



TUGAS AKHIR –TL184834

**ANALISIS PENGARUH KONSENTRASI ASAM TARTARAT
TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL SINTESIS
DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED SOLVOTHERMAL
UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR**

**ALVIA HUSNA MAULIDIA
NRP. 0251164000029**

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

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**



TUGAS AKHIR–TL 184834

**ANALISIS PENGARUH KONSENTRASI ASAM
TARTARAT TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE
HASIL SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-
ASSISTED SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

ALVIA HUSNA MAULIDIA
NRP. 0251164000029

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

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT–TL 184834

**ANALYSIS OF THE EFFECT OF TARTARIC ACID
CONCENTRATION ON THE STRUCTURE OF
GRAPHENE SYNTHESIZED BY THE MICROWAVE-
ASSISTED SOLVOTHERMAL METHOD FOR THE
SUPERCAPACITOR APPLICATION**

ALVIA HUSNA MAULIDIA
NRP. 0251164000029

Advisors

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

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

MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING
DEPARTMENT

Faculty of Industrial Technology and System Engineering

Sepuluh Nopember Institute of Technology

Surabaya 2020

(This page is intentionally blank)

**ANALISIS PENGARUH KONSENTRASI ASAM
TARTARAT TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE
HASIL SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-
ASSISTED SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

TUGAS AKHIR


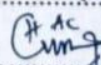
Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada

Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

ALVIA HUSNA MAULIDIA
NRP 0251164000029

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 KONSENTRASI ASAM
TARTARAT TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE
HASIL SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-
ASSISTED SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

Nama : Alvia Husna Maulidia
NRP : 0251164000029
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 merupakan perangkat penyimpan energi elektrokimia yang memiliki densitas daya yang lebih tinggi daripada baterai dan fuel cell. Graphene merupakan memiliki luas permukaan yang tinggi sehingga dapat diaplikasikan pada superkapasitor. Tujuan penelitian ini adalah menganalisa pengaruh variasi konsentrasi asam tartarat terhadap struktur material graphene dan sifat kapasitif material graphene sebagai elektroda superkapasitor dengan metode microwave-assisted solvothermal. Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah grafit, asam tartarat, dan methanol. Variasi asam tartarat yang digunakan adalah 0,5M, 1M, dan 1,5M. Graphene yang telah dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan SEM, XRD, dan FTIR. Sedangkan untuk mengetahui nilai kapasitansi superkapasitor menggunakan pengujian CV. Didapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam tartarat maka intensitas XRD yang dihasilkan semakin turun dan bersifat amorfus, hasil SEM menunjukkan morfologi paling halus, dan gugus fungsi oksigen yang rendah pada FTIR. Nilai kapasitansi tertinggi berturut-turut adalah saat konsentrasi 1,5M (158,252 F/g), 1M (140,833 F/g), dan 0,5M (113,145 F/g).

Kata Kunci: *Superkapasitor, graphene, asam tartarat, kapasitansi.*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALYSIS OF THE EFFECT OF CONCENTRATION OF
TARTARIC ACID ON THE STRUCTURE OF GRAPHENE
SYNTHESIZED BY THE MICROWAVE-ASSISTED
SOLVOTHERMAL METHOD FOR THE
SUPERCAPACITOR APPLICATION**

Student Name : Alvia Husna Maulidia
NRP : 0251164000029
Department : Material Engineering
Supervisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Co-Supervisor : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

Supercapacitor is electrochemical energy storage devices that have a higher power density than batteries and fuel cells. Graphene is a high surface area so it can be applied to supercapacitors. The purpose of this study was to analyze the effect of variations in the concentration of tartaric acid on the structure of graphene material and the capacitive nature of graphene material as a supercapacitor electrode by the microwave-assisted solvothermal method. The main ingredients used in this study are graphite, tartaric acid, and methanol. Tartaric acid variations used were 0.5M, 1M, and 1.5M. The graphene that has been produced is then characterized by SEM, XRD, and FTIR. Meanwhile, to determine the value of supercapacitor capacitance using CV testing. It was found that the higher the concentration of tartaric acid, the resulting XRD intensity decreased and was amorphous, SEM results showed the most delicate morphology, and a low oxygen function group at FTIR. The highest capacitance values were 1.5M (158.252 F / g), 1M (140.833 F / g) and 0.5M (113.145 F / g), respectively.

Keywords: *Supercapacitor, graphene, tartaric acid, capacitance.*

(This page is intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan judul “**Analisis Pengaruh Konsentrasi Asam Tartarat Terhadap Struktur Graphene Hasil Sintesis Dengan Metode Microwave-Assisted Solvothermal Untuk Aplikasi Supercapacitor**” yang menjadi salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik (S.T.) Departemen Teknik Material FTI-ITS.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis sehingga Tugas Akhir dapat terselesaikan, 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. Kedua orang tua yang senantiasa memberikan doa dan finansial

Penulis menyadari bahwa laporan tugas akhir ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga tulisan ini dapat selalu bermanfaat bagi semua.

Surabaya, 27 Desember 2020
Penulis

Alvia Husna Maulidia

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
Abstrak	vii
Abstract.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Peneltian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 <i>Graphene</i>	5
2.2 <i>Expanded Graphite</i>	7
2.3 Karakterisasi <i>Graphene</i>	10
2.4 Asam Tartarat	16
2.5 Microwave	18
2.6 Solvothermal.....	19
2.7 Superkapasitor	20
2.8 <i>Electrochemical Double Layer Capacitor</i> (EDLC).....	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan Penelitian	29
3.2 Alat Penelitian.....	29
3.3 Diagram Alir Penelitian	30
3.4 Pengujian	37
3.5 Rancangan Penelitian.....	48
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Pengujian <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	49

4.2	Hasil Pengujian <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	55
4.3	Hasil Pengujian <i>Scanning Elektron Microscopy</i> (SEM)	59
4.4	Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV).....	65
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	71
5.2	Saran	71
DAFTAR PUSTAKA		73
LAMPIRAN.....		81
UCAPAN TERIMA KASIH.....		93
BIODATA PENULIS.....		95

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Beberapa polimorf karbon (a) <i>graphene</i> , (b) <i>fullerenes</i> , (c) <i>nanotubes</i> , dan (d) grafit5
Gambar 2.2	Ilustrasi struktur GIC orde 1-3 dengan model klasik (kiri), dan model D-H (kanan)7
Gambar 2.3	Ilustrasi ekspansi9
Gambar 2.4	Pola difraksi x-ray10
Gambar 2.5	Pola difraksi XRD grafit, grafit oksida, dan <i>reduced graphene oxide</i>12
Gambar 2.6	Morfologi grafit13
Gambar 2.7	Morfologi <i>expanded graphite</i>14
Gambar 2.8	Morfologi <i>graphene</i>14
Gambar 2.9	Hasil FTIR <i>thermal shock (expanded graphite)</i> dan <i>solvothermal treatment (graphene)</i>15
Gambar 2.10	Hasil uji FTIR grafit, grafit oksida, dan <i>reduced graphene oxide</i>16
Gambar 2.11	Struktur asam tartarat 2D17
Gambar 2.12	Struktur asam tartart 3D17
Gambar 2.13	Bahan isolator, bahan dielektrik, dan bahan konduktor18
Gambar 2.14	Performa superkapasitor (ragone plot)21
Gambar 2.15	Rangkaian superkapasitor secara umum22
Gambar 2.16	Mekanisme <i>charge discharge</i> pada EDLC.....23
Gambar 2.17	Tampilan terperinci dari lapisan ganda yang memperlihatkan pori-pori makro, meso, dan mikro.....24
Gambar 2.18	Tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor26
Gambar 3.1	Diagram alir sintesis <i>expanded graphite</i>32
Gambar 3.2	Diagram alir sintesis <i>graphene</i>34
Gambar 3.3	Diagram alir pembuatan elektroda36
Gambar 3.4	Alat uji FTIR38
Gambar 3.6	Alat uji <i>cyclic voltammetry</i>39

Gambar 3.7	Spesifikasi CorrTest	42
Gambar 3.8	SEM Inspect S50	44
Gambar 3.9	Instrumen XRD PANalytical	47
Gambar 4.1	Pola XRD grafit.....	49
Gambar 4.2	Pola XRD <i>expanded graphite</i> dengan variasi konsentrasi asam tartarat.....	50
Gambar 4.3	Pola XRD <i>graphene</i> dengan variasi konsentrasi asam tartarat	53
Gambar 4.4	Pola FTIR grafit.....	55
Gambar 4.5	Pola FTIR <i>expanded graphite</i>	57
Gambar 4.6	Pola FTIR <i>graphene</i>	58
Gambar 4.7	SEM grafit dengan perbesaran A) 5000 dan B) 20000	59
Gambar 4.8	Hasil SEM <i>Expanded grahite</i> dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 5000x (B) 1M dengan perbesaran 5000x (C) 1,5M dengan perbesaran 5000x (D) 0,5M dengan perbesaran 20000x (E) 1M dengan perbesaran 20000x (F) 1,5M dengan perbesaran 20000x	60
Gambar 4.9	Hasil SEM <i>graphene</i> dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 5000x (B) 1M dengan perbesaran 5000x (C) 1,5M dengan perbesaran 5000x (D) 0,5M dengan perbesaran 20000x (E) 1M dengan perbesaran 20000x (F) 1,5M dengan perbesaran 20000x	62
Gambar 4.10	Hasil SEM dari <i>Nickel Foam</i> dengan Perbesaran (A) 100x dan (B) 500x.....	63
Gambar 4.11	Hasil SEM dari <i>nickel foam-graphene</i> dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 1000x (B) 1M dengan perbesaran 1000x (C) 1,5M dengan perbesaran 1000x (D) 0,5M dengan	

	perbesaran 5000x (E) 1M dengan perbesaran 5000x (F) 1,5M dengan perbesaran 5000x	64
Gambar 4.12	Perbandingan Hasil Uji CV Elektroda <i>graphene</i> dengan Variasi Konsentrasi Asam Tartarat (a) 0,5 M (b) 1 M (c) 1,5 M.....	66
Gambar 4.13	Pengaruh scan rate terhadap nilai kapasitansi elektroda uji.....	69
Gambar 4.14	Hubungan <i>specific energy</i> dan <i>specific power</i>	69
Gambar 4.15	Plot ragone hasil variasi konsentrasi asam tartarat.....	70

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan sifat antara <i>graphene</i> dan keluarga karbon lainnya	6
Tabel 2.2	Sifat Asam Tartarat	17
Tabel 2.3	Kemampuan absorpsi berbagai jenis pelarut terhadap gelombang mikro.....	19
Tabel 2.4	Sifat pelarut yang umumnya digunakan pada proses solvothermal.....	20
Tabel 2.5	Perbandingan hasil rGO dari beberapa metode yang telah diteliti sebelumnya.....	27
Tabel 2.6	Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor <i>graphene</i>	28
Tabel 3.1	Informasi Hasil Pengujian XRD.....	47
Tabel 3.2	Rancangan penelitian	48
Tabel 4.1	Nilai intensitas dan jarak antar layer grafit dan variasi <i>expanded graphite</i>	51
Tabel 4.2	Nilai intensitas dan jarak antar layer variasi <i>graphene</i>	52
Tabel 4.3	Perbandingan dimensi kristalin	54
Tabel 4.4	Jenis gugus ikatan pada sampel <i>expanded graphite</i> dan <i>graphene</i> (Guler, et al., 2016)	56
Tabel 4.5	Hasil Pengujian CV Elektroda Nickel foam- <i>graphene</i>	67

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Graphene merupakan alotrop karbon yang berbentuk lembaran datar tipis yang mana setiap karbon berikatan sp^2 dalam bentuk *honeycomb*. Ikatan C-C pada *graphene* berkisar pada $1,42\text{\AA}$ (Royal Swedish Academy, 2010) dan memiliki luas permukaan spesifik $2630\text{ m}^2/\text{g}$ (Ray, 2015). Selain itu, *graphene* memiliki nilai modulus young $\sim 1000\text{ Gpa}$ (Joshi, et al., 2015), konduktivitas listrik seperti tembaga, konduktivitas termal lima kali lipat dari tembaga (Kim, et al., 2013), dan kepadatan lebih rendah dari baja tetapi 50 kali lebih kuat dari pada baja (Sun, et al., 2013).

Perkembangan teknologi saat ini telah menunjukkan bahwa material berbasis *graphene* memiliki dampak besar pada perangkat elektronik dan optoelektronik, sensor kimia, nanokomposit, fotokatalis, bioteknologi, dan penyimpanan energi. *Graphene* dapat diaplikasikan menjadi superkapasitor sehingga perangkat ini memiliki kapasitas penyimpanan sangat besar, proses pengisian muatan yang cepat, serta memiliki *life time* tinggi. Prinsip kerja superkapasitor sendiri memanfaatkan material yang memiliki permukaan aktif sangat luas sebagai pengisi elektroda sehingga mampu meningkatkan performanya.

Penelitian mengenai aplikasi *graphene* sebagai superkapasitor telah banyak dilakukan. Salah satunya penelitian yang dilakukan oleh Dyah Ayu S., dkk pada 2016 menyatakan bahwa *graphene* dengan doping nitrogen menghasilkan kapasitansi spesifik sebesar $208,47\text{ F/g}$ dan penelitian oleh Yurian A. A., dkk pada 2017 menyatakan bahwa *graphene* dengan doping boron menghasilkan kapasitansi spesifik sebesar $192,5\text{ F/g}$.

Secara umum, metode sintesis *graphene* yang sering digunakan adalah modifikasi metode Hummer, namun metode ini pun dinilai masih kurang efisien yang mana membutuhkan waktu yang lama dan asam pengoksidasi yang digunakan merupakan asam kuat yang berbahaya. Oleh karena itu, dalam penelitian ini

difokuskan pada proses sintesa *graphene* menggunakan metode *microwave-assisted solvothermal* yang mana metode ini dipilih untuk mengefisiensikan waktu sintesa, penggunaan asam lemah yang tidak berbahaya bagi lingkungan dan diharapkan dapat menghasilkan *graphene* dengan kualitas dan kuantitas tinggi.

Metode solvothermal sendiri merupakan proses yang memanaskan pelarut pada temperatur jauh di atas titik didihnya dengan melakukan reaksi dalam bejana tertutup. Tekanan dihasilkan di dalam bejana akibat adanya pelarut, uap yang dihasilkan akan meningkatkan titik didih pelarut. Sedangkan gelombang elektromagnetik dari microwave berinteraksi dengan molekul-molekul dalam inti material dengan cara yang lebih seragam sehingga membantu transfer energi secara homogen dan lebih cepat di dalam material yang mengarah pada proses hemat energi dan hemat biaya.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Al Hazmi, 2015 melakukan sintesa *graphene* menggunakan metode *assisted-microwave solvothermal* dengan asam glutarat. Sedangkan pada penelitian ini dilakukan penggantian asam pengoksidasi berupa asam tartarat yang mana kedua asam tersebut merupakan asam dikarboksilat dengan ujung-ujungnya memiliki COOH. Pada penelitian ini variasi konsentrasi asam tartarat yang digunakan adalah 0,5M, 1M, dan 1,5M untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur *graphene* dan nilai kapasitansi sebagai elektroda superkapasitor.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang menjadi pokok bahasan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi asam tartarat terhadap
 - a) Struktur material *graphene* dengan metode *microwave-assisted solvothermal*?
 - b) Sifat kapasitif material *graphene* 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 aquabidest dianggap netral
6. Fluktuasi *temperature furnace* diabaikan
7. Daya pada microwave dianggap konstan
8. Tekanan pada autoclave dianggap seragam
9. Fluktuasi temperatur microwave dianggap konstan

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menganalisa pengaruh variasi konsentrasi asam tartarat terhadap struktur material *graphene* dengan metode *microwave-assisted solvothermal*.
2. Menganalisa pengaruh variasi konsentrasi asam tartarat terhadap sifat kapasitif material *graphene* sebagai elektroda superkapasitor.

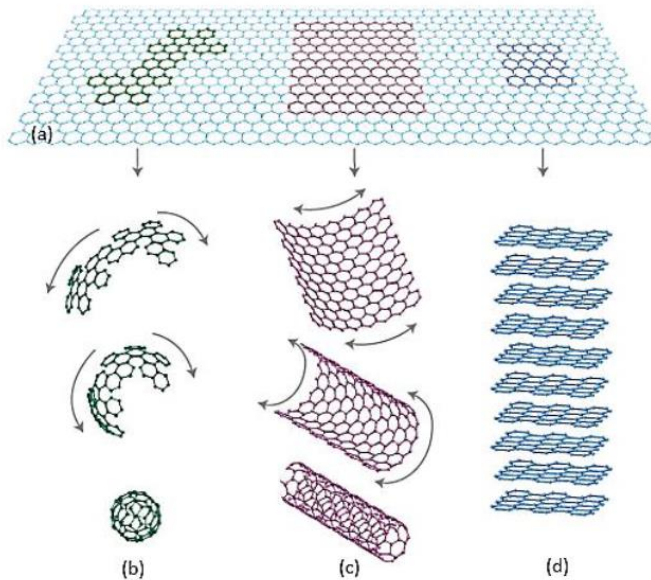
1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk menghasilkan material *graphene* dengan variasi konsentrasi asam pengoksidasi dengan metode *microwave-assisted solvothermal* yang dapat mempersingkat durasi sintesa dan memiliki sifat kapasitif yang baik untuk aplikasi elektroda superkapasitor serta dapat digunakan sebagai rujukan terhadap penelitian-penelitian selanjutnya dalam pengembangan teknik sintesa material berbahan *graphene* sebagai piranti penyimpanan energi.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Graphene*

Karbon merupakan material penyusun dari semua material organik. Karbon memiliki nomor atom 6 dengan konfigurasi electron $1s^2 2s^2 2p_x^1 2p_y^1$ dan termasuk elemen tetravalen (memiliki electron valensi 4) (Geim & Novoselov, 2015).



Gambar 2. 1 Beberapa polimorf karbon (a) *graphene*, (b) *fullerenes*, (c) *nanotubes*, dan (d) grafit (Geim & Novoselov, 2015)

Graphene merupakan salah satu polimorf karbon yang berbentuk datar dan 2 dimensi (2D) dengan kisi segi enam (heksagonal/*honeycomb*) serta jarak antar karbon sekitar 1.42 \AA . *Graphene* dapat dikatakan sebagai dasar dari berbagai polimorf karbon lainnya seperti *fullerenes* 0D seperti Gambar 2.1b,

nanotubes 1D dengan menggulungnya seperti Gambar 2.1c, dan grafit 3D dengan menumpuknya seperti pada Gambar 2.1d (Geim & Novoselov, 2015).

Graphene hanyalah satu lapisan grafit. Namun, satu lembar grafit memiliki sifat yang sangat berbeda dari grafit banyak-lapisan. Selain itu, bilayer dan trilayer *graphene* juga memiliki sifat masing-masing yang unik. Konduktivitas listrik dan termal, kekuatan, dan luas permukaan semuanya berbeda antara *graphene* dengan grafit. Dalam banyak kasus, sifat-sifat *graphene* lebih diinginkan. Dalam praktiknya, konduktivitas selembat *graphene* telah diukur hingga 649 S/cm (Wang, et al., 2010). Nilai ini mirip dengan grafit, tetapi jauh di bawah konduktivitas tembaga, yang berada di urutan 10^5 S/cm. Sifat paling penting dari *graphene* sehubungan dengan superkapasitor adalah secara alami luas permukaan spesifik teoretis yang tinggi 2675 m²/g dan kapasitansi spesifik teoritis yang sesuai yaitu 550 F/g (Liu, et al., 2010).

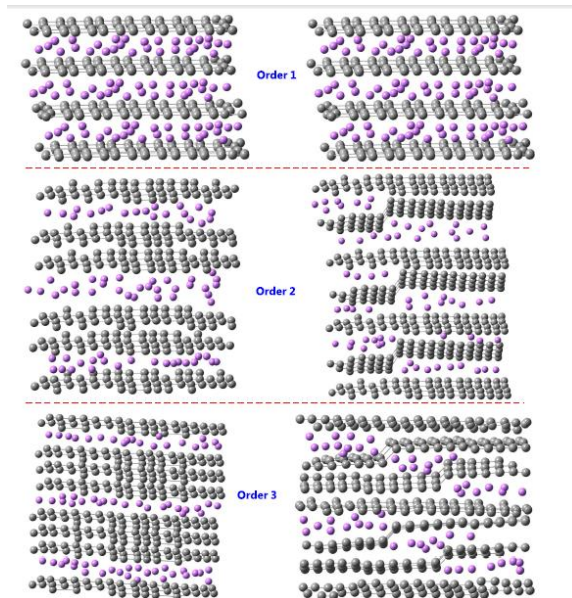
Dari penelitian yang telah dilakukan, *graphene* memiliki sifat-sifat elektronik yang unggul seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Perbandingan sifat antara *graphene* dan keluarga karbon lainnya (Wu, 2011)

Alotrofi karbon	Grafit	Fullerence	Carbon nanotubes	<i>Graphene</i>
Bentuk hibridisasi	Sp ²	Sp ²	Sp ²	Sp ²
Massa jenis (g cm ⁻³)	2,09-2,23	1,72	>1	>1
Luas permukaan spesifik (m ² g ⁻¹)	10-20	80-90	1300	1500
Konduktivitas termal (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	1500-2000	0,4	3500	4840-5300
Kekerasan	Tinggi	Tinggi	Tinggi	Paling tinggi

2.2 *Expanded Graphite*

Graphite intercalated compound (GIC) dihasilkan dengan cara memasukkan atom atau molekul (Lin, et al., 2016) (Dong, et al., 2017) spesies kimia yang berbeda di antara lembaran karbon (Wang, et al., 2018) (Ding, et al., 2017). GIC dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelompok, yaitu senyawa permukaan, senyawa substitusi, dan senyawa interkalasi. Senyawa permukaan grafit dibentuk oleh reaksi dengan atom permukaan grafit. Adsorpsi terjadi pada permukaan planar yang tegak lurus terhadap sumbu c yang memiliki cacat struktural dan juga pada atom-atom tepi dari bidang karbon karena ikatan valensi bebas dari atom-atom tepi ini cenderung lebih aktif. Reaksi oksidasi adalah contoh dari reaksi permukaan (Chung, 2016). Senyawa substitusional grafit dinamai karena mengandung spesies asing secara substitusi. Contohnya termasuk senyawa grafit dengan boron.



Gambar 2. 2 Ilustrasi struktur GIC orde 1-3 dengan model klasik (kiri), dan model D-H (kanan) (Dresselhaus & Dresselhaus, 1981)

Senyawa interkalasi memasuki lapisan grafit (Gbr. 8, kiri), jika setiap lapisan struktur grafit terdapat senyawa interkalasi, itu disebut GIC orde pertama. Dalam praktiknya, sebagian besar GIC terjadi (Cao, et al., 2017) dalam bentuk beberapa orde. Akan tetapi Gambar 2. Kiri tidak bisa menjelaskan proses sebenarnya GIC [38] dari order pertama hingga ketiga. Daumas dan Herold mengusulkan model D-H yang lebih dapat diterima (Gbr. 8, sisi kanan), yang menjelaskan bahwa ketika orde $n > 1$, terbentuk pulau di antara lapisan grafit. Terlihat bahwa ketika senyawa interkalasi pulau bergerak, penataan ulang lapisan karbon dan susunan susunan berubah untuk memenuhi transformasi struktur susunan (Dimiev, et al., 2013).

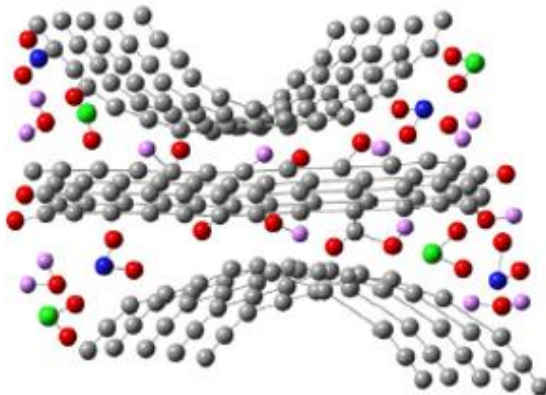
Dalam grafit, atom karbon di dalam lapisan terikat kuat dan atom karbon antar lapisan yang berdekatan terikat lemah. Akibatnya, zat interkalasi (atau interkalasi) menempati dan dengan demikian memperluas jarak antarplanar dari kristal grafit tanpa mengganggu lapisan karbon. GIC dapat diklasifikasikan menjadi dua kelompok sesuai dengan karakter ikatan.

Kelompok pertama, di mana ikatannya adalah kovalen (Chung, 2016). Kelompok kedua, di mana ikatannya adalah sebagian ionik. Namun, harus ditekankan bahwa tingkat ionisitas dalam senyawa kelompok ini sangat rendah. Selain itu, banyak senyawa interkalasi kelompok ini yang mempertahankan identitas molekulnya dalam kisi grafit. Meskipun banyak senyawa dari grup ini melibatkan ionisasi dalam tingkat yang sangat kecil sehingga tidak boleh benar-benar disebut ionik, mereka disebut sebagai senyawa interkalasi ionik untuk memudahkan dalam klasifikasi. Dengan adanya interkalasi, senyawa ini memiliki struktur interlayer yang tertata dengan baik dan dikenal sebagai senyawa lamelar. Namun, ketika keseimbangan dengan interkalasi dihilangkan, senyawa cenderung menyerap interkalasi. Meskipun sebagian besar interkalasi hilang, sebagian kecil tetap bertahan bahkan setelah pemanasan. Grafit bereaksi dengan sejumlah besar asam untuk membentuk senyawa interkalasi yang telah disebut sebagai “garam asam grafit”. Asam-asam ini bertindak sebagai

akseptor elektron dalam kristal grafit dengan membentuk radikal asam bermuatan negatif. Namun hanya sebagian kecil dari molekul asam yang mengalami ionisasi ini. Sisanya tetap sebagai molekul asam dalam kristal grafit..

Pada temperatur tinggi, senyawa yang berdifusi di antara lapisan akan didekomposisi menjadi gas dan menghasilkan daya dorong yang dapat melemahkan interaksi van der Waals antar layer grafit. Setelah penghilangan gas, lapisan grafit yang diperluas tidak dapat pulih ke keadaan semula, sehingga membentuk struktur pori jaringan yang unik.

Senyawa terinterkalasi cenderung untuk menyerap bagian dari interkalasi setelah dikeluarkan dari bejana reaksi di mana interkalasi dilakukan (Bardhan, et al., 1980). Semakin tinggi temperatur, semakin cepat desorpsi interkalasi. Karena fakta bahwa pengelupasan kulit dicapai dengan memanaskan GIC, proses pengelupasan disertai dengan desorpsi interkalasi yang luas, sehingga hanya sebagian kecil dari interkalasi dalam GIC sebelum pengelupasan tetap setelah pengelupasan. Sisa interkalasi sangat tertahan di EG seperti pada Gambar 2.3.

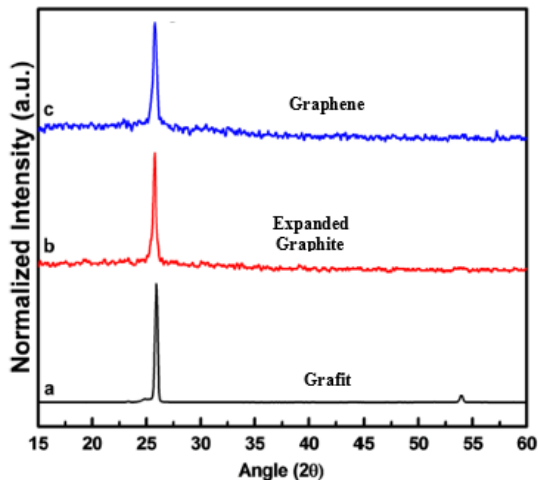


Gambar 2. 3 Ilustrasi ekspansi (Peng, et al., 2018)

2.3 Karakterisasi *Graphene*

Karakterisasi material dapat memberikan informasi terkait sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial tersebut. Ini sangat penting karena ketika dimensi material tersebut menuju nilai beberapa nanometer ($<10\text{nm}$), banyak sifat fisis maupun kimiawi yang bergantung pada ukuran. Hal ini akan menghasilkan sejumlah kekayaan sifat dan peluang memanipulasi atau meregenerasi sifat-sifat baru yang tidak dijumpai pada material ukuran besar (Abdullah & Khairurrijal, 2008).

2.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

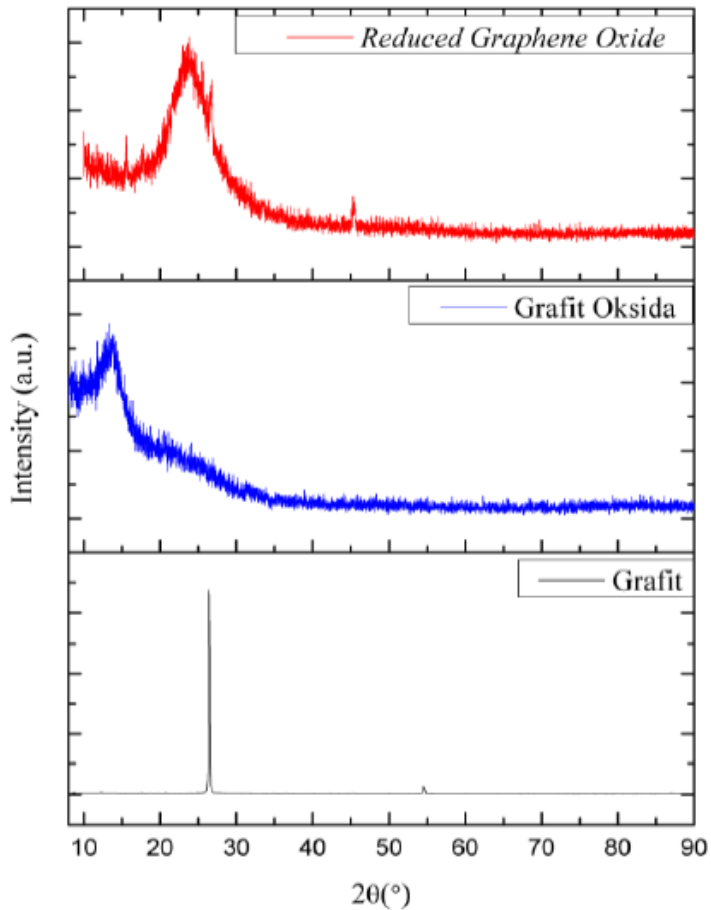


Gambar 2. 4 Pola difraksi x-ray (Chamoli & Kar, 2017)

Pola difraksi sinar-X (XRD) dari grafit, *expanded graphite*, dan *graphene* ditunjukkan pada Gambar 2.4. Gambar 2.4(a) menunjukkan pola XRD dari grafit yang menunjukkan dua puncak difraksi intens tajam pada $2\theta=25,91^\circ$ dan $54,01^\circ$. Puncak tajam dan simetris yang tajam dalam spektrum grafit menunjukkan sifat kristal grafit heksagonal. Sementara itu, pola difraksi *expanded graphite* menunjukkan intensitas pada $2\theta = 25,74^\circ$. Intensitas puncak difraksi berkurang secara signifikan. Hal ini menunjukkan

bahwa kristalinitas telah menurun dan cacat kristal meningkat setelah proses interkalasi diikuti oleh ekspansi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4(b). Pola difraksi *expanded graphite* menunjukkan pergeseran 2θ yang disebabkan oleh interkalasi dan gugus oksigen antara lapisan grafit selama proses ekspansi. Selain itu, pola XRD dari *graphene* menunjukkan puncak paling lemah ($2\theta = 25,78^\circ$) yang menunjukkan eksfoliasi struktur berlapis *expanded graphite* ke dalam *graphene* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (c) (Chamoli & Kar, 2017).

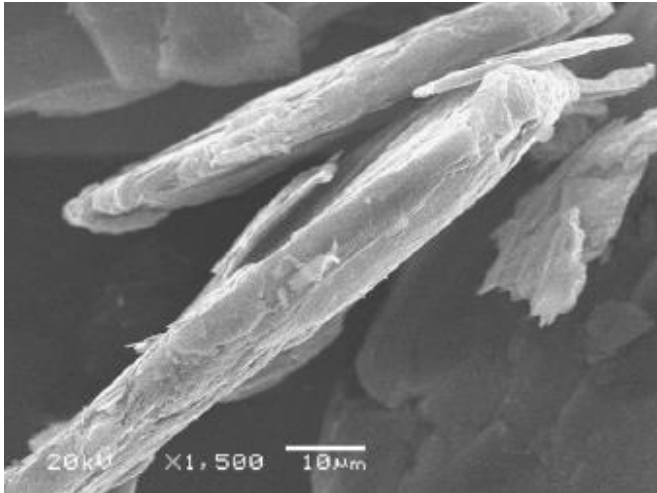
Gambar 2.5 menunjukkan grafit oksida memiliki puncak pada posisi $2\theta = 12.45^\circ$ dengan intensitas yang lebih rendah dari grafit dan nilai d_{spacing} yang lebih besar menjadi 7.10\AA . Adanya penurunan nilai intensitas disebabkan proses oksidasi pada material grafit yang menyebabkan grafit berikatan dengan oksigen membentuk oksida. Hal ini sesuai dengan penelitian Pei (2015) yang menyatakan bahwa perubahan posisi puncak, nilai d_{spacing} dan intensitas dipengaruhi oleh gugus-gugus fungsional oksigen yang diakibatkan oleh proses oksidasi pada material grafit. Setelah proses reduksi dilakukan, grafit oksida berubah menjadi *reduced graphene oxide* yang memiliki puncak tertinggi pada posisi $2\theta = 26.79^\circ$ dengan nilai $d_{\text{spacing}} = 3.32\text{\AA}$ dan posisi *peak* 45.3° , dengan intensitas yang lebih rendah dari pada grafit dan grafit oksida. Hasil XRD tersebut sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Ahmad *et al* (2013) yang menghasilkan puncak XRD grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* pada $2\theta = 26.42^\circ$, 12.43° , 26.79° dengan nilai d_{spacing} masing-masing 3.37\AA , 7.110\AA , 3.32\AA (Alfinus, 2019).



Gambar 2. 5 Pola difraksi XRD Metode Modifikasi Hummer grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* (Alfinus, 2019)

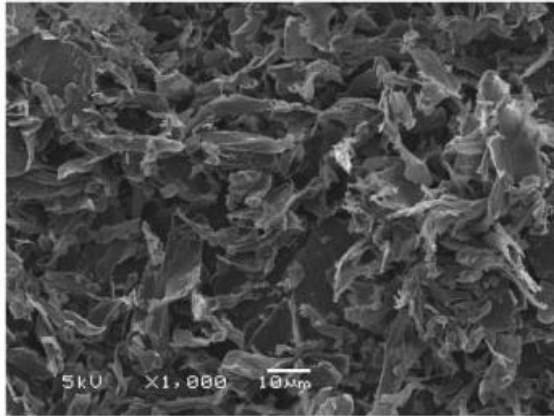
2.3.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM digunakan untuk mempelajari morfologi material secara rinci (Lee, et al., 2019). Grafit memiliki morfologi dengan bentuk serpihan-serpihan tebal (*flakes*) yang tidak teratur seperti pada Gambar 2.6.



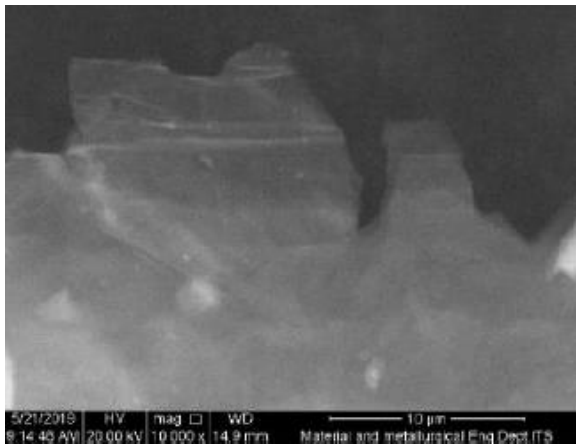
Gambar 2. 6 Morfologi grafit (Zhao & Liu, 2009)

Expanded graphite berasal dari grafit alami dengan modifikasi kimia dan perlakuan termal. Gambar 2.7 menunjukkan gambar SEM *expanded graphite* yang memiliki struktur tidak teratur karena perlakuan *thermal shock* dalam proses ekspansi.



Gambar 2. 7 Morfologi *expanded graphite* (Ferreira, et al., 2013)

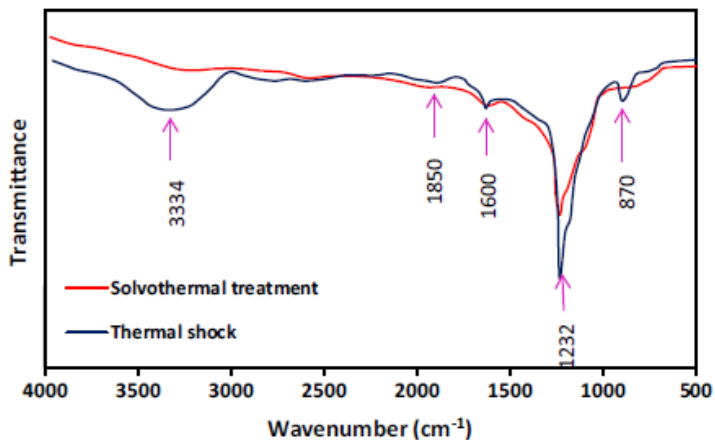
Setelah melalui proses reduksi dan eksfoliasi, didapatkan lembaran-lembaran *graphene* yang sangat tipis dan transparan (*single layer*) seperti pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Morfologi *graphene* (Alfinus, 2019)

2.3.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

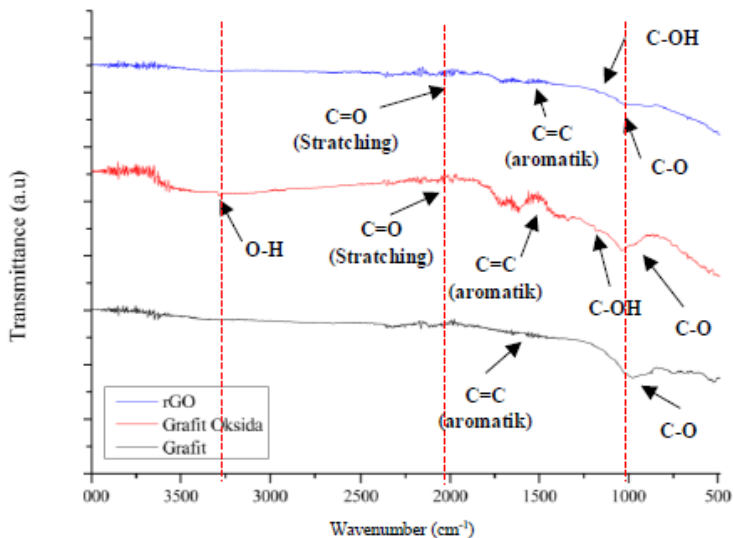
FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi struktur karbon dalam grafit, *expanded graphite*, dan *graphene* menggunakan frekuensi getarannya. Gambar 2.8 menggambarkan spektrum FTIR dari serpihan grafit setelah interkalasi dengan asam tartarat dan setelah eksfoliasi melalui teknik solvothermal. Spektrum menunjukkan beberapa puncak pada 3334 cm^{-1} , 1850 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1232 cm^{-1} , dan 870 cm^{-1} yang berasal dari hidroksil, karbonil, C=C, eter, dan epoksida. Puncak-puncak ini mengkonfirmasi interkalasi asam tartarat di antara serpihan grafit. Spektrum setelah eksfoliasi dengan metode solvothermal menunjukkan hilangnya gugus hidroksil dan karbonil dan intensitas pita yang pada epoksida dan eter menurun (Al-Hazmi, et al., 2015).



Gambar 2. 9 Hasil FTIR *thermal shock* (*expanded graphite*) dan *solvothermal treatment* (*graphene*) (Al-Hazmi, et al., 2015)

Gambar 2.10 menunjukkan bahwa pada panjang gelombang 3293 cm^{-1} terdapat ikatan O-H, ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1324 cm^{-1} dan 1003 cm^{-1} , serta terdapat ikatan C=C (*aromatic*) dengan panjang gelombang 1577 cm^{-1} . Pada hasil uji FTIR *reduced graphene oxide* menunjukkan bahwa tidak

terdapat ikatan O-H, hal ini disebabkan adanya proses reduksi. Dengan tidak adanya ikatan O-H menunjukkan bahwa grafit oksida telah berhasil direduksi. Dari material *reduced graphene oxide* dapat dilihat adanya ikatan C=C (*aromatik*) dengan panjang gelombang 1675 cm^{-1} yang mengindikasikan terbentuknya *reduced graphene oxide*. Selain itu, pada spektrum FTIR *reduced graphene oxide* juga adanya ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1233 cm^{-1} dan 1012 cm^{-1} yang merupakan ikatan dari CO-OH (Alfinus, 2019).

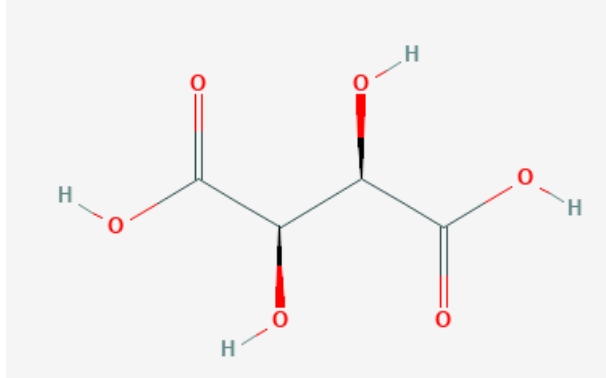


Gambar 2. 10 Hasil uji FTIR grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* (Alfinus, 2019)

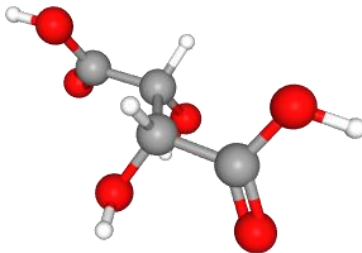
2.4 Asam Tartarat

Asam tartarat adalah asam organik kristal putih yang secara alami banyak terdapat pada tanaman, terutama anggur. Tartarat termasuk asam dikarboksilat, bersifat diprotik yang mana dapat melepaskan dua proton (H^+) dalam karakteristik asam, dan merupakan turunan dihydroxyl dari asam suksinat (Canadian

Institutes of Health, 2019). Gambar 2.11 menunjukkan struktur asam tartarat dalam 2D dan gambar 2.12 struktur asam tartarat dalam 3D.



Gambar 2. 11 Struktur asam tartarat 2D (U.S. National Library of Medicine, 2019)



Gambar 2. 12 Struktur asam tartart 3D (U.S. National Library of Medicine, 2019)

Tabel 2. 2 Sifat Asam Tartarat

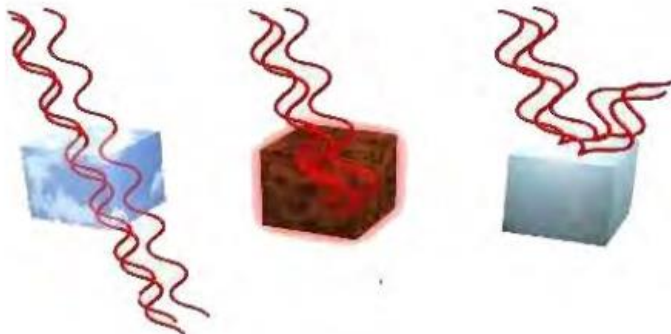
Formula molekul	$C_4H_6O_6$ atau $H_2C_4H_4O_6$
Berat molekul	150,09 g/mol
IUPAC	2,3-dihydroxybutanedioic acid
Titik leleh	168-172°C

(U.S. National Library of Medicine, 2019)

2.5 Microwave

Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 1cm-1m dan frekuensi antara 0,3-30GHz (Taylor, et al., 2005). Gelombang elektromagnetik merupakan energy listrik dan magnet yang bergerak bolak-balik (*oscillate*) (Ramadhan, 2005). Frekuensi yang umum digunakan pada *microwave oven* adalah 2,45GHz dengan panjang gelombang 12,25cm. Sumber tenaga *microwave oven* adalah magnetron yang pada frekuensi 2,45GHz, magnetron mampu menghasilkan daya antara 500-2000W hingga dapat mencapai maksimum 6-10kW.

Setiap jenis bahan memiliki respon berbeda-beda terhadap gelombang mikro. Berdasarkan responnya, bahan dikelompokkan menjadi tiga jenis yaitu konduktor, dielektrik, dan isolator yang ditunjukkan pada gambar 2.13. Konduktor bersifat memantulkan radiasi, dielektrik bersifat menyerap radiasi dan mengubah sebagian energy gelombang mikro menjadi energy panas, sedangkan isolator bersifat melewatkan radiasi dan hanya sedikit mengubah energy gelombang mikro (Taylor, et al., 2005).



Gambar 2. 13 Bahan isolator, bahan dielektrik, dan bahan konduktor

Penggunaan energi gelombang mikro pada *oven microwave* termasuk ke dalam mekanisme perpindahan panas secara radiasi yang mana merupakan perpindahan panas dari suatu benda ke benda lainnya tanpa adanya kontak fisik (Soesanto, 2007). Mekanisme pemanasan gelombang mikro disebabkan adanya agitasi molekul-molekul polar atau ion-ion yang bergerak diakibatkan oleh gerakan medan magnetic atau elektrik. Gerakan medan magnetik atau elektrik menyebabkan partikel-partikel berusaha untuk berorientasi atau mensejajarkan dengan medan tersebut (Taylor, 2005). Pergerakan partikel-partikel tersebut dibatasi oleh gaya pembatas yang menyebabkan gerakan partikel tertahan dan menyebabkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas. Radiasi gelombang mikro memberikan pemanasan yang merata pada campuran reaksi dan lebih cepat di dalam material yang mengarah pada proses hemat energi.

Setiap jenis pelarut memiliki daya absorpsi terhadap gelombang mikro yang berbeda-beda. Tabel 2. 5 menunjukkan kemampuan absorpsi berbagai jenis pelarut terhadap gelombang mikro.

Tabel 2. 3 Kemampuan absorpsi berbagai jenis pelarut terhadap gelombang mikro

Rendah	Sedang	Tinggi
CCl ₄	Aseton	Diklorobenzena
Benzene	Etil asetat	1-Butanol
n-Heksan	Asetonitril	Metanol
Toluena	Kloroform	Propandiol
Diklorometana	Air	Etanol
Tetrahidrofuran	DMF	Etilenglikol

(Paar, 2000)

2.6 Solvothermal

Prinsip dasar metode solvothermal adalah rekasi kimia dalam sistem tertutup dengan adanya pelarut pada kondisi bertekanan tinggi (di atas 1 bar) dan temperatur lebih tinggi

daripada titik didih pelarut. Reaksi solvothermal umumnya dipengaruhi oleh parameter kimia yaitu sifat reagen dan pelarut. Medium yang digunakan pada sintesis solvothermal dapat berupa pelarut organik atau anorganik, kecuali air (Nunes, et al., 2019). Namun, umumnya metode ini menggunakan pelarut organik seperti methanol, 1,4-butanediol, toluene, dan amina (Li, et al., 2015). Sifat fisio-kimia pelarut tersebut diringkas dalam Tabel 2.3.

Tabel 2. 4 Sifat pelarut yang umumnya digunakan pada proses solvothermal

Pelarut	Formula	Temperatur kritis (°C)
Ethylenediamine	$H_2NCH_2CH_2NH_2$	319,9
Methanol	CH_3OH	239,2
Ethanol	CH_3CH_2OH	241,1
Toluene	C_7H_8	320,6
Ethanolamine	$HOCH_2CH_2NH_2$	398,25

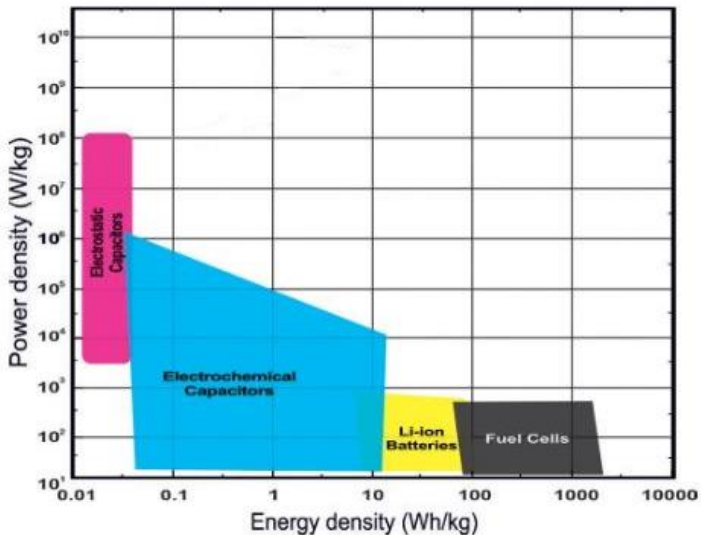
(Li, et al., 2015)

Sintesis solvothermal dapat terjadi pada titik sub kritis atau titik superkritis pelarut. Selain itu, parameter termodinamika juga sangat berpengaruh yaitu temperatur dan tekanan. Kondisi temperature umumnya digunakan untuk meningkatkan difusi kimia dan reaktivitas yang bertujuan untuk membantu pembentukan material anorganik (oksida-nitrida, nitride-halida) atau organik/anorganik (Wahida & Nur, 2018). Keuntungan yang didapatkan pada proses solvothermal adalah penggunaan temperature yang rendah pada reaksi yang dapat meminimalkan atau pun menghilangkan timbulnya cacat titik yang disebabkan oleh temperature (Dhanaraj, et al., n.d.)

2.7 Superkapasitor

Superkapasitor merupakan piranti penyimpanan energi elektrokimia yang memiliki densitas energi yang lebih tinggi daripada baterai dan fuell cell, serta densitas daya yang lebih tinggi

daripada kapasitor konvensional seperti pada Gambar 2.14. Perbedaan antara superkapasitor dengan kapasitor konvensional terletak pada superkapasitor memiliki luas permukaan yang jauh lebih tinggi pada kedua elektroda sehingga meningkatkan kapasitansi (Vasile & Obreja, 2008).

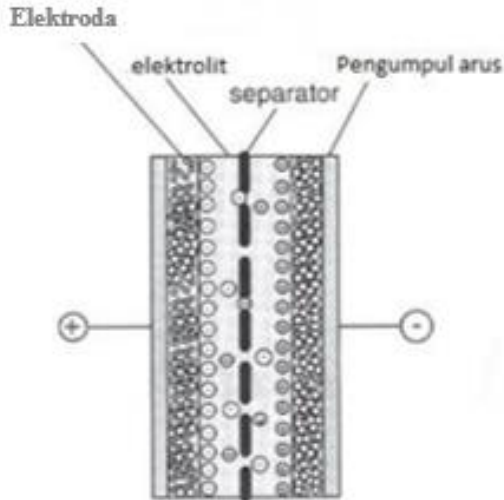


Gambar 2. 14 Performa superkapasitor (ragone plot) (Ali, et al., 2017)

Semua superkapasitor terdiri dari dua elektroda yang direndam dalam larutan konduktif yang disebut sebagai elektrolit. Elektroda dipisahkan oleh pemisah/separator berbahan dielektrik yang berfungsi untuk mencegah agar tidak terjadi tumpang tindih muatan pada kedua elektroda (Syarif, 2014). Komponen utama dari rangkaian superkapasitor seperti pada Gambar 2.15 (Vuorilehto & Nuutinen, 2014):

- a. Aluminium tipis yang direkatkan pada elektroda yang berfungsi sebagai pengumpul arus.

- b. Elektroda yang memiliki luas permukaan tinggi dan bersifat konduktif. Luas permukaan yang tinggi memungkinkan penyerapan sejumlah besar ion.
- c. Separator/pemisah.



Gambar 2.15 Rangkaian superkapasitor secara umum (Syarif, 2014)

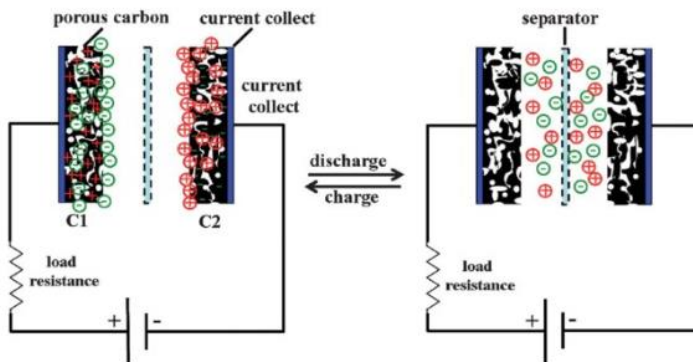
2.8 *Electrochemical Double Layer Capacitor (EDLC)*

EDLC terdiri dari dua elektroda berbasis karbon, pemisah/separator, dan elektrolit. EDLC menyimpan muatan secara elektrostatis (non-Faradaic) dan tidak ada transfer muatan antara elektroda dan elektrolit. EDLC memanfaatkan muatan elektrokimia *double-layer* untuk menyimpan energi. Apabila tegangan diterapkan maka muatan akan terakumulasi pada permukaan elektroda. Ion-ion dalam larutan elektrolit mengalir melalui separator ke dalam pori-pori elektroda yang berlawanan muatan. Namun, elektroda direkayasa untuk mencegah rekombinasi ion sehingga muatan *double-layer* dihasilkan di setiap elektroda. *Double-layer* tersebut akan tercipta seiring dengan

peningkatan luas permukaan dan penurunan jarak elektroda. Hal inilah yang memungkinkan EDLC untuk mencapai tingkat kepadatan energi lebih tinggi dibandingkan kapasitor konvensional.

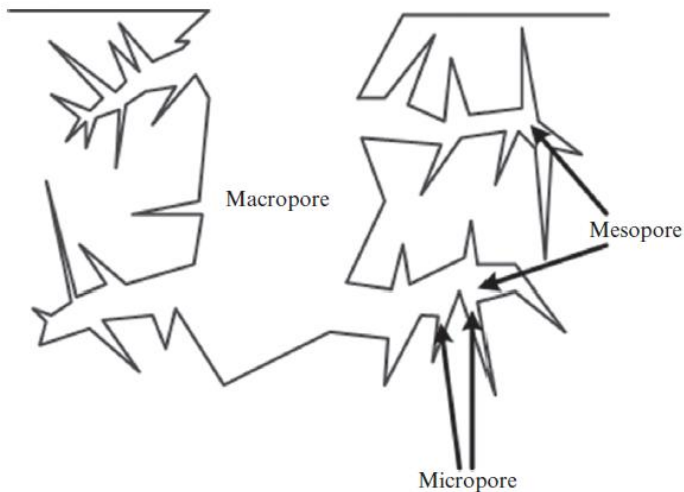
Dikarenakan tidak terdapat transfer muatan menyebabkan tidak terdapat bahan kimia atau komposisi muatan yang terkait dengan proses non-Faradaic. Hal ini menjadikan muatan yang tersimpan sangat reversibel sehingga memungkinkan muatan mencapai kestabilan siklus. Umumnya, EDLC beroperasi dengan performa yang stabil dengan banyak siklus *charge-discharge* yang mana dapat mencapai 10^6 siklus, sedangkan baterai hanya mencapai 10^3 .

EDLC dapat memanfaatkan larutan atau elektrolit organik yang mana akan mempengaruhi performanya. Elektrolit seperti H_2SO_4 dan KOH umumnya memiliki resistansi lebih rendah dan ukuran pori-pori lebih kecil dibandingkan dengan elektrolit organik seperti asetonitril, namun memiliki tegangan *breakdown* (nilai tegangan minimal agar dapat mengalirkan arus listrik). Sehingga pemilihan elektrolit harus didasarkan pada kapasitansi, resistansi, dan tegangan *breakdown* (Riyanto, 2014).



Gambar 2. 16 Mekanisme *charge discharge* pada EDLC
(Murata, 2013)

Gambar 2.16 menggambarkan mekanisme absorpsi dan desorpsi ion pada *double-layer*. Dengan memberikan tegangan pada elektroda yang saling berhadapan maka ion akan tertarik ke permukaan kedua elektroda dan terjadilah proses pengisian atau *charging* yang menyebabkan adanya lapisan ganda antara ion dalam elektrolit dan muatan elektronik pada elektroda. Sebaliknya, ion akan bergerak menjauh saat EDLC digunakan atau *discharging* (Murata, 2013).



Gambar 2.17 Tampilan terperinci dari lapisan ganda yang memperlihatkan pori-pori makro, meso, dan mikro (Itagaki, et al., 2007)

Ketika karbon grafit diproses untuk memperoleh sifat yang lebih baik seperti porositas tinggi, biasanya disebut karbon aktif. Porositas yang tinggi diinginkan karena secara implisit berarti akan membentuk luas permukaan yang tinggi untuk pembentukan EDLC (lebih banyak bidang kontak antara ion elektrolit dan muatan elektronik elektroda). Menurut diameternya, pori diklasifikasikan menjadi tiga yaitu mikropori (<2nm), mesopori (2-50nm), dan makropori (>50nm) (Mays, n.d.) seperti pada gambar

2.17. Untuk mencapai kerapatan energi tinggi dan kerapatan daya pada perangkat komersial, bahan elektroda harus memiliki luas permukaan spesifik besar yang mampu untuk elektroadsorpsi ion, distribusi ukuran pori dimaksimalkan untuk kombinasi energi dan karakteristik daya yang diinginkan, konduktivitas listrik yang baik, dan *wettability* oleh elektrolit yang digunakan. Luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori sering dianggap sebagai dua faktor utama yang mengendalikan kepadatan energi dan daya EDLCs (Wei & Yushin, 2012).

Kerapatan energi dan kerapatan daya adalah parameter terpenting untuk mengevaluasi kinerja elektrokimia pada perangkat penyimpanan energi. Kerapatan energi (E) merupakan jumlah energi listrik yang dapat disimpan dan dikirim yang dihitung secara gravimetri atau volumetrik dalam Wh/kg pada Persamaan 2.2 (Chang & Yu, 2018):

$$E = 0,5 \times C \times (\Delta V)^2 \quad (2.1)$$

Kerapatan daya (W/kg) merupakan kemampuan dalam penyerapan/pengiriman energi, dapat dihitung dengan Persamaan 2.3 (Chang & Yu, 2018):

$$P = \frac{E}{t} \quad (2.2)$$

Di mana

ΔV = Potential window (V)

t = Waktu *discharge* (sekon)

C = Kapasitansi (Farad/gram)

Umumnya, spesifik kapasitansi (C_s) dengan satuan Faraday per gram (F/g) lebih sering digunakan untuk menggambarkan kemampuan penyimpanan muatan dari material elektroda. Dalam konfigurasi tiga elektroda, C_s dapat dihitung dari *Cyclic Voltammetry* atau *Galvanic discharge curve*, yaitu pada Persamaan 2.4 (Chang & Yu, 2018):

$$C = \frac{It}{m \Delta V} \quad (2.3)$$

Di mana

I = Arus (Ampere)

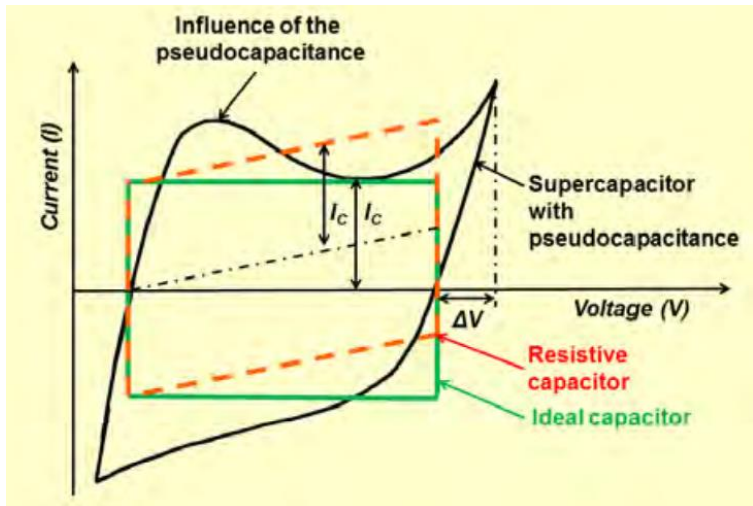
t = Waktu *discharge* (sekon)

m = Massa elektroda (gram)

ΔV = Potential window (V)

Berbagai tipe superkapasitor dapat dilihat dari jenis kurva *cyclic voltammogram* (CV) nya. Gambar 2.12 menunjukkan berbagai tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor. Jenis superkapasitor yang pertama adalah superkapasitor ideal (hijau) yang menunjukkan pola *charging discharging* yang sama sehingga memiliki bentuk *rectangular* atau persegi, hal ini menandakan bahwa *charging discharging* berlangsung dalam waktu yang sama.

Jenis kedua merupakan kapasitor resistif (merah). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV jajar genjang yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan penambahan nilai voltase. Jenis ketiga adalah *pseudocapacitor* (hitam). Ciri khas kapasitor ini adalah adanya *hump* (gundukan) yang menandakan terjadinya reaksi (oksidasi dan reduksi). *Pseudocapacitor* biasanya memiliki kapasitansi yang lebih tinggi karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi.



Gambar 2. 18 Tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor (Frackowiak & Beguin, 2001)

2.9 Penelitian Sebelumnya

Sebelumnya telah dilakukan penelitian mengenai *graphene* yang telah dirangkum dalam Tabel 2.5 dan superkapasitor dalam Tabel 2.6

Tabel 2. 5 Perbandingan hasil *graphene* dari beberapa metode yang telah diteliti sebelumnya

Bahan Dasar	Metode	Agen Interkalasi	Variabel	Hasil	Referensi
Serbuk grafit	Hummer <i>microwave-assisted</i>	H ₂ O ₂	NaNO ₃ diganti H ₂ O ₂	<i>Graphene nanosheets</i>	(El-Khodary, et al., 2014)
<i>Flake graphite</i>	<i>Microwave-assisted solvothermal</i>	Asam glutarat	Daya microwave	Monolayer <i>graphene</i>	(Al-Hazmi, et al., 2015)
<i>Flake graphite</i>	<i>solvothermal</i>	Asam tartarat	-	Monolayer <i>graphene</i>	(Al-Hazmi, et al., 2015)
Serbuk grafit	<i>Microwave-assisted hydrothermal</i>	Amonia	Volume amonia	<i>Few layer graphene</i>	(Feng Jiang, 2018)
GO (modified Hummers method)	<i>Microwave-assisted hydrothermal</i>	-	-	rGO <i>nanosheets</i>	(Lee, et al., 2019)

Tabel 2. 6 Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor *graphene*

Material	Perlakuan	Kapasitansi Spesifik (F/g)	Referensi
<i>Graphene</i>	Variasi waktu ultrasonikasi dan temperature hidrotermal	491,36	(Nurdiansah & Susanti, 2014)
<i>Nitrogen doped graphene</i>	Variasi doping nitrogen	208,47	(Safitri, et al., 2019)
<i>Bhoron doped graphene</i>	Variasi doping bhoron	192,5	(Andrameda, et al., 2019)
<i>Graphene</i>	Variasi massa agen pereduksi Al	170,21	(Utomo, 2019)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Serbuk Grafit berukuran $<50 \mu\text{m}$ (*purity* 99,7%)
2. Asam Tartarat ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)
3. Metanol
4. Aquabides (H_2O)
5. Es Batu
6. *Nickel Foam*
7. Sodium Sulfat (Na_2SO_4) 1M

3.2 Alat Penelitian

Beberapa peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Neraca Analitik (Digital)
Alat ini berfungsi untuk mengukur massa/berat suatu benda padatan.
2. Hot Plate Stirrer dengan Magnetic Spin Bar
Alat ini berfungsi untuk menghomogenkan suatu larutan dengan menggunakan putaran medan magnet untuk memutar spin bar.
3. Muffle Furnace
Alat ini berfungsi untuk proses pembuatan EG sebagai alat untuk *thermal shock*.
4. Ice Bath
Alat ini berfungsi untuk tempat peletakan autoclave setelah proses microwave pada sintesis reduced graphene oxide.
5. Gelas Ukur
Alat ini berfungsi untuk mengukur volume cairan.

6. Glass Beaker
Alat ini berfungsi untuk tempat aktivitas kimia.
7. Centrifuge dan Tabung Centrifuge
Alat ini berfungsi untuk memisahkan partikel terdispersi
8. Ultrasonic Cleaner
Alat ini berfungsi untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran grafit oksida menjadi reduced graphene oxide.
9. Instrumen Karakterisasi Material
 - a. X-Ray Diffraction (XRD)
Alat ini berfungsi untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam 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. Cyclic Voltammetry (CV)
Alat ini berfungsi untuk mengetahui nilai kapasitansi dari hasil percobaan.

3.3 Diagram Alir Penelitian

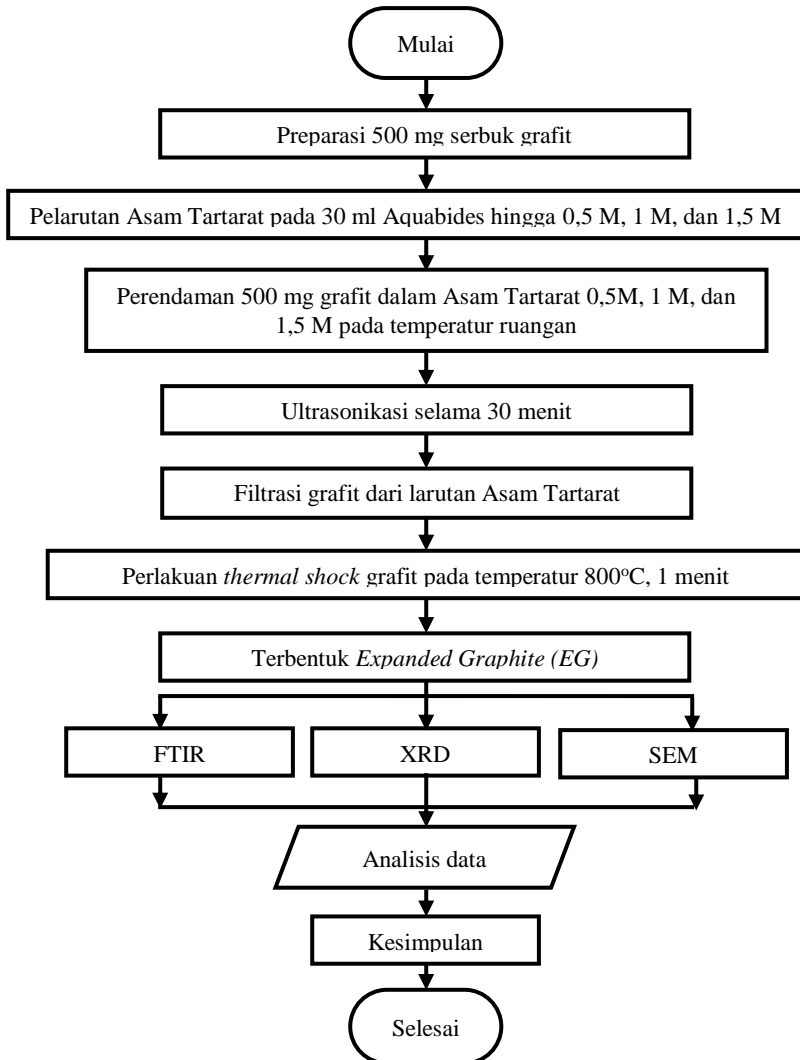
Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang dimulai dari sintesis *expanded graphite* yang dilanjutkan sintesis *graphene* dan terakhir adalah pembuatan elektroda. Tahapan tersebut dapat dilihat dan dijelaskan pada subbab selanjutnya.

3.3.1 Sintesis *Expanded Graphite*

Pada Gambar 3.1 ditunjukkan diagram alir sintesis *Expanded Graphite*. Pada Gambar 3.1 disajikan proses sintesis *expanded graphite* (EG) yang diawali dengan dipersiapkannya

serbuk grafit sebanyak 500 mg dan diletakkan di dalam sebuah crucible. Kemudian dilanjutkan dengan pelarutan asam tartarat pada 30 ml aquabides hingga memiliki kemolaran sebesar 0,5 M, 1 M, dan 1,5 M. Langkah selanjutnya adalah pencampuran asam tartarat dengan grafit dan disonikasi selama 30 menit.

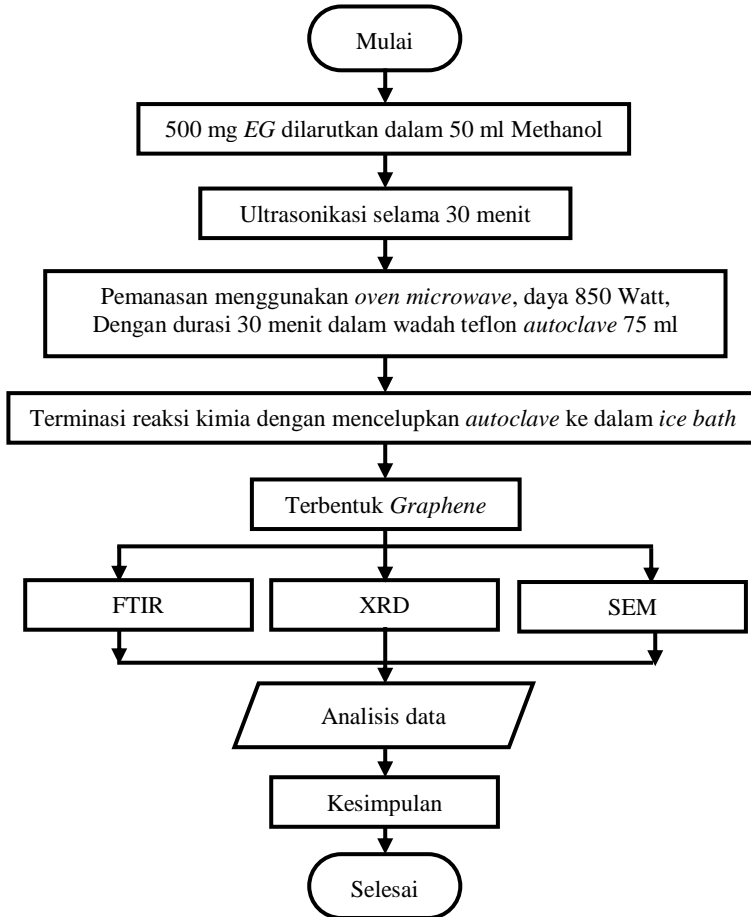
Tujuan dari sonikasi tersebut adalah agar asam tartarat dapat sepenuhnya terinterkalasi pada serbuk grafit, tepatnya pada daerah antar lapisan di dalam grafit. Langkah selanjutnya adalah penyaringan grafit yang telah direndam. Setelah grafit tersebut tersaring sempurna, maka dilakukan pengumpulan grafit di dalam crucible. Grafit dipindahkan kedalam crucible, lalu dimasukkan kedalam muffle furnace pada temperature 800 °C selama 1 menit, ketika temperatur tersebut telah tercapai, maka crucible berisi grafit dimasukkan ke dalam furnace tersebut selama 1 menit. Dilakukannya proses thermal shock ini adalah agar asam tartarat yang terinterkalasi di dalam grafit akan menguap dan gas yang terbentuk akan mendorong lapisan-lapisan di dalam grafit agar lebih jauh terpisah dan dapat memudahkan metanol untuk masuk ke dalam daerah antar lapisannya. Pada langkah pertama ini akan didapatkan grafit yang telah tereksansi sehingga disebut Expanded Graphite (EG). Kemudian, pengujian dilakukan kepada EG untuk memastikan apakah hasil yang didapatkan sudah sesuai atau belum. Pengujian yang dilakukan berupa XRD, FTIR, maupun SEM.



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis *Expanded Graphite*

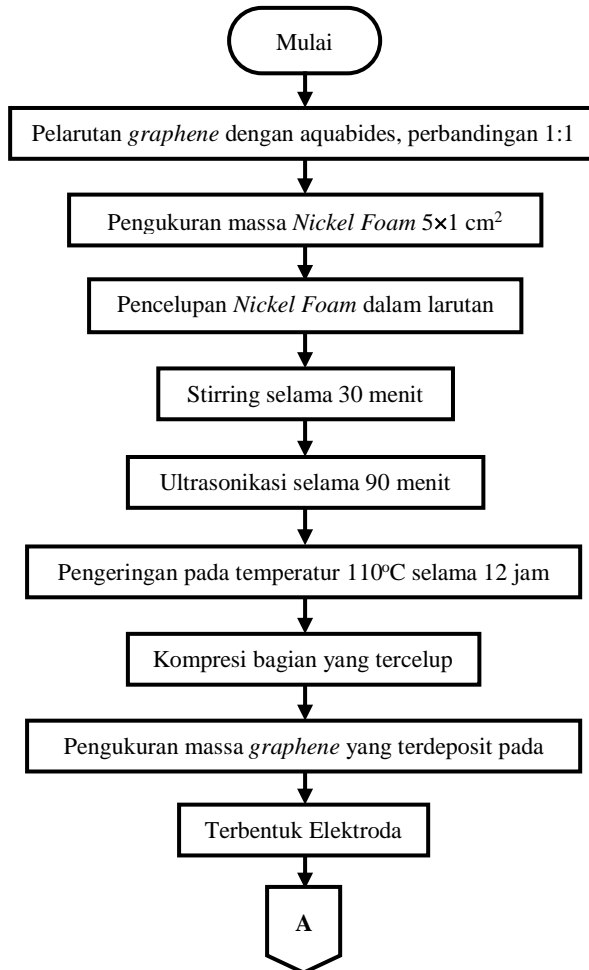
3.3.2 Sintesis *Graphene*

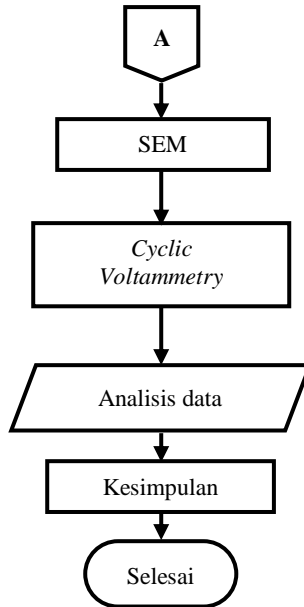
Pada Gambar 3.2 ditunjukkan diagram alir sintesis *Graphene*. Untuk memperoleh *graphene* dilakukan reduksi dan pengelupasan pada *expanded graphite* (EG) dengan metode *microwave-assisted solvothermal*. Proses sintesis dimulai dengan cara melarutkan 500 mg *expanded graphite* ke dalam beaker glass dengan kapasitas 75 ml yang kemudian dicampurkan dengan pelarut organik berupa methanol sebanyak 50 ml dan dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi selama 30 menit untuk membantu methanol masuk ke dalam daerah antar lapisan pada EG. Kemudian campuran EG dengan methanol dipindahkan ke dalam teflon autoclave dan ditutup rapat serta dimasukkan ke dalam oven microwave. Selanjutnya dilakukan pemanasan dengan oven microwave dengan daya sebesar 850 Watt dan dengan durasi selama 30 menit. Setelah selesai, autoclave dikeluarkan dari oven microwave dan langsung dimasukkan ke dalam ice bath untuk menghentikan reaksi yang terjadi.



Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis *Graphene*

3.3.3 Pembuatan Elektroda





Gambar 3.3 Diagram Alir Pembuatan Elektroda

Gambar 3.3 menunjukkan diagram alir pembuatan elektroda. Pembuatan elektroda digunakan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV), dibuat dengan memotong *nickel foam* berukuran 5×1 cm² kemudian dicelupkan ke dalam larutan *graphene*. Larutan *graphene* dibuat dengan melarutkan *graphene* ke dalam aquades dengan perbandingan sebesar 1 mg *graphene* : 1 ml aquades. Selanjutnya, pencelupan *nickel foam* ke dalam larutan *graphene* dengan area tercelup sebesar 1 cm² dan *stirring* selama 30 menit. Agar kandungan *graphene* yang terdeposit pada *nickel foam* meningkat, maka dilakukan ultrasonikasi selama 90 menit. Setelah itu, sampel dilakukan proses *drying* pada temperatur 110°C selama 12 jam. Setelah kering, sampel dilakukan *pressing* dan diukur massanya untuk mengetahui massa *graphene* yang terdepositasi pada permukaan *nickel foam*. Elektroda yang sudah

siap kemudian digunakan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dengan larutan garam Na_2SO_4 1M.

3.4 Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa proses karakterisasi untuk mendukung penelitian ini serta melihat apakah penelitian ini dianggap berhasil atau tidak. Macam-macam pengujian yang dilakukan akan dijelaskan pada bagian selanjutnya.

3.4.1 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

FTIR merupakan salah satu instrumen spektroskopi. Pada spektroskopi infra merah, radiasi inframerah dipancarkan mengenai sampel. Sebagian radiasi infra merah diserap oleh sampel sebagian yang lain ditransmisikan. Hasil spektrum infra merah menggambarkan penyerapan molekul dan transmisi, menggambarkan ciri khas sampel. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya. Tidak ada dua molekul yang menghasilkan spektrum infra merah yang sama. Oleh karena itu spektroskopi infra merah sangat berguna untuk berbagai analisis. FTIR dapat memberikan informasi mengenai material yang belum diketahui (teridentifikasi), mengenai kualitas sampel, dan mengetahui jumlah komponen dalam suatu campuran. Gambar 3.4 memperlihatkan instrumen uji FTIR.

Prinsip kerja FTIR adalah berdasarkan penyerapan radiasi infra merah. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi infrared diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh *detector*. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram.



Gambar 3.4 Alat Uji FTIR (Dokumen Pribadi, 2019)

3.4.2 *Cyclic Voltammetry* (CV)

Cyclic Voltammetry adalah suatu teknik analisis kualitatif dan kuantitatif yang dapat memberikan informasi dalam mengkarakterisasi reaksi yang terjadi di dalam sel elektrokimia. Alat uji *cyclic voltammetry* yang digunakan adalah CorrTest seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.5 dan spesifikasi alat tertera pada Gambar 3.6. Uji ini akan menunjukkan plot respon arus terhadap tegangan yang diberikan pada elektroda uji (*working electrode*). Alat ini menggunakan prinsip 3 buah elektroda yang bekerja secara simultan yaitu elektroda referensi (*reference electrode*) untuk mengukur beda potensial, elektroda uji (*working electrode*), dan elektroda penghitung (*counter electrode*). Pada *cyclic voltammetry* respon arus diukur sebagai fungsi potensial (voltase), dimana pemberian potensial dilakukan secara bolak-balik, sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat teramati dengan baik. Karakteristik *cyclic voltammetry* tergantung beberapa faktor yaitu laju reaksi transfer elektron, kereaktifan spesi elektroaktif, dan scan rate voltase. Spesi yang semula dioksidasi

pada sapuan potensial awal akan direduksi setelah sapuan potensial balik.



Gambar 3.5 Alat Uji *Cyclic Voltammetry* (Dokumen Pribadi, 2019)

Pada penelitian ini, pengujian *cyclic voltammetry* digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda *nickel foam-graphene*. Pengujian ini dilakukan dengan mendepositkan graphene ke dalam *nickel foam*. Pengujian ini menggunakan larutan elektrolit Na_2SO_4 1M untuk elektroda *nickel foam-graphene*. Nilai potensial yang digunakan adalah antara 0-0.8V untuk menyesuaikan rentang potensial kerja kapasitor. Instrumen yang digunakan adalah CORR TEST, dengan *counter electrode* grafit dan *reference electrode* Ag/AgCl. Larutan Na_2SO_4 digunakan sebagai elektrolit karena merupakan asam netral, yang bertujuan untuk meminimalisir adanya pengaruh kemungkinan terjadinya senyawa baru ketika dilakukan proses pengujian CV, yang justru mengacaukan nilai kapasitansi material yang akan diukur.

Pada pengujian ini hasil yang didapat adalah grafik *cyclic voltammetry* dan besar kapasitansi spesifik. Spesifik kapasitansi (C_s) dengan satuan Faraday per gram (F/g) sering digunakan untuk menggambarkan kemampuan penyimpanan muatan dari material elektroda. Dalam konfigurasi tiga elektroda, C_s dapat

dihitung dari *Cyclic Voltammetry* atau *Galvanic discharge curve*, yaitu pada Persamaan 3.1 (Chang & Hu, 2018). Selain itu, data dari CV menggambarkan sifat kapasitif elektrokimia dari elektroda kerjanya.

$$C = \frac{It}{m \Delta V} \quad (3.1)$$

Di mana,

C = Kapasitansi Spesifik (F/gram)

I = Arus (Ampere)

t = Waktu *Discharge* (sekon)

m = Massa Elektroda (gram)

ΔV = Rentang Potential (Volt)

Dari hasil pengujian CV juga dapat diketahui nilai Densitas Energi (E) dan Densitas Power (P) dengan menggunakan Persamaan 3.2 dan Persamaan 3.3 (Chang & Hu, 2018). Densitas Energi (E) membuktikan jumlah energi listrik yang disimpan dan dikirim, yang dihitung secara gravimetri dan volumetric dalam Wh/kg atau Wh/L. Densitas Power (P), dalam W/kg atau W/L, merupakan kemampuan dalam penyerapan/pengiriman energi.

$$E = 0,5 \times C \times (\Delta V)^2 \quad (3.2)$$

$$P = \frac{V^2}{4R_s} \quad (3.3)$$

Di mana,

E = Densitas Energi (Wh/kg)

C = Kapasitansi (Farad/gram)

ΔV = Rentang Potential (Volt)

P = Densitas Power (W/kg)

V = Tegangan yang ada pada dua elektroda

R_s = Resistensi Internal

t = Waktu discharge (sekon)

Selain itu, Persamaan 3.4 (Chang & Hu, 2018). dapat disederhanakan dan digunakan untuk mendapatkan kerapatan daya.

$$P = \frac{E}{t} \quad (3.4)$$

Di mana,

E = Densitas Energi (Wh/kg)

C = Kapasitansi (Farad/gram)

t = Waktu discharge (sekon)



<http://www.corrtest.com.cn> Email: sales2@corrtest.com.cn Tel: (+86) 27 67849450

Address: International Enterprise Center, Optics valley Ave., East Lake High-tech Development Zone, Wuhan, China

Specifications

Support 2-, 3- or 4-electrode system

Potential control range: $\pm 10V$

Current control range: $\pm 2A$

Potential control accuracy: $0.1\% \times \text{full range} \pm 1mV$

Current control accuracy: $0.1\% \times \text{full range}$

Potential resolution: $10\mu V$ ($\geq 100Hz$), $3\mu V$ ($< 10Hz$)

Current sensitivity: $1pA$

Rise time: $< 1\mu s$ ($< 10mA$), $< 10\mu s$ ($< 2A$)

Reference electrode input impedance: $10^{12}\Omega || 20pF$

Current range: $2nA \sim 2A$, 10 ranges

Compliance voltage: $\pm 21V$

Maximum current output: $2.0A$

CV and LSV scan rate: $0.001mV \sim 10,000V/s$

CA and CC pulse width: $0.0001 \sim 65,000s$

Current increment during scan: $1mA @ 1A/ms$

Potential increment during scan: $0.076mV @ 1V/ms$

SWV frequency: $0.001 \sim 100 kHz$

DPV and NPV pulse width: $0.0001 \sim 1000s$

AD data acquisition: $16bit @ 1 MHz, 20bit @ 1 kHz$

DA Resolution: 16bit, setup time: $1\mu s$

Minimum potential increment in CV: $0.075mV$

IMP frequency: $10\mu Hz \sim 1MHz$

Low-pass filters: covering 8-decade

Potential and current range: automatic

Gambar 3.6 Spesifikasi CorrTest (International Enterprise Center)

3.4.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah tipe mikroskop elektron yang menghasilkan gambar dari suatu sampel dengan memindainya menggunakan pancaran elektron berenergi tinggi. Elektron berinteraksi dengan atom di dalam sampel sehingga menghasilkan berbagai sinyal yang memuat informasi tentang topografi permukaan, morfologi, komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*).

Cara kerja SEM dimulai dengan suatu sinar elektron yang dipancarkan dari *electron gun* yang dilengkapi dengan katoda filamen tungsten. Tungsten digunakan pada *electron gun* karena memiliki titik lebur tertinggi dan tekanan uap terendah dari semua logam, sehingga memungkinkan dipanaskan untuk emisi elektron. Kemudian elektron difokuskan pada *fine probe* yang di *scan* melintasi permukaan spesimen. Elektron yang dipancarkan diperkuat oleh adanya suatu kumparan. Pancaran electron yang mengenai specimen akan dihamburkan dan ditangkap oleh *backscatter electron (BSE)* dan *secondary electron detector*. Kemudian hasilnya akan diterjemahkan dan ditampilkan dalam bentuk gambar pada layar. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal backscattered electron. Elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan backscattered electron memberikan perbedaan berat molekul dari atom-atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah. “*Backscattered electron*” terlepas dari daerah sampel yang lebih dalam dan memberikan informasi terutama pada jumlah atom rata-rata dari sampel. Peristiwa tumbukan berkas sinar electron, yaitu ketika memberikan energi pada sampel, dapat menyebabkan emisi dari sinar-x yang merupakan karakteristik dari atom-atom sampel. Energi dari sinar-

x digolongkan dalam suatu tebaran energi spectrometer dan dapat digunakan untuk identifikasi unsur-unsur dalam sampel.



Gambar 3.7 SEM Inspect S50 (Dokumen Pribadi, 2019)

3.4.4 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan salah satu alat pengujian material yang digunakan untuk analisis kualitatif (identifikasi unsur tunggal dan senyawa) dan analisis kuantitatif (penentuan komposisi, ukuran kristal, dll). Alat uji XRD ditunjukkan pada gambar 3.7. Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV – 1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5–2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menyebabkan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa mineral.

Prinsip kerja XRD terdiri dari 4 tahap yaitu produksi, difraksi, deteksi dan interpretasi. Untuk dapat melakukan fungsinya, XRD dilengkapi oleh komponen-komponen penting seperti tabung sinar X, monochromator, detector dan lain-lain. Pada tahap produksi, elektron yang dihasilkan ketika filamen (katoda) dipanaskan akan dipercepat akibat perbedaan tegangan antara fiamen (katoda) dengan spesineb target (anoda) sehingga

terjadi tumbukan dengan spesimen target yang akan menghasilkan radiasi sinar-X yang keluar dari tabung sehingga berinteraksi dengan struktur kristal yang diuji. Selanjutna, pada tahap difraksi material 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 kristal. Ketika sinar-X diarahkan pada bidang kristal tersebut, maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah kecil di antara bidang-bidang kristal. Pada tahap selanjutnya, interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal material yang diuji akan dideteksi oleh detektor. Agar detektor dapat mendeteksi interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi struktur kristal, maka posisinya harus berada tepat pada arah sudut pantul radiasi sinar-X tersebut. Tahap terakhir, interferensi konstruktif radiasi sinar-X yang telah dideteksi oleh detektor kemudian akan diperkuat oleh gelombang dengan menggunakan *amplifier*. Lalu interferensi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak grafit yang akan ditampilkan oleh *display*. Dengan menganalisis puncak-puncak grafik tersebut maka struktur kristal suatu material dapat diketahui. Alat yang digunakan pada pengujian ini ditunjukkan pada gambar 3.8.

Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu.

Persamaan Hukum Bragg :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (3.4)$$

Di mana,

n = orde difraksi (1,2,3,..)

λ = panjang gelombang (nm)

d = jarak antar *lattice* (kisi) (nm)

θ = sudut difraksi.

Perhitungan jarak antar layer pada hasil grafik XRD (*dspacing*) dapat menggunakan Hukum Bragg pada Persamaan 3.4 yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh sintesis dari grafit hingga menjadi *reduced graphene oxide*. Khususnya jarak layer pada sampel.

$$d_{002} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.5)$$

Di mana:

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

Data hasil keluaran XRD dapat memberikan informasi untuk melihat ukuran kristal sampel. Hal ini dapat didapatkan dengan Persamaan Scherrer pada Persamaan 3.5 (Ingham & Toney, 2014).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.5)$$

Di mana:

- D = FWHM / full width of the peak (2θ) (rad)
 λ = Panjang gelombang Cu-K α (1.54060 Å)
 β = Dimensi Kristal
 K = konstanta Scherrer dengan nilai 0,89-0,94

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per meninya, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit sehingga sumbu-X setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Tabel 3.1 menunjukkan informasi hasil pengujian XRD.

Tabel 3. 1 Informasi Hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004)

No	Karakter	Informasi dari Material
1	Posisi Puncak (2θ)	<ul style="list-style-type: none"> • Fasa • Identifikasi Kristal • Struktur Kristal • Parameter Kisi • Regangan Seragam
2	Tinggi Puncak (Intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Identifikasi ▪ Komposisi ▪ Hamburan tak Koheren ▪ Extinction ▪ Preferred orientation
3	Lebar dan Bentuk Puncak	Ukuran Kristal (bukan partikel atau grain)



Gambar 3.8 Instrumen XRD PANalytical

3.5 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian yang dilakukan pada penelitian ini tertera pada Tabel 3.2.

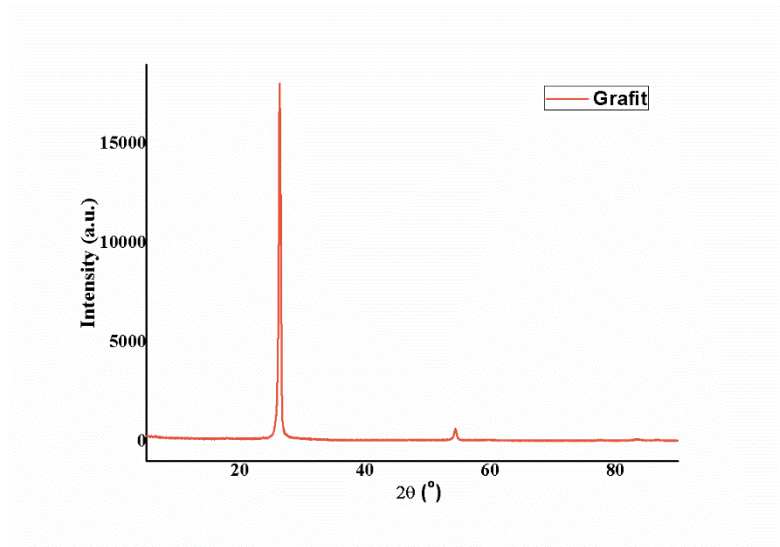
Tabel 3. 2 Rancangan penelitian

Spesimen	Konsentrasi	Pengujian			
	Asam Tartarat (M)	XRD	FTIR	SEM	CV
EG 1	0,5	√	√	√	-
EG 2	1	√	√	√	-
EG 3	1,5	√	√	√	-
Graphene 1	0,5	√	√	√	-
Graphene 2	1	√	√	√	-
Graphene 3	1,5	√	√	√	-
Elektroda graphene 1	0,5	-	-	√	√
Elektroda graphene 2	1	-	-	√	√
Elektroda graphene 3	1,5	-	-	√	√

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

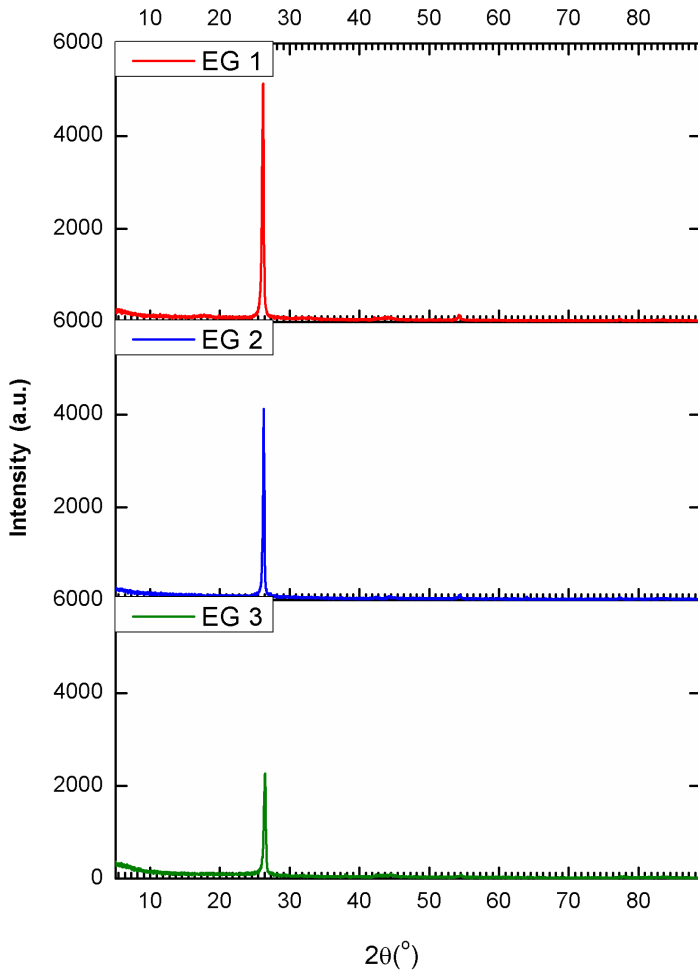
4.1 Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pengujian XRD dilakukan pada sampel grafit, *expanded graphite*, dan *graphene* untuk mengetahui perbedaan posisi puncak dari sampel yang mengindikasikan adanya perubahan struktur dari grafit yang disintesis menjadi *expanded graphite* (EG) hingga akhirnya menjadi *graphene*.



Gambar 4. 1 Pola XRD grafit

Berdasarkan pada Gambar 4.1, grafit memiliki peak yang sangat tajam dan intensitas yang tinggi pada posisi $2\theta = 26,4681^\circ$ dengan nilai $d_{\text{spacing}} = 3,36757\text{\AA}$. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa sifat kristalinitas grafit sangat baik. Intensitas difraksi yang tinggi dan bentuk yang tajam menunjukkan bahwa tingkat kristalisasi grafit tinggi dan susunan partikel di dalamnya dalam keadaan baik (Peng, et al., 2018).



Gambar 4. 2 Pola XRD *expanded graphite* dengan variasi konsentrasi asam tartarat

Selanjutnya, grafit diinterkalasi menggunakan asam tartarat dan *thermal shock* hingga terbentuk *expanded graphite*. Proses ini

melibatkan interkalasi yang diikuti oleh pemanasan. Interkalasi adalah proses penyisipan atom atau molekul antara bidang dalam grafit. Setelah pemanasan, larutan interkalasi menguap dan/atau terurai menjadi molekul yang lebih kecil sehingga menyebabkan ekspansi. Proses ini juga disertai dengan desorpsi interkalasi (pelepasan molekul, ion, dan sebagainya dari permukaan zat padat sehingga molekul atau ion jadi gas) sehingga hanya sebagian kecil dari larutan interkalasi yang tersisa setelah pengelupasan. Proses ini menyebabkan peningkatkan jarak antara lapisan dalam grafit. Karena meningkatnya jarak antar lapisan grafit, menyebabkan gaya vander walls antara lapisan melemah sehingga lapisan dapat dipisahkan dengan mudah untuk mendapatkan *graphene*.

Tabel 4. 1 Nilai intensitas dan jarak antar layer grafit dan variasi *expanded graphite*

Material	Konsentrasi asam tartarat (M)	Intensitas	Jarak antar layer (Å)
Grafit	-	17672	3.36757
<i>Expanded graphite</i>	0,5	4982	3,38826
	1	3957	3,39192
	1,5	2134	3,40419

Dari Gambar 4.2 dan Tabel 4.1 didapatkan bahwa konsentrasi asam tartarat memiliki pola teratur. Nilai intensitas dan jarak antar layer menurun dari konsentrasi 0,5M menjadi 1,5M. sedangkan jarak antar layer semakin meningkat dari 0,5M menjadi 1,5M. Dapat dilihat bahwa nilai intensitas mengalami penurunan yang cukup signifikan, namun masih tergolong tajam. Intensitas puncak difraksi berkurang secara signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa kristalinitas telah menurun dan cacat kristal meningkat setelah proses interkalasi diikuti oleh ekspansi. Hal ini juga sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Chamoli & Kar, 2017 bahwa perubahan nilai d_{spacing} yang terjadi sangatlah kecil. Akan tetapi, pada modifikasi Metode Hummer yang telah dilakukan oleh

Alfinus, 2019 didapatkan bahwa jarak antar layer yang dihasilkan sebesar 7.110 Å.

Penurunan puncak intensitas paling rendah terjadi pada asam tartarat dengan konsentrasi 1,5M. Hal ini terjadi karena pada konsentrasi asam tartarat 0,5M tidak dapat sepenuhnya mengoksidasi grafit dan memperluas grafit. Sehingga beberapa jarak lapisan grafit terlalu kecil yang menyebabkan reaksi interkalasi tidak cukup karena senyawa interkalasi tidak cukup untuk memasuki lapisan grafit, menyebabkan volume ekspansi setelah *thermal shock* juga kecil. Hal ini sesuai dengan pernyataan Yang, et al., 2011 bahwa oksidasi berkaitan dengan konsentrasinya. Ketika konsentrasi meningkat secara bertahap, oksidasi berubah menjadi kuat, yang mana lapisan-lapisan grafit akan terbuka secara bertahap dan lengkap, dan molekul-molekul senyawa interkalasi dapat masuk ke dalam ruang antar lapisan grafit untuk membentuk *expanded graphite*.

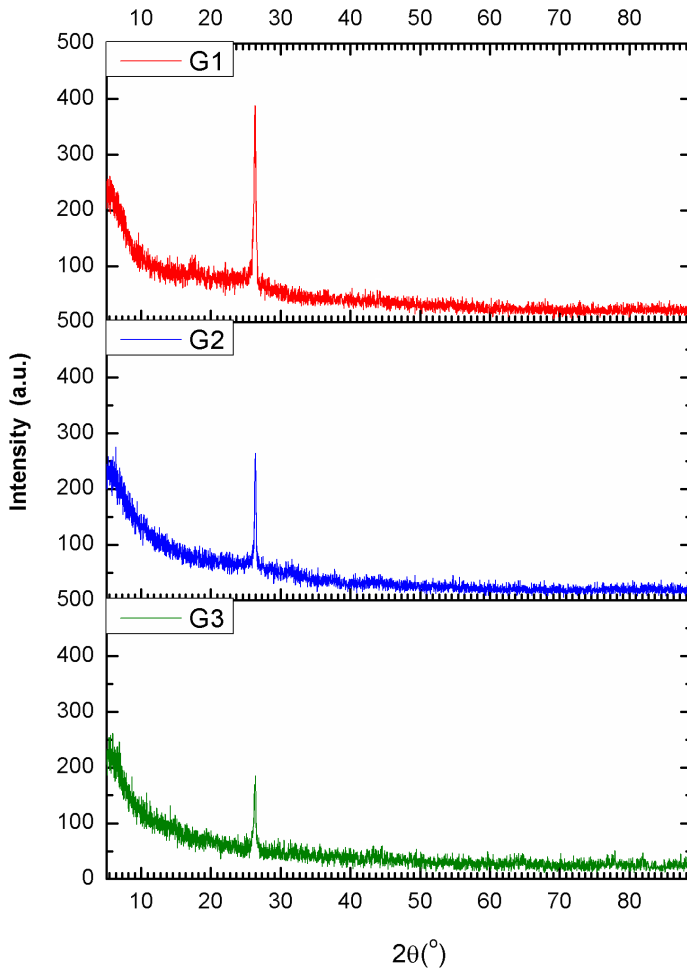
Faktor yang mempengaruhi terhadap mekanisme interkalasi grafit ditentukan oleh besarnya molekul senyawa interkalasi. Semakin besar ukuran molekul, maka jarak antar lapisan grafit yang dihasilkan semakin besar juga (Yoon, et al., 2015).

Tabel 4. 2 Nilai intensitas dan jarak antar layer variasi *graphene*

Material	Konsentrasi asam tartarat (M)	Intensitas	Jarak antar layer (Å)
<i>Graphene</i>	0,5	311	3,38788
	1	180	3,38171
	1,5	149	3,37823

Setelah melalui proses reduksi dan eksfoliasi menggunakan metode *microwave assisted solvothermal* untuk mendapatkan *graphene*, hasilnya adalah nilai intensitas menurun secara drastis dan bersifat amorfus dengan kecenderungan bersifat kristalin dengan nilai intensitas rendah yang dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.2. Nilai intensitas yang semakin melemah dibandingkan dengan grafit dan *expanded graphite* menunjukkan

bahwa jumlah layer dari lembaran *graphene* telah menurun akibat adanya proses pengelupasan sehingga kualitas *graphene* yang dihasilkan semakin baik.



Gambar 4. 3 Pola XRD *graphene* dengan variasi konsentrasi asam tartarat

Meningkatnya jarak antar lapisan *expanded graphite* memberikan peluang pada methanol untuk masuk di antara lapisan *expanded graphite* yang selanjutnya membantu proses pengelupasan. Penggunaan sonikasi membantu difusi methanol di antara lapisan *expanded graphite* yang mempermudah proses pengelupasan dan reduksi pada microwave. Nilai d_{spacing} pada *graphene* menurun mendekati grafit yang menunjukkan telah terjadinya proses pengelupasan dan reduksi yang menghilangkan gugus fungsional oksigen dan hidrogen. Namun, nilai jarak interlayer hasil *graphene* masih lebih besar dibanding grafit yang mengindikasikan bahwa masih ada sedikit gugus fungsional yang tersisa. Dari hasil pengujian XRD yang telah dilakukan, intensitas terendah dan d_{spacing} paling kecil berada pada konsentrasi asam tartarat 1,5M.

Tabel 4. 3 Perbandingan dimensi kristalin

Sampel	d_{spacing} (Å)	Dimensi Kristalin (nm)
G1	3.38788	71.2614
G2	3.38171	61.8539
G3	3.37823	48.2737

Dari Tabel 4.4 didapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam tartarat yang diberikan maka dimensi kristalin yang dihasilkan semakin kecil.

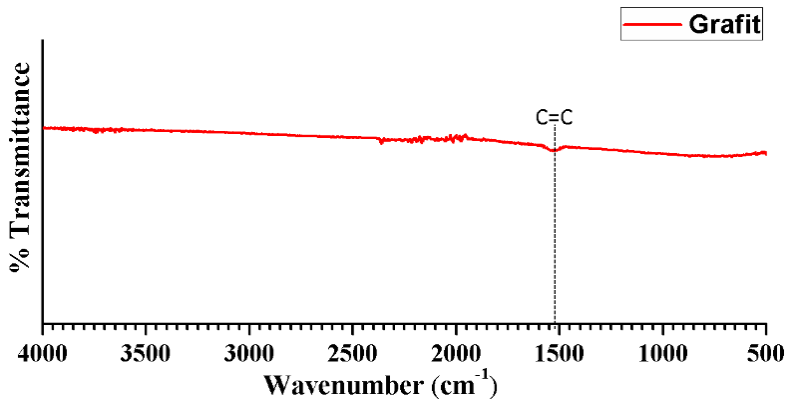
Hasil *graphene* yang dihasilkan memiliki perbedaan dengan hasil dari metode modifikasi hummer yang dapat dilihat pada Gambar 2.5. Perbedaan yang signifikan terjadi pada letak peak *expanded graphite* dengan *graphite oxide* (GO). Pada GO, terjadi reaksi oksidasi yang sangat tinggi yang menyebabkan terjadinya pergeseran peak ke arah kiri (13-14°). Letak peak inilah yang menjadi perbedaan mendasar dari GO dan EG.

Perbedaan juga terdapat pada hasil pengujian *graphene* dan RGO. Perbedaan tersebut terletak pada dimensi kristal. RGO pada

Gambar 2.5 memiliki dimensi kristal yang lebih kecil, dibuktikan dengan lebih lebarnya ukuran peak pada RGO, hasil ini berbanding jauh dengan graphene yang memiliki dimensi kristal yang lebih besar. Hal ini menunjukkan RGO memiliki struktur yang lebih amorfus dibandingkan dengan graphene

4.2 Hasil Pengujian *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Pengujian FTIR dilakukan terhadap grafit, *expanded graphite*, dan *graphene* untuk mengetahui jenis ikatan apa saja yang terkandung di dalamnya.



Gambar 4. 4 Pola FTIR grafit

Gambar 4.4 menunjukkan hasil pengujian FTIR pada grafit. Dimana dapat ditunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C yang merupakan *aromatic* pada bilangan gelombang 1651 cm⁻¹.

Proses interkalasi dan ekspansi grafit menjadi *expanded graphene* memunculkan beberapa *peak* dengan *wavenumber*. Melalui Gambar 4.5 diketahui pada penambahan 0,5M asam tartarat teridentifikasi ikatan C=C pada *wavenumber* 1505 cm⁻¹, C=O pada *wavenumber* 1694 cm⁻¹, C-O *wavenumber* 1145 cm⁻¹, dan C-H pada *wavenumber* 868 cm⁻¹. Pada penambahan 1M asam tartarat teridentifikasi ikatan C=O pada *wavenumber* 1732 cm⁻¹, C=C pada *wavenumber* 1538 cm⁻¹, C-O *wavenumber* 1105

cm^{-1} , dan C-H pada *wavenumber* 869 dan 668 cm^{-1} . Kemudian, pada penambahan 1,5M asam tartarat teridentifikasi ikatan C=C pada *wavenumber* 1568 cm^{-1} , C=O pada *wavenumber* 1695 cm^{-1} , C-O *wavenumber* 1101 cm^{-1} , serta C-H pada *wavenumber* 870 dan 667 cm^{-1} . Perbedaan signifikan yang ditunjukkan oleh *expanded graphite* dengan grafit oksida ditunjukkan oleh Gambar 2.10 dan 4.5 adalah tidak adanya gugus -OH. Pada *expanded graphite* tidak terdapat gugus -OH dikarenakan penggunaan asam organik yang lemah sehingga saat *thermal shock* molekul asam tartarat terdekomposisi menjadi uap.

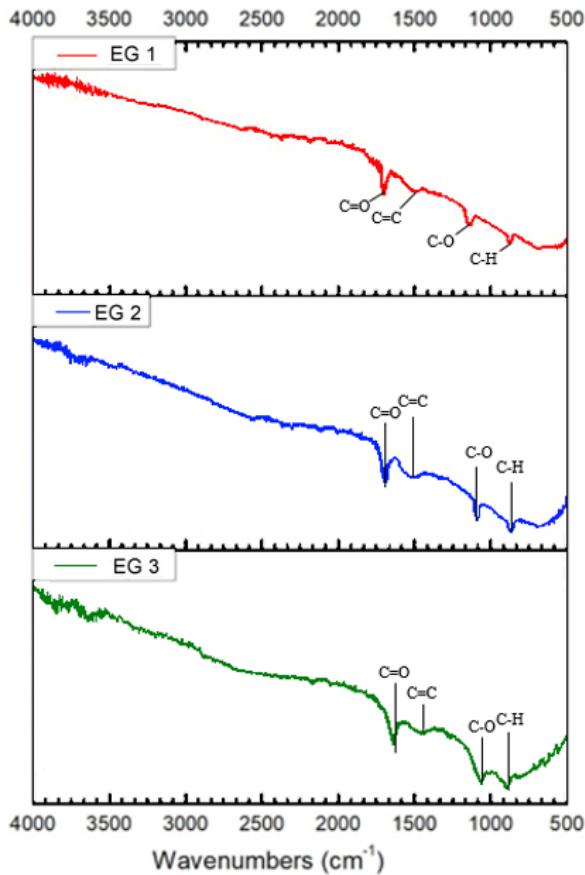
Proses exfoliasi pada *expanded graphite* menjadi *graphene* memunculkan beberapa peak dengan *wavenumber* tertentu seperti pada Gambar 4.6. Pada variasi asam tartarat 0,5M teridentifikasi ikatan C=C pada 1497 cm^{-1} dan C=O pada 1694 cm^{-1} . Pada konsentrasi asam tartarat 1M teridentifikasi, ikatan C=C pada 1507 cm^{-1} dan C=O pada 1684 cm^{-1} . Sedangkan pada konsentrasi asam tartarat 1,5M teridentifikasi ikatan C=C pada 1555 cm^{-1} dan C=O pada 1723 cm^{-1} . Berdasarkan Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa pada *expanded graphite* memiliki gugus yang berisis O dan H, sedangkan pada *graphene* ikatan antara C-H telah menghilang yang mengindikasikan pengurangan jumlah atom O dan H didalamnya yang berarti peningkatan kemurnian.

Tabel 4. 4 Jenis gugus ikatan pada sampel *expanded graphite* dan *graphene* (Guler, et al., 2016)

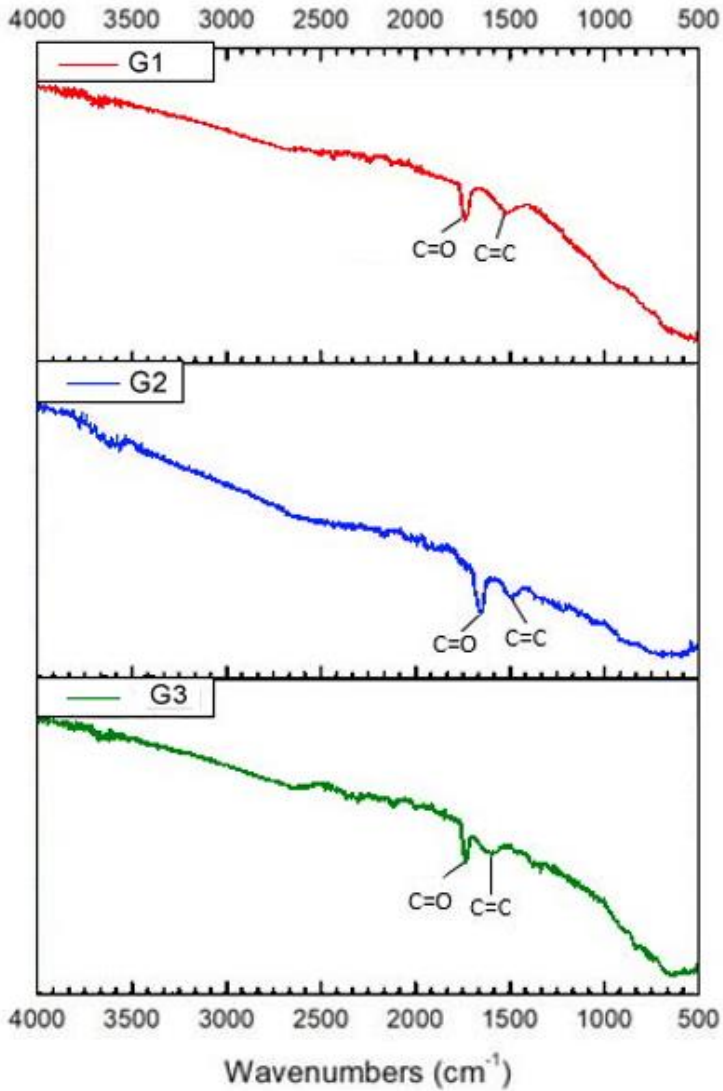
Wavenumber (cm^{-1})	Jenis Ikatan
1350-1700	C=C
1118	-OH
2921	C-H
2852	C-H
1580	COOH
1636	COOH

Nilai *wavenumber* pada Tabel 4.4 yang merupakan hasil dari sampel *expanded graphite* menggunakan H_2SO_4 yang mana hasil

tersebut mengindikasikan ada banyak residu, termasuk kelompok hidroksil dan karboksil. Akan tetapi setelah dilakukan eksfoliasi, gugus-gugus tersebut masih muncul. Penggunaan asam tartarat sebagai agen oksidasi dan interkalasi hanya menyisakan gugus C=O setelah dilakukan eksfoliasi yang mana hal tersebut mempengaruhi nilai konduktivitas elektrik dari *graphene* yang dihasilkan.



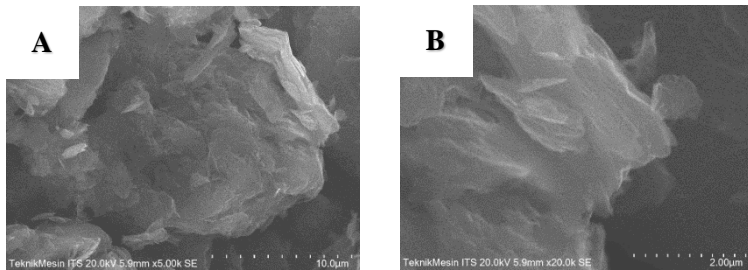
Gambar 4. 5 Pola FTIR *expanded graphite*



Gambar 4. 6 Pola FTIR *graphene*

4.3 Hasil Pengujian *Scanning Elektron Microscopy* (SEM)

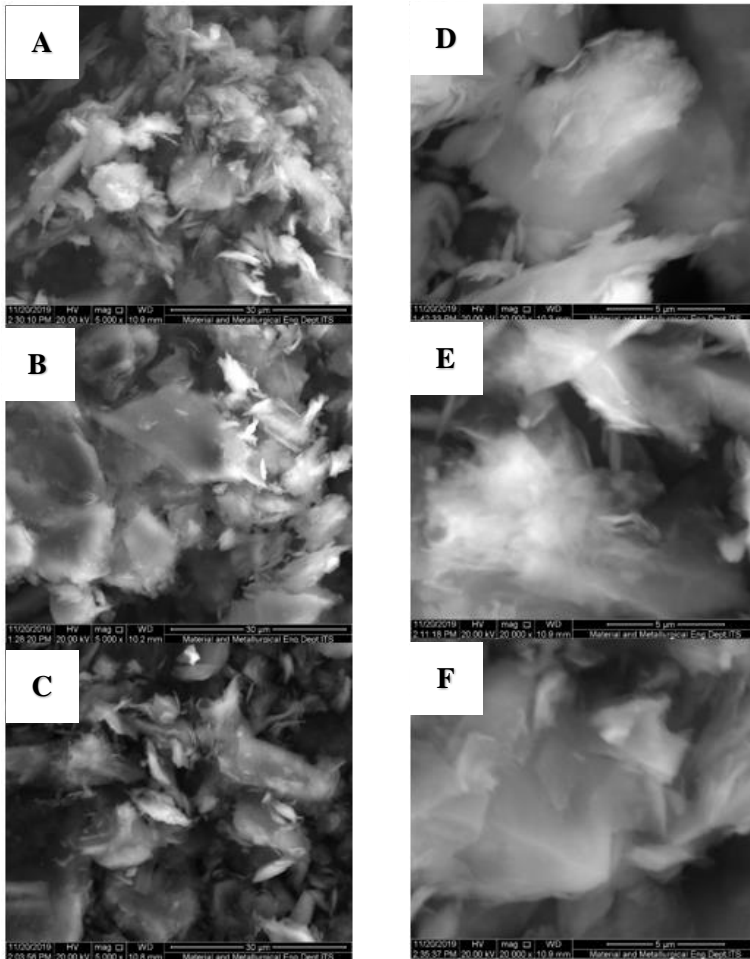
Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan grafit, *expanded graphite*, *graphene*, *nickel foam*, dan elektroda superkapasitor. Pada Gambar 4.7 Ditunjukkan morfologi grafit yang berbentuk seperti *flake* yang menyebar tidak beraturan dan tebal.



Gambar 4. 7 SEM grafit dengan perbesaran A) 5000 dan B) 20000

Tampak perbedaan morfologi yang dihasilkan antara grafit dengan *expanded graphite* yang ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Lapisan *expanded graphite* terlihat lebih tipis dan ukuran flake nya lebih kecil serta acak dibandingkan grafit.

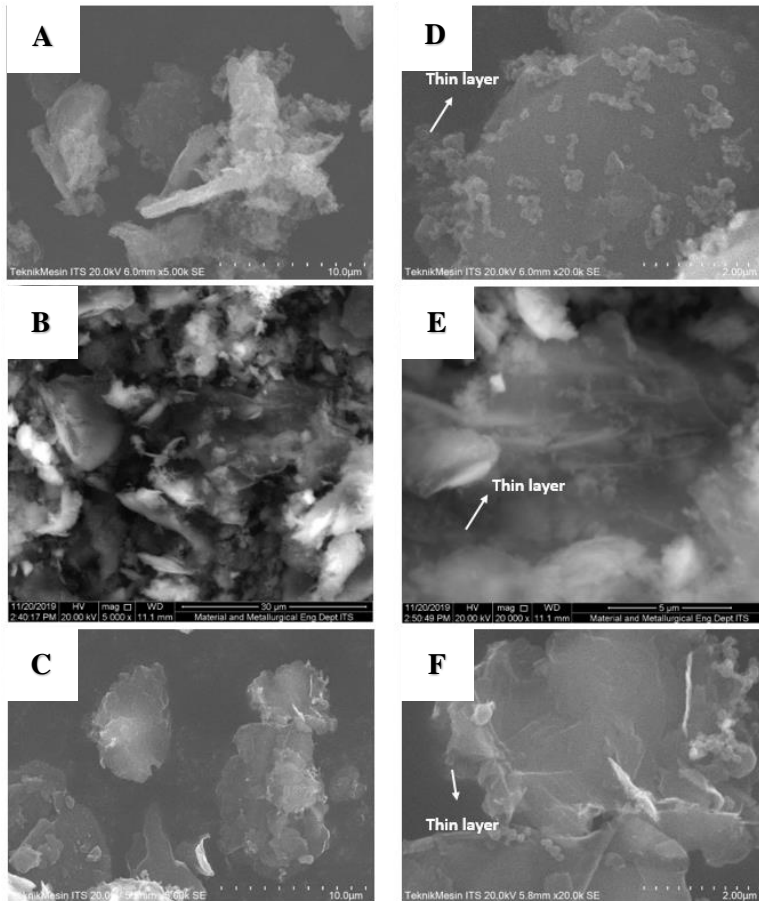
Perbedaan morfologi permukaan yang terjadi pada *expanded graphite* disebabkan oleh perbedaan konsentrasi asam tartarat sebagai agen interkalasi yang diberikan. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 pada perbesaran 5000x, terlihat bahwa *expanded graphite* dengan konsentrasi paling rendah memiliki lembaran-lembaran yang cukup padat, sedangkan konsentrasi paling tinggi memiliki lembaran-lembaran yang paling renggang. Apabila diamati lebih dalam pada perbesaran 20.000x, pada Gambar 4.8 *expanded graphite* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M memiliki morfologi lembaran yang lebih tebal dibandingkan dengan yang lain.



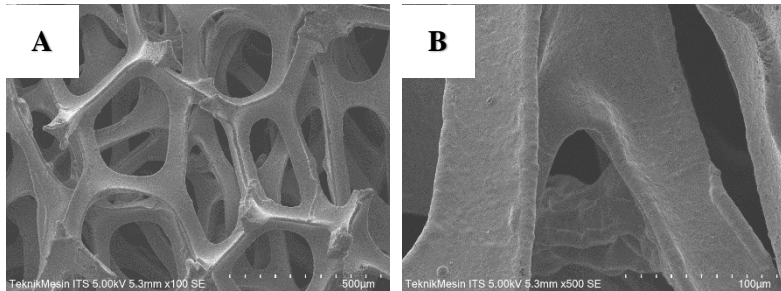
Gambar 4. 8 Hasil SEM *Expanded grahite* dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 5000x (B) 1M dengan perbesaran 5000x (C) 1,5M dengan perbesaran 5000x (D) 0,5M dengan perbesaran 20000x (E) 1M dengan perbesaran 20000x (F) 1,5M dengan perbesaran 20000x

Pada Gambar 4.8, *expanded graphite* dengan konsentrasi asam tartarat 1M memiliki morfologi permukaan yang cukup tipis dibandingkan dengan *expanded graphite* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M. Sedangkan pada Gambar 4.8, *expanded graphite* dengan konsentrasi asam tartarat 1,5M memiliki morfologi permukaan yang paling tipis dibandingkan *expanded graphite* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M.

Perbedaan morfologi permukaan yang terjadi pada *graphene* disebabkan oleh perbedaan konsentrasi asam tartarat sebagai agen interkalasi yang diberikan. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9, apabila diamati lebih dalam pada perbesaran 20.000x, *graphene* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M memiliki morfologi lembaran yang lebih tebal dibandingkan dengan konsentrasi 1M dan 1,5M. *Graphene* dengan konsentrasi asam tartarat 1,5M memiliki morfologi permukaan yang cukup tipis dibandingkan dengan *graphene* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M dan 1M. Sedangkan pada *graphene* dengan konsentrasi asam tartarat 0,5M memiliki morfologi permukaan yang paling kasar dan tebal.

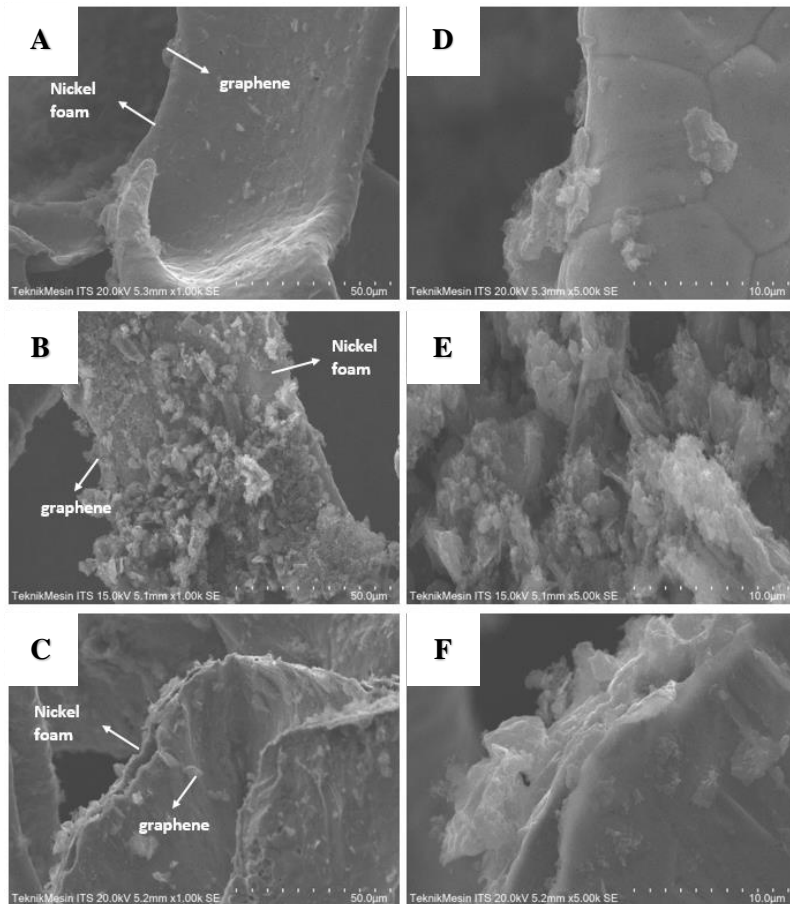


Gambar 4. 9 Hasil SEM *graphene* dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 5000x (B) 1M dengan perbesaran 5000x (C) 1,5M dengan perbesaran 5000x (D) 0,5M dengan perbesaran 20000x (E) 1M dengan perbesaran 20000x (F) 1,5M dengan perbesaran 20000x



Gambar 4. 10 Hasil SEM dari *Nickel Foam* dengan Perbesaran (A) 100x dan (B) 500x

Gambar 4.10 menunjukkan hasil SEM dari *nickel foam* yang berfungsi sebagai pengumpul arus (*current collector*) pada elektroda dan peningkatan luas area kontak akibat strukturnya yang berupa *porous*, terlihat bahwa *nickel foam* memiliki permukaan yang berbentuk *network* dan berongga (*sponge*). Kemudian *nickel foam* dicelupkan pada larutan *graphene* sehingga *graphene* mengisi rongga-rongga pada *nickel foam*, hal ini akan meningkatkan luas area kontak elektroda dengan elektrolit yang terlihat seperti pada Gambar 4.11.



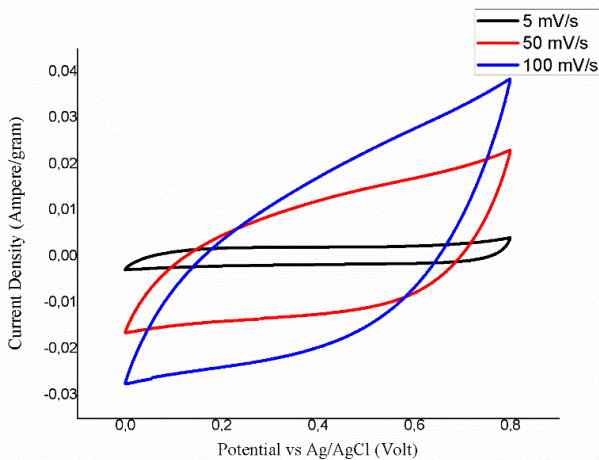
Gambar 4. 11 Hasil SEM dari *nickel foam-graphene* dengan konsentrasi asam tartarat (A) 0,5M dengan perbesaran 1000x (B) 1M dengan perbesaran 1000x (C) 1,5M dengan perbesaran 1000x (D) 0,5M dengan perbesaran 5000x (E) 1M dengan perbesaran 5000x (F) 1,5M dengan perbesaran 5000x

Gambar 4.11 menunjukkan morfologi permukaan dari *nickel foam* yang didepositkan serbuk *graphene* melalui proses

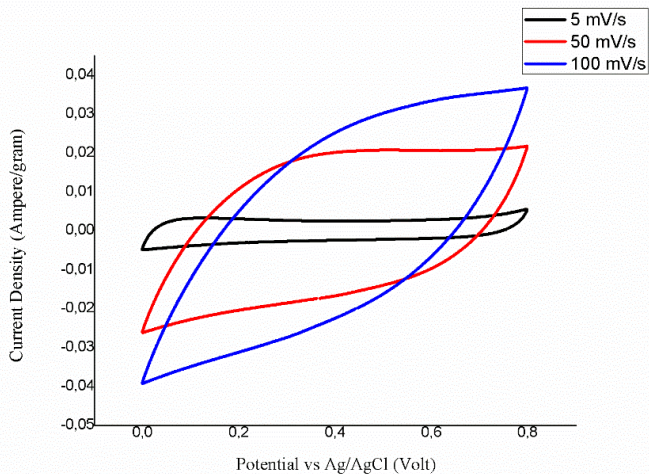
ultrasonikasi kemudian dilakukan proses kompresi agar terdeposit lebih dalam pada *nickel foam*.

4.4 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

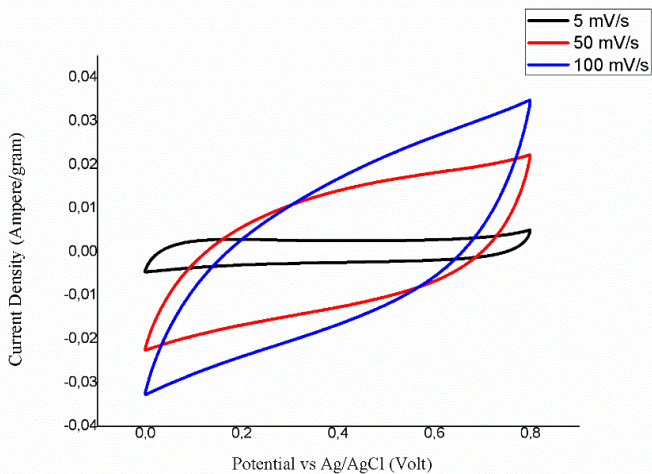
Pengujian cyclic voltammetry digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda EDLC dari material *graphene*. Pengujian dilakukan dengan mendepositkan *graphene* ke dalam *nickel foam* yang bertindak sebagai *current collector*. Pengujian dilakukan dalam larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M yang termasuk ke dalam elektrolit netral. Pemilihan larutan netral bertujuan untuk meminimalisir adanya pengaruh kemungkinan terjadinya senyawa baru ketika dilakukan proses pengujian CV yang justru mengacaukan nilai kapasitansi material yang akan diuji. Rentang *potential window* dari 0 volt sampai 0.8 volt serta menggunakan variasi *scan rate* 5, 50, dan 100 mV/s. Pengujian dilakukan menggunakan 3 *set up electrode* di mana elektroda referensi menggunakan Ag/AgCl dan *counter electrode* menggunakan grafit.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4. 12 Perbandingan Hasil Uji CV Elektroda *graphene* dengan Variasi Konsentrasi Asam Tartarat (a) 0,5 M (b) 1 M (c) 1,5 M

Berdasarkan Gambar 4.12 ketiga kurva hasil pengujian CV memiliki karakteristik bentuk yang hampir sama pada *scan rate* yang sama, didapatkan kesimpulan bahwa semakin tinggi *scan rate* yang digunakan maka semakin tinggi pula luasan kurva yang dimiliki. Semua sampel grafena, mempunyai bentuk mendekati rectangular, yang menandakan kestabilan yang baik. Hal tersebut mengindikasikan persebaran muatan dan kecepatan transfer muatan yang bagus serta performa superkapasitif yang tinggi (Huang, et al., 2013). Namun demikian, karena bentuk kurva yang semakin runcing dan miring ke arah atas seiring meningkatnya *scan rate*, mengindikasikan meningkatnya internal resistance pada elektroda tersebut (Cao, et al., 2011).

Tabel 4.5 Hasil Pengujian CV Elektroda Nickel foam-graphene

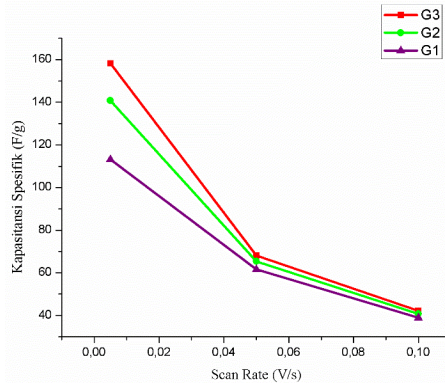
Sampel	Scan Rate (V/s)	Area I vs E (f idV)	Kapasitansi Spesifik (F/g)	Specific Energy Density (Wh/Kg)	Specific Power Density (W/Kg)
G1	0,005	0,002805	113,145	10,05341	226,2016
	0,05	0,01526	61,561	5,469534	1230,645
	0,1	0,021719	38,803	3,44746	1551,357
G2	0,005	0,003379	140,833	12,51333	281,55
	0,05	0,007318	65,372	5,808175	1306,839
	0,1	0,007162	40,711	3,61702	1627,659
G3	0,005	0,003923	158,252	14,06165	316,3871
	0,05	0,016874	68,071	6,048029	1360,806
	0,1	0,020904	42,168	3,746237	1685,806

Berdasarkan Tabel 4.5, nilai kapasitansi dari yang terbesar menuju terkecil berturut-turut adalah saat konsentrasi asam tartarat 1,5M dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 158,252 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s, penambahan 1 M asam tartarat dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 140,833 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s, dan nilai kapasitansi terkecil adalah saat penambahan 0,5 M asam

tartarat dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 117,5 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s.

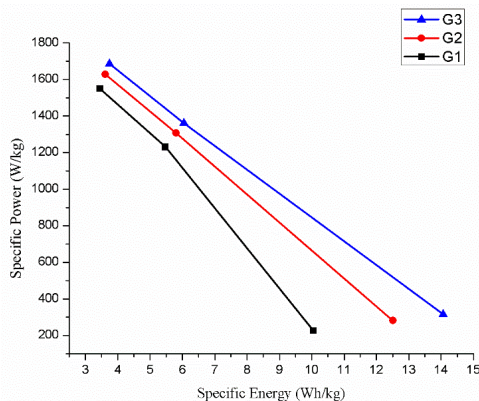
Nilai kapasitansi yang semakin rendah tersebut disebabkan karena adanya pengotor berupa gugus fungsi oksigen, yang ditunjukkan oleh hasil pengujian FTIR (Sreedhar, et al., 2018) pada *graphene* yang menyebabkan penurunan konduktivitas dan juga mengalami peningkatan internal resistansinya. Hal ini juga dijelaskan oleh Huang et.al. (2013) bahwa semakin amorfus suatu *graphene* maka semakin besar luas permukaan yang dimiliki *graphene*, sehingga semakin besar pula luas area yang tersedia untuk muatan atau ion untuk menempel ketika dilakukan proses *charging* membentuk “*double layer*” khas pada elektroda superkapasitor.

Pemberian *scan rate* yang berbeda-beda bertujuan untuk mengetahui pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi spesifik serta bentuk kurva CV yang didapatkan. *Scan rate* sangat mempengaruhi bentuk kurva dan nilai kapasitansi spesifik. Nilai kapasitansi spesifik meningkat seiring dengan penurunan *scan rate*. Hal ini dikarenakan pada *scan rate* yang rendah, maka ion memiliki cukup waktu untuk dapat menjangkau lebih dalam dari bagian material, sehingga lebih banyak luas permukaan aktif yang dihasilkan, sehingga menyebabkan nilai kapasitansi nya meningkat (Lu, et al., 2011). Pada *scan rate* yang rendah, bentuk kurva CV berbentuk *rectangular*. Hal ini menunjukkan bahwa respons elektroda terhadap pengisian dan pemakaian sangat reversibel. Namun, pada *scan rate* yang lebih tinggi bentuk kurva CV menyimpang dari bentuk *rectangular* (Daraghme, et al., 2017). Dengan mem-plot data *scan rate* dan nilai kapasitansi dengan bentuk grafik ulang disajikan pada Gambar 4.13 dibawah, kita dapat mengamati *trend* pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi spesifik.

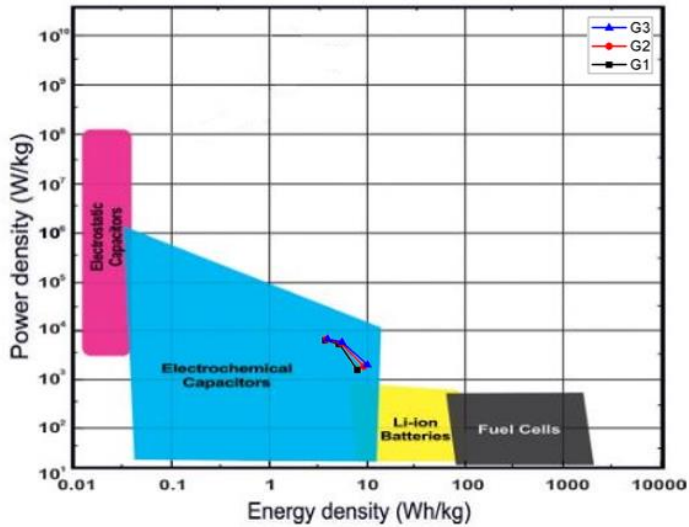


Gambar 4.13 Pengaruh scan rate terhadap nilai kapasitansi elektroda uji

Selain perhitungan kapasitansi spesifik kita juga dapat menentukan *specific energy* dan *specific power* untuk mengetahui apakah nilai kapasitansi yang diperoleh dapat dimasukkan ke dalam *electrochemical capacitor/superkapasitor* dengan membandingkannya ke dalam sketsa plot ragone pada Gambar 4.15.



Gambar 4.14 Hubungan *specific energy* dan *specific power*



Gambar 4. 15 Plot ragone hasil variasi konsentrasi asam tartarat

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pada penambahan konsentrasi asam tartarat dengan variasi 0,5 M, 1 M, dan 1,5 M menunjukkan adanya perbedaan struktur dan morfologi pada pengujian XRD dan SEM. Semakin bertambahnya konsentrasi asam tartarat yang ditambahkan maka intensitasnya akan semakin turun, maka struktur grafena yang dihasilkan amorfus dengan kecenderungan kristalin dan morfologi grafena yang ditunjukkan semakin tipis.
2. Penambahan konsentrasi asam tartarat mempengaruhi nilai kapasitansi spesifik dari *graphene*. Semakin bertambahnya konsentrasi yang ditambahkan maka nilai kapasitansinya juga semakin meningkat. Pada konsentrasi 1,5 M menunjukkan hasil yang paling baik dengan nilai kapasitansi yang tertinggi yaitu 158,252 F/g.

5.2 Saran

Adapun saran dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Melakukan pengujian *Raman Spectroscopy* untuk mengetahui mengetahui pita (band) ikatan, dan juga untuk mengetahui perbedaan pola diantara grafit, EG, dan *graphene*.
2. Melakukan pengujian *Brunner Emmet Teller* (BET) untuk mengetahui besar luas permukaan aktif pada sampel.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Alfinus, M. I. 2019. "Pengaruh Variasi Massa Reduced Graphene Oxide Terhadap Sifat Fotokatalitik Komposit CuO/Reduced Graphene Oxide Untuk Degradasi Methylene Blue". ITS, Surabaya: **Skripsi S1** Departemen Teknik Material.
- Al-Hazmi, F. S., Al-Harbi, G. H., Beall, G. W., Al-Ghamdi, A. A., Obaid, A. Y., & Mahmoud, W. E. 2015. "Synthesis and structure of high quality graphene prepared via solvothermal exfoliation of intercalated graphite flakes". **Superlattices and Microstructures**, 270-274.
- Al-Hazmi, F., Al-Harbi, G. H., Beall, G. W., Al-Ghamdi, A. A., Obaid, A. Y., & Mahmoud, W. E. 2015. "One pot synthesis of graphene based on microwave assisted solvothermal technique". **Synthetic Metals**, 54-57.
- Ali, F., Liu, X., Zhou, D., Yang, X., Xu, J., Schenk, T., Dong, X. 2017. "Silicon-doped hafnium oxide anti-ferroelectric thin films for energy storage". **Journal of Applied Physics**.
- Andrameda, Y. A., Diah, S., & Nurdiansah, H. 2019. "Analisa Pengaruh Doping Boron Terhadap Sifat Kapasitif Material Graphene untuk Aplikasi Superkapasitor". **Thesis S2** Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
- Bardhan, K. K., Wu, J. C., Culik, J. S., Anderson, S. H., & Chung, D. D. 1980. "Kinetics of intercalation and desorption in graphite". **Synth Met**.
- Canadian Institutes of Health. 2019, September 25. "DrugBank". Diambil kembali dari www.drugbank.ca: <https://www.drugbank.ca/drugs/DB09459>
- Cao, J., He, P., Mohammed, M. A., Zhao, X., Young, R., Derby, B., Dryfe, R. A. 2017. "Two-step electrochemical intercalation and oxidation of graphite for the mass production of graphene oxide". **J. Am. Chem. Soc.**

-
- Cao, X., Shi, Y., Shi, W., Lu, G., Huang, X., Yang, Q., Zhang, H. 2011. "Preparation of Novel 3D Graphene Network for Supercapacitor Applications". **Small**, 7(22), 3163-3168.
- Chamoli, P., & Kar, K. 2017. "Structural, optical and electrical characteristics of graphene nanosheets synthesized from microwave-assisted exfoliated graphite". **Journal of Applied Physics**.
- Chang, L., & Yu, Y. H. 2018. Supercapacitors. Dalam p. Dincer (Penyunt.), **Comprehensive Energy Systems** (hal. 663-695). London: Elsevier Inc.
- Chung, D. D. 2015. "A review of exfoliated graphite". **J Mater Sci**.
- Chung, D. D. 2016. "Graphite Intercalation Compounds". Dalam **Module in Materials Science and Materials Engineering**.
- Daraghme, A., Hussain, S., Saadeddin, I., Servera, L., Xuriguera, E., Cornet, A., & Cirera, A. 2017. "A Study of Carbon Nanofibers and Active Carbon as Symmetric Supercapacitor in Aqueous Electrolyte: A Comparative Study". **Nanoscale Research Letters**.
- Dhanaraj, G., Kullaiah, B., Prasad, V., & Dudley, M. (Penyunt.). t.thn.. **Springer Handbook of Crystal Growth**.
- Dimiev, A. M., Ceriotti, G., Behabtu, N., Zakhidov, D., Pasquali, M., Saito, R., & Tour, J. M. 2013. "Direct real-time monitoring of stage transitions in graphite intercalation compounds". **ACS Nano**, 7, 2773-2780.
- Ding, J., Guo, D., Deng, C., Zhu, H., & Yu, C. 2017. "Low-temperature synthesis of nanocrystalline ZrC coatings on flake graphite by molten salts". **Appl. Surf. Sci.**, 315-321.
- Dong, L., Chen, Z., Lin, S., Wang, K., Ma, C., & Lu, H. 2017. "Reactivity-controlled preparation of ultralarge graphene oxide by chemical expansion of graphite". **Chem. Mater**, 564-572.
- Dresselhaus, M. S., & Dresselhaus, G. 1981. "Intercalation compounds of graphite". **Adv. Physy**, 139-326.
-
-

-
- El-Khodary, S. A., El-Enany, G. M., El-Okr, M., & Ibrahim, M. 2014. "Preparation and Characterization of Microwave Reduced Graphite Oxide for High-Performance Supercapacitors". **Electrochimica Acta**, 269-278.
- Feng Jiang, Yu, Yun, Feng, Aihu, & Song, Lixing. 2018. "Effects of ammonia on graphene preparation via microwave assisted intercalation exfoliation method". **Ceramics International**, 12763-12766.
- Ferreira, C. I., Bianchi, O., Oviedo, M. A., Oliveira, R. V., & Mauler, R. S. 2013. "Morphological, viscoelastic and mechanical characterization of polypropylene/exfoliated graphite nanocomposites". **Polimeros**.
- Frackowiak, E., & Beguin, F. 2001. "Carbon materials for the electrochemical storage of energy in capacitors". **Carbon**, 937-950.
- Geim, A. K., & Novoselov, K. S. 2015. "A Collection of Reviews from Nature Journals" : **The Rise of Graphene**.
- Guler, O., Guler, S. H., Selen, V., Albayrak, M. G., & Evin, E. 2016. "Production of graphene layer by liquid-phase exfoliation with low sonication power and sonication time from synthesized expanded graphite". 123-127.
- Huang, Z., Zhang, H., Chen, Y., Wang, W., Chen, Y., & Zhong, Y. 2013. "Microwave-assisted synthesis of functionalized graphene ion Ni foam as electrodes for supercapacitor application". **Electrochimica Acta**, 108, 421-428.
- Ingham, B., & Toney, M. F. 2014. *Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications*. Dalam **X-ray diffraction for characterizing**. Dalam: K. Barmak & K. Coffey, penyunt (hal. 2-28). London: Woodhead Publishing.
- Itagaki, M., Suzuki, S., Shitanda, I., Watanabe, & Nakazawa, H. 2007. "Impedance analysis of electrical double layer capacitor with transmission line model". 415-424.
-

- Joshi, R. K. S. Alwarappan, M. Yoshimura, V. Sahajwalla, Y. Nishina. 2015. "Graphene oxide: the new membrane material". **Elsevier-Applied Materials Today** 1. 1-12
- Kim, Hyo Won, Yoon, Hee Wook, Yoon, Seon-Mi, Yoo, Byung Min, Ahn, Byung Kook, Cho, Young Hoon, Shin, Hye Jin, Yang, Hoichang, Paik, Ungyu, Kwon, Soongeun, Choi, Jae-Young, Park, Ho Bum. 2013. "Selective Gas Transport Through Few-Layered Graphene and Graphene Oxide Membranes". **Science**. 95-98
- Lan, R., Su, W., & Li, J. 2019. "Preparation and Catalytic Performance of Expanded Graphite for Oxidation of Organic Pollutant". **Catalysts**, 280.
- Lee, W. J., Jang, H. R., Kim, M. J., Kim, H. M., Oh, J. M., & Paek, S. M. 2019. "Microwave-irradiated reduced graphene oxide nanosheets for highly reversible and ultrafast sodium storage". **Journal of Alloys and Compounds**, 382-390.
- Lee, W.-J., Jang, H.-R., Kim, M.-J., Kim, H.-M., Oh, J.-M., & Paek, S.-M. 2019. "Microwave-irradiated reduced graphene oxide nanosheets for highly reversible and ultrafast sodium storage". **Journal of Alloys and Compounds**, 382-390.
- Li, J., Wu, Q., & Wu, J. 2015. Synthesis of Nanoparticles via Solvothermal and Hydrothermal Methods. Dalam **Handbook of Nanoparticles**. Springer International Publishing Switzerland.
- Lin, S., Dong, L., Zhang, J., & Lu, H. 2016. "Room-temperature intercalation and 1000-fold chemical expansion for scalable preparation of high-quality graphene". **Chem. Mater**, 2138-2146.
- Liu, C., Yu, Z., Neff, D., Zhamu, A., & Jang, B. Z. 2010. "Graphene-Based Supercapacitor with an Ultrahigh Energy Density". **Nano Letters**, 4863-4868.
- Lu, T., Pan, L., Li, H., Zhu, G., Lv, T., Liu, X., Chua, D. H. 2011. "Microwave-assisted synthesis of graphene-ZnO nanocomposite for electrochemical supercapacitors".

-
- Journal of Alloys and Compounds**, 509(18), 5488–5492.
doi:10.1016/j
- Mays, T. J. t.thn.. "A new classification of pore sizes".
- Murata. 2013. "High Performance Electrical Double Layer Capacitors". Murata Manufacturing Co., Ltd.
- Nunes, D., Pimentel, A., & Martins, R. 2019. "Metal Oxide Nanostructures Synthesis", **Properties and Applications**.
- Nurdiansah, H., & Susanti, D. 2014. "Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) ". **Thesis S2** Teknik Material dan Metalurgi ITS.
- Peng, T., Liu, B., Gao, X., Luo, L., & Sun, H. 2018. "Preparation, quantitative surface analysis, intercalation characteristics and industrial implications of low temperature expandable graphite". **Applied Surface Science**, 800-810.
- Pratapa, S. 2004. Dalam **Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X**. Jurusan Fisika FMIPA ITS.
- Ray, Sekhar Chandra. 2015. "Applications of Graphene and Graphene-Oxide Based Nanomaterials". **Oxford : Elsevier**.
- Riyanto, A. 2014. "Superkapasitor Sebagai Piranti Penyimpanan Energi Listrik Masa Depan".
- Royal Swedish Academy, O. F. Sciences. 2010. "Graphene: Scientific Background on the Nobel Prize in Physics 2010". **The Royal Swedish Academy of Sciences** :0– 10
- Safitri, D. A., Susanti, D., & Nurdiansah, H. 2019. "Analisis Pengaruh Doping Nitrogen Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene". **Thesis S2** Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
- Sun, Pengzhan, Zhu, Miao, Wang, Kunlin, Zhong, Minlin, We, Jinqian, Wu, Dehai, Xu, Zhiping, & Zhu, Hongwei. 2013. "Selective Ion Penetration of Graphene Oxide Membranes". **ACS Nano** **7**. 428-427
- Sreedhar, D., Devireddy, S., & Veeredhi, V. R. 2018. "Synthesis and Study of Reduced Graphene Oxide layers under
-

- Microwave Irradiation". **Materials Today**: Proceedings, 5(2), 3403-3410. doi:10.1016/j.matpr.2017.11.585
- Syarif, N. 2014. "Performance of Biocarbon based electrodes for electrochemical capacitor". **Energy Procedia**, 18-25.
- Taherian, R. 2019. "Application of Polymer Based Composites. Electrical Conductivity in Polymer Based Composites".
- Taylor, M., Atri, B., & Minhas, S. 2005. "Developments in Microwave Chemistry". **Evalueserve**.
- U.S. National Library of Medicine. 2019, September 25. **PubChem**. Diambil kembali dari pubchem.ncbi.nlm.nih.gov:
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Tartaric-acid#section=Names-and-Identifiers>
- Utomo, Putro Bakti 2019. "Analisis Pengaruh Penambahan Green Reductor Aluminium Pada Proses Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO) Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor". **Skripsi S1** Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
- Vasile, V. N., & Obreja. 2008. "On The Performance of Supercapacitors with Electordes Based on Carbon Nanotubes and Carbon Activated Material". 2596-2605.
- Vuorilehto, K., & Nuutinen, M. 2014. "Supercapacitors-Basics And Applications". **Skeleton Tech**.
- Wahida, & Nur. 2018. "Metode Sintesis Senyawa Kompleks". Makassar: FMIPA.
- Wang, L., Ni, X., Cao, Y., & Cao, G. 2018. "Adsorption behavior of bisphenol A on CTAB-modified graphite". **Appl. Surf. Sci.**, 165-170.
- Wang, S. J., Gheng, Y., Zheng, Q., & Kim, J. K. 2010. "Fabrication of Highly conducting and Transparent Graphene Films". **Carbon**, 1815-1823.
- Wei, L., & Yushin, G. 2012. "Nanostructured activated carbons from natural precursors for electrical double layer capacitors". **Nano energy**, 552-565.

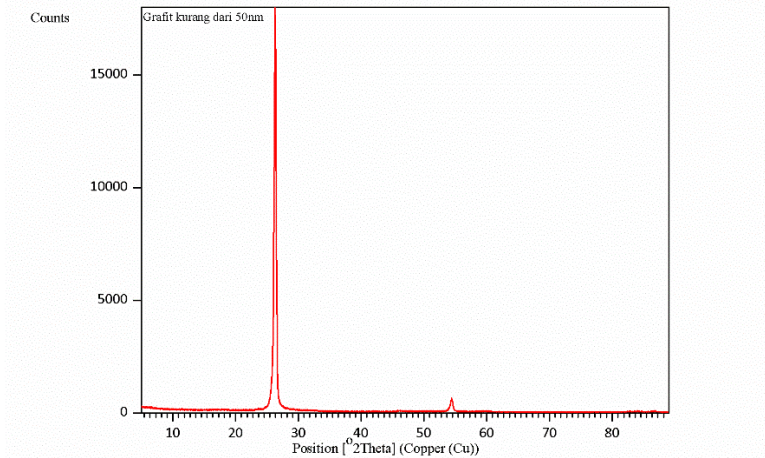
-
- Wu, Z. S. 2011. "Graphene/metal oxide composite electrode materials for energy storage". **Nano energy** **1**, 107-131.
- Yang, Y., Zhang, X. & Xu, X., 2011. "Preparation and Characteristics of Expanded Graphite". **Advanced Materials Research**, Volume 189-193
- Yoon, Gabin, Seo, Dong-Hwa, Ku, Kyojin, Kim, Jungmo, Jeon. Seokwoo, & Kang, Kisuk. 2015. "Factors Affecting the Exfoliation of Graphite Intercalation Compounds for Graphene Synthesis". **Chemistry of Materials**. 2067-2073
- Zhao, M., & Liu, P. 2009. "Adsorption of methylene blue from aqueous solutions by modified expanded graphite powder". **Dealination**, 331-336.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LAMPIRAN

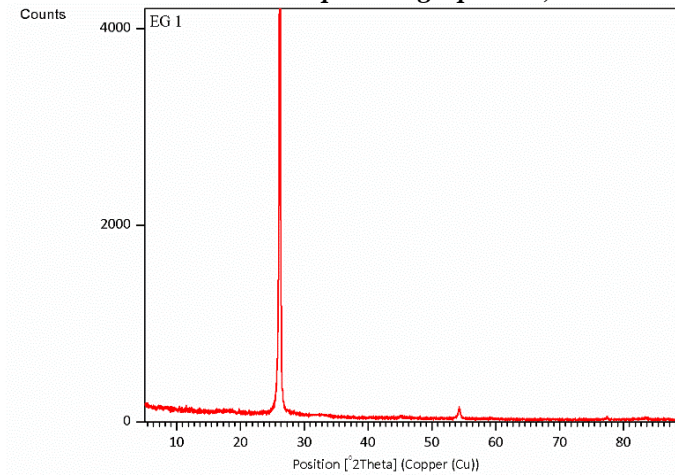
Lampiran 1 : Hasil Pengujian XRD

a. Grafit



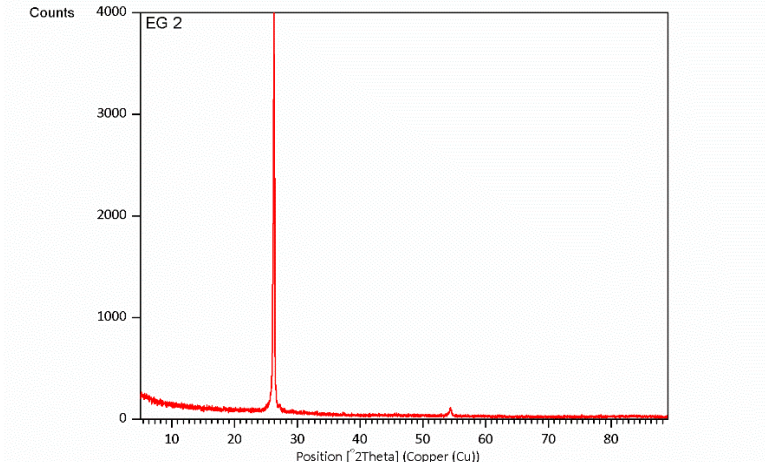
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2878	9946.17	0.2676	3.39026	56.28
26.4681	17672.01	0.0836	3.36757	100.00
54.4234	559.65	0.4015	1.68592	3.17

b. Expanded graphite 0,5M



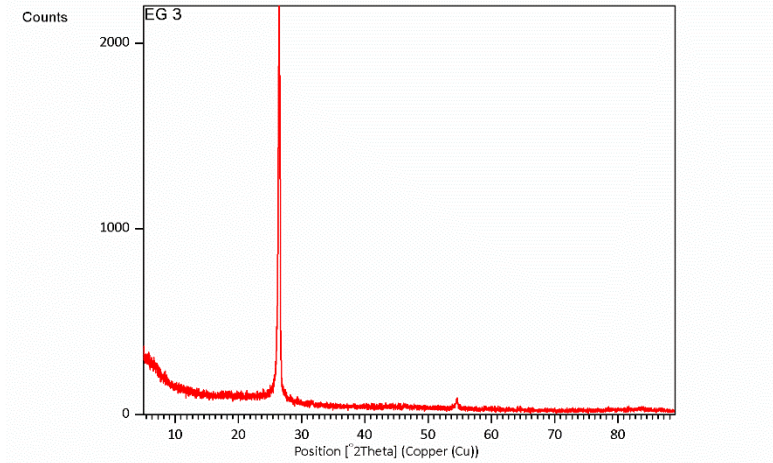
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.4626	4982.12	0.1840	3,38826	100.00
54.2280	106.04	0.1673	1.69153	2.12

c. Expanded graphite 1M



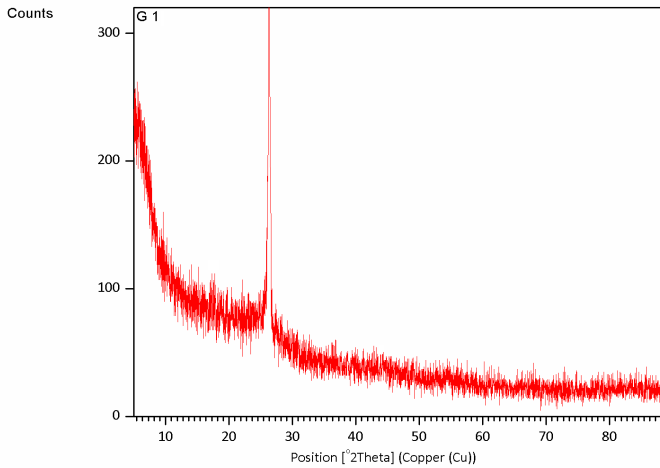
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2747	3957.14	0.2007	3.39192	100.00
54.3730	66.96	0.2342	1.68737	1.69

d. Expanded graphite 1,5M



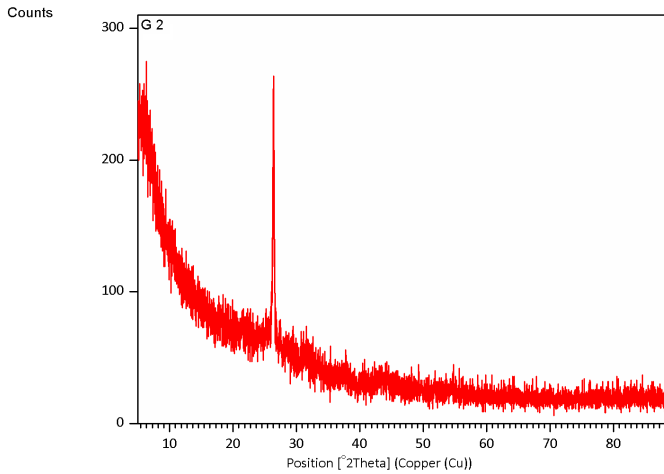
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.1783	2134.63	0.1840	3.40419	100.00
54.5684	46.44	0.2007	1.68178	1.38

e. Graphene 0,5M



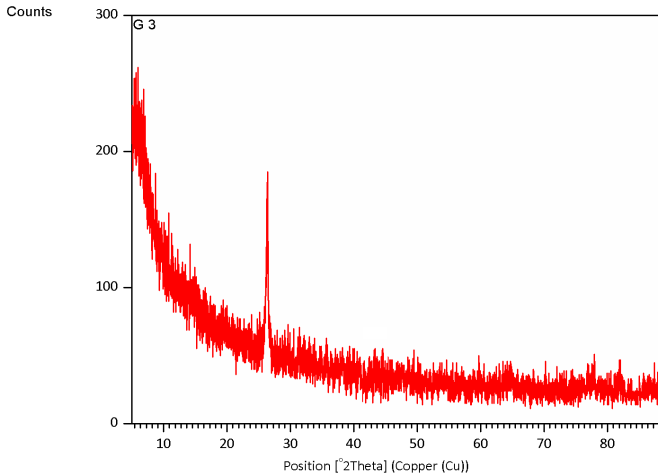
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.3066	311.27	0.1324	3.38788	100.00

f. Graphene 1M

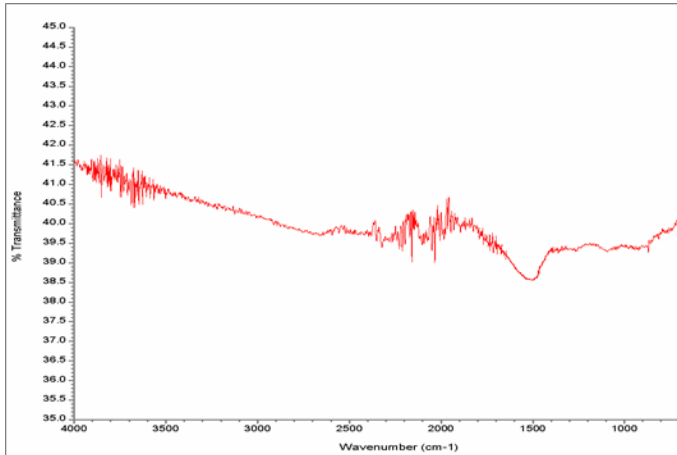


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.3554	180.32	0.1551	3.38171	100.00

g. Graphene 1,5M



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.3831	149.98	0.2007	3.37823	100.00

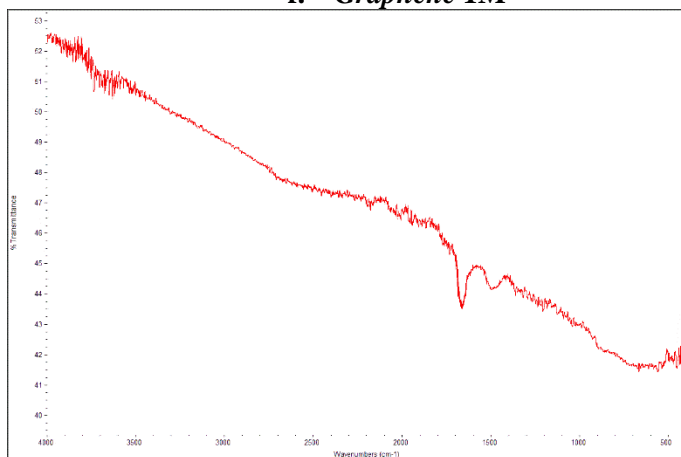
Lampiran 2 : Hasil Pengujian FTIR**a. Grafit****b. Expanded graphite 0,5M**

c. Expanded graphite 1M



d. Expanded graphite 1,5M



e. Graphene 0,5M**f. Graphene 1M****g. Graphene 1,5M**



Lampiran 3 : Hasil Pengujian CV

Sampel	Variabel	Massa Awal (gram)	Massa Akhir (gram)	Massa Deposit (gram)	Cyclic Voltammetry (CV)						
					Potential Window (V) (ΔV)	Scan Rate (V/s) (γ)	Cycle	Area I vs E (J idV)	C (Farad) from Corrttest	Cs (F/g)	Cs (F/g)
G1	0,5	0.2175	0.2206	0.0031	0.8	0.005	3	0.002805	0.35075	113.145	113.101
		0.2175	0.2206	0.0031	0.8	0.05	3	0.01526	0.19084	61.561	61.532
		0.2175	0.2206	0.0031	0.8	0.1	3	0.021719	0.13581	38.803	38.784
G2	1	0.222	0.2250	0.003	0.8	0.005	3	0.003379	0.4225	140.833	140.775
		0.222	0.2250	0.0030	0.8	0.05	3	0.007318	0.091521	65.372	65.342
		0.222	0.2250	0.0030	0.8	0.1	3	0.007162	0.044782	40.711	40.691
G3	1,5	0.2388	0.2419	0.0031	0.8	0.005	3	0.003923	0.49058	158.252	158.194
		0.2388	0.2419	0.0031	0.8	0.05	3	0.016874	0.21102	68.071	68.040
		0.2388	0.2419	0.0031	0.8	0.1	3	0.020904	0.13072	42.168	42.145

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, ijinakan penulis mengucapkan untaian terima kasih kepada :

1. Ibu, Bapak, dan seluruh keluarga tercinta atas segala doa, dukungan berupa moril dan materiil yang telah diberikan selama ini.
2. Kepada Icha Zakiyya N. R. yang selalu ada untuk memberi semangat dan mendengarkan berbagai macam curhatan dari hal tidak penting sampai hal terpenting.
3. Seluruh Dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
4. Seluruh Karyawan Departemen Terknik Material
5. Alvia Husna M. dan M. Saiful Ali selaku sahabat dan partner Tugas Akhir yang telah memberikan banyak pelajaran dan sabar menemani penulis dalam keadaan suka dan duka.
6. Kepada Oneng Aulia yang selalu mendengarkan curhat dan keluh kesah.
7. Mbak Yenny Widya Rakhmawati yang selalu sabar dan membimbing penulis serta teman-teman Laboratorium Kimia Material yang telah memberikan warna selama proses pengerjaan Tugas Akhir.
8. Seluruh teman teman yang mengerjakan TA semester ganjil 2019/2020 yang telah menemani dan menghibur selama pengerjaan Tugas Akhir.
9. Seluruh teman-teman MT 18 yang saya banggakan.
10. Serta seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Alvia Husna Maulidia dilahirkan dari pasangan Sujali dan Zumrotul Laili di Kota Surabaya pada 12 Maret 1998. Penulis merupakan anak terakhir dari 3 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SDI Al-Huda Kediri, MTsN 2 Kediri, dan SMAN 2 Kediri. Setelah itu penulis melanjutkan Pendidikan di perguruan tinggi negeri tepatnya di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS angkatan 2016 melalui jalur SNMPTN Undangan. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam kegiatan akademik maupun non akademik. Dalam bidang akademik, penulis aktif. Penulis pernah memenangkan juara harapan 2 LKTI Tingkat Nasional di UB 2019 dan menjadi finalis dalam M2C Tingkat Nasional di ITB tahun 2018. Sedangkan dalam bidang non akademik, penulis aktif di beberapa kegiatan mahasiswa seperti staff di HMMT FTI-ITS (2017/2018). Penulis melaksanakan kerja praktik di PT Vale Indonesia, Tbk di Sorowako. Penulis mengakhiri studi S1-nya dengan mengambil bidang Material Inovatif khususnya material terbarukan yaitu *graphene*. Penulis dapat dihubungi melalui alamat e-mail dan telepon : elviana.chasba@gmail.com dan : 085731623265