

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU RADIASI
MATERIAL *NITROGEN DOPED rGO* TERHADAP SIFAT
KAPASITIF SUPER KAPASITOR BERBAHAN KOMPOSIT
*NITROGEN DOPED rGO/CuCr₂O₄***

**I MADE KRISNA PRAMANANDA
NRP. 0251184000077**

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022



TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU RADIASI
MATERIAL *NITROGEN DOPED rGO* TERHADAP SIFAT
KAPASITIF SUPER KAPASITOR BERBAHAN KOMPOSIT
*NITROGEN DOPED rGO/CuCr₂O₄***

**I MADE KRISNA PRAMANANDA
NRP. 0251184000077**

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184834

**Analysis Of The Effect Variation Of Nitrogen Doped
rGO Material Radiation Time On The Capacitive
Properties Of Super Capacitors Material Of Nitrogen
Doped rGO/CuCr₂O₄ Composites**

**I MADE KRISNA PRAMANANDA
NRP. 0251184000077**

Advisor

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.

Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

**Study Program of Materials Engineering
Department of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022**

(This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU RADIASI MATERIAL *NITROGEN DOPED rGO* TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPER KAPASITOR BERBAHAN KOMPOSIT *NITROGEN DOPED rGO/CuCr₂O₄*

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Teknik pada
Program Studi S-1 Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh : **I MADE KRISNA PRAMANANDA**
NRP. 0251184000077

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.
3. Ir, Moh Farid, DEA.
4. Mavindra Ramadhani, S.T., M.T.




Pembimbing


Ko-Pembimbing


Penguji


Penguji

SURABAYA
Juli, 2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

Analysis Of The Effect Variation Of Nitrogen Doped rGO Material Radiation Time On The Capacitive Properties Of Super Capacitors Material Of Nitrogen Doped rGO/CuCr₂O₄ Composites

FINAL PROJECT

Submitted to fulfill one of the requirements
for obtaining a degree of bachelor of engineering at
Undergraduate Study Program of Materials Engineering
Departement of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

By : **I MADE KRISNA PRAMANANDA**
NRP. 0251184000077

Approved by Final Project Examiner Team :

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.


Advisor

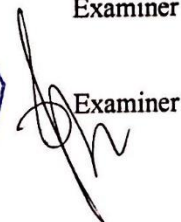
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.


Co-Advisor

3. Ir, Moh Farid, DEA.


Examiner

4. Mavindra Ramadhani, S.T., M.T.


Examiner



SURABAYA
July, 2022

(This page is intentionally blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini

Nama mahasiswa/NRP : I Made Krisna Pramananda/0251184000077
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing/NIP : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D./ 197701162003122007

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “ANALISIS PENGARUH VARIASI WAKTU RADIASI MATERIAL *NITROGEN DOPED rGO* TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPER KAPASITOR BERBAHAN KOMPOSIT *NITROGEN DOPED rGO/CuCr₂O₄*” adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penulisan ilmiah.

Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 25 Juli 2022

Mengetahui
Dosen Pembimbing



(Diah Susanti)
NIP. 197701162003122007

Mahasiswa



(I Made Krisna Pramananda)
NRP.0251184000077

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : I Made Krisna Pramananda
Departement : Teknik Material dan Metalurgi
Advisor/NIP : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D./ 197701162003122007

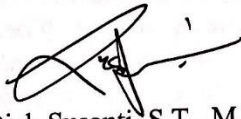
Hereby declare that the Final Project with the title of "Analysis Of The Effect Variation Of Nitrogen Doped rGO Material Radiation Time On The Capacitive Properties Of Super Capacitors Material Of Nitrogen Doped rGO/CuCr₂O₄ Composites " is the result of my own work, is original, and is written by following the rules of scientific writing.

If in the future there is a discrepancy with this statement, then I am willing to accept sanctions in accordance with the provisions that apply at Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 25 Juli 2022

Acknowledged
Advisor

Student



(Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D)
NIP. 197701162003122007



(I Made Krisna Pramananda)
NRP.02511840000077

(This page is intentionally blank)

**PENGARUH VARIASI WAKTU RADIASI MATERIAL NITROGEN DOPED rGO
TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPER KAPASITOR BERBAHAN KOMPOSIT
NITROGEN DOPED rGO/CuCr₂O₄**

Nama Mahasiswa / NRP : I Made Krisna Pramananda/ 0251184000077
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

Abstrak

Superkapasitor merupakan salah satu alat penyimpanan listrik yang mulai digunakan. *Hybrid* superkapasitor adalah superkapasitor dimana sistem kerjanya gabungan EDLCs dan pseudocapacitor. Penelitian ini menggunakan material yang terbuat dari komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi waktu radiasi material *N-Doped rGO* terhadap morfologi, struktur, serta sifat kapasitif komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* superkapasitor. Metode yang digunakan untuk membuat *Reduced Graphene Oxide* (rGO) adalah metode *Hummer*. rGO digunakan karena memiliki luas permukaan yang tinggi. Doping nitrogen dilakukan untuk meningkatkan luas permukaan super kapasitor. Penggunaan CuCr₂O₄ pada komposit dapat memperkecil lapisan difusi ion. Metode yang digunakan untuk sintesis *N-Doped rGO* adalah *microwave assisted solvothermal*. Variasi waktu radiasi doping nitrogen yang digunakan adalah 30 menit, 45 menit, dan 60 menit menggunakan *microwave oven* dengan daya 180 Watt. Selanjutnya dilakukan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) pada hasil sintesis, dan pengujian (*Cyclic Voltammetry*) CV dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) untuk elektroda. Untuk mengukur nilai kapasitansi spesifiknya digunakan pengujian CV. Nilai kapasitansi spesifik dari yang paling tinggi adalah komposit dengan variasi waktu doping nitrogen selama 30 menit (397,72 F/g), 60 menit (245,79 F/g), dan 45 menit (237,74 F/g). Selanjutnya adalah pengujian EIS untuk menganalisa sifat kapasitif dari suatu material, dan untuk mengetahui sifat konduktivitas dari material. Dari hasil pengujian EIS, sampel yang memiliki sifat kapasitif dari yang paling baik adalah elektroda dengan variasi waktu doping nitrogen 30 menit, 60 menit, dan 45 menit. Untuk sifat konduktivitas material yang paling baik adalah komposit dengan variasi waktu doping nitrogen selama 30 menit, yaitu sebesar 0,14 Ω⁻¹. Hal ini memiliki kesesuaian dengan hasil pengujian CV dimana nilai spesifik kapasitansi yang paling besar terdapat pada elektroda dengan variasi waktu doping selama 30 menit.

Kata Kunci: Doping, Microwave, *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*, Superkapasitor, Waktu Doping

Halaman ini sengaja dikosongkan

THE EFFECT VARIATION OF NITROGEN DOPED RGO MATERIAL RADIATION TIME ON THE CAPACITIVE PROPERTIES OF SUPER CAPACITORS MATERIAL OF NITROGEN DOPED RGO/CUCr₂O₄ COMPOSITES

Student Name / NRP : I Made Krisna Pramananda/ 0251184000077
Departement : Materials and Metallurgical Engineering FTIRS-ITS
Advisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

The use of technological devices such as laptops, tablets, and mobile phones is often used, especially during a pandemic situation. Therefore, electrical energy storage devices must be able to support the needs of using technological devices. One of the electrical storage media, the supercapacitor has begun to be widely used. A hybrid supercapacitor is a supercapacitor where the working system is a combination of EDLC and pseudocapacitor. This study used a material made of *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* composite. This study aims to determine the effect of radiation time variations of composite materials on the capacitive properties, structure, and morphology of *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* supercapacitors. rGO and nitrogen doping were carried out to increase the surface area. The use of CuCr₂O₄ can reduce the ion diffusion *Layer*. The method used for the synthesis of *N-Doped rGO* was microwave-assisted solvothermal, while the composite was synthesized using the sol-gel method. The radiation time variations used were 30, 45, and 60 minutes using a *microwave oven* with a power of 180 Watt. And then X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infra Red (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) tests were carried out on the synthesis results and Cyclic Voltammetry (CV) and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) for the electrodes. Meanwhile, to determine the value of the specific capacitance using CV testing. The specific capacitance values from the highest, respectively were composite with variations in nitrogen doping time for 30 minutes (397,72 F/g), 60 minutes (245,79 F/g) and 45 minutes (237,74 F/g). the next is Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) testing. This test is to determine the capacitive properties of a material, but in also serves to determine the conductivity properties of the material. The samples that have the best capacitive properties are composites sequently is 30, 60, and 45 minutes. For the conductivity properties of the material the best is a composite with a variation 30 minutes, which is $0,14 \Omega^{-1}$ because it has the smallest $|Z|$ value. This is in line with the results of thw CV test where the largest specific capacitance value is found in the composite with a doping time of variation of 30 minutes.

Keywords: Doping, Microwave, *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*, Supercapacitors

(This page is intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian tugas akhir yang berjudul “**Analisis Pengaruh Variasi Waktu Radiasi Material Nitrogen Doped rGO Terhadap Sifat Kapasitif Super Kapasitor Berbahan Komposit Nitrogen Doped rGO/CuCr₂O₄**” untuk memenuhi Mata Kuliah Tugas Akhir yang menjadi salah satu syarat kelulusan di Departemen Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Selama proses penelitian, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu dan memberikan dukungan kepada penulis, diantaranya adalah:

1. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. dan bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T., yang telah membimbing dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam proses pengerjaan Laporan Tugas Akhir.
2. Bapak Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS ITS
3. Ibu Dian Mughni Fellicia, S.T., M.Sc. selaku disen wali penulis yang senantiasa memberikan masukan dan arahan selama masa perkuliahan.
4. Bapak/Ibu Dosen yang telah membimbing dan memberikan ilmu selama menempuh masa perkuliahan

Penulis menyadari penyusunan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu, penulis sangat mengharapkan saran dan masukan yang membangun dari pembaca. Semoga laporan ini dapat berguna bagi penulis dan semua pihak yang terkait.

Surabaya, 25 Juli 2022

Penulis,

I Made Krisna Pramananda

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

Halaman Judul.....	i
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	xiii
Abstract	xv
KATA PENGANTAR	xvii
DAFTAR ISI	xix
DAFTAR GAMBAR	xxi
DAFTAR TABEL	xxiii
1 BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	2
2 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Superkapasitor	3
2.2 Grafena	8
2.3 Graphene Oxide (GO)	8
2.4 Doping Nitrogen	9
2.5 CuCr_2O_4	10
2.6 <i>Microwave Assisted Solvothermal</i>	11
2.7 Metode Hummer.....	13
2.8 Penelitian Sebelumnya	13
2.9 Produk Superkapasitor.....	20
3 BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	23
3.1 Bahan Penelitian	23
3.2 Alat Penelitian	23
3.3 Diagram Alir.....	25
3.1.1 Diagram alir sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO).....	25
3.1.2 Diagram Alir Sintesis CuCr_2O_4	26
3.1.3 Diagram Alir Sintesis <i>N-Doped rGO</i>	27
3.1.4 Diagram Alir Sintesis komposit <i>N-Doped rGO/CuCr₂O₄</i>	28
3.1.5 Diagram Alir Pembuatan elektroda	29
3.4 Metode Penelitian	30
3.4.1 Sintesis <i>Reduced Graphene Oxide</i> (rGO).....	30
3.4.2 Sintesis CuCr_2O_4	30
3.4.3 Sintesis <i>N-Doped rGO</i>	31
3.4.4 Sintesis komposit <i>N-Doped rGO/CuCr₂O₄</i>	31
3.4.5 Pembuatan Elektroda.....	32
3.5 Pengujian	32
3.5.1 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	32
3.5.2 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	34
3.5.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) dan EDS	35
3.5.4 <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV).....	36

3.5.5	<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)</i>	38
3.6	Rancangan Penelitian	40
3.7	Jadwal Penelitian.....	41
4	BAB IV hasil dan pembahasan	43
4.1	Hasil Pengamatan Visual	43
4.2	Hasil Pengujian X-Ray Diffractometry (XRD)	44
4.3	Hasil Pengujian <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</i>	47
4.4	Hasil Pengujian <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	52
4.5	Hasil Pengujian <i>Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)</i>	56
4.6	Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry (CV)</i>	60
4.7	Hasil Pengujian <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)</i>	69
5	BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	73
5.1	Kesimpulan	73
5.2	Saran.....	73
	DAFTAR PUSTAKA	75
	Lampiran	80
	Ucapan terima kasih	92
	Biodata penulis	93

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Grafik <i>Ragone</i> Media Penyimpanan Energi ²²	3
Gambar 2.2	<i>Skema Electronic Double Layer Supercapacitors</i> ¹	4
Gambar 2.3	Lapisan <i>Double Layer Hemholtz</i> ²⁸	5
Gambar 2.4	Hasil Pengujian CV EDLCs pada <i>scan rate</i> 100 mV/s (b), 500 mV/s (c). 1000 mV/s (d) ³⁰	5
Gambar 2.5	<i>Skema Pseudocapacitor</i> ¹	6
Gambar 2.6	Hasil Pengujian CV untuk <i>Pseudocapacitor</i> ³²	6
Gambar 2.7	<i>Skema Hybrid Supercapacitor</i> ³³	7
Gambar 2.8	Hasil Pengujian CV <i>Hybrid Supercapacitor</i> ⁶	7
Gambar 2.9	Grafena dan Strukturnya ³⁷	8
Gambar 2.10	Struktur grafena (kiri) dan <i>Graphene Oxide</i> (kanan) ³⁹	9
Gambar 2.11	Struktur hasil doping nitrogen <i>Graphitic N, Pyridinic N, dan Pyrrolic N</i> ⁴³	9
Gambar 2.12	Hasil pengujian SEM <i>N-Doped Graphene</i> ⁴⁹	10
Gambar 2.13	(a) Nanokomposit CuCr ₂ O ₄ (b) N-Graphite/CuCr ₂ O ₄ ⁶	11
Gambar 2.14	Struktur <i>microwave</i> rumah tangga ⁵⁷	12
Gambar 2.15	Ilustrasi mekanisme pemanasan Dipolar Polarization dan Ionic Polarization ⁵⁸	12
Gambar 2.16	<i>Specific capacitance vs current density</i> dari NG dan NG/CuCr ₂ O ₄ <i>composites</i>	14
Gambar 2.17	<i>Cyclic Voltammogram</i> dari NG, CuCr ₂ O ₄ dan NG/CuCr ₂ O ₄ <i>composites</i> pada 2 mV s ⁻¹	14
Gambar 2.18	Hasil pengujian CV komposit dengan perbandingan 85%:15%; 90%:10%; dan 95%:5% pada <i>scan rate</i> (a) 5 mV/s, (b) 50 mV/s, (c) 100 mV/s.....	15
Gambar 2.19	Kurva <i>capacitance vs scan rate</i> ⁶⁵	16
Gambar 2.20	Hasil uji CV pada sampel (a) 85:15; (b) 90:10; (c) 95:85 (Nugroho 2022).....	17
Gambar 2.21	Kurva kapasitansi spesifik <i>vs scan rate</i> ⁶⁶	18
Gambar 3. 1	Diagram alir Sintesis rGO	25
Gambar 3. 2	Diagram Alir Proses Sintesis CuCr ₂ O ₄	26
Gambar 3. 3	Diagram Alir Proses Sintesis <i>N-Doped rGO</i>	27
Gambar 3. 4	Diagram Alir Proses Pembuatan Komposit <i>N-Doped rGO/CuCr₂O₄</i>	28
Gambar 3. 5	Diagram Alir Proses Pembuatan Elektroda.....	29
Gambar 3. 6	Prinsip Kerja <i>X-ray Diffraction (XRD)</i> (Cameron 2019)	32
Gambar 3. 7	XRD PANalytical.....	33
Gambar 3. 8	Prinsip Kerja FTIR.....	34
Gambar 3. 9	Instrumen FTIR.....	35
Gambar 3. 10	Prinsip Kerja SEM	36
Gambar 3. 11	Instrumen SEM	36
Gambar 3. 12	Instrumen CS350 Potentiostat.....	37
Gambar 3. 13	Plot <i>Nyquist</i> untuk EDLC.....	38
Gambar 4. 1	Hasil pengamatan Visual sampel (a) CuCr ₂ O ₄ (b) rGO (C) <i>N-Doped rGO</i> (D) komposit (e) Elektroda.....	43
Gambar 4. 2	Pola XRD dari rGO.....	44
Gambar 4. 3	Pola hasil pengujian XRD dari sampel <i>N-Doped rGO</i> dengan waktu iradiasi menggunakan <i>microwave oven</i> selama 30 menit, 45 menit, dan 60 menit.	45

Gambar 4. 4	Hasil pengujian XRD sampel CuCr_2O_4	46
Gambar 4. 5	Hasil Pengujian XRD Komposit 30, Komposit 45, dan Komposit 60	47
Gambar 4. 6	Hasil pengujian FTIR rGO	48
Gambar 4. 7	hasil pengujian <i>N-Doped rGO</i> dengan waktu radiasi <i>microwave oven</i> (a) 30 menit, (b) 45 menit, dan (c) 60 menit	49
Gambar 4. 8	Hasil pengujian FTIR CuCr_2O_4	50
Gambar 4. 9	Hasil pengujian FTIR (a) Komposit 30, (b) Komposit 45, (c) Komposit 60	52
Gambar 4. 10	Hasil pengujian SEM sampel rGO	52
Gambar 4.11	Hasil pengujian SEM dari sampel rGO dengan Variasi durasi iradiasi <i>microwave oven</i> selama 30 menit dengan perbesaran (a) 10000x dan (b) 20000x; 45 menit dengan perbesaran (b) 10000x dan (c) 20000x dan 60 menit dengan perbesaran (e) 10000x dan (f) 20000x	53
Gambar 4. 12	Hasil pengujian SEM sampel CuCr_2O_4 pada perbesaran (a) 50x dan (b) 500x.....	54
Gambar 4. 13	Hasil pengujian SEM pada sampel komposit 30 perbesaran (a) 3000x dan (b) 5000x; komposit 45 perbesaran (b) 1000x dan 3000x ; komposit 60 perbesaran (e) 1000x dan (f) 3000x	55
Gambar 4. 14	Hasil pengujian SEM (a) nickel foam 150x (b) nickel Foam/komposit 150x	56
Gambar 4. 15	Hasil pengujian EDS <i>N-Doped rGO</i> 30	56
Gambar 4. 16	Hasil pengujian EDS sampel <i>N-Doped rGO</i> 45	57
Gambar 4. 17	Hasil pengujian EDS sampel <i>N-Doped rGO</i> 60	57
Gambar 4. 18	Hasil pengujian EDS sampel komposit 30	58
Gambar 4. 19	Hasil pengujian EDS sampel komposit 45	58
Gambar 4. 20	Hasil pengujian EDS sampel 60	59
Gambar 4. 21	Hasil grafik pengujian CV current vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60	61
Gambar 4. 22	Hasil grafik pengujian CV kapasitansi spesifik vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60	63
Gambar 4. 23	Hasil grafik pengujian CV densitas energi vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60	65
Gambar 4. 24	Hasil grafik pengujian CV densitas power vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60	66
Gambar 4. 25	Plot kurva pengaruh <i>scan rate</i> terhadap nilai kapasitansi sampel elektroda.	68
Gambar 4.26	Plot kurva perbandingan nilai <i>specific energy density</i> dengan <i>specific power density</i> dari sampel elektroda.	68
Gambar 4. 27	Plot <i>Nyquist</i> dari hasil pengujian EIS (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60.....	70
Gambar 4. 28	Hasil Plot Warburg (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60.....	71
Gambar 4.29	Hasil Bode Plot dari sampel (a) Elektroda 30; (b) Elektroda (45); (c) Elektroda (60)	72

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Perbandingan jenis-jenis superkapasitor dan baterai <i>lithium ion</i> ²⁸	7
Tabel 2. 2 Nilai loss tangent dari beberapa pelarut pada 2.45 GHz dan 20 °C ⁶¹	13
Tabel 2. 3 Produk super kapasitor di pasaran	20
Tabel 3. 1 Rancangan Penelitian.....	40
Tabel 3. 2 Jadwal Penelitian	41
Tabel 4. 1 Hasil pengujian XRD sampel rGO dan N-Doped.....	45
Tabel 4. 2 Hasil pengujian XRD sampel CuCr ₂ O ₄	46
Tabel 4. 3 Hasil pengujian FTIR sampel rGO	47
Tabel 4. 4 Hasil pengujian FTIR dari sampel <i>N-Doped rGO</i> 30, <i>N-Doped rGO</i> 45, dan <i>N-Doped rGO</i> 60	48
Tabel 4. 5 Hasil pengujian FTIR sampel CuCr ₂ O ₄	50
Tabel 4. 6 Hasil pengujian FTIR sampel Komposit 30, Komposit 45, dan Komposit 60 ⁶	51
Tabel 4. 7 Unsur komposisi EDS <i>N-Doped rGO</i> 30.....	56
Tabel 4. 8 Komposisi hasil pengujian EDS <i>N-Doped rGO</i> 45	57
Tabel 4. 9 Komposisi hasil pengujian EDS <i>N-Doped rGO</i> 60	57
Tabel 4. 10 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 30	58
Tabel 4. 11 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 45	59
Tabel 4. 12 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 60	59
Tabel 4. 13 Hasil perhitungan nilai kapasitansi spesifik (Cs), <i>Specific Energy Density</i> (E), dan <i>Specific Power Density</i> (P)	67

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penemuan superkapasitor merupakan teknologi yang baru, tetapi sudah memiliki sejarah yang cukup panjang. Penelitian ini dipatenkan oleh Donald L. Boos yang disebut kapasitor elektrolitik dengan elektroda karbon aktif. Superkapasitor pertama kali digunakan pada tahun 1982 untuk penggunaan militer yang dilakukan oleh *Pinnacle Research* yang disebut dengan *PRI Ultracapacitor*. Superkapasitor memiliki keunggulan dalam penggunaannya, yaitu kepadatan daya yang tinggi, dapat dilakukan pengisian dan pengosongan berulang kali yang cepat dan juga memiliki masa pakai yang lama (Blaabjerg et al. 2020), output daya superkapasitor dapat mencapai sekitar 10 kW dan juga energi spesifiknya yang lebih besar jika dibandingkan dengan kapasitor biasa. Superkapasitor dapat dibagi menjadi 3 jenis berdasarkan cara penyimpanan energinya, yaitu *Electric Double Layer Capacitors* (EDLCs), *Pseudocapacitors*, dan *Hybrid* (González et al. 2016).

EDLCs merupakan sistem penyimpanan energi listrik yang berdasarkan proses pengisian dan pengosongan di dalam lapisan ganda pada elektroda berpori (Shiraishi 2016). Nilai kapasitansi spesifik tipe EDLC tergantung pada luas permukaan, larutan elektrolit dan distribusi ukuran pori dari karbon aktif (Rahmah et al. 2017). Untuk *Pseudocapacitors*, transfer muatan faradik di lapisan berpori elektroda yang terjadi melalui reaksi reduksi-oksidasi (redoks) elektrokimia (Zhou et al. 2018). Biasanya pseudokapasitor menggunakan elektroda logam oksida. CuCr_2O_4 adalah salah satu material yang digunakan sebagai elektroda karena memiliki sifat kapasitif, kerapatan daya dan stabilitas siklik yang baik (Sarkar, et al. 2020). *Hybrid supercapacitors* merupakan salah satu cara untuk meningkatkan stabilitas siklik CuCr_2O_4 yang dibuat sebagai bahan dasar komposit berbasis karbon (Yang et al. 2014).

Graphene atau grafena adalah material yang tersusun dari atom karbon dalam susunan kisi heksagonal dengan ketebalan satu atom. Karena sifatnya yang sangat baik, *Graphene* dapat digunakan untuk aplikasi baterai, superkapasitor, dan *fuel cell* (National and Pillars n.d.) (Kamel et al. 2019). Sifat kelistrikan dari *graphene* dapat ditingkatkan dengan menggunakan doping. Doping merupakan salah satu cara yang paling efektif untuk meningkatkan sifat elektronik dari material semikonduktor seperti grafena (Geng et al. 2011). Unsur boron dan nitrogen merupakan kandidat alami untuk doping *graphene* karena ukuran atom yang mirip dengan atom C. *bandgap* terbuka dalam *graphene* setelah dilakukan doping, menunjukkan sifat yang ideal untuk aplikasi potensial *graphene* dalam perangkat elektronik (Agnoli and Favaro 2016). Dengan dilakukannya doping nitrogen diharapkan dapat meningkatkan kapasitansi spesifik pada superkapasitor.

Metode yang biasa digunakan untuk melakukan doping nitrogen ke dalam grafena adalah metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD) (Wei et al. 2009). Metode CVD memiliki beberapa kekurangan, diantaranya adalah biaya yang mahal dan cukup sensitif, sehingga sulit untuk mendapatkan hasil lapisan pada grafena (Whitener and Sheehan 2014). Untuk menghasilkan rGO, pada penelitian ini menggunakan metode Hummer karena metode ini paling sederhana, mudah, murah, dan dapat menghasilkan GO yang hidrofilik (Zaaba et al. 2017). Pada penelitian ini, doping nitrogen pada rGO dibuat menggunakan metode *Microwave Assisted Solvothermal*, dimana proses ini masih belum umum digunakan pada penelitian. *Microwave* mengeluarkan radiasi gelombang mikro yang dapat meningkatkan laju pemanasan yang cepat, sehingga dapat mengurangi waktu reaksi dan mempercepat nukleasi. Metode ini efisien dan mudah dioperasikan (Luo et al. 2014). Selanjutnya adalah melakukan pengujian, diantaranya adalah pengujian *Cyclic Voltammetry* untuk mengetahui performa elektrokimia dan

juga memperoleh nilai kapasitansi (Nurdiansah et al. 2019), dan dilakukan pengujian FTIR untuk mengetahui kandungan senyawa organik, pengujian XRD untuk mengetahui fasa kristalin (Dowais et al. 2021), dan pengujian SEM untuk mengetahui morfologi dari komposit (Shpenev et al. 2020). Sehingga penelitian ini bertujuan untuk membuat elektroda berbahan komposit *Nitrogen Doped rGO/CuCr₂O₄* menggunakan metode *Microwave assisted solvothermal* untuk meningkatkan sifat kapasitif superkapasitor.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang sudah dijelaskan, sehingga dapat diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh waktu radiasi *microwave oven* terhadap struktur dan morfologi *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* hasil dari sintesis dengan metode *Microwave solvothermal* dan *Hummer*?
2. Bagaimana pengaruh waktu radiasi terhadap sifat kapasitif *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* sebagai elektroda superkapasitor

1.3 Batasan Masalah

Agar memperoleh hasil yang baik dan sesuai serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka diperlukan batasan masalah sebagai berikut:

1. Temperatur dan daya pada *microwave oven* dan *furnace* dianggap konstan
2. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan
3. pH aquades dianggap netral
4. Ukuran serbuk grafit dianggap homogen
5. Tekanan pada *autoclave* dianggap konstan
6. *Impurity* diabaikan

1.4 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang telah disebutkan diatas, maka terdapat tujuan penelitian sebagai berikut

1. Menganalisis pengaruh waktu radiasi *microwave oven* terhadap struktur dan morfologi *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* hasil sintesis dengan metode *Microwave Solvothermal* dan *Hummer*.
2. Menganalisis pengaruh waktu radiasi *microwave oven* nitrogen terhadap sifat kapasitif *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* sebagai elektroda superkapasitor.

1.5 Manfaat Penelitian

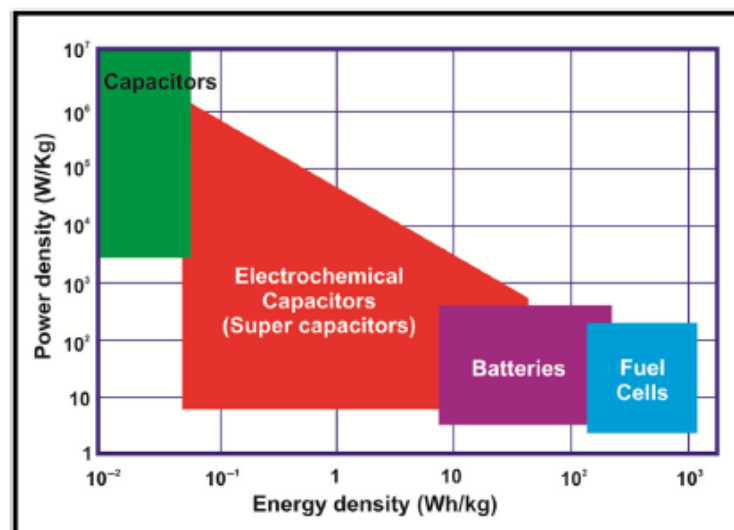
Penelitian ini dilakukan untuk memberikan referensi dalam pembuatan elektroda menggunakan *CuCr₂O₄* yang dikompositkan dengan *N-Doped rGO* dengan menggunakan metode *Microwaved assisted solvothermal* menggunakan *microwave oven* yang lebih efisien dan ekonomis untuk meningkatkan kapasitansi spesifik superkapasitor dengan cara yang ramah lingkungan. Penelitian ini juga dapat dijadikan referensi untuk pembuatan elektroda superkapasitor untuk penyimpanan energi dengan waktu pengisian yang cepat dibandingkan baterai.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Superkapasitor

Teknologi informasi sudah mengalami perkembangan yang sangat cepat, dan tanpa disadari, teknologi sangat mempengaruhi kehidupan manusia. Seiring dengan dampak globalisasi, kebutuhan pertukaran informasi dengan cepat menyebabkan teknologi komunikasi menjadi sangat penting. Penggunaan perangkat elektronik seperti laptop, telepon genggam, tablet, dan berbagai perangkat elektronik menjadi sebuah keharusan di kalangan masyarakat (Utomo and Budi 2015). Kebutuhan manusia terhadap barang elektronik terus meningkat, sehingga dibutuhkan media penyimpanan listrik yang cukup besar untuk menunjang penggunaan barang elektronik. Saat ini sudah terdapat media penyimpanan listrik yang berbasis elektrokimia, diantaranya adalah *fuel cell*, baterai, dan superkapasitor (Azmy and Susanti 2013).

Kapasitor elektrokimia atau yang biasa disebut dengan superkapasitor merupakan kapasitor yang beroperasi berdasarkan pengisian muatan (*charge*) dan pelepasan muatan (*discharge*) pada permukaan material elektroda-elektrolit (Azmy and Susanti 2013). Superkapasitor adalah penemuan baru di dunia penyimpanan energi (Safitri, et al. 2017). Seperti pada Gambar 2.1 dapat terlihat bahwa superkapasitor memiliki kepadatan energi yang rendah dari *fuell cell* dan baterai, tetapi memiliki kepadatan daya yang tinggi (Sagadevan et al. 2021), sehingga menyebabkan superkapasitor memiliki kapasitas yang rendah dari *fuell cell* dan baterai (McCloskey 2015), tetapi dapat mentransfer energi yang lebih cepat dalam hal pengisian dan pengosongan (Liu et al. 2018). Sehingga superkapasitor cocok untuk diaplikasikan pada penggunaan pada kendaraan *hybrid* (Tehrani et al. 2017)

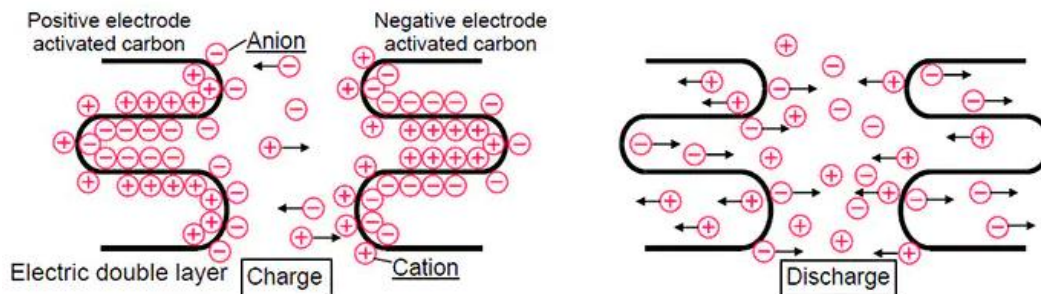


Gambar 2. 1 Grafik *Ragone* Media Penyimpanan Energi (Sagadevan et al. 2021)

Dalam proses pengisian dan pengosongan energi, superkapasitor tidak melakukan transfer muatan melalui reaksi redoks yang melewati elektroda dan elektrolit seperti pada baterai (Winter and Brodd 2004). Selain itu, superkapasitor memiliki daya tahan yang lebih lama, sehingga lebih ekonomis dibandingkan dengan media penyimpanan energi lainnya (Safitri, et al. 2017), sedangkan pada baterai energi listrik dihasilkan oleh konversi eneri kimia melalui reaksi redoks di anoda dan katoda. Reaksi di anoda biasanya berlangsung pada potensial elektroda yang lebih rendah dabandingkan dengan di katoda, sehingga disebut dengan istilah elektroda negatif dan positif. Elektroda yang lebih negatif disebut anoda dan katoda adalah yang

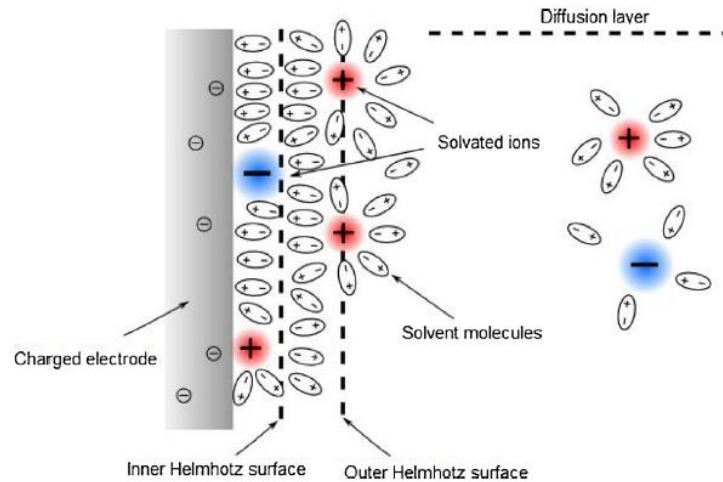
lebih positif (Winter and Brodd. 2004). Sudah berbagai macam material yang digunakan sebagai bahan elektroda pada superkapasitor, tetapi karbon menjadi material yang paling sering digunakan sebagai bahan elektroda pada superkapasitor. Karbon memiliki luas permukaan yang tinggi, tetapi memiliki kekurangan yaitu konduktivitas yang rendah sehingga menjadi terbatas pada superkapasitor (Y. Wang et al. 2009). Superkapasitor dapat dibagi menjadi 3 berdasarkan prinsip penyimpanan energinya, yaitu *Electric Double Layer Capacitor* (EDLCs), *Pseudocapacitor*, dan *Hybrid supercapacitors* (Libich et al. 2018)

Electric Double Layer Capacitor (EDLCs) merupakan system penyimpanan energi listrik berdasarkan proses pengisian – pengosongan dalam lapisan ganda listrik pada elektroda berpori yang memiliki siklus tinggi, sehingga daya tahan yang lebih lama dan efisien (Shiraishi 2016). Kapasitansi pada EDLCs berasal dari partikel bahan elektroda seperti pada antar muka antara partikel karbon dan elektrolit, dimana kelebihan atau kekurangan muatan listrik terakumulasi pada permukaan elektroda. Seperti pada Gambar 2.2 dibawah ini, selama proses pengisian, elektron bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif. Di dalam elektrolit, kation bergerak menuju elektroda negatif, sedangkan anion bergerak menuju elektroda positif. Sementara saat pelepasan, proses sebaliknya yang terjadi. Dalam EDLCs merupakan proses non-Faradaik karena tidak terjadi transfer muatan yang melintasi antar muka elektroda/elektrolit, sehingga penyimpanan menggunakan prinsip EDLCs memiliki stabilitas siklus yang tinggi (G. Wang, et al. 2012).

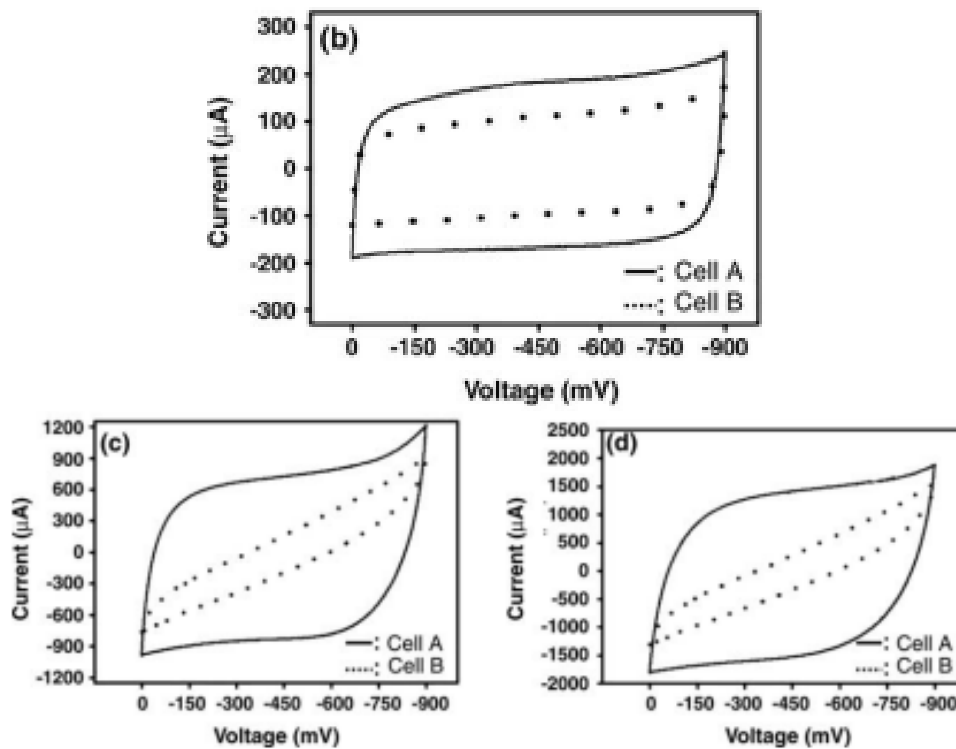


Gambar 2. 2 Skema *Electronic Double Layer Supercapacitors* (Blaabjerg et al. 2020)

Kapasitor EDLCs menggunakan interaksi elektrostatik untuk mengakumulasi energi dalam lapisan ganda yang dikenal dengan lapisan Hemholtz seperti pada Gambar 2.3 berikut ini. Kunci penting untuk memperoleh kapasitas yang sangat tinggi adalah permukaan elektroda yang besar dan luas dari lapisan Hemholtz. Superkapasitor EDLCs memiliki daya tahan dan kemampuan siklus yang baik hingga mencapai jutaan siklus. Gambar 2.4 merupakan hasil pengujian *cyclic voltammetry* yang ideal dari EDLCs yang dapat menjadi patokan pada penelitian ini.



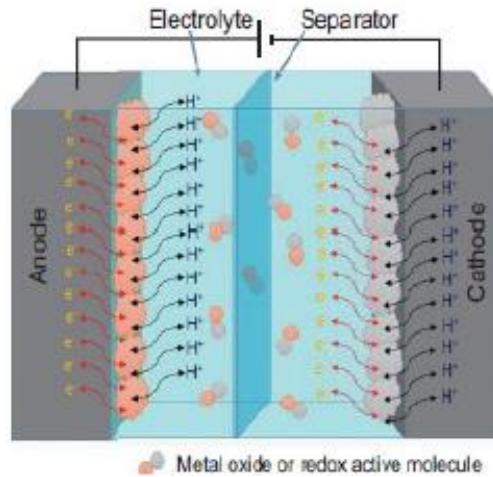
Gambar 2. 3 Lapisan *Double Layer Helmholtz* (Libich et al. 2018)



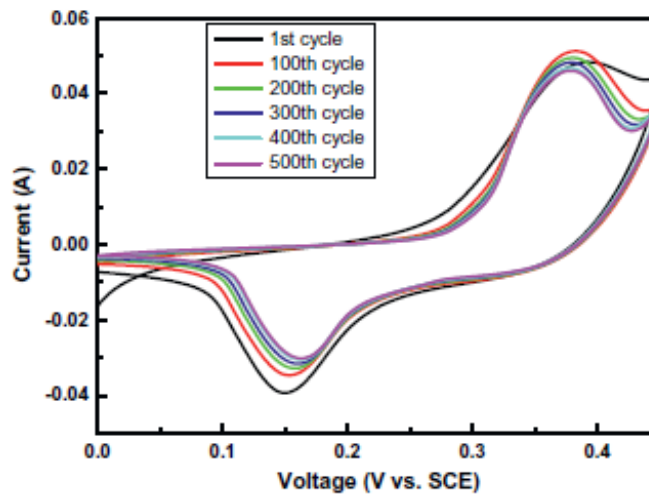
Gambar 2. 4 Hasil Pengujian CV EDLCs pada *scan rate* 100 mV/s (b), 500 mV/s (c), 1000 mV/s (d) (Yoon et al. 2004)

Prinsip yang ke dua adalah *Pseudocapacitor*. Prinsip ini pada dasarnya berbeda dari mekanisme elektrostatis pada prinsip EDLCs. Untuk *Pseudocapacitor*, transfer muatan faradik di lapisan berpori elektroda dan elektrolit yang terjadi melalui reaksi reduksi-oksidasi (redoks) elektrokimia secara elektrostatis. Saat potensial diterapkan pada reduksi *pseudocapacitor*, terjadi oksidasi pada elektroda. Proses ini melibatkan muatan yang melintasi lapisan ganda yang menghasilkan arus *faradic* yang melewati sel superkapasitor. Untuk skema dari *pseudocapacitor* dapat dilihat pada Gambar 2.5 berikut ini. Proses *faradic* menyebabkan *pseudocapacitor* memiliki kepadatan energi yang lebih tinggi dari EDLCs. Reaksi redoks di dalam lapisan elektroda harus reversible secara elektrokimia atau semi reversible agar pengisian dan pengosongan menjadi efisien. Dalam lapisan elektroda *pseudocapacitor*, pengisian atau pelepasan akan melibatkan dua proses, yaitu pengisian dan pengosongan seperti pada EDLCs

dan proses redoks elektrokimia (Blaabjerg et al. 2020). Seperti pada Gambar 2.6 terdapat puncak pada hasil pengujian CV karena terjadinya reaksi oksidasi maupun reduksi (Nurdiansah 2014).

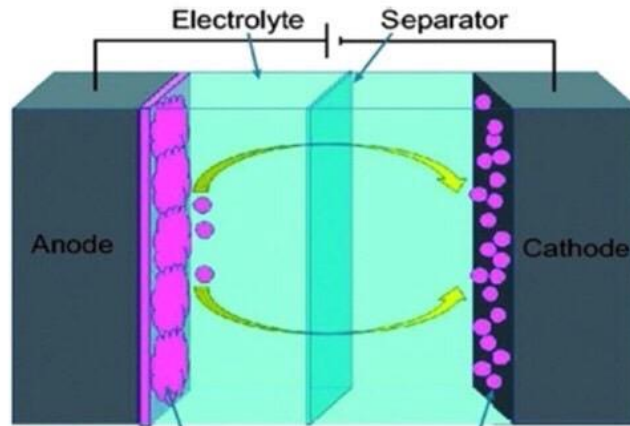


Gambar 2. 5 Skema *Pseudocapacitor* (Blaabjerg et al. 2020)

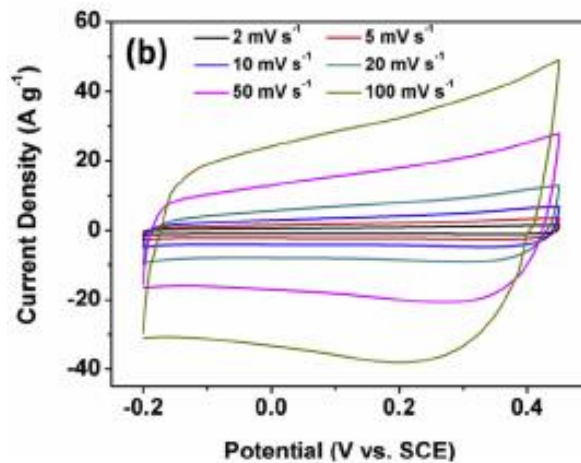


Gambar 2. 6 Hasil Pengujian CV untuk *Pseudocapacitor* (K. Chen and Xue 2014)

Tipe superkapasitor selanjutnya adalah *hybrid*. Untuk skema dari *Hybrid Supercapacitor* dapat dilihat pada Gambar 2.7 berikut ini. Tipe ini merupakan kombinasi dari EDLC dan pseudocapacitors. Untuk meningkatkan densitas energi superkapasitor ini, digunakan elektroda Faraday dan elektroda karbon pada elektrolit, Oleh karena itu, superkapasitor hybrid ini memiliki kerapatan energi yang sangat tinggi (Zhou et al. 2018). Proses faradic dan non faradic digunakan pada supercapacitor ini agar mendapatkan penyimpanan energi yang lebih tinggi, sehingga juga menghasilkan *cycling stability* yang lebih baik, selain itu karena adanya interaksi elektrostatis antara pembawa muatan dan permukaan elektroda di sisi elektroda positif, *hybrid supercapacitor* dapat menghasilkan arus yang tinggi (Libich et al. 2018). Dan juga biaya yang lebih murah dari EDLCs. Gambar 2.8 merupakan hasil ideal pengujian *cyclic voltammetry* untuk *hybrid supercapacitor* yang dapat menjadi patokan di penelitian ini



Gambar 2. 7 Skema *Hybrid Supercapacitor* (Muzaffar et al. 2019)



Gambar 2. 8 Hasil Pengujian CV *Hybrid Supercapacitor* (Sarkar, et al. 2020)

Tabel 2.1 di bawah ini menyajikan perbandingan antara EDLCs, *Pseudo Capacitor*, dan *Hybrid Supercapacitor*. Untuk *hybrid supercapacitor* sendiri masih ada beberapa data yang belum lengkap, dikarenakan *hybrid supercapacitor* masih dalam tahap pengembangan di seluruh dunia

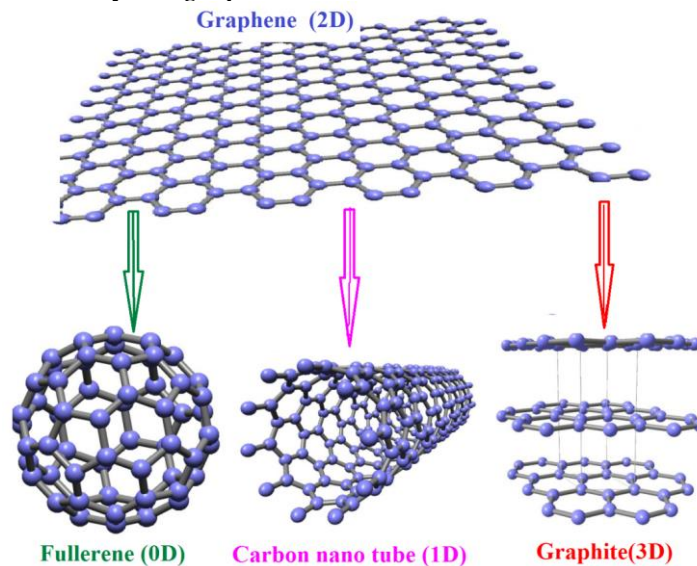
Tabel 2. 1 Perbandingan jenis-jenis superkapasitor dan baterai *lithium ion* (Libich et al. 2018)

Spesifikasi	Super Kapasitor			Baterai Li-ion
	EDLC	<i>Pseudo</i>	<i>Hybrid</i>	
Waktu Pengisian (detik)	1 - 10	1 - 10	100	600
<i>Cycle Life</i>	1.000.000	100.000	500.000	500
Energi Spesifik (Wh.kg ⁻¹)	3 - 5	10	180	250
Voltase (V)	2.7	2.3-2.8	2.3 – 2.8	3.6
Biaya per kWh (USD)	~10.000	~10.000	-	~ 140
Temperatur Pemakaian (°C)	-40 ~ 65	-40 ~ 65	-40 ~65	-20 ~ 60

2.2 Grafena

Grafena adalah bahan kristal yang tahan lama, dan mulai diciptakan oleh para peneliti pada tahun 2004. Grafena memberikan sifat *physio-chemical* yang luar biasa sehingga menjadikannya kandidat potensial untuk penggunaan langsung dan tidak langsung dalam berbagai disiplin ilmu mulai dari teknik, ilmu material hingga elektronik (Maqbool et al. 2020). Grafena adalah lapisan atom karbon dua dimensi yang tersusun dalam bentuk *honeycomb*, yang memiliki sifat yang baik, seperti konduktivitas listrik dan termal yang tinggi, luas permukaan yang besar, dan stabilitas kimia *transcendental* (Dai et al. 2013)

Struktur jaringan sarang lebah memberikan graphene kekuatan tinggi dan modulus tinggi (Kang et al. 2019). Sehingga grafena dapat memiliki bentuk yang banyak struktur karbon, seperti Gambar 2.9 berikut, yaitu *graphite*, *carbon nanotubes*, *carbon nanofibers* dan *fullerene*

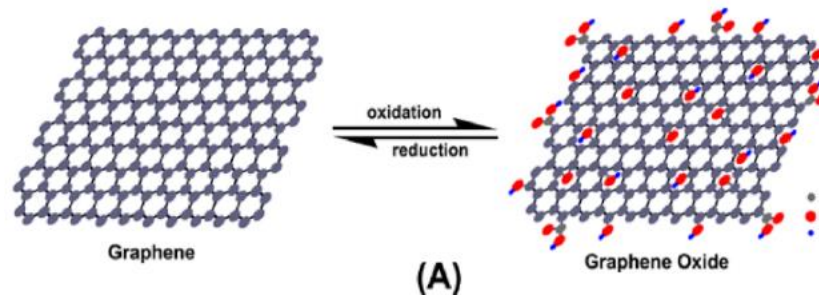


Gambar 2. 9 Grafena dan Strukturnya (Kamel et al. 2019)

Grafena adalah nanomaterial karbon dua dimensi tertipis dengan struktur unik dan sifat fisik, kimia, dan termal. Ini terdiri dari atom karbon dalam kisi heksagonal pada bidang 2D. Tiga orbital atom, 2s, 2px dan 2py, dari atom karbon dihibridisasi menjadi orbital sp^2 yang membentuk ikatan kovalen dengan atom karbon tetangga. Ini mengarah pada struktur planar heksagonal (*honey comb lattice*) dan *toughness* struktur kisi grafena. Jarak antar atom karbon adalah 1,42 Å. Grafena memiliki *mobility intrinsic* hingga 150.000 cm^2/Vs pada temperatur 300 K (Rafitasari et al. 2016), luas spesifik hingga 2630 m^2gr^{-1} , konduktivitas thermal hingga 5000 $Wm^{-1}K^{-1}$, *Modulus Young* yang mendekati 1.0 TPa, dan juga transmisi optik yang mendekati 97,7% (Kamel et al. 2019).

2.3 Graphene Oxide (GO)

Pada tingkat yang sederhana, GO dapat dianggap terdiri dari lembaran grafena yang didalamnya terdapat gugus fungsi oksigen. lembar GO terdiri dari jaringan karbon berbasis cincin heksagonal yang memiliki (sebagian besar) atom karbon hibridisasi sp^2 dan (sebagian) karbon hibridisasi sp^3 yang mengandung gugus fungsi oksigen. Dalam GO, atom karbon yang terikat secara kovalen dengan gugus fungsi oksigen (seperti hidroksil, epoksi, dan karboksi) adalah hibridisasi sp^3 . Ini dapat dilihat sebagai daerah teroksidasi, dan mereka memasuki jaringan sp^2 yang diperluas dari lembaran *graphene* terstruktur *honeycomb-lattice*. Gambar 2.10 berikut ini adalah struktur grafena dan struktur *graphene oxide* setelah dilakukan oksidasi.



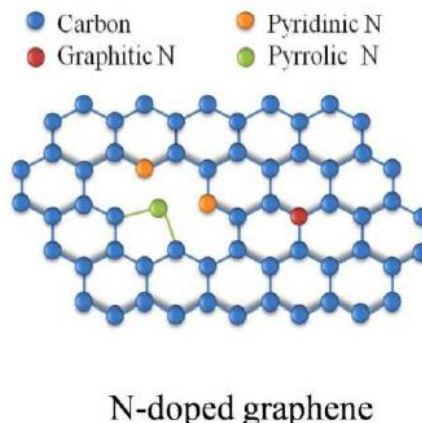
Gambar 2. 10 Struktur grafena (kiri) dan *Graphene Oxide* (kanan) (D. Chen, et al. 2012)

Awalnya, pada tahun 1939, Hofmann dan Holst mengusulkan model sederhana, di mana oksida grafit dianggap terdiri dari lapisan karbon planar termodifikasi kelompok epoksi (1,2-eter) dengan rumus molekul C_2O . Pada tahun 1946, Ruess menyarankan bahwa lapisan karbon sebenarnya tidak planar tetapi mengerut dan bahwa gugus yang mengandung oksigen adalah jembatan oksigen seperti hidroksil dan eter antara atom karbon 1 dan 3, yang didistribusikan secara acak pada kerangka karbon (D. Chen, Feng, and Li 2012). Di penelitian ini, *graphene oxide* di sintesis menjadi *Reduced Graphene Oxide* (rGO). rGO adalah bentuk GO yang diproses dengan metode kimia, thermal untuk mengurangi kandungan oksigen (Papageorgiou, et al. 2015).

Pada tahun 2014, Ning dan rekan telah berhasil melakukan sintesis *Reduced Graphene Oxide* dengan menggunakan metode *Hummers*. Yaitu dengan cara mengoksidasi grafit menjadi *graphite oxide*. *Graphite* direaksikan dengan asam $KMnO_4$, H_2SO_4 dan $NaNO_3$ dengan dilakukan *stirring* hingga terbentuk larutan berwarna kuning. Selanjutnya dicuci dengan larutan HCl dan dikeringkan pada *vacuum oven* selama 24 jam. Setelah itu *graphite oxide* direaksikan dengan serbuk zinc untuk mendapatkan rGO dan di masukkan kedalam *autoclave* dan dimasukkan kedalam *furnace* pada temperature $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam (Cao and Zhang 2015).

2.4 Doping Nitrogen

Doping merupakan teknik yang dapat digunakan untuk mengontrol sifat semikonduktor dalam komunitas semikonduktor arus utama. Grafena yang didoping berarti beberapa atom karbon dalam sel satuan telah digantikan oleh atom lain. Atom pengotor dianggap sebagai pengganti atom karbon, sehingga atom pengotor harus memiliki jari-jari atom yang kira-kira sama dengan jari-jari atom karbon. Menurut Tabel periodik unsur, karbon termasuk golongan IV A dan memiliki nomor atom 6 atau 6 proton. Nitrogen termasuk dalam kelompok VA dan memiliki nomor atom 7 atau 7 proton (Sahu et al. 2015).



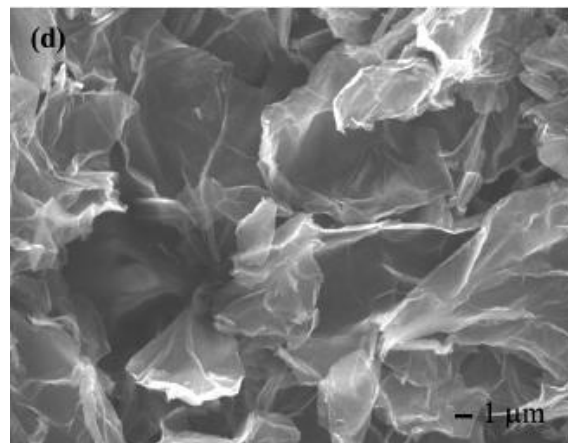
N-doped graphene

Gambar 2. 11 Struktur hasil doping nitrogen *Graphitic N*, *Pyridinic N*, dan *Pyrrolic N* (Y. F. Lu et al. 2013)

Pada Gambar 2.11, terdapat tiga jenis ikatan yang mengikat atom N, yaitu *pyridinic*, *N pyrrolic* dan *graphitic* (substitusi) (Y. F. Lu et al. 2013). Secara khusus, *pyridinic N* mengikat dua karbon di tepi atau cacat graphene dan menyumbangkan elektron p ke system π . *Pyrrolic N* mengacu pada atom N yang menyumbangkan dua elektron p ke system π , meskipun tidak perlu terikat dalam cincin lima, seperti pada *pyrrolic*. Kuartir N mengacu pada atom N di tempat atom C di cincin heksagonal. Di antara jenis nitrogen ini, hibridisasi *pyridinic N* dan N kuaterner adalah SP^2 dan hibridisasi *pyrrolic N* adalah sp^3 (Guo et al. 2011).

Doping nitrogen digunakan karena bertindak sebagai katalis yang bebas logam dan ramah lingkungan, dan juga dapat menunjukkan aktivitas elektrokatalitik yang baik, biaya yang cukup murah dan tahan lama (Z. J. Lu et al. 2013). Doping nitrogen pada rGO dapat meningkatkan konduktivitas listrik yang berpengaruh ke penyimpanan kapasitansi yang sangat baik, stabilitas, dan tingkat reversibilitas yang sangat baik dalam siklus *charge* dan *discharge* (K. Wang et al. 2014) dan mempercepat pertumbuhan nanopartikel (K. Wang et al. 2014). Struktur *pyridinic N* juga dapat meningkatkan kapasitas karena binding energy yang besar, sehingga dapat mengakomodasi banyak ion pada permukaan elektroda (Y. Lu et al. 2014).

Penelitian yang dilakukan oleh Fitri dan rekan pada tahun 2015, *Nitrogen doped Graphene* dilakukan menggunakan metode pemanasan dengan *microwave*. Metode ini memiliki kelebihan, yaitu pemanasan yang cepat peningkatan kinetika reaksi yang lebih tinggi dibandingkan dengan proses pemanasan konvensional, serta memiliki efisiensi produksi yang tinggi. Gambar 2.12 adalah hasil morfologi hasil penelitian pada permukaan *Nitrogen Doped Graphene*.



Gambar 2. 12 Hasil pengujian SEM *N-Doped Graphene* (Sari and Ting 2015)

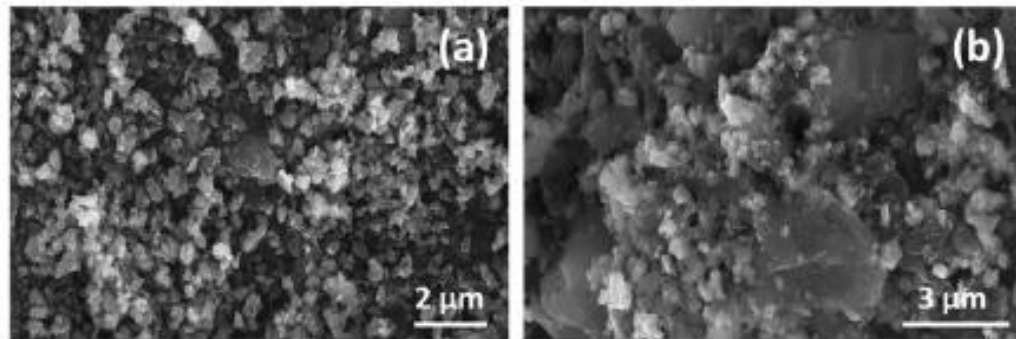
2.5 $CuCr_2O_4$

Spinner Copper Chromite atau $CuCr_2O_4$ digunakan sebagai katalis pada komposit (Cubas et al. 2020). $CuCr_2O_4$ merupakan katalis yang efektif untuk digunakan karena memiliki biaya yang rendah, memiliki ukuran butir kecil yang menyebabkan energi permukaan tinggi dan mudah menggumpal (Z. Chen et al. 2017). $CuCr_2O_4$ yang dikenal dengan celah pita energi rendah 1,2–1,5 eV. Senyawa $CuCr_2O_4$ telah lama dikenal sebagai bahan fungsional yang banyak digunakan sebagai katalis heterogen (Hosseini, et al. 2014), dengan reaksi oksidasi Cr(III) menjadi Cr(VI).

Menggunakan $CuCr_2O_4$ dalam komposit akan meningkatkan kinerja superkapasitor dengan meningkatkan kapasitansi elektroda karena $CuCr_2O_4$ dapat terdistribusi seragam sehingga dapat meningkatkan luas permukaan komposit, stabilitas arus dan juga dapat meningkatkan konduktivitas elektroda komposit (Shayeh et al. 2017). Di penelitian ini,

CuCr_2O_4 digunakan sebagai filler pada komposit, karena luas spesifik area nya hanya sebesar $205 \text{ m}^2/\text{g}$ (Mohamed and Kadi 2021), sangat jauh jika dibandingkan dengan luas spesifik area grafena sebesar $2360 \text{ m}^2/\text{g}$ (Kamel et al. 2019b).

CuCr_2O_4 masih jarang digunakan sebagai media penyimpanan energi. Penelitian nanokomposit *Nitrogen Doped Graphite/CuCr₂O₄* pernah dilakukan oleh Sarkar dan tim, dan hasilnya cukup baik, yaitu menghasilkan elektroda dengan kapasitansi sebesar $530,6 \text{ Fg}^{-1}$, rapat daya yang tinggi dan juga *cyclic stability* sebesar 98%.

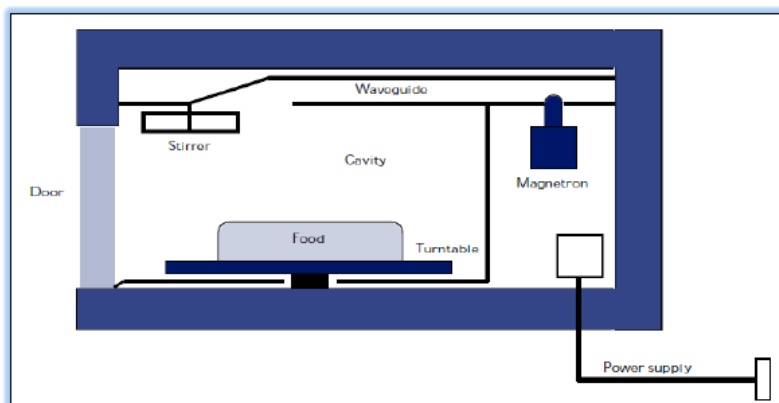


Gambar 2. 13 (a) Nanokomposit CuCr_2O_4 (b) *N-Graphite/CuCr₂O₄* (Sarkar, et al. 2020)

Dari hasil Gambar 2.13 pengujian SEM di atas, pembentukan morfologi partikel yang seragam seperti bola-bola kecil dapat diamati. partikel terdistribusi secara homogen di dalam material, dengan terbentuk beberapa gumpalan yang merupakan struktur dari spinel CuCr_2O_4 (Cubas et al. 2020) pada Gambar diatas juga terlihat bahwa CuCr_2O_4 melapisi *N-graphite*, yang mengakibatkan mengecilnya jalur difusi ion, sehingga dapat membuat proses pengosongan dan pengisian lebih cepat dan memperluas area aktif untuk reaksi elektrokimia.

2.6 Microwave Assisted Solvothermal

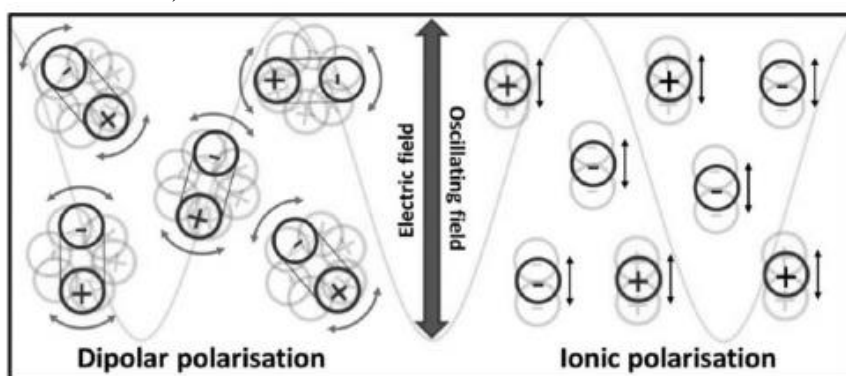
Metode *microwave assisted* dapat menghasilkan pemanasan yang cepat dan seragam serta ramah lingkungan dan hemat energi. Metode ini memiliki potensial yang baik untuk membuat bubuk oksida nanokristalin yang memberikan kemurnian tinggi, dan halus (Mi et al. 2011). Dapat dilihat pada Gambar 2.14 adalah skema *microwave oven* yang sering digunakan di rumah tangga. *Power supply* memasok daya ke *magnetron* yang merupakan alat berupa tabung vakum yang mengubah energi listrik menjadi medan elektromagnetik. Selanjutnya gelombang elektromagnetik yang dihasilkan oleh magnetron dialirkan dengan *waveguide* yang berupa tabung logam berongga, *waveguide* juga berfungsi agar paparan gelombang elektromagnet mengenai langsung makanan yang akan menghambat gelombang. Terdapat *stirrer* yang berfungsi untuk meratakan gelombang mikro agar panas merata, dan juga ada wadah yang berputar untuk diletakkan material (Agrawal 2010).



Gambar 2. 14 Struktur *microwave* rumah tangga (Onaifo et al. 2019)

Microwave oven memanaskan benda yang ada di dalamnya dengan menggunakan gelombang elektromagnetik. Frekuensi gelombang yang dihasilkan oleh *microwave oven* adalah 2.45 GHz dengan panjang gelombang sebesar 0.122 m. gelombang yang dihasilkan *microwave* dapat menembus kaca, keramik ataupun plastik, tetapi tidak dapat menembus logam (Onaifo et al. 2019).

Terdapat dua mekanisme dalam pemanasan *microwave oven*, yaitu *dipolar polarization* dan *ionic conduction*. Pada mekanisme *dipolar polarization*, setiap molekul yang memiliki momen dipol akan bergerak untuk menyelaraskan dengan medan listrik gelombang mikro. Medan elektromagnetik *microwave* akan terus berosilasi sehingga molekul akan terus menyelaraskan sehingga bertabrakan dengan satu sama lain sehingga menghasilkan panas dalam material. Sementara pada mekanisme *ionic conduction*, yang biasanya dihasilkan dari partikel bermuatan pelarut. Akibat adanya gelombang elektromagnetik, partikel bermuatan akan berosilasi bolak-balik sehingga terjadi gesekan antara partikel sehingga menghasilkan panas. Mekanisme ilustrasi dari pemanasan *microwave* terdapat pada Gambar 2.15 berikut ini (Sun, Wang, and Yue 2016)



Gambar 2.15 Ilustrasi mekanisme pemanasan *Dipolar Polarization* dan *Ionic Polarization* (Sun, Wang, and Yue 2016)

Metode *solvothermal* menggunakan berbagai media pelarut untuk melakukan reaksi sintesis. Dalam metode sintesis *solvothermal*, pelarut berperan untuk melarutkan atau melarutkan sebagian reaktan untuk membentuk reaksi pelarut-reaktan yang nantinya mempengaruhi laju reaksi kimia. Pelarut juga dapat mempengaruhi keadaan dan konsentrasi reaktan, sehingga dapat mengubah proses reaksi. Pemilihan molekul organik sebagai pelarut merupakan hal penting didalam proses sintesis (Xu R 2017). Agar penggunaan *microwave* lebih maksimal, saat melakukan proses sintesis harus menggunakan pelarut dengan kemampuan

terbaik dalam menyerap energi. Pelarut memiliki kemampuan menyerap energi yang disebut dengan *loss tangent*. Semakin tinggi *loss tangent* dari sebuah pelarut, maka kemampuan pelarut menyerap energi dari *microwave* akan semakin baik (Firdaus A, Diah S 2020). Pada Tabel 2.2 berikut ini terdapat nilai *loss tangent* dari beberapa pelarut.

Tabel 2.2 Nilai *loss tangent* dari beberapa pelarut pada 2.45 GHz dan 20 °C (Y. J. Zhu and Chen 2014)

<i>Solvent</i>	<i>Loss Tangent</i>
<i>Ethylene Glycol</i>	1.350
<i>Ethanol</i>	0.941
<i>Methanol</i>	0.659
<i>Air</i>	0.123
<i>Acetic Acid</i>	0.174
<i>Toluene</i>	0.04

Pemilihan pelarut sangat penting dalam melakukan teknik *microwaved assisted solvothermal*, pelarut yang memiliki *loss tangent* pelarut lebih dari 1 akan memiliki reaktivitas yang sangat baik di bawah radiasi gelombang mikro (Madurai Ramakrishnan et al. 2021).

2.7 Metode Hummer

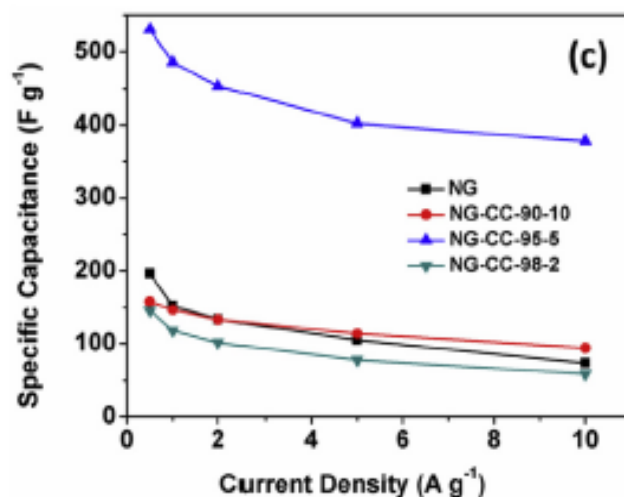
Pada tahun 1958, William S. Hummers dan Richard E. Offeman merilis metode oksidasi untuk mengubah grafit menjadi *graphite oxide*. Metode *Hummer* merupakan metode yang paling sering digunakan untuk melakukan sintesis *graphite oxide*. Grafit dioksidasi di dalam campuran *Sulfuric Acid* (H₂SO₄), *Pottasium Permanganate* (KMnO₄) dan *Sodium Nitrate* (NaNO₃). H₂SO₄ dalam metode ini berfungsi dalam proses oksidasi, yang meliputi sebagai agen interkalasi dengan bantuan oksidan, menstabilkan oksidan, dan bertindak sebagai pelarut untuk mengangkut oksidan ke *interlayers* grafit. Agar tidak perlu banyak menggunakan H₂SO₄, dilakukan modifikasi dengan menggunakan bantuan *ice bath* (Y. Zhu et al. 2022). KMnO₄ berperan sebagai agen pengoksidasi (Cao and Zhang 2015), dan NaNO₃ juga membantu dalam proses oksidasi dengan menurunkan absorbansi pada prekursor grafit (Roy, et al. 2014). Reaksi yang terjadi dapat digambarkan seperti di bawah ini:



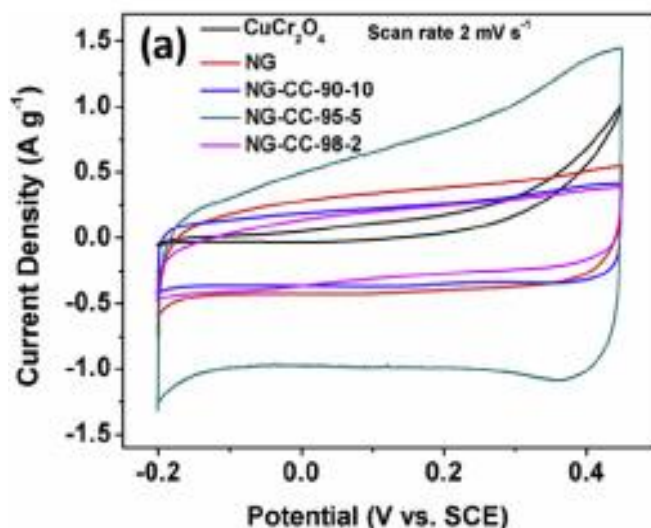
2.8 Penelitian Sebelumnya

Penelitian pembuatan komposit *N-Graphite/CuCr₂O₄* sudah dilakukan oleh Sarkar dan rekan pada tahun 2020. Penelitian yang bertujuan untuk mengetahui komposisi nanokomposit yang paling tepat untuk memperoleh nilai kapasitansi superkapasitor yang tinggi. Untuk sintesis *graphene oxide*, Sarkar menggunakan metode *Hummer*. Larutan GO di ultrasonikasi selama 2 jam, kemudian ditambahkan larutan melamin sembari dilakukan pengadukan selama 1 jam. Untuk pembuatan nanokomposit *N-Graphite/CuCr₂O₄*, larutan *N-Graphite* dan CuCr₂O₄ dilakukan ultrasonikasi secara terpisah, setelah itu keduanya dicampur dengan menggunakan

magnetic stirrer yang dilakukan selama 2 jam. Komposisi nanokomposit *N-Graphite*: CuCr_2O_4 yang digunakan adalah 90%:10%; 95%:5%; dan 98%:2%. Hasil kapasitansi terbesar yang diperoleh terdapat pada komposisi *N-Graphite* : CuCr_2O_4 sebesar 95%:5%. Pada komposisi sebesar 90%:10% kapasitansinya menurun karena kapasitansi redoks dari CuCr_2O_4 yang rendah. Pada komposisi 98%:2% terjadi penggumpalan pada lembaran *N-Graphite* karena CuCr_2O_4 yang terlalu sedikit sehingga kurangnya interkalasi pada lembaran *N-Graphite*. Gambar 2.16 berikut ini adalah hasil dari spesifik kapasitansi dari ketiga komposisi.



Gambar 2. 16 *Specific capacitance vs current density dari NG dan NG/CuCr₂O₄ composites*



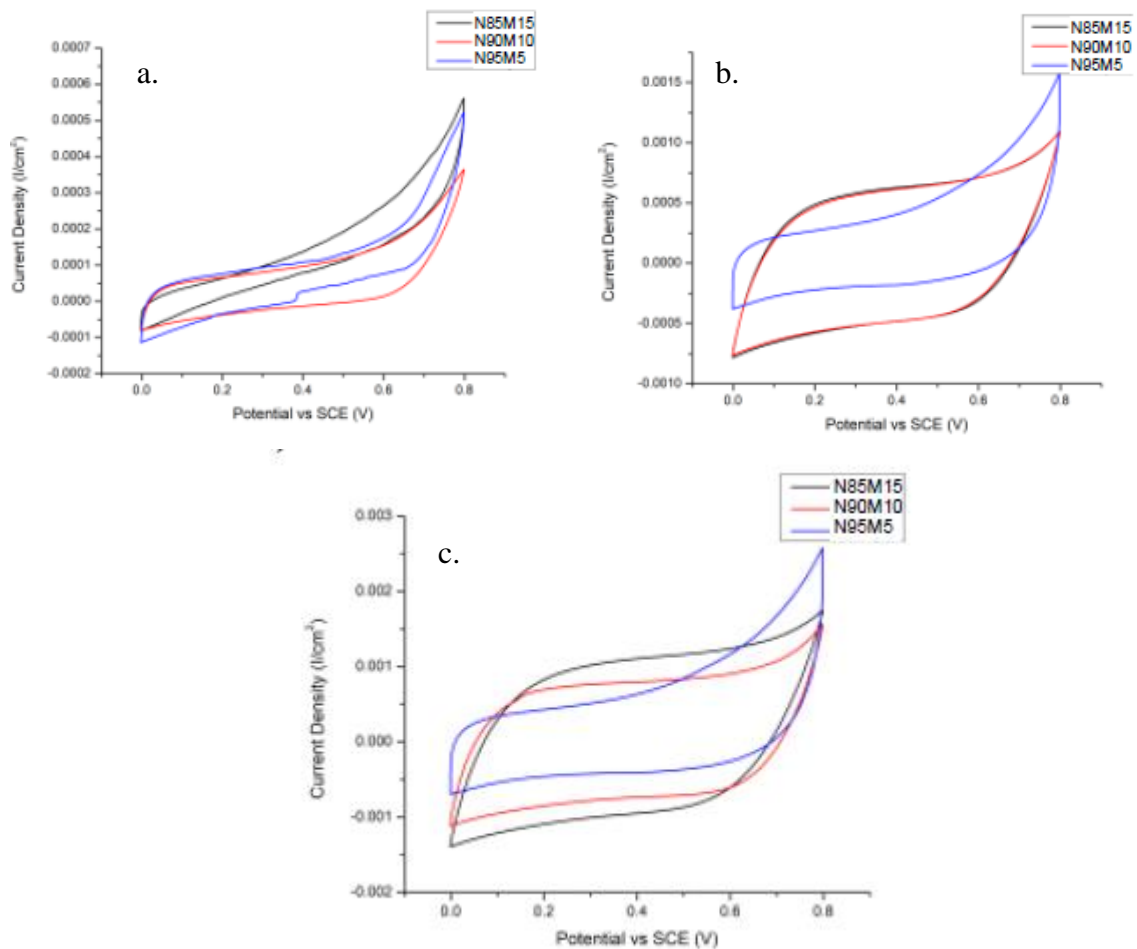
Gambar 2. 17 *Cyclic Voltammogram dari NG, CuCr₂O₄ dan NG/CuCr₂O₄ composites pada 2 mV s⁻¹ (Sarkar, et al. 2020)*

Hasil penelitian yang dilakukan, diperoleh hasil kapasitansi yang cukup tinggi sebesar $530,6 \text{ F g}^{-1}$ yang diperoleh dari hasil pengujian CV seperti pada Gambar 2.17 sehingga komposit berbahan grafena memiliki potensi untuk menjadi elektroda *Electric Double Layer Capacitors* (EDLCs). Penambahan CuCr_2O_4 juga dapat mengatur jarak interkalasi antar lapisan *N-Graphite* sehingga mencegah penggumpalan dan juga sebagai bahan aktif redoks, karena CuCr_2O_4 memiliki struktur yang berpori sehingga jalur difusi pada elektrolit dapat diminimalkan (Sarkar, et al. 2020)

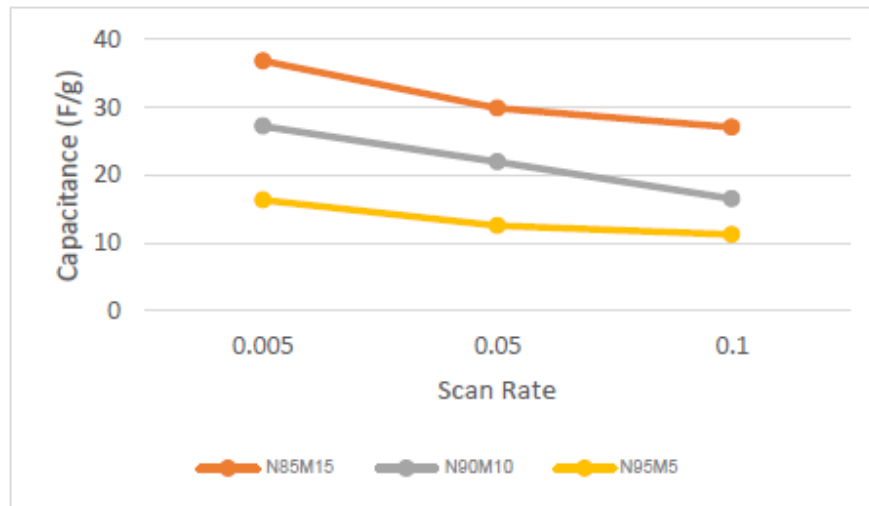
Baru-baru ini pada tahun 2021, penelitian tentang pembuatan *Hybrid Supercapacitors* telah dilakukan oleh Angelika dan rekan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh

komposisi komposit terhadap struktur, morfologi, serta sifat kapasitif *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*. Metode yang digunakan untuk melakukan sintesis *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* adalah *microwave assisted solvothermal*. Pembuatan *N-Doped rGO* dimulai dengan mencampurkan *expanded graphite* dan NH_4OH menggunakan pelarut organik methanol yang dimasukkan ke dalam *Teflon autoclave*. *Autoclave* dipanaskan di dalam *microwave oven* selama 10 menit dengan daya 100 watt, setelah itu *Teflon* dimasukkan kedalam *ice bath* agar reaksi yang terjadi berhenti. Sementara itu, untuk sintesis komposit menggunakan metode *sol gel*. *N-Doped rGO* dan CuCr_2O_4 dilakukan ultrasonikasi secara terpisah, setelah itu dilakukan pencampuran *N-Doped rGO* dan CuCr_2O_4 dengan variasi komposisi *N-Doped rGO*: CuCr_2O_4 sebesar 85%:15%; 90%:10%; dan 95%:5%. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan aquades hingga pH netral dan dilakukan pengeringan.

Proses yang terakhir adalah pembuatan elektroda dengan membuat larutan komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* dengan pelarut *aquades* yang didepositkan pada *nickel foam* dengan cara dicelupkan kedalam larutan komposit. *Nickel foam* digunakan karena memiliki porositas yang tinggi. Hasil nilai kapasitansi tertinggi berturut-turut yang dapat dilihat pada Gambar 2.18. adalah dengan komposisi komposit 85%:15% sebesar 36,862 F/g; 90%:10% sebesar 27,214 F/g; dan 95%:5% sebesar 16,333 F/g. Sementara itu, pada Gambar 2.19 di bawah ini terlihat bahwa semakin tinggi *scan rate* yang digunakan, mengakibatkan semakin rendah kapasitansi spesifik yang diperoleh, hal itu disebabkan karena hambatan dalam pada konduktor juga semakin besar.



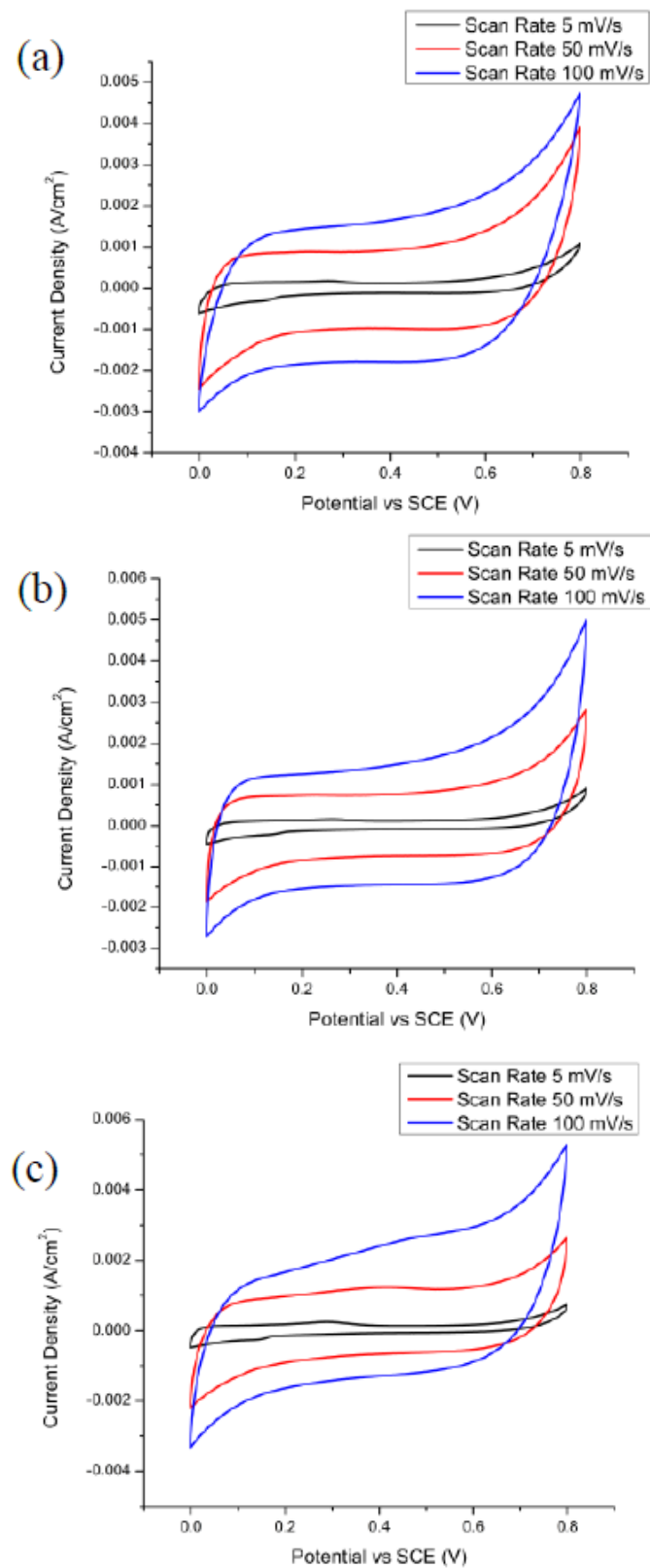
Gambar 2. 18 Hasil pengujian CV komposit dengan perbandingan 85%:15%; 90%:10%; dan 95%:5% pada *scan rate* (a) 5 mV/s, (b) 50 mV/s, (c) 100 mV/s



Gambar 2. 19 Kurva *capacitance vs scan rate* (Angelika S, et al. 2021)

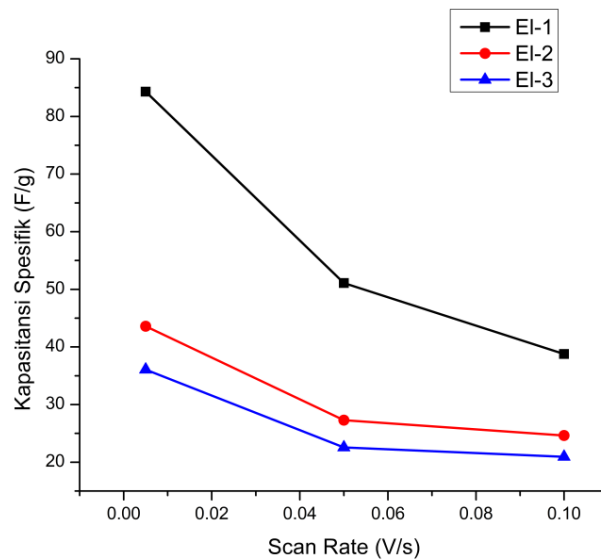
Penelitian yang sama juga sudah dilakukan oleh Nugroho dan rekan, perbedaannya terletak pada penggunaan doping material, yaitu boron. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh komposisi komposit terhadap struktur, morfologi, serta sifat kapasitif grafena yang didoping oleh boron. Metode yang digunakan untuk sintesis *B-doped* rGO juga sama yaitu *microwave assisted solvothermal*, rGO dilakukan doping boron menggunakan H_3BO_3 yang dicampurkan dengan pelarut organik berupa methanol dengan di ultrasonikasi dan setelah itu dipanaskan dalam *microwave oven* selama 10 menit dengan daya 100 watt dengan menggunakan *teflon autoclave*. Setelah itu *autoclave* dimasukkan ke dalam *ice bath* agar reaksi yang terjadi berhenti dan diperoleh *B-Doped* rGO. Untuk pembuatan komposit *B-Doped* rGO/ $CuCr_2O_4$ digunakan metode sol gel. Larutan *B-Doped* rGO dan $CuCr_2O_4$ di ultrasonikasi selama 2 jam, setelah itu *B-Doped* rGO dan $CuCr_2O_4$ dicampur dengan komposisi *B-doped* rGO : $CuCr_2O_4$ sebesar 85%:15%; 90%:10%; dan 95%:5%. Setelah itu dilakukan pengeringan selama 12 jam untuk diperoleh komposit *B-Doped* rGO/ $CuCr_2O_4$.

Tahap terakhir adalah pembuatan elektroda menggunakan *nickel foam* yang berukuran $5 \times 1 \text{ cm}^2$ yang dicelupkan ke dalam komposit *B-Doped* Carbon/ $CuCr_2O_4$ dengan menggunakan pelarut *aquades*, setelah itu dikeringkan selama 12 jam. Dari hasil pengujian CV pada Gambar 2.20, diperoleh nilai kapasitansi tertinggi berturut-turut pada komposisi komposit 85:15; 90:10; dan 95:15 adalah sebesar 84.3 F/g, 43.59 F/g, dan 36.06 F/g.



Gambar 2. 20 Hasil uji CV pada sampel (a) 85:15; (b) 90:10; (c) 95:85 (Nugroho 2022)

Hasil *scan rate* mempengaruhi nilai kapasitansi spesifik dari elektroda. Semakin kecil *scan rate* nya, nilai kapasitansi nya juga semakin tinggi. Hal itu disebabkan karena *scan rate* mempengaruhi laju ion elektrolit yang masuk ke dalam pori-pori elektroda. Hasil dari *scan rate* dapat dilihat pada Gambar 2.21 di bawah ini



Gambar 2. 21 Kurva kapasitansi spesifik *vs scan rate* (Nugroho A, et al. 2021)

Tabel 2.3. Hasil penelitian sebelumnya

Material	Perlakuan	Hasil	Kapasitas (F/g)	Peneliti
<i>N-Doped Graphene/CuCr₂O₄</i> Nanokomposit	GO dibuat dengan metode <i>Hummer</i> , lalu larutan GO dicampurkan dengan larutan melamin. Komposit dibuat menggunakan metode <i>sol-gel</i> dengan penambahan CuCr ₂ O ₄	Kapasitansi terbesar diperoleh pada perbandingan komposit <i>N-Doped Graphene:CuCr₂O₄</i> sebesar 95%:5%	530,6	Sarkar, dkk, 2020
<i>N-Doped Graphene/CuCr₂O₄</i> Nanokomposit	Untuk sintesis <i>N-Doped rGO</i> menggunakan metode <i>Solvothermal</i> dan komposit dibuat dengan metode <i>sol-gel</i>	Kapasitansi terbesar diperoleh pada perbandingan komposit <i>N-Doped Graphene:CuCr₂O₄</i> sebesar 85%:15%	36,86	Angelika, dkk, 2020
<i>B-Doped Graphene/CuCr₂O₄</i> Nanokomposit	Untuk sintesis <i>B-Doped rGO</i> menggunakan metode <i>Microwave Solvothermal</i> , dan komposit dibuat dengan metode <i>sol-gel</i>	Kapasitansi terbesar diperoleh pada perbandingan komposit <i>B-Doped Graphene:CuCr₂O₄</i> sebesar 85%:15%	84,30	Nugroho, dkk, 2022
<i>N-Doped Graphene</i>	<i>Graphene Intercalation</i> dibuat dengan metode <i>modified Hummer</i> , dilanjutkan dengan penambahan NaNH ₂ menggunakan metode <i>Microwave Solvothermal</i>	Kapasitansi terbesar diperoleh pada penggunaan daya <i>microwave</i> sebesar 900 watt	200	Lee, dkk, 2014
<i>Reduced Graphene Oxide</i>	rGO dibuat dengan menggunakan metode <i>Hummer</i> , dan elektroda dibuat dengan metode <i>Hydrothermal</i>	Kapasitansi terbesar diperoleh pada temperatur hidrothermal pada 160 °C dan waktu ultrasonikasi selama 1,5 jam	368	Nurdiansah, dkk, 2014
<i>N-Doped Graphene</i>	Sintesis GO menggunakan metode modifikasi <i>Hummer</i> yang dilanjutkan dengan penambahan <i>dimethyl glyoxine</i>	Kapasitansi terbesar menggunakan metode SCDGO	268	Balaji, dkk, 2016

2.9 Produk Superkapasitor

Sudah ada beberapa jenis super kapasitor yang diproduksi dan dijual belikan. Perusahaan energi kebanyakan sudah membuat produk super kapasitor jenis EDLC, sementara untuk superkapasitor *hybrid* masih dalam tahap pengembangan di laboratorium seluruh dunia (Libich et al. 2018). Tabel 2.4 di bawah ini terdapat beberapa produk super kapasitor yang sudah di produksi dan dijual di pasaran yang diambil dari situs perusahaan.

Tabel 2.4 Produk super kapasitor di pasaran

Merek	Negara Asal	Jenis Superkapasitor	Kapasitansi (F/g)	Voltase (V)	Temperatur Kerja (°C)
Maxwell (Maxwell 2022)					
	Korea	EDLC	450	16	- 40 ~ 80
Sech (Sech 2022)					
	China	EDLC	310	3	- 40 ~ 65
JYH HSU (JEC 2022)					
	Taiwan	EDLC	5	5.5	- 20 ~ 85
DCLAP (Chemi-Con 2022)					
	Jepang	EDLC	133	7.5	- 20 ~ 70

SLA (Yming 2022)



SDA (Yming 2022)



China	EDLC	1100	2.7	- 40 ~ 85
China	EDLC	70	2.7	- 40 ~ 70

Halama ini sengaja dikosongkan

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Adapun beberapa bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk Grafit berukuran $<50\mu\text{m}$
2. Aquades (H_2O)
3. Serbuk asam tartarat ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)
4. *Ethylene Glycol* (CH_2OH)₂
5. *Sulfuric Acid* (H_2SO_4)
6. *Hydrogen Peroxide* (H_2O_2)
7. *Potassium Permanganate* (KMnO_4)
8. *Sodium Nitrate* (NaNO_3)
9. Es Batu
10. Asam Klorida (HCl)
11. Serbuk CuCr_2O_4
12. Larutan NH_4OH
13. *Nickel Foam*
14. Na_2SO_4

3.2 Alat Penelitian

Adapun beberapa alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Neraca Analitik
Digunakan untuk menimbang masa serbuk grafit, asam tartarat, KMnO_4 , NaNO_3 dan CuCr_2O_4
2. *Beaker Glass*
Digunakan sebagai wadah bahan-bahan kimia yang digunakan
3. Gelas Ukur
Digunakan untuk mengukur jumlah larutan yang digunakan
4. Kertas Saring
Digunakan untuk menyaring grafit dari perendaman
5. *Crucible*
Digunakan sebagai wadah sintesis *Reduced Graphite Oxide* (rGO) di dalam *furnace*
6. *Autoclave Teflon 75 mL*
Digunakan sebagai wadah sintesis *N-Doped rGO* di dalam oven *microwave*
7. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk proses homogenisasi larutan dan pengelupasan lembaran *graphite oxide* menjadi *graphene oxide*
8. Erlenmeyer
Digunakan sebagai tempat larutan
9. *Hot Plate* dengan *Magnetic Stirrer*
Digunakan dalam proses homogenisasi pada saat sintesis
10. *Microwave*
Digunakan untuk mensintesis *N-Doped rGO*
11. *Ice Bath*
Digunakan untuk mencampur bahan pada metode Hummer dan menghentikan reaksi reduksi setelah proses sintesis *N-Doped rGO* di dalam oven *Microvave*

12. *Muffle Furnace*

Digunakan untuk proses sintesis *Graphite Oxide* (GO) dan proses pengeringan elektroda komposit

13. *Centrifuge*

Digunakan untuk memisahkan partikel terdispersi

14. Tabung *centrifuge*

Digunakan untuk menampung larutan yang akan dimasukkan kedalam centrifuge.

15. Instrumen Karakterisasi Material

a. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Digunakan untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam sampel serta struktur dan ukuran kristalnya.

b. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam sampel

c. *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan EDS

Digunakan untuk menganalisis morfologi yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun sampel. EDS digunakan untuk mengetahui jenis dan jumlah unsur penyusun sampel

d. *Cycle Voltametry* (CV)

Digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda komposit hasil sintesis

e. *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

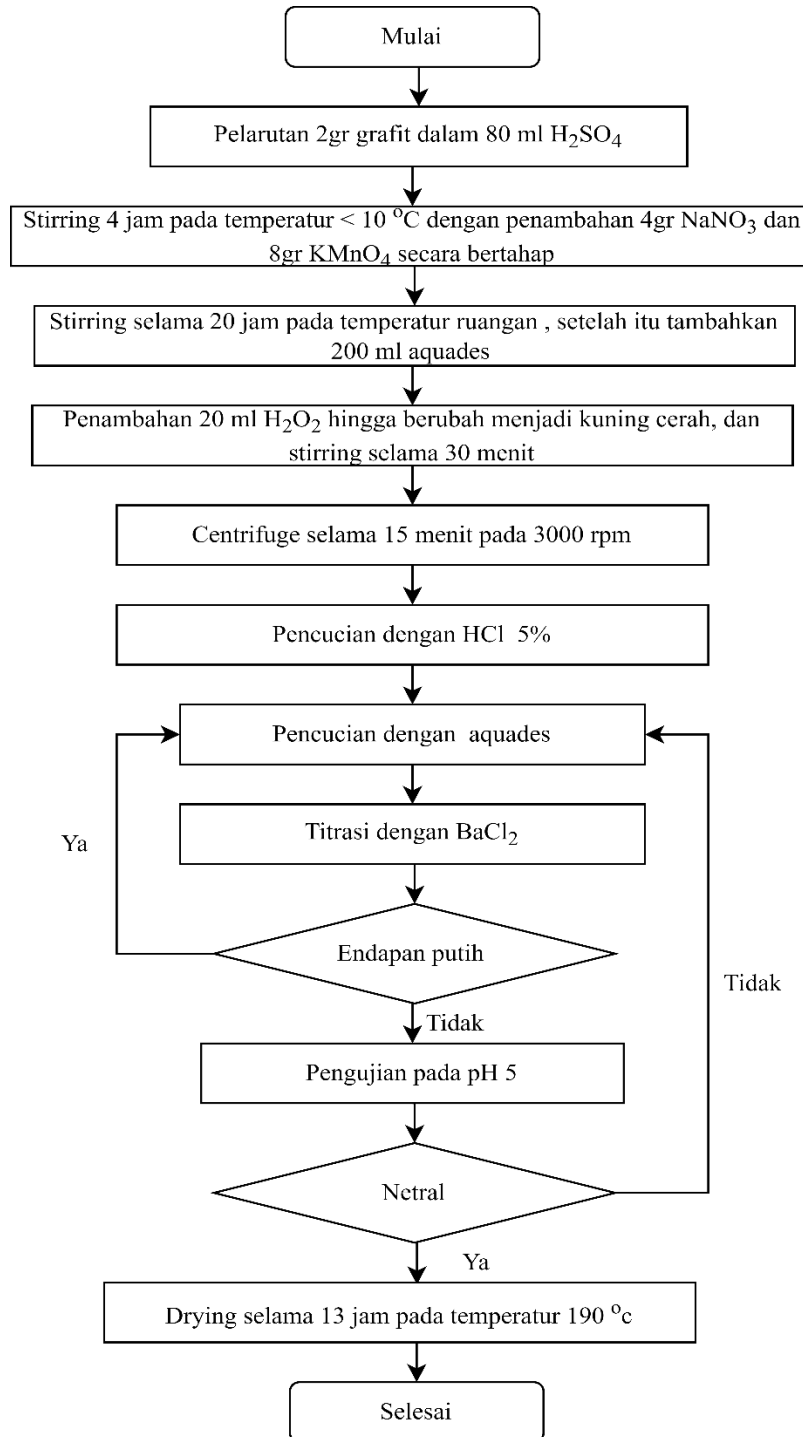
Bertujuan untuk mengetahui sifat kapasitif dari suatu material

3.3 Diagram Alir

Adapun diagram alir pada penelitian ini yang akan dijelaskan sebagai berikut:

3.1.1 Diagram alir sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO)

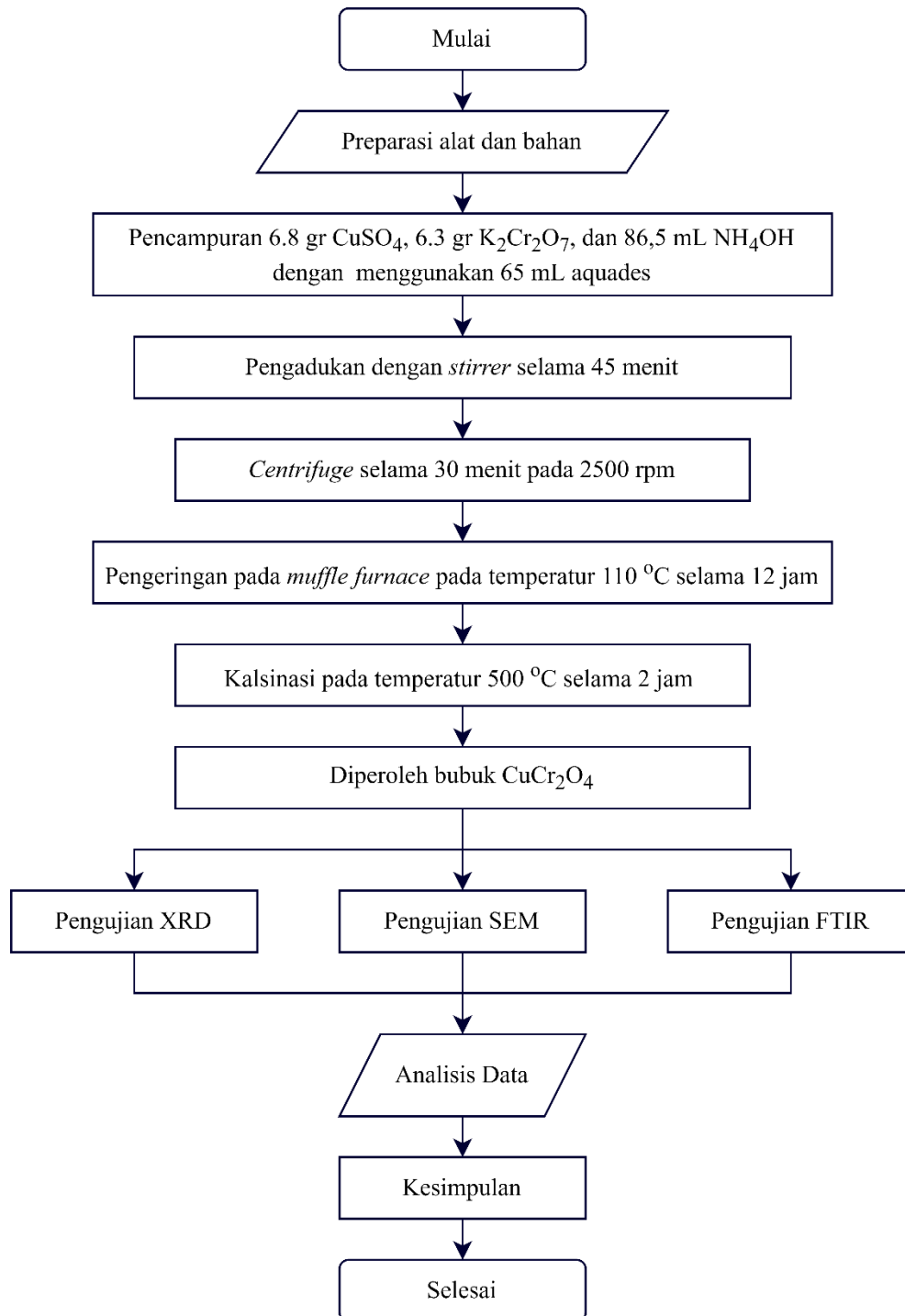
Pada Gambar 3.1 merupakan diagram alir dari proses sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO) yang di tunjukkan sebagai berikut (Yeny, et al. 2018)



Gambar 3. 1 Diagram alir Sintesis rGO

3.1.2 Diagram Alir Sintesis CuCr_2O_4

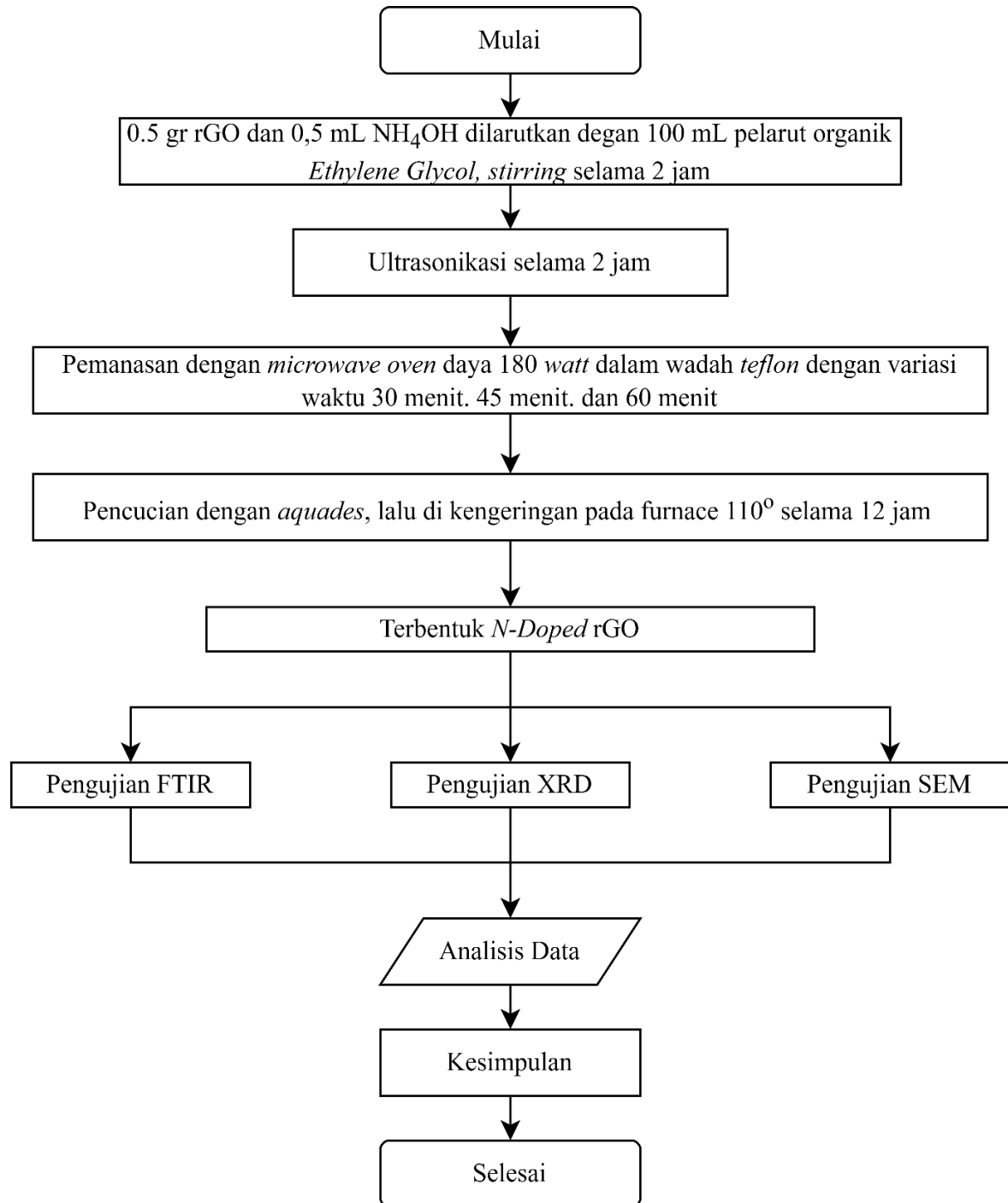
Pada Gambar 3.2 merupakan diagram alir dari proses sintesis CuCr_2O_4 yang ditunjukkan sebagai berikut (Kawamoto, et al. 2004)



Gambar 3. 2 Diagram Alir Proses Sintesis CuCr_2O_4

3.1.3 Diagram Alir Sintesis *N-Doped rGO*

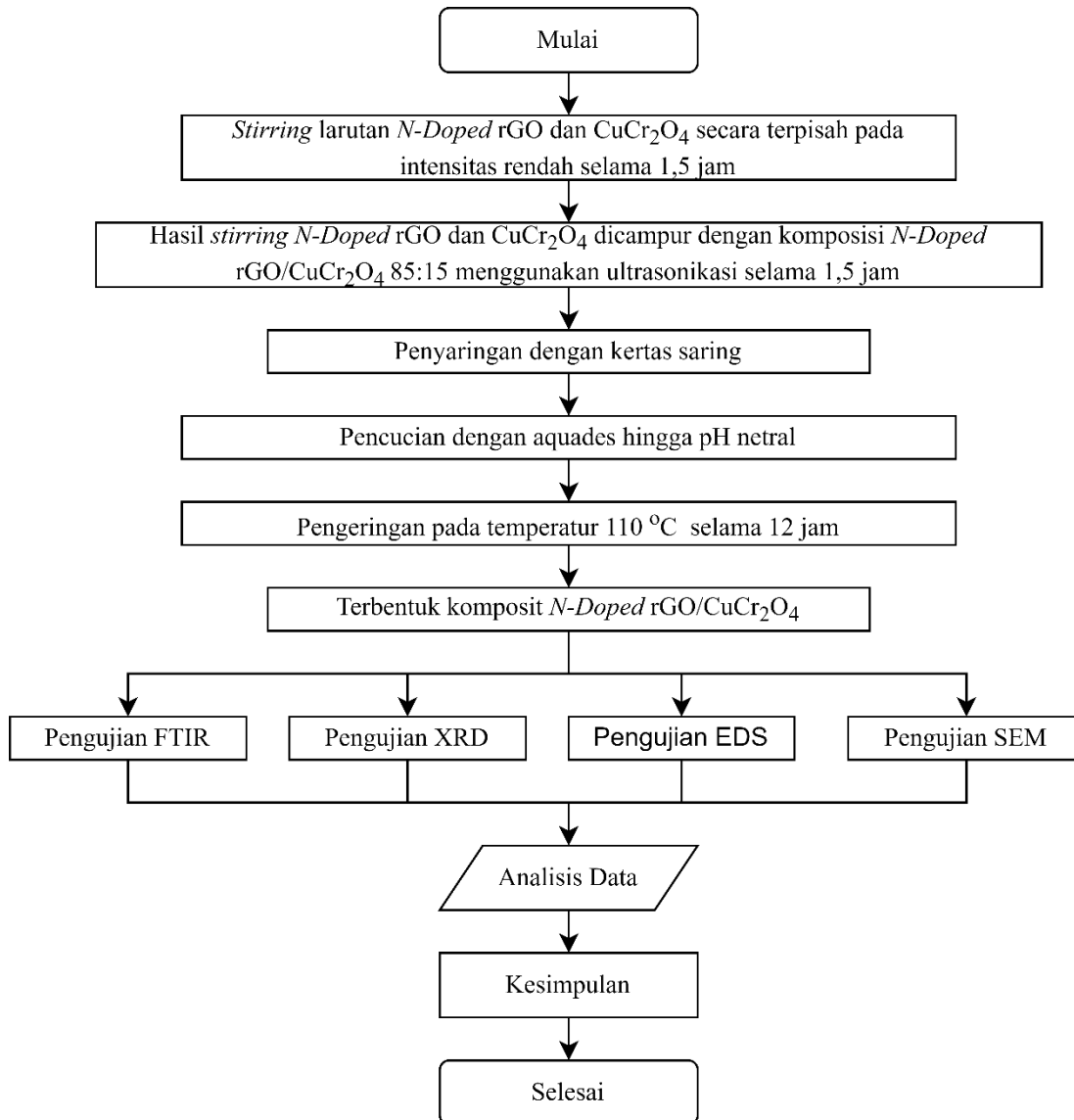
Pada Gambar 3.3 merupakan diagram alir dari proses sintesis *N-Doped rGO* yang ditunjukkan sebagai berikut.



Gambar 3. 3 Diagram Alir Proses Sintesis *N-Doped rGO*

3.1.4 Diagram Alir Sintesis komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*

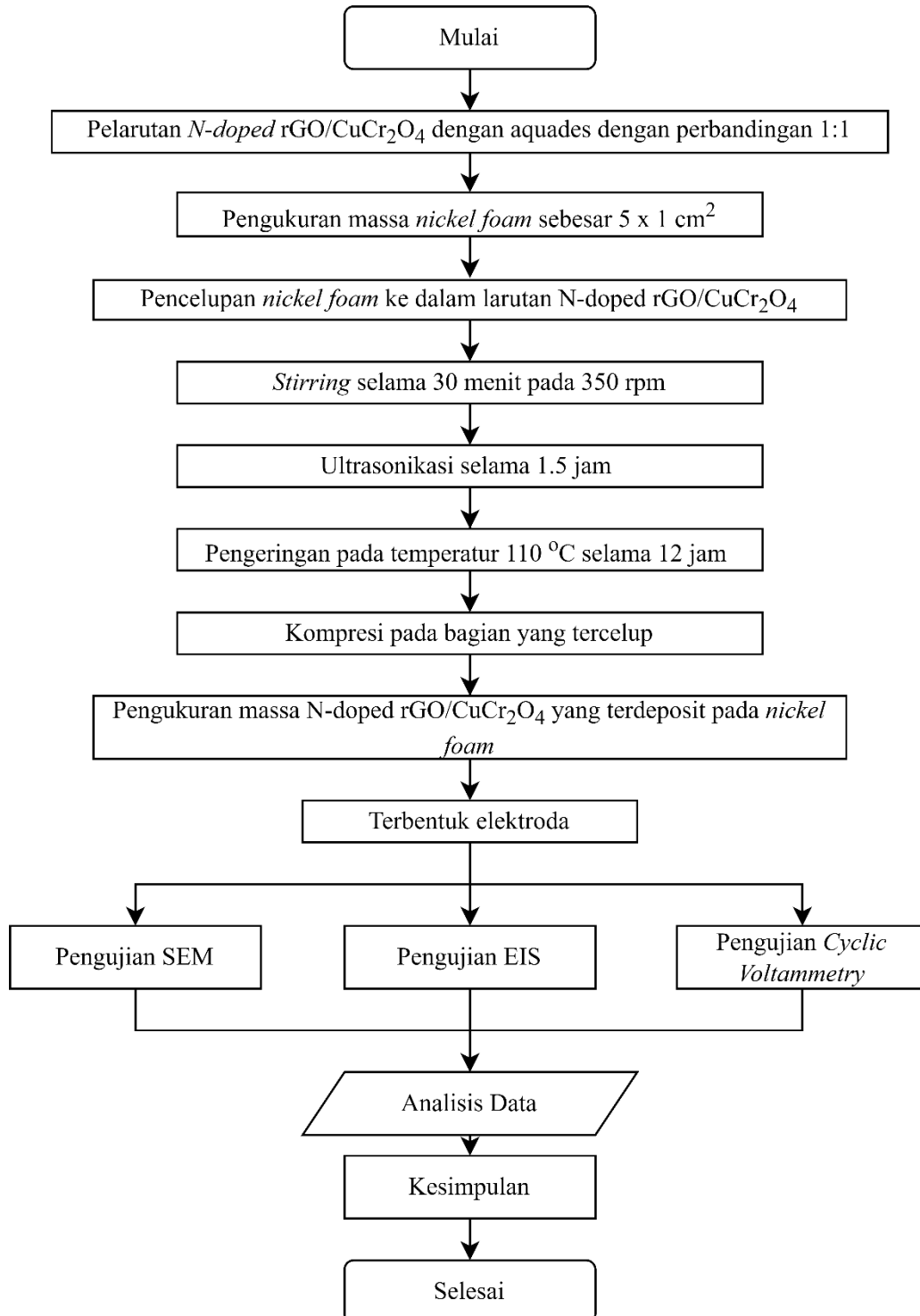
Pada Gambar 3.4 merupakan diagram alir dari proses sintesis komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* yang ditunjukkan sebagai berikut.



Gambar 3. 4 Diagram Alir Proses Pembuatan Komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*

3.1.5 Diagram Alir Pembuatan elektroda

Pada Gambar 3.5 merupakan diagram alir dari proses pembuatan elektroda yang ditunjukkan sebagai berikut.



Gambar 3. 5 Diagram Alir Proses Pembuatan Elektroda

3.4 Metode Penelitian

Proses pembuatan elektroda komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* dilakukan dengan lima tahapan. Yang pertama adalah proses sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO), selanjutnya adalah sintesis *CuCr₂O₄*, dilanjutkan dengan sintesis *N-Doped rGO* menggunakan metode sintesis *microwave assisted solvothermal*. Proses ke empat adalah sintesis material komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*, dan proses yang ke lima adalah sintesis elektroda menggunakan *nickel foam*.

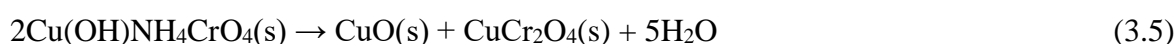
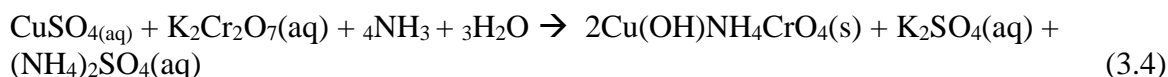
3.4.1 Sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO)

rGO dibuat dengan membuat grafit oksida terlebih dahulu, yaitu dengan menstirring 2gr serbuk grafit di dalam 80 ml larutan *H₂O₄* 98% pada temperatur *icebath* (0-5°) selama 4 jam. Setiap 1 jam proses *stirring* dilakukan penambahan 4 gr *NaNO₃* dan 8gr *KMnO₄* secara bertahap dan bergantian kedalam larutan hingga menjadi hitam kehijauan. Selanjutnya keluarkan larutan dari *icebath* dan dilanjutkan *stirring* pada temperatur ruangan selama 20 jam. Setelah *stirring* selama 20 jam, tambahkan 200 ml *aquades* kedalam larutan secara bertahap dan dilanjutkan *stirring* larutan selama 1 jam agar larutan menjadi homogen.

Selanjutnya ditambahkan 20 ml *H₂O₂* untuk menghilangkan kandungan *KMnO₄* sisa di dalam karutan, dan larutan berubah menjadi kuning cerah, dan dibiarkan *stirring* selama 30 menit. Selanjutnya *centrifuge* selama 15 menit pada kecepatan 2500 rpm. Ambil padatan berwarna kuning, sedangkan cairan dan padatan berwarna putih tidak digunakan. Selanjutnya dilakukan pencucian menggunakan *HCl* 5% (0,01 M) untuk menghilangkan ion-ion logam yang tersisa. Proses selanjutnya adalah pencucian menggunakan *aquades* hingga pH menjadi normal. Untuk menguji ion sulfat telah hilang dan pH netral dilakukan titrasi menggunakan *BaCl₂*. Jika terdapat endapan putih, harus dicuci lagi dengan *aquades*. Apabila sudah tidak terdapat endapan putih dan pH sudah netral, selanjutnya adalah proses *thermal reduction* pada temperatur 190° selama 13 jam sehingga dihasilkan rGO

3.4.2 Sintesis *CuCr₂O₄*

Untuk melakukan sintesis *CuCr₂O₄*, *K₂Cr₂O₇*, *CuSO₄* dan *NH₄OH* dilarutkan dengan menggunakan *aquades*. Selanjutnya campuran tersebut di *stirring* selama 45 menit hingga larutan tercampur dengan baik hingga berubah warna menjadi hijau pekat. Selanjutnya campuran dilakukan *centrifuge* selama 30 menit untuk mengendapkan larutan dan dilakukan pengeringan pada temperatur 110 °C selama 12 jam dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi selama 2 jam pada temperatur 500 °C. Dan diperoleh serbuk *CuCr₂O₄*. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



3.4.3 Sintesis *N-Doped rGO*



Gambar 3. 6 Teflon Autoclave



Gambar 3. 7 Microwave oven rumah tangga

Prosedur sintesis *N-Doped rGO* diawali dengan penimbangan massa 0.5 gr rGO menggunakan neraca digital dan pengukuran 2 mL NH_4OH , selanjutnya dilakukan pencampuran pada *beaker glass* 250 mL dan ditambahkan pelarut organik *ethylene glycol* sebanyak 100 mL. Proses selanjutnya adalah melakukan ultrasonikasi selama 30 menit agar *ethylene glycol* dan NH_4OH dapat masuk ke dalam antar lapisan rGO. Campuran yang telah homogen dipindahkan ke *Teflon autoclave* seperti Gambar 3.6 yang ditutup rapat dan dimasukkan ke dalam *microwave oven* seperti pada Gambar 3.7 dengan daya sebesar 180 watt dengan variasi waktu yang digunakan adalah 30, 45, dan 60 menit. Setelah selesai, *autoclave* dikeluarkan dari *microwave oven* dan langsung dimasukkan ke dalam *ice bath* agar reaksi di dalamnya berhenti dan diperoleh *N-Doped rGO*

3.4.4 Sintesis komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*

Proses sintesis komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* menggunakan metode *sol-gel*. Metode ini dimulai dengan melakukan ultrasonikasi *N-Doped rGO* dan CuCr_2O_4 secara terpisah pada intensitas rendah selama 2 jam yang bertujuan untuk memisahkan molekul dalam larutan sehingga mengakibatkan regangan atau rapatan. *N-Doped rGO* dan CuCr_2O_4 yang telah di ultrasonikasi kemudian dicampur dengan komposisi *N-Doped rGO* : CuCr_2O_4 sebesar 85%:15% menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 500 rpm selama 2 jam. Kemudian dicuci dengan menggunakan *aquades* sampai pH netral dan dikeringkan pada temperatur 60 °C selama 12 jam. Proses ini membentuk komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*

3.4.5 Pembuatan Elektroda

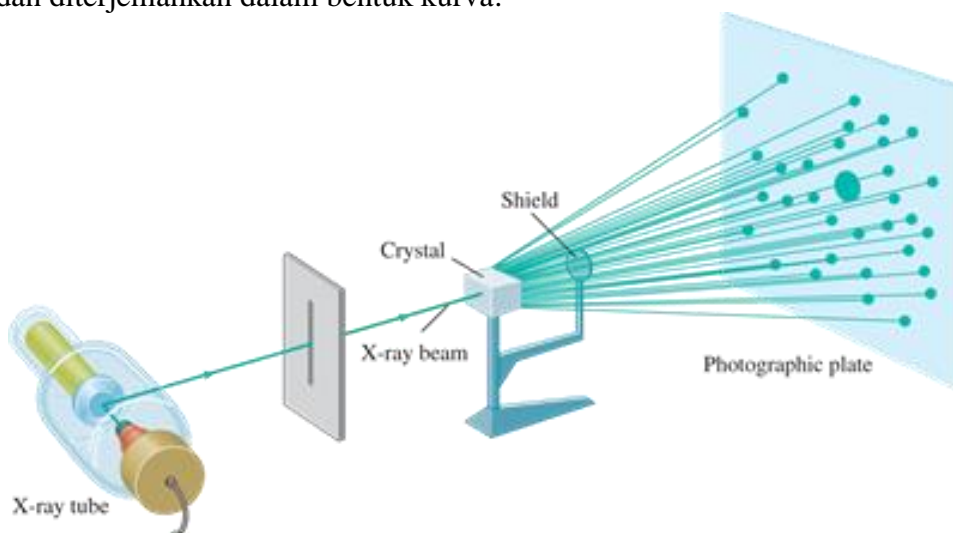
Proses pembuatan elektroda bertujuan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV). Langkah pertama adalah membuat larutan komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* dengan menggunakan aquades dengan perbandingan 1 mg komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* : 1 mL aquades. Komposit akan di depositkan pada material berongga yaitu *nickel foam* yang memiliki nilai porositas tinggi, sehingga akan banyak komposit yang akan terdeposit di dalam *nickel foam*. Selanjutnya *nickel foam* dibuat dengan ukuran 5x1 cm², kemudian dicelupkan kedalam larutan komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* yang telah dibuat. Luas area yang tercelup sebesar 2 cm² dan dilakukan *stirring* selama 30 menit pada kecepatan 300 rpm. Selanjutnya dilakukan ultrasonikasi selama 90 menit agar komposit yang terdeposit pada *nickel foam* meningkat. Setelah itu dilakukan pengeringan pada sampel selama 12 jam pada temperatur 110 °C. Setelah kering, sampel dikompresi dan dilakukan pengukuran massa untuk mengetahui massa komposit yang terdeposit di permukaan *nickel foam*. Elektroda yang telah selesai dilakukan pengujian CV dengan menggunakan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1M.

3.5 Pengujian

Hasil dari penelitian ini dilakukan karakterisasi melalui beberapa prosedur pengujian untuk mendukung apakah penelitian ini berhasil atau tidak. Berikut ini adalah penjelasan mengenai jenis-jenis pengujian yang akan dilakukan dalam penelitian ini.

3.5.1 X-ray Diffraction (XRD)

XRD adalah salah satu alat pengujian material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur tunggal dan senyawa, penentuan komposisi, dan ukuran kristal. Instrumen dari XRD menggunakan sinar-X untuk menganalisis material. Sudut datang sinar-X akan berubah-ubah sehingga akan menghasilkan pola pantulan dan pembiasan yang khas dari setiap system kristal. Sinar-X merupakan sinar berenergi tinggi dari radiasi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang pendek (Widyastuti, et al. 2019). Panjang gelombang sinar-X adalah 0.5-2.5 Å. Prinsip kerja XRD secara umum ditunjukkan pada Gambar 3.8. Sinar-X yang dipancarkan dari tabung sinar-X tembus melewati sampel yang berbentuk bubuk, dan berkas sinar-X di difraksikan oleh sampel. Hasil difraksi ditangkap oleh detektor dan diterjemahkan dalam bentuk kurva.



Gambar 3. 8 Prinsip Kerja X-ray Diffraction (XRD) (Cameron 2019)



Gambar 3. 9 XRD PANalytical

Sampel pada pengujian ini berbentuk padatan kristalin atau serbuk sehingga memiliki bidang kisi yang acak. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar x memenuhi persamaan 3.6 berikut ini.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.6)$$

Dimana,

- n = orde difraksi (1,2,3, ...)
- λ = Panjang sinar-X (\AA)
- d = jarak kisi (\AA)
- θ = sudut difraksi ($^\circ$)

Untuk menganalisa pengaruh sintesis dari grafit menjadi GO dapat menggunakan Hukum Bragg yang terdapat pada persamaan 3.7. Persamaan ini digunakan untuk menghitung jarak antar Layer pada hasil grafik XRD.

$$d_{002} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.7)$$

Dimana,

- d_{002} = Jarak antar lapisan (\AA)
- λ = Panjang gelombang (\AA)
- d = Jarak kisi (\AA)
- θ = sudut difraksi ($^\circ$)

Dengan menggunakan persamaan Scherrer seperti pada persamaan 3.8, data hasil pengujian XRD dapat diolah untuk memberikan informasi tentang ukuran kristal sampel.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.8)$$

Dimana,

D = Ukuran kristal (nm)

λ = Panjang gelombang (Å)

β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) (rad)

K = Konstanta *Scherrer* dengan nilai 0.9

θ = Sudut difraksi (°)

Jumlah lapisan dari sampel yang diuji dapat dihitung menggunakan persamaan 3.9 sebagai berikut.

$$N = \frac{D}{d_{002} \cos(\theta)} \quad (3.9)$$

Dimana,

N = Jumlah lapisan (1,2,3,...)

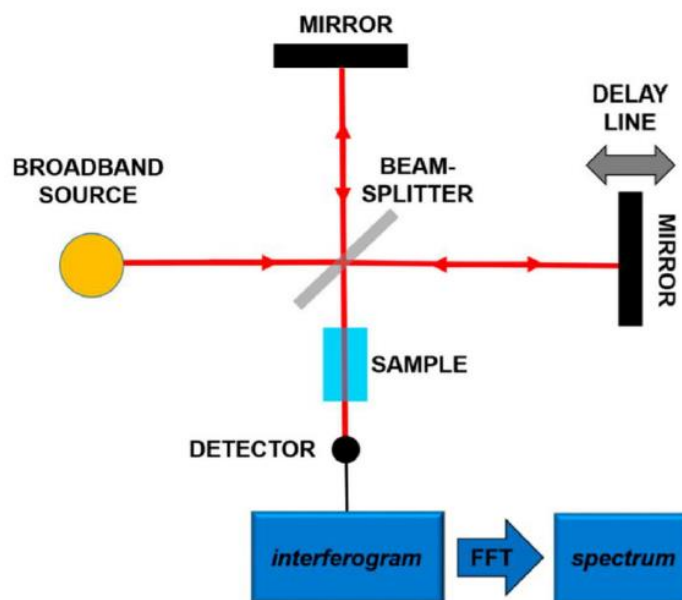
D = Ukuran kristal (nm)

d_{002} = Jarak antar lapisan (Å)

θ = Sudut difraksi (°)

3.5.2 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform Infra Red (FTIR) adalah metode karakterisasi material yang menggunakan spektroskopi vibrasi untuk mengidentifikasi suatu struktur molekul material. FTIR menggunakan interaksi gelombang elektromagnetik intramolekul dan getaran. Gelombang elektromagnetik yang digunakan adalah sinar inframerah. Saat sebuah molekul terkena gelombang elektromagnetik dalam rentang frekuensi inframerah, frekuensi tertentu mungkin cocok dengan frekuensi getaran molekul. FTIR dapat mengidentifikasi getaran molekul dengan mendeteksi penyerapan cahaya inframerah oleh molekul dan membangkitkan getaran molekul oleh gelombang frekuensi. FTIR bias digunakan pada bahan padat, cair, organik dan anorganik. Hasil FTIR berupa grafik dimana sumbu X menyatakan intensitas spektrum inframerah. Puncak, yang disebut pita absorpsi, sesuai dengan berbagai getaran atom sampel ketika terpapar ke wilayah inframerah spektrum elektromagnetik (Widyastuti, et al. 2019). Pada gambar 3.10 dapat dilihat prinsip kerja dari FTIR.



Gambar 3. 10 Prinsip Kerja FTIR (Angelika, et al. 2021)

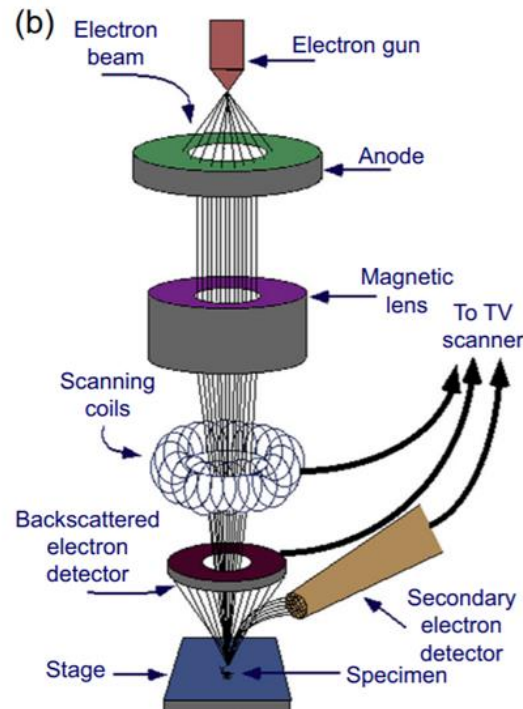
Setiap molekul sampel memiliki kemampuan adsorpsi yang berbeda-beda tergantung pada pola virasi dan pola ikatan antar atom, sehingga pola ini merupakan karakteristik intramolekul. FTIR dapat digunakan untuk mengetahui sifat-sifat bahan sampel, kualitas sampel, dan sifat-sifat bahan dalam campuran. Dapat di lihat pada Gambar 3.11 instrumen uji dari FTIR.



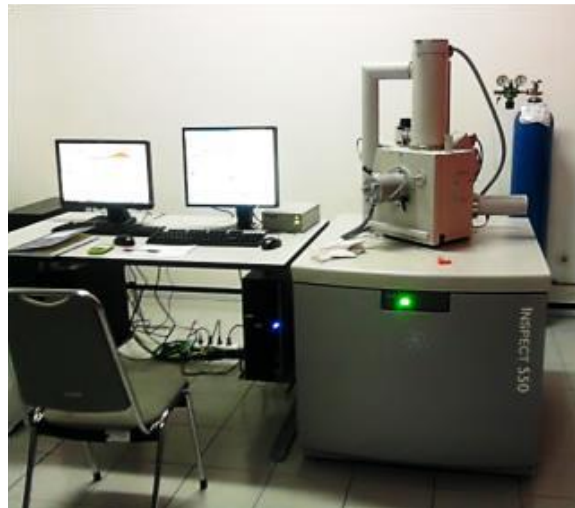
Gambar 3. 11 Instrumen FTIR

3.5.3 Scanning Electron Microscope (SEM) dan EDS

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop yang sering digunakan untuk memindai permukaan suatu material dan menganalisis sifat-sifat material tersebut. SEM dapat menghasilkan gambar dengan perbesaran tinggi, *depth of field* yang tinggi dan resolusi yang lebih baik jika dibandingkan dengan mikroskop cahaya. SEM juga dapat menganalisis topografi, morfologi, komposisi dan kristalografi suatu material sampel. Prinsip dasar SEM adalah interaksi antara elektron dan material sampel. Ketika elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, elektron akan tersebar di dalam sampel sampai kehilangan energi dan diserap oleh sampel. Laju hamburan elektron bergantung pada energi elektron itu sendiri. Semakin tinggi energi elektron, maka tingkat hamburannya semakin besar, namun sebaliknya, semakin tinggi nomor atom dan kerapatannya, tingkat hamburannya semakin rendah (Widyastuti, et al. 2019). Sampel grafena yang digunakan adalah lembaran yang diletakkan pada *holder* dengan menggunakan selotip karbon. Lalu sampel grafena diamati dengan berbagai perbesaran. Perbesaran yang digunakan adalah 300x, 500x, 100x, 5000x, dan 10000x. Prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 3.12 berikut ini.



Gambar 3. 12 Prinsip Kerja SEM (Angelika, et al. 2021)



Gambar 3. 13 Instrumen SEM

Selanjutnya adalah pengujian EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) yang bertujuan untuk mengetahui jenis dan jumlah unsur penyusun material yang ada dalam sampel. Pengujian EDS dilakukan dengan menggunakan alat SEM Jeol JSM-7001F, yang dilengkapi dengan software INCA

3.5.4 Cyclic Voltammetry (CV)

Cyclic Voltammetry (CV) adalah Teknik pengujian elektrokimia yang sering digunakan untuk menyelidiki proses reduksi dan oksidasi suatu molekul. CV juga berguna untuk mempelajari reaksi kimia yang meliputi transfer elektron yang meliputi katalisis. Pengujian CV juga bertujuan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda *nickel foam N-Doped rGO/CuCr₂O₄*. Pengujian ini menggunakan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1M, elektroda referensi yang digunakan adalah Ag/AgCl dan elektroda penghitungnya adalah grafit. Hasil dari

pengujian ini adalah plot respons arus terhadap tegangan yang diberikan pada elektroda uji. Terdapat 3 buah prinsip elektroda, yaitu elektroda referensi untuk mengukur beda potensial, elektroda uji, dan elektroda penghitung. Prinsip dari pengujian ini adalah respon arus yang diukur sebagai fungsi potensial yang dilakukan secara bolak-balik, sehingga dapat terlihat informasi reduksi dan oksidasi. Alat pengujian CV yang digunakan adalah *Corrtest* (CS350 *Potensiostat-Corrtest*) yang terdapat di Laboratorium Korosi dan Kegagalan Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi. Instrumen CS350 Potentiostat dapat dilihat pada Gambar 3.14 dibawah ini



Gambar 3. 14 Instrumen CS350 Potentiostat

Pada pengujian ini hasil yang didapat adalah grafik *cyclic voltammetry* dan untuk menghitung besarnya kapasitansi spesifik digunakan persamaan 3.10. Di samping itu, data dari CV menggambarkan sifat kapasitif elektrokimia dari elektroda kerjanya.

$$C = \frac{\int IdV}{2 \Delta E m v} \quad (3.10)$$

Dimana,

C = Kapasitansi Spesifik (F/gram)

$\int IdV$ = Luas area dibawah kurva CV

m = Massa Elektroda (gram)

v = *Scan Rate* (mV/s)

ΔE = *Potential Window* (Volt)

Dari hasil pengujian CV juga dapat diketahui nilai Densitas Energi Spesifik (E) dan Densitas Daya Spesifik (P) dengan menggunakan Persamaan 3.11 dan Persamaan 3.12 (Peng et al. 2014).

$$E = \frac{(0.5)CV^2}{3.6} \quad (3.11)$$

$$P = \frac{E \times 3600}{t} \quad (3.12)$$

Dimana,

E = Densitas Energi (Wh/kg)

C = Kapasitansi (Farad/gram)

V = *Potential Window* (Volt)

P = Densitas Power (W/kg)

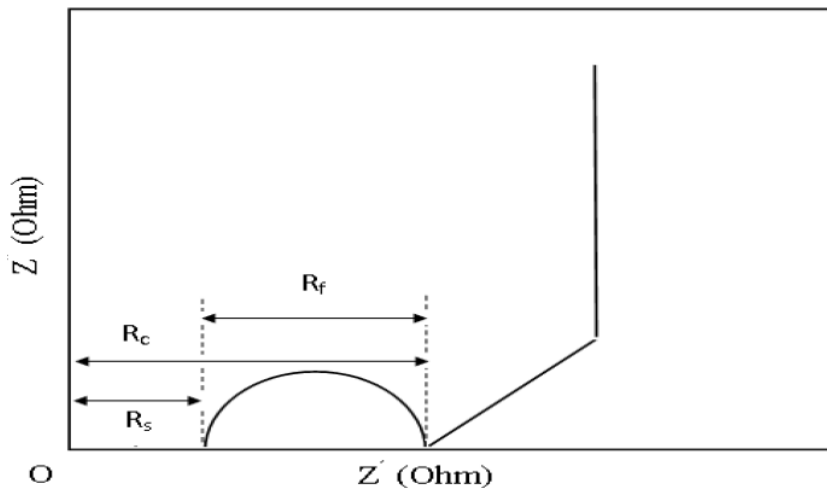
t = Waktu *discharge* (sekon)

3.5.5 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

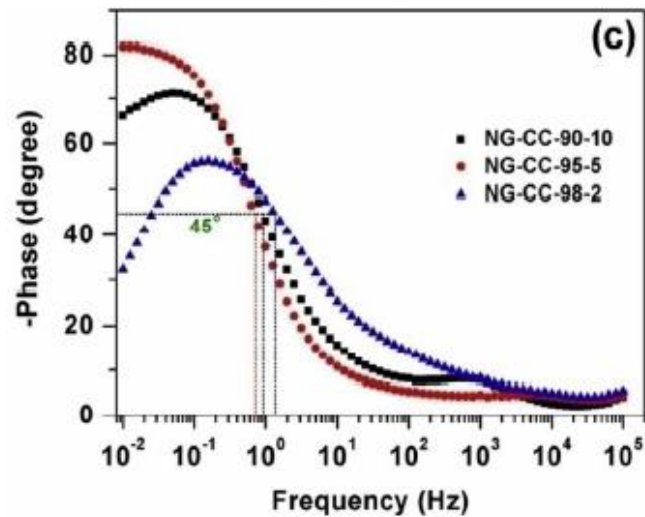
Electrochemical Impedance Spectroscopy merupakan Teknik Analisa baterai menggunakan arus *alternating current* (AC) untuk menemukan impedansi pada elektroda. Dengan mengetahui impedansi dari elektroda maka reaksi elektrokimia bisa diketahui. Impedansi adalah kemampuan rangkaian untuk memberikan tahanan terhadap arus listrik. Impedansi tidak mengikuti asumsi:

1. Hukum ohm yang dapat diterapkan pada setiap potensial dan arus
2. Harga tahanan tidak tergantung pada frekuensi
3. Arus dan potensial AC melalui resistor berada pada fasa yang sama

Teknik ini digunakan untuk menentukan parameter kinetik proses yang terjadi di elektroda, elektrolit, lapisan pasif, *charge transfer*, dan difusi ion. *Charge transfer resistance* (R_{ct}) merupakan salah satu parameter yang paling penting untuk karakterisasi secara kuantitatif laju reaksi elektroda. Nilai R_{ct} yang besar mengindikasikan sebuah reaksi elektrik kimia yang lambat. R_{ct} dapat dikalkulasi dari EIS, dimana nilainya sama dengan diameter *compressed semicircle* pada daerah frekuensi-medium. Pengujian EIS dilakukan menggunakan instrumen CS350 potentiostat/galvanostat dengan mengaplikasikan gelombang sinus dengan 10 mV dan pada *range* frekuensi 100 kHz – 0.1 Hz. Alat potentiostat CS350 *Electrochemical Workstation*. Akan menghasilkan data dari respon material terhadap rentang frekuensi yang diberikan berupa nilai impedansi riil (Z') dan impedansi imajiner (Z''). selanjutnya adalah memploting nilai Z' dan Z'' sehingga menghasilkan kurva *Nyquist* seperti pada Gambar 3.15. Untuk menganalisa plot *Nyquist* yang telah diperoleh pada pengujian elektroda menggunakan teknik *equivalent circuit modelling*. *Equivalent circuit modelling* adalah Analisa plot *Nyquist* dengan membuat model *electrical circuit* yang dapat menghasilkan plot yang hampir sama dengan plot hasil pengujian.

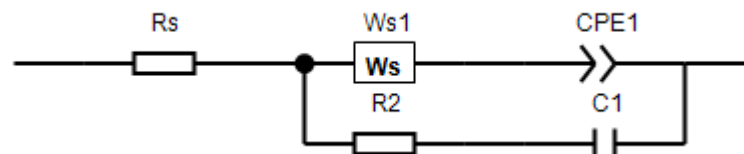


Gambar 3. 15 Plot *Nyquist*



Gambar 3. 16 Contoh *Bode Plot*(Sarkar, et al. 2020)

Gambar 3.16 diatas merupakan contoh *Bode plot* dimana dari grafik diatas dapat diketahui nilai kapasitansi yang dapat dihitung menggunakan persamaan 3.13 berikut ini. Selanjutnya adalah sebuah rangkaian *equivalent* dibuat agar sesuai dengan data impedansi dan untuk menganalisis hubungan antara struktur dan sifat kapasitif. Rangkaian *equivalent* adalah kombinasi paralel dari rangkaian *Randles* dan elemen fase konstan. Sirkuit *Randles* bertujuan untuk memasang data frekuensi menengah dan tinggi, dimana R_s adalah resistansi dari larutan elektrolit, C_1 merupakan kapasitansi luar yang dapat diakses. W merupakan elemen *Warburg* untuk mengetahui proses difusi. Selanjutnya adalah R_2 atau R_{ct} yang merupakan resistansi transfer muatan yang berkaitan dengan transfer ion dari elektrolit ke elektroda. Sebagian besar kapasitansi *double Layer* diwakili oleh C_1 yang diambil pada frekuensi sedang dan tinggi. Sirkuit *CPE1* merupakan elemen fase konstan yang mewakili kapasitansi yang bergantung pada frekuensi. Rangkaian *Equivalent* untuk pengujian ini seperti pada Gambar 3.17 berikut ini.



Gambar 3. 17 *Equivalent Circuit*

Dari pengujian EIS juga dapat diketahui nilai spesifik kapasitansi dengan menggunakan persamaan 3.13 berikut ini

$$C = - \frac{1}{2 \pi f \cdot Z'' \cdot \text{mass}} \quad (3.13)$$

Dimana :

- C = spesifik kapasitansi (F/g)
- f = frekuensi (Hz)
- Z'' = impedansi imajiner (Ω/cm^2)
- M = massa material aktif (gr)

Selain itu, pengujian EIS juga dapat memperoleh nilai konduktivitas dari sampel dengan menggunakan persamaan 3.14 berikut ini

$$K = \frac{L}{R \cdot A} \quad (3.14)$$

Dimana:

- K = konduktivitas (Ω^{-1})
L = ketebalan elektroda (m)
R = resistansi (Ω)
A = luas penampang (m^2)

3.6 Rancangan Penelitian

Adapun rancangan penelitian dan pengujian yang akan dilakukan pada masing-masing sampel ditunjukkan pada Tabel 3.1 sebagai berikut:

Tabel3. 1 Rancangan Penelitian

Spesimen	Daya	Durasi Iradiasi	Uji XRD	Uji FTIR	Uji SEM	Uji EDS	Uji EIS	Uji CV
rGO	-	-	✓	✓	✓	-	-	-
<i>N-Doped</i> rGO 30		30 Menit	✓	✓	✓	✓	-	-
<i>N-Doped</i> rGO 45	180 Watt	45 Menit	✓	✓	✓	-	-	-
<i>N-Doped</i> rGO 60		60 Menit	✓	✓	✓	-	-	-
CuCr ₂ O ₄	-	-	✓	✓	✓	-	-	-
<i>N-Doped -</i> rGO 30/ CuCr ₂ O ₄	-	-	✓	✓	✓	✓	-	-
<i>N-Doped</i> rGO 45/ CuCr ₂ O ₄	-	-	✓	✓	✓	-	-	-
<i>N-Doped</i> rGO 60/ CuCr ₂ O ₄	-	-	✓	✓	✓	-	-	-
Elektroda 30	-	-	-	-	✓	-	✓	✓
Elektroda 45	-	-	-	-	✓	-	✓	✓
Elektroda 60	-	-	-	-	✓	-	✓	✓

3.7 Jadwal Penelitian

Adapun jadwal penelitian pada penelitian kali ini yaitu ditunjukkan pada Tabel 3.2 sebagai berikut:

Tabel 3. 2 Jadwal Penelitian

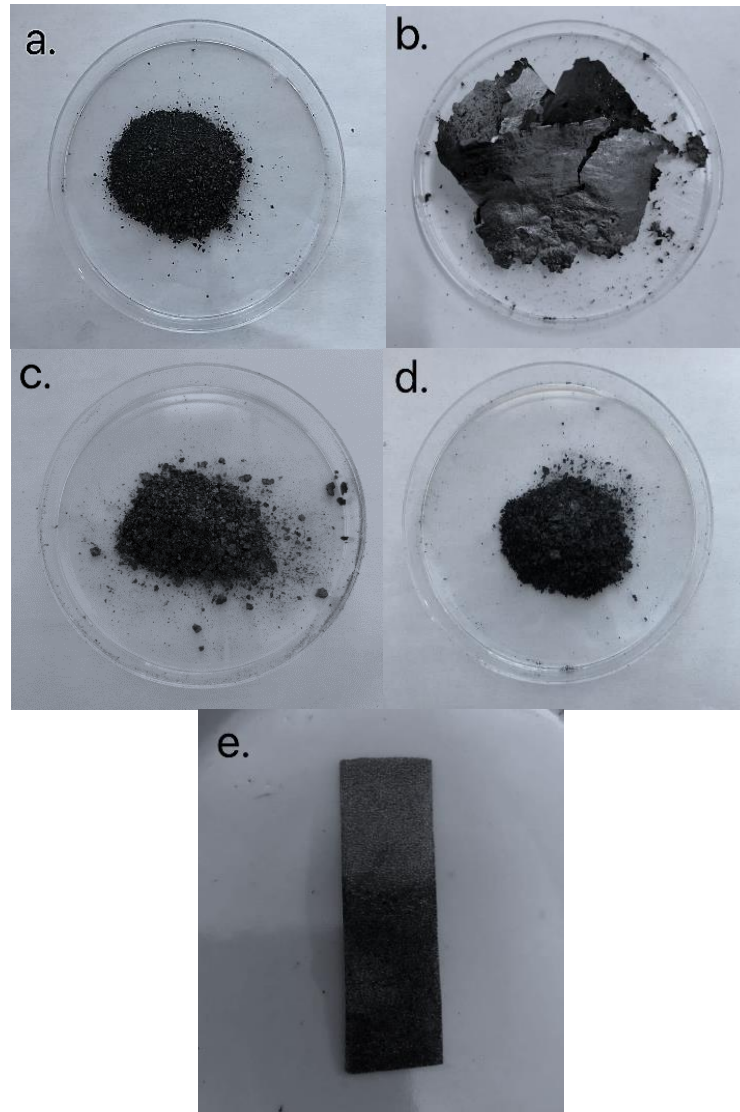
Kegiatan	Bulan																															
	Januari				Februari				Maret				April				Mei				Juni				Juli							
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4				
Studi Literatur	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Asistensi	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Penyusunan Proposal			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■																				
Persiapan Alat				■	■	■	■	■																								
Sintesis rGO								■	■	■																						
Sintesis N-Doped rGO									■	■	■																					
Sintesis CuCr2O4													■	■	■																	
Sintesis N-Doped rGO/CuCr2O4																	■	■	■													
Pembuatan Elektroda																					■	■	■	■								
Pengujian									■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■												
Penyusunan Laporan																									■	■	■	■				

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengamatan Visual

Pada penelitian ini dilakukan pengamatan visual pada sampel untuk mengetahui bentuk pada masing-masing sampel. Pada Gambar 4.1 berikut ini disajikan hasil pengamatan visual dari hasil sampel rGO, *N-Doped rGO*, komposit, dan elektroda komposit.

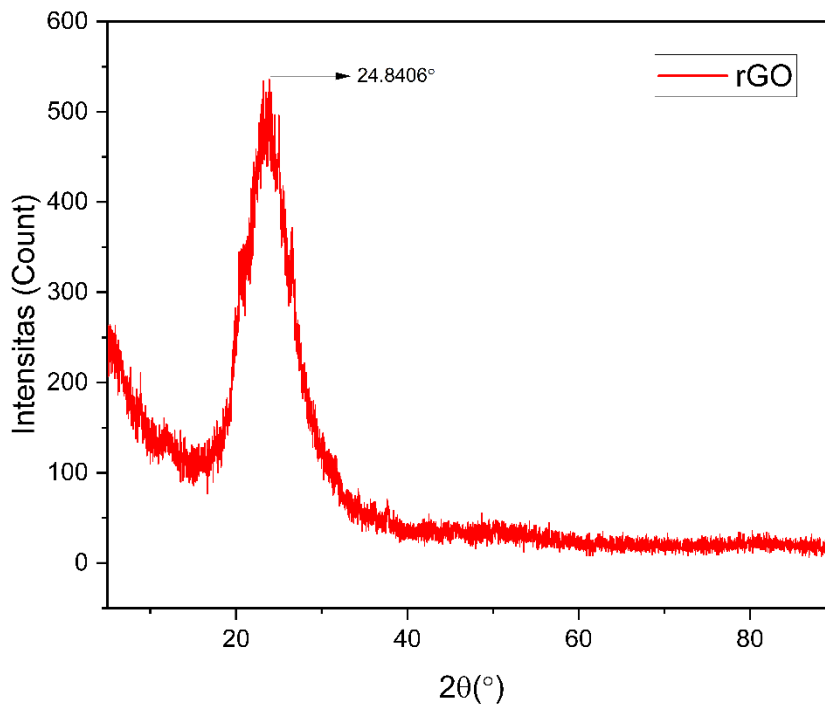


Gambar 4. 1 Hasil pengamatan Visual sampel (a) CuCr_2O_4 (b) rGO (C) *N-Doped rGO* (d) komposit (e) Elektroda

Hasil akhir dari pembuatan sampel berupa serbuk, dikarenakan selanjutnya akan dilakukan pengujian XRD, FTIR, dan EDX. Sementara untuk pengujian CV, serbuk komposit didepositkan pada *nickel foam* sehingga terbentuklah elektroda batangan. *Nickel foam* digunakan karena memiliki porositas yang tinggi, sehingga serbuk komposit dapat masuk ke dalam pori-pori nikel.

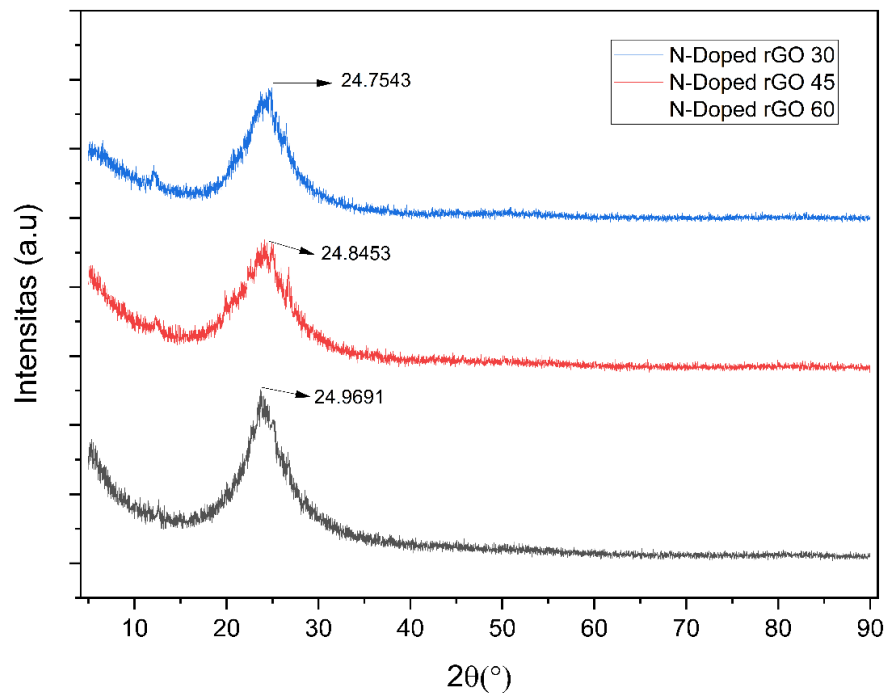
4.2 Hasil Pengujian X-Ray Diffractometry (XRD)

Pengujian XRD bertujuan untuk menganalisis suatu unsur atau senyawa yang terkandung pada sampel. Gambar 4.2 berikut ini adalah hasil sintesis rGO yang berbahan dasar grafit menggunakan metode *Hummer*. Kemudian diuji dengan menggunakan alat XRD PANalytical dengan *range* sudut $10^{\circ} - 90^{\circ}$.



Gambar 4. 2 Pola XRD dari rGO

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa puncak sampel pada rGO (002) berada pada posisi $2\theta = 24.8406^{\circ}$ dan memiliki nilai *d*spacing sebesar 3.58161 \AA dengan puncak yang tidak terlalu tinggi pada intensitas 596 sehingga lebih cenderung bersifat amorf. Hal ini menunjukkan bahwa terjadinya proses pengelupasan secara kimia sehingga kualitasnya juga semakin meningkat. Hasil ini sudah sesuai dengan berdasarkan jurnal penelitian yang dilakukan oleh Sarkar, dkk, dimana peak yang terbentuk berada diantara $\pm 24 - 26^{\circ}$ (Sarkar, et al. 2020).



Gambar 4. 3 Pola hasil pengujian XRD dari sampel *N-Doped rGO* dengan waktu iradiasi menggunakan *microwave oven* selama 30 menit, 45 menit, dan 60 menit.

Selanjutnya adalah proses nitrogen doping ke dalam rGO menggunakan metode iradiasi *microwave oven* dengan menambahkan 0.5 ml NH_4OH cair pada ketiga sampel. Sampel *N-Doped rGO 30* merupakan sampel rGO yang dilakukan doping dengan NH_4OH selama 30 menit. Sampel *N-Doped rGO 45* merupakan sampel rGO yang di doping dengan NH_4OH selama 45 menit dan yang terakhir adalah sampel *N-Doped rGO 60* yang merupakan sampel rGO yang di doping oleh NH_4OH selama 60 menit. Ketiga sampel dilakukan doping menggunakan iradiasi dari *microwave oven*. Dapat dilihat pada Gambar 4.3, untuk sampel dengan waktu radiasi selama 30 menit menunjukkan peak $24,7543^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} 3.59667 \text{ \AA}$. Sampel dengan waktu radiasi doping selama 45 menit menunjukkan peak 24.8453° dan $d_{\text{spacing}} 3.58971 \text{ \AA}$. dan yang terakhir adalah sampel dengan waktu radiasi selama 60 menit menunjukkan peak 24.9691° dan $d_{\text{spacing}} 3.58642 \text{ \AA}$. Menurut penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Diah Ayu (2017), doping nitrogen tidak berpengaruh terhadap struktur rGO, tetapi dilihat dari nilai d_{spacing} yang bertambah besar dengan di doping nya atom nitrogen. Hal itu terjadi karena terdapat atom nitrogen di dalam rGO, atom nitrogen memiliki jari-jari atom yang lebih besar dari carbon, sehingga doping nitrogen ke rGO dikatakan berhasil (Safitri, et al 2017). Berikut ini pada Tabel 4.1 disajikan hasil pengujian XRD dari sampel rGO dan *N-Doped rGO*

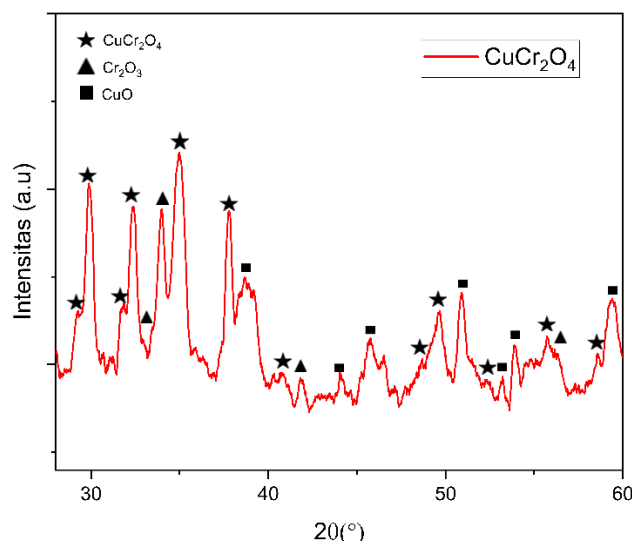
Tabel 4. 1 Hasil pengujian XRD sampel rGO dan *N-Doped*

Sampel	$2\theta(^\circ)$	$d_{\text{spacing}} \text{ \AA}$	Ukuran Kristal (nm)
rGO	24.8406	3.58161	81,76
<i>N-Doped rGO 30</i>	24,7543	3.59667	44,37
<i>N-Doped rGO 45</i>	24.8453	3.58971	41,97
<i>N-Doped rGO 60</i>	24.9691	3.58642	42,25

Hasil pengujian XRD selanjutnya adalah milik sampel CuCr_2O_4 . Pada Gambar 4.4 berikut ini diperoleh puncak pada posisi 2θ yaitu $29,573^\circ$; $31,065^\circ$; $35,160^\circ$; $37,693^\circ$; $42,318^\circ$; $48,650^\circ$; $53,428^\circ$; $56,17^\circ$; dan $57,967^\circ$ yang merupakan puncak dari CuCr_2O_4 (Tetragonal) dengan ICDD PDF 00-034-0424). Pada hasil XRD sampel CuCr_2O_4 juga terdapat puncak dari senyawa lain yaitu CuO (*monoclinic*) (ICDD PDF 065-2309) dan Cr_2O_3 (*monoclinic*) (ICDD PDF 00-036-1329). Senyawa Cr_2O_3 dan CuO merupakan senyawa dari reaktan yang tidak bereaksi dengan sempurna saat proses sintesis CuCr_2O_4 (Sobczak et al. 2012). Pada Tabel 4.2 berikut ini disajikan hasil pengujian XRD dari sampel CuCr_2O_4

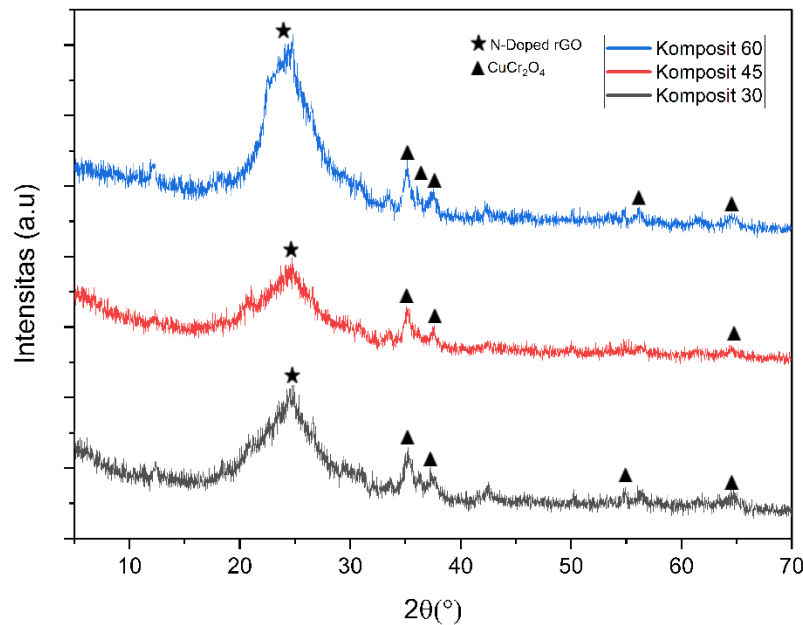
Tabel 4. 2 Hasil pengujian XRD sampel CuCr_2O_4

Sampel	$2\theta(^{\circ})$
CuCr_2O_4	29,573
	31,065
	35,160
	37,693
	42,318
	48,650
	53,428
	56,17
	57,967



Gambar 4. 4 Hasil pengujian XRD sampel CuCr_2O_4

Selanjutnya adalah Gambar 4.5 hasil pengujian XRD dari sintesis komposit dengan tiga variasi waktu sintesis *N-Doped rGO* pada komposit *N-Doped rGO/CuCr}_2\text{O}_4* yaitu 30 menit (komposit 30), 45 menit (komposit 45) dan 60 menit (komposit 60). Dari Gambar terlihat puncak yang dominan pada posisi $2\theta = 24 - 25^\circ$ dengan intensitas yang rendah (434), hal ini mengindikasikan bahwa unsur – unsur yang terdapat di dalam komposit memiliki kristalinitas yang lebih rendah lagi dibandingkan dengan sampel *N-Doped rGO* (559) karena terjadi proses pengelupasan lagi pada saat proses sintesis komposit (Y. Lu et al. 2014). Pada hasil XRD dibawah ini juga terdapat puncak yang merupakan milik CuCr_2O_4 yang telah menyatu bersama *N-Doped rGO*, sehingga dapat disimpulkan jika pembuatan komposit *N-Doped rGO/CuCr}_2\text{O}_4* telah berhasil dilakukan.



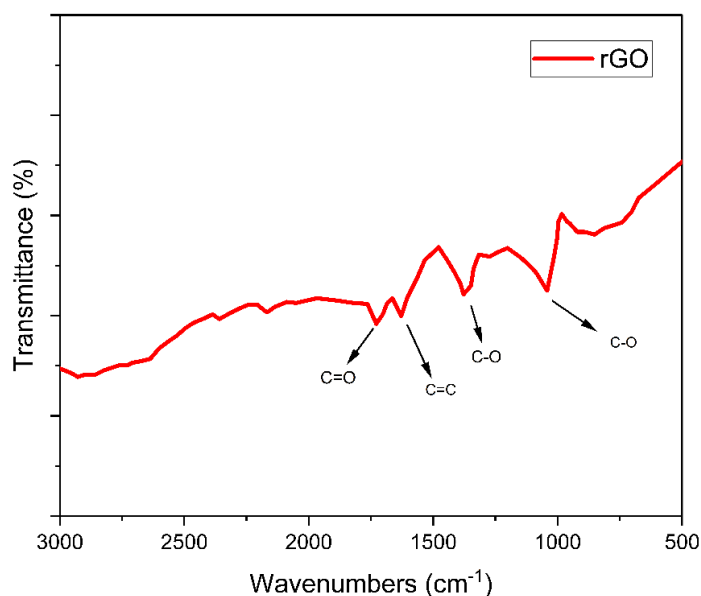
Gambar 4. 5 Hasil Pengujian XRD Komposit 30, Komposit 45, dan Komposit 60

4.3 Hasil Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Sampel yang dilakukan pengujian FTIR adalah sampel rGO, *N-Doped rGO*, CuCr_2O_4 , dan komposit *N-Doped rGO/CuCr}_2\text{O}_4 untuk mengetahui ikatan kimia yang terdapat di dalam sampel. Berikut ini adalah hasil pengujian FTIR dari rGO. Pada hasil FTIR dibawah ini dapat terlihat puncak pada *wavenumber* 1718.95 cm^{-1} yang merupakan gugus fungsi milik C=O, selanjutnya puncak pada *wavenumber* $1617,81\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus fungsi milik C=C, puncak pada *wavenumbers* $1363,83\text{ cm}^{-1}$ dan $1042,72\text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus fungsi milik C-O (Nurdiansah 2014). sehingga dapat dikatakan bahwa pembentukan rGO telah berhasil*

Tabel4. 3 Hasil pengujian FTIR sampel rGO

Sampel	<i>Wavenumbers</i> (cm^{-1})	Gugus Fungsi
rGO	1718.95	C=O
	1617,81	C=C
	1363,83 dan 1042,72	C-O

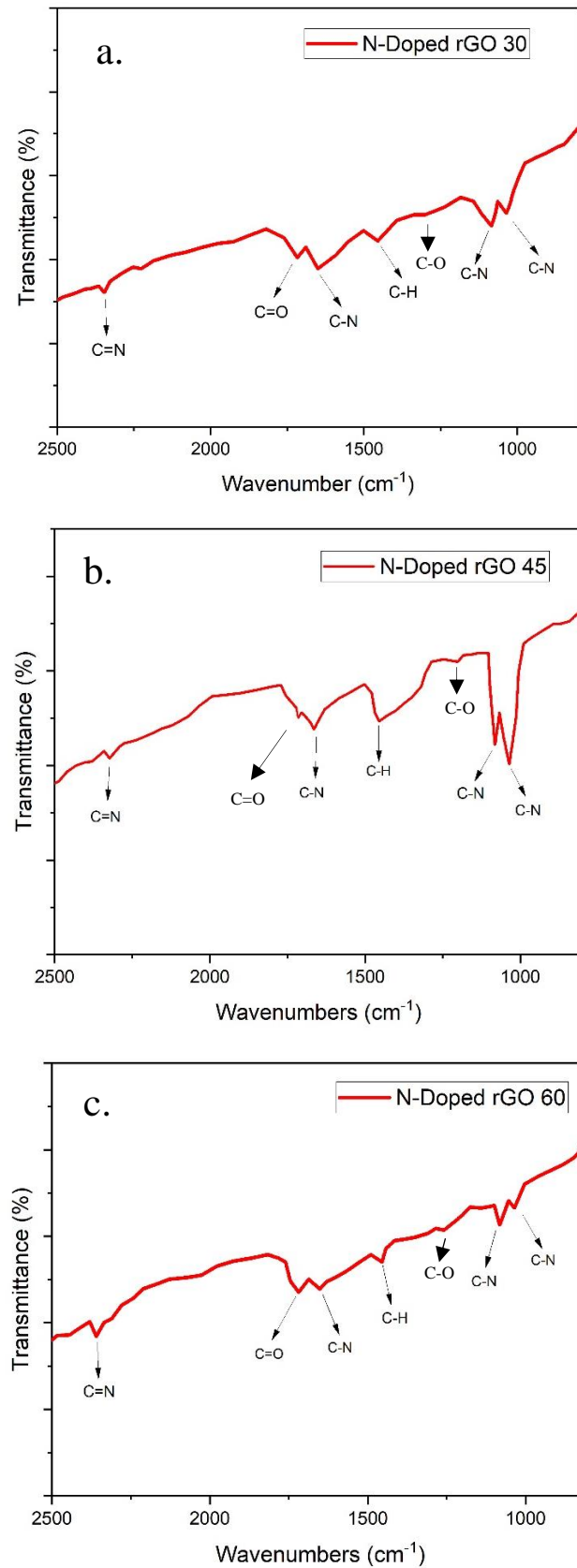


Gambar 4. 6 Hasil pengujian FTIR rGO

Selanjutnya adalah hasil pengujian FTIR milik *N-Doped rGO*. Pada Gambar 4.7 dibawah ini terlihat terdapat puncak tambahan pada setelah dilakukannya doping NH_4OH sebesar 0.5 ml dengan waktu radiasi sintesis menggunakan *microwave oven* selama 30, 45, dan 60 menit. Dari ketiga variasi tersebut sudah berhasil terbentuk peak tambahan pada hasil *N-Doped rGO*. Puncak tambahannya terdapat pada *wavenumber* $2356,73 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan milik gugus fungsi C=N, *wavenumber* $1650,66 \text{ cm}^{-1}$ gugus fungsi milik C-N, *wavenumber* $1454,35 \text{ cm}^{-1}$ gugus fungsi milik C-H, *wavenumber* $1102,89 \text{ cm}^{-1}$ gugus fungsi milik C-O *wavenumber* $1082,53 \text{ cm}^{-1}$ dan $1035,32 \text{ cm}^{-1}$ *wavenumber* milik C-N. bertambahnya gugus fungsi C=N dan C-N pada rGO yang telah di doping menunjukkan bahwa rGO telah berhasil di doping dengan atom nitrogen. Pada Tabel 4.4 berikut juga disajikan puncak dari hasil pengujian FTIR *N-Doped rGO*.

Tabel 4. 4 Hasil pengujian FTIR dari sampel *N-Doped rGO* 30, *N-Doped rGO* 45, dan *N-Doped rGO* 60

Sampel	Wavenumber (cm^{-1})	Gugus Fungsi
<i>N-Doped rGO</i> 30	2356,73	C=N
	1650,66	C-N
	1454,35	C-H
	1102,89	C-O
	1082,53 dan 1035,32	C-N
<i>N-Doped rGO</i> 45	2356,86	C=N
	1650,54	C-N
	1454,31	C-H
	1102,09	C-O
	1082,49 dan 1035,83	C-N
<i>N-Doped rGO</i> 60	2356,29	C=N
	1650,16	C-N
	1454,22	C-H
	1102,74	C-O
	1082,09 dan 1035,46	C-N

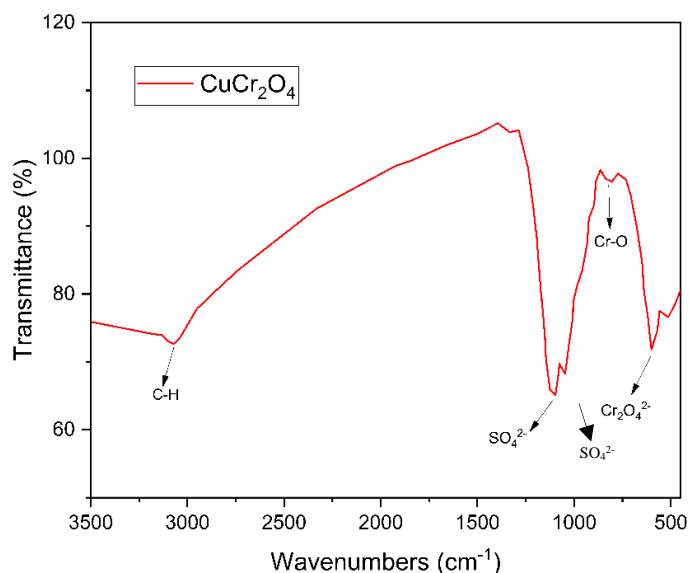


Gambar 4.7 hasil pengujian *N-Doped rGO* dengan waktu radiasi *microwave oven* (a) 30 menit, (b) 45 menit, dan (c) 60 menit

Pengujian FTIR selanjutnya adalah hasil pengujian dari sampel CuCr_2O_4 . Pada Gambar 4.8 dibawah ini diperoleh puncak pada *wavenumber* $3071,2 \text{ cm}^{-1}$ milik gugus C-H, *wavenumber* $1103,64 \text{ cm}^{-1}$ dan $1045,96 \text{ cm}^{-1}$ milik gugus fungsi SO_4^{2-} , terbentuknya SO_4^{2-} merupakan hasil dari senyawa reaktan yang tidak bereaksi secara sempurna. *Wavenumber* $893,45$ milik gugus fungsi Cr-O, dan *wavenumber* $606,4 \text{ cm}^{-1}$ milik gugus fungsi $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$ ikatan C-H muncul karena adanya interaksi CO_2 dari hasil adsorpsi CuCr_2O_4 dengan air. Sehingga berdasarkan puncak yang disebutkan diatas, pembuatan CuCr_2O_4 telah berhasil (Kawamoto, et al. 2004). Tabel 4.5 berikut ini berisi puncak *wavenumbers* gugus CuCr_2O_4 .

Tabel 4. 5 Hasil pengujian FTIR sampel CuCr_2O_4

Sampel	<i>Wavenumber</i> (cm^{-1})	Gugus Fungsi
CuCr_2O_4	3071,2	C-H
	1103,64 dan 1045,96	SO_4^{2-}
	893,45	Cr-O
	606,4	$\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$

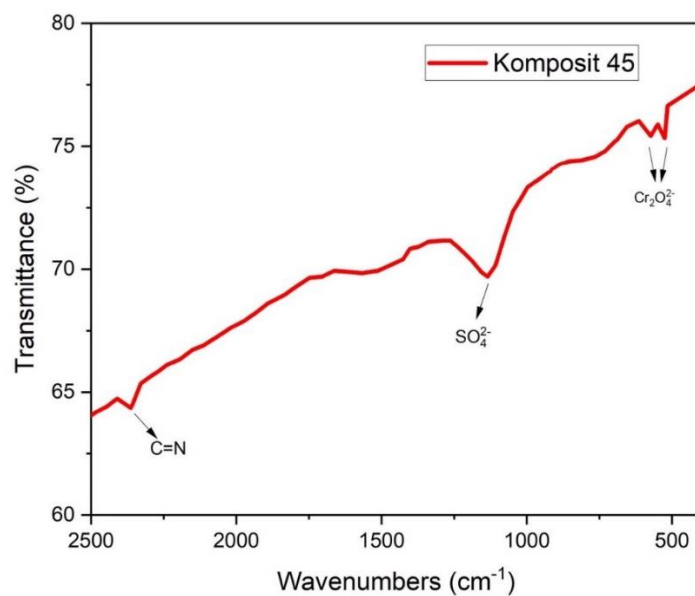
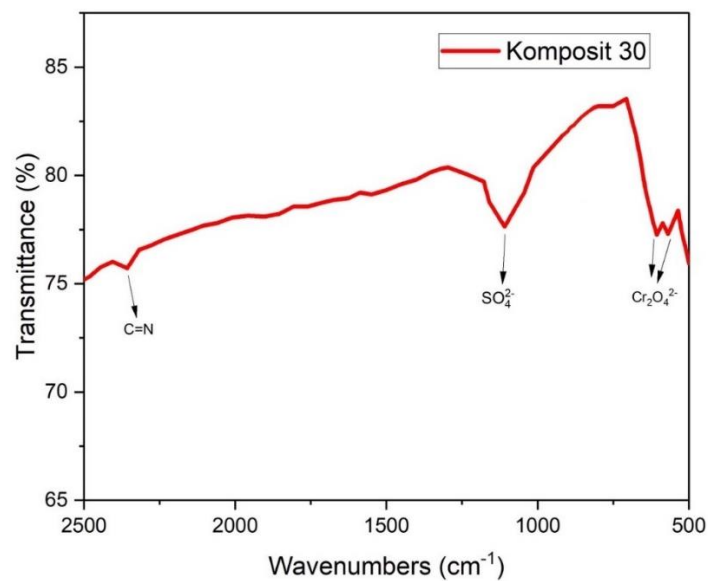


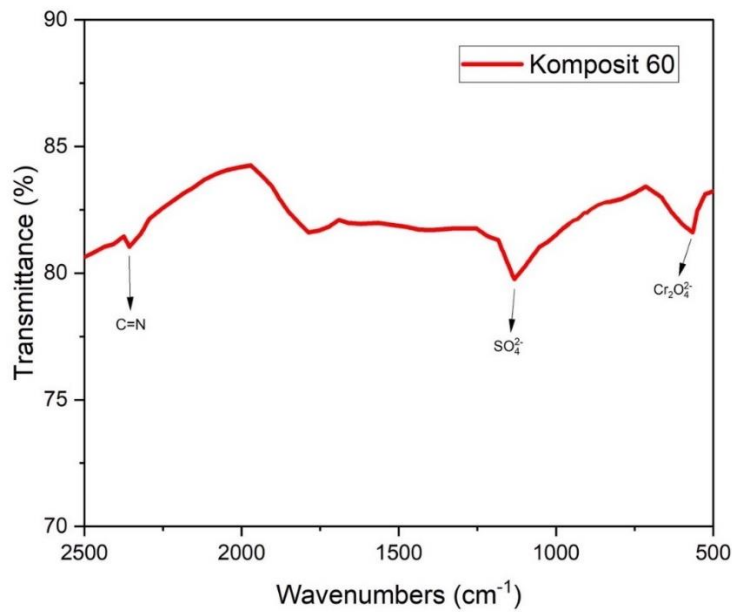
Gambar 4. 8 Hasil pengujian FTIR CuCr_2O_4

Pengujian FTIR selanjutnya adalah milik sampel komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*. Pada Gambar 4.9 merupakan hasil pengujian FTIR Komposit 30, Komposit 45, dan Komposit 60 dan pada Tabel 4.6 berikut adalah daftar puncak dari hasil pengujian komposit. Terdapat puncak pada *wavenumbers* $2356,73$ yang merupakan milik gugus fungsi C=N, lalu puncak pada *wavenumbers* $1108,69$ yang merupakan milik gugus fungsi SO_4^{2-} , selanjutnya puncak pada *wavenumbers* $885,2$ yang merupakan milik gugus fungsi Cr-O, dan puncak pada *wavenumbers* $568,89$ yang merupakan milik gugus fungsi $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$. Menurut Sarkar (2020) puncak yang terdapat pada hasil FTIR menandakan bahwa sudah berhasil dalam pembuatan komposit

Tabel 4. 6 Hasil pengujian FTIR sampel Komposit 30, Komposit 45, dan Komposit 60 (Sarkar, et al. 2020)

Sampel	Wavenumbers (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
Komposit 30	2356,69	C=N
	1107,7	SO ₄ ²⁻
	605,5	Cr ₂ O ₄ ²⁻
Komposit 45	2356,7	C=N
	1130.01	SO ₄ ²⁻
	572,75	Cr ₂ O ₄ ²⁻
Komposit 60	2356,58	C=N
	1108,86	SO ₄ ²⁻
	606,74	Cr ₂ O ₄ ²⁻

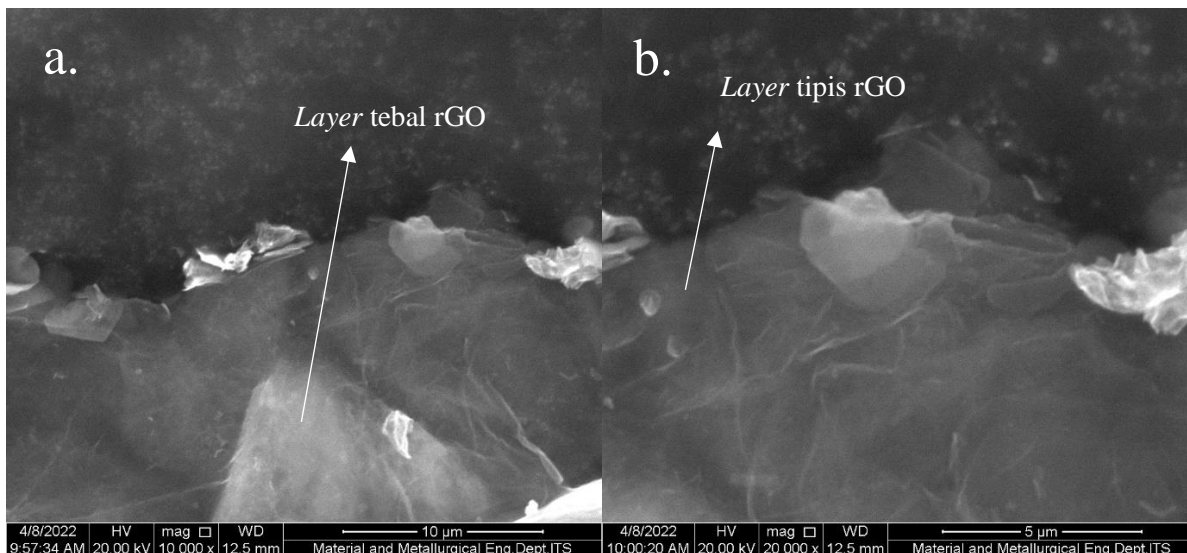




Gambar 4. 9 Hasil pengujian FTIR (a) Komposit 30, (b) Komposit 45, (c) Komposit 60

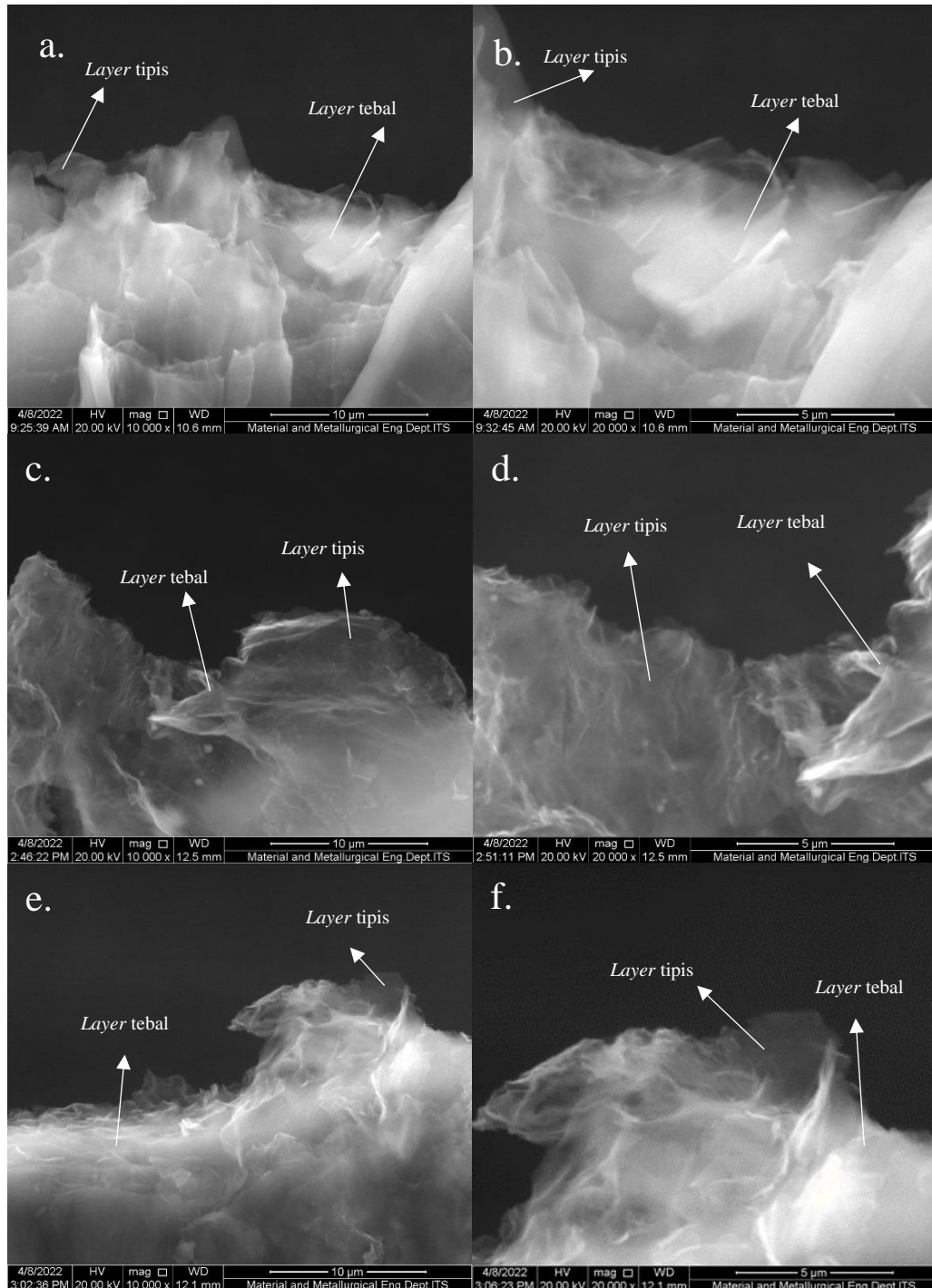
4.4 Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Pengujian SEM dilakukan pada sampel rGO, *N-Doped rGO*, CuCr_2O_4 , Komposit, dan Elektroda. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dari permukaan sampel. Gambar 4.10 berikut ini merupakan hasil pengujian SEM dari sampel rGO,



Gambar 4. 10 Hasil pengujian SEM sampel rGO

Gambar diatas merupakan hasil pengujian dari rGO, (kiri perbesaran 10000x, dan kanan perbesaran 20000x) Gambar tersebut menunjukkan lembaran tipis transparan, bening dan terlihat beberapa *Layer*. Berbeda dengan bentuk morfologi dari grafit seperti *flakes* yang tidak beraturan. Struktur rGO yang berbeda dari grafit menunjukkan bahwa grafit telah teroksidasi menjadi rGO dengan sempurna

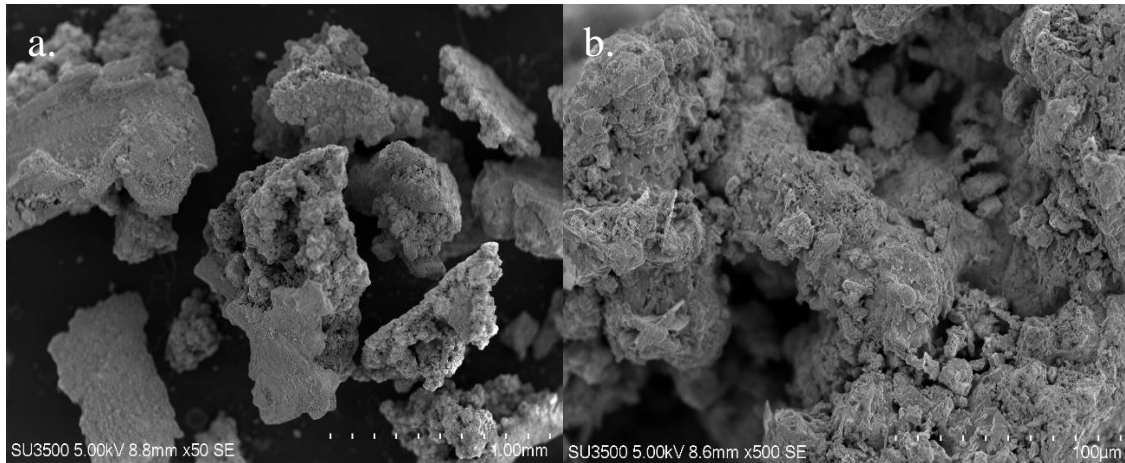


Gambar 4. 11 Hasil pengujian SEM dari sampel rGO dengan Variasi durasi iradiasi *microwave oven* selama 30 menit dengan perbesaran (a) 10000x dan (b) 20000x; 45 menit dengan perbesaran (b) 10000x dan (c) 20000x dan 60 menit dengan perbesaran (e) 10000x dan (f) 20000x

Gambar 4.11 diatas adalah hasil morfologi rGO yang telah di doping dengan menambahkan NH_4OH sebanyak 0.5 ml. Dari ketiga gambar diatas, perbedaannya terletak pada waktu doping menggunakan *microwave oven*. Dapat terlihat pada Gambar a dan b dengan waktu iradiasi *microwave* selama 30 menit terbentuk *Layer* yang cukup banyak pada *N-Doped rGO*, sementara pada Gambar c dan d dengan waktu iradiasi *microwave* selama 45 menit, juga terdapat *Layer Layer*, hanya saja tidak sebanyak *Layer* yang terbentuk pada variasi waktu

iradiasi selama 30. Untuk gambar e dan f dengan waktu iradiasi *microwave* selama 60 menit. *Layer* yang terbentuk meningkat lagi seiring dengan bertambahnya waktu doping. Hal ini kemungkinan dapat terjadi karena ukuran mesh sampel yang berbeda. Ukuran sampel *N-Doped* 45 masih lebih besar dibandingkan dengan sampel *N-Doped* 30 dan *N-Doped* 60. Hal ini dapat terjadi karena pada saat proses penghalusan sampel tidak menggunakan saringan *mesh*. Sehingga saat proses doping dilakukan, panas yang dihasilkan oleh gelombang *microwave* kurang untuk pengelupasan lembarannya.

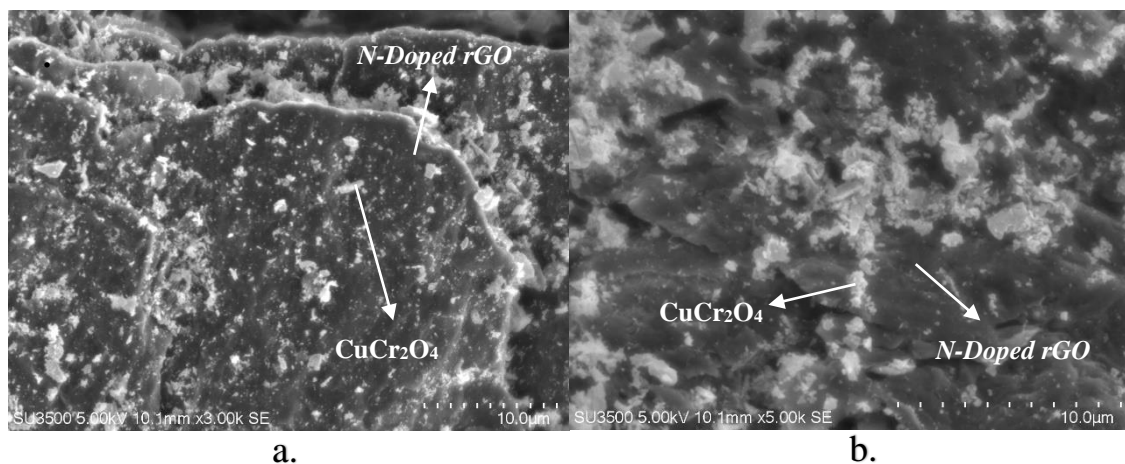
Setelah proses sintesis *N-Doped rGO*, dilanjutkan dengan sintesis CuCr_2O_4 . Pada Gambar 4.12 dibawah ini adalah hasil pengujian SEM dari sampel CuCr_2O_4 .

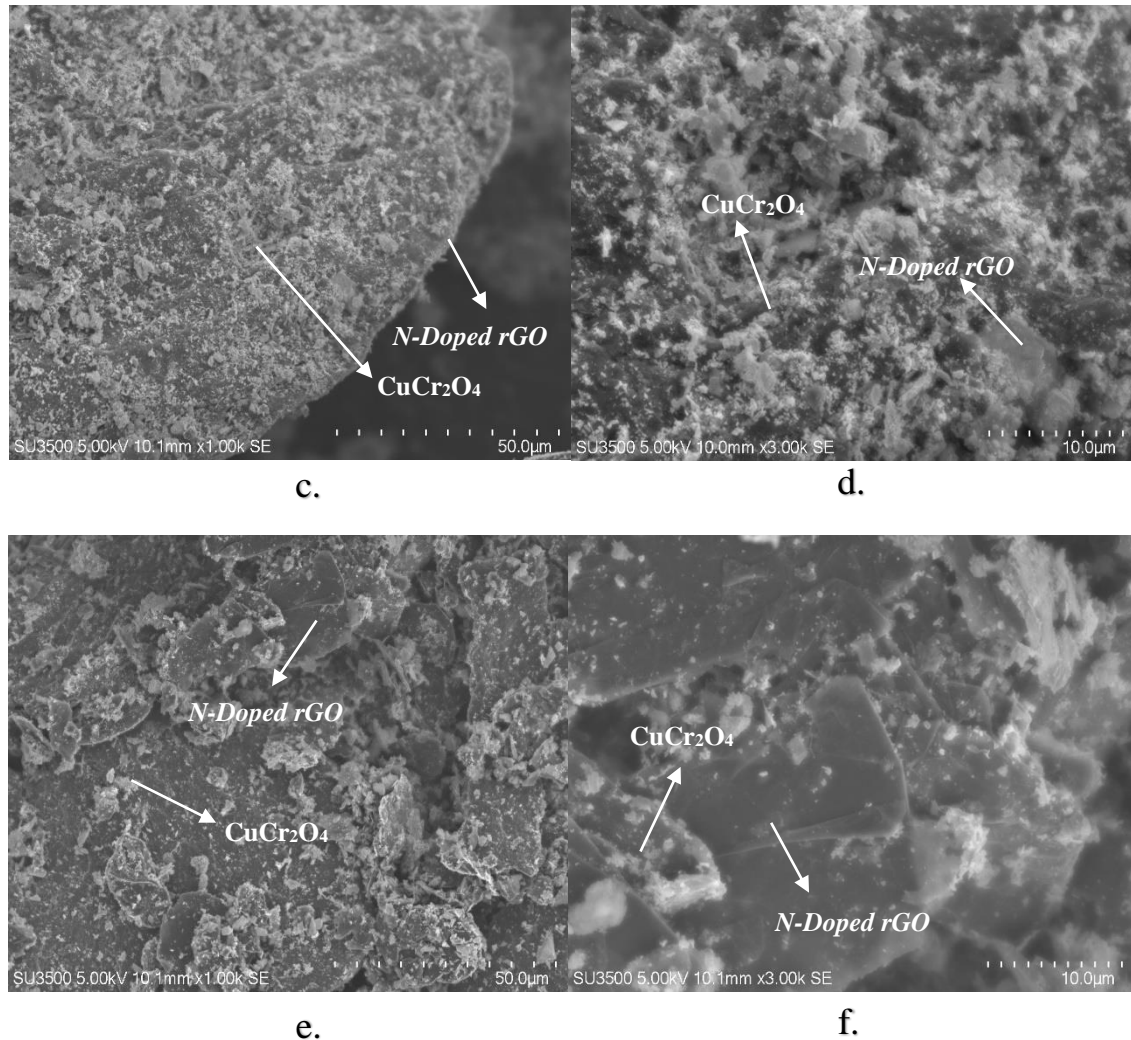


Gambar 4. 12 Hasil pengujian SEM sampel CuCr_2O_4 pada perbesaran (a) 50x dan (b) 500x

Dari hasil pengujian SEM pada sampel CuCr_2O_4 diperoleh bentuk morfologi berbentuk serpihan yang tidak beraturan dan seperti bulir bulir yang berukuran sangat kecil.

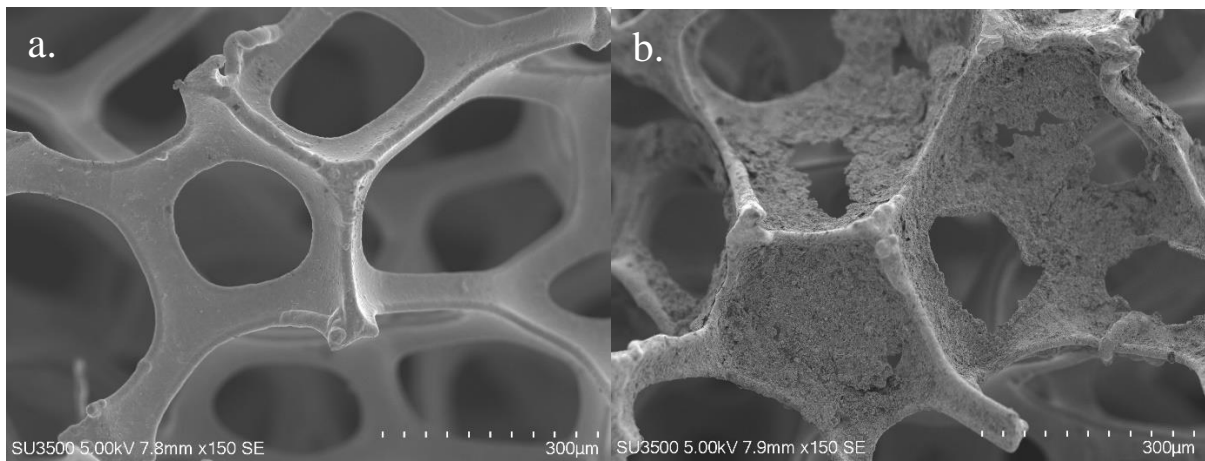
Setelah sampel *N-Doped rGO* dan CuCr_2O_4 selesai di sintesis. Langkah selanjutnya adalah pembuatan 3 variasi komposit dengan perbandingan 85:15. Perbedaan komposit ini terletak pada variasi waktu doping nitrogen pada *rGO*. Gambar 4.13 berikut ini adalah hasil pengujian SEM dari ketiga komposit. Dari hasil pengujian sampel komposit terlihat bahwa serpihan CuCr_2O_4 yang berwarna keputihan sudah menyebar secara merata ke seluruh permukaan *N-Doped rGO* yang berbentuk kepingan-kepingan besar, sehingga dapat diketahui bahwa komposit *N-Doped rGO/CuCr}_2\text{O}_4* telah berhasil terbentuk





Gambar 4.13 Hasil pengujian SEM pada sampel komposit 30 perbesar (a) 3000x dan (b) 5000x; komposit 45 perbesar (b) 1000x dan 3000x ; komposit 60 perbesar (e) 1000x dan (f) 3000x

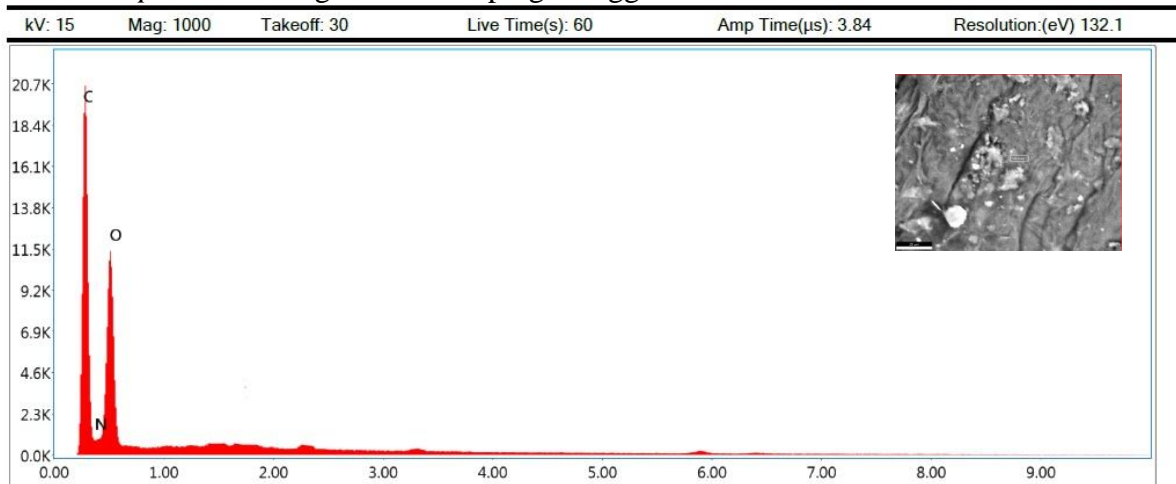
Setelah komposit terbentuk, komposit akan disisipkan ke dalam *nickel foam*. Dari hasil pengujian SEM *nickel foam*, Gambar 4.14 a merupakan hasil pengujian *nickel foam* sebelum disisipkan oleh komposit, dimana bentuknya seperti rongga yang tidak beraturan dan berwarna putih, dan Gambar b adalah *nickel foam* yang telah tersisipi oleh komposit. Dapat terlihat bentuk komposit yang tidak teratur berhasil masuk dan mengisi rongga-rongga yang ada di *nickel foam*. Sehingga dapat dikatakan bahwa *nickel foam* berhasil disisipi komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄*.



Gambar 4. 14 Hasil pengujian SEM (a) *nickel foam* 150x (b) *nickel Foam/komposit* 150x

4.5 Hasil Pengujian *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)

Pengujian EDS dilakukan agar dapat mengetahui jenis dan seberapa besar jumlah unsur penyusun dari suatu sampel. Pada Gambar 4.15 berikut ini merupakan hasil uji EDS dari variasi sampel *N-Doped rGO*, dan Tabel 4.7 merupakan tabel presentase unsur hasil penhujian sampel EDS *N-Doped rGO* dengan waktu doping menggunakan *microwave oven* selama 30 menit.

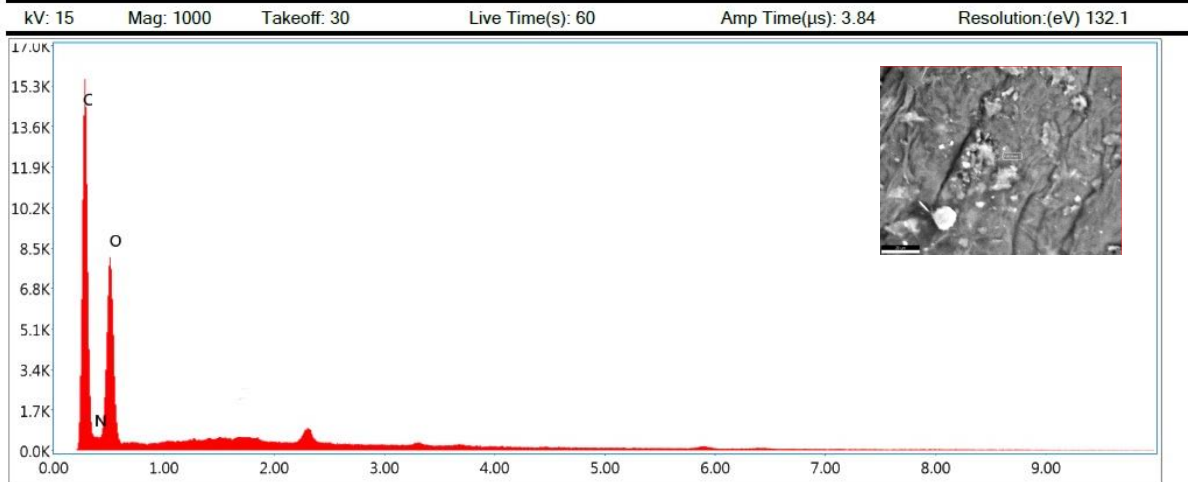


Gambar 4. 15 Hasil pengujian EDS *N-Doped rGO* 30

Tabel 4. 7 Unsur komposisi EDS *N-Doped rGO* 30

Sampel	Elemen	Wt %	At %
<i>N-Doped rGO</i> (30)	C K	41,98	48,51
	N K	9,36	9,27
	O K	48,66	9,29

Dari hasil pengujian EDS pada sampel *N-Doped rGO* dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 41,98%; N sebesar 9,36%; dan O sebesar 48,66%. Dan selanjutnya adalah hasil pengujian EDS pada sampel *N-Doped rGO* yang di doping menggunakan *microwave oven* selama 45 menit. Hasilnya terlihat pada Gambar 4.16 dan Tabel 4.8 berikut ini.

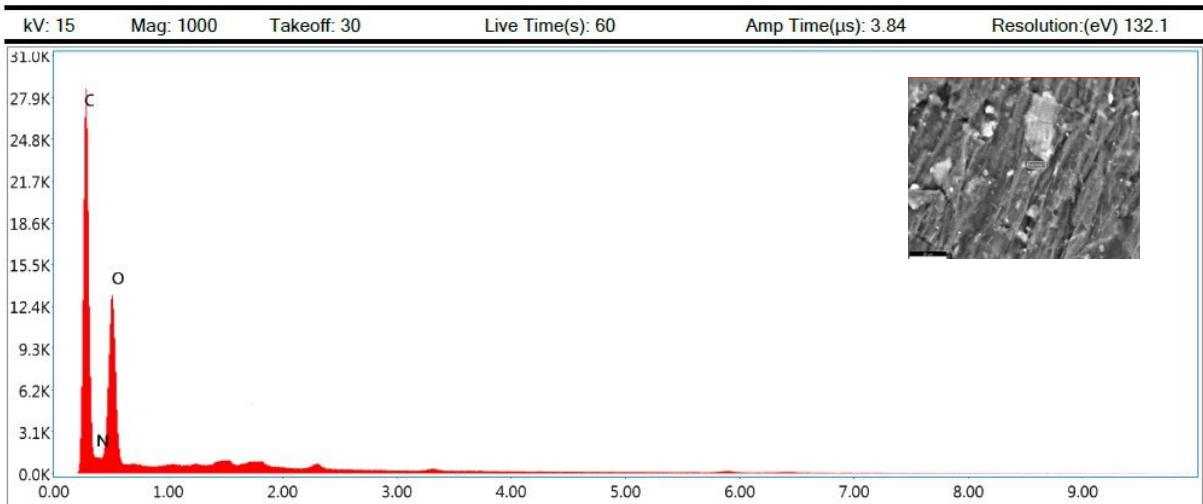


Gambar 4. 16 Hasil pengujian EDS sampel *N-Doped rGO 45*

Tabel 4. 8 Komposisi hasil pengujian EDS *N-Doped rGO 45*

Sampel	Elemen	Wt %	At %
<i>N-Doped rGO (45)</i>	C K	43,14	49,72
	N K	8,77	8,67
	O K	48,09	41,61

Dari hasil pengujian EDS pada sampel *N-Doped rGO* dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 43,14%; N sebesar 8,77%; dan O sebesar 48,09%. Dan selanjutnya adalah hasil pengujian EDS pada sampel *N-Doped rGO* yang di doping menggunakan *microwave oven* selama 60 menit. Hasilnya terlihat pada Gambar 4.17 dan Tabel 4.9 berikut ini.

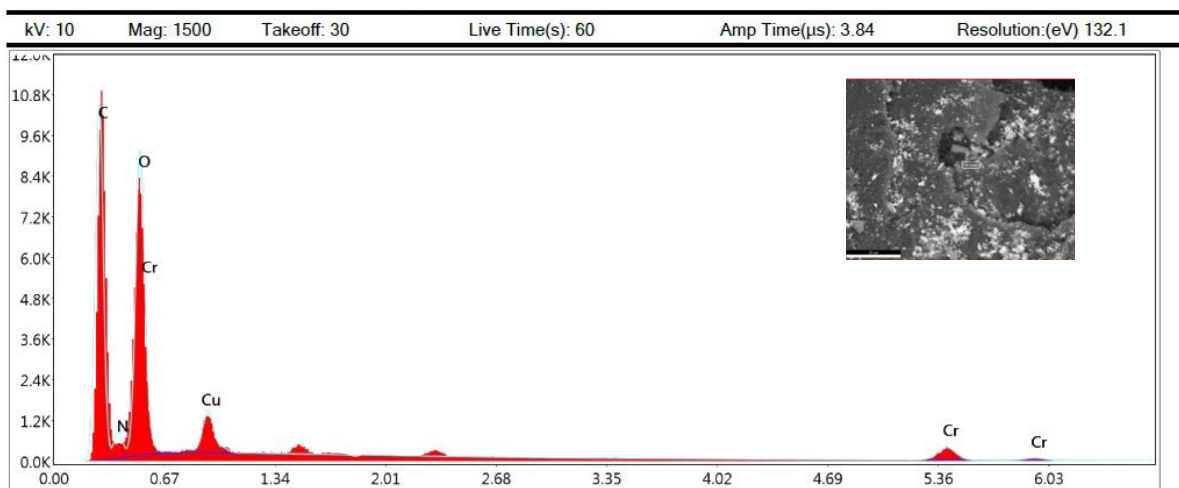


Gambar 4. 17 Hasil pengujian EDS sampel *N-Doped rGO 60*

Tabel 4. 9 Komposisi hasil pengujian EDS *N-Doped rGO 60*

Sampel	Elemen	Wt %	At %
<i>N-Doped rGO (60)</i>	C K	43,69	50,19
	N K	10,14	9,99
	O K	46,16	39,81

Dari hasil pengujian EDS pada sampel *N-Doped rGO* dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 43,69 %; N sebesar 10,14 %; dan O sebesar 46,16%. Dan selanjutnya adalah hasil pengujian EDS pada sampel komposit 30 dimana menggunakan campuran bahan *N-Doped rGO* yang telah di doping menggunakan *microwave oven* selama 30 menit dan $CuCr_2O_4$. Hasilnya terlihat pada Gambar 4.18 dan Tabel 4.10 berikut ini

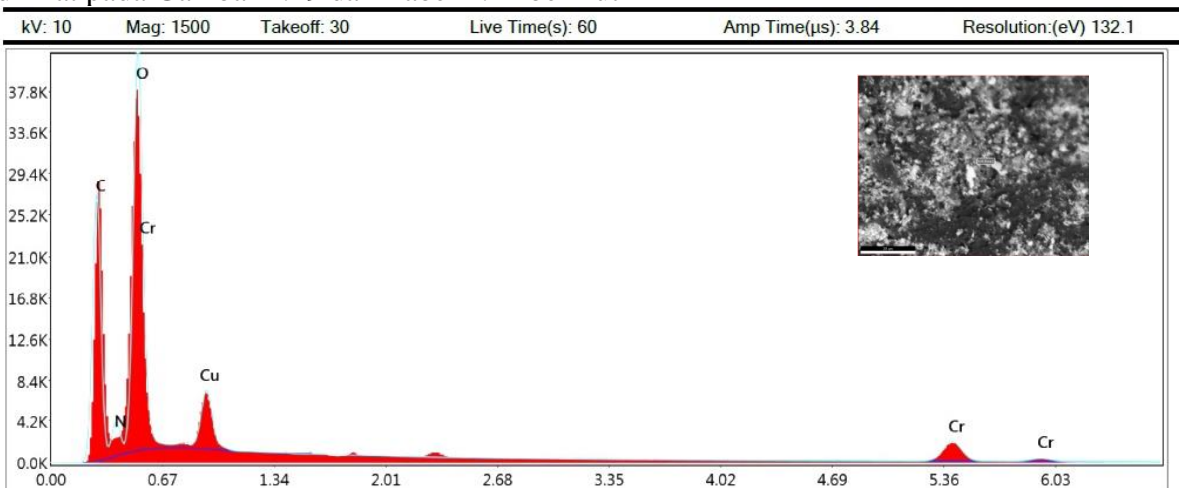


Gambar 4. 18 Hasil pengujian EDS sampel komposit 30

Tabel 4. 10 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 30

Sampel	Elemen	Wt %	At %
Komposit (30)	C K	34,18	48,96
	N K	5,17	6,35
	O K	33,71	36,25
	Cu L	7,78	2,11
	Cr K	19,16	6,34

Dari hasil pengujian EDS pada sampel komposit 30, dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 34,18 %; N sebesar 5,17 %; O sebesar 33,71 %; Cu sebesar 7,78 %; Cr sebesar 19,16%. selanjutnya adalah hasil pengujian EDS pada sampel komposit 45 yang dapat dilihat pada Gambar 4.19 dan Tabel 4.11 berikut ini

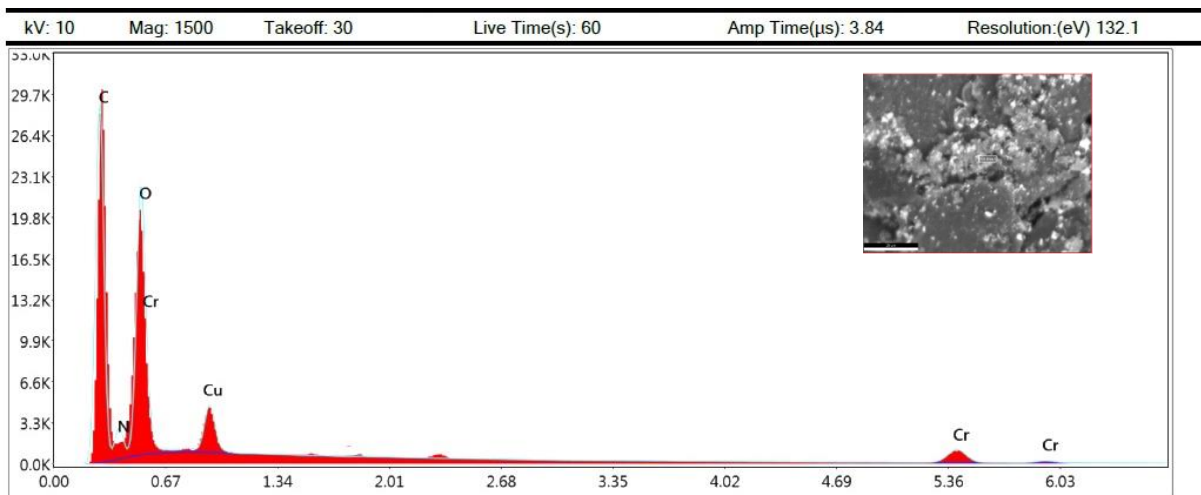


Gambar 4. 19 Hasil pengujian EDS sampel komposit 45

Tabel4. 11 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 45

Sampel	Elemen	Wt %	At %
Komposit (45)	C K	24,93	39,94
	N K	4,85	6,66
	O K	33,76	40,61
	Cu L	10,53	3,19
	Cr K	25,93	9,6

Dari hasil pengujian EDS pada sampel komposit 30, dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 24,93 %; N sebesar 4,85 %; O sebesar 33,76 %; Cu sebesar 10,53 %; Cr sebesar 25,93 % . selanjutnya adalah hasil pengujian EDS pada sampel komposit 60 yang dapat dilihat pada Gambar 4.20 dan Tabel 4.21 berikut ini.



Gambar 4. 20 Hasil pengujian EDS sampel Komposit 60

Tabel4. 12 Hasil pengujian EDS komposisi komposit 60

Sampel	Elemen	Wt %	At %
Komposit (60)	C K	34,87	50,43
	N K	6,19	7,67
	O K	30,29	32,88
	Cu L	9,05	2,47
	Cr K	19,6	6,55

Dari hasil pengujian EDS pada sampel komposit 30, dapat diketahui bahwa terdapat kandungan C sebesar 24,93 %; N sebesar 4,85 %; O sebesar 33,76 %; Cu sebesar 10,53 %; Cr sebesar 25,93 % .

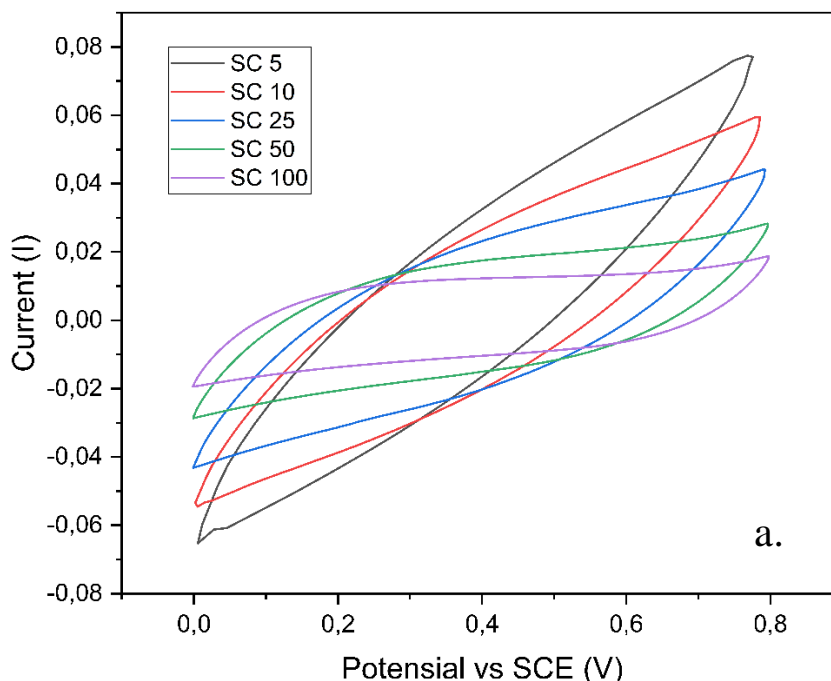
Berdasarkan hasil pengujian EDS yang telah dilakukan pada sampel *N-Doped rGO* , terdapat unsur C, N, dan O. Jumlah atom nitrogen yang terdoping ke dalam rGO mengalami penurunan menjadi sebesar 8,77% pada waktu doping selama 45 menit jika dibandingkan dengan waktu doping 30 menit, yaitu sebesar 9,36 dan jumlah atom nitrogen naik kembali pada waktu doping selama 60 menit, yaitu sebesar 10,14% menggunakan *microwave oven*. Hal itu kemungkinan dapat terjadi karena berdasarkan hasil dari SEM, pengelupasan yang terbentuk pada sampel N-Doped 45 kurang banyak seperti dengan sampel lainnya, sehingga jumlah nitrogen yang terdoping tidak sebanyak dengan sampel lainnya, dan pada hasil grafik pengujian

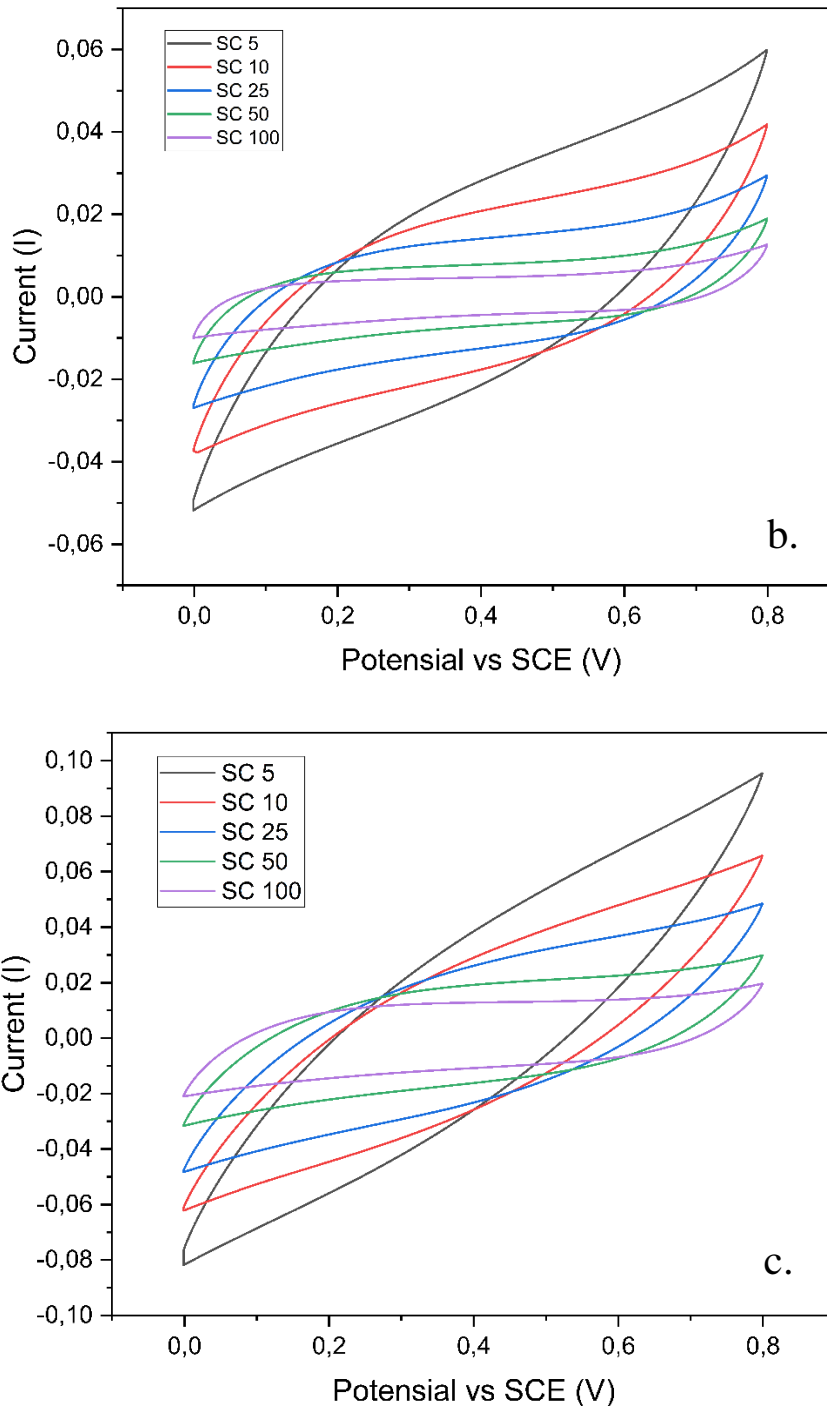
EDS sampel N-Doped 30 terdapat pengotor yaitu aluminium yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel lainnya. Sehingga pengotor tersebut di duga berpengaruh terhadap konsentrasi nitrogen yang masuk ke dalam rGO. Untuk jumlah nitrogen cair yang dimasukkan ke dalam rGO adalah sama, yaitu 0.5 ml. Setelah CuCr_2O_4 ditambahkan ke dalam *N-Doped rGO* muncul unsur Cu dan Cr, sehingga dapat dikatakan untuk pembuatan komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* telah berhasil.

4.6 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengujian yang selanjutnya adalah *Cyclic Voltammetry* (CV). Pengujian ini bertujuan untuk mengukur nilai kapasitansi spesifik dari hasil elektroda yang telah dibuat pada penelitian ini. Pada pengujian CV menggunakan tiga elektroda, yaitu *counter electrode* berupa grafit, elektroda referensi yaitu SCE, dan *working electrode* berupa sampel elektroda yang dibuat pada penelitian ini. Parameter rentang potensial yang digunakan pada pengujian ini adalah 0 V – 0,8 V, dan scan rate yang digunakan pada pengujian ini adalah 5 mV/s, 10 mV/s, 25 mV/s, 50 mV/s, 100 mV/s. Untuk larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan Na_2SO_4 1 M. larutan elektrolit Na_2SO_4 merupakan larutan netral dan potensial pada 0-0,8 V yang merupakan paling optimal karena tidak menghasilkan gundukan pada hasil CV. Gundukan atau *hump* adalah indikator terjadinya reaksi redoks atau efek pseudocapacitance. Adapun yang terjadi dalam pengujian yaitu pembentukan *double layer capacitor*, karena diagram CV yang terbentuk hampir menyerupai persegi panjang. Dapat diketahui juga jika scan rate yang digunakan semakin tinggi, hasil kapasitansi spesifik yang diperoleh akan semakin rendah, karena hambatan dalam pada konduktor akan semakin besar

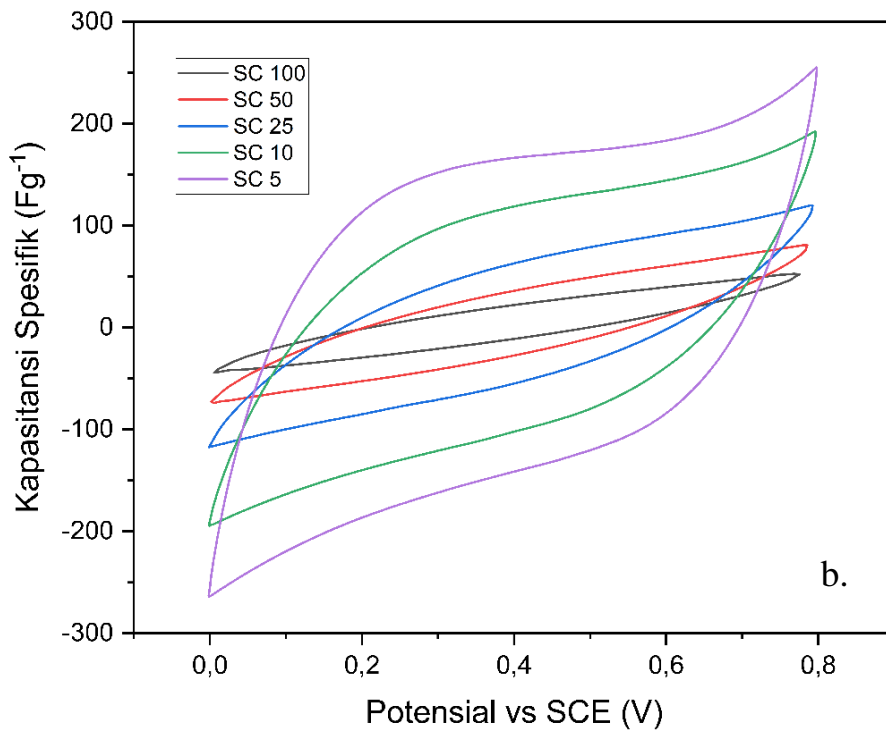
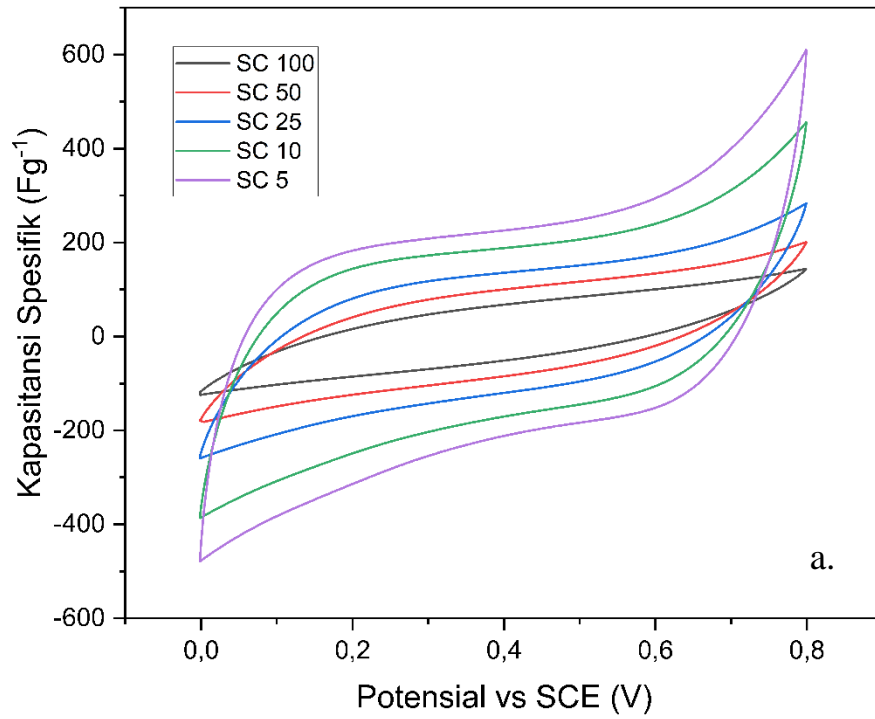
Gambar 4.21 berikut ini adalah kurva hasil pengujian CV grafik *current vs* potensial dari sampel elektroda dengan lima parameter scan rate (SC), yaitu 5, 10, 25, 50, 100 mV/s. Hasil kurva pada penelitian ini sudah sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Sarkar (2020). Jenis kurva ini mewakili jenis superkapasitor hibrida, kurva menunjukkan berbentuk persegi panjang yang terdeformasi, tetapi kurva nya berbeda dari komposit lainnya karena disebabkan oleh pengaruh doping nitrogen dan deformasi struktur pada komposit

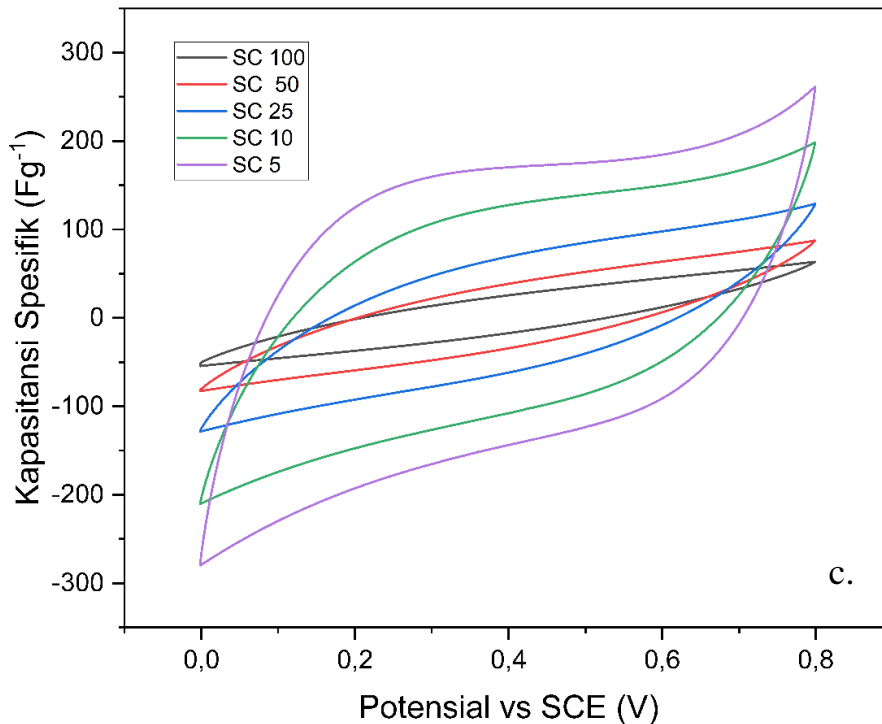




Gambar 4. 21 Hasil grafik pengujian CV current vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60

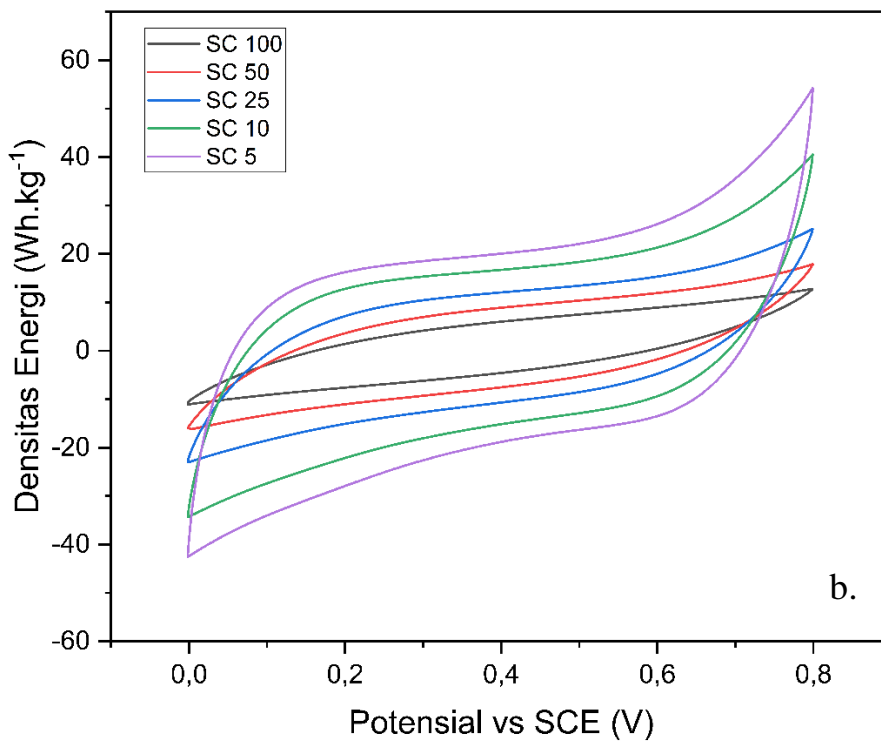
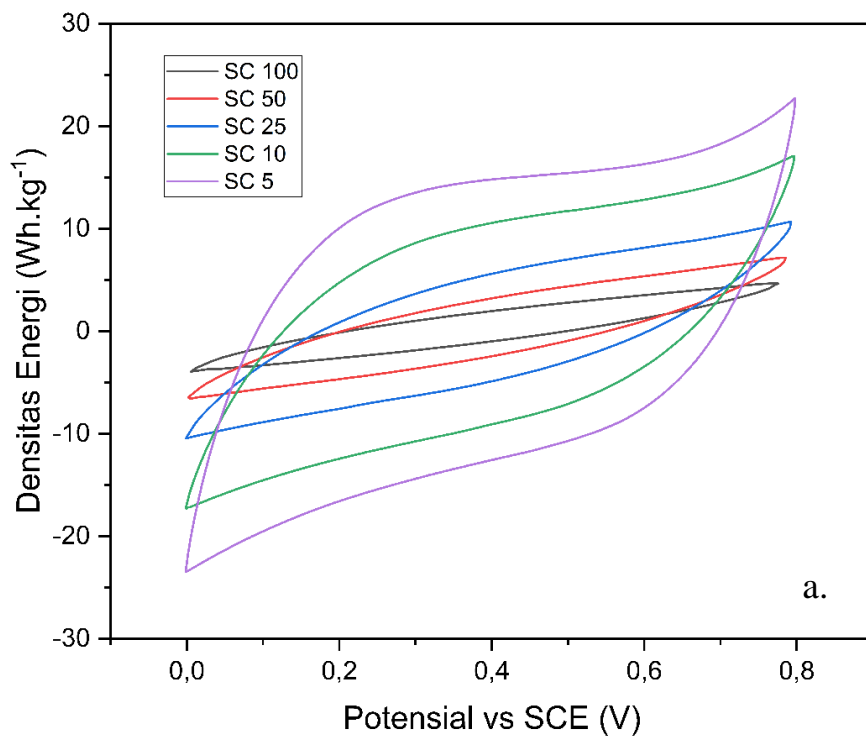
Berdasarkan ketiga kurva di atas, semakin kecil *scan rate* yang digunakan, maka *current rate* yang dihasilkan pada kurva juga lebih besar. Dari ketiga kurva tersebut juga dapat dilihat bahwa semakin lama waktu doping terhadap rGO, *current rate* yang dihasilkan juga semakin besar. Gambar 4.22 selanjutnya merupakan kurva hasil pengujian CV dari ketiga sampel elektroda pada grafik potensial vs kapasitansi spesifik.

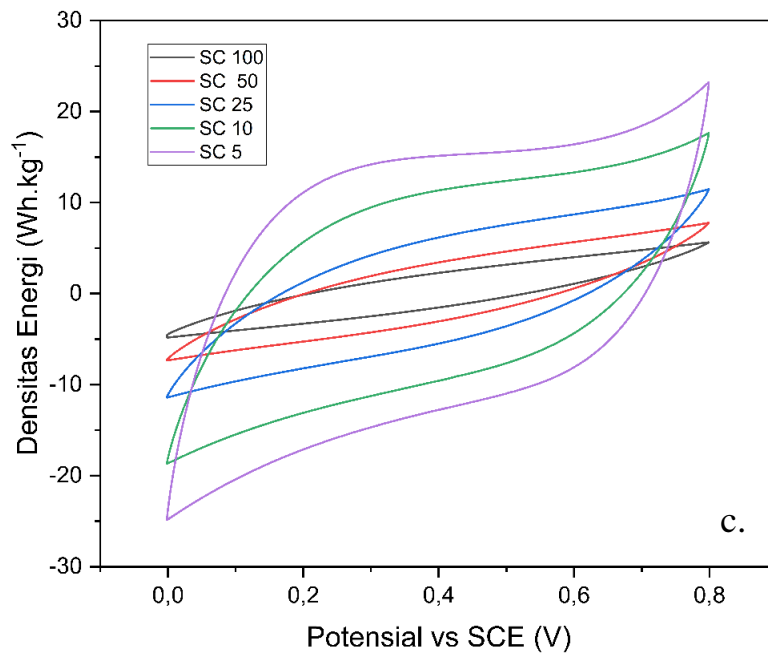




Gambar 4. 22 Hasil grafik pengujian CV kapasitansi spesifik vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60

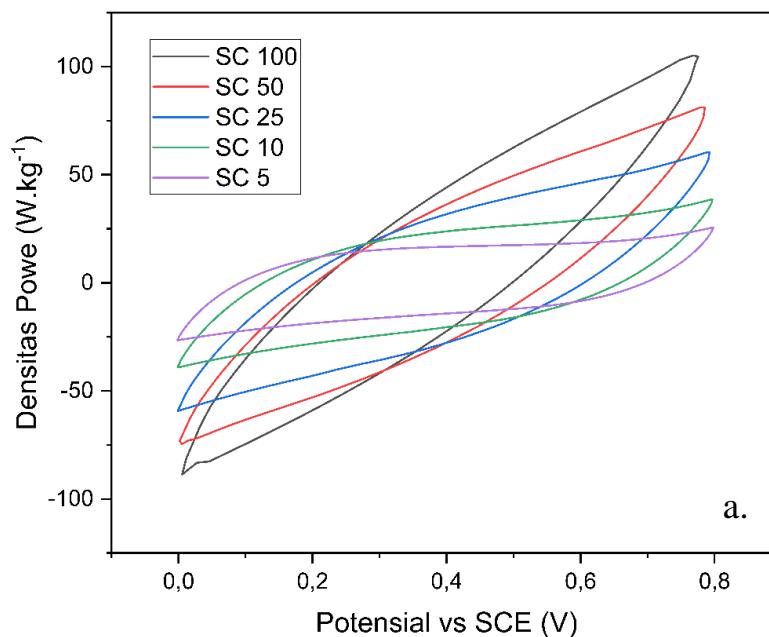
Berdasarkan kurva diatas, dapat diketahui bahwa nilai kapasitansi spesifik yang paling besar terdapat pada sampel elektroda dengan waktu radiasi doping nitrogen selama 30 menit dengan nilai 397.72 F/g, lalu hasil kapasitansi spesifik yang terbesar selanjutnya terdapat pada elektroda dengan waktu doping nitrogen selama 60 menit dengan nilai 245,79 F/g, dan kapasitansi spesifik yang terkecil terdapat pada sampel elektroda dengan waktu doping nitrogen selama 45 menit dengan nilai 237.74 F/g. Scan rate pengujian CV juga mempengaruhi nilai kapasitansi spesifik, dari ketiga variasi sampel, hasil kapasitansi spesifik terbesar terdapat pada scan rate 5 mV/s. selanjutnya adalah Gambar 4.23 yang merupakan kurva hasil pengujian CV pada grafik densitas energi vs potensial.

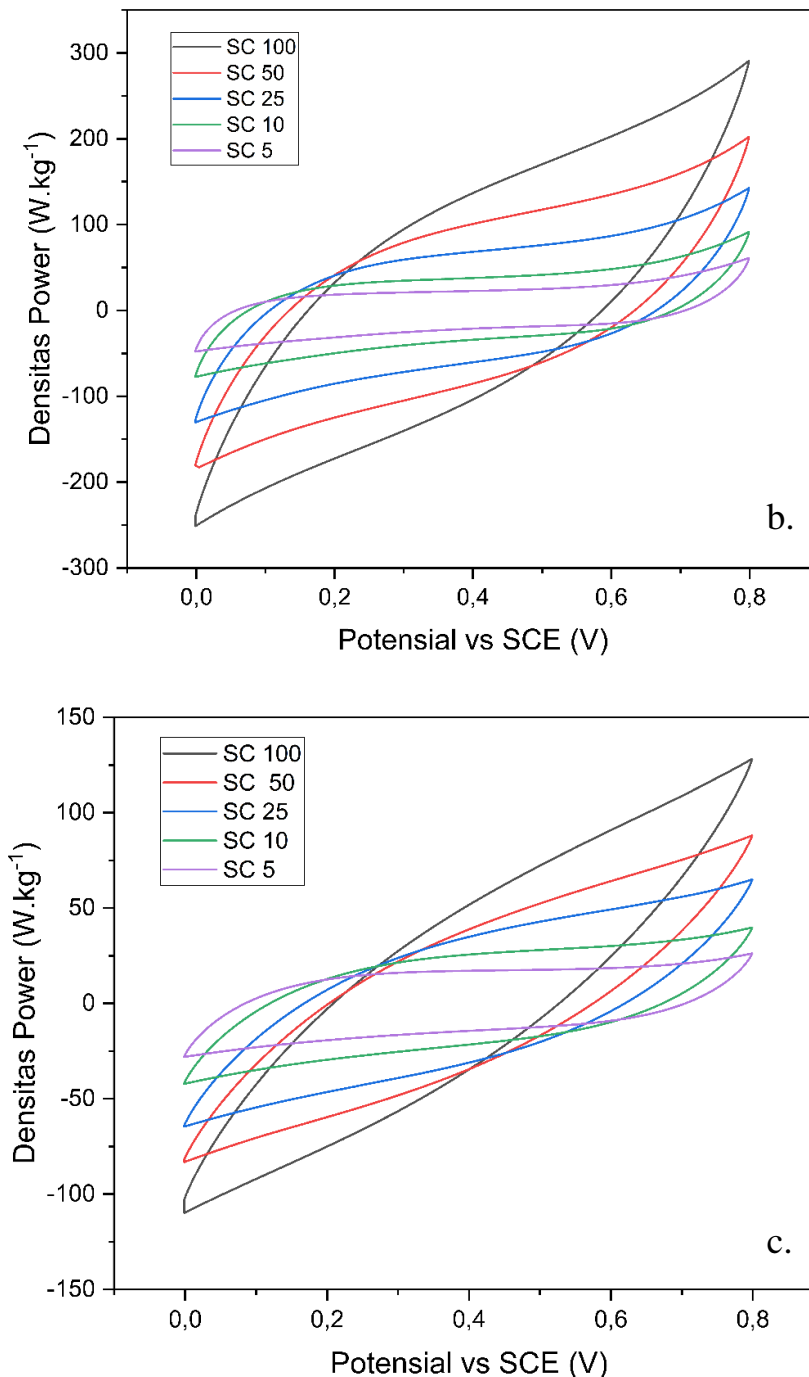




Gambar 4. 23 Hasil grafik pengujian CV densitas energi vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60

Dapat diketahui bahwa nilai densitas energi paling besar terdapat pada elektroda dengan variasi waktu doping *N-Doped rGO* selama 30 menit sebesar 35,35 Wh/kg, lalu hasil yang terbesar kedua adalah elektroda dengan variasi waktu doping *N-Doped rGO* selama 60 menit sebesar 21,85 Wh/kg dan nilai densitas energi yang paling kecil terdapat pada elektroda dengan waktu doping *N-Doped rGO* selama 45 menit sebesar 21,13 wh/kg, dengan *scan rate* 5 mV/s. Selanjutnya adalah Gambar 9.24 kurva hasil pengujian CV pada grafik densitas *power* vs potensial





Gambar 4. 24 Hasil grafik pengujian CV densitas power vs potensial (a) Elektroda 30; (b) Elektroda 45; (c) Elektroda 60

Berdasarkan kurva hasil pengujian CV pada grafik densitas *power* vs potensial, nilai densitas *power* yang paling besar terdapat pada elektroda 30, dengan nilai sebesar 233, 82 W/kg, lalu nilai terbesar selanjutnya terdapat pada elektroda 60, dengan nilai sebesar 97,78 W/kg, dan nilai densitas *power* yang paling kecil adalah pada elektroda 45 dengan nilai sebesar 75,64 W/kg. Nilai densitas *power* terbesar terdapat pada hasil pengujian cv dengan *scan rate* 100 mV/s. Tabel 4.13 berikut ini adalah tabel yang menyajikan rangkuman nilai hasil perhitungan dari kapasitansi spesifik, densitas energi, dan densitas *power*.

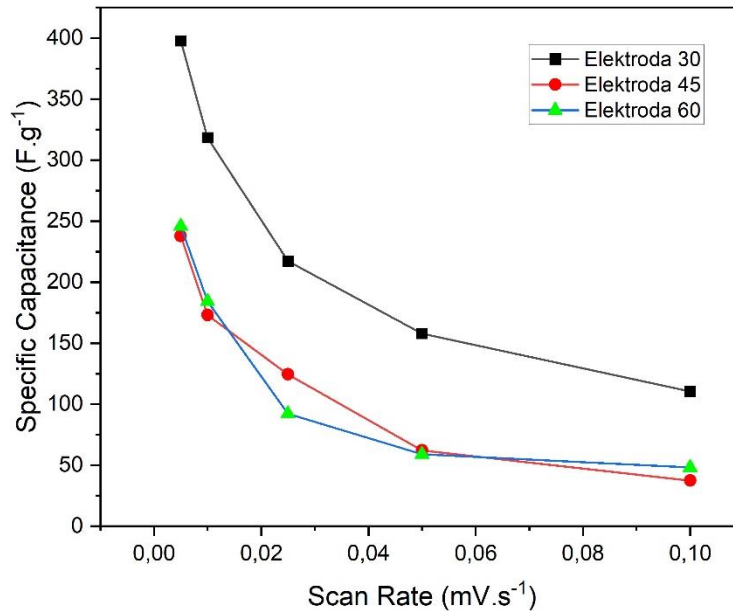
Tabel 4.13 Hasil perhitungan nilai kapasitansi spesifik (C_s), *Specific Energy Density* (E), dan *Specific Power Density* (P)

Sampel	Scan Rate (V/m)	Area (I vs E)	Massa (gr)	C_s (F/g)	E (Wh/Kg)	P (W/Kg)
Elektroda 30	0,1	0,045972973	0,0026	110,51	9,82	223,82
	0,5	0,032842737		157,89	14,03	158,89
	0,025	0,022593289		217,24	19,31	109,30
	0,01	0,013242396		318,33	28,30	63,86
	0,005	0,008272654		397,72	35,35	39,90
Elektroda 45	0,1	0,054978687	0,0092	37,35	3,32	75,64
	0,5	0,04579105		62,22	5,530	63,00
	0,025	0,04579105		124,43	11,06	62,80
	0,01	0,025471687		173,04	15,33	34,74
	0,005	0,017497586		237,74	21,13	23,86
Elektroda 60	0,1	0,072615439	0,0094	48,28	4,29	97,78
	0,5	0,053830738		59,02	5,25	59,40
	0,025	0,042077748		92,28	8,20	46,43
	0,01	0,027701772		184,19	16,37	36,95
	0,005	0,018483769		245,79	21,85	24,66

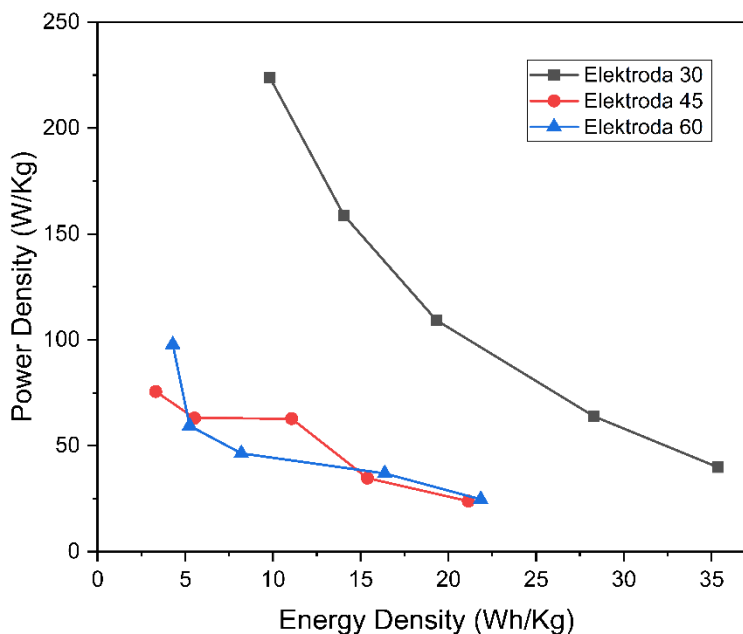
Setelah pengujian CV, selanjutnya adalah melakukan perhitungan nilai kapasitansi spesifik (C_s), *Specific Energy Density* (E), dan *Specific Power Density* (P) yang hasilnya disajikan pada tabel di atas. Nilai kapasitansi dari yang tertinggi berturut-turut adalah komposit 30 menit sebesar 397,72 F/g; komposit 60 menit sebesar 245,74 F/g; dan komposit 45 sebesar 237,74 F/g. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Diah Ayu (2017), hasil doping nitrogen yang paling optimal terdapat pada nitrogen yang terdoping sekitar 5%, pada penelitian ini, jumlah atom nitrogen yang terdoping pada komposit 30 adalah sebesar 5.17% yang dapat diketahui dari hasil pengujian EDS. Sementara untuk komposit 60 yang terdapat jumlah kandungan nitrogen sebanyak 6.19% hasil kapasitansi spesifiknya menurun menjadi sebesar 245,79 F/g.

rGO yang di doping dengan nitrogen dapat meningkatkan nilai kapasitansi yang lebih besar karena dapat meningkatkan konduktivitas listrik yang berpengaruh ke penyimpanan kapasitansi yang sangat baik, stabilitas, dan tingkat reversibilitas yang sangat baik dalam siklus *charge* dan *discharge* dan mempercepat pertumbuhan nanopartikel (K. Wang et al. 2014). Selain itu doping nitrogen juga dapat meningkatkan *binding energy* sehingga menyebabkan dapat banyak menampung gerakan ion pada luas permukaan elektroda dan menunjukkan kapasitansi yang lebih tinggi (Safitri, et al. 2017). Tetapi jumlah doping nitrogen sebesar 6,19% kapasitansi spesifiknya menurun dikarenakan penambahan jumlah atom nitrogen yang terlalu banyak akan memperbesar *band gap* sehingga akan menurunkan sifat elektriknya dan juga dapat mengurangi efisiensi proses transfer elektron sehingga nilai konduktivitas listrik yang menurun (Zhang and Yang 2009). Sehingga dapat dikatakan bahwa waktu untuk doping nitrogen yang paling baik adalah selama 30 menit, dimana menunjukkan hasil yang paling besar, sementara pada waktu doping 45 dan 60 menit, nilai kapasitansinya sudah berkurang jauh dari hasil doping selama 30 menit. Hal itu kemungkinan dapat terjadi karena semakin lama waktu doping, temperatur di dalam *microwave* terlalu tinggi, sehingga struktur pada rGO menjadi tidak teratur dan terdapat cacat permukaan di dalam rGO (Sudhakar, et al. 2018).

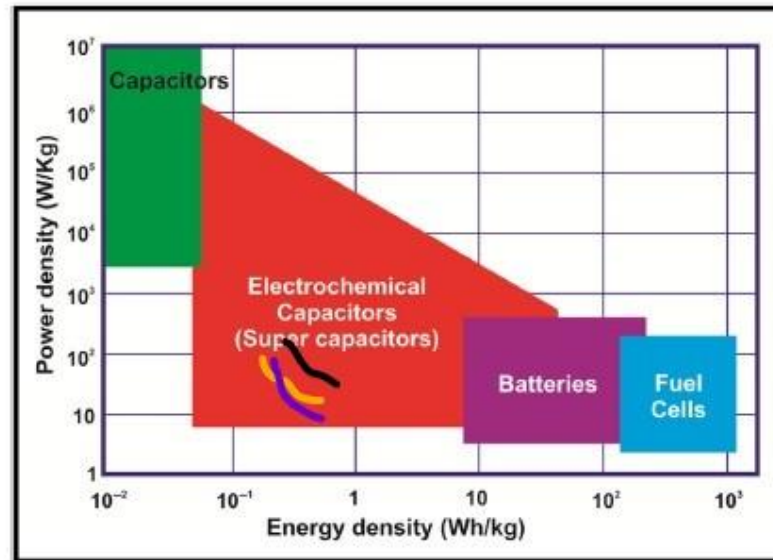
Pada Gambar 4.25 terlihat bahwa besar nilai kapasitansi spesifik meningkat seiring dengan penurunan *scan rate*, hal tersebut terjadi karena saat menggunakan *scan rate* yang rendah, ion-ion pada larutan elektrolit dapat masuk lebih dalam ke seluruh material, sehingga permukaan aktif yang dihasilkan lebih banyak, maka kapasitansi spesifiknya juga akan meningkat. Selanjutnya nilai *Specific Energy Density* dan *Specific Power Density* dijadikan satu grafik seperti pada Gambar 4.26 untuk selanjutnya dimasukkan ke dalam sketsa plot *Ragone* seperti pada Gambar 4.27 agar dapat ditentukan bahwa nilai kapasitansi yang diperoleh sudah sesuai dengan nilai kapasitansi superkapasitor pada umumnya



Gambar 4. 25 Plot kurva pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi sampel elektroda.



Gambar 4. 26 Plot kurva perbandingan nilai *specific energy density* dengan *specific power density* dari sampel elektroda.

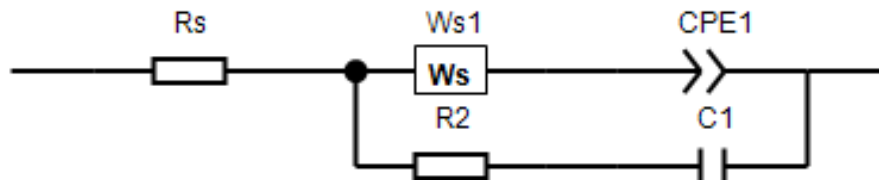


Gambar 4. 27 Ragone plot elektroda hasil penelitian

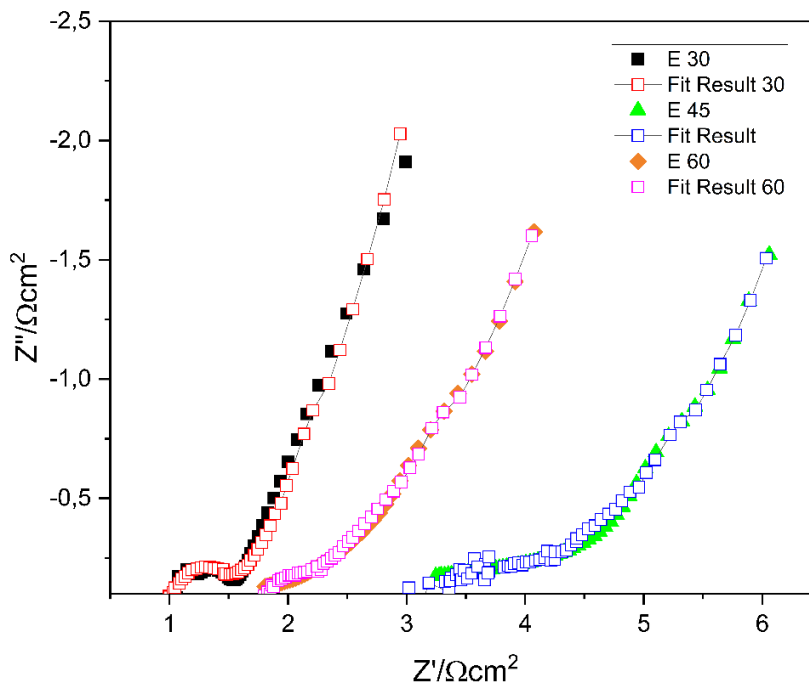
Gambar 4.27 adalah hasil plotting kurva perbandingan nilai *power density* dan *energy density* (Gambar 4.26) pada plot *Ragone* bahwa nilai kapasitansi yang diperoleh telah sesuai dengan nilai kapasitansi superkapasitor pada umumnya.

4.7 Hasil Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Pengujian EIS bertujuan untuk mengetahui sifat kapasitif dari suatu material dilihat dari bentuk kurva *Nyquist*, selain itu juga berfungsi untuk mengetahui sifat konduktivitas dari material berdasarkan *Bode Plot* $|Z|$. Pada kurva *Nyquist* terdapat nilai Z' pada sumbu x dan Z'' yang terletak pada sumbu y. nilai Z' menunjukkan nilai dari hambatan dan Z'' menunjukkan elemen non resistif. Terdapat dua daerah pada *Nyquist Plot*, yaitu daerah dengan frekuensi tinggi dan daerah frekuensi rendah. Daerah frekuensi tinggi berbentuk kurva setengah ingkaran yang disebut dengan daerah *Warburg*. Daerah tersebut menunjukkan proses redoks faradaik yang terjadi pada sistem, dan pada daerah frekuensi rendah berbentuk garis lurus, tegak dengan sumbu Y. Jika kurva semakin mendekati sudut 90° , maka dapat dikatakan bahwa sifat kapasitif dari material semakin baik (Nurdiansah 2014). Untuk memperoleh nilai konduktivitas dari elektroda menggunakan *equivalent circuit* pada Gambar 4.28 dibawah ini.

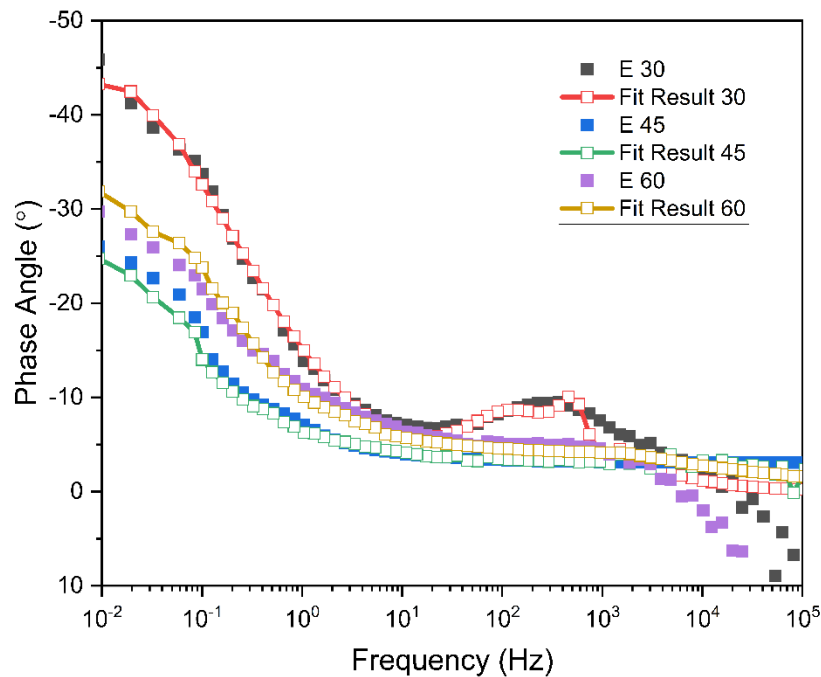


Gambar 4. 28 *Equivalent Circuit*



Gambar 4. 29 Plot *Nyquist* dari hasil pengujian EIS

Seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.29 diatas, hasil *Nyquist* Plot yang paling mendekati sudut 90° adalah pada sampel Elektroda 30, hal tersebut mengindikasikan jika sampel Elektroda 30 memiliki sifat kapasitif yang lebih bagus jika dibandingkan dengan sampel Elektroda 45 dan 60. Hal ini juga di dukung dari hasil pengujian CV pada subbab sebelumnya. Pada sampel Elektroda 45 dan 60, dapat dilihat bahwa hasil *Nyquist* Plot yang lebih jauh dari 90° . Selanjutnya adalah daerah kemiringan 45° yang terletak di antara daerah setengah lingkaran dan garis panjang vertical yang terdapat pada daerah Warburg. Daerah kemiringan mendekati 45° dapat dikatakan bahwa laju difusi yang relatif tinggi. Dari ketiga sampel, sampel yang memiliki daerah kemiringan diantara daerah setengah lingkaran dan daerah Warburg terdapat pada sampel Elektroda 30, yaitu sekitar sebesar 40° . Untuk sampel Elektroda 45 dan 60, daerah kemiringannya hanya sekitar 15° dan 20° . Sehingga dapat dikatakan jika sampel Elektroda 30 memiliki nilai laju difusi yang relatif tinggi daripada sampel elektroda 45 dan 60 (Nurdiansah 2014). Laju difusi juga berhubungan dengan luas penampang dari sebuah sampel. Semakin besar luas penampang dari sampel, maka laju difusinya semakin cepat karena permukaan yang luas dapat menampung ion-ion yang cukup banyak (Susanti et al. 2007). Untuk lebih jelasnya mengenai daerah kemiringan pada sampel, dapat dilihat pada Gambar 4.30 berikut ini

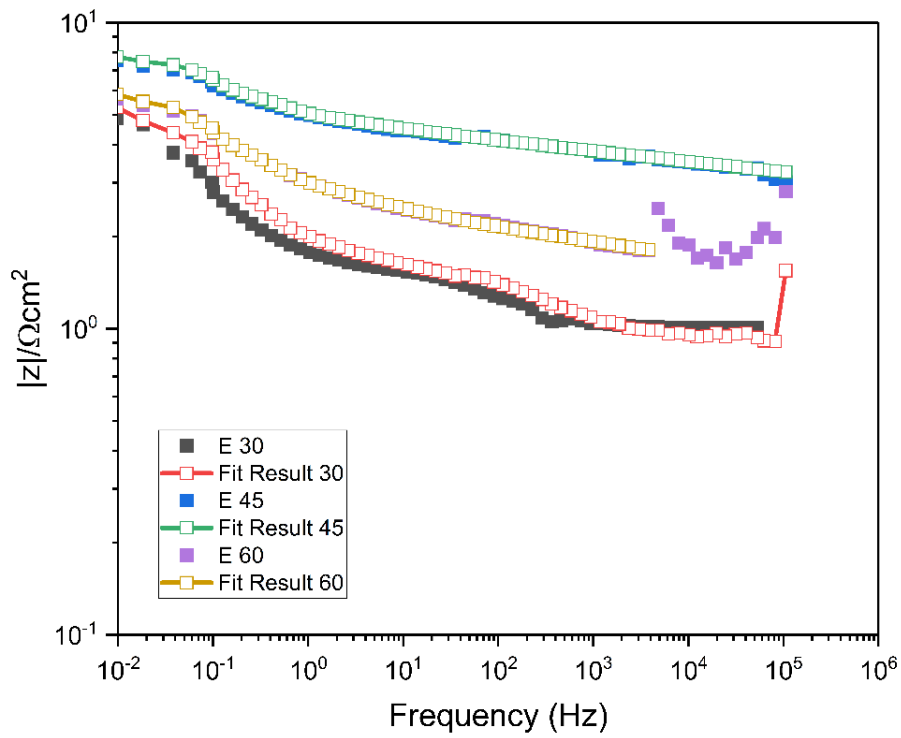


Gambar 4. 30 Hasil *Bode Plot*

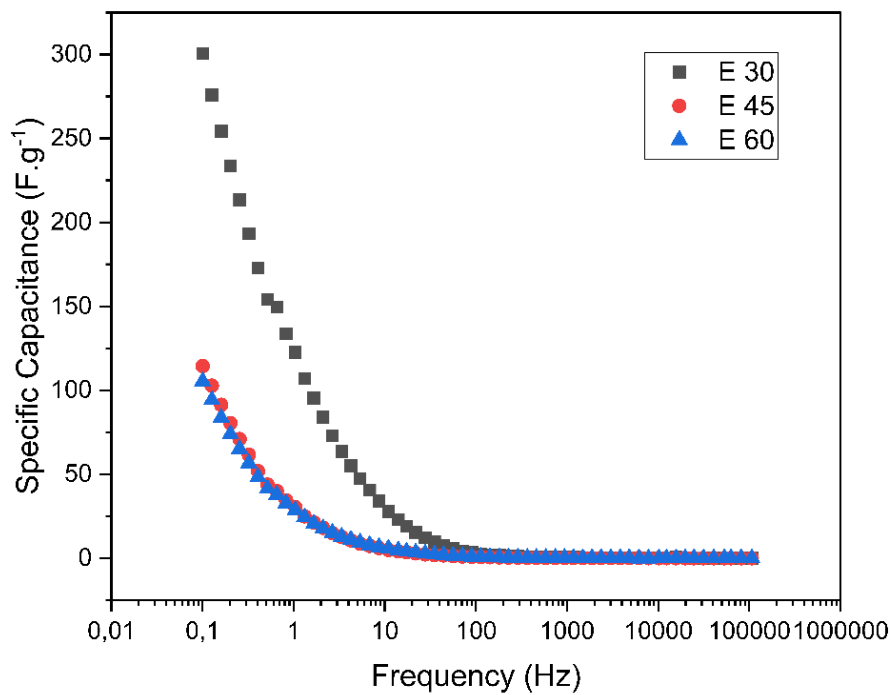
Berdasarkan *Bode Plot*, dapat diketahui nilai konduktivitasnya. Seperti terlihat pada Gambar 4.31 dibawah ini. Terlihat pada sampel Elektroda 30, hasil doping dengan lama waktu 30 menit mempunyai nilai $|Z|$ yang paling rendah, sedangkan sampel Elektroda 45 (waktu doping 45 menit) dan Elektroda 60 (waktu doping 60 menit) memiliki nilai $|Z|$ yang lebih tinggi, sehingga sifat konduktivitasnya masih dibawah sampel Elektroda 30. Dari hasil pengujian EIS juga diperoleh nilai kapasitansi spesifik yang dapat dilihat pada Gambar 4.31. Nilai spesifik kapasitansi yang paling besar terdapat pada Elektroda 30, hal ini juga sejalan dengan hasil pengujian CV. Tabel 4.14 berikut ini terdapat nilai dari θ , $|Z|$, konduktivitas, resistansi, dan *specific capacitance*, dari hasil pengujian EIS

Tabel4. 14 Hasil nilai perhitungan EIS θ , $|Z|$, dan *specific capacitance*

Sampel	Frekuensi	θ	$ Z $ (Ω/cm^2)	Konduktivitas (Ω^{-1})	Resistansi (Ω)	Cs (F/g), f (0,1 Hz)
Elektroda 30	0,01	45,9	4,86	0,14	0,3	300,6
Elektroda 45	0,01	24,8	7,54	0,09	11,5	114,4
Elektroda 60	0,01	27,5	5,65	0,12	6,5	105,5



Gambar 4. 31 Hasil *Bode Plot*



Gambar 4. 32 Hasil nilai *specific capacitance* dari hasil pengujian EIS

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pada proses doping nitrogen kedalam sampel rGO dengan variasi waktu 30, 45, dan 60 menit, diperoleh kesimpulan bahwa :
 - a. Waktu durasi iradiasi *microwave oven* yang paling baik adalah selama 30 menit, karena waktu iradiasi selama 30 menit menghasilkan proses pengelupasan pada sampel *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* yang lebih baik, dilihat dari hasil pengujian SEM bahwa terdapat morfologi yang tipis serta lapisan-lapisan yang terbentuk sangat banyak pada hasil pengujian sampel *N-Doped rGO* 30. Tetapi semakin lama waktu radiasi *microwave*, lapisan-lapisan yang terbentuk semakin sedikit dikarenakan temperatur yang terlalu panas menyebabkan rusaknya morfologi *N-Doped rGO*. Struktur atom mulai merenggang dikarenakan adanya substitusi atom nitrogen di dalam rGO yang ditandai dengan nilai d_{spacing} yang meningkat. Semakin besar d_{spacing} maka semakin tipis lapisan, sehingga luas permukaan semakin luas, dan jumlah gugus fungsi oksigen yang semakin rendah dilihat dari hasil FTIR.
 - b. Penambahan waktu durasi iradiasi *microwave* mempengaruhi nilai kapasitansi spesifik dari komposit *N-Doped rGO/CuCr₂O₄* yang dihasilkan dengan kesimpulan bahwa semakin lama durasi iradiasi *microwave* yang diberikan, maka nilai spesifik kapasitansinya menjadi lebih rendah, dikarenakan panas yang terlalu tinggi dapat merusak morfologi *N-Doped rGO*. Pada penggunaan durasi iradiasi *microwave* 30 menit diperoleh nilai kapasitansi paling maksimal berdasarkan hasil pengujian CV yaitu sebesar 397,72 F/g dan berdasarkan hasil pengujian EIS sebesar 300,6. Untuk nilai konduktivitas berdasarkan hasil pengujian EIS sebesar $0,14 \Omega^{-1}$

1.2 Saran

Adapun saran dari dan bagi penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menambahkan kontrol tekanan dan temperatur pada *microwave oven* untuk menanggulangi tekanan yang berlebih saat proses pemanasan.
2. Pada sampel elektroda terdapat sedikit pengotor yaitu aluminium, sehingga untuk kedepannya tidak menggunakan aluminium foil.

LAPORAN TUGAS AKHIR
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Agnoli, Stefano, and Marco Favaro. 2016. "Doping Graphene with Boron: A Review of Synthesis Methods, Physicochemical Characterization, and Emerging Applications." *Journal of Materials Chemistry A* 4(14): 5002–25.
- Agrawal, D. 2010. "Latest Global Developments in Microwave Materials Processing." *Materials Research Innovations* 14(1): 3–8.
- Angelika S, Susanti D, Nurdiansah H. "ANALISIS PENGARUH KOMPOSISI MATERIAL KOMPOSIT TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPERKAPASITOR BERBAHAN N-DOPED RGO/CuCr2O4." Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Azmy, Ahmad, and Diah Susanti. 2013. "Pengaruh Variasi Waktu Tahan Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene." *Jurnal Teknik Pomits* 2(1): 2337–3539.
- Blaabjerg, F, Ariya Sangwongwanich, Mustafa Ergin Şahin, and Frede Blaabjerg. 2020. "A Review on Supercapacitor Materials and Developments (Turkish Journal of Materials) A Review on Supercapacitor Materials and Developments." *Turk. J. Mater* 5(2): 10–24. <http://www.sloi.org/sloi-name-of-this-article>.
- Cao, Ning, and Yuan Zhang. 2015. "Study of Reduced Graphene Oxide Preparation by Hummers' Method and Related Characterization." 2015.
- Chemi-Con, Nippon. 2022. "Nippon Chemi-Con Corporation." <https://www.chemi-con.co.jp/en/products/edlc/>.
- Chen, Da, Hongbin Feng, and Jinghong Li. 2012. "Graphene Oxide: Preparation, Functionalization, and Electrochemical Applications." *Chemical Reviews* 112(11): 6027–53.
- Chen, Kunfeng, and Dongfeng Xue. 2014. "Water-Soluble Inorganic Salt with Ultrahigh Specific Capacitance: Ce(NO₃)₃ Can Be Designed as Excellent Pseudocapacitor Electrode." *Journal of Colloid and Interface Science* 416(3): 172–76. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2013.10.044>.
- Chen, Zixiao et al. 2017. "Synthesis of CuCr₂O₄/Reduced Graphene Oxide Composite: A Green Catalyst for Selective Oxidation of Cyclohexane to Cyclohexanone with Hydrogen Peroxide." *ChemistrySelect* 2(33): 10941–45.
- Cubas, Paloma de Jesus et al. 2020. "Synthesis of CuCr₂O₄ by Self-Combustion Method and Photocatalytic Activity in the Degradation of Azo Dye with Visible Light." *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 401(December 2019): 112797. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2020.112797>.
- Dai, Zuoqiang, Kai Wang, Liwei Li, and Tiezhu Zhang. 2013. "Synthesis of Nitrogen-Doped Graphene with Microwave." *International Journal of Electrochemical Science* 8(7): 9384–89.
- Dowais, Raad et al. 2021. "Pearl-White Gallstones: A Report of a Case and a Chemical Analysis by FTIR and XRD." *International Journal of Surgery Case Reports* 87(September): 106449. <https://doi.org/10.1016/j.ijscr.2021.106449>.
- Firdaus A, Diah S, Nurdiansah. 2020. "ANALISIS PENGARUH DURASI IRADIASI TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR."
- Geng, Dongsheng et al. 2011. "Nitrogen Doping Effects on the Structure of Graphene." *Applied Surface Science* 257(21): 9193–98.
-

-
- González, Ander, Eider Goikolea, Jon Andoni Barrena, and Roman Mysyk. 2016. "Review on Supercapacitors: Technologies and Materials." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 58: 1189–1206.
- Guo, Beidou, Liang Fang, Baohong Zhang, and Jian Ru Gong. 2011. "Graphene Doping: A Review." *Insciences Journal* (April): 80–89.
- Hosseini, Seyed Ghorban, Reza Abazari, and Azam Gavi. 2014. "Pure CuCr₂O₄ Nanoparticles: Synthesis, Characterization and Their Morphological and Size Effects on the Catalytic Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate." *Solid State Sciences* 37: 72–79. <http://dx.doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2014.08.014>.
- JEC. 2022. "JEC Supercapacitors." <https://www.jeccapacitor.com/>.
- Kamel, Samir, Mohamed El-sakhawy, Badawi Anis, and Hebat-allah S Tohamy. 2019a. "Egyptian Journal of Chemistry." 62(Part 2): 593–608.
- . 2019b. "Egyptian Journal of Chemistry." 62(Part 2): 593–608.
- Kang, Seulki et al. 2019. "2D Reentrant Micro-Honeycomb Structure of Graphene-CNT in Polyurethane: High Stretchability, Superior Electrical/Thermal Conductivity, and Improved Shape Memory Properties." *Composites Part B: Engineering* 162(January): 580–88. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.01.004>.
- Kawamoto, Aparecida M., Luiz Claudio Pardini, and Luis Claudio Rezende. 2004. "Synthesis of Copper Chromite Catalyst." *Aerospace Science and Technology* 8(7): 591–98.
- Libich, Jiří et al. 2018. "Supercapacitors: Properties and Applications." *Journal of Energy Storage* 17(March): 224–27.
- Liu, Jiandi et al. 2018. "CuCr₂O₄@rGO Nanocomposites as High-Performance Cathode Catalyst for Rechargeable Lithium–Oxygen Batteries." *Nano-Micro Letters* 10(2). <https://doi.org/10.1007/s40820-017-0175-z>.
- Lu, Yanhong, Yi Huang, Mingjie Zhang, and Yongsheng Chen. 2014. "Nitrogen-Doped Graphene Materials for Supercapacitor Applications." *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 14(2): 1134–44.
- Lu, Yu Fen et al. 2013. "Nitrogen-Doped Graphene Sheets Grown by Chemical Vapor Deposition: Synthesis and Influence of Nitrogen Impurities on Carrier Transport." *ACS Nano* 7(8): 6522–32.
- Lu, Zhen Jiang et al. 2013. "Nitrogen-Doped Reduced-Graphene Oxide as an Efficient Metal-Free Electrocatalyst for Oxygen Reduction in Fuel Cells." *RSC Advances* 3(12): 3990–95.
- Luo, Zhimin et al. 2014. "Microwave-Assisted Solvothermal Preparation of Nitrogen and Sulfur Co-Doped Reduced Graphene Oxide and Graphene Quantum Dots Hybrids for Highly Efficient Oxygen Reduction." *Journal of Materials Chemistry A* 2(48): 20605–11. <http://dx.doi.org/10.1039/C4TA05096G>.
- Madurai Ramakrishnan, Venkatraman et al. 2021. "Microwave Assisted Solvothermal Synthesis of Quasi Cubic F Doped TiO₂ Nanostructures and Its Performance as Dye Sensitized Solar Cell Photoanode." *International Journal of Energy Research* 45(12): 17259–68.
- Maqbool, Muhammad et al. 2020. "Microwaves Heating Strategy to Synthesize Few Layer Graphene for Polymer Composites towards Thermal and Electrical Applications." *Composites Science and Technology* 200(August): 108402. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108402>.
- Maxwell. 2022. "Maxwell Technologies." <https://maxwell.com/products/ultracapacitors/cells/>.
- McCloskey, Bryan D. 2015. "Expanding the Ragone Plot: Pushing the Limits of Energy Storage." *Journal of Physical Chemistry Letters* 6(18): 3592–93.
-

- Mi, Congcong et al. 2011. "Novel Microwave-Assisted Solvothermal Synthesis of NaYF₄:Yb,Er Upconversion Nanoparticles and Their Application in Cancer Cell Imaging." *Langmuir* 27(23): 14632–37.
- Mohamed, Reda M., and Mohammad W. Kadi. 2021. "Generation of Hydrogen Gas Using CuCr₂O₄-g-C₃N₄Nanocomposites under Illumination by Visible Light." *ACS Omega* 6(6): 4485–94.
- Muzaffar, Aqib, M. Basheer Ahamed, Kalim Deshmukh, and Jagannathan Thirumalai. 2019. "A Review on Recent Advances in Hybrid Supercapacitors: Design, Fabrication and Applications." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 101(October 2018): 123–45.
- National, Gross, and Happiness Pillars. "No 主観的健康感を中心とした在宅高齢者における健康関連指標に関する共分散構造分析Title."
- Nugroho A, Susanti D, Nurdiansah H. "ANALISIS PENGARUH KOMPOSISI MATERIAL KOMPOSIT TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPERKAPASITOR BERBAHAN B-DOPED RGO/CuCr₂O₄."
- Nurdiansah, Haniffudin. 2014. "Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) Dari Material Grafena." : 169. <http://repository.its.ac.id/48872/>.
- . 2019. "Pengaruh Waktu Ultrasonikasi Terhadap Sifat Kapasitif Material Reduced Graphene Oxide Sebagai Elektroda Superkapasitor." *Jurnal IPTEK* 23(1): 9–16.
- Onaifo, F et al. 2019. "Design Analysis of a Hybrid Microwave Oven." (2): 83–93.
- Papageorgiou, Dimitrios G., Ian A. Kinloch, and Robert J. Young. 2015. "Graphene/Elastomer Nanocomposites." *Carbon* 95: 460–84. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2015.08.055>.
- Peng, Chao, Junwei Lang, Shan Xu, and Xiaolai Wang. 2014. "Oxygen-Enriched Activated Carbons from Pomelo Peel in High Energy Density Supercapacitors." *RSC Advances* 4(97): 54662–67.
- Rafitasari, Yeti et al. 2016. "Sintesis Graphene Oxide Dan Reduced Graphene Oxide." (November 2017): SNF2016-MPS-95-SNF2016-MPS-98.
- Rahmah, Alfiatur et al. 2017. "EDLC Type Supercapacitor Electrode Based on Banana Peels Activated Carbon." *Indonesian Journal of Applied Physics* 7(1): 45.
- Roy Chowdhury, Debarati, Chandrapratap Singh, and Amit Paul. 2014. "Role of Graphite Precursor and Sodium Nitrate in Graphite Oxide Synthesis." *RSC Advances* 4(29): 15138–45.
- Safitri, Diah Ayu, Diah Susanti, and Haniffudin Nurdiansah. 2017a. "Analisis Pengaruh Doping Nitrogen Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene." *Jurnal Teknik ITS* 6(1): 90–95.
- . 2017b. "Analisis Pengaruh Doping Nitrogen Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene." *Jurnal Teknik ITS* 6(1).
- Sagadevan, Suresh et al. 2021. *Advances in Supercapacitor and Supercapattery Fundamental Electrochemical Energy Storage Systems*. INC. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-819897-1.00001-X>.
- Sahu, Vikrant et al. 2015. "Heavily Nitrogen Doped, Graphene Supercapacitor from Silk Cocoon." *Electrochimica Acta* 160: 244–53. <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2015.02.019>.
- Sari, Fitri Nur Indah, and Jyh Ming Ting. 2015. "One Step Microwaved-Assisted Hydrothermal Synthesis of Nitrogen Doped Graphene for High Performance of Supercapacitor." *Applied Surface Science* 355: 419–28.
- Sarkar, Suprabhat, R. Akshaya, and Sutapa Ghosh. 2020. "Nitrogen Doped Graphene/CuCr₂O₄ Nanocomposites for Supercapacitors Application: Effect of Nitrogen Doping on

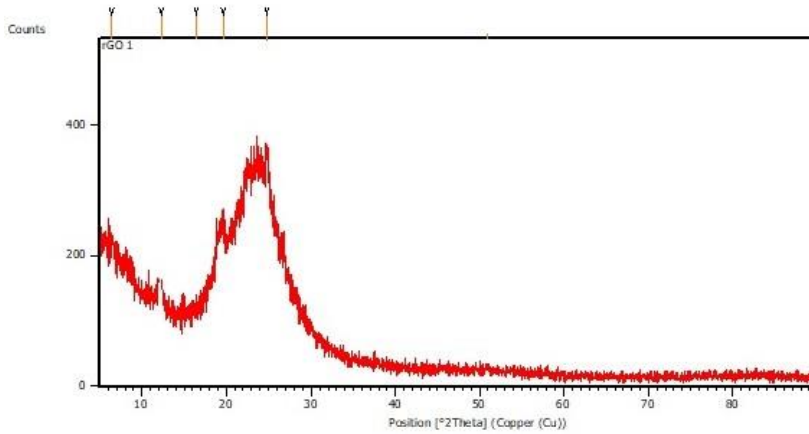
- Coulombic Efficiency.” *Electrochimica Acta* 332: 135368.
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2019.135368>.
- Sech. 2022. “Sech Company.” <https://www.sechsa.com/products/>.
- Shayeh, Javad Shabani et al. 2017. “A Novel Route for Electrosynthesis of CuCr2O4 Nanocomposite with P-Type Conductive Polymer as a High Performance Material for Electrochemical Supercapacitors.” *Journal of Colloid and Interface Science* 496: 401–6.
- Shiraishi, Soshi. 2016. 2 Encyclopedia of Nanotechnology *Electric Double Layer Capacitor*. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-044163-4.50027-9>.
- Shpenev, A. G. et al. 2020. “The Study of the Surface Fracture during Wear of C/C Fiber Composites by SPM and SEM.” *Procedia Structural Integrity* 28(2019): 1702–8.
<https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.10.145>.
- Sobczak, Izabela et al. 2012. “Cu XCr YO z Mixed Oxide as a Promising Support for Gold - The Effect of Au Loading Method on the Effectiveness in Oxidation Reactions.” *Catalysis Today* 187(1): 48–55.
- Sudhakar, S., Krishna Kumar Jaiswal, and Arun Prasath Ramaswamy. 2018. “The Role of Microwave Irradiation Temperature on Nitrogen Doping in Metal-Free Graphene Catalysts for an Efficient Oxygen Reduction Reaction in an Alkaline Condition.” *ChemistrySelect* 3(31): 8962–72.
- Sun, Jing, Wenlong Wang, and Qinyan Yue. 2016. “Review on Microwave-Matter Interaction Fundamentals and Efficient Microwave-Associated Heating Strategies.” *Materials* 9(4).
- Susanti, Diah et al. 2007. “Structures and Electrochemical Capacitive Properties of RuO2 Vertical Nanorods Encased in Hydrous RuO2.” *Journal of Physical Chemistry C* 111(26): 9530–37.
- Tehrani, Z. et al. 2017. “Large-Area Printed Supercapacitor Technology for Low-Cost Domestic Green Energy Storage.” *Energy* 118: 1313–21.
- Utomo, Cahyo Budi, and Tjaturahono Budi. 2015. “Pola Interaksi Sosial Siswa Pengguna Gadget Di Sma N 1 Semarang.” *Journal of Educational Social Studies* 4(1): 1–5.
- Wang, Guoping, Lei Zhang, and Jiujun Zhang. 2012. “A Review of Electrode Materials for Electrochemical Supercapacitors.” *Chemical Society Reviews* 41(2): 797–828.
- Wang, Kai, Liwei Li, Tiezhu Zhang, and Zaifei Liu. 2014a. “Nitrogen-Doped Graphene for Supercapacitor with Long-Term Electrochemical Stability.” *Energy* 70: 612–17.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2014.04.034>.
- . 2014. “Nitrogen-Doped Graphene for Supercapacitor with Long-Term Electrochemical Stability.” *Energy* 70(January): 612–17.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2014.04.034>.
- Wang, Yan et al. 2009. “The Journal of Physical Chemistry C Volume 113 Issue 30 2009 [Doi 10.1021%2Fjp902214f] Wang, Yan; Shi, Zhiqiang; Huang, Yi; Ma, Yanfeng; Wang, Chengyan -- Supercapacitor Devices Based on Graphene Materials.Pdf.” *Journal of Physical Chemistry C* 113(30 2009): 13103–7.
- Wei, Dacheng et al. 2009. “Synthesis of N-Doped Graphene by Chemical Vapor Deposition and Its Electrical Properties.” *Nano Letters* 9(5): 1752–58.
- Whitener, Keith E., and Paul E. Sheehan. 2014. “Graphene Synthesis.” *Diamond and Related Materials* 46: 25–34. <http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2014.04.006>.
- Widyastuti., Ardhyananta, H., Purwaningsih, H., Ma’ruf, H. 2019. *Karakterisasi Material*. Surabaya: ITS Press.
- Winter, Martin, and Ralph J. Brodd. 2004. “What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors?” *Chemical Reviews* 104(10): 4245–69.
- Xu R, Yan X. 2017. *Modern Inorganic Synthetic Chemistry*. Second Edi. Elsevier Inc.

- Yang, Jiaqin et al. 2014. "Electrochemical Performances Investigation of NiS/RGO Composite as Electrode Material for Supercapacitors." *Nano Energy* 5: 74–81.
- Yeny, W., D. Susanti, and L. Noerochiem. 2018. "Application Of Composite RGO-CuO as a Photocatalyst of Conversion Carbon Dioxide Into Methanol Under UV Rays." *Tesis Teknik Material ITS Surabaya*.
- Yming. 2022. "Sanghai Yongming Electronics." https://yminglobal.com/product/category/electric_double_layer_capacitors.
- Yoon, Beom Jin et al. 2004. "Electrical Properties of Electrical Double Layer Capacitors with Integrated Carbon Nanotube Electrodes." *Chemical Physics Letters* 388(1–3): 170–74.
- Zaaba, N. I. et al. 2017. "Synthesis of Graphene Oxide Using Modified Hummers Method: Solvent Influence." *Procedia Engineering* 184: 469–77. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.118>.
- Zhang, X W, and G W Yang. 2009. "Novel Band Structures and Transport Properties from Graphene Nanoribbons with Armchair Edges." *J. Phys. Chem*: 4662–68.
- Zhou, Lei et al. 2018. *Metal Oxides in Energy Technologies Metal Oxides in Supercapacitors*. Elsevier Inc. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-811167-3.00007-9>.
- Zhu, Yanbin et al. 2022. "An Improved Hummers Method to Synthesize Graphene Oxide Using Much Less Concentrated Sulfuric Acid." *Chinese Chemical Letters*. <https://doi.org/10.1016/j.ccllet.2022.01.060>.
- Zhu, Ying Jie, and Feng Chen. 2014. "Microwave-Assisted Preparation of Inorganic Nanostructures in Liquid Phase." *Chemical Reviews* 114(12): 6462–6555.

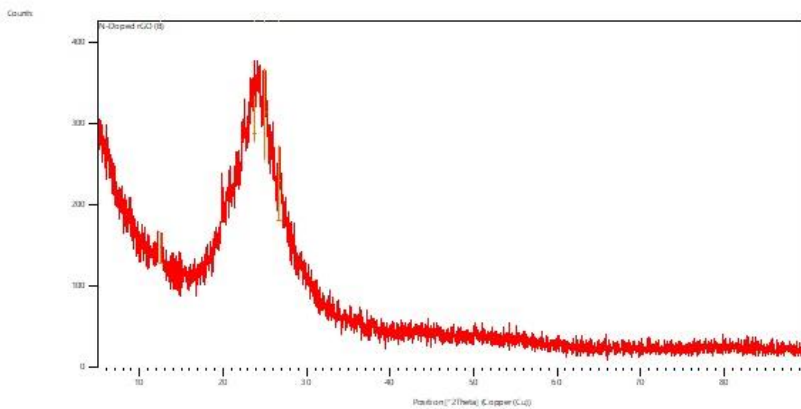
LAMPIRAN

Lampiran 1
Hasil pengujian XRD

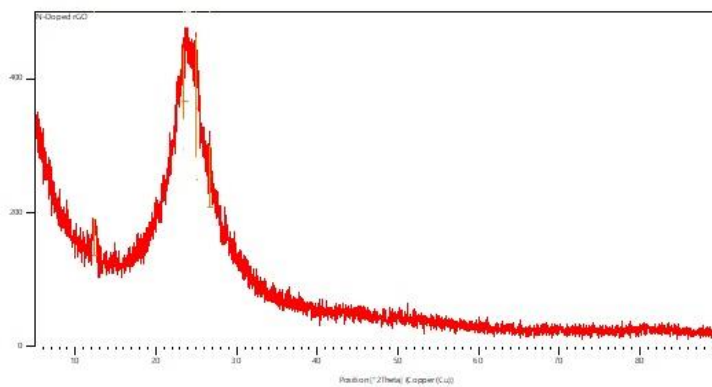
a. rGO



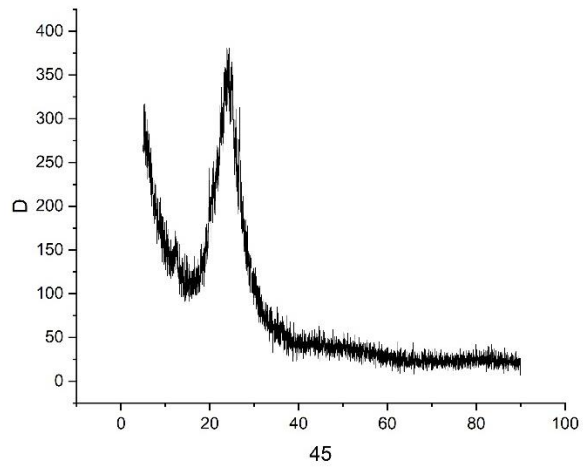
b. *N-Doped rGO 60*



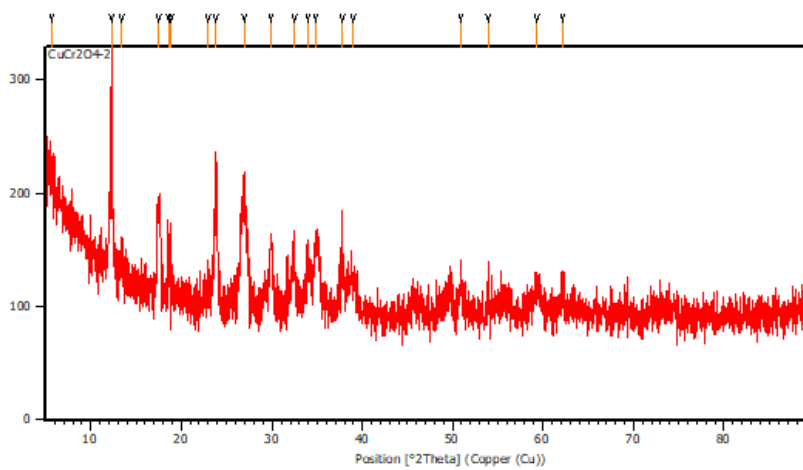
c. *N-Doped rGO 30*



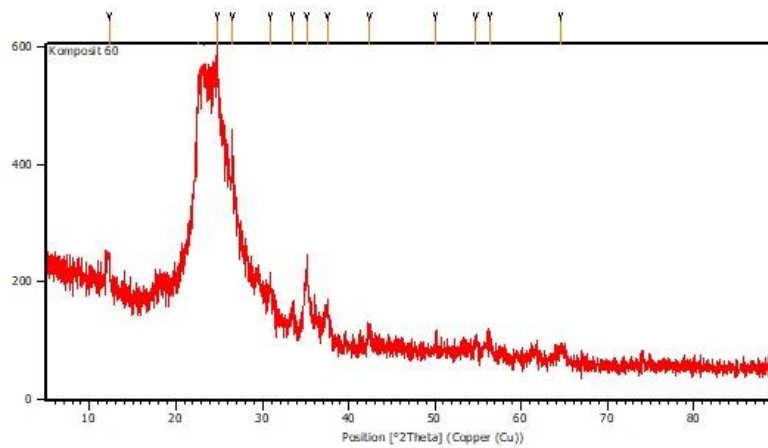
d. *N-Doped rGO 45*



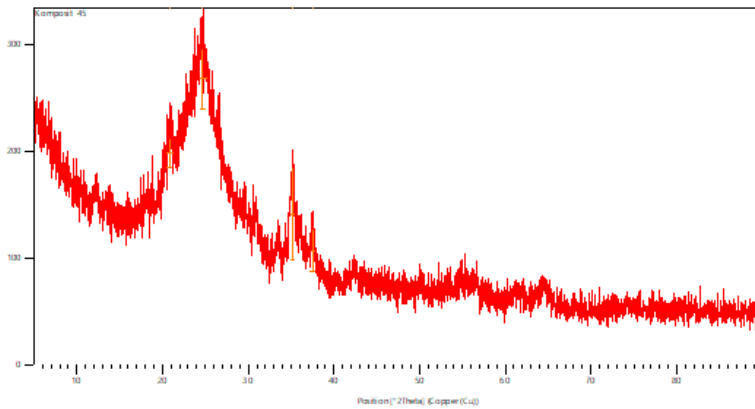
e. CuCr_2O_4



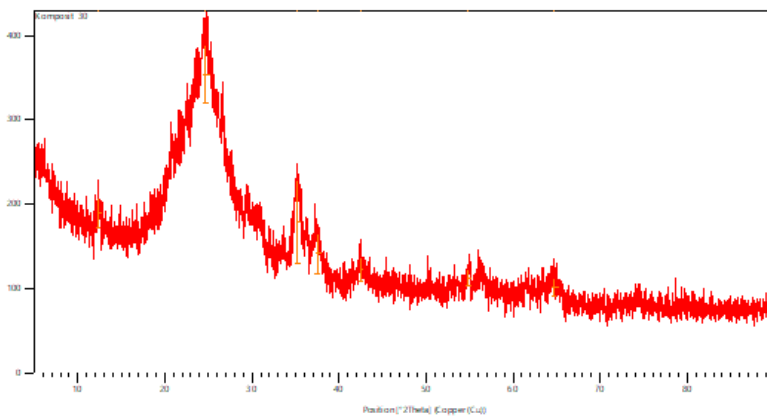
f. Komposit 60



g. Komposit 45

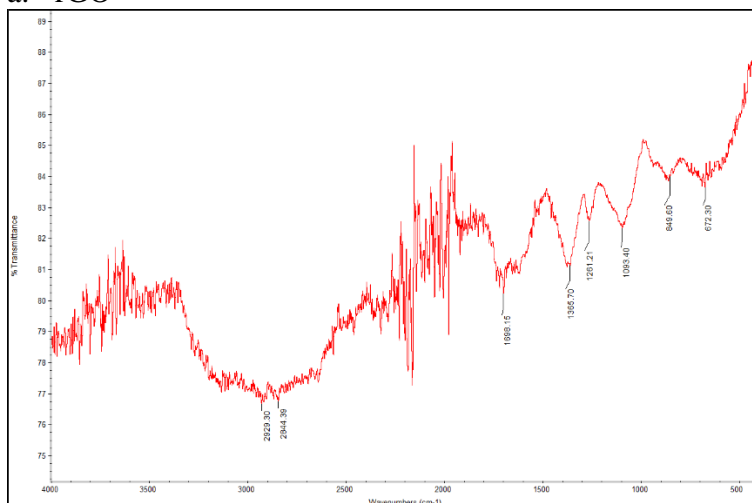


h. Komposit 30

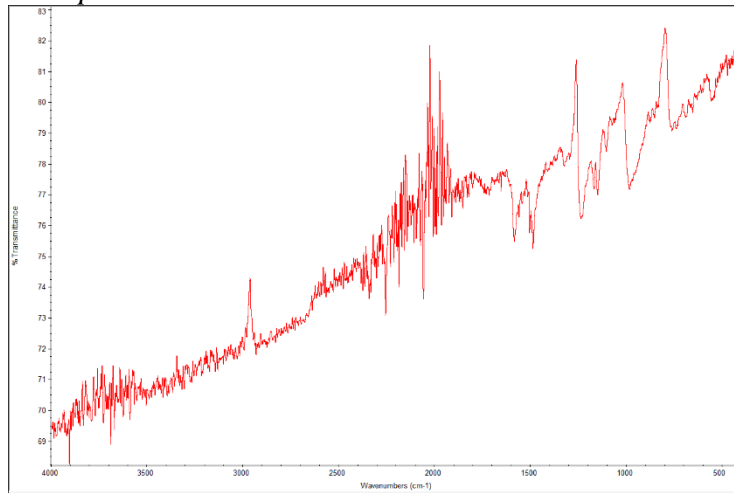


Lampiran 2
Hasil pengujian XRD

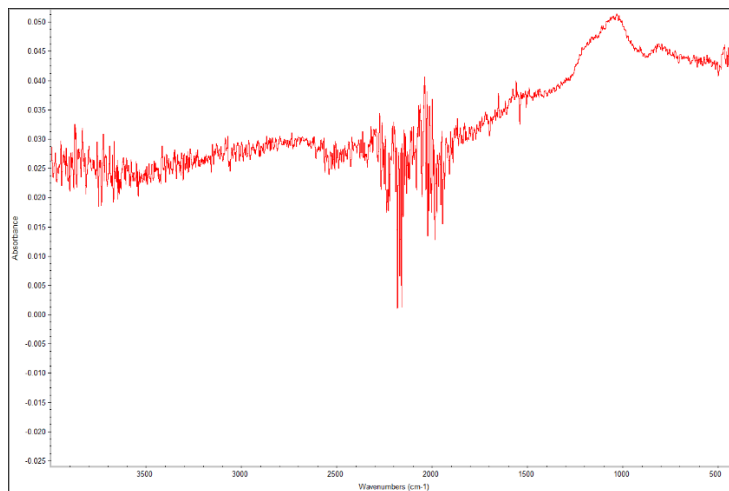
a. rGO



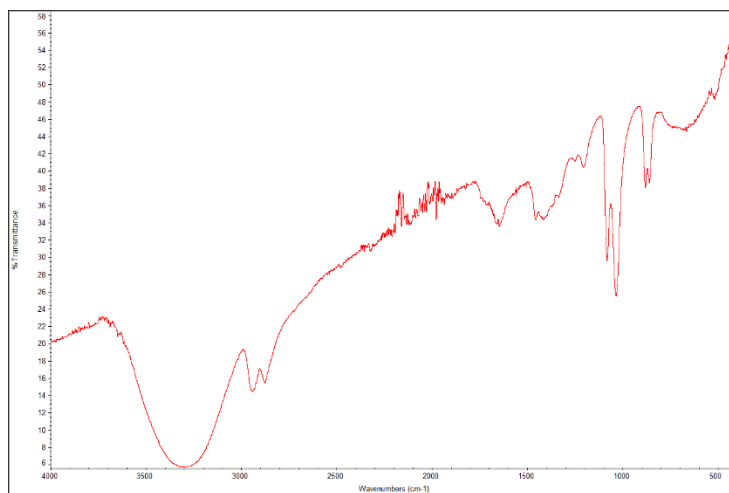
b. *N-Doped rGO 30*



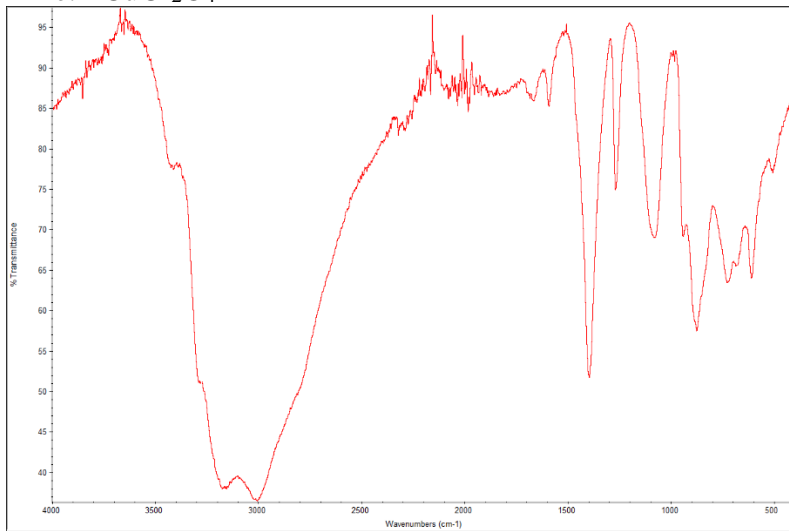
c. *N-Doped rGO 60*



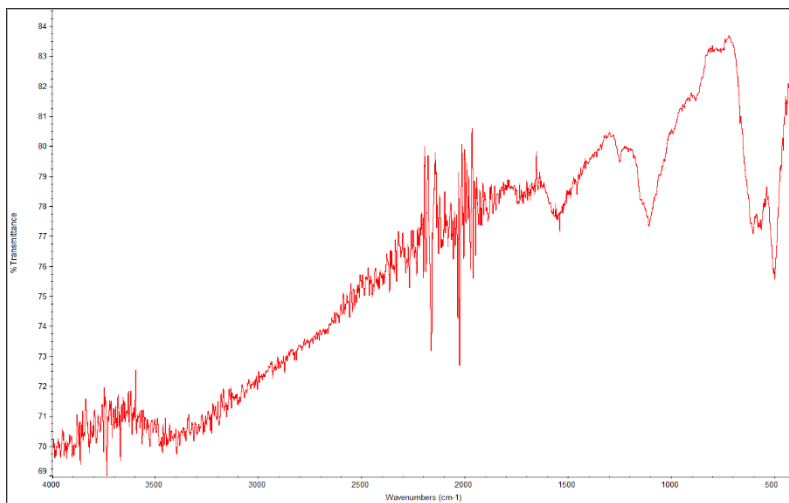
d. *N-Doped rGO 45*



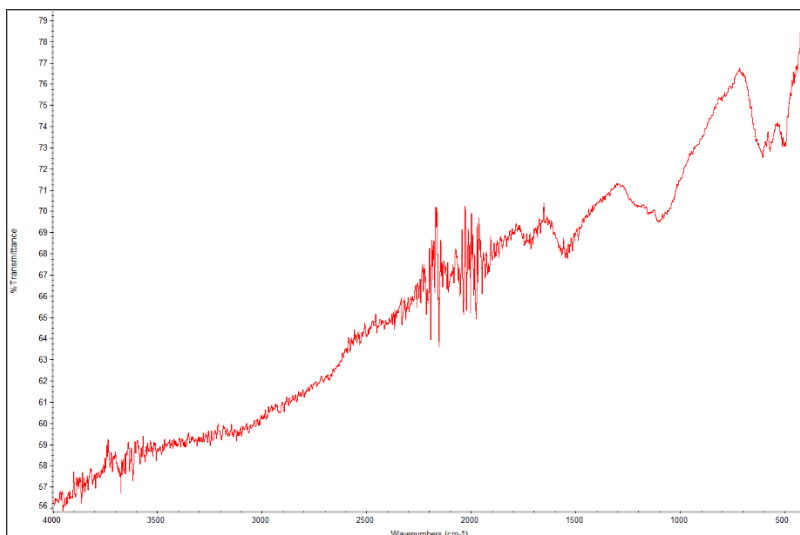
e. CuCr_2O_4



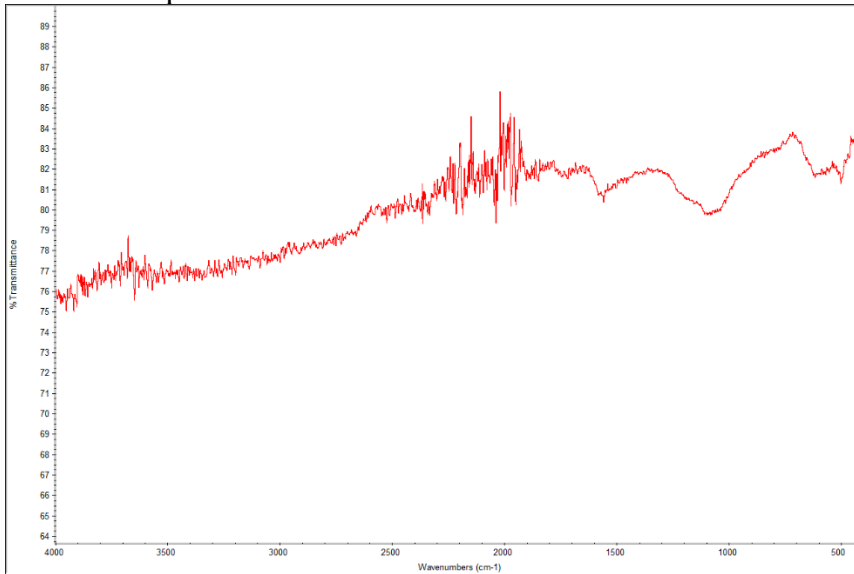
f. Komposit 30



g. Komposit 45

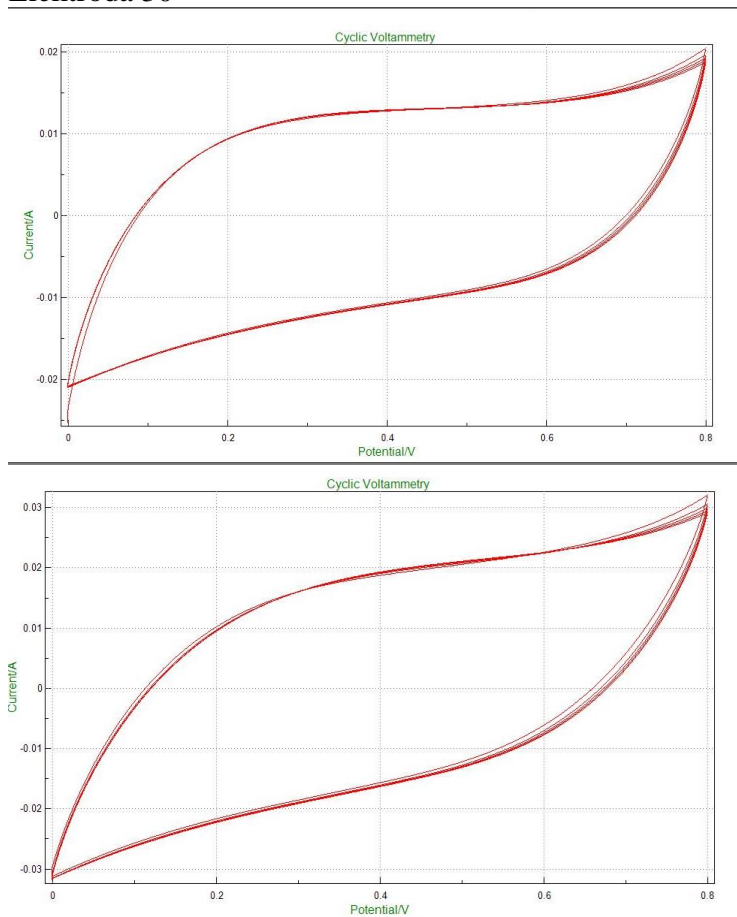


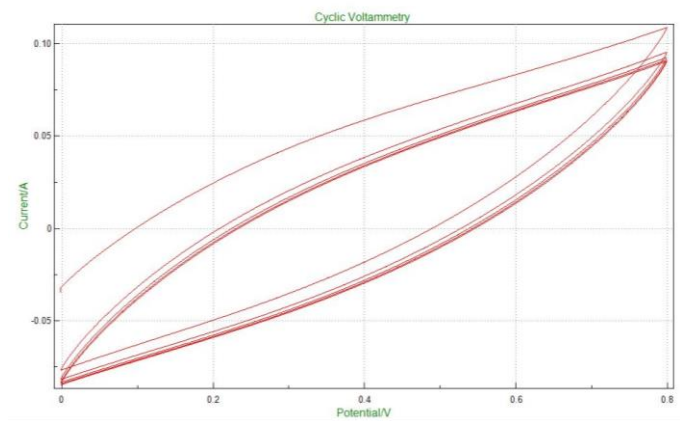
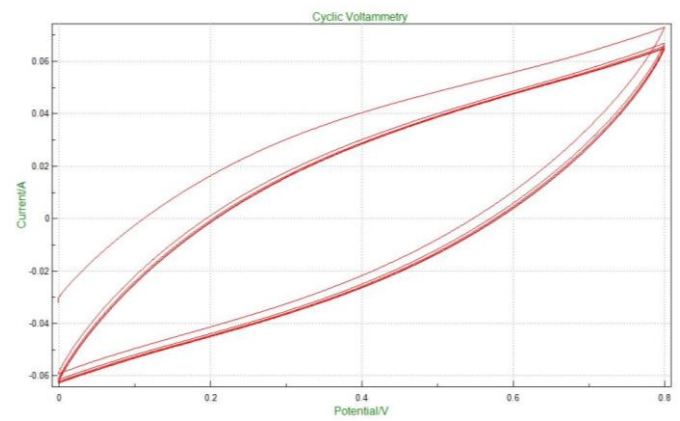
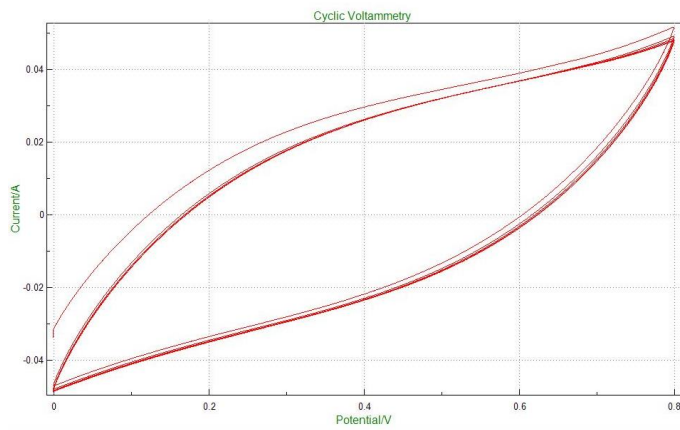
h. Komposit 60



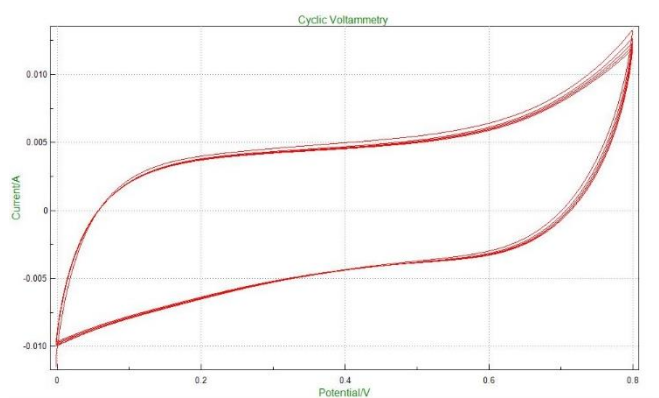
Lampiran 3
Hasil pengujian CV

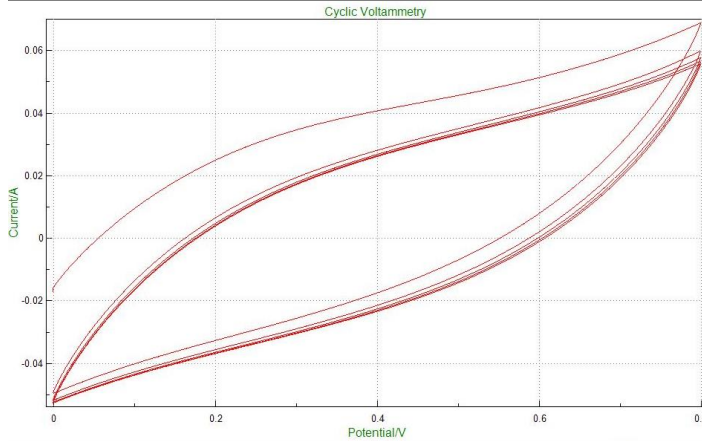
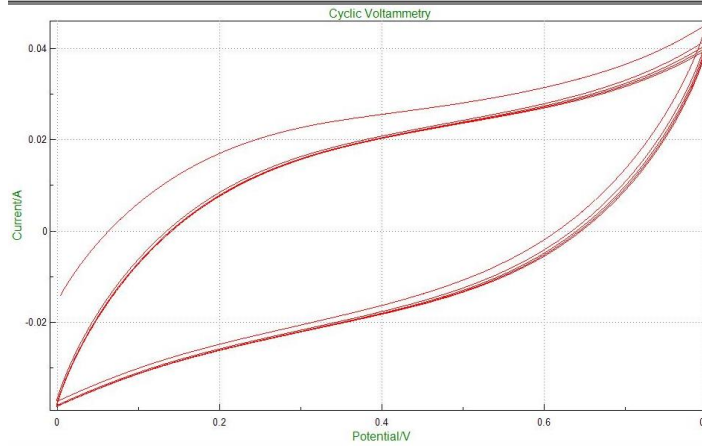
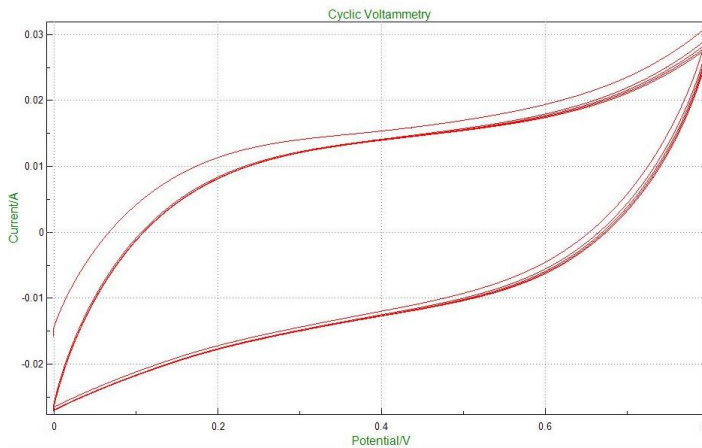
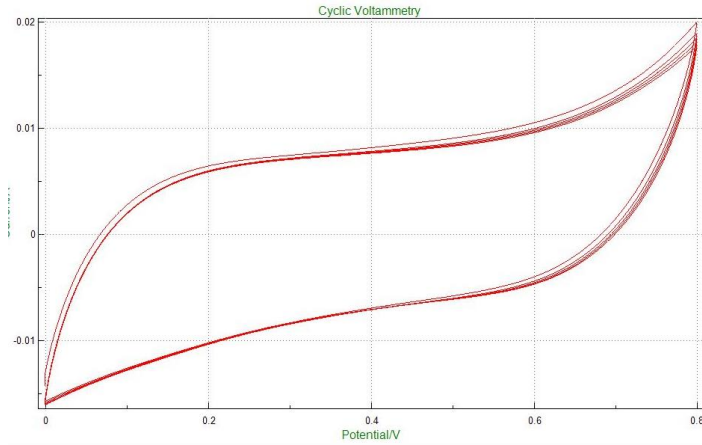
a. Elektroda 30



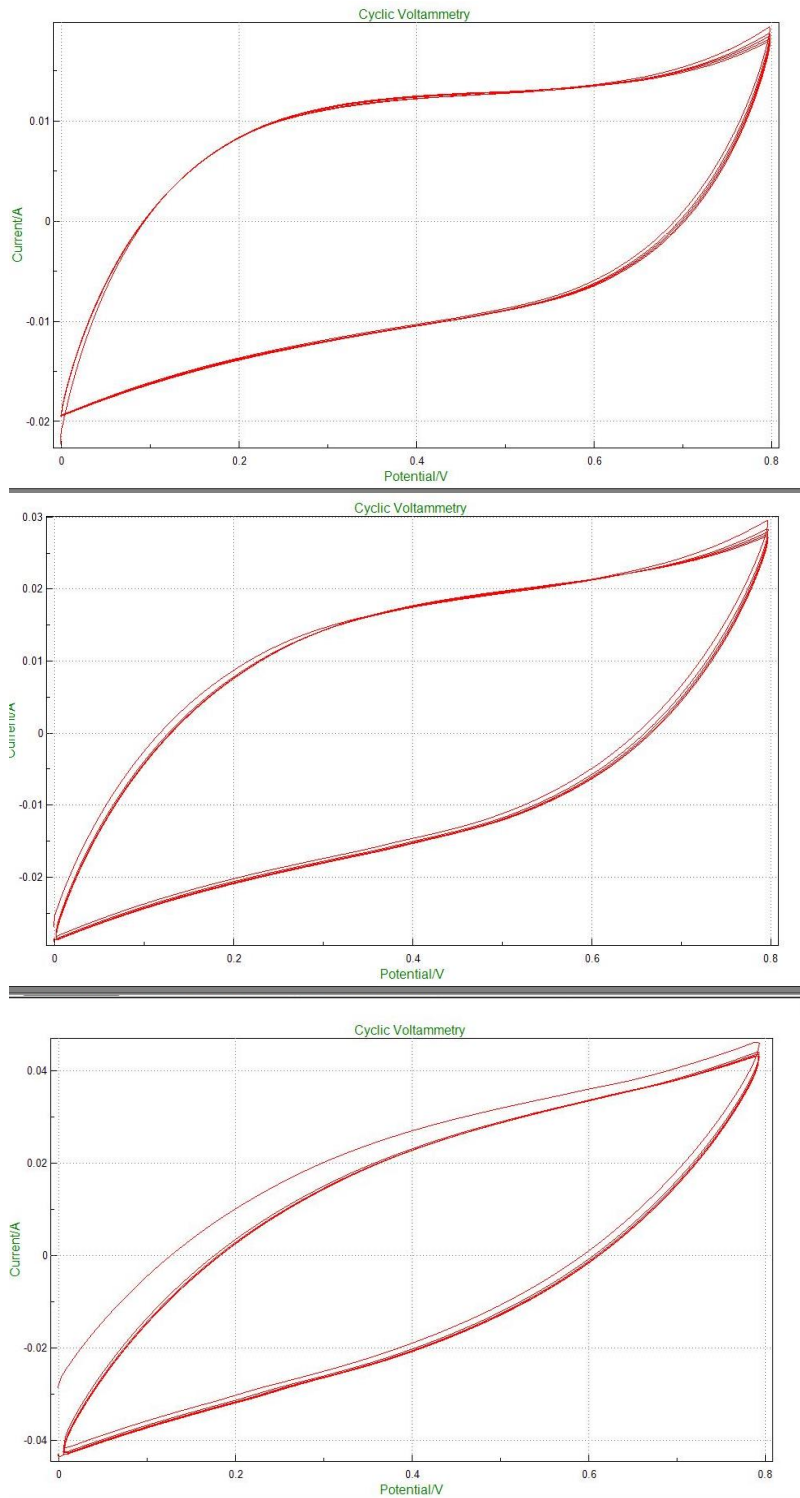


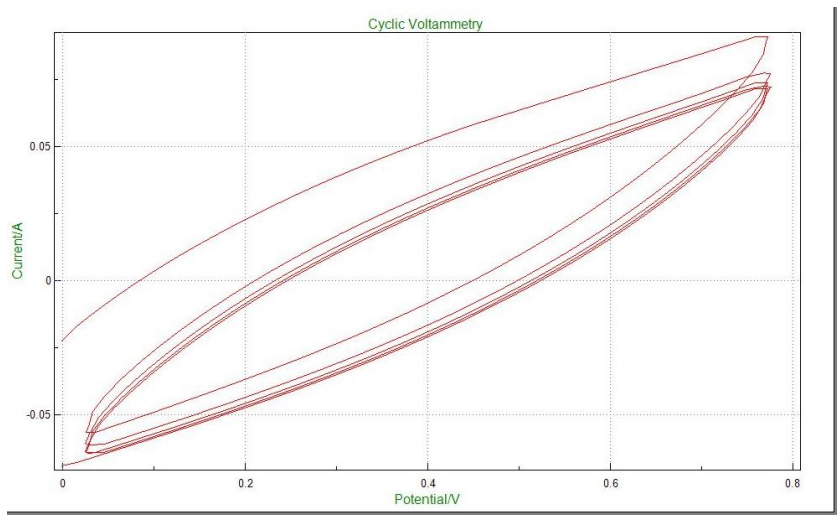
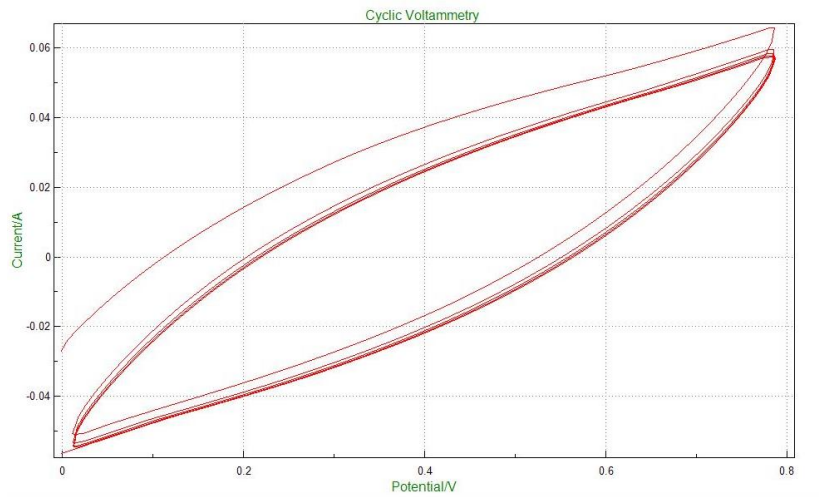
b. Elektroda 60





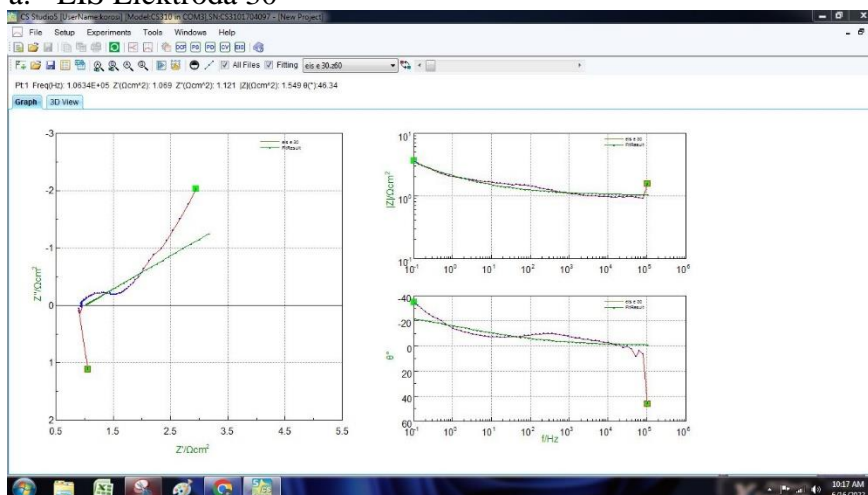
c. Elektroda 45



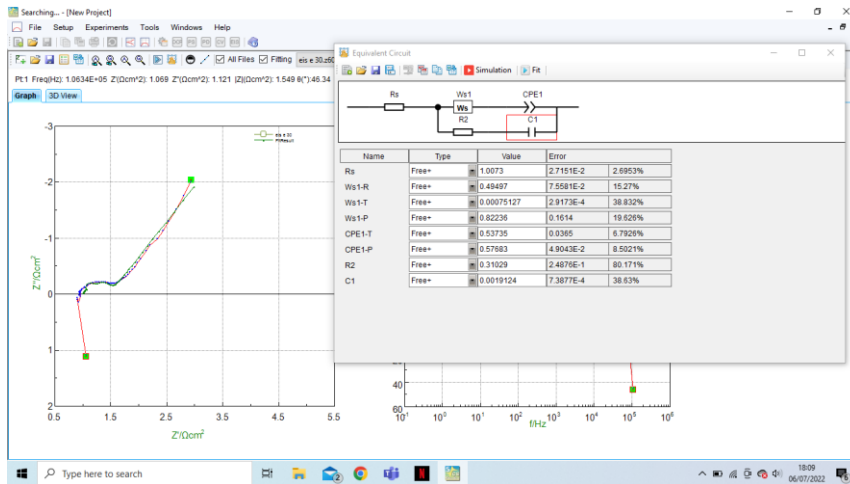


Lampiran 4 Hasil pengujian EIS

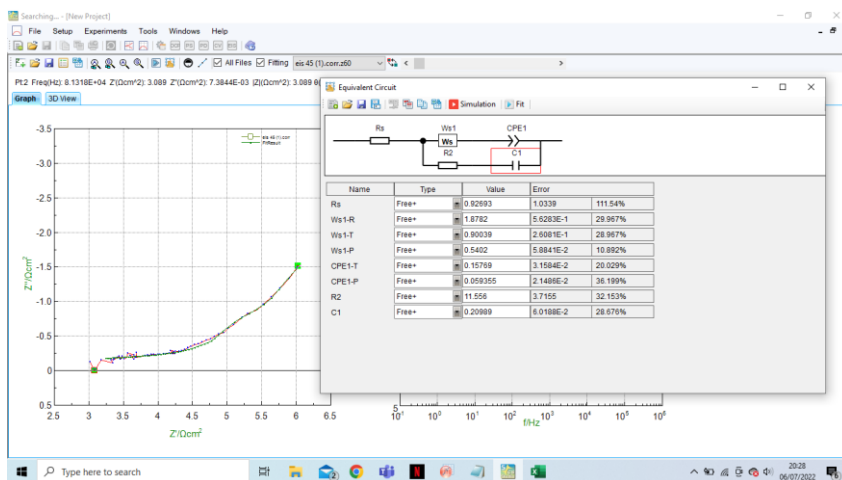
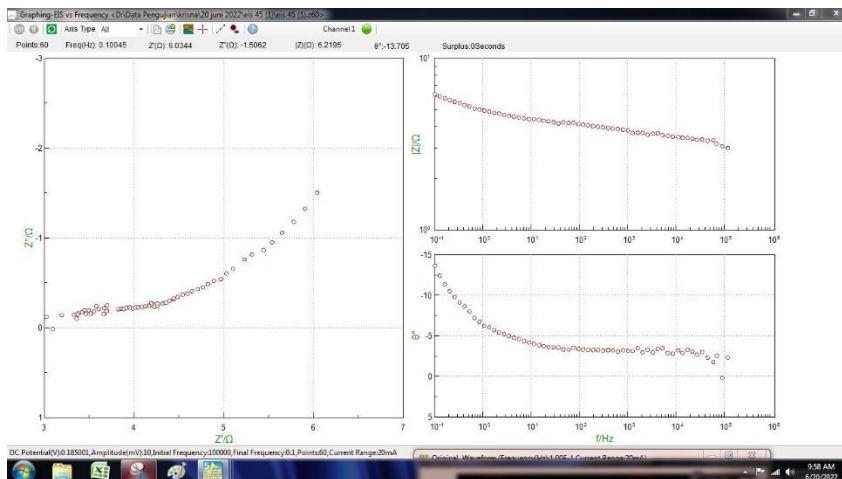
a. EIS Elektroda 30



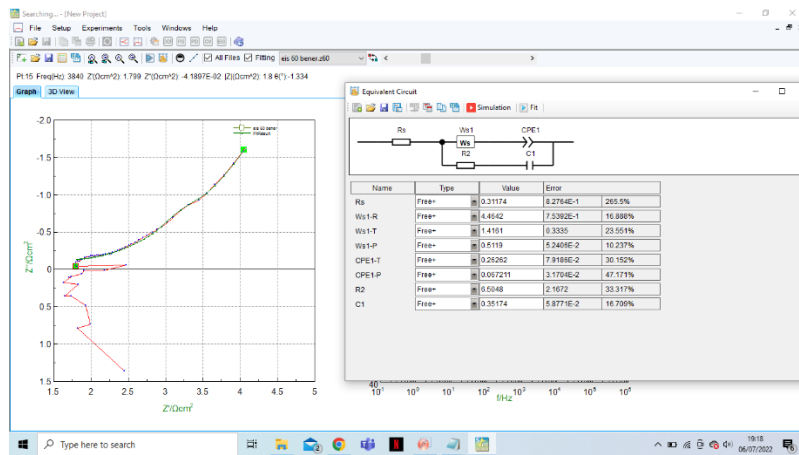
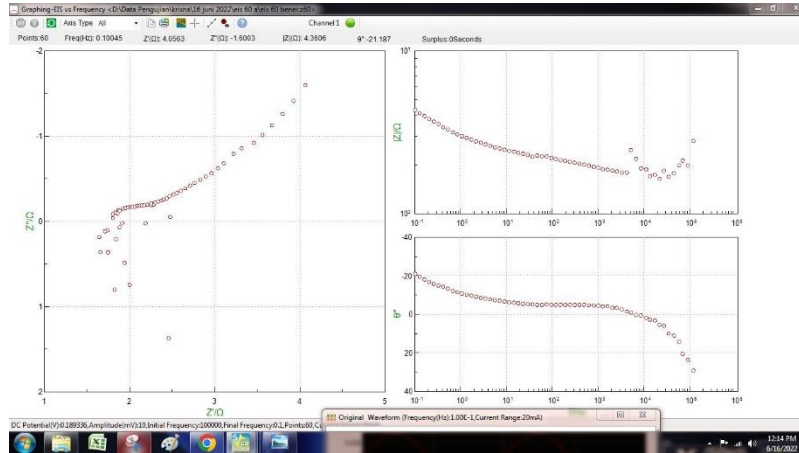
LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI



b. EIS Elektroda 45



c. EIS Elektroda 60



UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam mengerjakan laporan penelitian tugas akhir, penulis banyak mendapatkan dukungan dari berbagai pihak. Penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung dan membantu, diantaranya:

1. Kedua orang tua penulis, Bapak I Made Juniarsa dan Ibu Ni Ketut Sri Wahyuni yang senantiasa memberikan doa dan motivasi kepada penulis
2. Seluruh bapak dan ibu dosen penulis yang senantiasa memberikan doa, nasehat serta masukan kepada penulis
3. Selsabil Angelika selaku teman yang selalu membantu dan mendukung selama proses pengerjaan tugas akhir
4. Namirah Shofi, teman penulis yang selalu menemani, memotivasi, dan membantu penulis selama masa perkuliahan
5. Mbak Yenny yang telah membantu penulis dalam melakukan pengujian selama penelitian tugas akhir
6. Teman-teman keluarga besar Laboratorium Kimia Material yang menjalani tugas akhir tahun genap 2021/2022
7. Teman-teman “5 CM” yang senantiasa memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis selama masa perkuliahan
8. Serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu

Surabaya, 25 Juli 2022
Penlis

I Made Krisna P

BIODATA PENULIS



Penulis lahir di Jakarta, pada tanggal 7 Agustus 2000 sebagai anak kedia dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal dari SD Negeri Pondok Labu 11 Pagi 2006-2012, SMP Negeri 131 Jakarta 2012-2015, dan SMA Negeri 5 Depok 2015-2018. Pada tahun 2018, penulis melanjutkan perkuliahan jenjang sarjana di Departemen Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) melalui jalur SBMPTN. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam organisasi dan kepanitiaan. Selama perkuliahan penulis menjadi staff Hubungan Luar-HMMT tahun 2019-2020, dan terakhir penulis menjabat sebagai Kepala Biro Finansial-HMMT tahun 2020-

2021. Penulis juga pernah mengikuti kepanitiaan menjadi staff ahli Divisi Public Relation Silver Parade VII tahun 2020, dan volunteer Divisi Kestari Silver Parade VI tahun 2019. Selama masa perkuliahan penulis juga pernah mengikuti KKN di SDN Suka Damai 3 Bogor selama 1,5 bulan pada tahun 2021. Penulis memiliki pengalaman kerja praktik di PT. Pertamina EP Zona 2 Region 5 yang ditempatkan di bagian *Surface Facilities* pada tahun 2021. Penulis mengakhiri studi S1 dengan mengambil bidang Material Inovatif khususnya material terbarukan yaitu grafena. Penulis dapat dihubungi melalui alamat email imkrisna.07@gmail.com dan nomor telepon 081282084393