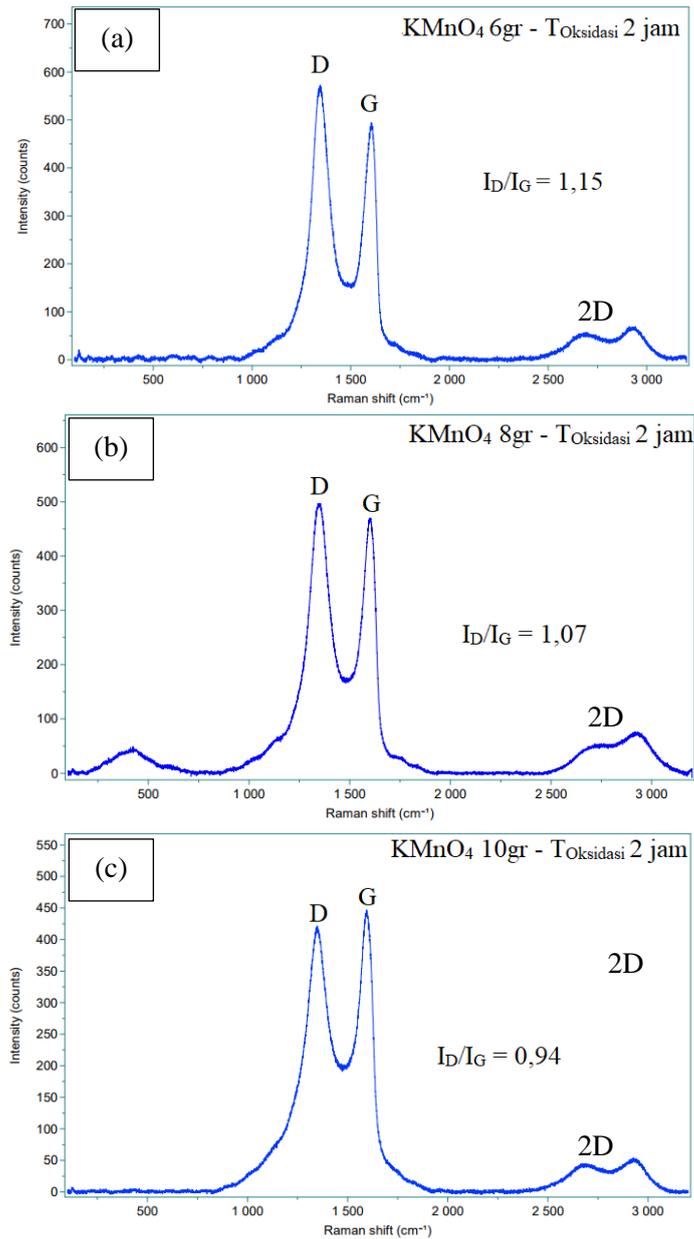
Terlihat pada Gambar 4.6 yaitu pengaruh penambahan KMnO_4 terhadap

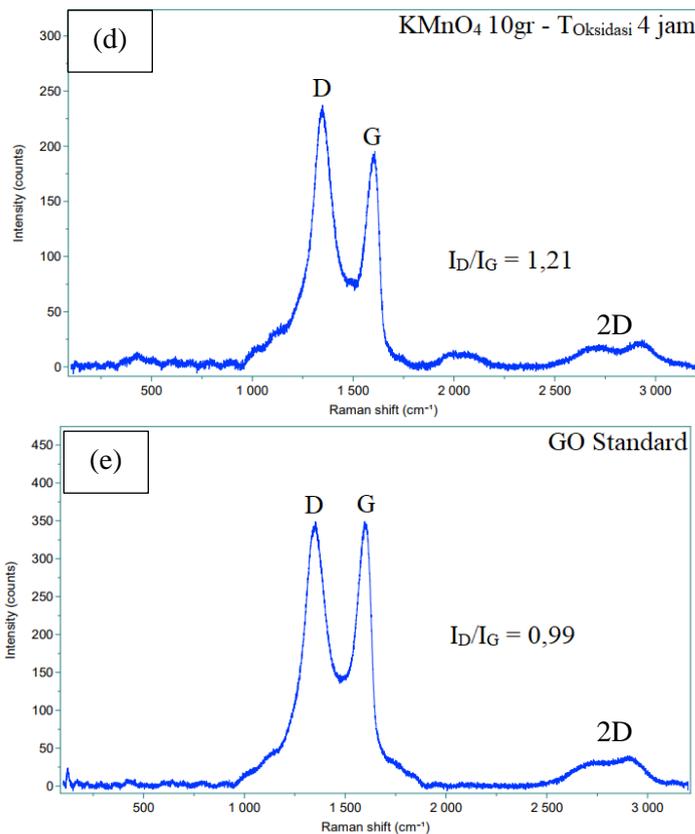
waktu oksidasi selama 4 jam, dapat dilihat untuk nilai konduktivitas pada penambahan KMnO_4 sebanyak 6 gram, diperoleh nilai konduktivitas sebesar 5,1837 mS/m, kemudian pada penambahan 8 gram diperoleh kenaikan nilai konduktivitas sebesar 36,456 mS/m, selanjutnya untuk penambahan KMnO_4 sebesar 10 gram, diperoleh kenaikan nilai konduktivitas sebesar 45,334 mS/m. Berbeda dengan nilai sheet resistance yang memiliki pola berbentuk parabola dari masing masing penambahan berat KMnO_4 dengan waktu oksidasi yang konstan 4 jam, diperoleh nilai *sheet resistance* dengan penambahan KMnO_4 sebesar 6 gram yaitu memiliki nilai 868,48 $\text{k}\Omega/\text{sq}$, terjadi kenaikan *sheet resistance* pada penambahan KMnO_4 sebesar 8 gram, yaitu memiliki nilai sebesar 1300 $\text{M}\Omega/\text{sq}$, kemudian terjadi penurunan sheet resistance pada penambahan 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 KMnO₄ 6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan KMnO₄ 8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan KMnO₄ 10 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (d) Penambahan KMnO₄ 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⁻¹. 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 sp² 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 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 _D /I _G
	D	G	I _D	I _G	
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 cm^{-1} adalah puncak karakteristik struktur hibrida sp^2 , yang mewakili simetri dan kemampuan kristalisasi bahan karbon; dan puncak D pada 1350 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)

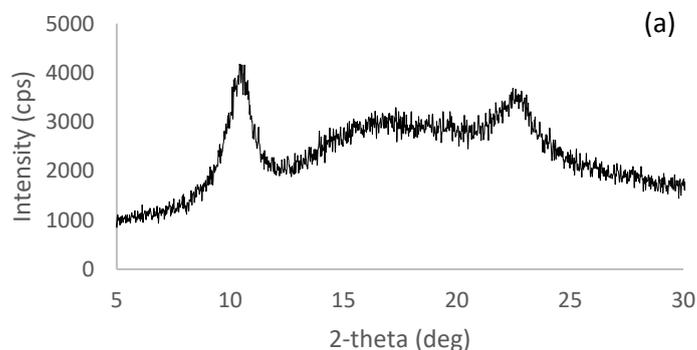
Selain itu, lebar dan bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi dari pita 2D terlihat pada $2716,77 \text{ cm}^{-1}$ untuk GO. Pita 2D dapat digunakan untuk menentukan lapisan graphene (*monolayer*, *double layer* atau *multilayer*) karena sangat sensitif untuk menumpuk lapisan graphene. Dengan demikian, lokasi pita 2D menegaskan bahwa GO yang dihasilkan adalah *multilayer* karena grafena *monolayer* biasanya diamati pada 2679 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

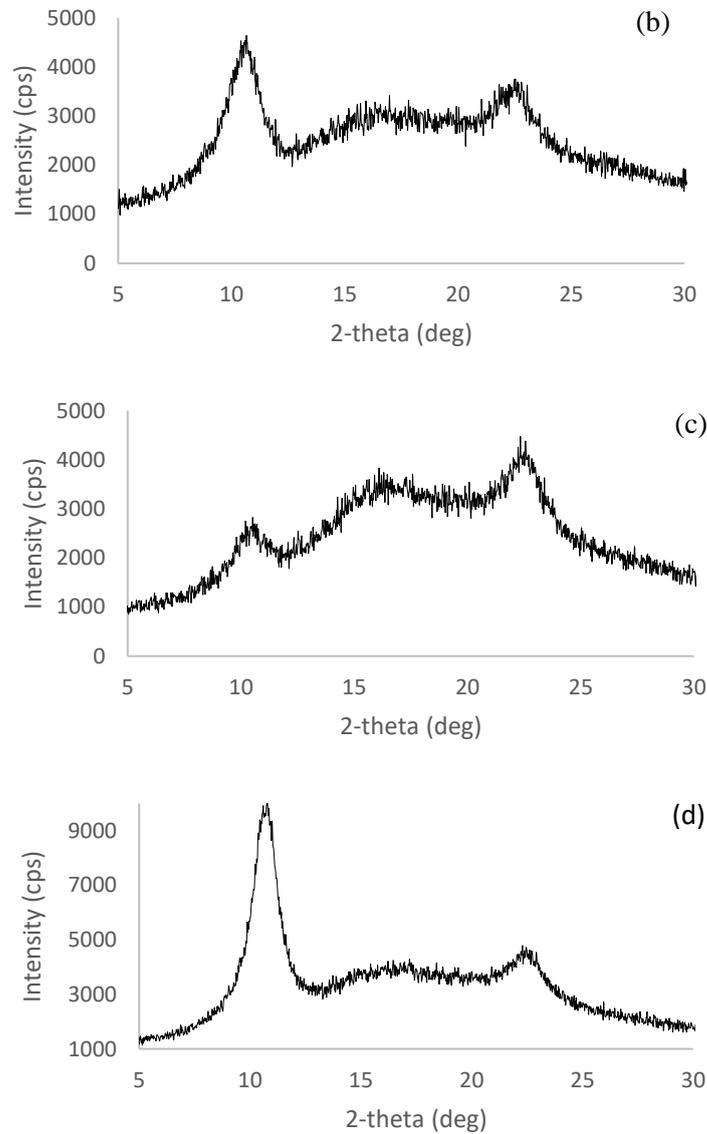
yang tersisa lebih sedikit dan menyebabkan RGO menumpuk. (Thakur, 2012)

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 2θ yang digunakan antara 0° - 60° , rentang sudut ini berfungsi agar data yang dihasilkan lebih terfokus dan puncak sudut 2θ tidak melebar. Difraksi pada grafit dikatakan sangat tinggi intensitas puncak (002) 2θ sebesar $26,42^\circ$ dan memiliki jarak antar bidang (d hkl) 3.37 \AA . GO memiliki 2θ sebesar 11.95° memiliki d hkl 7.4 \AA . Sedangkan pada rGO 2θ sebesar 26.55° di puncak (002) pada d(hkl) *c-axis* 3.372 \AA (Kumar dkk, 2017).

Puncak difraksi pada grafit elektroda 2θ 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 KMnO_4 6 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (b) Penambahan KMnO_4 8 gram Dengan Waktu Oksidasi 2 jam, (c) Penambahan 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 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 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 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 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 2θ 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 2θ 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 2θ dari semula ke kiri menjadi ke kanan dikarenakan setelah direduksi menggunakan N_2H_4 puncak difraksi bergeser kembali ke kanan, hal ini disebabkan karena hilangnya gugus hidroksil dan karbonil yang ikut tereduksi.