



TUGAS AKHIR - TL 184834

**ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN GREEN
REDUCTOR FERROUS PADA PROSES SINTESIS
REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO) TERHADAP SIFAT
KAPASITIF SUPERKAPASITOR**

**DAVID SEPTIAN SINAGA
NRP. 0251154000040**

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

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL 184834

ANALYSIS THE EFFECT OF ADDITION OF FERROUS AS GREEN REDUCTOR ON THE REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO) SYNTHESIS PROCESS TOWARD CAPACITIVE PROPERTIES OF SUPERCAPACITOR

**DAVID SEPTIAN SINAGA
NRP. 0251154000040**

Advisors

**Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.**

**MATERIALS ENGINEERING DEPARTEMENT
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institut of Technology
Surabaya 2019**

(This page left intentionally blank)

**ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN GREEN
REDUCTOR FERROUS PADA PROSES SINTESIS
REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO) TERHADAP SIFAT
KAPASITIF SUPERKAPASITOR**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Material Inovatif
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

DAVID SEPTIAN SINAGA
NRP 0251154000040

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D..... (Pembimbing I)
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T..... (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN GREEN REDUCTOR FERROUS PADA PROSES SINTESIS REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO) TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPERKAPASITOR

Nama Mahasiswa : David Septian Sinaga
NRP : 0251154000040
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing I : Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D.
Dosen Pembimbing II : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstrak

Superkapasitor adalah perangkat penyimpanan energi yang memiliki rapat daya tinggi dan menyimpan energi yang besar. Salah satu pengembangan superkapasitor adalah electrical double layer capacitor dengan menggunakan elektroda berbahan graphene. Graphene memiliki sifat konduktivitas listrik yang tinggi dan luas permukaan yang tinggi. Pada penelitian ini, grafit oksida disintesis dengan metode Hummer dan direduksi dengan serbuk besi. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh reduktor Fe terhadap sifat kapasitif material rGO. Variasi massa Fe sebagai agen pereduksi yang digunakan adalah 0,34 gr ; 0,68 gr ; dan 1,02 gr. Pengujian karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah XRD, SEM-EDX, dan FTIR. Untuk mengetahui sifat kapasitif material dilakukan pengujian CV, EIS dan Galvanostat charge discharge. Berdasarkan pengujian yang dilakukan, penambahan massa reduktor Fe yang semakin tinggi mengakibatkan sifat kapasitif dari elektroda semakin baik. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kapasitansi dan konduktivitas yang semakin tinggi. Kapasitansi tertinggi dimiliki rGO dengan massa reduktor 1,02 gr Fe dengan nilai kapasitansi sebesar 159,67 F/g.

Kata Kunci : Superkapasitor, EDLC, rGO, Ferrous, Sifat Kapasitif

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS THE EFFECT OF ADDITION OF FERROUS AS GREEN REDUCTOR ON THE REDUCED GRAPHENE OXIDE (rGO) SYNTHESIS PROCESS TOWARD CAPACITIVE PROPERTIES OF SUPERCAPACITOR

Name : David Septian Sinaga
NRP : 0251154000040
Departemen : Material Engineering
Advisor Lecturer : Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D.
Co-Advisor : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

Supercapacitor is the most promising energy storage device that have high power density and it can store a huge of energies cycles than batteries. One of the development in supercapacitor is electrical double layer capacitor using graphene as its electrode. Graphene has the high electrical conductivity and high spesific surface area. In this research, graphite oxide was synthesized by Hummer method and was reduced by ferrous powder. The purposes of this research are to analyse the effect of Fe as reducing agent towards the capacitive properties of rGO on the application of supercapacitor. The mass variations of the ferrous as reducing agent that used in this research are 0.34 grams, 0.68 grams and 1.02 grams. The characterized testing of synthesized materials that used in this research are XRD, SEM-EDX, and FTIR. For capacitive properties of supercapacitor are measured by CV testing, Galvanostat charge-discharge testing and EIS testing. Based on the results, as the addition of Fe powder increase, the capacitive properties of electrode are also getting better. It is shown by the increment of capacitance and conductivity value. The highest capacitance value is owned by electrode with mass variation 1.02 grams of Fe with capacitance value of 159.67 F/g.

Keywords: *Supercapacitor, EDLC, rGO, Ferrous, Capacitive Properties*

(This page left intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus atas segala berkat dan karunia yang telah diberikanNya kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul **“Analisis Pengaruh Penambahan Green Reductor Ferrous Pada Proses Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO) Terhadap Sifat Kapasitif Superkapaitor”** yang menjadi salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik (S.T.) Departemen Teknik Material FTI-ITS.

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis sehingga Tugas Akhir ini diselesaikan, diantaranya :

1. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir
2. Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. selaku co dosen pembimbing Tugas Akhir
3. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T selaku dosen wali penulis
4. Dr. Agung Purniawan, S.T. M.Eng., selaku kepala Departemen Teknik Material – FTI ITS

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi semua.

Surabaya, 2 Juli 2019

Penulis,
David Septian Sinaga
0251154000040

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR	
PENGESAHAN.....	Error!
Bookmark not defined.	
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Grafit Oksida dan <i>Graphene Oxide</i>	5
2.1.1 Sintesis Grafit Oksida dan <i>Graphene Oxide</i>	6
2.1.2 Karakteristik Grafit Oksida dan <i>Graphene Oxide</i>	8
2.2 Graphene	11
2.3 Agen Pereduksi <i>Ferrous</i>	17
2.4 Superkapasitor	18
2.4.1 Prinsip Dasar Superkapasitor	19
2.4.2 <i>Electrochemical Double-Layer Capacitors</i>	21
2.4.3 Superkapasitor <i>Graphene</i>	23
2.5 Sifat Kapasitif Material	26
2.6 <i>Nickel Foam</i>	28
2.7 Penelitian Sebelumnya.....	29
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan	31
3.2 Alat Penelitian.....	31
3.3 Metode Penelitian	33

3.3.1	Sintesis Grafit Oksida	33
3.3.2	Sintesis <i>Reduced Graphene Oxide</i>	36
3.3.3	Pembuatan Elektroda	39
3.4	Pengujian.....	41
3.4.1	<i>Scanning Electron Microscopy</i>	41
3.4.2	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>	43
3.4.3	<i>X-Ray Diffraction</i>	44
3.4.4	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>	46
3.4.5	<i>Cyclic Voltammetry</i>	48
3.4.6	<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i>	50
3.4.7	<i>Galvanostatic Charge-Discharge</i>	51
3.5	Jadwal Kegiatan Penelitian	52
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Hasil Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i>	53
4.2	Hasil Pengujian FTIR.....	57
4.3	<i>Scanning Electron Microscope</i>	59
4.4	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy	65
4.5	Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i>	66
4.6	Hasil Pengujian EIS	73
4.7	Hasil Pengujian <i>Galvanostatic Charge-Discharge</i>	78
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	83
5.2	Saran	83
DAFTAR PUSTAKA		85
LAMPIRAN		89
UCAPAN TERIMA KASIH.....		111
BIODATA PENULIS.....		113

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Ilustrasi Pembutan <i>Graphene Oxide</i> dari Grafit.....	6
Gambar 2.2	XRD pada Grafit, Grafit Oksida, dan <i>GO</i>	8
Gambar 2.3	FTIR pada Grafit, Grafit Oksida, dan <i>GO</i>	9
Gambar 2.4	SEM dari grafit.....	10
Gambar 2.5	SEM dari (A) Grafit Oksida, (B) <i>GO</i>	10
Gambar 2.6	<i>Carbon Fullerene</i> (0D), <i>Carbon Nanotube</i> (1D) dan Grafit (3D) dapat Diturunkan dari <i>Single Layer Graphene</i> (2D).....	12
Gambar 2.7	Klasifikasi Bahan Tipe <i>Graphene</i>	12
Gambar 2.8	<i>Bandgap</i> dalam <i>Graphene</i>	13
Gambar 2.9	XRD pada rGO.....	14
Gambar 2.10	Struktur Kimia dari (a) <i>Graphene</i> dan (b) <i>GO</i>	16
Gambar 2.11	Ilustrasi Sintesis <i>Graphene</i>	16
Gambar 2.12	Serbuk Besi	18
Gambar 2.13	Skema Kapasitor Konvensional	19
Gambar 2.14	Skema EDLC	20
Gambar 2.15	<i>Ragone Plot</i> Perangkat Penyimpanan Energi	21
Gambar 2.16	Proses <i>Charge-Discharge</i> EDLC.....	22
Gambar 2.17	<i>Double-layer</i> Supercapacitor Berbasis rGO.....	24
Gambar 2.18	Tipe Kurva CV dari Berbagai Superkapasitor	25
Gambar 2.19	SEM dari <i>Nickel Foam</i>	28
Gambar 3.1	Diagram Alir Proses Sintesis Grafit Oksida.....	33
Gambar 3.2	Diagram Alir Sintesis rGO.....	36
Gambar 3.3	Reaksi Sintesis rGO	38
Gambar 3.4	Diagram Alir Pembuatan Elektroda	39
Gambar 3.5	Alat Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i>	42
Gambar 3.6	Alat Uji <i>X-Ray Diffraction</i>	45
Gambar 3.7	Alat Uji FTIR	47
Gambar 3.8	Alat Uji <i>Cyclic Voltammetry</i>	49
Gambar 3.9	Skema Hasil Uji <i>Charge-Discharge</i>	51
Gambar 4.1	Pola XRD dari Grafit dan Grafit Oksida.....	54

Gambar 4.2	Pola XRD dari <i>reduced Graphene Oxide</i>	55
Gambar 4.3	Hasil FTIR pada Grafit dan Grafit Oksida	58
Gambar 4.4	Morfologi dari (A) Grafit, (B) Grafit oksida	60
Gambar 4.5	Morfologi rGO yang Direduksi oleh Serbuk Fe ...	62
Gambar 4.6	Morfologi <i>Nickel Foam</i>	63
Gambar 4.7	Morfologi Elektroda <i>Nickel Foam</i> yang telah Terdeposit rGO.....	64
Gambar 4.8	Kurva <i>Cyclic Voltammetry</i> dari Elektroda	68
Gambar 4.9	Hubungan Nilai Kapasitansi dan <i>Scan Rate</i>	69
Gambar 4.10	Hubungan <i>Specific Energy</i> dan <i>Specific Power</i> ...	72
Gambar 4.11	<i>Specific Energy</i> dan <i>Specific Power</i> Sampel pada <i>Ragone Plot</i>	72
Gambar 4.12	Plot Nyquist pada Elektroda <i>Nickel foam</i> rGO	74
Gambar 4.13	Grafik <i>Phase Angle</i> dan <i>Plot Bode</i> $ Z $	75
Gambar 4.14	<i>Equivalent Circuit</i> pada <i>Fitting</i> EIS.....	77
Gambar 4.15	Kurva <i>Charge Discharge</i> pada Elektroda rGO	79
Gambar 4.16	Hubungan antara Kapasitansi <i>Charge</i> dan <i>Current</i> serta Kapasitansi <i>Discharge</i> <i>Curent</i>	81

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan Nilai Kapasitansi Superkapasitor	29
Tabel 3.1	Pengujian yang Dilakukan pada Penelitian	41
Tabel 3.2	Jadwal Kegiatan	52
Tabel 4.1	Perhitungan Jarak antar <i>Layer</i> pada Grafit, Grafit Oksida, rGO	56
Tabel 4.2	Jenis Gugus Ikatan	57
Tabel 4.3	Komposisi Unsur Penyusun pada Sampel	65
Tabel 4.4	Data Hasil Pengujian CV	71
Tabel 4.5	Hasil Pengujian EIS	76
Tabel 4.6	Nilai <i>Resistance</i> dari <i>Equivalent Circuit Fitting</i>	77
Tabel 4.7	Hasil <i>Charge-Discharge</i> pada Elektroda.....	80

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada era modern ini, penggunaan alat elektronik sudah tidak dapat dipisahkan dengan kehidupan manusia. Dalam segala sisi dan bidang kehidupan sudah sangat terikat pada penggunaan teknologi. Hal tersebut demi meningkatkan efisiensi, efektifitas, dan mendapatkan kualitas terbaik. Dengan kebutuhan yang semakin meningkat dan tuntutan teknologi yang semakin berkembang, membuat para ilmuwan dan peneliti dituntut untuk membuat alat yang mutakhir. Seiring dengan pengembangan alat teknologi yang semakin mutakhir, maka dibutuhkan alat penyimpanan energi yang semakin besar untuk mendukung kinerja dari alat tersebut. Oleh sebab itu, pengembangan telah dan sedang dilakukan dalam mengembangkan media penyimpanan energi yang semakin baik. Pengembangan tersebut diharapkan menghasilkan material nano, ringan, portable serta dapat menyimpan energi yang besar. Saat ini media penyimpanan yang menjadi alternatif sebagai alat penyimpan energi adalah kapasitor. Kapasitor tersebut juga memiliki pengembangan yang disebut dengan superkapasitor.

Superkapasitor adalah perangkat penyimpanan energi yang paling menjanjikan. Memiliki rapat daya tinggi, energi yang besar dan penggunaan yang lebih lama dari baterai, menyimpan dan melepaskan energi dengan kekuatan daya yang tinggi dan densitas arus tinggi dengan selang waktu singkat. Superkapasitor dapat digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sebagai unit daya cadangan, unit daya tambahan, kompensasi daya instan, kompensasi daya puncak, dan penyimpanan energi (Sujata, 2015). Secara umum ada dua mekanisme berbeda dalam penyimpanan energi oleh superkapasitor yaitu proses redoks permukaan cepat untuk *pseudocapacitors* dan mekanisme *non-Faradaic* untuk kapasitor *double layer* listrik (EDLC) (Abdolhamid, 2018). Dengan sifat yang dimiliki oleh superkapasitor tersebut para

peneliti mengembangkan cara untuk menemukan material yang memiliki sifat kapasitif yang lebih baik untuk meningkatkan nilai kapasitif pada superkapasitor tersebut.

Graphene merupakan salah satu jenis material baru yang mana terdiri atas atom-atom karbon dengan bentuk konfigurasi kisi yang datar, terdiri dari susunan kisi hexagonal yang memiliki ketebalan satu atom. Susunan *graphene* yang ditumpuk-tumpuk menjadi banyak lapisan dimana adanya ikatan *Van Der Waals* yang mengikatnya akan menghasilkan *graphite*. *Graphene* dengan struktur dua dimensinya dan ikatan kovalen yang ada akan menyebabkan adanya perbedaan sifat-sifat fisika dengan grafit seperti sifat elektronik, optik dan mekanik.

Oleh sebab itu, *graphene* telah dianggap sebagai bahan elektroda yang sangat baik untuk superkapasitor karena konduktivitas listrik yang tinggi, luas permukaan yang tinggi, fleksibilitas yang besar, dan sifat mekanik yang sangat baik (Chen, 2009). Vivekchand, 2008 dan Zhao, 2009 melaporkan bahwa nilai kapasitansi spesifik dari *graphene* dapat mencapai 135 F/g, 99 F/g dan 75 F/g dalam elektrolit aqueous, organik, dan ionik.

Pada proses sintesis *graphene* yang akan digunakan pada superkapasitor dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu *Chemical Vapor Decomposition (CVD)* dan *micromechanical exfoliation* dengan menggunakan *scotch tape*. Namun, metode *microchemical exfoliation* terdapat kelemahan karena tidak efisien untuk dilakukan sedangkan metode CVD membutuhkan biaya yang sangat mahal. (Raza, 2011). Cara lain yang dapat dilakukan untuk mensintesis *graphene* adalah metode sintesis secara kimia melalui sintesis *graphene oxide (GO)* terlebih dahulu. Selanjutnya ikatan oksida pada GO akan direduksi dengan agen pereduksi. Sintesis GO secara kimia menggunakan bubuk *graphite* yang dioksidasi dengan asam kuat disebut dengan metode *Hummer* (Hummer, 1958). Namun pada sintesis *graphene* dari *graphite oxide* biasanya melibatkan reduktor kimia berbahaya yang tidak diinginkan. Stankovich et al., (2007) menggunakan senyawa hidrazin hidrat dan Shin et al., (2008) menggunakan NaBH_4 .

Penggunaan senyawa N_2H_4 dan $NaBH_4$ dianggap berbahaya karena sifatnya yang beracun dan mencemari lingkungan.

Untuk mengatasi sifat beracun tersebut dikembangkan penelitian lebih lanjut untuk memilih agen pereduksi lain. Pada 2011, Zhuang-jun melaporkan bahwa sintesis *graphene* dapat dilakukan dengan menggunakan agen reduktor Fe untuk melakukan pemisahan substansial fungsi oksigen *graphene oxide*. Namun, sampai saat ini penggunaan agen reduktor Fe masih sangat jarang digunakan dalam proses reduksi sintesis *graphene* sementara penggunaan agen reduktor Fe sangat menawarkan potensi untuk produksi *graphene* yang hemat biaya dan ramah lingkungan. Oleh sebab itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis *reduced graphene oxide* dengan massa reduktor Fe yang divariasikan untuk mengetahui pengaruh dan mendapatkan nilai kapasitif material tersebut untuk aplikasi superkapasitor.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang terdapat dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi massa reduktor ferrous (Fe) terhadap struktur dan morfologi material *reduced Grapheme Oxide* (rGO) sebagai elektroda superkapasitor?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa reduktor ferrous (Fe) terhadap sifat kapasitif material *reduced Graphene Oxide* (rGO) sebagai elektroda superkapasitor?

1.3 Batasan Masalah

Agar diperoleh hasil akhir yang baik dan sesuai yang diinginkan serta tidak menyimpang dari masalah yang telah dirumuskan, maka terdapat beberapa batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kecepatan *stirring* dianggap konstan
2. Temperatur dan tekanan pada udara sekitar dianggap konstan
3. Ukuran grafit dianggap seragam
4. Impuritis pada serbuk grafit dan bahan kimia diabaikan

-
5. pH Aquades dianggap netral
 6. Luas Permukaan *nickel foam* dianggap sama
 7. Fluktuasi temperature *furnace* diabaikan

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu :

1. Menganalisa pengaruh variasi massa reduktor *ferrous* (Fe) terhadap struktur dan morfologi material *reduced graphene oxide* (rGO) sebagai elektroda superkapasitor.
2. Menganalisa pengaruh variasi massa reduktor *ferrous* (Fe) terhadap sifat kapasitif material *reduced graphene oxide* (rGO) sebagai elektroda superkapasitor.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan material *reduced graphene oxide* (rGO) dengan reduktor *ferrous* (Fe) yang memiliki sifat kapasitif yang baik untuk aplikasi elektroda superkapasitor serta dapat digunakan untuk rujukan terhadap penelitian-penelitian selanjutnya dalam pengembangan material berbahan *reduced graphene oxide* (rGO).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Grafit Oksida dan *Graphene Oxide*

Penelitian grafit oksida (GO) telah dimulai sejak lebih dari 150 tahun yang lalu. GO pertama kali dibuat dengan sintesis kimia dengan mereaksikan antara grafit dengan kalium klorat (KClO_3) dan *fuming nitric acid* (HNO_3). Brodie ahli kimia Inggris menamakannya asam grafit atau grafit oksida namun setelah penelitian *graphene* yang dilakukan pada tahun 2004, ilmuwan mulai menyebutnya *graphene oxide* (Marcarano, 2010).

Satu lapisan karbon atom grafit oksida disebut sebagai *graphene oxide*. Grafit oksida diidentifikasi dengan memiliki lebih dari 8 layer, sementara *graphene oxide* memiliki layer yang lebih sedikit dari grafit oksida. Pada sebagian literatur grafit oksida dan *graphene oxide* akan disingkat sebagai GO karena sebenarnya tidak ada perbedaan besar di antara grafit oksida dan *graphene oxide*, terutama dalam konteks struktur dan sifat elektronik. Pada proses sintesis GO yang dilakukan dalam proses kimia basah, diyakini bahwa ketika GO didispersikan kedalam pelarut tertentu (misalnya air) mengakibatkan GO sebagian terkelupas oleh molekul pelarut sehingga grafit oksida disebut juga sebagai *graphene oxide* (Boukhalov *et al*, 2008).

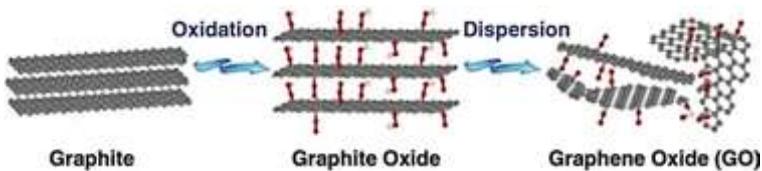
Dalam hal kimia, GO adalah jenis baru makromolekul nonstoikiometrik yang labil secara kimia dan higroskopis dalam kondisi sekitar. Namun, sintesis GO telah berevolusi dan dimodifikasi beberapa kali dengan bahan kimia yang berbeda seperti kalium permanganat, asam sulfat pekat, dan bahkan asam fosfat. Senyawa yang dihasilkan sedikit berbeda dalam komposisi kimianya tergantung pada protokol yang digunakan.

Selama ini, penelitian pada GO sangatlah terbatas. Selama penelitian tersebut, para peneliti belum dapat memperkirakan secara pasti tentang struktur kimianya yang terperinci. Dalam beberapa tahun terakhir, penelitian yang luas telah dilakukan untuk menjelaskan komposisi kimianya yang ternyata merupakan

lembaran karbon bergelombang dengan lebih dari setengah atom karbon difungsikan dengan gugus hidroksil dan epoksi serta sebagian ujung-ujungnya ditempati oleh hidroksil, karboksil, keton, ester, dan bahkan struktur laktol. Bahkan dengan klarifikasi tersebut, distribusi kelompok-kelompok ini dan konektivitas spasial tetap tidak jelas hingga saat ini (Gao *et al*, 2010).

2.1.1 Sintesis Grafit Oksida dan *Graphene Oxide*

Brodie pada tahun 1859 pertama kali melaporkan penemuan grafit oksida dengan menambahkan KClO_3 ke dalam grafit yang dicampur dengan larutan HNO_3 . Setelah penemuan tersebut, pada tahun 1958 kemudian melakukan modifikasi pada metode sintesis tersebut. Hummer mereaksikan grafit dan HCl dengan NaNO_3 dan KMnO_4 . Tujuan penambahan KMnO_4 adalah sebagai oksidator kuat yang membentuk senyawa Mn_2O_7 dengan sifat lebih reaktif. Hasil metode Hummer bagian intinya berupa grafit sedangkan bagian luarnya adalah grafit oksida, sehingga perlu dilakukan perlakuan sebelum melakukan proses Hummer untuk meningkatkan derajat oksidasi. Seperti pada Gambar 2.1 terlihat proses pembuatan *graphene oxide* dari grafit. Dalam proses sintesis grafit oksida terdiri dari dua tahapan utama yaitu proses oksidasi dan proses reduksi. Pertama, proses oksidasi dimaksudkan untuk mengoksidasi grafit menjadi grafit oksida. Oksidator kuat yang digunakan seperti HCl atau H_2SO_4 .



Gambar 2.1 Ilustrasi Pembuatan *Graphene Oxide* dari Grafit
(Zhang Y *et al*, 2014)

Proses oksidasi pada grafit dimulai saat grafit bereaksi dengan oksidator pada temperatur dingin. Selama proses oksidasi

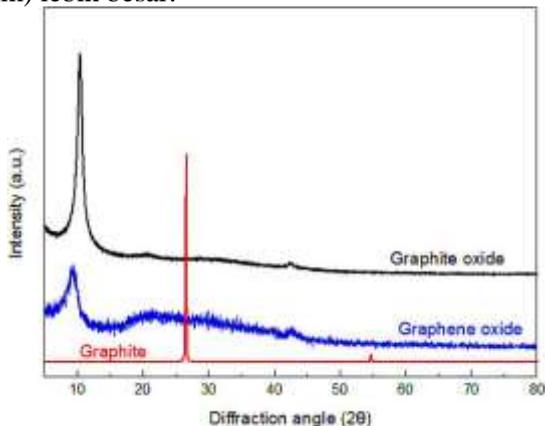
akan terbentuk gugus fenol pada daerah tepi graphene oxide karena reaksi dengan KMnO_4 dan H_2SO_4 . Pada sisi lain gugus fenol akan berubah menjadi gugus eter karena kondensasi akibat proses oksidasi secara terus-menerus. Gugus fenol pada tepi yang lain akan teroksidasi dan berubah menjadi gugus keton. Gugus keton yang terbentuk akan berubah menjadi gugus karboksil dan karbonil. Tahapan sintesis grafit oksida selanjutnya adalah proses ultrasonikasi menghasilkan graphene oxide. Ultrasonikasi menyebabkan terganggunya ikatan sp^2 pada struktur grafit (Basua dan Bhattacharrya, 2012). Sebagian lembaran grafit oksida memiliki atom karbon dengan ikatan tetrahedral sp^3 yang berpindah posisi sedikit di atas atau di bawah bidang *graphene*, sedangkan pada kondisi ideal *graphene* hanya memiliki atom karbon dengan ikatan trigonal sp^2 . Hal ini disebabkan karena penyusunan ulang struktur dan keberadaan ikatan kovalen pada gugus fungsional.

Salah satu cara pembuatan GO adalah dengan metode Hummer. Tahap pertama dalam pembuatan GO dengan metode hummer yaitu grafit alami (3,0 g) didispersikan dalam 69 mL H_2SO_4 dalam labu erlenmeyer 500 mL. Selanjutnya, ditambahkan ke dalam campuran NaNO_3 (1,5 g) dengan pengadukan kontinu pada 600 rpm. Labu Erlenmeyer ditempatkan ke dalam *ice bath* untuk menurunkan temperatur reaksi hingga mencapai 0-3 °C karena akan ada reaksi eksotermik terjadi saat pada penambahan KMnO_4 pada langkah berikutnya. Selanjutnya KMnO_4 (9,0 g) ditambahkan dengan mengendalikan suhu reaksi melalui termometer yang ditempatkan ke dalam campuran reaksi. Kemudian, diaduk pada kecepatan 600 rpm selama 30 menit dalam rendaman es. Setelah itu, *ice bath* diangkat, larutan dipanaskan hingga 35°C dan diaduk selama 3 jam. Pasta kental dibentuk setelah 3 jam diaduk pada suhu 35°C. Kemudian, larutan dimasukkan ke dalam *ice bath* lagi lalu menambahkan air 138 mL. Penambahan dilakukan setetes demi setetes, ini disebabkan karena akan ada reaksi eksotermik yang tinggi setelah penambahan air ke dalam campuran reaksi dan suhu reaksi dapat meningkat hingga

98°C. Larutan coklat gelap akan terbentuk setelah pengadukan larutan selama 30 menit pada suhu kamar. Terakhir, air 420 mL dan H₂O₂ 30% 3,0 mL ditambahkan secara bertetes-tetes ke dalam larutan coklat gelap sampai larutan akan berubah warna menjadi kuning permanen, hal tersebut menunjukkan oksidasi telah terjadi pada grafit. Larutan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan air deionisasi berkali-kali dan dikeringkan di bawah vakum pada 60°C (Hummer,1958).

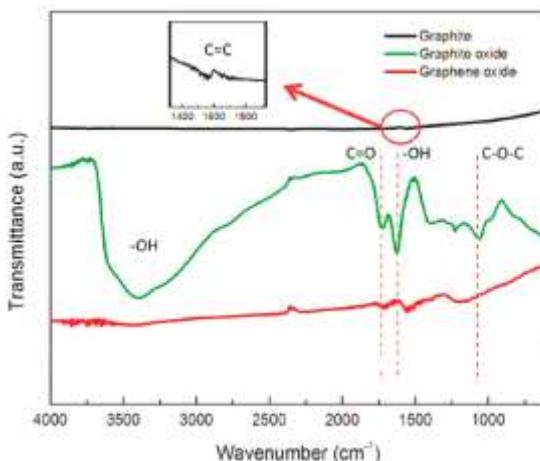
2.1.2 Karakteristik Grafit Oksida dan *Graphene Oxide*

Hasil XRD dari Grafit Oksida, *Graphene Oxide* (GO) dan Grafit ditunjukkan pada Gambar 2.2 Puncak XRD Grafit berada pada $2\theta = 26.57^\circ$ dengan fase kristal (002). Dalam pola XRD dari Grafit Oksida, puncak dominan berada pada $2\theta = 10.4^\circ$ dan *d-spacing* adalah 0,8496 nm, yang secara signifikan lebih besar dari grafit (0,3351 nm). Hasil ini menunjukkan bahwa banyak gugus oksigen fungsional berhasil melekat pada struktur kristal grafit selama proses oksidasi. Hasil XRD GO menunjukkan puncak pada $2\theta = 9,32^\circ$. Dibandingkan dengan Grafit Oksida, *d-spacing* GO (0,9484 nm) lebih besar.



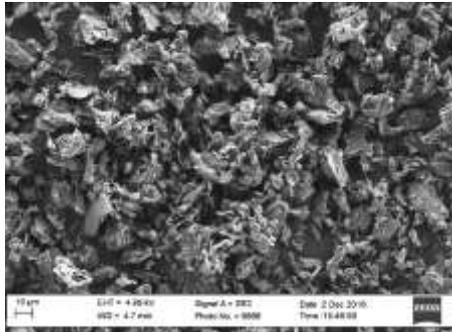
Gambar 2.2 XRD pada Grafit, Grafit Oksida, dan *GO*
(Peng Chen et al, 2017)

Pada Gambar 2.3 menyajikan spektrum FTIR dari sampel Grafit, Grafit Oksida, Graphene Oxide. Spektrum Grafit menunjukkan puncak dengan getaran karakteristik dari C=C tak jenuh sekitar 1570 cm^{-1} . Grafit Oksida dan *graphene oxide* mengindikasikan hal yang serupa dengan spektrum FTIR pada 3360 dan 1624 cm^{-1} masing-masing dikaitkan dengan kelompok ikatan O-H (-COOH/-OH), sedangkan puncak lainnya pada 1716 , 1580 dan 1065 cm^{-1} sesuai dengan C=O, C=C dan C-O (masing-masing). Ini menunjukkan bahwa grafit oksida dan *graphene oxide* memiliki oksigen yang berlimpah kelompok (G.Wang *et al*, 2009).

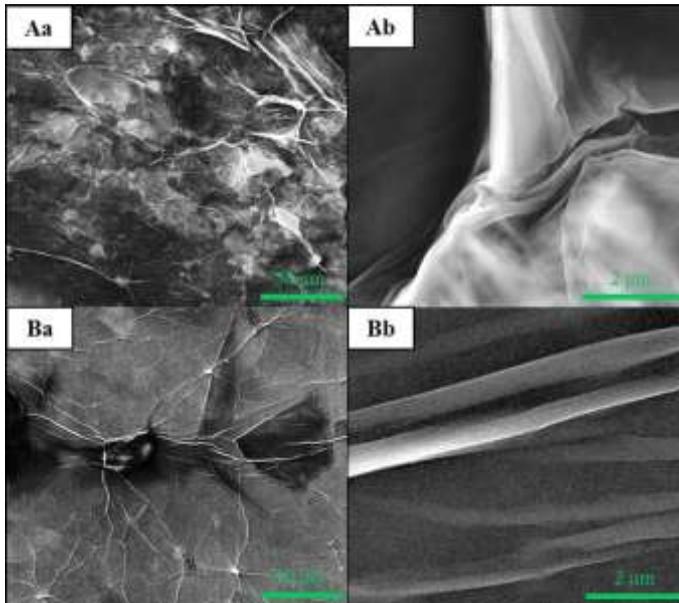


Gambar 2.3 FTIR pada Grafit, Grafit Oksida, dan *GO*
(G.Wang *et al*, 2009)

Pada Gambar 2.4 terlihat bahwa grafit memiliki morfologi dengan bentuk *flake* dan tebal. Grafit memiliki partikel yang tidak beraturan dan berukuran kecil.



Gambar 2.4 SEM dari Grafit
(Li Yang *et al*, 2017)



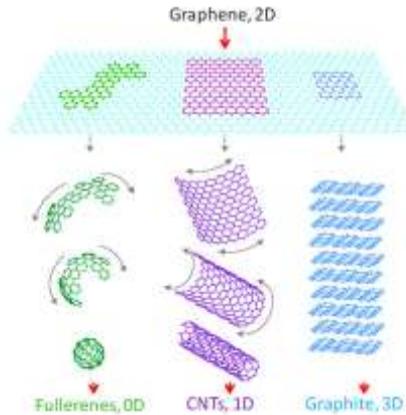
Gambar 2.5 SEM dari (A) Grafit Oksida, (B) *Graphene Oxide*;
dengan Perbesaran (a) 1000x, (b) 30.000x
(Kremplva *et al*, 2016)

Pada Gambar 2.5 Aa terlihat permukaan yang bergelombang dari material yang disebabkan oleh distribusi ukuran dan ketebalan masing-masing partikel grafit oksida yang tidak merata. Namun demikian pada Gambar 2.5 Ab dapat dilihat bahwa grafit oksida mengandung proporsi yang terkelupas sebagian. Pada Gambar 2.5 Ba menunjukkan struktur karakteristik yang terbentuk oleh penguapan pelarut dari larutan *graphene oxide*. Lapisan kontinyu yang terbentuk cenderung transparan dalam hal residu dari larutan dengan konsentrasi padatan yang rendah. Gambar 2.5 Bb juga menunjukkan karakteristik morfologi bergelombang.

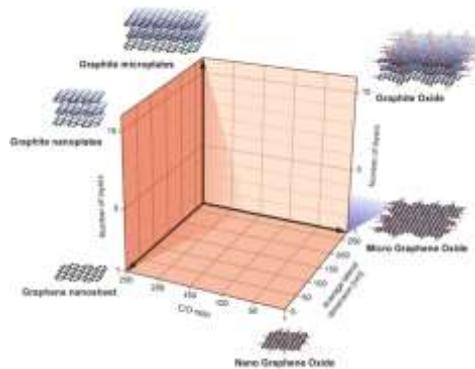
2.2 *Graphene*

Graphene merupakan material karbon yang sangat menjanjikan untuk digunakan dalam berbagai aplikasi, baik dalam bidang teknologi ataupun industri. Pertama kali *graphene* ditemukan pada tahun 2004 oleh Andre K. Geim dan Kostya Novoselov. Seperti pada Gambar 2.6 terlihat bahwa *graphene* merupakan material penyusun dari beberapa jenis karbon lainnya. Lembaran *graphene* yang ditumpuk secara bersama disebut grafit. *Graphene* dapat dibuat menjadi *fullerene* 0D, menggulungnya menjadi 1D *carbon nanotubes* (CNTs) dan menumpuknya menjadi 3D grafit (A. K. Geim *et al*, 2007).

Susunan atom pada *graphene* memiliki kerangka heksagonal yang menyerupai sarang lebah dengan membentuk satu lembaran setipis satu atom. *Graphene* memiliki atom satu lapis ringan dengan berat 0,77 mg pada selembur 1 m². Di sisi lain, grafit memiliki ketebalan 1 mm. (Novoselov, 2004). Klasifikasi material tipe *graphene* berdasarkan jumlah lapisannya dapat dilihat pada Gambar 2.7.



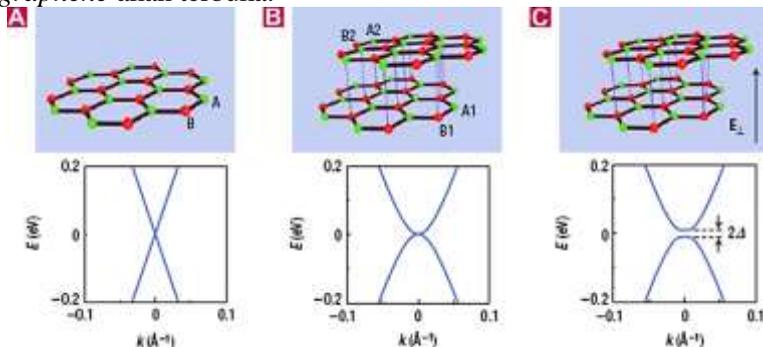
Gambar 2.6 Carbon Fullerene (0D), Carbon Nanotube (CNT) (1D) dan Grafit (3D) dapat Diturunkan dari Single Layer Graphene (2D) (A.K. Geim et al, 2007)



Gambar 2.7 Klasifikasi Bahan Tipe Graphene Berdasarkan Jumlah Lapisan (Wick P, 2014)

2.2.1 Karakteristik *Graphene*

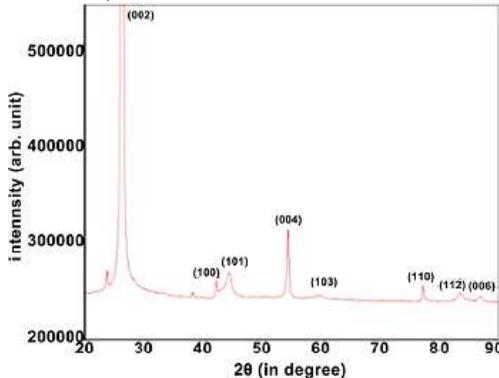
Salah satu sifat *graphene* yang paling menarik adalah semikonduktor *zero bandgap* dengan kisi karbon *honeycomb* dua dimensi dan konduktivitas listrik yang sangat tinggi. Atom karbon memiliki total 6 elektron; 2 di kulit dalam dan 4 di kulit luar. Keempat elektron kulit terluar pada atom karbon tersedia untuk ikatan kimia, namun dalam *graphene*, masing-masing atom hanya terhubung dengan 3 atom karbon lainnya. *Graphene* meninggalkan 1 elektron tersedia secara bebas di dimensi ketiga untuk konduksi elektronik. Elektron bergerak ini disebut elektron pi (π) dan terletak di atas dan di bawah lembaran *graphene*. Orbital pi ini tumpang tindih dan membantu memperkuat ikatan karbon dalam *graphene*. Pada dasarnya, sifat elektronik *graphene* ditentukan oleh ikatan dan anti-ikatan (valensi dan pita konduksi) orbital pi. Pada Gambar 2.8 memperlihatkan *bandgap* pada *graphene*, pada saat medan listrik diberikan maka akan mengakibatkan *bandgap* pada bilayer *graphene* akan terbuka.



Gambar 2.8 *Bandgap* dalam *Graphene* a) *Monolayer Graphene* b) *Bilayer Graphene* c) Medan listrik E Diberikan sehingga *Bandgap* pada *Bilayer Graphene* Terbuka (Singh *et al*, 2011)

Graphene yang merupakan semikonduktor celah pita nol dapat membawa muatan dengan massa efektif yang sangat kecil sehingga memiliki mobilitas pembawa yang tinggi hingga 200.000

$\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ (X.Du et al, 2008). Daya tahan *graphene* terhadap tekanan jika dibandingkan dengan kekuatan baja adalah 100 kali lebih kuat, yaitu sebesar 42 N/m. Konduktivitas yang dimiliki oleh *graphene* sama dengan konduktivitas pada tembaga sehingga kemampuan konduksi *graphene* berada di atas material-material lain (Morozov, 2008).



Gambar 2.9 XRD pada rGO
(Syed, 2017)

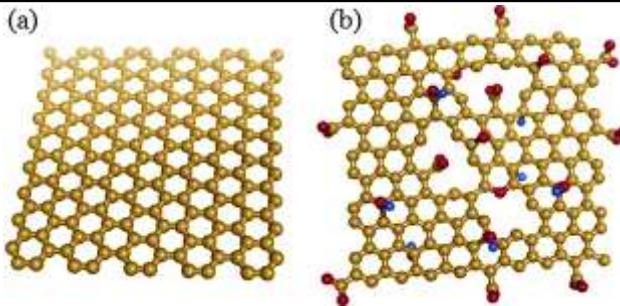
Syed (2017) melaporkan pola hasil pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) pada *reduced graphene oxide* memiliki puncak tertinggi pada *peak* $2\theta = 26,55^\circ$ dengan bidang (002) dan jarak antar layar sepanjang *c-axis* sebesar $3,372\text{\AA}$ dimana jarak tersebut hanya berbeda sedikit dengan jarak grafit (Gambar 2.9). Hal ini menunjukkan bahwa terjadinya pengelupasan yang efisien dimana hilangnya *peak* tertinggi $2\theta = 11,95^\circ$ pada *graphene oxide* selama proses reduksi.

2.2.2 Sintesis *Graphene*

Dalam pembuatan *graphene* terdapat empat pendekatan utama untuk mensintesis *graphene* yaitu pengelupasan mekanis, pengelupasan fase cair dari grafit, pertumbuhan epitaksi dan metode sintesis kimia. Teknik pertama adalah metode dengan pengelupasan mekanik grafit. Metode sederhana ini dilaporkan

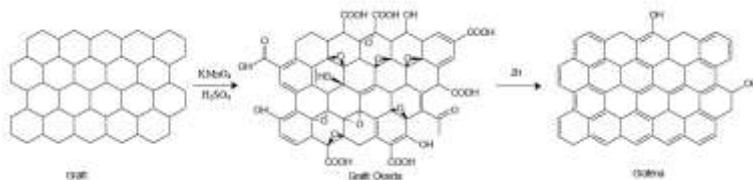
pertama kalinya oleh Heinrich Kurz et al. pada tahun 1990 metode ini dimulai dengan menempelkan HOPG (*Highly oriented pyrolytic graphite*) ke pita perekat dan melipat kedua sisi yang lengket ke arah kristal kecil. Setelah menarik selotip, serpihan dibelah menjadi dua serpihan individu. Proses tersebutpun dilakukan berulang sampai mendapatkan lapisan yang lebih tipis. Pada akhirnya, orang dapat melihat graphene dengan mata telanjang karena perbedaan kontras optik. Terlepas dari kemudahan yang ditawarkan dalam metode ini, proses pembuatan graphene tidak mungkin menghasilkan jumlah besar. Chen J. et al ini melaporkan bahwa pembuatan *graphene* dengan metode ini tidak efektif dan efisien dalam memproduksi graphene secara massal. Namun dalam metode ini menghasilkan *graphene* murni (J.Chen 2012).

Selanjutnya, teknik sintesis secara kimia adalah metode yang paling menjanjikan dalam produksi *graphene* secara massal. Namun dalam teknik ini sangat memungkinkan produksi *graphene* akan cacat. Seperti pada Gambar 2.10 terlihat struktur kimia dari *graphene oxide* memiliki struktur yang hilang akibat dari proses kimia yang telah dilakukan sebelumnya. Hal tersebut akan mempengaruhi kualitas *graphene*. Metode ini terdiri dari langkah oksidasi dan reduksi. Langkah-langkah dalam teknik ini adalah grafit dioksidasi menjadi grafit oksida oleh zat pengoksidasi kuat seperti KClO_3 , HNO_3 , H_2SO_4 , H_3PO_4 dan KMnO_4 . Langkah oksidasi mengarah pada perluasan jarak antar lapisan lapisan karbon karena penyisipan gugus fungsi pada lapisan. Karena tingkat oksidasi lebih tinggi, probabilitas untuk mencapai kualitas *graphene* yang tinggi juga akan meningkat karena *graphene* dibentuk oleh reduksi grafit teroksidasi. Metode dalam mengoksidasi grafit yang semakin baik dimulai dari Brodie ke *Staudenmaier*, *Hummers*, dan *Hummers* yang dimodifikasi.



Gambar 2.10 Struktur Kimia dari (a) *Graphene* dan (b) *Graphene Oxide* (Moradi *et al.*, 2015)

Grafrit oksida memiliki karakter hidrofilik dengan gugus fungsi oksigen polar yang membuat GO mudah terdispersi dalam banyak pelarut, terutama dalam air. Dengan adanya kelompok fungsional oksigen ke struktur GO akan melemahkan kekuatan kohesif *van der Waals*, yang mengakibatkan degradasi sebagian kisi sp^2 ke dalam sp^2 - sp -lembar dengan kemampuan susun lebih sedikit. Akibatnya, GO menjadi nonkonduktor karena kurangnya jaringan grafit yang ada. Pengurangan GO menjadi CDG secara kimiawi (misalnya hidrazin hidrat) atau secara termal (misalnya melalui anil pada 1000°C di bawah aliran Ar) memulihkan jaringan grafitik konduksi dengan menghilangkan gugus fungsi melalui proses reduksi. (S.Stankovic, 2007) Seperti pada Gambar 2.11 memperlihatkan proses reduksi GO menjadi *graphene*.



Gambar 2.11 Ilustrasi Sintesis *Graphene*
(S.Stankovic, 2007)

Pengurangan zat kimia dari GO menjadi *graphene* adalah salah satu topik terpanas dalam penelitian GO, dan reagen yang

paling umum diterima adalah hidrazin, seperti yang pertama kali diperkenalkan oleh Ruoff di UT Austin. GO adalah isolator listrik, namun setelah dilakukan reduksi akan menjadi konduktif (secara elektrik). Namun, sejauh ini semua graphene yang berasal dari GO memiliki kristalinitas yang jauh lebih buruk (Mattevi *C et al*, 2009) dibandingkan proses sintesis lainnya. Dengan demikian, para peneliti lebih suka menamai mereka *reduced Graphene Oxide* (rGO), *chemically modified graphene* (CMG), atau *chemically converted graphene* (CCG). Lingkungan oksidasi kimia yang keras dalam proses sintesis GO sebenarnya menciptakan banyak cacat dan kekosongan dalam kisi karbon sp², yang hampir tidak mungkin untuk dipulihkan oleh proses kimia selanjutnya. Dengan mempertimbangkan hal ini, para peneliti GO telah mengalihkan minat mereka terhadap aplikasi GO dan rGO. Dalam beberapa literatur, beberapa peneliti cenderung mengabaikan perbedaan antara rGO berkualitas tinggi dan *graphene* murni dan mengumumkan hasilnya sebagai sifat dan aplikasi *graphene*.

2.3 Agen Pereduksi *Ferrous*

Terdapat beberapa metode untuk mereduksi GO, seperti reduksi termal, reduksi kimia menggunakan reagen reduktif beracun dan tidak beracun serta reduksi multistep (baik dengan menggabungkan proses kimia dan termal atau dengan menggabungkan reduksi hijau dan toksik untuk mendapatkan reduksi yang efektif). Contoh reagen berbahaya dan beracun seperti hidrazin, asam oksalat, natrium hidrosulfit, dan natrium borohidrida namun dilaporkan mengurangi GO secara efisien. Di sisi lain, metode reduksi GO yang ramah lingkungan seperti foto flash, dehidrasi hidrotermal, reduksi solvotermal, reduksi katalitik, dan reduksi fotokatalitik. Selain itu, reduktor hijau juga telah dibuat termasuk vitamin C, alkohol, albumin serum sapi, ginseng, bacteriorhodopsin, bakteri, dan polifenol.

Salah satu penerapan yang ramah lingkungan untuk mereduksi GO adalah penggunaan logam transisi (mis., Fe, Zn, Cu, dan Co) sebagai agen pereduksi GO. Dalam hal ini, mekanisme

reduksi sangat tergantung pada kondisi eksperimental terutama pH dan suhu (Aunkhor, 2016).

Besi adalah unsur kimia dengan simbol Fe dengan nomor atom 26. Merupakan logam dalam deret yang pertama. Besi adalah unsur paling umum ditemukan di bumi, berdasarkan massa, membentuk bagian terbesar di luar dan dalam bumi. Pada tingkat oksidasi yang lebar, -2 hingga $+6$, $+2$ dan $+3$ adalah yang paling banyak. Dalam bentuk serbuk besi ukuran partikel bervariasi di mana saja dari $20\text{-}200\ \mu\text{m}$.



Gambar 2.12 Serbuk Besi
(Moradi *et al*, 2015)

Fan dkk (2011) melaporkan bahwa GO direduksi oleh zat besi dalam media berair. Mereka mempelajari reduksi GO dengan besi bubuk (ukuran rata-rata $10\ \mu\text{m}$) dalam larutan asam HCl-air pada suhu kamar. Mereka melaporkan bahwa H^+ berinteraksi dengan partikel permukaan besi untuk memunculkan struktur inti Fe/Fe^{2+} (partikel besi dengan lembaran tipis yang diisi ion Fe^{2+}). Spesies Fe/Fe^{2+} yang bermuatan positif ini berinteraksi dengan kelompok fungsional pada lembaran GO dan setelah elektron berpindah dari Fe/Fe^{2+} ke GO, maka mengakibatkan reduksi gugus fungsional pada GO tercapai.

2.4 Superkapasitor

Superkapasitor juga dikenal sebagai ultrakapasitor atau kapasitor elektrokimia, menggunakan bahan elektroda dengan luas permukaan yang tinggi dan dielektrik elektrolit yang tipis untuk

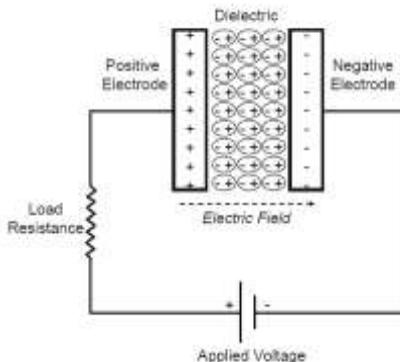
menghasilkan kapasitansi dengan jumlah lebih besar dari kapasitor konvensional. Hal itu membuat superkapasitor dapat mencapai kepadatan energi yang lebih besar sambil tetap mempertahankan karakteristik kepadatan daya tinggi kapasitor konvensional (Chu *et al*, 2012).

2.4.1 Prinsip Dasar Superkapasitor

Kapasitor konvensional terdiri dari dua elektroda konduksi yang dipisahkan oleh bahan dielektrik isolator. Ketika tegangan diterapkan ke kapasitor, muatan berlawanan menumpuk di permukaan masing-masing elektroda. Muatan disimpan terpisah oleh dielektrik, sehingga menghasilkan medan listrik yang memungkinkan kapasitor menyimpan energi. Untuk menghitung nilai kapasitansi dilakukan menggunakan Persamaan 2.1.

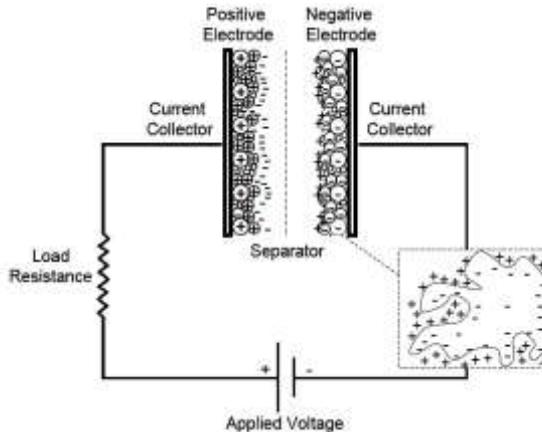
$$C = \frac{Q}{V} = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{D} \dots\dots\dots (2.1)$$

Kapasitansi C didefinisikan sebagai rasio dari muatan yang disimpan Q terhadap tegangan yang diberikan V. Untuk kapasitor konvensional, C berbanding lurus dengan luas permukaan A dari setiap elektroda dan berbanding terbalik dengan jarak D antara elektroda.



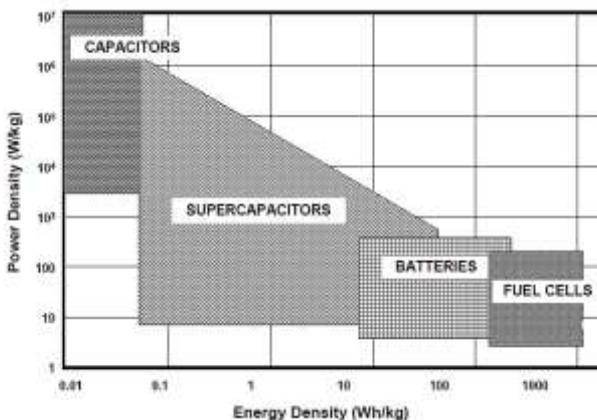
Gambar 2.13 Skema Kapasitor Konvensional
(Marin S *et al*, 2016)

Superkapasitor memiliki prinsip dasar yang sama dengan kapasitor konvensional. Namun, superkapasitor menggabungkan elektroda dengan area permukaan yang jauh lebih tinggi dan dielektrik jauh lebih tipis yang mengurangi jarak D antara elektroda. Perbedaan skema kapasitor dan superkapasitor dapat dilihat pada Gambar 2.13 dan Gambar 2.14. Seperti pada persamaan 2.1, maka nilai kapasitansi dari superkapasitor dapat lebih besar dari kapasitor konvensional.



Gambar 2.14 Skema *Electrochemical Double-Layer Capacitor*
(Marin S *et al*, 2016)

Selain itu, superkapasitor memiliki beberapa keunggulan dibandingkan baterai elektrokimia dan sel bahan bakar, termasuk kepadatan daya yang lebih tinggi, waktu pengisian yang lebih pendek, dan masa pakai yang lebih lama serta umur simpan. Gambar 2.15 menyediakan diagram skematik dari superkapasitor yang menggambarkan beberapa sifat yang telah dijelaskan di atas.



Gambar 2.15 Ragone Plot Perangkat Penyimpanan Energi (Kotz R, 2000)

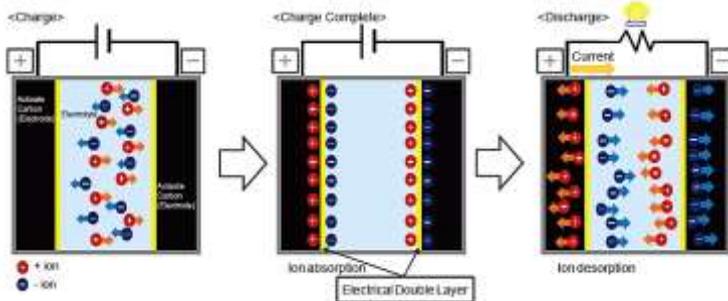
2.4.2 *Electrochemical Double-Layer Capacitors*

Superkapasitor dapat dibagi menjadi tiga kelas umum yaitu : kapasitor *double-layer* elektrokimia, *pseudocapacitors*, dan kapasitor hybrid. Setiap kelas ditandai dengan mekanisme unik untuk menyimpan muatan. Mekanismenya yaitu *non-Faradaic*, *Faradaic*, dan kombinasi keduanya. Proses *Faradaic*, seperti reaksi reduksi oksidasi melibatkan transfer muatan antara elektroda dan elektrolit. Sebaliknya, mekanisme *non Faradaic* tidak menggunakan mekanisme kimia dimana muatan didistribusikan pada permukaan oleh proses fisik yang tidak melibatkan pembuatan atau pemutusan ikatan kimia.

Kapasitor lapisan ganda elektrokimia (EDLC) dibuat dari dua elektroda berbasis karbon, elektrolit, dan pemisah. Gambar 2.14 menunjukkan skema dari EDLC. Seperti kapasitor konvensional, EDLC menyimpan muatan secara elektrostatis, atau *non-Faradaically*, dan tidak ada transfer muatan antara elektroda dan elektrolit. EDLC menggunakan lapisan ganda muatan elektrokimia untuk menyimpan energi. Ketika tegangan diberikan, muatan terakumulasi pada permukaan elektroda. Mengikuti tarikan

alami dari muatan yang berbeda, ion dalam larutan elektrolit berdifusi melintasi pemisah ke dalam pori-pori elektroda dengan muatan berlawanan. Namun, elektroda direkayasa untuk mencegah rekombinasi ion. Jadi, lapisan ganda muatan diproduksi pada masing-masing elektroda. Lapisan ganda ini, ditambah dengan peningkatan luas permukaan dan penurunan jarak antara elektroda, memungkinkan EDLC mencapai kepadatan energi yang lebih tinggi daripada kapasitor konvensional (Conway B, 1999).

Karena tidak adanya transfer muatan yang terjadi antara elektrolit dan elektroda mengakibatkan tidak adanya perubahan kimia atau komposisi yang berarti. Sehingga penyimpanan energi menggunakan metode EDLC sangat reversibel yang mana memungkinkan untuk mencapai siklus stabilitas tinggi. EDLC umumnya beroperasi dengan karakteristik kinerja yang stabil dalam siklus *charge-discharge*, dapat mencapai 10^6 siklus. Sementara pada baterai elektrokimia memiliki siklus yang terbatas yaitu sekitar 10^3 siklus. Karena stabilitas siklus tersebut, EDLC sangat cocok digunakan pada lokasi yang sulit untuk dijangkau dalam melakukan perawatan dan pemeliharaan seperti di lingkungan laut dalam atau pegunungan (Kotz *et al*, 2000).



Gambar 2.16 Proses Charge-Discharge EDLC
(Murata, 2013)

Karakteristik kinerja EDLC dapat disesuaikan dengan mengubah sifat elektrolitnya. EDLC dapat menggunakan elektrolit

aqueos atau organik. Elektrolit *aqueous*, seperti H_2SO_4 dan KOH umumnya memiliki *equivalent series resistance* (ESR) lebih rendah dan memiliki ukuran pori minimum lebih rendah dibandingkan dengan elektrolit organik, seperti asetonitril. Namun, elektrolit *aqueous* juga memiliki *lower breakdown voltages*. Oleh karena itu, dalam memilih antara elektrolit *aqueous* atau organik, harus mempertimbangkan timbal balik antara kapasitansi, ESR, dan tegangan (Frackowiak, 2001).

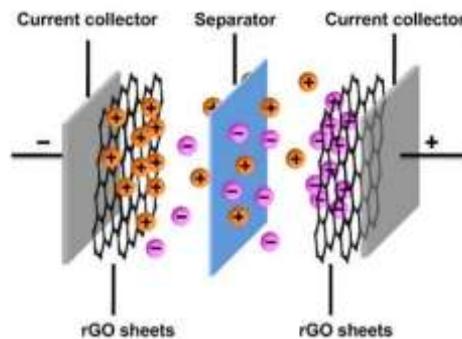
Subkelas EDLC dibedakan oleh bentuk karbon yang digunakan sebagai bahan elektroda. Bahan elektroda karbon umumnya memiliki luas permukaan lebih tinggi, biaya lebih rendah, dan teknik fabrikasi lebih mapan daripada bahan lain seperti polimer dan oksida logam (Conway, 1999). Bentuk bahan karbon yang dapat digunakan untuk menyimpan muatan dalam elektroda EDLC adalah karbon aktif, aerogel karbon, dan karbon *nanotube*.

2.4.3 Superkapasitor *Graphene*

Graphene dikenal memiliki konduktivitas listrik dan termal yang luar biasa, kekuatan mekanik yang sangat tinggi, dan luas permukaan spesifik teoretis yang sangat tinggi lebih dari $2600 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ (Dhanabalan *et al*, 2013). Mengingat keunggulan sifat *graphene* tersebut, *graphene* telah dikembangkan sebagai bahan elektroda aktif dalam penyimpanan energi. Superkapasitor yang dianggap dapat menjembatani kesenjangan antara baterai konvensional dan kapasitor elektrolitik, mampu menghasilkan daya tinggi dengan tetap mempertahankan kepadatan energi sederhana.

Ruoff pada tahun 2008 di *University of Texas*, Austin pertama kali memperkenalkan rGO sebagai elektroda aktif dalam superkapasitor. Reduksi oleh hidrazin memiliki luas permukaan yang besar (nilai teoretis $2.630 \text{ m}^2/\text{g}$) dan konduktivitas listrik yang baik. Ruoff melaporkan kapasitansi spesifik 135 F/g dalam elektrolit berair dan 99 F/g dalam elektrolit organik, masing-masing (Stoller *et al*, 2008). Tiga tahun kemudian, kelompok

penelitian yang sama mengoptimalkan metode modifikasi rGO mereka dan memperoleh bahan karbon dengan luas permukaan setinggi $3.100 \text{ m}^2/\text{g}$ (lebih tinggi dari nilai teoritis) dan konduktivitas listrik sekitar 500 S/m . Superkapasitor yang dibuat dengan area permukaan tinggi rGO mencapai kepadatan energi yang sebanding dengan baterai asam timbal dan kepadatan daya urutan besarnya lebih tinggi daripada superkapasitor berbasis karbon komersial (Zhu *et al*, 2011). Pada Gambar 2.17 menampilkan skema superkapasitor berbasis rGO, dimana rGO digunakan sebagai elektroda.

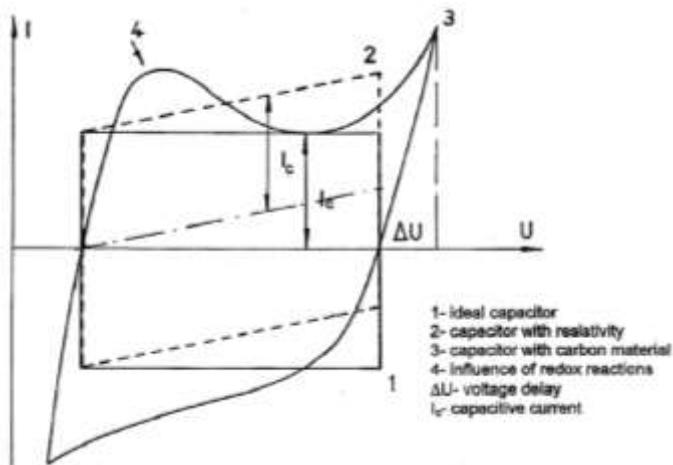


Gambar 2.17 *Double-layer Supercapacitor* Berbasis rGO
(Zeng Bo, 2014)

Singkatnya, EDLC berbasis rGO sangat menarik dan menjanjikan untuk teknologi masa depan. Selama 5 tahun terakhir penelitian mengenai superkapasitor berbasis rGO telah menunjukkan hasil yang signifikan. Namun, masalah terbesar dalam penelitian EDLC tetap belum terpecahkan. Sebagai contoh, kepadatan energi EDLCs masih lebih rendah daripada baterai lithium-ion yang banyak digunakan di pasaran. Selain itu, beberapa peneliti telah menyelidiki proses *self-discharge* di superkapasitor, yang dikenal sebagai urutan besarnya lebih cepat dari pada baterai (Wei G, 2015).

Berbagai tipe superkapasitor dapat dilihat dari jenis kurva *cyclic voltammogram (CV)*. Gambar 2.12 menunjukkan berbagai

tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor. Dari Gambar tersebut dapat dilihat bahwa superkapasitor mempunyai beberapa tipe. Yang pertama adalah superkapasitor ideal (warna hijau). Superkapasitor ideal menunjukkan pola *charging discharging* yang sama, sehingga mempunyai bentuk yang *rectangular*, atau persegi, yang menandakan bahwa *charging discharging* berlangsung dalam waktu yang sama.



Gambar 2.18 Tipe Kurva CV dari Berbagai Jenis Superkapasitor (Elzbieta Frackowiak, 2001)

Yang kedua adalah jenis kapasitor resistif (nomor 2). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV yang *rectangular*, namun miring keatas, yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan penambahan nilai voltase. Yang terakhir adalah jenis *pseudocapacitor* (nomor 4). Ciri khas dari jenis kapasitor ini adalah adanya *hump* (gundukan), yang menandakan terjadinya reaksi, baik oksidasi maupun reduksi. *Pseudocapacitor* biasanya mempunyai kapasitansi yang lebih tinggi, karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi.

2.5 Sifat Kapasitif Material

Material memiliki beberapa jenis sifat yang dapat dimanfaatkan seperti sifat elektronik, magnetik, mekanik, termal, dan optik. Dalam hal sifat elektroniknya, material memiliki sifat elektronik masing-masing yang dipengaruhi oleh jenis bahan dari material tersebut. Secara elektronik, material diklasifikasikan menjadi 3 umum tipe yaitu konduktor, semikonduktor, dan isolator. Perbedaan ketiga tipe material ini terdapat pada kemampuan untuk menghantarkan listrik. Material konduktor memiliki kemampuan penghantar listrik yang paling baik, isolator yang paling buruk sedangkan semikonduktor berada di tengah-tengah mereka. Material konduktor biasanya digunakan sebagai bahan kabel, penangkal petir, dll. Sedangkan isolator digunakan pada karet kabel atau alat-alat yang diharapkan tidak dapat menghantarkan listrik. Hal ini dikarenakan kemampuan elektron mengalir dalam material tersebut. Jika dilihat dari kurva energi, konduktor memiliki *bandgap* yang *overlap* antara pita valensi dan konduksi, untuk isolator pita valensi dan konduksi terpisah oleh zona terlarang elektron memiliki *band gap* yang sangat besar, sedangkan semikonduktor pita valensi dan konduksi terpisah oleh zona terlarang elektron namun tidak terlalu jauh.

Material sendiri memiliki beberapa sifat kapasitif seperti kapasitansi, konduktivitas, resistifitas, dan impedansi dalam arus AC. Dalam elektronika kapasitansi adalah kemampuan suatu perangkat untuk menampung atau menyimpan muatan listrik. Umumnya, kapasitansi ditemukan dalam medan elektromagnetik, yang menggunakan jenis tertentu dari gaya fisik pada partikel. Gaya ini membuat partikel akan menampilkan gerakan sebagai hasil dari interaksi muatan listrik. Perhitungan jumlah energi listrik yang tersimpan sebagai potensial listrik yang diberikan juga dikenal sebagai Kapasitansi. Biasanya, diukur dalam volt, potensial listrik secara sederhana adalah besaran fisik yang setara dengan joule per coulomb. Sebuah kapasitor dengan pelat sejajar adalah bentuk umum dari perangkat penyimpanan energi.

Dalam teori arus Dc (kasus khusus dari teori ac di mana sama dengan frekuensi 0 Hz) resistansi didefinisikan oleh Hukum Ohm.

$$V = I \times R \dots\dots\dots(2.2)$$

Dengan menggunakan Persamaan 2.2, dapat diterapkan tegangan dc (V) ke rangkaian, mengukur yang arus dihasilkan (I), dan penghitungan resistansi (R) atau menentukan syarat persamaan jika dua besaran yang lainnya diketahui. Nilai tegangan dihitung dalam volt (V), arus dalam ampere (A). hambatan dalam ohm. Resistor adalah elemen yang menghambat aliran elektron dalam rangkaian dc. Dalam teori arus AC, di mana frekuensi tidak nol, persamaan yang serupa adalah:

$$V = I \times Z \dots\dots\dots(2.3)$$

Seperti di pada Persamaan 2.3, V dan I di sini diartikan sebagai tegangan dan arus. Z didefinisikan sebagai Impedansi yang berupa hambatan. Nilai Impedansi juga diukur dalam ohms. Selain resistor, kapasitor juga menghalangi aliran elektron dalam rangkaian ac.

Dalam sebuah *electrochemical cell*, ilmu gerak lambat elektroda, memperlambat proses reaksi kimia, dan difusi dapat menghalangi aliran elektron, dan dapat dianggap sejalan dengan resistor, kapasitor dan induktor yang menghalangi aliran elektron dalam sebuah rangkaian ac. Dalam kasus hubungan resistif sesungguhnya, dua bentuk gelombang tidak akan berubah. Mereka akan benar-benar dalam fase, hanya berbeda dalam amplitude.

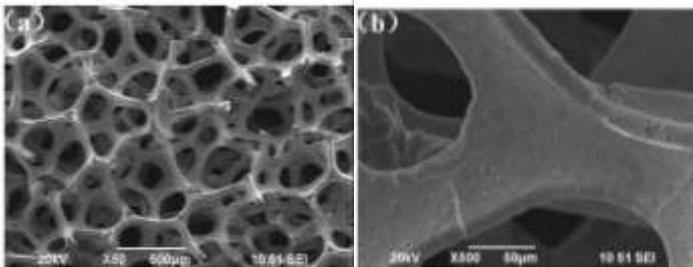
Persyaratan Impedansi dan resistansi keduanya untuk menunjukkan aliran elektron atau arus. Pada rangkaian arus searah (dc), hanya resistor yang menghasilkan efek ini. Namun, pada rangkaian arus bolak-balik (ac), dua elemen rangkaian lainnya, kapasitor dan inductors, menghalangi aliran elektron. Impedansi dapat dinyatakan sebagai angka yang kompleks, di mana resistansi adalah komponen real dan gabungan komponen kapasitansi dan induktansi yang merupakan komponen imajiner. Impedansi total di rangkaian merupakan gabungan dari semua oposisi resistor,

kapasitor dan induktor untuk mengalirkan elektron. oposisi dari kapasitor dan induktor bernama sama yaitu reaktansi (X).

Konduktivitas listrik adalah ukuran dari kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik. Jika suatu beda potensial listrik ditempatkan pada ujung-ujung sebuah konduktor, muatan-muatan Bergeraknya akan berpindah, menghasilkan arus listrik. Konduktivitas listrik didefinisikan sebagai ratio dari rapat arus terhadap kuat medan listrik. Pada beberapa jenis bahan dimungkinkan terdapat konduktivitas listrik yang anisotropik. Lawan dari konduktivitas listrik adalah resistivitas listrik atau biasa disebut sebagai resistivitas saja.

2.6 *Nickel Foam*

Metal foam adalah suatu material berporos yang memiliki kepadatan yang rendah, struktur yang ringan, penyerapan energi yang baik, dan sifat termal yang baik. *Metal foam* dapat diaplikasikan pada aplikasi penyimpanan energi seperti pada superkapasitor. Dalam aplikasi superkapasitor, *metal foam* biasanya akan diisi oleh unsur aktif lainnya. Pada saat ini, metal foam yang paling komersial adalah aluminium dan nikel.



Gambar 2. 19 SEM dari *Nickel Foam*
(Xiang Ki et al, 2014)

Nickel foam adalah material permiabel yang memiliki kepadatan yang rendah dan porositas yang tinggi. Porositas *nickel foam* adalah 75-98%. Nikel memiliki kegunaan dalam berbagai aplikasi seperti penukar panas, aliran difusi, optik ringan dan

sebagai filter untuk gas dan cairan. *Nickel foam* telah diaplikasikan sebagai kolektor pada superkapasitor yang mana memiliki konduktivitas tinggi, memiliki stabilitas yang baik selama pada elektrolit kimia, dan kekuatan mekanik baik. Dalam beberapa penelitian, juga dilaporkan bahwa *nikel foam* memiliki kapasitansi sangat tinggi.

Jika diamati terdapat pori-pori terbuka di busa nikel dengan diameter sekitar 500 μm dan memiliki pori-pori kecil berdiameter 100-200 μm yang saling terhubung dan terdistribusi secara merata. (Jong Huy Kim, 2001). Jika ingin melakukan pendepositan pada *nickel foam*, maka unsur tersebut harus memiliki jari-jari yang lebih kecil.

2.7 Penelitian Sebelumnya

Para peneliti telah melakukan berbagai metode dan variasi untuk mendapatkan nilai kapasitansi yang lebih baik. Berikut beberapa penelitian-penelitian yang telah dilakukan :

Tabel 2.1 Perbandingan Nilai Kapasitansi dari Superkapasitor

Material	Metode Reduksi rGO	Kapasitansi Spesifik (F/g)	Peneliti
<i>Graphene</i>	<i>Zn Powder Hydrothermal</i>	491,36	Nurdiansah H dan Susanti (2014)
<i>Nitrogen doped Graphene</i>	<i>Zn Powder Hydrothermal</i>	208,47	Dyah Ayu Safitri, dkk (2016)
<i>Bhoron doped Graphene</i>	<i>Zn Powder Hydrothermal</i>	192,5	Yurian, dkk (2017)
<i>Graphene</i>	<i>Al powder</i>	150,05	Alief, dkk (2018)
<i>Graphene</i>	<i>Fe powder</i>	172,015	Samuel, dkk (2018)
<i>Graphene</i>	<i>Mg/Zn strip</i>	204	E.Senthilkumar, dkk (2018)

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Serbuk grafit berukuran 150 μm (*purity* 99%)
2. *Iron* (Fe) *powder*
3. Air Suling / aquades (H_2O)
4. Larutan Asam Sulfat (H_2SO_4)
5. Larutan Asam Klorida 37% (HCl)
6. Es Batu
7. *Nickel Foam*
8. Natrium Nitrat (NaNO_3)
9. Potassium Permanganat (KMnO_4)
10. Hidrogen Peroksida 30% (H_2O_2)
11. Natrium Sulfat (Na_2SO_4)
12. Barium Klorida (BaCl_2)

3.2 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini :

1. Neraca Analitik (Digital)
Alat ini digunakan untuk mengukur massa seperti pada serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , Grafit Oksida
2. Pengaduk (Spatula)
Alat ini digunakan untuk mengambil bahan padatan.
3. Pipet
Alat ini digunakan untuk mengambil larutan dalam suatu wadah.
4. *Magnetic Stirrer*
Alat ini digunakan untuk mengaduk dan menghomogenkan suatu larutan.
5. *Muffle Furnace*
Alat ini digunakan untuk proses pembuatan grafit oksida dan *reduced graphene oxide* (rGO).
6. *Ice Bath*

Alat ini digunakan untuk tempat peletakan es batu selama proses *stirring* sintesis grafit oksida.

7. Gelas Ukur

Alat ini berfungsi untuk mengukur volume cairan.

8. Glass Beaker

Alat ini berfungsi untuk tempat aktivitas kimia.

9. *Centrifuge* dan Tabung *Centrifuge*

Alat ini berfungsi untuk memisahkan partikel terdispersi

10. *Ultrasonic Cleaner*

Alat ini berfungsi untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide*.

11. Instrumen Karakterisasi Material

a) *X-Ray Diffraction* (XRD)

Alat ini berfungsi untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam suatu sampel serta struktur dan ukuran kristalnya.

b) *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Alat ini berfungsi untuk menganalisis morfologi yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek.

c) *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Alat ini berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam sampel.

d) *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)

Alat ini berfungsi untuk menganalisa kandungan unsur yang ada di dalam material

e) *Cyclic Voltammetry* (CV)

Alat ini berfungsi untuk mengetahui nilai kapasitansi dari hasil percobaan.

f) *Galvanostat Charge-Discharge*

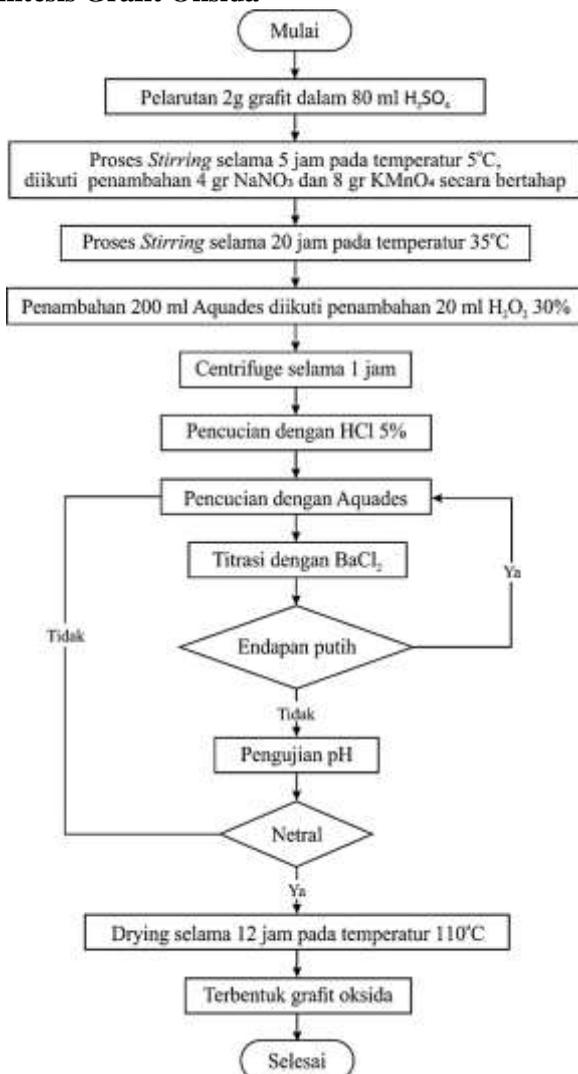
Alat ini berfungsi untuk mengetahui waktu *charging* dan *discharging* pada elektroda superkapasitor

g) *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Alat ini berfungsi untuk mengetahui nilai impedansi dari elektroda.

3.3 Metode Penelitian

3.3.1 Sintesis Grafit Oksida



Gambar 3.1 Diagram Alir Proses Sintesis Grafit Oksida

Tahap pertama dalam penelitian ini adalah melakukan sintesis grafit oksida. Gambar 3.1 menunjukkan diagram alir proses pembuatan grafit oksida. Sintesis grafit oksida dilakukan menggunakan metode *Hummer* dimana grafit akan dioksidasi untuk menghasilkan grafit oksida. Adapun bahan yang digunakan pada sintesis grafit oksida adalah grafit, H_2SO_4 , NaNO_3 , H_2O_2 , KMnO_4 , HCl 5%, dan aquades. Sintesis dimulai dengan melarutkan 2 gram grafit dalam 80 ml H_2SO_4 98% kemudian stirring selama 2 jam pada temperatur 5°C . Proses *stirring* larutan menggunakan *hot plate stirrer* dan *ice bath* yang berfungsi untuk menjaga temperatur. Selanjutnya, penambahan 8 gram KMnO_4 dan 4 gram NaNO_3 dilakukan secara bertahap ke dalam larutan dengan tetap melakukan stirring selama 1 jam dengan temperatur 5°C . Setelah penambahan KMnO_4 akan menyebabkan larutan yang semula berwarna hitam pekat menjadi hitam kehijauan.

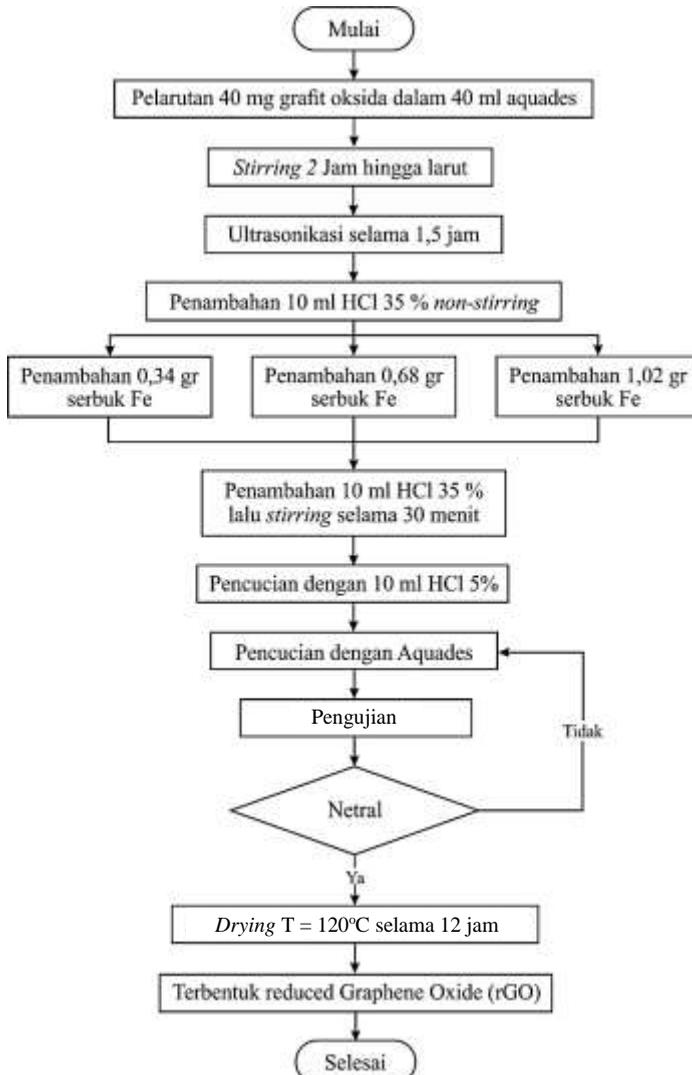
Selanjutnya tetap melakukan *stirring* selama 2 jam pada temperatur 5°C agar larutan menjadi lebih homogen. Setelah proses stirring tersebut, *stirring* selama 20 jam pada temperatur kamar. Setelah itu, dilakukan penambahan 200 ml Aquades dan stirring selama 1 jam. Kemudian menambahkan 20 ml H_2O_2 30% untuk menghilangkan kandungan sisa KMnO_4 yang tidak bereaksi dalam larutan. Reaksi dari penambahan H_2O_2 30% larutan mengubah warna larutan dari coklat muda menjadi kuning. Reaksi sintesis grafit oksida ditunjukkan pada Persamaan 3.1, Persamaan 3.2 dan Persamaan 3.3.



Selanjutnya dilakukan proses *centrifuge* dengan kecepatan 3000 rpm selama 1 jam. Proses *centrifuge* bertujuan untuk memisahkan padatan dan cairannya. Padatan/endapan yang ada diambil untuk dilakukan pencucian dengan menggunakan HCl 5%.

Pencucian yang dilakukan dengan menggunakan HCl bertujuan untuk menghilangkan ion-ion logam yang tersisa dalam larutan. Proses pencucian selanjutnya menggunakan Aquades, pencucian ini dilakukan agar mendapatkan pH netral. Untuk memastikan bahwa ion sulfat telah hilang maka dilakukan titrasi BaCl_2 dan untuk menguji pH telah netral dilakukan dengan menggunakan kertas pH. Jika pada larutan tidak ada ion sulfat dan pH larutan netral, selanjutnya adalah proses *drying*. Larutan ditempatkan ke dalam *crucible furnace* 100 ml lalu dimasukkan dalam *muffle furnace*. Proses *drying* menggunakan temperatur 110°C selama 12 jam. Setelah proses *drying* selesai maka hasilnya adalah lembaran grafit oksida yang menempel pada dinding *crucible*. Grafit oksida tersebut berwarna hitam mengkilat.

3.3.2 Sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO)



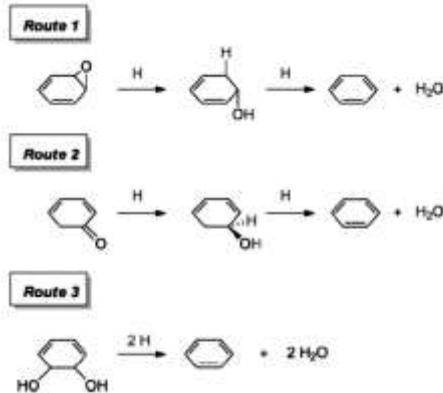
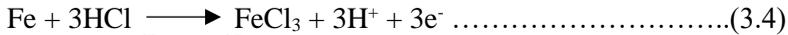
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO)

Pada Gambar 3.2 ditunjukkan diagram alir sintesis rGO. Setelah sintesis grafit oksida telah selesai dilakukan maka melanjutkan dengan proses sintesis *Reduced Graphene Oxide* (rGO). Pada penelitian ini, untuk memperoleh *reduced Graphene Oxide* (rGO) dilakukan dengan cara mereduksi grafit oksida menjadi *graphene oxide* lalu *graphene oxide* tersebut direduksi dengan agen pereduksi Fe untuk mendapatkan *reduced graphene oxide*.

Tahapan pertama dalam pembuatan rGO dimulai dengan cara pelarutan 40 mg grafit ke dalam 40 ml aquades lalu *stirring* selama 2 jam, proses *stirring* ini dilakukan untuk menghomogenkan larutan. Selanjutnya dilakukan proses ultrasonikasi selama 1,5 jam. Proses ultrasonikasi ini dilakukan untuk mengelupas grafit oksida menjadi lembaran *graphene oxide*. Setelah didapatkan *graphene oxide*, lalu menambahkan 10 ml HCl 35% beserta penambahan agen pereduksi Fe. Telah dilakukan perhitungan secara stokiometri sebelum ditambahkan massa reduktor Fe. Hasil stokiometri didapatkan 2,1 gram *ferrous* yang ditambahkan dalam 1 gram GO. Namun, menurut Fan pada 2010 dengan rute yang sangat efisien, hanya dibutuhkan 1 gram Fe dalam melarutkan 1 gram GO. Penggunaan serbuk Fe yang berlebih akan menurunkan nilai konduktivitas rGO. Oleh karena itu, pada penelitian ini menggunakan jumlah reduktor aluminium yang ditambahkan adalah sebesar 0,34 gram, 0,68 gram, dan 1,02 gram. Penambahan HCl dilakukan karena proses reduksi dapat terjadi jika terjadi dalam kondisi lingkungan asam. Proses reduksi sendiri terjadi secara tidak langsung dengan melibatkan HCl. Proses ini dilakukan dalam keadaan non-*stirring*. Sesaat setelah penambahan Fe, maka akan keluar gelembung-gelembung kecil dari endapan tersebut. Gelembung-gelembung tersebut menandakan bahwa telah terjadinya proses reduksi dan membiarkan proses tersebut sampai tidak ada gelembung yang keluar dari endapan.

Tahap selanjutnya adalah penambahan 10 ml HCl 35%. Penambahan HCl untuk kedua kalinya bertujuan untuk

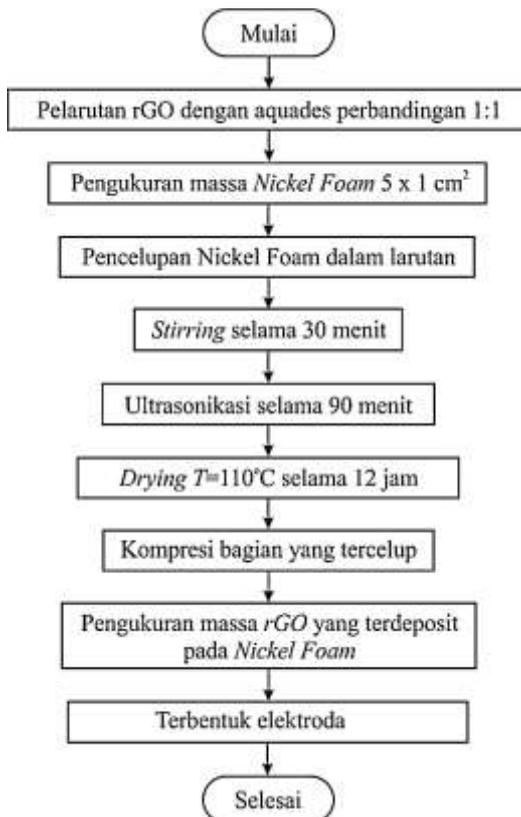
menghilangkan sisa Fe yang masih ada pada larutan. Dilakukan proses *stirring* selama 30 menit. Reaksi setelah penambahan Fe dapat diamati pada Persamaan 3.4 dan Gambar 3.3. Selanjutnya adalah pencucian, proses pencucian dilakukan dua tahap.



Gambar 3.3 Reaksi Sintesis *Reduced Graphene Oxide*
(Chua et al, 2013)

Pencucian pertama dilakukan dengan HCl 5%, pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa ion yang ada pada logam. Pencucian selanjutnya dengan menggunakan aquades, pencucian dilakukan berulang sampai mendapatkan pH netral pada larutan. Setelah mendapatkan pH netral, dilanjutkan dengan *drying* selama 12 jam dengan temperatur 120°C. Setelah *drying* selesai, maka akan mendapatkan lembaran *reduced Graphene Oxide* (rGO).

3.3.3 Pembuatan Elektroda



Gambar 3.4 Diagram Alir Pembuatan Elektroda

Pada Gambar 3.4 ditunjukkan diagram alir pembuatan elektroda. Tahapan terakhir pada penelitian ini adalah pembuatan elektroda dengan pendepositan *reduced graphene oxide* (rGO) pada nickel foam. Proses pertama pembuatan elektroda adalah melarutkan *reduced graphene oxide* ke dalam aquades dengan perbandingan sebesar 1 mg rGO : 1 ml aquades, kemudian larutan dilakukan *stirring* hingga homogen. Sementara itu, melakukan

preparasi pada *nickel foam*. *Nickel foam* berukuran 5 x 1 cm² kemudian dilakukan penimbangan massa awal.

Selanjutnya *nickel foam* dicelupkan ke dalam larutan *reduced graphene oxide* (rGO) yang telah dibuat sebelumnya. Pencelupan *nickel foam* diatur agar area yang tercelup adalah sebesar 1 cm² kemudian *stirring* selama 30 menit. Untuk meningkatkan kandungan rGO yang terdeposisi pada *nickel foam* meningkat, maka dilakukan ultrasonikasi selama 90 menit. Setelah itu, dilakukan proses *drying* selama 12 jam pada temperatur 110°C. Setelah proses *drying* telah selesai, melakukan *pressing* pada *nickel foam* yang telah terdeposisi oleh rGO lalu mengukur massa untuk mengetahui massa rGO yang terdeposisi pada permukaan *nickel foam*. Setelah serangkaian proses tersebut telah selesai maka pembuatan elektroda telah selesai. Tahapan selanjutnya adalah pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV), EIS, dan GCD. Pengujian tersebut menggunakan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1M.

3.4 Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa pengujian untuk membuktikan dan mengkonfirmasi data yang diperoleh telah sesuai dengan teori dan hipotesa-hipotesa yang ada. Berikut adalah pengujian yang digunakan pada penelitian ini :

Tabel 3.1 Pengujian yang Dilakukan pada Penelitian

Sampel	XRD	SEM	EDS	FTIR	CV	EIS	GCD
Grafit	✓	✓		✓			
Grafit Oksida	✓	✓	✓	✓			
rGO-0,34 gr Fe	✓	✓	✓	✓			
rGO-0,68 gr Fe	✓	✓	✓	✓			
rGO-1,02 gr Fe	✓	✓	✓	✓			
<i>Nickel Foam</i>		✓					
Elektroda rGO-0,34 gr Fe		✓			✓	✓	✓
Elektroda rGO-0,68 gr Fe		✓			✓	✓	✓
Elektroda rGO-1,02 gr Fe		✓			✓	✓	✓

3.4.1 Scanning Electron Microscopy

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menghasilkan Gambar dari sebuah spesimen dengan memindainya menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam *scan pola raster*. Elektron berinteraksi dengan atom-atom sehingga spesimen menghasilkan sinyal yang

mengandung informasi tentang topografi permukaan spesimen, komposisi dari sampel.



Gambar 3.5 Alat Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Gambar 3.5 menampilkan alat uji yang digunakan. Cara kerja SEM, dimulai dengan suatu sinar elektron dipancarkan dari *electron gun* yang dilengkapi dengan katoda filamen tungsten. Tungsten biasanya digunakan pada *electron gun* karena memiliki titik lebur tertinggi dan tekanan uap terendah dari semua logam, sehingga memungkinkan dipanaskan untuk emisi elektron, serta harganya juga murah. Sinar elektron difokuskan oleh satu atau dua lensa kondensor ke titik yang diameternya sekitar 0,4 nm sampai 5 nm. Sinar kemudian melewati sepasang gulungan pemindai (*scanning coil*) atau sepasang pelat deflektor di kolom elektron, biasanya terdapat di lensa akhir, yang membelokkan sinar di sumbu x dan y sehingga dapat dipindai dalam mode raster di area persegi permukaan spesimen. Ketika sinar elektron primer berinteraksi dengan spesimen, elektron kehilangan energi karena berhamburan acak 45 derajat yang berulang dan penyerapan dari spesimen atau disebut volume interaksi, yang membentang dari kurang dari 100 nm sampai sekitar 5 μm ke permukaan. Ukuran volume interaksi tergantung pada energi elektron untuk mendarat, nomor atom dan kepadatan dari spesimen tersebut.

Pertukaran energi antara sinar elektron dan spesimen dapat diketahui di refleksi energi tinggi elektron pada hamburan elastis (*elastic scattering*), emisi elektron sekunder pada hamburan inelastik (*inelastic scattering*), dan emisi radiasi elektromagnetik, yang masing-masing dapat dideteksi oleh detektor khusus. Arus dari sinar yang diserap oleh spesimen juga dapat dideteksi dan digunakan untuk membuat Gambar dari penyebaran arus spesimen. Amplifier elektronik digunakan untuk memperkuat sinyal, yang ditampilkan sebagai variasi terang (*brightness*) pada tabung sinar katoda. Raster pemindaian layar CRT disinkronkan dengan sinar pada spesimen di mikroskop, dan Gambar yang dihasilkan berasal dari peta distribusi intensitas sinyal yang dipancarkan dari daerah spesimen yang dipindai. Gambar dapat diambil dari fotografi tabung sinar katoda beresolusi tinggi, tetapi pada mesin modern digital, Gambar diambil dan ditampilkan pada monitor komputer serta disimpan ke *hard disk* komputer.

Pengujian SEM memerlukan permukaan spesimen yang tidak rata, sehingga spesimen yang sudah halus dan rata dari pengujian mikroskop optik dan *emission spectrometer* dititik menggunakan palu agar permukaannya tidak menjadi rata. Jika tidak terlihat di layar, maka spesimen kemudian dilapisi oleh emas (aurum) yang bertujuan untuk memperbesar kontras antara spesimen yang akan diamati dengan lingkungan sekitar.

3.4.2 *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*

Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS atau EDX atau EDAX) adalah salah satu teknik analisis untuk menganalisis unsur atau karakteristik kimia dari spesimen. Karakterisasi ini bergantung pada penelitian dari interaksi beberapa eksitasi sinar X dengan spesimen. Kemampuan untuk mengkarakterisasi sejalan dengan sebagian besar prinsip dasar yang menyatakan bahwa setiap elemen memiliki struktur atom yang unik, dan merupakan ciri khas dari struktur atom suatu unsur, sehingga memungkinkan sinar-X untuk mengidentifikasinya.

Untuk merangsang emisi karakteristik sinar-X dari sebuah spesimen, sinar energi tinggi yang bermuatan partikel seperti elektron atau proton, atau berkas sinar X, difokuskan ke spesimen yang akan diteliti. Selanjutnya sebuah atom dalam spesimen yang mengandung elektron dasar di masing-masing tingkat energi atau kulit elektron terikat pada inti. Sinar yang dihasilkan dapat mengeksitasi elektron di kulit dalam dan mengeluarkannya dari kulit, sehingga terdapat lubang elektron di mana elektron itu berada sebelumnya. Sebuah elektron dari luar kulit yang berenergi lebih tinggi kemudian mengisi lubang, dan perbedaan energi antara kulit yang berenergi lebih tinggi dengan kulit yang berenergi lebih rendah dapat dirilis dalam bentuk sinar-X. Jumlah dan energi dari sinar-X yang dipancarkan dari spesimen dapat diukur oleh spektrometer energi-dispersif. Energi dari sinar X yang dihasilkan merupakan karakteristik dari perbedaan energi antara dua kulit, dan juga karakteristik struktur atom dari unsur yang terpancar sehingga memungkinkan komposisi unsur dari spesimen dapat diukur.

3.4.3 *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode karakteristik material yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan di tabung sinar-X yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik. Pada Gambar 3.6 menampilkan alat uji yang digunakan.



Gambar 3.6 Alat Uji *X-Ray Diffraction*

Tahapan kerja *X-ray diffraction* (XRD) terdiri dari empat tahap, yaitu: produksi, difraksi, deteksi dan interpretasi. Pada tahapan produksi, elektron yang dihasilkan ketika filamen (katoda) dipanaskan akan dipercepat akibat perbedaan tegangan antara filamen (katoda) dan logam target (anoda) sehingga terjadi tumbukan dengan logam target. Tumbukan antara elektron yang dipercepat tersebut dengan logam target akan menghasilkan radiasi sinar-X yang akan keluar dari tabung sinar-X dan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji.

Pada tahap difraksi, radiasi sinar-X yang telah dihasilkan oleh tabung sinar-X akan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam fasa padat karena dalam kondisi tersebut kedudukan atom-atomnya berada dalam susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang-bidang kristal tersebut, maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah kecil di antara bidang-bidang kristal tersebut. Pola-pola difraksi tersebut sebenarnya menyerupai pola gelap dan terang. Pola gelap terbentuk ketika terjadi interferensi destruktif,

sedangkan pola terang terbentuk ketika terjadi interferensi konstruktif dari pantulan gelombang-gelombang sinar-X yang saling bertemu. Persamaan 3.5 menunjukkan Hukum Bragg.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(3.5)$$

dimana,

- n = urutan difraksi;
- λ = panjang gelombang sinar-X;
- d = jarak antar bidang kristal; dan
- θ = sudut difraksi.

Tahap ketiga yaitu deteksi, interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal material yang diuji selanjutnya akan dideteksi oleh detektor. Agar detektor dapat mendeteksi interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal material yang diuji dengan tepat, maka posisinya harus berada tepat pada arah sudut pantul radiasi sinar-X tersebut.

Tahap Interferensi konstruktif radiasi sinar-X yang telah dideteksi oleh detektor selanjutnya akan diperkuat gelombangnya dengan menggunakan amplifier. Lalu interferensi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak grafik yang ditampilkan oleh layer komputer. Dengan menganalisis puncak-puncak grafik tersebut struktur kristal suatu material dapat diketahui.

3.4.4 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Alat uji FTIR digunakan untuk melakukan analisa kualitatif yaitu untuk mengetahui ikatan kimia (gugus fungsi) yang dapat ditentukan dari spektra vibrasi yang dihasilkan oleh suatu senyawa pada panjang gelombang tertentu. Selain itu digunakan juga untuk analisa kuantitatif yaitu melakukan perhitungan tertentu dengan menggunakan intensitas. Pada sistim optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang

diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer FTIR adalah TGS (*Tetra Glycerine Sulphate*) atau MCT (*Mercury Cadmium Telluride*). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekwensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.

Pada Gambar 3.7 ditunjukkan alat uji yang digunakan. Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi infrared diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh *detector*. Vibrasi dapat terjadi karena energi yang berasal dari sinar infrared tidak cukup kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi ataupun eksitasi elektron pada molekul senyawa yang ditembak dimana besarnya energi vibrasi tiap atom atau molekul berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram.



Gambar 3.7 Alat Uji FTIR

3.4.5 *Cyclic Voltammetry*

Voltametri Siklik adalah teknis analisis umum yang digunakan dalam analisis kualitatif dari reaksi elektrokimia. Teknik ini mampu memberikan informasi mengenai termodinamika proses reduksi-oksidasi dan kinetika transfer elektron yang terjadi dipermukaan elektroda. Pada teknik voltametri ini potensial diberikan dalam suatu siklus antara dua nilai beda potensial, pada awal potensial meningkat hingga maksimum kemudian turun secara linier dengan nilai kemiringan yang sama hingga kembali ke potensial awal.

Sel voltametri terdiri dari 3 buah elektroda yang dicelupkan ke dalam larutan yang mengandung analit dan larutan elektrolit pendukung. Elektroda yang pertama adalah pekerjaan elektroda yang terjadi reaksi redoks dari analit, tergantung dari potensi yang diberikan. Variasi potensial yang diberikan akan memberikan nilai arus yang berbeda-beda tergantung dari analit yang dianalisis. Nilai arus ini dapat diketahuidari puncak voltamogram yang diperoleh.

Elektroda yang kedua adalah elektroda pembanding. Elektroda ini merupakan elektroda yang nilai potensinya dibuat tetap selama penilaian dan dinilai tidak tergantung pada jenis dan komposisi yang dibutuhkan. Elektroda pembanding yang biasanya digunakan adalah elektroda Ag / AgCl. Jenis elektroda yang ketiga adalah elektroda pembantu. Elektroda ini biasanya dibuat dari bahan yang seperti Pt. elektroda pembantu digunakan untuk mengalirkan arus antara elektroda kerja dan elektroda pembantu, sehingga arus dapat dihasilkan.



Gambar 3.8 Alat Uji *Cyclic Voltammetry*

Dalam sel elektrokimia, tiga elektroda tersebut dicelupkan ke dalam larutan yang mengandung analit atau pelarut elektrolit non reaktif yang disebut elektrolit pendukung. Elektrolit pendukung diperlukan pada analisis yang didorong oleh potensi untuk mengurangi tahanan dan efek elektromigrasi serta menjagakekuatan ion. Dalam pengerjaan, pendukung elektrolit yang biasanya digunakan adalah garam anorganik, asam mineral, dan penyangga. Voltamogram yang dicatat selama pengukuran menggambarkan hubungan arus dengan potensial. Sinyal yang diperoleh pada potensial tertentu dihasilkan oleh elektrodakerja dan bergantung dari jenis teknik yang digunakan. Hasil dari Voltametri Siklik ini adalah hubungan antara arus dan potensial disebut voltamogram siklik. Untuk menghitung besarnya kapasitansi spesifik digunakan Persamaan 3.7. Untuk menghitung besarnya energi spesifik digunakan Persamaan 3.8. Untuk menghitung besarnya daya spesifik digunakan Persamaan 3.9. Untuk menghitung waktu discharge digunakan Persamaan 3.10

$$Cs = \frac{\int idV}{2 w \gamma \Delta V} \dots \dots \dots (3.7)$$

$$E = \frac{0,5 x C x \Delta V^2}{w x 0,001 x 3600} \dots \dots \dots (3.8)$$

$$P = \frac{E x 3600}{t} \dots \dots \dots (3.9)$$

$$t = \frac{\Delta V}{\gamma} \dots \dots \dots (3.10)$$

dimana :

- Cs = Kapasitansi Spesifik (Farad/gr)
t = Waktu *discharge* (sekon)
I = Arus (Ampere)
w = Massa Elektroda *Graphene* (gr)
 γ = Scan Rate (V/s)
 ΔV = *Potensial Window* (Volt)
E = Energi Spesifik (Wh/kg)
C = Kapasitansi (Farad)
P = Daya Spesifik (W/kg)

3.4.6 *Electrochemical Impedance Spectroscopy*

EIS adalah metode untuk menganalisis suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah (5-10 mV) dari rentang frekuensi yang sangat lebar. Pada prinsipnya, *EIS* digunakan untuk menentukan parameter kinetika elektrokimia berkaitan dengan unsur-unsur listrik seperti tahanan R, kapasitansi C dan induksi L.

Tahanan listrik dalam *EIS* dinyatakan dengan impedansi (Z) yaitu ukuran kemampuan suatu rangkaian dalam menahan aliran arus listrik. Dalam impedansi, sinyal potensial dan arus AC berada dalam fase berbeda dan nilainya dipengaruhi oleh frekuensi.

Hasil dari pengujian *EIS* berupa tiga Gambar kurva yaitu *plot Nyquist*, *plot bode* $|Z|$ dan *plot bode* $[C]$. *EIS* diukur melalui potensial AC yang dialirkan pada sel elektrokimia untuk mengetahui besar arus yang mengalir dalam sistem. Tahanan listrik dalam *EIS* dinyatakan dengan impedansi (Z) yaitu ukuran kemampuan suatu rangkaian dalam menahan aliran arus listrik. Dalam impedansi, sinyal potensial dan arus AC berada dalam fase berbeda dan nilainya dipengaruhi oleh frekuensi.

Pengujian *EIS* menggunakan *set-up* 3 elektroda dimana elektroda kerja adalah elektroda superkapasitor, elektroda referensi menggunakan Ag/AgCl dan elektroda *counter* menggunakan grafit. Elektrolit yang digunakan adalah Na₂SO₄ 1M dengan

rentang tegangan 0 – 0.8 Volt. Nilai kapasitansi dari data EIS dapat diperoleh dengan menggunakan Persamaan 3.11.

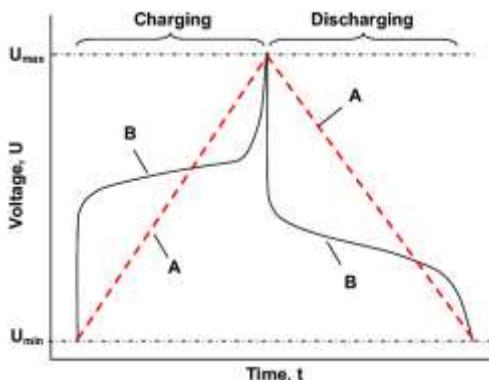
$$C = \frac{1}{2 \times \pi \times f \times Z''} \dots \dots \dots (3.11)$$

dimana:

- C = Kapasitansi (Farad)
- π = 3,14
- f = frekuensi (Hz)
- Z'' = Impadansi Imajiner (Ω)

3.4.7 Galvanostatic Charge-Discharge

Pengujian *Galvanostat charge-discharge* dilakukan untuk mengetahui waktu pengisian dan pengosongan muatan pada elektroda superkapasitor. Dalam pengujian ini, arus yang digunakan adalah 1mA, 2mA, dan 3mA dengan rentang potensial 0 – 0.8 Volt. Alat yang digunakan yaitu CorrTest, sama seperti alat uji yang digunakan pada CV.



Gambar 3.9 Skema Hasil Uji *Charge-Discharge*
(Akinwolema dkk,2015)

Untuk mencari nilai kapasitansi dari hasil pengujian *charge-discharge*, digunakan Persamaan 3.12.

$$C = \frac{I \times t}{m \times \Delta E} \dots \dots \dots (3.12)$$

dimana:

- C = Kapasitansi (F)
- I = Arus (Ampere)
- t = waktu charging/discharging
- m = massa aktif dari elektroda (gram)
- ΔE = Potential Window (Volt)

3.5 Jadwal Kegiatan Penelitian

Berikut jadwal yang dilakukan pada penelitian ini :

Tabel 3.2 Jadwal Kegiatan

No	Kegiatan	Bulan 1				Bulan 2				Bulan 3				Bulan 4				Bulan 5			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Asistensi ke Dosen Pembimbing	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
2	Studi Literatur	■	■	■	■	■	■	■	■												
3	Persiapan alat dan Bahan	■	■	■	■																
4	Pembuatan Proposal TA	■	■	■	■																
5	Sintesis Grafit Oksida		■	■	■	■	■	■	■												
6	Sintesis rGO					■	■	■	■	■	■	■	■								
7	Pembuatan Elektroda						■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■				
8	Pengujian Sampel			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■				
9	Analisis Data dan pembahasan															■	■	■	■		
10	Pembuatan Laporan Akhir TA																	■	■	■	■

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

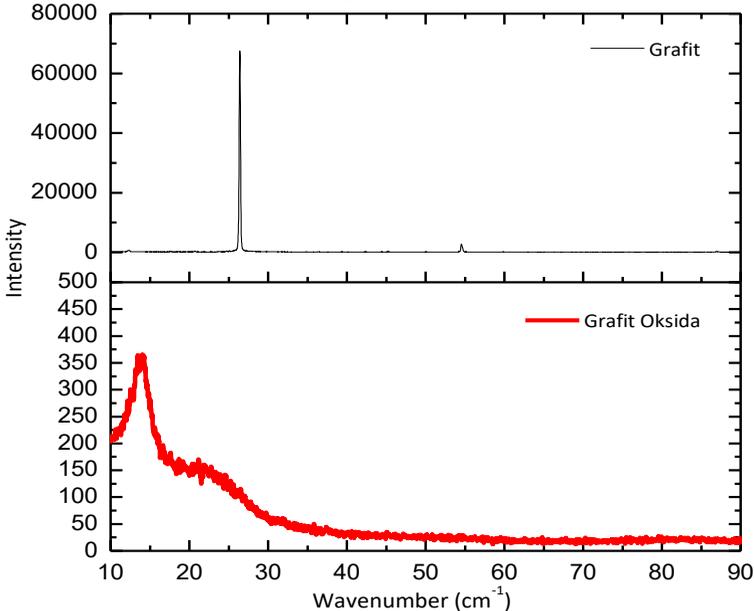
Pada penelitian ini, terdapat beberapa jenis pengujian yang dilakukan, yaitu pengujian karakterisasi material yang bertujuan untuk membuktikan bahwa sampel yang dibuat adalah material rGO yang sesuai dan pengujian sifat kapasitif material untuk mengidentifikasi sifat-sifat elektronik yang dimiliki material. Untuk membuktikan sampel tersebut adalah rGO dilakukan dengan menggunakan beberapa pengujian yaitu XRD, FTIR, SEM dan EDX. Selanjutnya, untuk mengidentifikasi sifat kapasitif dari material digunakan pengujian CV, EIS dan *Charge-Discharge*.

4.1 Hasil Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan pada grafit, grafit oksida, dan *reduced Graphene Oxide* (rGO) dengan variasi massa reduktor Fe powder 0,34 gram, 0,68 gram, dan 1,02 gram. Pengujian ini dilakukan untuk melihat perbedaan posisi puncak yang mengindikasikan adanya perubahan struktur dari grafit menjadi grafit oksida lalu menjadi rGO.

Gambar 4.1 menunjukkan hasil uji XRD dari grafit dan grafit oksida. Terlihat bahwa peak grafit berada pada posisi $2\theta = 26.41^\circ$, memiliki intensitas tinggi dan bentuk yang sangat tajam dengan $d_{\text{spacing}} = 3.37 \text{ \AA}$ dengan ICCD 00-041-1487. Hal ini menunjukkan bahwa grafit memiliki sifat kristalinitas yang sangat baik. Selanjutnya, grafit akan dioksidasi untuk mendapatkan grafit oksida. Dari hasil uji XRD diketahui bahwa grafit oksida memiliki peak pada $2\theta = 13.73^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 6.55 \text{ \AA}$. Grafit oksida memiliki d_{spacing} yang lebih besar dari grafit serta terjadi penurunan intensitas. Perubahan posisi puncak, nilai d_{spacing} dan nilai intensitas dikarenakan banyak gugus fungsional oksigen yang berhasil melekat pada struktur kristal grafit selama proses oksidasi (Peng Chen *et al*, 2017). Menurut penelitian Changjing *et al* (2013) grafit berada pada peak = 26.58° dan grafit oksida sekitar $2\theta = 14^\circ$. Hal ini menunjukkan bahwa grafit telah berhasil dioksidasi menjadi

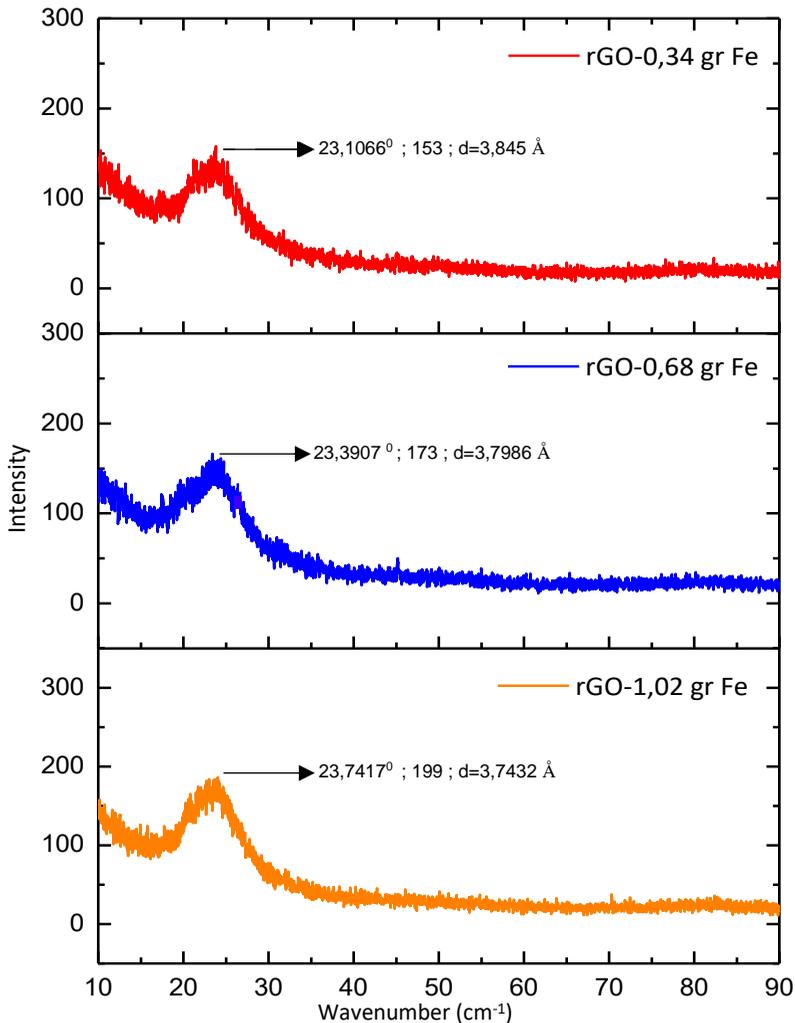
grafit oksida. Selain itu, grafit oksida memiliki intensitas yang lebih rendah dari grafit dan terlihat *peak* yang melebar mengindikasikan struktur yang *amorphouse*.



Gambar 4.1 Pola XRD dari Grafit dan Grafit Oksida

Tahap selanjutnya adalah mensintesis grafit oksida menjadi rGO. Untuk mensintesis grafit oksida menjadi rGO digunakan agen pereduksi Fe *powder*. Pada Gambar 4.2 ditunjukkan hasil uji XRD dari rGO dengan variasi massa reduktor Fe. Dapat dilihat bahwa pada penambahan 0,34 gr Fe terdapat puncak $2\theta = 23,10^\circ$ dengan intensitas sebesar 153 dan $d_{\text{spacing}}=3,845 \text{ \AA}$. Selanjutnya, pada penambahan 0,64 gr Fe terdapat puncak $2\theta = 23,39^\circ$ dengan intensitas sebesar 173 dan $d_{\text{spacing}}=3,79 \text{ \AA}$. Terakhir, pada penambahan 1,02 gr Fe terdapat *peak* $2\theta = 23,74^\circ$ dengan intensitas sebesar 199 dan $d_{\text{spacing}}=3,74 \text{ \AA}$. Dari ketiga data diatas, dapat diketahui dengan penambahan massa reduktor Fe akan mengakibatkan posisi *peak* bergeser ke kanan mendekati *peak*

grafit, serta intensitasnya akan semakin tinggi. Perhitungan jarak antar *layer* pada grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* disajikan dalam Tabel 4.1



Gambar 4.2 Pola XRD dari *Reduced Graphene Oxide*

Perhitungan jarak antar *layer* (d_{spacing}) menggunakan Hukum Bragg pada Persamaan 4.1 yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh variasi massa Fe terhadap jarak antar layer (*interlayer distance*).

$$d_{002} = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots(4.1)$$

- dimana : d_{002} = Jarak antar layer
 λ = Panjang Gelombang (1.54 Å)
 θ = Sudut Difraksi (°)

Tabel 4.1 Perhitungan Jarak antar Layer pada Grafit, Grafit Oksida, rGO

Material	Posisi 2 θ (°)	Intensity (a.u)	d_{spacing} (Å)
Grafit	26,41	-	3,3700
Grafit Oksida	13,73	-	6,5500
rGO – 0,34 gr Fe	23,1066	153	3,8450
rGO – 0,68 gr Fe	23,3907	173	3,7986
rGO – 1,02 gr Fe	23,7417	199	3,7432

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa terjadi peningkatan jarak antar layer dari grafit ke grafit oksida. Hal ini membuktikan bahwa proses oksidasi telah berhasil dilakukan. Dimana ikatan hidroksil yang ada pada grafit oksida mengakibatkan jarak antar layer nya semakin merenggang. Selanjutnya, pada proses pembuatan rGO dari grafit oksida juga telah berhasil dilakukan. Hal tersebut dapat diamati dari nilai d_{spacing} rGO yang lebih kecil dibandingkan dengan grafit oksida. Dimana, gugus hidroksil yang ada pada grafit oksida berhasil direduksi dengan Fe sehingga gugus hidroksil menghilang dan mengakibatkan jarak antar layer kembali mengecil. Jika

diamati pada ketiga variasi massa reduktor yang ada terlihat bahwa variasi massa reduktor yang paling tinggi memiliki nilai d_{spacing} yang paling mendekati d_{spacing} grafit. Selain d_{spacing} , nilai intensitas pada rGO dengan variasi massa reduktor yang semakin banyak mengakibatkan intensitasnya semakin tinggi. Tingkat intensitas pada XRD mempengaruhi sifat dari kristalinitas rGO, dimana semakin baik sifat kristalinitasnya maka semakin teratur susunan atom materialnya yang akhirnya semakin mudah elektron untuk mengalir (Theivasanthi dkk, 2013).

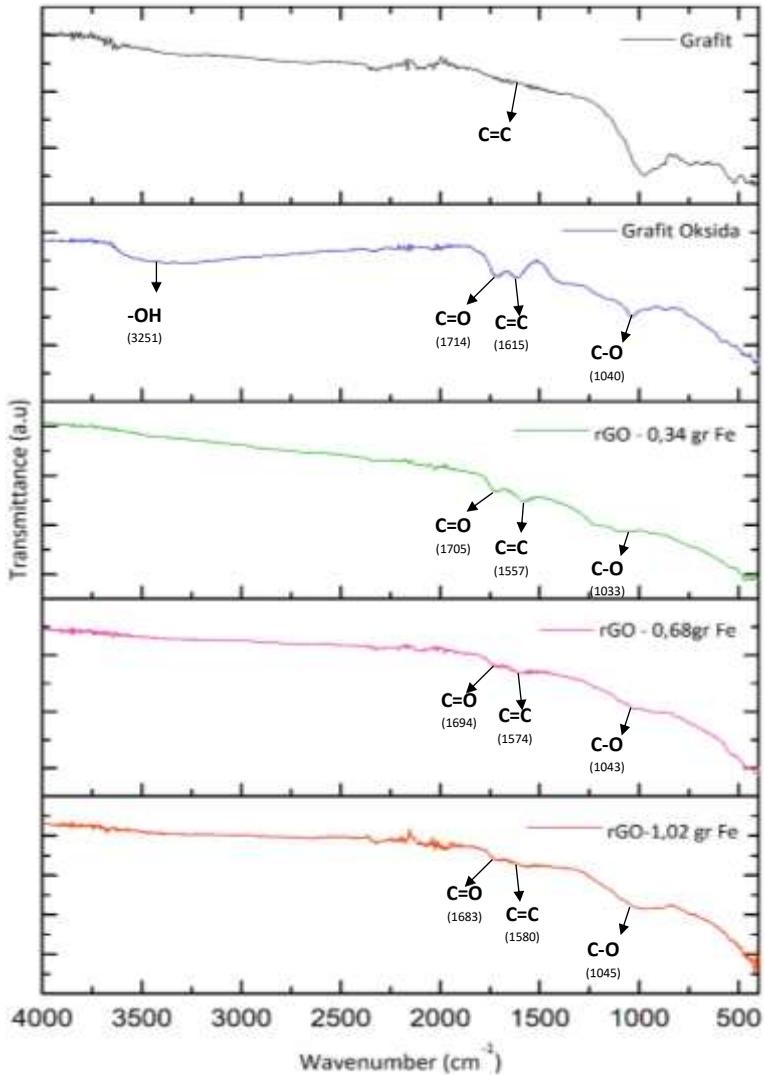
4.2 Hasil Pengujian Pengujian Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesis. Pengujian ini dilakukan pada grafit, grafit oksida, dan *reduced Graphene Oxide* (rGO) dengan variasi massa reduktor Fe powder 0,34 gram ; 0,68 gram ; dan 1,02 gram. Pengujian ini menggunakan alat Nicolet IS10 dengan *range* panjang gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.

Tabel 4.2 Jenis Gugus Ikatan (Alazmi dkk, 2016)

No	Wavenumber (cm^{-1})	Range Wavenumber (cm^{-1})	Jenis Ikatan
1	1041	1030-1150	C – O (Alkoxy)
2	1600	1400-1600	C = C (Aromatik)
3	1714	1690-1723	C = O (Carbonyl)
4	3281	3200-3700	O – H (Alkohol)

Tabel 4.2 menyajikan jenis gugusan ikatan sebagai referensi untuk menganalisa ikatan-ikatan yang ada pada grafit, grafit oksida, dan *reduced Graphene Oxide* (rGO).

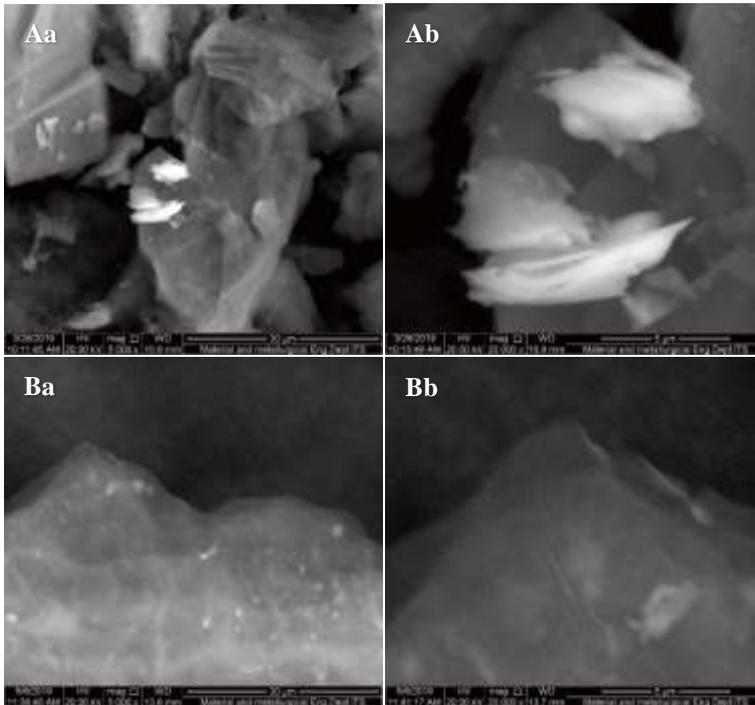


Gambar 4.3 Hasil FTIR pada Grafrit dan Grafrit Oksida

Gambar 4.3 menunjukkan hasil FTIR antara grafit dan grafit oksida. Pada grafit oksida terlihat memiliki ikatan C-O, C=C, C=O, -OH dengan panjang gelombang berturut-turut sebesar 1040 cm^{-1} , 1615 cm^{-1} , 1714 cm^{-1} , dan 3251 cm^{-1} . Ikatan hidroksil yang ada menunjukkan bahwa grafit telah berhasil dioksidasi menjadi grafit oksida. Hal ini sesuai dengan penelitian G.Wang *et al* (2015). Selanjutnya, grafit oksida akan direduksi menjadi *reduced Graphene Oxide*. Reduksi dilakukan dengan bantuan agen pereduksi yaitu menggunakan *Fe powder*. Gambar 4.3 ditunjukkan hasil FTIR *reduced Graphene Oxide* dengan variasi massa reduktor *Fe powder*. Pada ketiga variasi reduktor terlihat memiliki ikatan C=C dan C-O. Jika dibandingkan dengan grafit oksida terlihat bahwa telah terjadi pelemahan pada gugus ikatan C-O. Hal ini menunjukkan bahwa proses reduksi telah berhasil menghilangkan sebagian jumlah oksigen yang ada. Selain itu gugus ikatan -OH yang ada pada grafit oksida terlihat tidak ada lagi pada rGO. Hal ini menunjukkan grafit oksida telah berhasil direduksi dengan menghilangnya ikatan O-H yang mengindikasikan bahwa telah terjadi pengurangan jumlah atom O dan H. Selain itu ikatan yang ada mengindikasikan bahwa telah terbentuknya *reduced Graphene Oxide*. Hal ini sesuai dengan penelitian Peng Chen *et al* (2017). Penambahan massa reduktor mengakibatkan semakin melemahnya gugus ikatan C-O yang ada dan memperkuat gugus ikatan C=C pada rGO. Sehingga variasi massa reduktor yang paling tinggi memiliki tingkat kemurnian yang lebih baik dibandingkan variasi massa reduktor lainnya.

4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menghasilkan Gambar dari sebuah spesimen dengan memindainya menggunakan sinar elektron berenergi tinggi. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari sampel yang ada. Adapun pengujian SEM dilakukan pada sampel grafit, grafit oksida, *reduced Graphene Oxide* (rGO), *nickel foam*, dan elektroda.

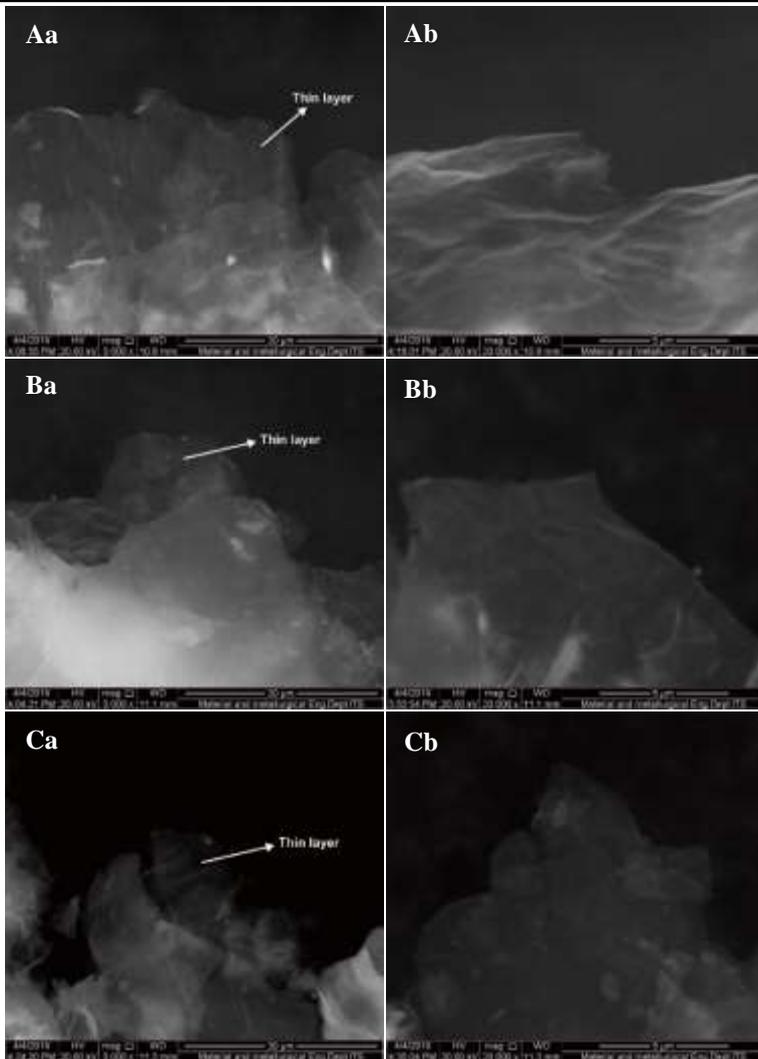


Gambar 4.4 Morfologi dari (A) Grafit, (B) Grafit Oksida; dengan Perbesaran (a) 5.000x, (b) 20.000x

Gambar 4.4 menunjukkan morfologi dari grafit dan grafit oksida. Terlihat pada Gambar 4.4.A bahwa struktur dari grafit berbentuk *flake*/serpihan yang tidak beraturan, menyebar, dan ketebalan yang tidak merata. Pada Gambar 4.4.B terlihat bahwa struktur morfologi grafit oksida berbentuk lembaran-lembaran berlapis dan transparan. Dari hasil tersebut ditunjukkan bahwa telah terjadi perubahan struktur dari grafit ke grafit oksida.

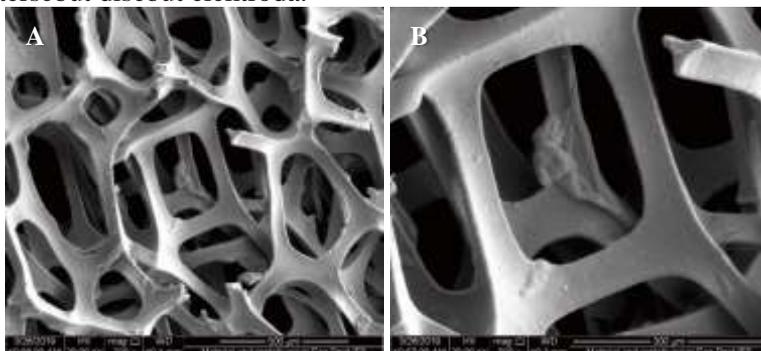
Gambar 4.5 menunjukkan bentuk morfologi dari rGO yang telah direduksi oleh serbuk Fe. Jika dibandingkan dengan morfologi grafit oksida, terlihat bahwa reduksi yang dilakukan

dengan serbuk Fe telah berhasil. Hal tersebut ditunjukkan dengan semakin tipisnya lembaran yang ada pada rGO. Gambar 4.5 menunjukkan perbandingan bentuk morfologi hasil rGO yang telah direduksi oleh serbuk Fe dengan variasi massa 0,34 gram, 0,68 gram, dan 1,02 gram. Terlihat bahwa terdapat perbedaan hasil dari rGO dengan variasi massa pereduksi yang diberikan. Untuk menganalisis rGO yang lebih jelas dilakukan dengan perbesaran 20.000x. Terlihat pada rGO dengan massa pereduksi 0,34 gr (Gambar 4.5.A) morfologi berbentuk lembaran tipis dan transparan, namun jika dibandingkan dengan rGO dengan variasi massa pereduksi 0,68 gr (Gambar 4.5B) terlihat bahwa lembarannya semakin tipis dan transparan. Jika dibandingkan dengan rGO dengan massa pereduksi 1,02 gr (Gambar 4.5C) menunjukkan bahwa lembaran semakin tipis dan transparan. Hal ini memperlihatkan bahwa dengan peningkatan massa pereduksi Fe akan menyebabkan lembaran rGO akan semakin tipis dan transparan.



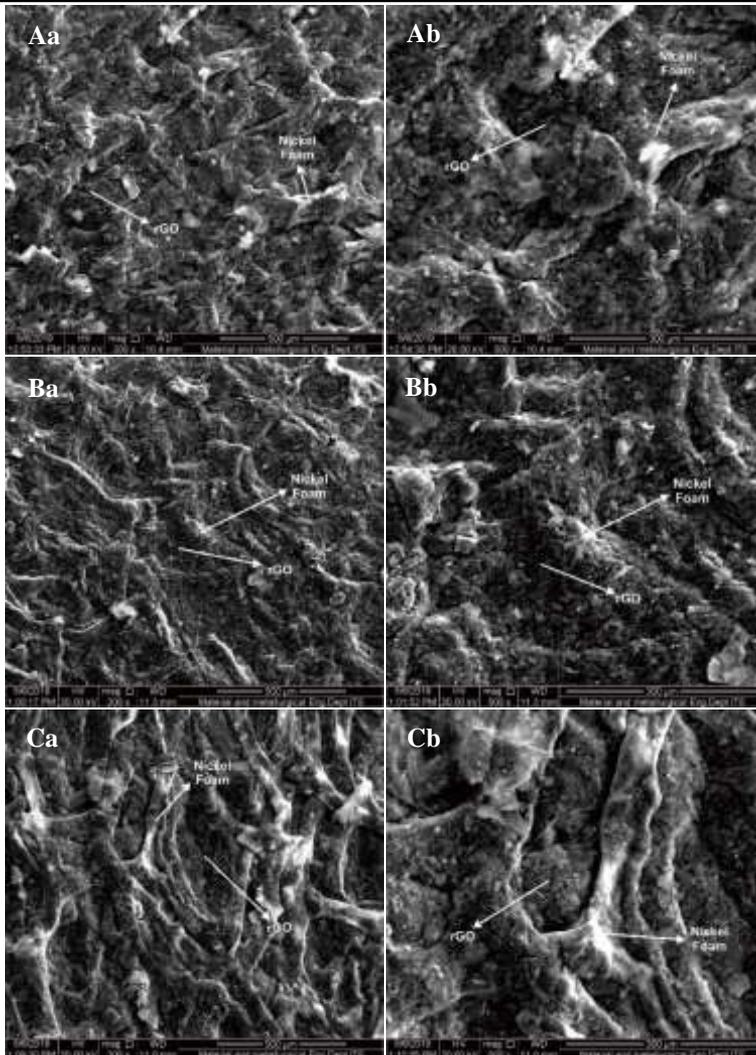
Gambar 4.5 Morfologi rGO yang Direduksi oleh Serbuk Fe dengan Variasi Massa (A) 0,34 gram, (B) 0,64 gram, (C) 1,02 gram; dengan Perbesaran (a) 5.000x, (b) 20.000x

Tahapan selanjutnya setelah mendapatkan rGO adalah mendepositkan rGO pada *nickel foam*. Pengujian SEM pada *nickel foam* yang telah terdeposit rGO untuk mengetahui persebaran rGO yang terdeposit pada *nickel foam*. *Nickel foam* yang terdeposit rGO tersebut disebut elektroda.



Gambar 4.6 Morfologi *Nickel Foam* dengan Perbesaran (A) 200x ; (B) 500x

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa *nickel foam* berbentuk *sponge*/berongga. *Nickel foam* yang memiliki rongga ini sangat membantu karena selanjutnya akan didepositkan dengan rGO. Dengan bentuk berongga ini, maka akan semakin banyak rGO yang dapat terdeposit pada *nickel foam*, selain itu dengan *porous* yang dimiliki *nickel foam* akan meningkatkan luas area kontak dengan elektrolit.



Gambar 4.7 Morfologi Elektroda *Nickel Foam* yang telah Terdeposit rGO dengan Variasi Massa Reduktor Fe(A) 0,34 gram, (B) 0,64 gram, (C) 1,02 gram; dengan Perbesaran (a) 5.000x, (b) 20.000x

Gambar 4.7 menunjukkan bentuk morfologi dari elektroda yang terbuat dari *nickel foam* yang telah terdeposit rGO. Dari Gambar tersebut tampak bahwa *nickel foam* yang dicelupkan ke dalam larutan rGO mengakibatkan rGO mengisi rongga-rongga yang ada pada pori-pori *nickel foam*. Pada Gambar 4.7 terlihat rGO mengisi diantara *nickel foam* yang ditunjukkan dengan warna hitam, sementara *nickel foam* berwarna putih.

4.4 *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)*

EDS adalah salah satu teknik analisis untuk menganalisis unsur atau karakteristik kimia dari spesimen. Pada pengujian ini untuk mengetahui nilai persentase unsur dari material uji. Adapun pengujian EDX dilakukan pada sampel grafit oksida dan *reduced Graphene Oxide (rGO)*. Dari pengujian EDX dapat diketahui pengaruh dari variasi penambahan reduktor Fe (0,34 gram, 0,68 gram, dan 1,02 gram) terhadap persentase unsur C, O, dan Fe.

Tabel 4.3 Komposisi Unsur Penyusun pada Sampel

Sampel	Element	Wt%	At%
Grafit Oksida	<i>C K</i>	52,62	59,67
	<i>O K</i>	47,38	40,33
rGO – 0,34 gr Fe	<i>C K</i>	65,34	71,66
	<i>O K</i>	34,34	28,27
	<i>Fe K</i>	0,32	0,08
rGO – 0,68 gr Fe	<i>C K</i>	73,11	78,69
	<i>O K</i>	26,17	21,14
	<i>Fe K</i>	0,73	0,17
rGO-1,02 gr Fe	<i>C K</i>	76,32	81,64
	<i>O K</i>	22,54	18,10
	<i>Fe K</i>	1,15	0,26

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa unsur yang terdapat pada grafit oksida yaitu C dan O. Hal ini menunjukkan bahwa grafit telah berhasil dioksidasi dimana terdapat unsur O yang cukup tinggi sebesar 40,33 At%. Nilai rasio C/O grafit oksida sebesar 1,48. Pada rGO dengan variasi massa reduktor 0,34 gram Fe terdapat unsur C, O, dan Fe. Hal ini menunjukkan bahwa GO telah berhasil direduksi menjadi rGO dimana terdapat unsur O yang semakin kecil dibandingkan dengan persentase unsur O pada grafit oksida sebesar 28,27 At% dengan nilai rasio C/O sebesar 2,53. Penyusun rGO dengan variasi massa reduktor 0,68 gram Fe yaitu C, O, dan Fe. Dengan persentase unsur O pada grafit oksida sebesar 21,14 At% dan nilai rasio C/O sebesar 3,72. Pada variasi massa reduktor 1,02 gram Fe, persentase unsur O pada sebesar 18,10 At%. Nilai rasio C/O sebesar 4,51. Selain itu, pada Tabel 4.3 memperlihatkan bahwa terdapat sejumlah Fe yang tersisa. Sisa Fe yang terdapat pada hasil EDX dikarenakan terdapat Fe yang tidak bereaksi dengan HCl baik penambahan HCl pertama kali untuk membuat suasana asam, maupun penambahan HCl kedua dan ketiga untuk proses pencucian. Dari hasil yang didapatkan, semakin tinggi massa reduktor Fe maka akan meningkatkan % atom C di dalam *reduced graphene oxide* (rGO).

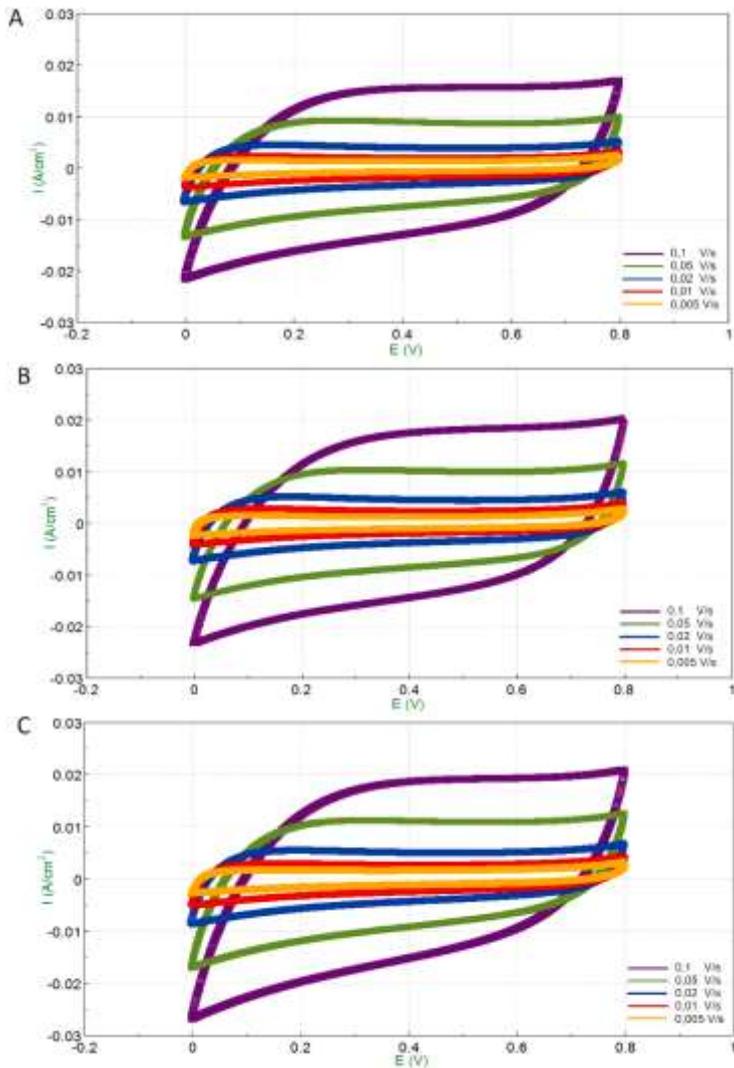
4.5 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengujian *Cyclic Voltammetry* dilakukan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda *nickel foam* yang telah didepositkan dengan *reduced Graphene Oxide*. Dengan variasi massa agen pereduksi 0,34 gram Fe, 0,68 gram Fe dan 1,02 gram Fe. Instrumen yang digunakan pada pengujian ini adalah CorrTest. Pengujian dilakukan menggunakan 3 *set up electrode* dimana elektroda referensi menggunakan Ag/AgCl dan *counter electrode* menggunakan grafit. Pada pengujian ini menggunakan variasi *scan rate* yang dimulai dari 0,005 V/s ; 0,01 V/s ; 0,02 V/s ; 0,05 V/s ; 0,1 V/s serta variasi *potential window* dari 0 V sampai 0,8 V dengan menggunakan elektrolit Na₂SO₄. Pemberian perlakuan *scan rate* yang berbeda-beda bertujuan untuk mengetahui pengaruh

scan rate terhadap nilai kapasitansi yang didapatkan. Sementara itu penggunaan Na_2SO_4 1 M sebagai elektrolit netral pada potensial kerja 0 – 0,8 V tidak menimbulkan gundukan (*hump*) seperti pada Gambar 4.8. Adapun gundukan (*hump*) tersebut merupakan indikasi bahwa telah terjadi reaksi redoks atau efek pseudocapacitance.

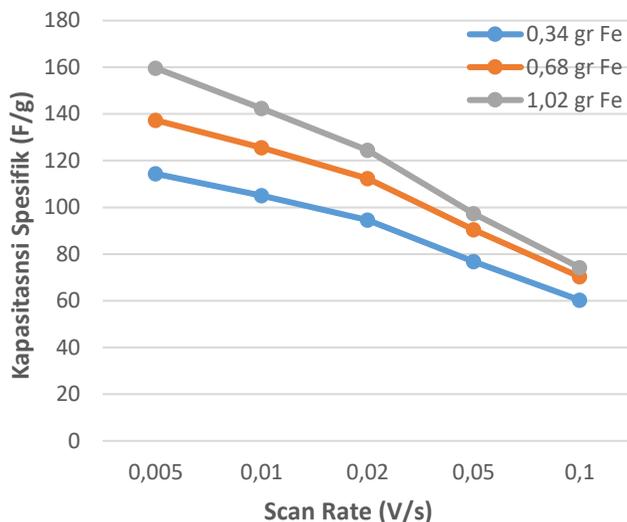
Pada Gambar 4.8 dapat diamati bahwa ketiga kurva memiliki bentuk yang mirip. Memiliki bentuk *rectangular* dan tidak memiliki *hump*. Hal ini mengindikasikan bahwa tidak terjadinya efek *pseudocapacitance*. Dengan bentuk yang *rectangular* maka menandakan bahwa sampel memiliki sifat EDLC. Untuk mengetahui nilai dari kapasitansi ketiga sampel tersebut dilakukan perhitungan dengan menggunakan Persamaan 3.2 lalu akan dibandingkan dari pengaruh perlakuan *scan rate* yang berbeda pada tiap sampelnya.

Pada Gambar 4.8 hasil pengujian CV pada variasi massa reduktor 0,34 gr Fe menunjukkan bentuk *rectangular* yang mengindikasikan sifat EDLC. Diketahui juga bahwa semakin besar *scan rate* akan mengakibatkan luasan area kurva menjadi lebih besar. Nilai *specific capacitance* yang terbesar adalah 114,38 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s dan nilai *specific capacitance* terkecil adalah 60,27 F/g pada *scan rate* 0,1 V/s.



Gambar 4.8 Kurva *Cyclic Voltammetry* dari Elektroda *Nickel Foam – Reduced Graphene Oxide* dengan Variasi Massa Reduktor (A) 0,34 gram Fe, (B) 0,64 gram Fe, (C) 1,02 gram Fe

Pada kurva CV variasi massa reduktor 0,64 gram Fe memiliki bentuk *rectangular* dengan ukuran kurva yang lebih besar dari kurva CV variasi massa reduktor 0,34 gram Fe dengan nilai *specific capacitance* terbesar adalah 137,33 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s dan nilai *specific capacitance* terkecil adalah 70,28 F/g pada *scan rate* 0,1 V/s. Selanjutnya, pada kurva CV variasi massa reduktor 1,02 gr Fe juga berbentuk *rectangular* dan memiliki bentuk yang lebih besar dari kurva sebelumnya. Memiliki nilai *specific capacitance* terbesar adalah 159,67 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s dan nilai *specific capacitance* terkecil adalah 74,2 pada *scan rate* 0,1 V/s.



Gambar 4.9 Hubungan antara Nilai Kapasitansi dan *Scan Rate*

Gambar 4.9 menunjukkan bahwa nilai kapasitansi dari setiap sampel berbeda-beda seiring dengan variasi *scan rate* yang diberikan. Dengan pemberian *scan rate* yang lebih kecil maka nilai kapasitansinya akan lebih besar dan dengan *scan rate* yang lebih besar mengakibatkan nilai kapasitansinya turun. Hal ini disebabkan oleh ketika pemberian *scan rate* akan mempengaruhi laju ion-ion dari elektrolit menuju elektroda. Dimana dengan scan

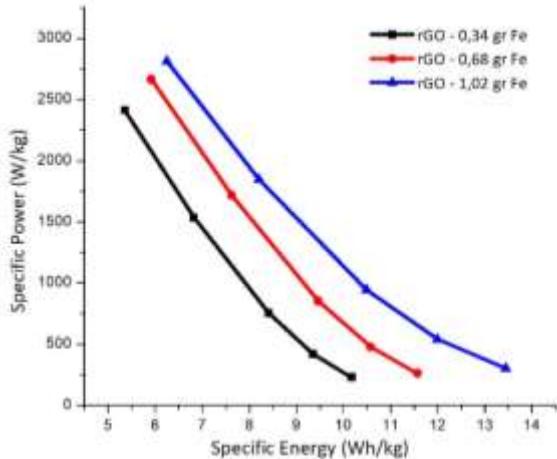
rate yang rendah maka laju pemberian tegangan menjadi lambat sehingga ion-ion yang terdisosiasi dari larutan elektrolit akan dapat berdifusi masuk ke dalam *porous nickel foam* membentuk *double layer*. Sementara dengan pemberian *scan rate* yang cepat akan membutuhkan waktu yang singkat untuk ion-ion elektrolit berdifusi ke dalam elektroda. Sehingga tidak semua bagian material yang ikut dalam proses difusi ion.

Dari ketiga sampel tersebut dapat diketahui bahwa nilai kapasitansi terbesar dimiliki elektroda dengan variasi massa reduktor 1,02 gr Fe dengan nilai 159,67 F/g, lalu diikuti elektroda dengan variasi massa reduktor 0.68 gr Fe dengan nilai 137,33 F/g, dan yang terkecil adalah elektroda dengan variasi massa reduktor 0,34 gr Fe dengan nilai 114,38 F/g.

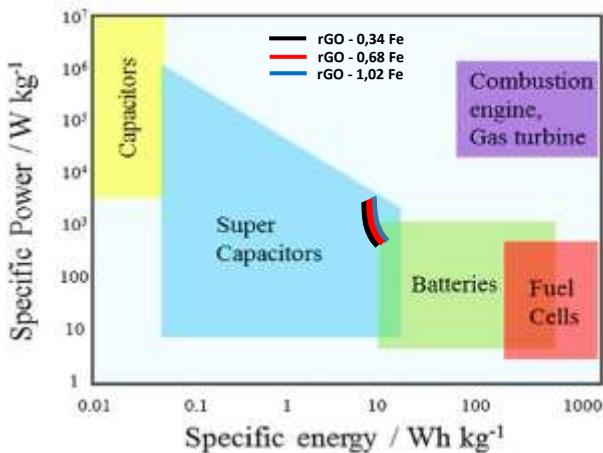
Tabel 4.4 Data Hasil Pengujian CV

Massa reduktor Fe (gram)	<i>Cyclic Voltametry</i>			
	<i>Scan Rate</i> (V/s)	Kapasitansi Spesifik (F/g)	<i>Specific Energy</i> (Wh/kg)	<i>Specific Power</i> (W/kg)
0,34	0,005	114,3816	10,172	228,9
	0,01	105,0987	9,346	420,6
	0,02	94,5493	8,408	756,8
	0,05	76,7434	6,825	1535,6
	0,1	60,2664	5,360	2412,0
0,68	0,005	137,3333	11,570	260,3
	0,01	125,5625	10,578	476,0
	0,02	112,3021	9,462	851,5
	0,05	90,5069	7,625	1715,7
	0,1	70,2778	5,921	2664,4
1,02	0,005	159,6667	13,449	302,6
	0,01	142,3993	11,995	539,8
	0,02	124,5365	10,491	944,2
	0,05	97,3750	8,203	1845,7
	0,1	74,2014	6,252	2813,3

Dari Tabel 4.4 dapat diketahui nilai *specific energy* dan *specific power* material. Adapun persamaan yang digunakan dalam menentukan *specific energy* dan *specific power* menggunakan Persamaan 3.3 dan Persamaan 3.4. Pada Gambar 4.10 ditunjukkan hubungan antara *specific energy* dan *specific power* dan jika ditempatkan pada *plot ragone* maka ketiga sampel termasuk superkapasitor (Gambar 4.11)



Gambar 4.10 Hubungan *Specific Energy* dan *Specific Power*



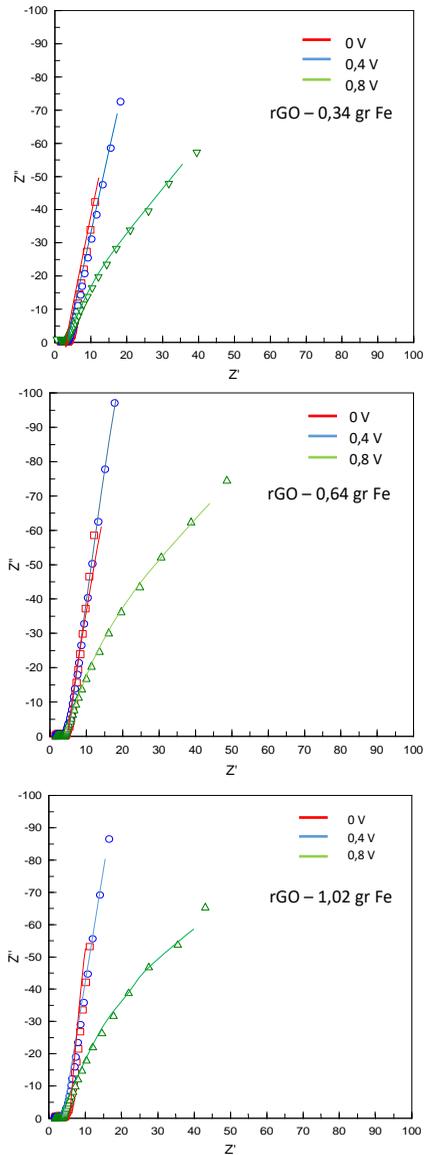
Gambar 4.11 *Specific Energy* dan *Specific Power* Sampel pada *Ragone Plot*

4.6 Hasil Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*

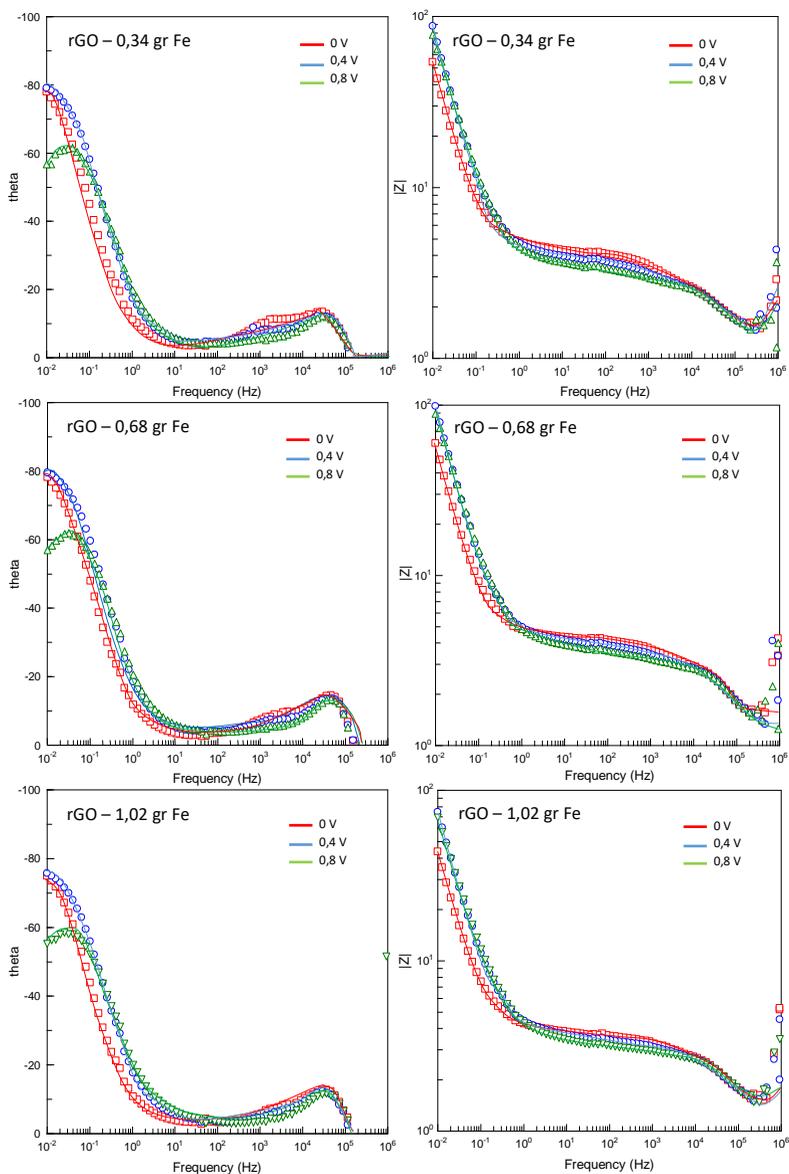
Pengujian EIS bertujuan untuk mengetahui lebih lanjut sifat kapasitif dari material. Pengujian ini menggunakan alat CorrTest dan elektrolit yang digunakan adalah Na_2SO_4 . Dari pengujian ini didapatkan data utama berupa kurva *Nyquist*, *plot bode* $|Z|$ dan *phase angle*.

Sifat impedansi dari suatu material terhadap fungsi frekuensi (*bode plot*) merupakan suatu perkara yang penting untuk diidentifikasi, karena sifat listrik sistem elektrokimia superkapasitor biasanya digunakan sebagai filter frekuensi rendah pada *ac hardware circuit*. Semakin besar nilai kapasitansi spesifik semakin baik pula kemampuan filteringnya, khususnya pada frekuensi rendah semakin tinggi nilai kapasitansi spesifik menyebabkan perhitungan impedansi sulit dilakukan.

Plot Nyquist menjelaskan hubungan impedansi *real* (Z') dan impedansi *imajiner* (Z'') pada frekuensi tertentu dimana impedansi *real* diletakkan pada sumbu-x dan impedansi *imajiner* diletakkan pada sumbu y. Semakin tegak grafik yang dihasilkan menandakan bahwa semakin baik sifat kapasitif yang diperoleh. Pada Gambar 4.12 ditunjukkan bahwa grafik yang paling tegak dimiliki oleh rGO 1,02 gr Fe diikuti rGO 0,68 gr Fe dan terakhir 0,34 gr Fe. Hal tersebut menandakan bahwa rGO 1,02 memiliki sifat kapasitif yang paling baik dari ketiga elektroda



Gambar 4.12 Plot Nyquist pada Elektroda *Nickel foam* – rGO



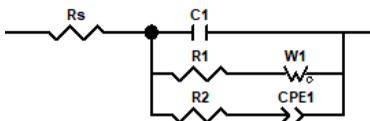
Gambar 4.13 Grafik *Phase Angle* (kiri) dan *Plot Bode |Z|* (kanan)

Tabel 4.5 Hasil Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Massa reduktor Fe (gram)	<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i>						
	DC Potential (V)	Freq (Hz)	Z' (ohm)	Z'' (ohm)	Z (ohm)	C (F)	Cs(F/g)
0,34	0	0,010012	11,072	-53,131	54,272	0,272	143,386
	0,4	0,010012	16,264	-88,189	89,677	0,158	83,195
	0,8	0,010013	12,179	-58,444	59,699	0,147	77,545
0,68	0	0,010012	11,29	-53,073	54,261	0,300	166,484
	0,4	0,010012	16,657	-86,439	88,029	0,184	102,220
	0,8	0,010012	43,034	-65,602	78,457	0,242	134,688
1,02	0	0,010012	11,325	-42,219	43,712	0,377	209,285
	0,4	0,010012	18,419	-72,474	74,778	0,219	121,917
	0,8	0,010012	39,524	-56,953	69,324	0,279	155,142

Tabel 4.5 menyajikan hasil pengujian EIS. Berdasarkan Tabel dapat diketahui bahwa nilai impedansi rill yang paling tinggi dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa reduktor 1,02 gram Fe. Untuk impedansi imajiner yang paling tinggi dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa reduktor 0,34 gram Fe. Untuk nilai $|Z|$ yang paling tinggi dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa reduktor 0,34 gram Fe. Hal ini menunjukkan bahwa nilai impedansi tertinggi dimiliki oleh 0,34 gram Fe. Selain itu, dari EIS juga dapat dihitung nilai kapasitansi dengan menggunakan Persamaan 3.5. Nilai kapasitansi tertinggi dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa reduktor 1,02 gram Fe.

Untuk menganalisa data EIS yang didapatkan dari pengujian maka dilakukan *fitting equivalent circuit*. Dengan *fitting equivalent circuit* tersebut dapat dianalisis hubungan antara struktur dan sifat kapasitifnya. *Equivalent Circuit* yang digunakan menggunakan kombinasi paralel dari sirkuit Randles. (Susanti,2007).



Gambar 4.14 *Equivalent Circuit* yang Digunakan pada EIS

Gambar 4.14 menunjukkan sirkuit yang digunakan pada fitting EIS. R_s adalah hambatan yang disebabkan oleh larutan yang terjadi antara elektroda *reference* dan elektroda kerja, C_1 adalah kapasitansi yang muncul pada permukaan elektroda. R_1 adalah hambatan yang terjadi saat transfer muatan dari elektrolit ke elektroda kerja. Sebuah sirkuit R_2 CPE1 ditambahkan untuk memperhitungkan frekuensi ketergantungan dalam rentang frekuensi rendah. CPE1 adalah konstanta elemen fase yang mewakili kapasitansi tergantung-frekuensi. R_2 menunjukkan resistensi terkait dengan tautan listrik dengan CPE1. Serta impedansi Warburg (W) pada kemiringan garis 45^0 yang menunjukkan adanya difusi ion pada permukaan elektroda (Susanti,2007).

Tabel 4.6 Nilai *Resistance* dari *Equivalent Circuit Fitting* EIS

Variasi massa reduktor	DC Potensial	$C_1 (10^{-5})$ (F)	$R_1 (\Omega)$	Resistivitas $R_1 (\Omega.m)$	Konduktivitas (S/m)
0,34 gr Fe	0	0,495	1,375	0,0138	72,706
	0,4	1,011	1,202	0,0120	83,174
	0,8	0,940	0,873	0,0087	114,499
0,64 gr Fe	0	0,787	1,250	0,0162	61,773
	0,4	2,536	1,124	0,0112	88,934
	0,8	1,283	0,762	0,0076	131,278
1,02 gr Fe	0	3,202	0,729	0,0073	137,244
	0,4	11,038	0,650	0,0065	153,935
	0,8	7,495	0,629	0,0063	158,889

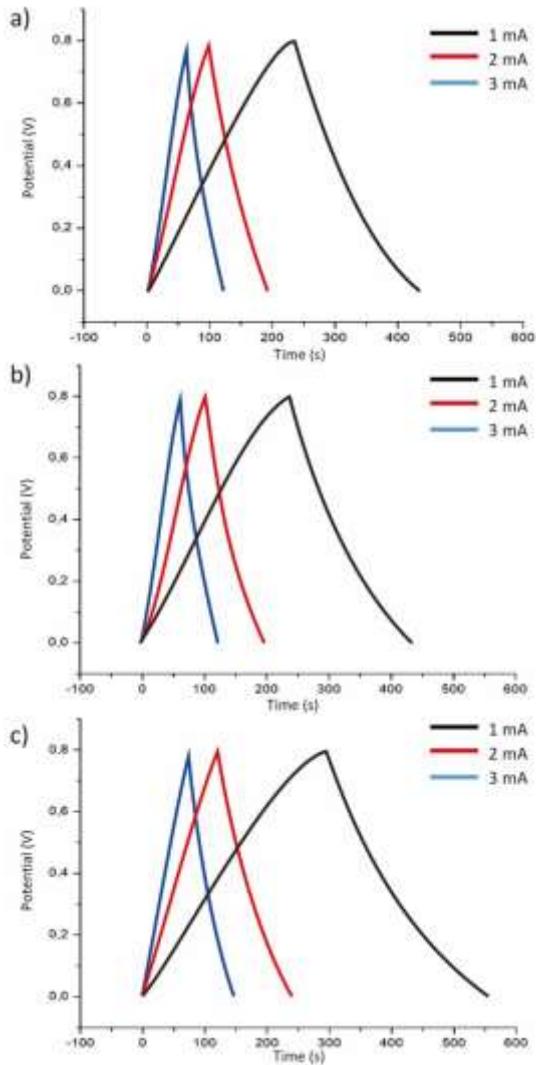
Tabel 4.6 menunjukkan hasil *fitting* menggunakan *equivalent circuit*. Dari Tabel dapat diketahui bahwa R1 (resistansi elektroda) yang terbesar dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa reduktor 0,34 gram Fe. Jika dilakukan konversi ke nilai resistivitas dan konduktivitas maka elektroda yang memiliki resistivitas dan konduktivitas yang paling baik adalah elektroda dengan variasi massa reduktor 1,02 gram. Selain itu, dapat diketahui bahwa nilai C1 (kapasitansi yang muncul pada permukaan elektroda) yang paling tinggi dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa 1,02 gram Fe. Dari data tersebut, dapat disimpulkan bahwa sifat kapasitif yang paling baik dimiliki oleh elektroda dengan variasi massa 1,02 gram Fe.

4.7 Hasil Pengujian *Galvanostatic Charge-Discharge* (GCD)

Pengujian *Charge-discharge* dilakukan secara galvanostatik pada rentang tegangan 0 V sampai dengan 0,8 Volt dengan arus charge-discharge (pengisian dan pengosongan) sebesar 1 mA, 2 mA, dan 3 mA. Pengujian ini menggunakan alat CorrTest dengan elektrolit Na₂SO₄.

Umumnya, kurva charge-discharge memiliki dua bentuk yang menandakan perilaku dari proses charge-discharge nya masing-masing. Bentuk tersebut adalah simetris dan tidak simetris, kurva simetris menunjukkan proses charge-discharge yang sama, sementara tidak simetris menunjukkan proses charge lebih lama dari discharge.

Pada Gambar 4.15 ditunjukkan kurva *charge-discharge* memperlihatkan karakteristik penyimpanan superkapasitor. Kurva *charge-discharge* dari ketiga elektroda tersebut berbentuk segitiga. Bentuk kurva tersebut menunjukkan model superkapasitor yang dapat melakukan pengisian muatan dan pengosongan muatan dan bersifat reversibel. Selain itu, dengan bentuk yang mendekati segitiga sempurna mengindikasikan bahwa pengisian dan pengosongan berlangsung secara seimbang.

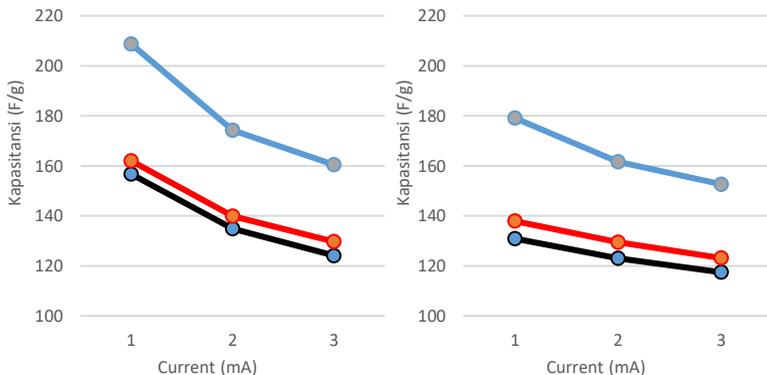


Gambar 4.15 Kurva *Charge Discharge* pada Elektroda rGO dengan Massa Reduktor a) 0,34 gram Fe b) 0,68 gram Fe dan c) 1,02 gram Fe

Tabel 4.7 Hasil *Charge-Discharge* pada Elektroda

Massa reduktor Fe (gram)	Galvanostatic Charging/Discharging (GCD)						
	Charge Current (mA)	Discharge Current (mA)	t Charge (s)	t Discharge (s)	Cs Charge (F/g)	Cs Discharge (F/g)	Charge-Discharge Efficiency
0,34	1	1	238,2	199,0	156,71	130,92	84%
	2	2	102,5	93,5	134,82	123,00	91%
	3	3	62,9	59,5	124,13	117,45	95%
0,68	1	1	233,3	198,6	162,01	137,92	85%
	2	2	100,7	93,2	139,92	129,46	93%
	3	3	62,3	59,1	129,71	123,15	95%
1,02	1	1	300,6	257,9	208,75	179,10	86%
	2	2	125,4	116,4	174,19	161,67	93%
	3	3	77,0	73,3	160,44	152,67	95%

Tabel 4.7 menunjukkan hasil perhitungan dari kurva *charge-discharge*. Untuk menentukan kapasitansi digunakan Persamaan 3.6. Pada Tabel menunjukkan pada arus pengisian 1 mA dengan mengisi rentang tegangan dari 0 V sampai 0,8 V diperlukan waktu (T_c) sebesar 238,2 detik dan pengosongan (T_d) sebesar 199 detik pada sampel rGO-0,34 gr Fe, T_c sebesar 233,3 detik dan T_d 198,6 detik untuk sampel rGO-0,68 gr Fe, T_c sebesar 300,6 detik dan T_d 257,9 detik untuk sampel rGO-1,02 gr Fe. Sementara pada arus pengisian dan pengosongan 3 mA diperlukan waktu (T_c) sebesar 62,9 detik dan pengosongan (T_d) sebesar 59,5 detik pada sampel rGO-0,34 gr Fe, T_c sebesar 62,3 detik dan T_d 59,1 detik untuk sampel rGO-0,68 gr Fe, T_c sebesar 77 detik dan T_d 73,3 detik untuk sampel rGO-1,02 gr Fe.



Gambar 4.16 Hubungan antara Kapasitansi *Charge* dan *Current* (kiri) serta Kapasitansi *Discharge* dan *Current* (kanan)

Tampak pula bahwa ketika arus pengisian dan pengosongan diperbesar, rentang waktu pengisian dan pengosongan menjadi lebih kecil. Nilai-nilai tersebut menunjukkan waktu yang dibutuhkan untuk pengisian dan pengosongan semakin cepat apabila arus pengisian dan pengosongannya semakin besar. Selain itu, nilai kapasitansi pada arus yang lebih kecil menunjukkan nilai yang lebih besar dibandingkan arus yang lebih besar (Gambar 4.16). Untuk nilai efisiensi antara pengisian dan pengosongan yang paling besar diperoleh pada pengisian-pengosongan arus yang paling besar yaitu 3 mA dengan nilai efisiensi 95 %.

Besar kapasitansi untuk nilai arus pengosongan yang berbeda dengan pengisian berkaitan dengan terlalu besarnya besar arus pengosongan yang digunakan dan adanya IR Drop yang terjadi pada permulaan proses discharge (Dyan Unmu, 2018). IR Drop terjadi akibat akumulasi dari hambatan dalam DC dan juga akibat arus listrik discharge yang mengalir terlalu besar.

Hasil pengukuran tersebut telah menggambarkan prinsip kerja model elektroda superkapasitor. Peningkatan massa reduktor pada rGO menyebabkan nilai kapasitansi naik. Selain itu, kurva

menunjukkan bahwa performa EDLC yang baik dengan waktu pengisian dan pengosongan yang tidak terpaut jauh.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dalam penelitian ini adalah :

1. *Reduced Graphene Oxide* (rGO) yang disintesis menggunakan agen pereduksi Fe dengan variasi massa reduktor 0,34 gram Fe, 0,68 gram Fe, dan 1,02 gram Fe telah berhasil dibuat. Dari pengujian XRD, SEM, EDS, dan FTIR dapat diketahui bahwa rGO dengan variasi massa reduktor yang semakin tinggi menyebabkan jarak antar layer semakin mendekati grafit dan intensitasnya semakin tinggi.
2. Berdasarkan pengujian CV, EIS, dan *Charge-Discharge* dapat diketahui bahwa rGO memiliki sifat superkapasitor. Dengan massa reduktor Fe yang semakin tinggi mengakibatkan sifat kapasitif dari elektroda semakin baik. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kapasitansi, konduktivitas yang semakin naik. Kapasitansi tertinggi dimiliki elektroda dengan variasi massa reduktor 1,02 gram Fe dengan nilai kapasitansi sebesar 159,67 F/g.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diperhatikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Melakukan penelitian dengan reduktor, variasi massa, dan parameter lainnya.
2. Melakukan pengujian *Bruner Emmet Teller* (BET) untuk mengetahui nilai dari luas permukaan aktif rGO.
3. Melakukan pengujian *Cycleability* untuk mengetahui siklus hidup pada elektroda rGO.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Aunkor M T H, Mahbulul I M, Saidur R and Metselaar H S C. 2016. *The Green reduction of Graphene Oxide*. RSC Adv. 6; 27807–28.
- Babcsán N., Banhart J., Leitmeier D. *Metal Foams – Manufacture and Physics of Foaming*. Hahn-Meitner Institute, Berlin, Germany
- Boukhalov DW, Katsnelson MI. *Modeling of Graphite Oxide*. J Am Chem Soc, 2008 ,130:10697–10701
- Braun, A.M., Hashem, T., Worner, M., & Schnabel, C.: *Pollutant Degradation and Analysis by (photo) Electrolysis and VUV-Photolysis*, Editors: Hu, Xijun & Yue, Po Locks, Selected Reading, pp 40-50, Word Scientific Publishing Co, Pte, Ltd, Singapore (2001).
- Chen J, Duan M, Chen G. *Continuous Mechanical Exfoliation of Graphene Sheets Via Three-roll Mill*. J Mater Chem, 2012, 22: 19625–19628
- Chen P., Hongqiang L, Song S., Weng X., Dongsheng H, Zhao Y.. *Adsorption of dodecylamine hydrochloride on graphene oxide in water* (2017). Elsevier Journal
- Chen P H., Min-Chun S., Pei-Di J., Ruei-Ci W, Chen-Bin W. *Graphene Sponge as an Efficient and Recyclable Oil Sorbent*.2017. Chung Cheng Institute of Technology, National Defense University, Taoyuan, 33509, Taiwan, ROC
- Chu, A. and P. Braatz (2002). *Comparison of commercial supercapacitors and highpower lithium-ion batteries for power-assist applications in hybrid electric vehicles Initial characterization*. Journal of Power Sources 112(1): 236-246.
- Dhanabalan, A., Li, X., Agrawal, R. et al. (2013) *Fabrication and characterization of SnO₂/graphene composites as high capacity anodes for Li-ion batteries*. Nanomaterials, 3, 606–614. doi: 10.3390/nano3040606

-
- Dimitrios G. Papageorgiou, Ian A. Kinloch, Young J.. ***Mechanical Properties of Graphene and Graphene-based Nanocomposites*** (2017). School of Materials and National Graphene Institute, The University of Manchester
- Du X., I. Skachko., A. Barker and E. Y. Andrei. ***Approaching Ballistic Transport In Suspended Graphene***. Nat Nano 2008, 3, 491-495.
- Fan Z, Kai W, Yan J., Wei T., Zhi L., Feng J., Yue-ming R., Li-Ping Song Fei Wei. ***Facile Synthesis of Graphene Nanosheets via Fe Reduction of Exfoliated Graphite Oxide***. 2010. Beijing 100084, China
- Gao W, Alemany LB, Ci L, Ajayan PM (2009) ***New insights into the structure and reduction of graphite oxide***. Nat Chem 1:403–408
- Gao Wei . ***Graphene Oxide Reduction Recipes, Spectroscopy, and Applications The Department of Textile Engineering Chemistry & Science***. 2015. College of Textiles North Carolina State University Los Alamos
- Hummers, W.S., & Offeman, R. E. (1958). ***Preparation of Graphitic Oxide. Journal of the American Chemical Society, 80(6), 1339–1339***
- Huy K.. ***The effect of nickel foam current collector in carbon electrode based electric double layer capacitor***. November 2001, Korea Institute of Energy
- Jörg J. S, Gerd B. ***Graphene: Synthesis, Characterization, Properties and Functional Behavior as Catalyst Support and Gas Sensor***. 2013. Vom Fachbereich Chemie der Technischen Universität Darmstadt
- Kreplova M., Richtera L., Kopel P., Kensova R., Iva B., Vedran M., Hynek D, Vojtech Adam, Rene Kizek (2016). ***Influence of Oxidation Stage and Exfoliation Extent of Carbon-Based Materials on Electrochemical Detection of As(III)***. Mendel University in Brno, Zemedelska 1, CZ-613 00 Brno, Czech Republic, European Union
-

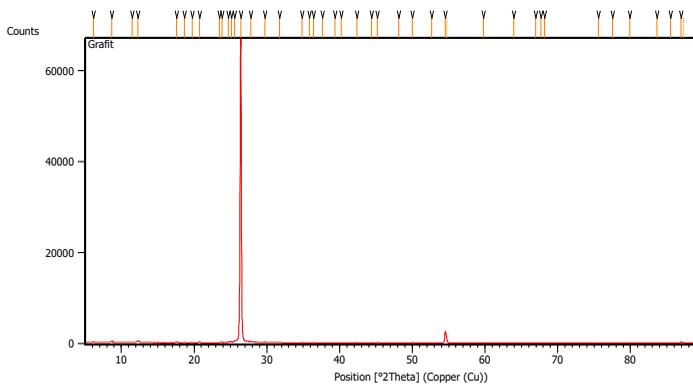
- Lin Genlian, Xie Bin-Huan, Hu Juan, Huang Xiao, Zhang Guo-Jun. ***Aligned Graphene Oxide Nanofillers: An Approach to Prepare Highly Thermally Conductive and Electrically Insulative Transparent Polymer Composites***. Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials Volume 2015,957068
- Marcano DC, Kosynkin DV, Berlin JM, Sinitskii A, Sun Z, Slesarev A, Alemany LB, Lu W, Tour JM ***Improved Synthesis of Graphene Oxide***. ACS Nano, 2010. 4:4806–4814
- Marin S. Halper James C. Ellenbogen. ***Supercapacitors: A Brief Overview***. March 2006 McLean, Virginia
- Mattevi C, Eda G, Agnoli S, Miller S, Mkhoyan KA, Celik O, Mostrogiovanni D, Granozzi G, Garfunkel E, Chhowalla M. ***Evolution of electrical, chemical, and structural properties of transparent and conducting chemically derived graphene thin films***. Adv Funct Mater 2008, 19:2577–2583
- Matthew J. Allen, Vincent C. Tung, Richard B. Kaner. ***Honeycomb Carbon: A Review of Graphene***. 2009. Department of Chemistry and Biochemistry and California NanoSystems Institute, and Department of Materials Science and Engineering, University of California, Los Angeles, Los Angeles, California 90095
- Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S.V., Grigorieva I.V., and Firsov A.A , ***Electric field effect in atomically thin carbon films***, Science, vol. 306, no.5696, 2004, pp. 666-669.
- Nurdiansah H. 2014. ***Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) dari Material Grafena***. Tesis Program Magister Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS. Surabaya
- Shao, G. *et al.*, ***Graphene Oxide: The Mechanisms of Oxidation and Exfoliation***. Journal of Materials Science, 47(10), 2012, pp. 4400 – 4409

-
- Singh, S. 2009. *Electrical Transport and Optical Studies of Transition Metal Ion Doped ZnO and Synthesis of ZnO based Nanostructure by Chemical Route, Thermal Evaporation and Pulsed Laser Deposition*. Thesis. Departmen Of Physics Indian, Institute Of Technology Madras.
- Stankovich, D. A. Dikin, R. D. Piner, K. A. Kohlhaas, A. Kleinhammes, Y. Jia, Y. Wu, S. T. Nguyen and R. S. Ruoff. *Synthesis of Graphene-Based Nanosheets via Chemical Reduction of Exfoliated Graphite Oxide*. Carbon 2007, 45, 1558-1565.
- Stoller MD, Park S, Zhu Y, An J, Ruoff RS. *Graphene-based Ultracapacitors* (2008). Nano Lett 8:3498–3502
- Wang G., B. Wang and J. Park, *Fabrication and characterization of Graphite/Nylon 12 composite via binder Jetting additive manufacturing process* (2009). Carbon 47, 68-72
- Wang, X., Zhi, L., & Müllen, K. (2008). *Transparent, Conductive Graphene Electrodes for Dye-Sensitized Solar Cells*. Nano Letters, 8(1), 323–327
- Wick P, Louw-Gaume AE, Kucki M, Krug HF, Kostarelos K, Fadeel B, et al. *Classification framework for graphene-based materials*. Angew Chem Int Ed 2014;53(30):7714–8
- Zhang Z., Liu X., Xiang Q, Huang Z., Ren L, Zhong J. *Hydrothermal synthesis of Ni3S2/graphene electrode and its application in supercapacitor*. Xiangtan University, Hunan 411105
- Zhu Y, Murali S, Stoller MD, Ganesh K, Cai W, Ferreira PJ, Pirkle A, Wallace RM, Cychosz KA, Thommes M (2011) *Carbon-based supercapacitors produced by activation of graphene*. Science 332:1537–154
-

LAMPIRAN

Lampiran 1 :Pengujian XRD

1. Grafit

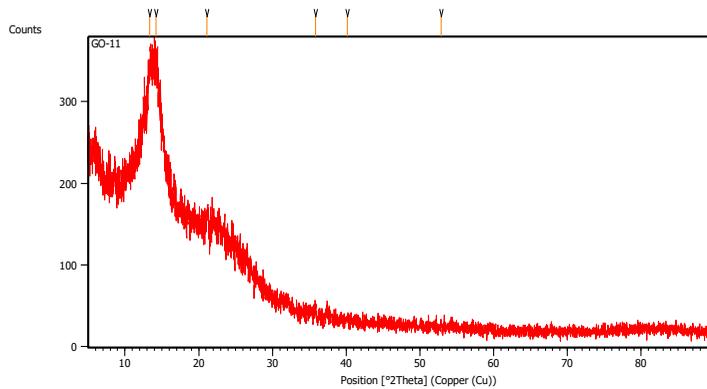


Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1453	102.26	0.2007	14.38259	0.17
8.7018	368.52	0.0836	10.16200	0.60
11.4752	65.40	0.2007	7.71145	0.11
12.2639	445.68	0.1171	7.21725	0.72
17.5770	215.57	0.0669	5.04583	0.35
18.6807	100.71	0.1338	4.75011	0.16
19.7127	37.38	0.2007	4.50369	0.06
20.7563	267.65	0.0836	4.27955	0.43
23.5000	70.22	0.1004	3.78575	0.11
23.8120	160.51	0.1673	3.73685	0.26
24.6834	257.63	0.0669	3.60686	0.42
25.1311	290.21	0.1004	3.54361	0.47

25.5313	395.06	0.2007	3.48897	0.64
26.4533	61716.85	0.1840	3.36943	100.00
27.7841	300.24	0.2676	3.21098	0.49
29.7224	143.19	0.2007	3.00586	0.23
31.7451	52.17	0.2676	2.81880	0.08
34.8671	71.95	0.1338	2.57322	0.12
35.8437	42.64	0.2007	2.50532	0.07
36.4434	144.93	0.1171	2.46546	0.23
37.6209	35.38	0.2676	2.39096	0.06
39.3882	64.21	0.2007	2.28766	0.10
40.2170	44.42	0.2007	2.24241	0.07
42.3583	99.22	0.2342	2.13387	0.16
44.3921	78.60	0.1673	2.04072	0.13
45.1992	178.00	0.2007	2.00614	0.29
48.1527	24.48	0.2007	1.88976	0.04

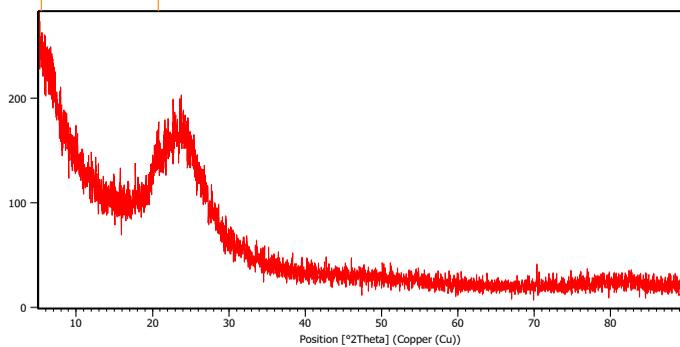
2. Grafit Oksida



Peak List:

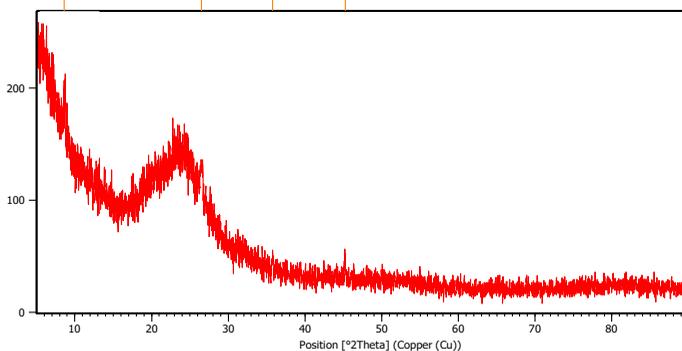
Pos. [$^{\circ}2\Theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\Theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
13.3449	104.31	0.4015	6.63494	84.08
14.1806	124.07	0.5353	6.24578	100.00
21.1383	17.14	0.2007	4.20308	13.82
35.8666	8.68	0.2007	2.50378	6.99
40.1612	3.75	0.4684	2.24540	3.02
52.8485	6.90	0.2007	1.73239	5.56

3. rGO – 1,02 gr Fe



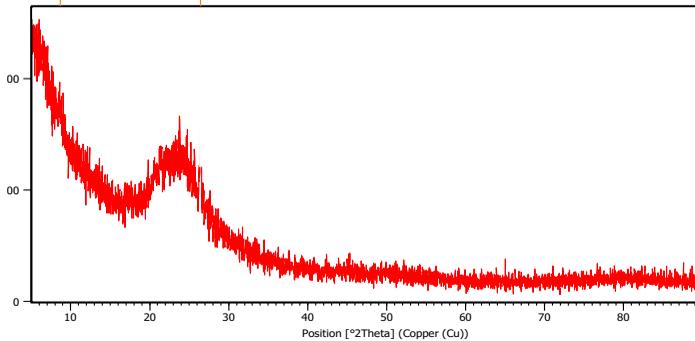
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.4406	32.85	0.8029	16.24389	100.00
20.7757	14.40	0.9368	4.27562	43.83

4. rGO – 0,68 gr Fe



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.6357	30.98	0.2007	10.23964	71.36
26.5146	43.41	0.2676	3.36177	100.00
35.7578	10.34	0.2007	2.51114	23.81
45.2227	12.86	0.4015	2.00515	29.62

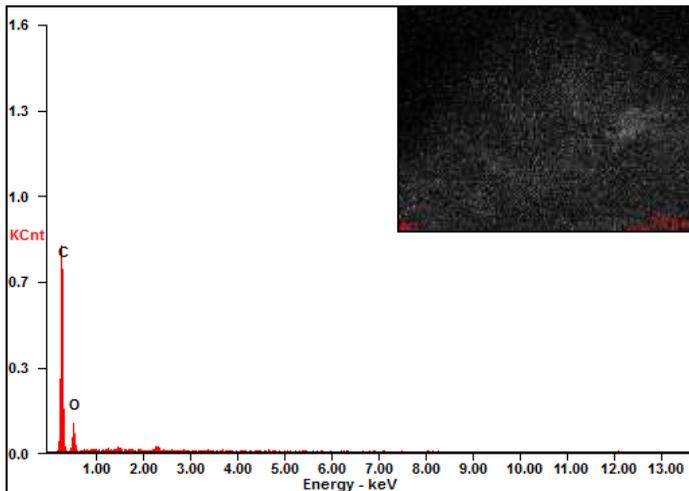
5. rGO – 0,34 gr Fe



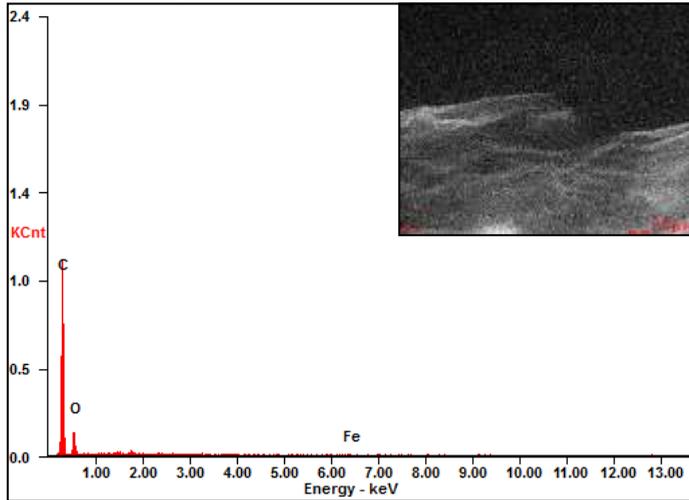
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.6458	13.47	0.8029	10.22766	23.46
26.4288	57.41	0.1673	3.37250	100.00

Lampiran 2 : Pengujian EDX

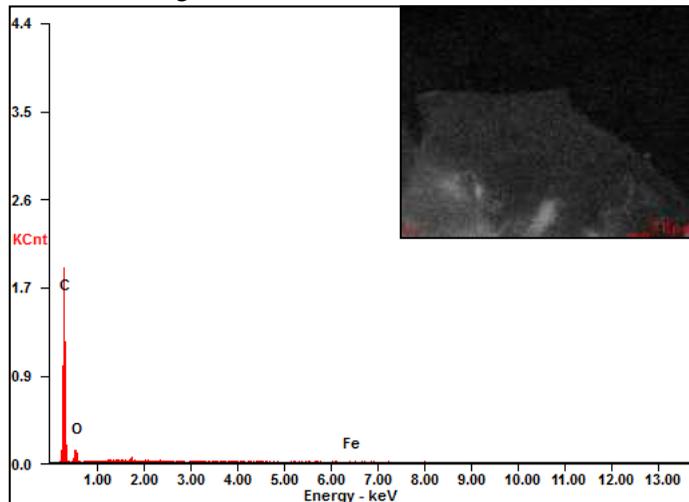
1. Grafit Oksida



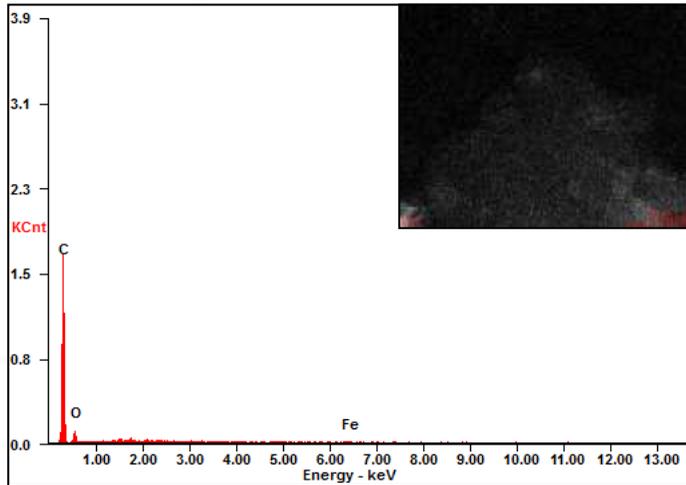
2. rGO – 0,34 gr Fe



3. rGO – 0,68 gr Fe

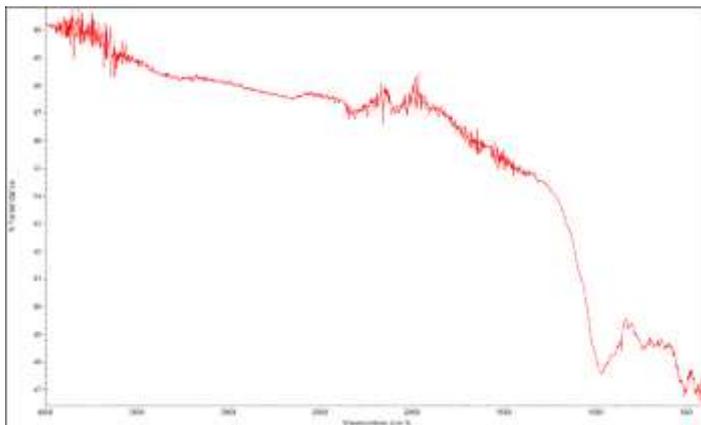


4. rGO – 1,02 gr Fe

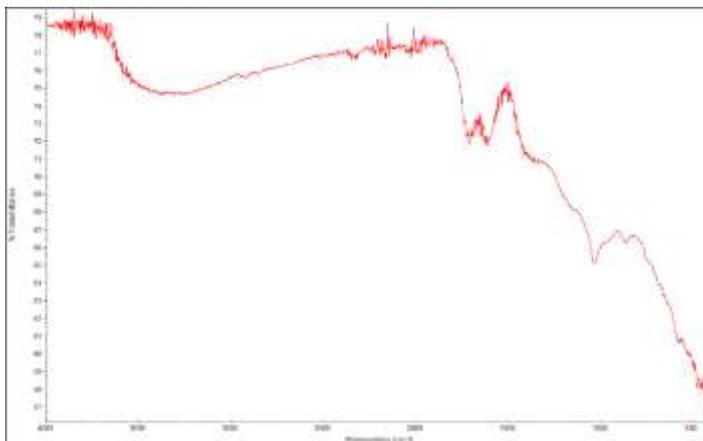


Lampiran 3 : Pengujian FTIR

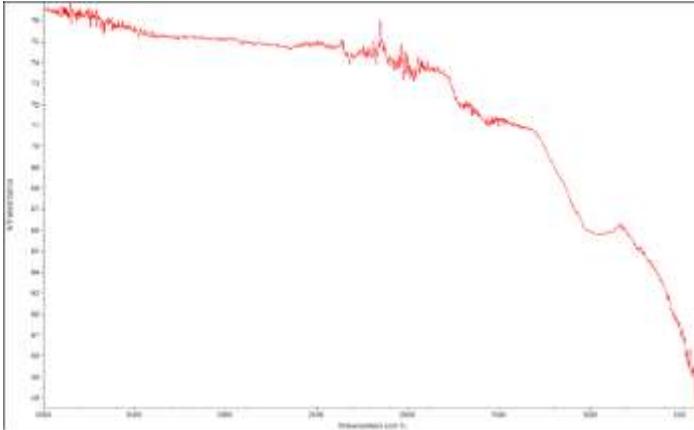
1. Grafit



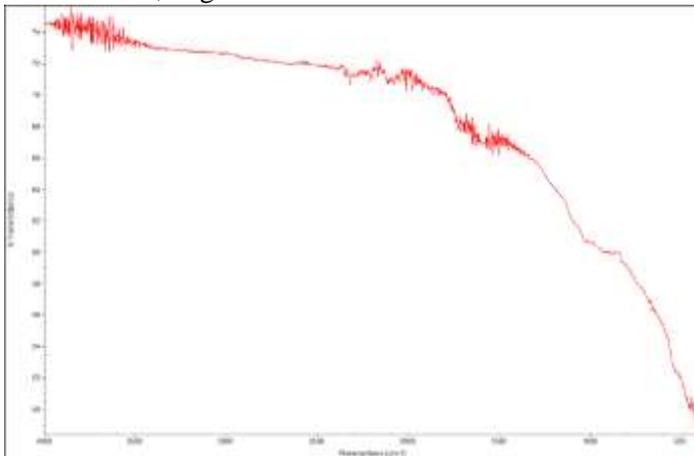
2. Grafit Oksida



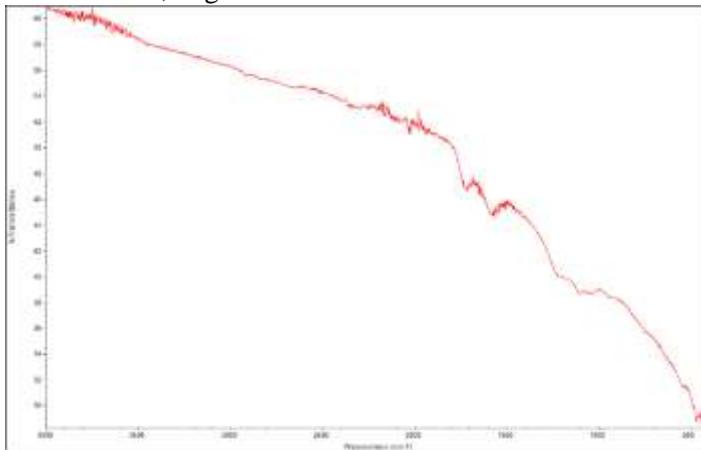
3. rGO – 1,02 gr Fe



4. rGO – 0,68 gr Fe



5. rGO – 0,34 gr Fe

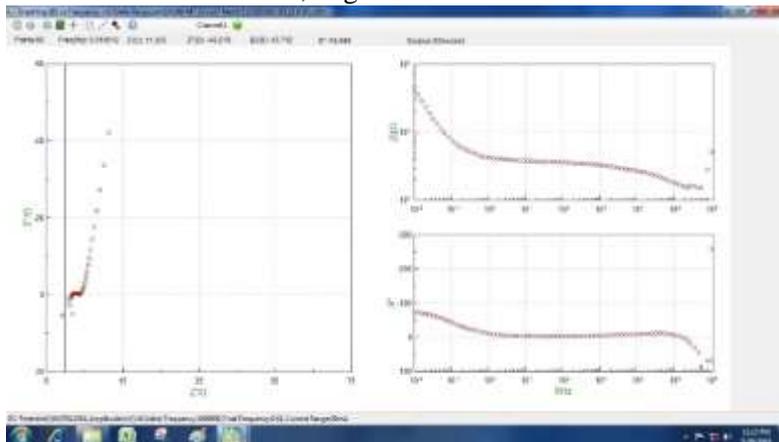


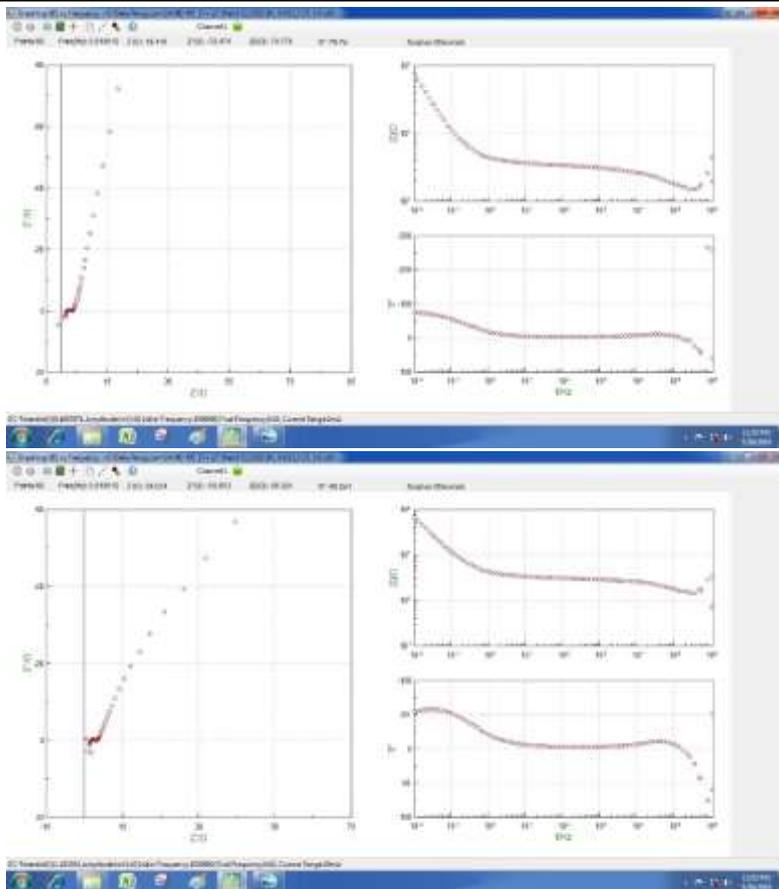
Lampiran 4 : Hasil Perhitungan Cyclic Voltammetry

Sampel	rGO	Massa Awal (gram)	Massa Akhir (gram)	Massa Deposit (gram) (w)	Cyclic Voltammetry (CV)						
					Potential Window (V) (ΔV)	Scan Rate (V/s) (y)	Cycle	Area I vs E (f idV)	C (Farad) from Corrttest	Cs (F/g) $C_s = \frac{C}{m}$	Cs (F/g) $C_s = \frac{I \cdot \Delta V}{2 \cdot w \cdot \Delta E}$
E25	0,34 / A	0,2006	0,2025	0,0019	0,8	0,005	5	0,0017386	0,21742	114,432	114,382
		0,2006	0,2025	0,0019	0,8	0,01	5	0,003195	0,19978	105,147	105,099
		0,2006	0,2025	0,0019	0,8	0,02	5	0,0057486	0,17973	94,595	94,549
		0,2006	0,2025	0,0019	0,8	0,05	5	0,011665	0,14588	76,779	76,743
		0,2006	0,2025	0,0019	0,8	0,1	5	0,018321	0,11457	60,300	60,266
E17	0,68 / A (3)	0,1925	0,1943	0,0018	0,8	0,005	5	0,0019776	0,24731	137,394	137,333
		0,1925	0,1943	0,0018	0,8	0,01	5	0,0036162	0,22611	125,617	125,563
		0,1925	0,1943	0,0018	0,8	0,02	5	0,0064686	0,20224	112,356	112,302
		0,1925	0,1943	0,0018	0,8	0,05	5	0,013033	0,16299	90,550	90,507
		0,1925	0,1943	0,0018	0,8	0,1	5	0,02024	0,12656	70,311	70,278
E13	1,02 / A (2)	0,2168	0,2186	0,0018	0,8	0,005	5	0,0022992	0,28748	159,711	159,667
		0,2168	0,2186	0,0018	0,8	0,01	5	0,0041011	0,25639	142,439	142,399
		0,2168	0,2186	0,0018	0,8	0,02	5	0,0071733	0,22425	124,583	124,536
		0,2168	0,2186	0,0018	0,8	0,05	5	0,014022	0,17534	97,411	97,375
		0,2168	0,2186	0,0018	0,8	0,1	5	0,02137	0,13363	74,239	74,201

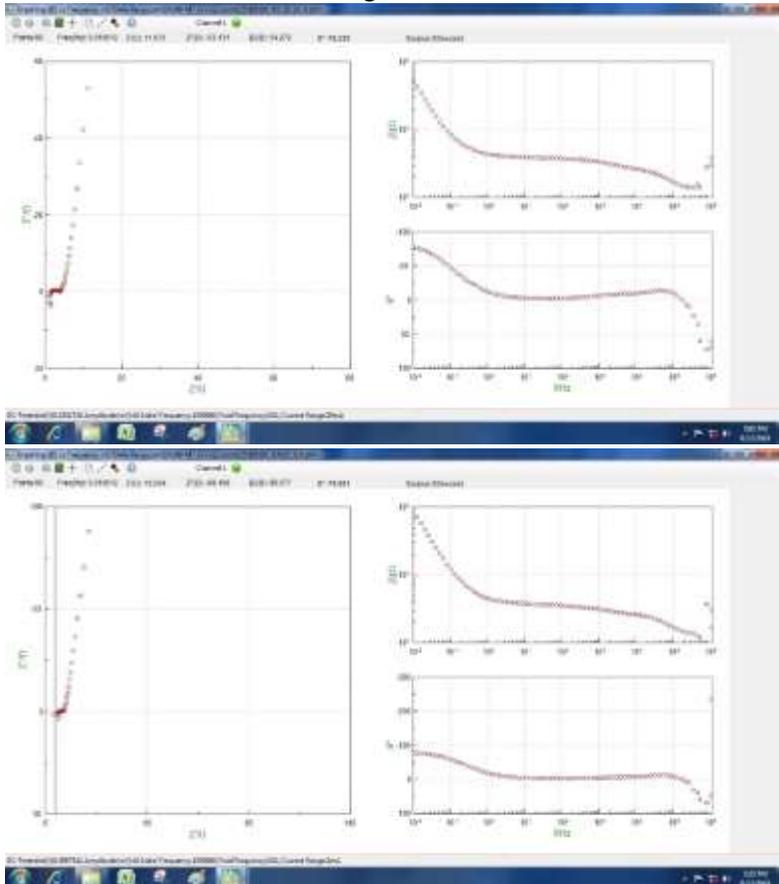
Lampiran 5 : Pengujian EIS

1. Elektroda – rGO 1,02 gr Fe

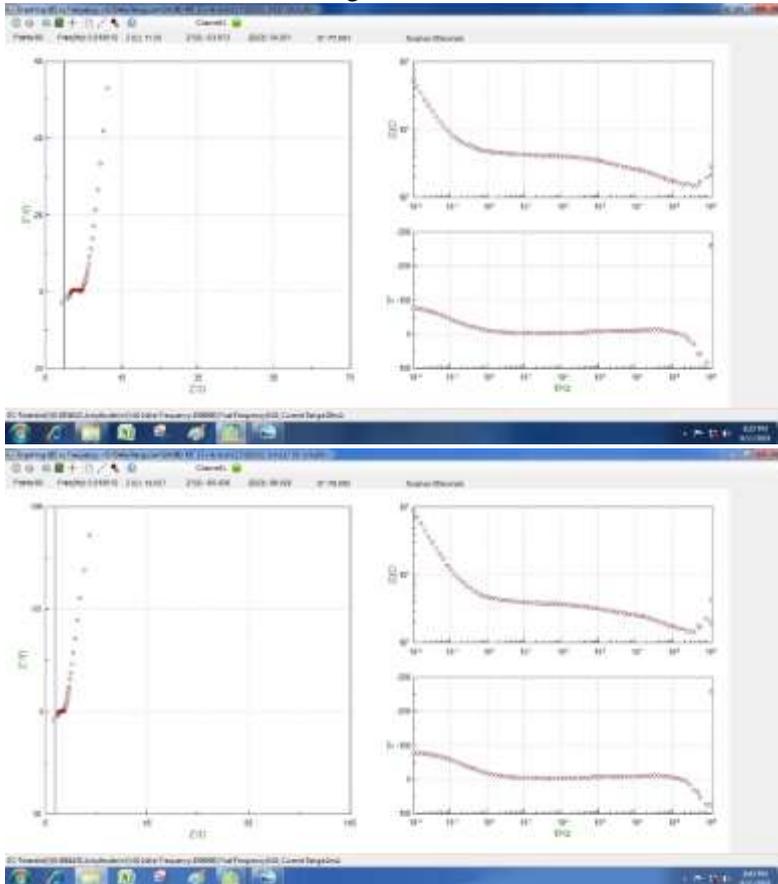


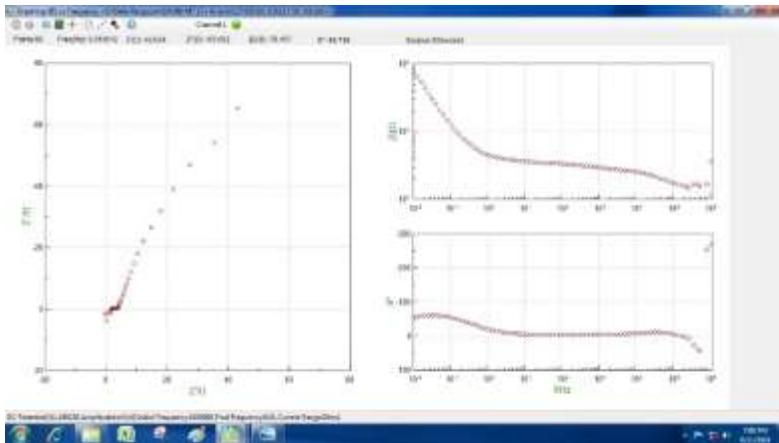


2. Elektroda – rGO 0,68 gr Fe



3. Elektroda – rGO 0,34 gr Fe





4. Hasil Pengujian EIS

Massa reduktor Fe (gram)	Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)							
	DC Potential (V)	Freq (Hz)	Z' (ohm)	Z'' (ohm)	Z (ohm)	ϕ	C	Cs(F/g)
0,34	0	0,010012	11,072	-53,131	54,272	-78,229	0,272	143,386
	0,4	0,010012	16,264	-88,189	89,677	-79,551	0,158	83,195
	0,8	0,010013	12,179	-58,444	59,699	-78,229	0,147	77,545
0,68	0	0,010012	11,29	-53,073	54,261	-77,991	0,300	166,484
	0,4	0,010012	16,657	-86,439	88,029	-79,093	0,184	102,220
	0,8	0,010012	43,034	-65,602	78,457	-56,736	0,242	134,688
1,02	0	0,010012	11,325	-42,219	43,712	-74,985	0,377	209,285
	0,4	0,010012	18,419	-72,474	74,778	-75,74	0,219	121,917
	0,8	0,010012	39,524	-56,953	69,324	-55,241	0,279	155,142

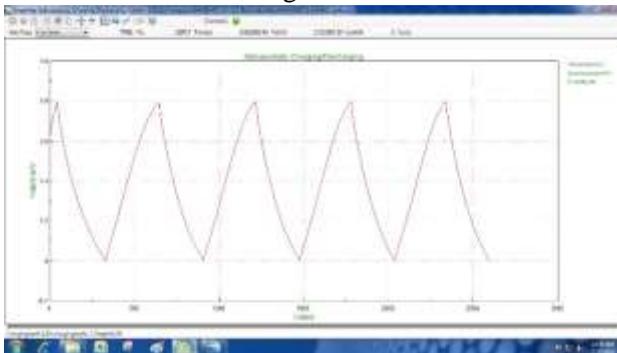
Lampiran 6 : Hasil Fitting Equivalent Circuit Elektroda

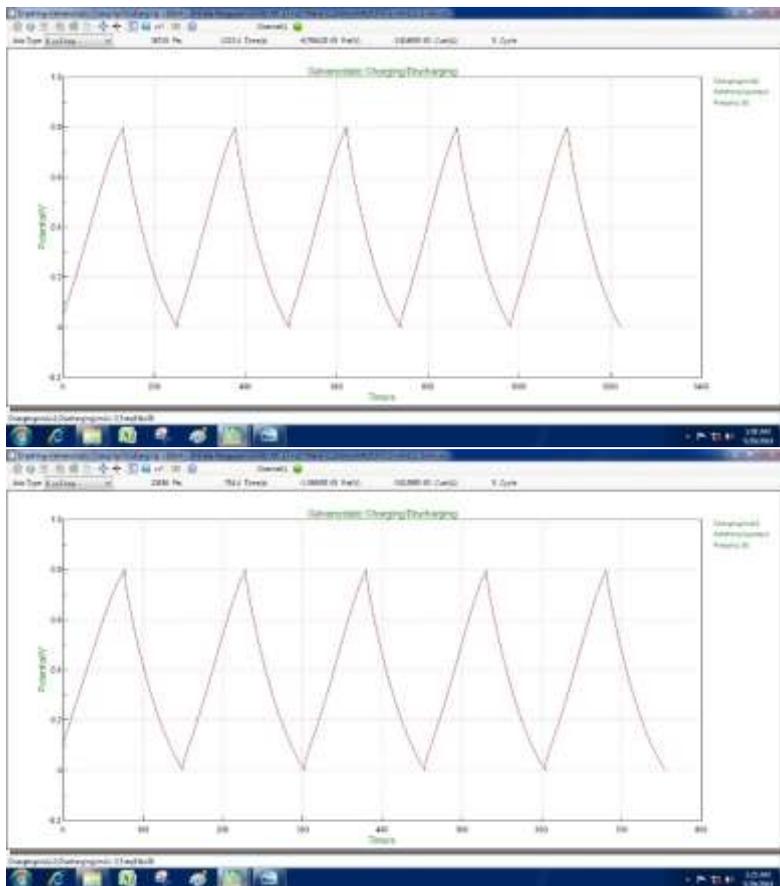
Variasi reduktor	DC Potensial	Equivalent Circuit Fitting EIS								
		Rs	C1	R1	W1-R	W1-T	W-P	R2	CPE-T	CPE-P
0,34 gr Fe	0	2,749	0,0000495	1,37540	3,15151	0,7055454	0,4664701	11,156754	0,00036	0,9
	0,4	2,641	0,0001011	1,20230	3,50521	0,4474399	0,4638661	6,4700337	0,00048	0,9
	0,8	2,467	0,0000940	0,87337	3,68090	0,4133909	0,4505251	134,85118	0,00137	0,9
0,64 gr Fe	0	2,361	0,0000787	1,25035	3,85549	1,0413804	0,4731059	9,5288064	0,00026	0,9
	0,4	2,508	0,0002536	1,12443	3,66759	0,5549293	0,4676409	13,453071	0,00264	0,9
	0,8	2,350	0,0001283	0,76174	3,57061	0,4546168	0,4546168	336,4608	0,00104	0,9
1,02 gr Fe	0	2,971	0,0003202	0,72863	3,27901	1,073484	0,4822131	10,682604	0,00104	0,9
	0,4	2,627	0,0011038	0,64962	3,27200	0,5240297	0,4525118	2,993E+13	0,00204	0,9
	0,8	2,343	0,0007495	0,62937	3,02331	0,3887704	0,436279	304,5795	0,00606	0,9

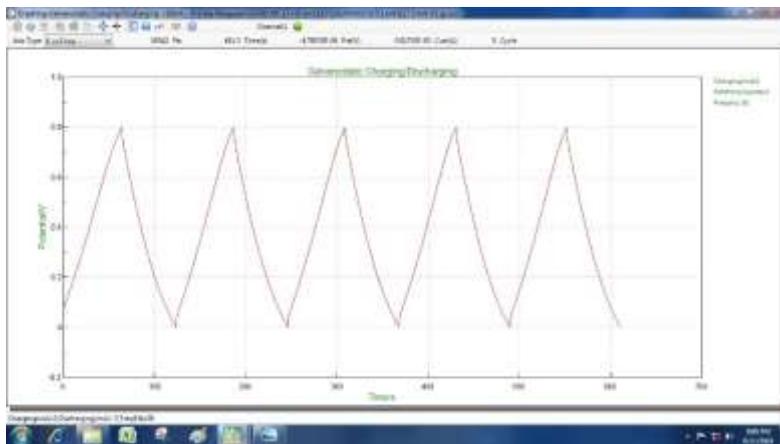
Variasi reduktor	DC Potensial	Equivalent Circuit Fitting EIS				
		Resistansi (ohm)	Panjang (m)	Lebar (m)	Resistivitas (ohm.m)	Konduktivitas (S/m)
0,34 gr Fe	0	1,375401	0,01	0,01	0,0138	72,7061
	0,4	1,202304	0,01	0,01	0,0120	83,1736
	0,8	0,873370	0,01	0,01	0,0087	114,4990
0,64 gr Fe	0	1,618826	0,01	0,01	0,0162	61,7732
	0,4	1,124432	0,01	0,01	0,0112	88,9338
	0,8	0,761743	0,01	0,01	0,0076	131,2779
1,02 gr Fe	0	0,728630	0,01	0,01	0,0073	137,2439
	0,4	0,649623	0,01	0,01	0,0065	153,9355
	0,8	0,629369	0,01	0,01	0,0063	158,8892

Lampiran 7 : Galvanostatic Charge-Discharge

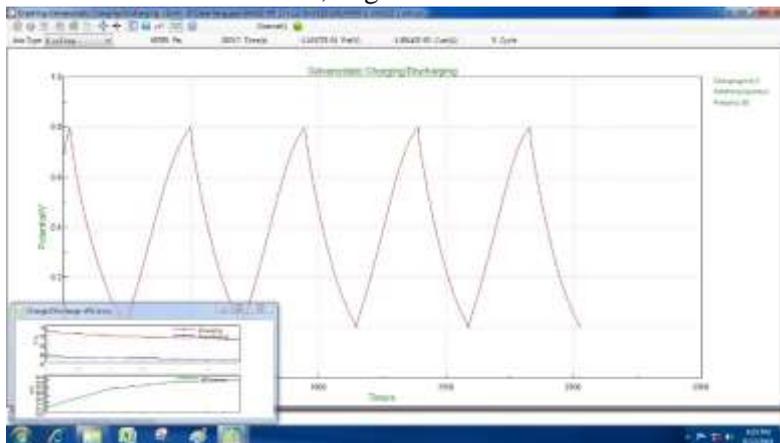
1. Elektroda – rGO 1,02 gr Fe

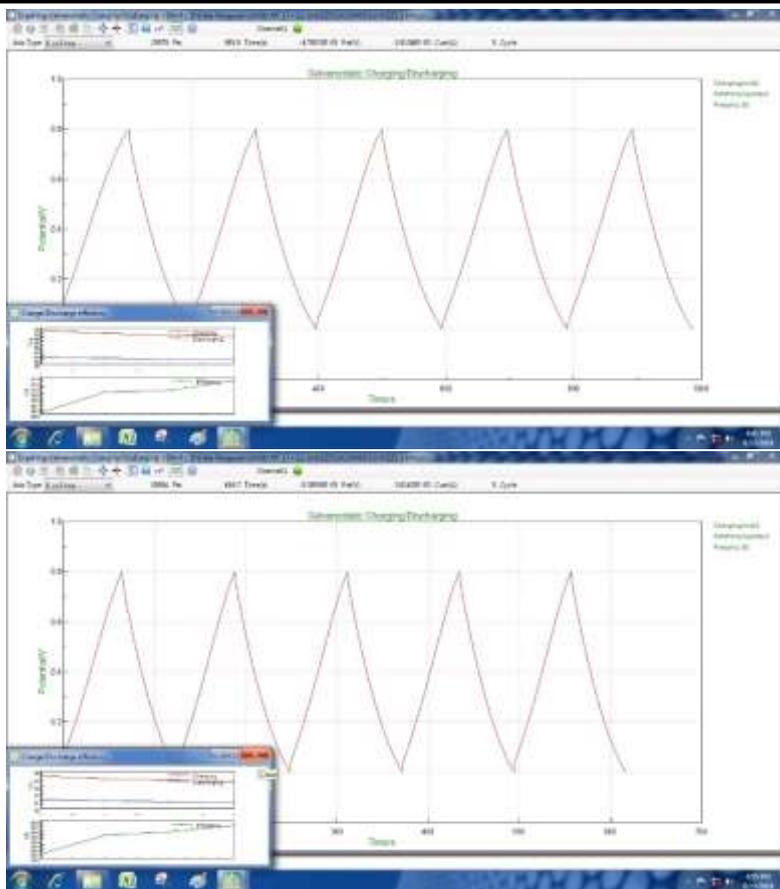






3. Elektroda – rGO 1,02 gr Fe





4. Hasil Perhitungan GCD

Massa reduktor Fe (gram)	Galvanostatic Charging/Discharging (GCD)						
	Charge Current (mA)	Discharge Current (mA)	t Charge (s)	t Discharge (s)	Cs Charge (F/g)	Cs Discharge (F/g)	Charge-Discharge Efficiency
0,34	1	1	238,2	199,0	156,7105	-130,9211	84%
	2	2	102,5	93,5	134,8289	-123,0000	91%
	3	3	62,9	59,5	124,1250	-117,4539	95%
0,68	1	1	233,3	198,6	162,0139	-137,9167	85%
	2	2	100,7	93,2	139,9167	-129,4583	93%
	3	3	62,3	59,1	129,7083	-123,1458	95%
1,02	1	1	300,6	257,9	208,7500	-179,0972	86%
	2	2	125,4	116,4	174,1944	-161,6667	93%
	3	3	77,0	73,3	160,4375	-152,6667	95%

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis sehingga Tugas Akhir dan studi dapat diselesaikan. Oleh sebab itu, ijinkan penulis mengucapkan untaian terima kasih kepada :

1. Mama, Ayah, Kak Martha, Kevin, Opung dan seluruh keluarga penulis yang memberikan dukungan baik moral, moril, dan doa sehingga penulis dapat termotivasi dan terpacu dalam menyelesaikan studi.
2. Seluruh Dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
3. Seluruh Karyawan Departemen Terknik Material
4. Partner Tugas Akhir saya Putro Bakti Utomo yang telah menemani penulis baik suka, duka, dan teman berdebat selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
5. Mbak Yenny Widya Rakhmawati yang selalu sabar menghadapi penulis serta teman-teman Laboratorium Kimia Material, Alfinus, Ilham, Helmi, dan Nikmah yang selalu senantiasa berdebat dan bergumul untuk mendapatkan hasil terbaik.
6. Seluruh teman-teman MT 17 yang telah membantu dan mendukung penulis.
7. Hebron Ginting, Petra Matatias Situmorang, dan Yohannes Silaen yang telah sabar menemani dan membantu penulis saat sakit.
8. Teman-teman Etenier yang telah membantu dan mendukung penulis khususnya Etenier Surabaya.
9. Teman-teman Sir Beni Squad, Pingky House, dan Rumah Yudas yang telah menemani penulis selama di Surabaya.
10. Teman-teman NHKBP Manyar yang telah membantu dan memotivasi penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.

-
11. Pendaki Cantik, Pendaki Asik, Pendaki Semeru Gas, Pendaki Arjuno Basah, dan tim pendaki lainnya yang telah menemani penulis mengisi tenaga untuk mengerjakan Tugas Akhir ini.
 12. Teman-teman Pembinaan dan Acara PKMBK serta semua teman-teman PMK-ITS.
 13. Teman-teman Paryasop Jatim, PM3I, Futsal Naposo dan semua yang tak bisa penulis sampaikan satu persatu.

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap David Septian Sinaga. Lahir di kota Sidikalang pada tanggal 17 September 1996 dari ayah bernama Wempy M. Sinaga dan ibu bernama Rufina Sitinjak. Penulis adalah putra kedua dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD ST Yoseph Sidikalang, lalu SMP Negeri 1 Sidikalang, lalu SMA Negeri 2 Balige - Asrama Yayasan Soposurung Balige (Yasop).

Penulis melanjutkan Pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri. Semasa kuliah penulis aktif diberbagai kegiatan intra dan ekstra kampus antara lain pernah menjadi Kepala Departemen Kesekretariatan Perhimpunan Mahasiswa Metalurgi dan Material se-Indonesia (PM3I), PKMBK-PMK ITS, Ristek – HMMT dan kepanitiaan lainnya. Penulis pernah meraih juara 1 *Metalcasting* dalam perlombaan Metalloscope 2018. Penulis juga dipercaya sebagai grader teknik pengecoran. Penulis memiliki pengalaman kerja praktek di PT. Timah Tbk. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai material inovatif khususnya di bidang material terbarukan yaitu *reduced Graphene Oxide*.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)