



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH TEMPERATUR THERMAL SHOCK
TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL SINTESIS
DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED SOLVOTHERMAL
UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR**

**LARAS REFSITA DEWANTI
NRP. 02511640000050**

**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 TEMPERATUR THERMAL
SHOCK TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL
SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED
SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

LARAS REFSITA DEWANTI
NRP. 0251164000050

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 THERMAL SHOCK
TEMPERATURE ON THE STRUCTURE OF GRAPHENE
SYNTHESIZED BY THE MICROWAVE-ASSISTED
SOLVOTHERMAL METHOD FOR THE
SUPERCAPACITOR APPLICATION**

LARAS REFSITA DEWANTI
NRP. 0251164000050

Supervisors
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
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(This page is intentionally left blank)

**ANALISIS PENGARUH TEMPERATUR THERMAL
SHOCK TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL
SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED
SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

TUGAS AKHIR

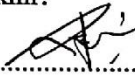

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada

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

Oleh:

LARAS REFSITA DEWANTI
NRP 0251164000050

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 TEMPERATUR THERMAL SHOCK TERHADAP STRUKTUR GRAPHENE HASIL SINTESIS DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED SOLVOTHERMAL UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR

Nama : Laras Refsita Dewanti
NRP : 0251164000050
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Pembimbing I : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Pembimbing II : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstrak

Superkapasitor merupakan terobosan yang menarik dibidang energi karena memiliki kapasitas penyimpanan yang jauh lebih besar dari kapasitor biasa. graphene merupakan salah satu bahan superkapasitor yang banyak digunakan karena memiliki luas spesifik permukaan yang tinggi. Tujuan dari penelitian ini sendiri antara lain menganalisa pengaruh temperatur terhadap struktur material graphene dan sifat kapasitif material graphene sebagai elektroda superkapasitor dengan metode microwave-assisted solvothermal dengan menggunakan grafit, asam Tartarat, dan Metanol sebagai bahan utamanya. Variasi temperatur thermal shock di dalam furnace yang digunakan dalam proses sintesa yaitu 600, 700, 800 °C. Material hasil proses sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan pengujian XRD, FTIR, dan SEM. Untuk performa superkapasitor, dilakukan pengujian CV. Didapatkan bahwa dengan semakin tinggi temperatur thermal shock yang diberikan, semakin banyak energi yang diberikan untuk memperlebar jarak antar layer pada grafit sehingga dihasilkan graphene yang bersifat amorfus, dengan morfologi yang tipis dan gugus fungsi oksigen yang rendah. Nilai kapasitansi dari yang tertinggi berturut-turut adalah saat dilakukan thermal shock dengan temperatur 800°C (141,659 F/g), 700°C (124,848 F/g) dan 600°C (111,240 F/g).

Kata Kunci: *Microwave-assisted, Graphene, Solvothermal, Temperatur Thermal-Shock, Superkapasitor.*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS OF THE EFFECT OF THERMAL SHOCK TEMPERATURE ON THE STRUCTURE OF GRAPHENE SYNTHESIZED BY THE MICROWAVE-ASSISTED SOLVOTHERMAL METHOD FOR THE SUPERCAPACITOR APPLICATION

Student Name : Laras Refsita Dewanti
NRP : 0251164000050
Department : Materials and Metallurgical Engineering
Supervisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D.
Co-Supervisor : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

Supercapacitor is an interesting breakthrough in the field of energy because it has a storage capacity that greater than ordinary capacitors. graphene is one of the most widely used supercapacitor materials because it has a high surface specific area. The purpose of this research is to analyze the effect of temperature on the structure of graphene material and the capacitive properties of graphene material as a supercapacitor electrode by the microwave-assisted solvothermal method using graphite, Tartaric acid, and Methanol as its main ingredients. The temperature variation of thermal shock in the furnace used in the synthesis process is 600, 700, 800 °C. Material produced from the synthesis process was characterized using XRD, FTIR, and SEM tests. For supercapacitor performance, CV testing is carried out. It was found that the higher the temperature of the thermal shock applied, the more energy was given to widen the distance between the layers in the graphite to produce amorphous graphene, with a thin morphology and a low oxygen function group. the highest capacitance value is the usage of thermal shock temperature at 800°C (141,659 F/g), 700°C (124,848 F/g) dan 600°C (111,240 F/g) respectively.

Keywords : *Microwave-assisted, Graphene, Solvothermal, Temperatur Thermal-Shock, Superkapasitor.*

(This page is intentionally left 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 Temperatur Thermal Shock 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 dan Metalurgi FTIRS-ITS, Surabaya.

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. dan Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir atas bimbingannya selama pelaksanaan dan penyusunan Laporan Tugas Akhir.
2. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M. Eng selaku Kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS.
3. Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T., selaku dosen wali penulis yang senantiasa memberikan arahan selama masa perkuliahan.

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, 15 Januari 2020
Penulis

Laras Refsita Dewanti

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	i
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 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Graphene.....	5
2.1.1 Expanded Graphite	7
2.1.2 Sintesis graphene.....	11
2.1.3 Karakterisasi Graphene.....	12
2.2 Temperatur <i>Thermal Shock</i>	18
2.3 Solvothermal.....	21
2.4 Microwave.....	23
2.5 Superkapasitor	26
2.6 Penelitian sebelumnya.....	30
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan Penelitian	33
3.2 Alat Penelitian.....	33
3.3 Diagram Alir Penelitian	34
3.1 Sintesis <i>Expanded Graphite</i>	34
3.2 Sintesis Graphene	36
3.3 Pembuatan Elektroda.....	38
3.4 Pengujian	40
3.4.1 <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	40

3.4.2	<i>Cyclic Voltammetry (CV)</i>	41
3.4.3	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	44
3.4.4	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	46
3.5	Rancangan Penelitian	50
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Hasil Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	51
4.2	Hasil Pengujian FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>).....	57
4.3	Hasil Pengujian <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	63
4.4	Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry (CV)</i>	68
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	75
5.2	Saran	75
DAFTAR PUSTAKA		77
LAMPIRAN		85
UCAPAN TERIMA KASIH		97
BIODATA PENULIS		99

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur molekul graphene monolayer yang menunjukkan peletakkan karbon	6
Gambar 2.2	Ilustrasi struktur GIC orde 1-3 dengan model klasik (a, c, e), dan model D-H (b, d, f)	9
Gambar 2.3	Ilustrasi ekspansi.....	11
Gambar 2.4	Morfologi (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) Graphene Perbesaran 5000x	13
Gambar 2.5	Hasil Pengujian SEM pada Expanded Graphite (EG)	14
Gambar 2.6	Pola XRD Grafit, Grafit Oksida, Graphene	15
Gambar 2.7	Hasil Uji XRD	16
Gambar 2.8	Hasil FTIR Grafit, Grafit Oksida, dan reduced graphene oxide.....	17
Gambar 2.9	Hasil FTIR Natural Graphite (NG), Graphite Intercalation Compound (GIC), dan Expanded Graphite (EG)	18
Gambar 2.10	Mekanisme interkalasi dan oksidasi pada grafit oksida	19
Gambar 2.11	Skema autoclave untuk sintesis solvothermal	22
Gambar 2.12	Mekanisme pemanasan dengan microwave	24
Gambar 2.13	Prinsip kerja microwave	25
Gambar 2.14	Plot Ragone untuk berbagai alat penyimpanan dan konversi energi.....	27
Gambar 2.15	Ilustrasi dari 2 jenis superkapasitor dengan perbedaan mekanisme penyimpanan (a) EDLC dan (b) Pseudocapacitor.....	28
Gambar 2.16	Skema proses <i>charging</i> dan <i>discharging</i> pada EDLC	29
Gambar 2.17	Karakteristik voltammetry <i>charge/discharge</i> kapasitor elektrokimia.....	30
Gambar 3.1	Diagram Alir Sintesis <i>Expanded Graphite</i>	35
Gambar 3.2	Diagram Alir Sintesis <i>Graphene</i>	37
Gambar 3.3	Diagram Alir Pembuatan Elektroda	39

Gambar 3.4	Alat Uji FTIR (Dokumen Pribadi, 2019)	40
Gambar 3.5	Skema prinsip kerja FTIR	41
Gambar 3.6	Alat Uji <i>Cyclic Voltammetry</i>	42
Gambar 3.7	Spesifikasi CorrTest (International Enterprise Center)	43
Gambar 3.8	SEM Inspect S50 (Dokumen Pribadi, 2019)	45
Gambar 3.9	Kondisi Geometri untuk Difraksi (Epp, 2016)	47
Gambar 3.10	Instrumen XRD PANalytical	48
Gambar 4.1	Hasil Pengujian XRD pada grafit.....	51
Gambar 4.2	Perbandingan Hasil XRD pada EG dengan Variasi Temperatur <i>Thermal Shock</i> 600 °C, 700 °C, dan 800°C	52
Gambar 4.3	Perbandingan Hasil XRD pada <i>graphene</i> dengan Variasi Temperatur <i>Thermal Shock</i> 600 °C, 700 °C, dan 800°C.....	54
Gambar 4.4	Hasil Uji FTIR Grafit.....	58
Gambar 4.5	Hasil Uji FTIR EG dengan Variasi Temperatur <i>thermal Shock</i> 600°C (A), 700°C (B) dan 800°C (C).....	60
Gambar 4.6	Hasil Uji FTIR <i>Graphene</i> dengan Variasi Temperatur <i>thermal Shock</i> 600°C (A), 700°C (B) dan 800°C (C).....	62
Gambar 4.7	Hasil SEM dari Grafit dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 20.000x	63
Gambar 4.8	Hasil pengujian SEM dari sampel <i>expanded graphite</i> dengan variasi temperature <i>thermal shock</i> 600°C dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 20,000x; 700°C dengan perbesaran (b) 5000x dan (c) 20,000x dan 800°C dengan perbesaran (e) 5000x dan (f) 20,000x.	64
Gambar 4.9	Hasil pengujian SEM dari sampel elektroda <i>nickel foam-graphene</i> dengan variasi temperature <i>thermal shock</i> 600°C dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 20,000x; 700°C	

	dengan perbesaran (b) 5000x dan (c) 20,000x dan 800°C dengan perbesaran (e) 5000x dan (f) 20,000x.....	66
Gambar 4.10	Hasil SEM dari <i>Nickel Foam</i> dengan Perbesaran (A) 100x dan (B) 500x.....	67
Gambar 4.11	Hasil SEM dari <i>Nickel Foam-graphene</i> dengan Variasi Temperatur <i>thermal Shock</i> 600°C (A), 700°C (B) dan 800°C (C) dengan Perbesaran (a) 1000x dan (b) 5000x.	68
Gambar 4.12	Perbandingan Hasil Uji CV Elektroda <i>graphene</i> dengan Variasi Temperatur <i>Thermal Shock</i> 600 °C, 700 °C, dan 800°C.....	70
Gambar 4.13	Pengaruh <i>Scan Rate</i> terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Uji	73
Gambar 4.14	Hubungan <i>Specific Energy</i> dan <i>Specific Power</i>	74
Gambar 4.15	Plot <i>Ragone</i> Hasil Variasi Temperatur <i>thermal Shock</i>	74

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan pengaruh metode reduksi GO.....	12
Tabel 2.2	Perbandingan hasil <i>graphene</i> dari beberapa metode yang telah diteliti sebelumnya.....	31
Tabel 2.3	Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor <i>graphene</i>	32
Tabel 3.1	Rancangan penelitian.....	50
Tabel 4.1	Perbandingan Jarak Antar Layer Grafit, <i>Expanded Graphite</i> , dan <i>Graphene</i>	56
Tabel 4.2	Tabel Perhitungan Dimensi Kristal pada <i>Graphene</i>	57
Tabel 4.3	Jenis Gugus Ikatan pada Sampel EG	59
Tabel 4.4	Hasil Pengujian CV Elektroda <i>Nickel Foam-Graphene</i>	71

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi dewasa ini begitu pesat. Adanya tuntutan dari konsumen yang semakin membutuhkan perangkat elektronik yang efisien, ringan dan tentunya dengan performa tinggi, menyebabkan perkembangan ilmu material semakin dibutuhkan untuk membuat sebuah material baru yang dapat memenuhi kebutuhan tersebut. Salah satu persyaratan material tersebut adalah material yang dapat diaplikasikan pada rancangan perangkat elektronik yang futuristik dan setipis mungkin. Kendala yang dialami oleh produsen perangkat elektronik sekarang adalah belum adanya sebuah material yang fleksibel dengan konduktivitas elektrik yang tinggi yang dapat diaplikasikan pada perangkat elektronik seperti pada layar LCD, baterai lithium-ion, transistor, superkapasitor, dll. Graphene adalah material yang dapat menjawab kebutuhan hal tersebut.

Material graphene merupakan material yang tersusun atas atom-atom karbon monolayer yang membentuk struktur heksagonal seperti sarang lebah dua dimensi (Geim A. K., 2007). Pada dasarnya graphene adalah allotropi karbon yang menjadi struktur dasar untuk pembentukan material berbasis karbon seperti grafit (stacked graphene), Carbon Nanotube/CNT (beberapa layer graphene yang digulung melingkar terhadap aksial) dan Fullerene (Junaidi & Susanti, 2014). Material graphene pertama kali berhasil disintesis oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov pada tahun 2004. Geim dan Novoselov membuat graphene dengan cara mengelupas lapisan-lapisan kristalin graphite atau karbon hingga skala mikrometer menggunakan selotip.

Salah satu aplikasi graphene yang sedang banyak diteliti adalah superkapasitor. Superkapasitor merupakan terobosan yang menarik dibidang energi karena piranti ini memiliki kapasitas penyimpanan yang jauh lebih besar dari kapasitor biasa, proses pengisian muatan yang cepat, serta tahan lama. Prinsip kerja dari

superkapasitor ini adalah memanfaatkan bahan-bahan yang memiliki permukaan aktif sangat luas sebagai pengisi elektroda sehingga bisa meningkatkan performanya.

Salah satu material yang cocok dan banyak digunakan sebagai superkapasitor adalah graphene, dimana graphene memiliki luas permukaan yang luar biasa besar, sifat mekanik dan listrik yang unik. Penelitian mengenai aplikasi graphene sebagai superkapasitor telah banyak dilakukan. Wang dkk pada tahun 2009 menemukan bahwa superkapasitor dengan berbahan graphene mempunyai kapasitansi 205.000 F/kg pada kondisi densitas daya 10kW/kg dan densitas 28,5 W/kg serta penelitian yang dilakukan oleh Andrameda, dkk pada tahun 2018 menyatakan bahwa graphene dengan doping boron menghasilkan kapasitansi 192,5 F/g. Namun permasalahan yang kemudian muncul adalah proses sintesis dengan kualitas dan kuantitas yang masih menjadi kendala. Tidak hanya itu, permasalahan juga muncul pada sintesa graphene, dimana masih membutuhkan waktu yang lama, penggunaan asam asam kuat yang berbahaya, serta biaya sintesa yang mahal.

Karena keterbatasan-keterbatasan tersebutlah, maka timbul alternatif dalam penelitian ini yaitu mensintesis graphene dengan metode microwave-assisted solvothermal. Harapannya, dengan menggunakan metode ini, proses sintesis graphene akan menjadi lebih cepat, ramah lingkungan karena penggunaan asam lemah yang tidak berbahaya, serta hasil sintesa yang lebih baik, baik secara kualitas maupun kuantitas.

Sebelum tahapan solvothermal dilakukan, grafit terlebih dahulu di interkalasi dengan bantuan asam dan termal shock. Penelitian ini dilakukan dengan berorientasi pada penelitian yang telah dilakukan oleh Al-Hazmi, et al. pada tahun 2015, namun dengan perubahan jenis asam. Pada penelitian ini variasi yang digunakan adalah temperatur termal shock sebesar 600, 700, 800 °C untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut terhadap struktur graphene dan sifat kapasitansinya.

1.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur thermal shock 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. Ukuran serbuk Grafit yang digunakan dalam sintesis dianggap homogen
2. Kecepatan stirring dianggap konstan
3. Temperatur dan tekanan pada udara sekitar dianggap konstan
4. Impuritis pada serbuk grafit dan bahan kimia diabaikan
5. pH Aquades dianggap netral
6. Fluktuasi temperature furnace diabaikan
7. Tekanan pada autoclave dinggap konstan
8. Daya pada *oven microwave* dianggap konstan
9. Fluktuasi temperature microwave dinggap konstan

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu :

1. Menganalisa pengaruh variasi temperatur thermal shock terhadap
 - a. Struktur material graphene dengan metode microwave-assisted solvothermal.
 - b. Sifat kapasitif material graphene sebagai elektroda superkapasitor.
-

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat untuk menghasilkan material *graphene* hasil reduksi dengan waktu yang singkat dengan hasil yang banyak, dan lebih ramah lingkungan dalam prosesnya serta memiliki sifat kapasitif yang baik untuk dapat diaplikasikan sebagai elektroda superkapasitor serta dapat digunakan untuk rujukan terhadap penelitian-penelitian selanjutnya dalam pengembangan material berbahan *graphene* sebagai piranti penyimpanan energi.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

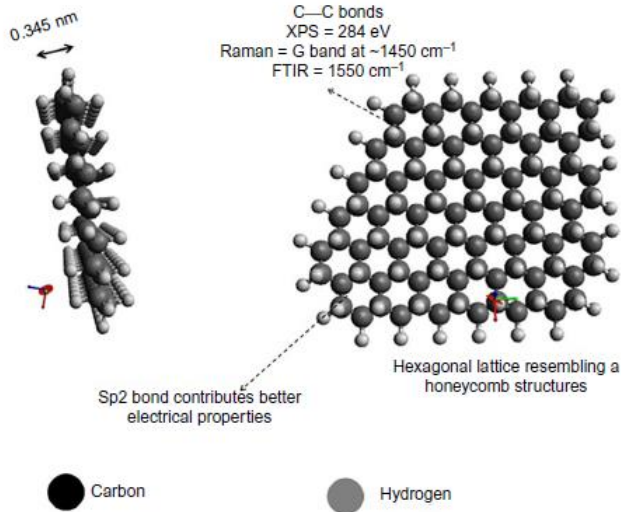
2.1 Graphene

Graphene merupakan material yang sangat berkembang saat ini. Graphene menjadi sangat menarik untuk dikaji oleh para peneliti dari berbagai bidang ilmu baik Fisika, Kimia, Biologi maupun Teknik material. Pada dasarnya graphene adalah allotropi karbon yang menjadi struktur dasar untuk pembentukan material berbasis karbon seperti grafit (stacked graphene), Carbon Nanotube/CNT (beberapa layer graphene yang digulung melingkar terhadap aksial) dan Fullerence (Junaidi & Susanti, 2014).

Dengan berbagai kelebihan yang dimilikinya, *graphene* memiliki potensi untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang, seperti sensor gas, sel surya, sel elektrokimia, 3D *printing*, dan supercapasitor dan lain lain (Trivedi, Lobo, & Matte, 2019). Atas keberhasilannya menemukan material 2D grafena, Profesor Andrei Geim dan Profesor Kostya Novoselov dianugerahi hadiah Nobel di bidang fisika pada tahun 2010 (Warner J. H., 2012).

Graphene merupakan *allotrope* dari karbon, yang strukturnya berbentuk lembaran planar setebal satu atom dengan *sp²- hybridized orbitals* dan memiliki susunan kisi *hexagonal*. Atom atom *graphene* memiliki jarak antar atom sejauh 1,42 Å dengan besar sudut 120° sehingga membentuk pola menyerupai sarang lebah. Struktur mikro pada graphene dapat dilihat pada Gambar 2.1 (Bazylewski & Fanchini, 2019).

Graphene memiliki property kimia, elektrik, elektronik dan mekanik yang unik, serta kemampuan yang paling menarik dari graphene adalah konduktivitas listriknnya yang sangat tinggi dibandingkan dengan carbon nanomaterial yang lain yaitu sebesar 7200 S m⁻¹ dan konduktivitas thermal yang tinggi yaitu 1800 -5800 W m⁻¹ K⁻¹ pada suhu kamar. Graphene memiliki resistivitas 10 – 6 Ωcm dan mobilitas electron 20,000 cm²/Vs (temperature 300 K) (Saba, Allothman, Almutairi, Jawaid, & Asad, 2019).



Gambar 2.1 Struktur molekul graphene monolayer yang menunjukkan peletakkan karbon (Saba, Alothman, Almutairi, Jawaaid, & Asad, 2019)

Karena struktur yang berbentuk 2D, Graphene adalah sebuah *zero bandgap semiconductor* dengan konduktivitas listrik yang sangat tinggi. Setiap atom karbon terhubung hanya dengan 3 atom karbon lain yang bedekatan, sehingga meninggalkan satu electron bebas, yang bertanggung jawab untuk konduksi (Trivedi, Lobo, & Matte, 2019). Beberapa sifat mekanik yang dimiliki graphene seperti kekuatan tarik sebesar 130 GPa, modulus Young 1,0 TPa, rasio aspek yang tinggi (rasio dimensi lateral dengan ketebalan adalah minimal 104), fleksibilitas intrinsic tinggi dan kekuatan putus 42 N m^{-1} , yang akhirnya membuat graphene dianggap sebagai salah satu bahan terkuat yang pernah diukur. Secara prospektif, graphene 50 kali lebih kuat dari baja dalam hal kekuatan mekanik dan seperdua massa jenis aluminium (Saba, Alothman, Almutairi, Jawaaid, & Asad, 2019). Property grafena yang tidak kalah memukau adalah *mechanical stiffness* sebesar

1060 GPA, transparansi optic ($> 90\%$), dan *charge carrier mobility* ($2.000 - 20.000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$) (Bazylewski & Fanchini, 2019).

2.1.1 Expanded Graphite

Selain monolayer graphene, graphene juga memiliki berbagai turunan bentuk seperti Few-layer graphene, multilayer graphene, graphene nanosheets, graphene oxide (GO) and reduced graphene oxide (r-GO) yang masih dianggap sebagai material yang berhubungan dengan graphene dan termasuk kedalam turunan graphene (Saba, Alothman, Almutairi, Jawaaid, & Asad, 2019).

Ada 3 bentuk klasik dari grafit yang dimodifikasi, yaitu graphite intercalation compounds (GICs), graphene oxide (graphite oxide (GO)) dan expanded graphite (EG). Graphite intercalation compounds (GICs) merupakan hasil dari penyisipan atom atau molekul dari material berbeda, yang disebut intercalant diantara lembaran graphene dari bahan grafit. Graphene Oksida (GO) dikenal sebagai material padat pseudo-dua dimensi dengan ikatan kovalen diantara lapisan lapisannya. GO sering dibuat dengan perlakuan panas pada grafit flake dengan bantuan zat pengoksidasi. Perlakuan ini juga memperluas jarak antar lapisan pada lembaran graphene dimana masih terdapat kandungan oksigen-hidrogen. Expanded Graphite (EG) merupakan eksposur interkalasi grafit pada perlakuan panas diatas temperature kritis atau radiasi gelombang mikro yang mengarah menuju ekspansi besar serpihan grafit sepanjang sumbu c kristalografi (Mokhena, Mochane, Sefadi, Motlounge, & Andala, 2018). Material yang dihasilkan dari proses ini dikenal sebagai expanded grafit, memiliki kepadatan rendah, *high-temperature resistance* dan konduktivitas tinggi (Young-Shin & Won-Chun).

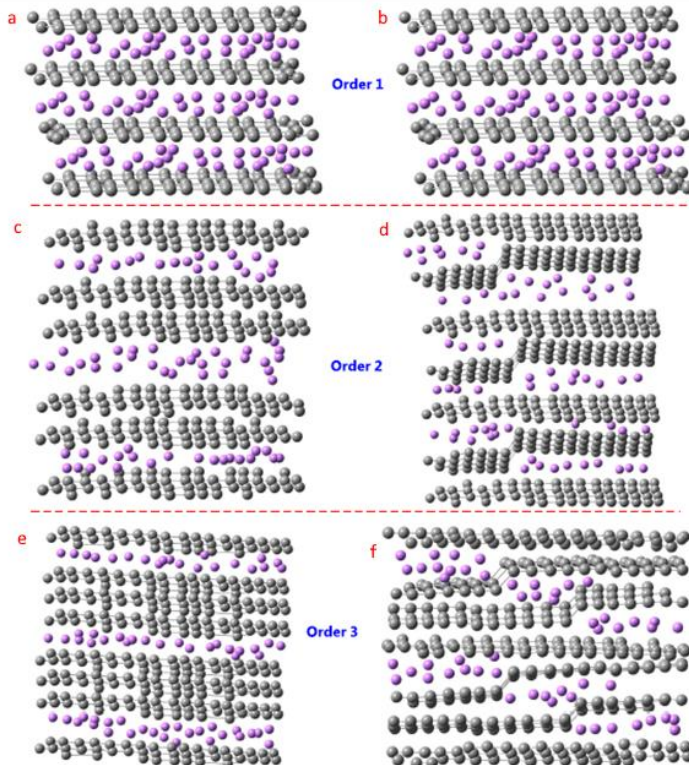
Morfologi dan Struktur EG dapat ditentukan dengan mengubah kondisi preparasi, dan sudah ada banyak penelitian mengenai prosedur preparasi, struktur pori dan aplikasi EG. EG adalah material yang sangat berpori dan sangat ringan dengan kerapatan semu sebesar $0,002-0,01 \text{ gcm}^{-3}$, dan merupakan material yang semakin penting karena berbagai potensial yang dimilikinya

dalam bidang penyimpanan hidrogen [5], sel bahan bakar [6], sensor [7], katalis [8], material biomedis [9] dan adsorben (Young-Shin & Won-Chun)

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 dua kelompok, yaitu senyawa pada permukaan dan senyawa yang berinterkalasi. Senyawa pada 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. Contoh reaksi yang terjadi di permukaan adalah reaksi oksidasi (Chung, 2016).

Senyawa interkalasi memasuki lapisan grafit (Gambar 2.2a dan Gambar 2.2b), 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 Gambar 2.2c dan Gambar 2.2e tidak bisa menjelaskan proses sebenarnya GIC dari order pertama hingga ketiga. Daumas dan Herold mengusulkan model D-H yang lebih dapat diterima (Gambar 2.2f), 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.



Gambar 2.2 Ilustrasi struktur GIC orde 1-3 dengan model klasik (a, c, e), dan model D-H (b, d, f) (Dresselhaus & Dresselhaus, 1981)

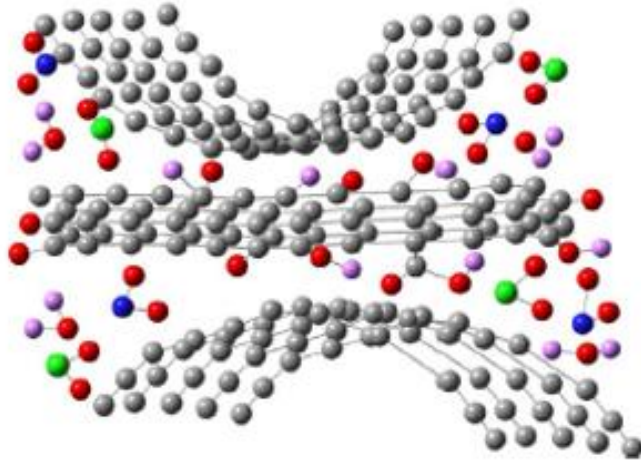
Kelompok pertama, di mana ikatannya adalah kovalen. Jenis ikatan ini disebabkan oleh adanya ikatan rangkap terkonjugasi dalam bidang karbon (Chung, 2016).

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 yang diilustrasikan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Ilustrasi ekspansi (Peng, et al., 2018)

2.1.2 Sintesis graphene

Grafiteksida memiliki struktur berlapis yang sama seperti grafit, namun bidang dari atom karbon pada grafit oksida terdapat kelompok gugus oksigen, yang tidak hanya memperlebar jarak antar *layer* tetapi juga membuat lapisan atom hidrofilik. Maka lapisan teroksidasi ini dapat diperlebar jarak antar *layer*-nya dengan proses ultrasonikasi menghasilkan *graphene* oksida. *Graphene* oksida ini yang akan direduksi menjadi graphene dengan menghilangkan gugus fungsi oksigen dan memperbaiki strukturnya. Untuk memperbaiki cacat struktural dapat menggunakan dua metode, yaitu grafitisasi pada temperatur tinggi dan epitaxial growth; atau CVD pada daerah cacat dengan penambahan suplai karbon (Pei, 2011). Tabel 2.1 menunjukkan perbandingan pengaruh reduksi yang pernah dilakukan oleh beberapa peneliti.

Tabel 2.1 Perbandingan pengaruh metode reduksi GO (Berutu, Susanti, & Purwaningsih, 2016)

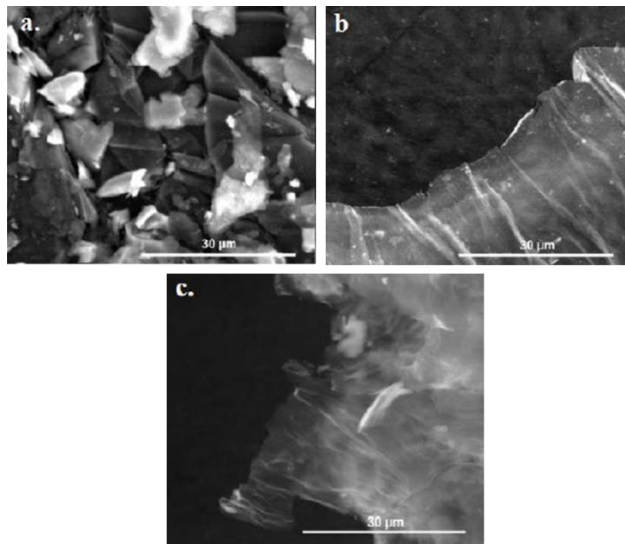
Referensi	Metode Reduksi	Bentuk	Rasio G/O
Stankovich S. dkk	Hydrarazine hidrate	Serbuk	10,3
Li D, Muller Dkk	Reduksi hydrazine dalam kondisi koloid	Film (lapisan)	-
Shin H-J dkk	150 mM larutan NaBH ₄ , 2 jam	TCF	8,6
Fernandez Merino MJ Dkk	Vitamin C	(Thin Crystal Film)	12,5
Pei S dkk	Reduksi HI 55%	Film	>14.9

2.1.3 Karakterisasi Graphene

Morfologi graphene sebagian besar dipelajari menggunakan Gambar scanning electron microscopy (SEM). Pencitraan SEM memiliki beberapa keuntungan untuk mendeteksi pengotor, lipatan, dan diskontinuitas graphene yang disintesis pada substrat yang berbeda. Kesulitan yang terjadi saat pengidentifikasian graphene dengan SEM adalah keterbatasan resolusi pencitraan lapisan graphene yang sangat tipis (Seekaew Y., 2019)

Pada pengujian SEM (Scanning Electron Microscope) yang dilakukan oleh Nugraha dan Susanti pada 2015 dapat dilihat perubahan morfologi selama proses sintesis graphene. Ketika sebelum proses sintesis, grafit yang digunakan sebagai bahan baku sintesis adalah berbentuk serbuk. Grafit merupakan tumpukan dari lembaran- lembaran tipis graphene sehingga ketika diamati dengan SEM, morfologi yang didapatkan berupa serpihan- serpihan yang

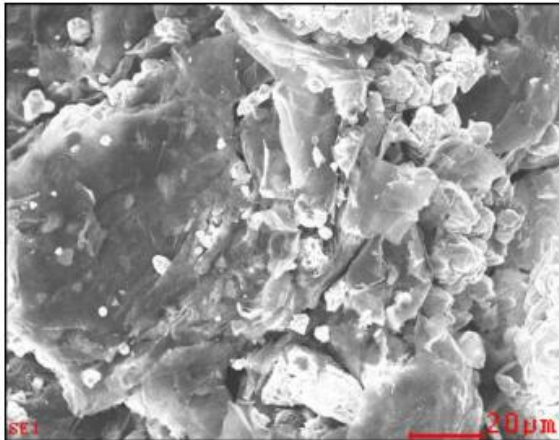
tebal sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.4. Proses oksidasi yang terjadi menyebabkan morfologi grafit berubah menjadi lembaran, morfologi *flake* yang ada pada grafit tidak lagi ditemui pada grafit oksida. Seiring dengan proses sintesis yang berjalan, proses reduksi, yang dilakukan mendapatkan *graphene* sebagai hasil akhir yang strukturnya berupa lembaran tipis transparan karena terkelupasnya lapisan-lapisan tebal grafit selama proses sintesis



Gambar 2.4 Morfologi (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) Graphene Perbesaran 5000x (Nugraha & Susanti, 2015)

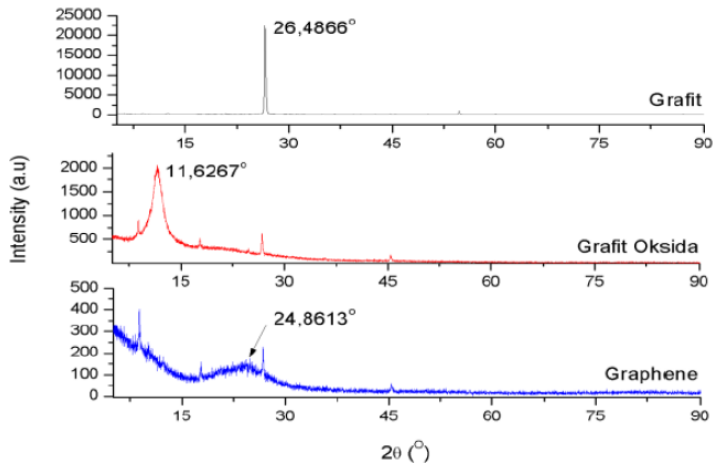
Pada Gambar 2.5, menunjukkan hasil dari pengujian SEM pada material *Expanded Graphite* (EG). Struktur morfologi pada sampel EG menunjukkan struktur yang mirip cacing/vermicular dengan struktur yang longgar dan berpori merupakan efek yang disebabkan oleh pembukaan jaringan planar karbon yang terjadi pada tepi permukaan kristalit (Gulnura, 2018). Proses ekspansi ini, menyebabkan hancurnya struktur kristal grafit dan menyebabkan

peningkatan volume. Karena ukuran partikel sangat kecil, secara keseluruhan ekspansi yang terjadi pun juga kecil. Sehingga menyebabkan hasil morfologinya yang berbeda dengan partikel yang lebih besar (Borah & Bhakate, 2016).



Gambar 2.5 Hasil Pengujian SEM pada Expanded Graphite (EG) (Gulnura, 2018)

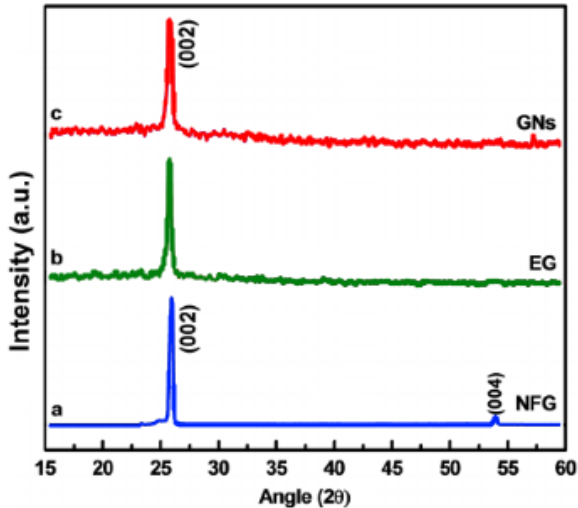
XRD adalah metode umum yang sering digunakan untuk mengidentifikasi fase material berdasarkan informasi dari dimensi unit sel. XRD grafit, grafit oksida, dan graphene ditunjukkan pada Gambar 2.6 (Zhang, et al., 2010). Puncak difraksi tinggi dan tajam dari grafit murni muncul pada $2\theta = 26,4866$ derajat dengan $d_{spacing} = 3,36527$ Å. Setelah proses oksidasi grafit murni selesai, puncaknya bergeser ke $11,6267$ derajat dengan $d_{spacing} = 7,61135$ Å, efek dari keberadaan molekul oksigen di antara lapisan grafit, keberadaan gugus-gugus tersebut tidak hanya memperlebar jarak antar layer, tapi juga membuat lapisan atom hidrofilik (Pei dan Cheng, 2011). Setelah pengelupasan grafit oksida, tidak ada puncak difraksi, yang menggambarkan bahwa struktur oksida grafit dihilangkan dan lembaran graphene terbentuk.



Gambar 2.6 Pola XRD Grafit, Grafit Oksida, Graphene (Suwandana & Susanti, 2015)

Pada Gambar 2.7 ditunjukkan hasil pengujian XRD pada Natural Flake Graphite (NFG), Expanded Graphite (EG) dan Graphene. Puncak XRD pada $2\theta = 25,91^\circ$ dan $54,01^\circ$ sering diambil sebagai puncak difraksi karakteristik fase kristal grafit. NFG menunjukkan bentuk puncak yang tinggi, tajam dan simetris karena sifat kristalinitasnya yang tinggi. Selain itu, diperoleh dspeacing sebesar 3.421 \AA dengan menggunakan hukum Bragg. NFG Dalam kasus EG, dapat diamati bahwa EG menunjukkan puncak difraksi relatif lebih lemah dan lebih sempit yang dapat ditemukan pada $2\theta = 25,74^\circ$, yang disebabkan oleh pembesaran jarak antar layer grafit karena peningkatan temperature yang tinggi dan secara cepat, yang akhirnya menyebabkan cacat kristal meningkat seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2b. Pola difraksi EG menunjukkan pergeseran letak peak dan peningkatan dspeacing $3,443 \text{ \AA}$, yang dikarenakan telah terjadinya interkalasi dan perlekatan gugus fungsi di antara lapisan grafit selama proses ekspansi pada antar layer. Pada pola XRD untuk Graphene

menunjukkan puncak di $25,78^\circ$ (d_{spacing} 3,438 Å), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2c. (Chamoli, Kar, & Das, 2017)

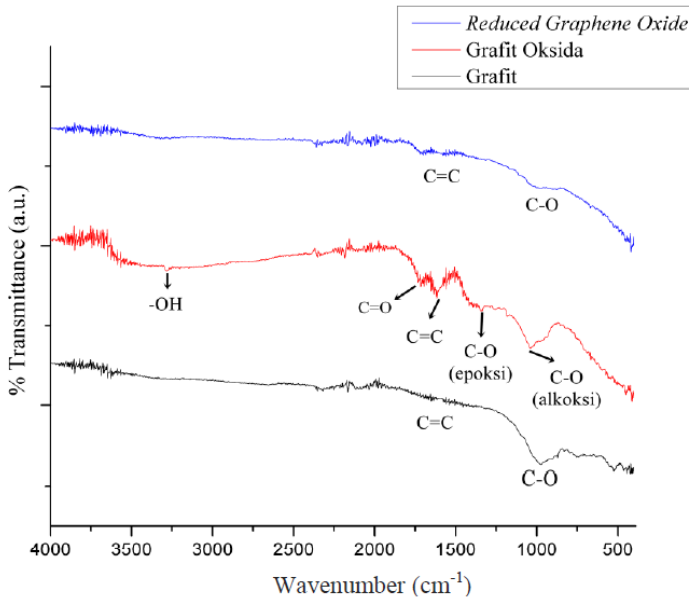


Gambar 2.7 Hasil Uji XRD (Chamoli, Kar, & Das, 2017)

Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) digunakan dalam identifikasi fungsionalisasi kovalen dan non-kovalen graphene. Gambar 2.8 menunjukkan hasil uji FTIR dari sampel grafit, grafit oksida dan reduced graphene oxide. Dari hasil FTIR yang dilakukan pada sampel grafit menunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C pada gelombang 1500-1600 cm^{-1} dan ikatan C-O pada wavenumber 972 cm^{-1} yang memungkinkan karena CO_2 dan O_2 berada banyak di udara bebas. Kemudian pada hasil FTIR sampel grafit oksida menunjukkan bahwa grafit oksida memiliki ikatan hidroksil -OH dengan panjang gelombang 3280 cm^{-1} . Kemudian adanya ikatan C=O pada wavenumber 1714 cm^{-1} dan C=C (Aromatic) pada wavenumber 1614 cm^{-1} (An, et al., 2018).

Proses reduksi grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide* telah menghilangkan ikatan hidroksil -OH yang menunjukkan bahwa grafit oksida telah berhasil direduksi. Pada

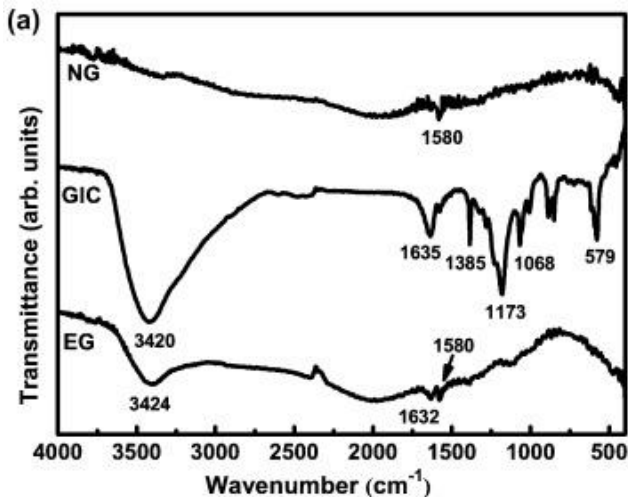
spektrum IR *reduced graphene oxide* dapat dilihat adanya ikatan C=C (Aromatic) dengan panjang gelombang 1654 cm^{-1} yang mengindikasikan terbentuknya *reduced graphene oxide*. Pada spektrum IR *reduced graphene oxide* juga adanya ikatan C-O Alkosi dengan *wavenumber* 1012 cm^{-1} .



Gambar 2.8 Hasil FTIR Grafit, Grafit Oksida, dan reduced graphene oxide (Untoro, Susanti, & Nurdiansah, 2019)

Pada Gambar 2.9, menunjukkan spektra FTIR dari sampel Natural Graphite (NG), Graphite intercalation compounds (GIC) dan Expanded Graphite (EG). Dari hasil FTIR yang dilakukan pada sampel grafit menunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C pada gelombang 1580 cm^{-1} . Kemudian pada hasil pengujian sampel GIC menunjukkan bahwa GIC memiliki gugus O-H, C=C, dan C-O-C yang masing-masing memiliki nilai gelombang sebesar 3420 , 1635 dan 1086 cm^{-1} . Pada hasil GIC juga ditemukan gugus NO_3^- dengan

nilai gelombang 1384 cm^{-1} dan SO_4^{2-} dengan nilai gelombang 1173 dan 579 cm^{-1} . Spektrum FTIR mengkonfirmasi bahwa asam sulfur dan asam nitric behasil terinterkalasi diantara grafit. Menurut pengujian FTIR, terlihat masih adanya kandungan oksigen pada pada sampel EG yang dipreparasi dengan metode pengelupasan di udara. Sampel EG mengandung gugus fungsi hydroxyl dan karbonyl, yang termasuk sebagai senyawa oksidasi grafit.



Gambar 2.9 Hasil FTIR Natural Graphite (NG), Graphite Intercalation Compound (GIC), dan Expanded Graphite (EG)

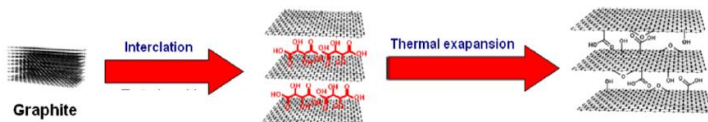
2.2 Temperatur *Thermal Shock*

Thermal shock adalah proses pendinginan atau pemanasan suatu benda pada laju yang sangat cepat. Transisi temperatur terjadi dengan sangat cepat, lebih besar dari 15°C per menit atau melalui transfer langsung dari temperatur satu ruang ke yang ruang lain dengan temperatur berbeda. Perubahan temperatur yang cepat ini menyebabkan material mengalami perubahan volume atau mengembang dengan jumlah yang berbeda (Cronin, Kinsler, & Allen, 2016) . Tidak hanya untuk suatu pengujian saja, thermal

shock juga digunakan dalam proses interkalasi dan ekspansi termal pada grafit.

Seperti pada gambar 2.10, pada proses interkalasi dan ekspansi termal, reagen interkalasi yang mengandung gugus oksigen berikatan pada tepi dan pada lapisan grafit, menghasilkan peningkatan jarak antar lapisan, tetapi tidak ada perubahan struktur utama heksagonal (Al-Hazmi F. , et al., 2015).

Kemudian dengan perlakuan *thermal shock*, senyawa yang dimasukkan di antara lapisan akan terdeposisi menjadi gas dan menghasilkan daya dorong, yang jauh lebih besar daripada kekuatan ikatan antar lapisan grafit. Dengan demikian, jarak lapisan akan semakin melebar, dan volume grafit akan puluhan hingga ratusan kali untuk berkembang, membentuk *expanded graphite* yang memiliki struktur dan property yang berbeda. Umumnya pada saat proses ekspansi selesai dilakukan, volume ekspansi bisa mencapai 100-300 kali dibandingkan sebelum ekspansi (Peng, Liu, Gao, Luo, & Sun, 2018).



Gambar 2.10 Mekanisme interkalasi dan oksidasi pada grafit oksida (Al-Hazmi F. S., et al., 2015)

Karena efisien dan mudah, proses *thermal shock* telah banyak digunakan dalam berbagai penelitian contohnya adalah yang telah dilakukan Al-Hazmi, et al., pada 2015 menggunakan asam tartarat dan thermal shock dalam proses oksidasi dan interkalasi asam. Thermal shock pada 700°C selama 1 menit membantu interkalasi gugus oksigen dari asam tartarat pada grafit.

Menurut laporan McAllister et al., pada saat pemanasan berlangsung, gugus oksigen yang berikatan pada karbon akan terdekomposisi menjadi gas seperti H₂O, CO₂, ataupun CO, yang

akan berdifusi di arah lateral. Pengelupasan terjadi jika laju dekomposisi gugus fungsi mampu melampaui laju difusi gas. Sehingga menciptakan tekanan pada antar lapisan yang cukup besar untuk mengalahkan gaya van der Waals dan mendorong lapisan untuk terpisah. Umumnya, temperatur minimum yang disarankan adalah 500°C untuk melakukan pengelupasan secara sempurna pada tekanan atmosfer.

Mekanisme ekspansi termal pada GIC masih menjadi bahan diskusi. Makhornin dkk, mengasumsikan bahwa jaringan karbon meluruh setelah penghilangan secara cepat dari sejumlah partikel interkalasi dari ruang interlayer pada grafit, dengan planes disekitarnya meluruh (Yakovlev, Finaenov, Zabud'kov, & Yakovleva, 2006).

Menurut pendapat Chung dkk dan Anderson dkk, proses ekspansi *thermal shock* grafit dianggap sebagai fase transisi yang disebabkan oleh penghapusan agen interkalasi dari GIC. Tingkat buih bergantung pada kondisi sintesis dan komposisi GIC yang dihasilkan, serta pada struktur dan ukuran partikel dari material karbon awal. (Yakovlev, Finaenov, Zabud'kov, & Yakovleva, 2006).

Selain pendapat tersebut, sering diasumsikan bahwa pemanasan secara cepat pada GIC menimbulkan tekanan (280-720 atm) diantara lapisan jaringan karbon pada grafit, dan tekanan ini memiliki efek pendispersi. *Deintercalation* pada grafit terjadi melalui tepi lapisan dan cacat yang ada, yang menyebabkan lapisan bergeser dan pecah. Pemanasan secara cepat menyebabkan terbentuknya struktur seperti busa. Peningkatan disperse dan cacat pada grafit menyebabkan penurunan tekanan interlayer internal dan akibatnya terjadi penurunan pada tingkat ekspansi (Yakovlev, Finaenov, Zabud'kov, & Yakovleva, 2006).

Menurut Yurkovskii dkk, ekspansi mulanya melibatkan pembelahan kristalinit sepanjang sumbu-c menjadi paket pita tipis yang terdiri dari sejumlah kecil bidang atom, dengan deformasi simultan, untuk memberikan struktur terlipat 3D. Proses ini menghasilkan partikel yang berbentuk seperti cacing dan silinder

dengan permukaan tertutup, dimana produk dekomposisi residual terkandung. Partikel berbentuk *wormlike* pada grafit disebabkan karena terbukanya jaringan planar karbon yang terjepit di permukaan tepi kristalit (Yakovlev, Finaenov, Zabud'kov, & Yakovleva, 2006).

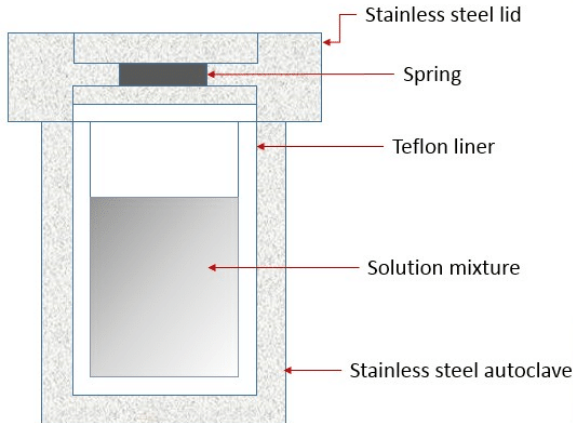
Pada tahap thermal shock, terjadi penurunan berat pada specimen yang merupakan efek dari peningkatan temperature. Proses dekomposisi tersebut dapat terbagi menjadi 3 tahapan. Zat yang terurai pada tahap primer ini berupa molekul organik kecil dan air yang terabsorpsi. Pada tahap kedua, terjadi dekomposisi pada resin atau interkalasi, sekaligus dengan pengotor-pengotor yang ada, dan pada tahap terakhir adalah oksidasi dari grafit. Berat semua specimen sebelum pemanasan lebih besar daripada setelah pemanasan. Spesimen paling rentan mengalami kerusakan dikarenakan temperature tinggi dan tekanan yang besar (Jin, et al., 2019).

2.3 Solvotermal

Sintesis solvotermal merupakan sintesis oleh reaksi kimia dari zat dalam larutan berair yang disegel dan dipanaskan atau pelarut organik pada temperatur (100-1000°C) dan tekanan (1-100 MPa) yang sesuai. Umumnya, reaksi solvotermal dilakukan dalam wadah tertutup khusus atau autoklaf tekanan tinggi, seperti pada Gambar 2.11, dalam kondisi pelarut subkritis atau superkritis (Feng, 2017).

Media reaksi sintesis solvotermal adalah berbagai pelarut organik. Variasi pelarut organik dengan sifat berbeda menawarkan lebih banyak ruang untuk bahan baru. Dalam sintesis solvotermal, pelarut organik tidak hanya memasok media reaksi tetapi juga melarutkan atau melarutkan sebagian reaktan untuk membentuk kompleks reaktan pelarut, yang akan mempengaruhi laju reaksi kimia. Selain itu, pelarut organik juga dapat mempengaruhi konsentrasi dan keadaan spesies aktif reaktan, yang akhirnya dapat mengubah proses reaksi. Dalam beberapa proses sintesa, molekul

pelarut berperan penting untuk memperluas ruang interlayer material (Zhu, 2017).



Gambar 2.11 Skema autoclave untuk sintesis solvothermal (Ahmad, Zoolfakar, Mamat, & Khusaimi, 2016)

Pertimbangan pertama dalam memilih molekul organik sebagai pelarut adalah peran yang akan dimainkannya dalam sintesis. Polaritas pelarut, yang didefinisikan sebagai jumlah interaksi pelarut dan zat terlarut termasuk gaya Coulomb, gaya induksi, kekuatan disperse, Ikatan-H, dan muatan daya angkut, adalah parameter utama untuk menggambarkan sifat solvasi pelarut (Feng, 2017).

Ketika suhu reaksi dari sistem tertutup dipanaskan di atas titik didih pelarut, pelarut akan diautogenerasi dalam tekanan tinggi untuk meningkatkan reaksi dan meningkatkan kristalinitas material yang disintesis. Penggunaan bejana tertutup juga menyebabkan tekanan karena uap pelarut yang terisolasi sehingga meningkatkan titik didih pelarut (Parvez, 2019). Biasanya, metode solvothermal memanfaatkan pelarut seperti etanol, toluena, dan jenis alcohol lain, dan banyak digunakan untuk mensintesis zeolit, titanium dioksida berstruktur nano, dan material padat lainnya. Dalam beberapa tahun terakhir, sintesis solvothermal telah muncul

untuk menjadi metode yang dipilih untuk mensintesis nanokristal dari bahan anorganik. (Rao, Thomas, & Kulkarni, 2007).

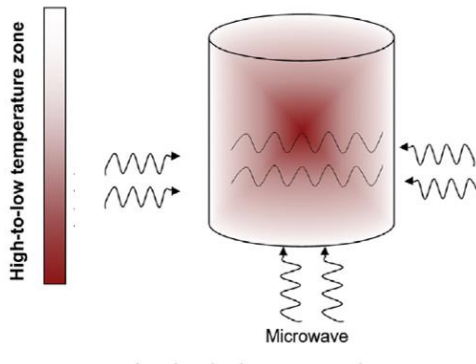
2.4 Microwave

Proses microwave adalah suatu proses yang mengkonsumsi energi rendah dan proses yang cocok untuk pengembangan berbagai macam material dalam keadaan padat, cair, dan semi cair. Awalnya, energi microwave diaplikasikan secara terbatas untuk pengolahan makanan, perawatan kimia, dan produk biologis saja (Bhoi, Singh, Pratap, & Jain, 2019). Namun saat ini, Proses microwave telah banyak digunakan dalam proses sintesa ataupun manufaktur berbagai macam material.

Radiasi microwave dalam spektrum elektromagnetik berkisar dari 300 MHz hingga 300 GHz. Microwave terdiri dari komponen listrik dan magnetic. Microwave bergerak dengan cara yang sama seperti gelombang cahaya: Mereka dipantulkan oleh logam, diserap oleh beberapa material dielektrik, dan ditransmisikan melalui bahan lainnya tanpa terjadi kehilangan yang signifikan. Microwave digunakan dalam berbagai aplikasi seperti deteksi radar, telekomunikasi, pemrosesan makanan, perawatan medis, dll (Oghbaei & Mirzaee, 2010), berdasarkan tingkat frekuensi yang diterapkan.

Pemanasan microwave bergantung pada beberapa karakteristik produk (konduktivitas listrik, kadar air, dan sifat dielektrik) untuk memastikan pemanasan terjadi dengan cepat dan tanpa hambatan. 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. Kenaikan temperatur di dalam material selama proses pemanasan microwave 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. Pergerakan partikel-partikel tersebut

dibatasi oleh gaya pembatas yang menyebabkan gerakan partikel tertahan dan menyebabkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas. Panas yang dihasilkan selanjutnya didistribusikan ke seluruh produk melalui konduksi dan konveksi. Hal ini membantu transfer energi secara homogen dan lebih cepat di dalam material yang mengarah pada proses hemat energi (Halkman, Yucel, & Halkman, 2004). Gambar 2.12 menunjukkan skema pola pemanasan dalam mode microwave.

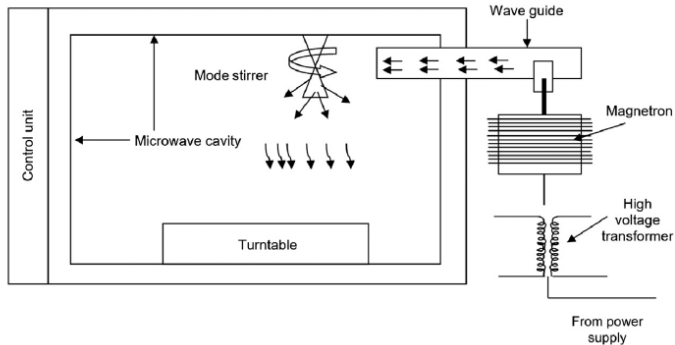


Gambar 2.12 Mekanisme pemanasan dengan microwave (Bhoi, Singh, Pratap, & Jain, 2019)

Ada dua komponen utama dari sistem microwave yaitu (1) unit kontrol dan (2) unit tegangan tinggi. Unit kontrol menyediakan media untuk memindahkan energi listrik ke unit tegangan tinggi di mana energi listrik diubah menjadi energi microwave. Prinsip kerja microwave ditunjukkan pada Gambar 2.13. Bagian utama dari setiap sistem microwave dapat diberikan sebagai berikut (Bhoi, Singh, Pratap, & Jain, 2019):

1. Traic,
2. Transformator tegangan tinggi,
3. Tabung magnetron,
4. Pemandu gelombang, dan

5. Rongga.



Gambar 2.13 Prinsip kerja microwave (Bhoi, Singh, Pratap, & Jain, 2019)

Fungsi utama dari traic adalah membuat saluran yang diperlukan untuk aliran listrik dari sumber ke transformator tegangan tinggi. Transformator tegangan tinggi terbuat dari serangkaian unit kapasitor yang mengubah input yang disediakan menjadi tegangan tinggi. Setelah tegangan yang sangat tinggi terbentuk, tegangan disuplai ke tabung magnetron untuk diubah menjadi energi microwave. Energi microwave selanjutnya ditransmisikan ke rongga dengan cara bantuan pemandu gelombang. Waveguides mengarahkan energi microwave ke ruang terbatas dengan menyediakan saluran yang tepat (Halkman, Yucel, & Halkman, 2004).

Agar pemanasan seragam di dalam rongga microwave, meja putar digunakan untuk menjaga ketepatan interaksi material dan pola gelombang. Dengan desain yang tepat dari rongga resonansi, bahan penyerap yang buruk juga dapat dipanaskan dalam microwave. Penggunaan mode stirrer di rongga dapat memandu perubahan periodik pola gelombang. Turntable dan mode stirrer membantu meningkatkan pemanasan bahan di dalam rongga (Halkman, Yucel, & Halkman, 2004).

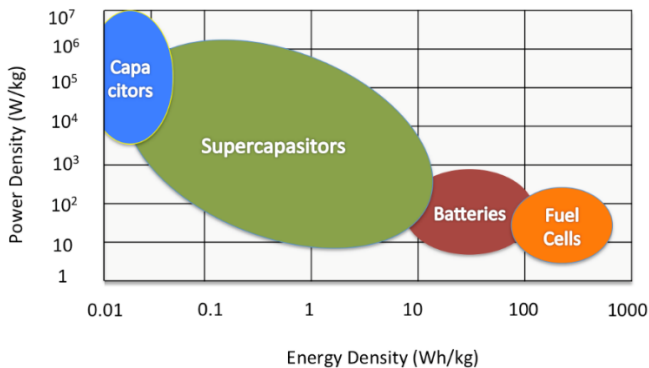
Menurut interaksi dengan microwave, material diklasifikasikan menjadi tiga kelompok utama, yaitu konduktor (logam dan paduan), isolator (leburan kuarsa, gelas, keramik, Teflon, dan polypropylene), dan peredam (larutan dan polar pelarut). Bahan-bahan, yang menyerap radiasi microwave, disebut dielektrik, biasanya ditandai dengan memiliki sedikit pembawa muatan bebas dan menunjukkan gerakan dipol, contohnya pelarut organik (Bhoi, Singh, Pratap, & Jain, 2019).

2.5 Superkapasitor

Kapasitor elektrokimia adalah kapasitor jenis khusus yang bekerja berdasarkan *charging* (pemasukan muatan) dan *discharging* (pelepasan muatan) dari *interface* material-material yang mempunyai luas spesifik yang tinggi seperti material karbon yang berpori atau beberapa oksida logam yang berpori. Walaupun dibangun dengan prinsip dasar yang sama dengan kapasitor konvensional, Kapasitansinya 10000 kali lebih tinggi daripada kapasitansi kapasitor konvensional dengan dimensi yang sama. Oleh karenanya, kapasitor elektrokimia sering juga disebut “*superkapasitor*” atau “*ultracapasitor*” (Berutu, Susanti, & Purwaningsih, 2016).

Ragone plot adalah grafik koordinat dua-logaritmik yang digunakan untuk memetakan kinerja perangkat penyimpanan energi. Secara konseptual, sumbu horizontal menggambarkan berapa banyak energi yang tersedia sebagaimana diindeks oleh energi spesifik (Wh kg^{-1}), sedangkan sumbu vertikal menunjukkan seberapa cepat energi itu dapat disampaikan, diwakili oleh daya spesifik (W kg^{-1}). Energi spesifik dan daya spesifik adalah dua indeks paling penting untuk mengukur perangkat penyimpanan energi (Peng H. , 2015). Pada Gambar 2.14 ditunjukkan bahwa superkapasitor mampu menutupi celah energi dan juga daya spesifik antara baterai dengan kapasitor konvensional. Karena karakteristik uniknya yang mencakup wilayah yang luas pada daya spesifik dan energi spesifik, superkapasitor dibuat untuk menjembatani perbedaan kinerja kritis diantara kapasitor

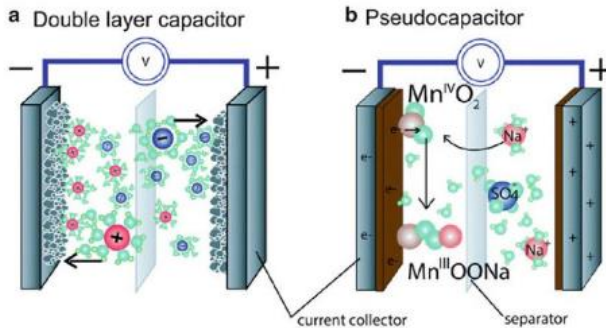
konvensional yang mempunyai daya spesifik yang tinggi dengan baterai / sel bahan bakar yang mempunyai energi spesifik yang tinggi (Kötz & Carlen, 2000). Sehingga dapat disimpulkan bahwa superkapasitor merupakan tipe perangkat yang berorientasi pada daya dengan efisiensi energi yang tinggi dan siklus hidup yang lama (Chang, 2010).



Gambar 2.14 Plot Ragone untuk berbagai alat penyimpanan dan konversi energi (Munmaya M., 2018)

Untuk meningkatkan energi spesifik, material elektroda yang berpori dengan luas permukaan yang besar dan konduktivitas listrik yang tinggi diperlukan. Material karbon, karena biayanya yang rendah, luas permukaan yang tinggi, ketersediaan yang melimpah serta kemudahan produksi dan pemrosesan, dianggap sebagai material yang sesuai (Halper & Ellenbogen, 2006).

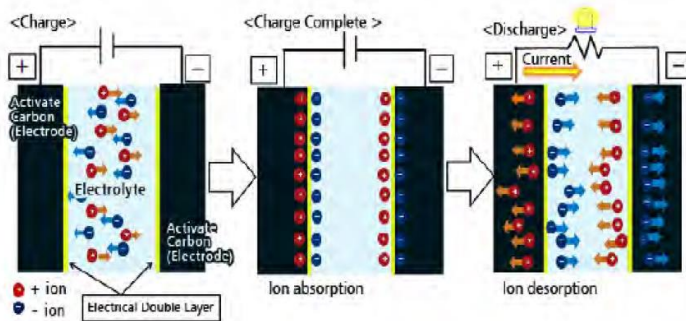
Menurut mekanisme penyimpanan energi, superkapasitor dapat diklasifikasikan menjadi dua kategori: *Electrochemical double-layer capacitor* (EDLC) yang dinamai dan pseudocapacitors. (Peng H., 2015). Perbedaan mekanisme tersebut diilustrasikan pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Ilustrasi dari 2 jenis superkapasitor dengan perbedaan mekanisme penyimpanan (a) EDLC dan (b) Pseudocapacitor (Peng H. , 2015)

Prinsip penyimpanan energi pada EDLC adalah akumulasi dari muatan elektrostatis pada elektroda- interface elektrolit. Prinsip ini didasari dari lapisan listrik ganda yang terbentuk pada antar permukaan lapisan antara karbon aktif dan elektrolit sebagai dielektrik (Yang, Lu, White, & Rajan, 2013). Adanya mekanisme absorpsi dan desorpsi ion pada *double-layer* elektroda karbon aktif berperan dalam pengisian dan pengosongan EDLC. Dengan memberikan tegangan pada elektroda yang saling berhadapan maka ion akan tertarik ke permukaan kedua elektroda dan terjadilah proses pengisian atau *charging*. Sebaliknya, ion akan bergerak menjauh saat EDLC digunakan dan terjadilah proses pengosongan atau *discharging* (Murata Co. Ltd. 2013). Proses charge/discharge yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 2.166.

Pada pseudocapacitors, ada transfer muatan ke dalam lapisan molekul selama proses pengisian dan pengosongan yang mengarah ke proses Faradic antara elektroda dan elektrolit. Ini melibatkan reaksi Faradaic yang cepat dan reversibel, seperti elektrosorpsi, reaksi redoks dan proses interkalasi pada antarmuka elektroda / elektrolit (Henson, 2008). Energi disimpan dalam bentuk reaksi kimia.

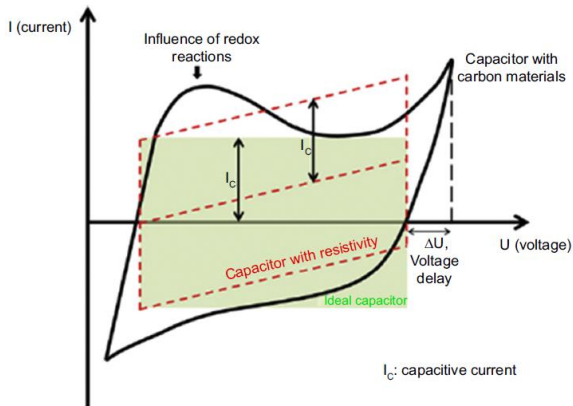


Gambar 2.16 Skema proses *charging* dan *discharging* pada EDLC (Murata America Co. Ltd., 2013)

Tetapi baik EDLC dan pseudocapacitor EDL masih memiliki kelemahan seperti kapasitansi rendah pada EDLC dan masalah stabilitas pada pseudocapacitors. Sehingga dalam banyak kasus, kedua mekanisme ini digabungkan dalam satu sistem. Di mana EDLC dan pseudocapacitor terintegrasi dalam elektroda yang berbeda untuk memenuhi kebutuhan antara penyimpanan energi dan pengiriman energi, yang umumnya disebut superkapasitor asimetris (juga disebut hybrid superkapasitor) (Peng H., 2015)

Pada Gambar 2.17, kurva yang terbentuk merupakan hasil dari pengujian *cyclic voltammogram (CV)*, dimana setiap bentuk kurva akan menjelaskan tentang kemampuan *charge/discharge* superkapasitor, yang kemudian dibagi menjadi 3 tipe. Yang pertama adalah superkapasitor ideal (warna hijau). Superkapasitor ideal menunjukkan pola *charging discharging* yang sama, sehingga mempunyai bentuk yang *rectangular*, atau persegi, yang menandakan bahwa *charging discharging* berlangsung dalam waktu yang sama. Yang kedua adalah jenis kapasitor resistif (titik-titik merah). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV yang *rectangular*, namun miring keatas, yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan penambahan nilai

voltase. Yang terakhir adalah jenis *pseudocapacitor* (garis hitam). Ciri khas dari jenis kapasitor ini adalah adanya *hump* (gundukan), yang menandakan terjadinya reaksi, baik oksidasi maupun reduksi. *Pseudocapacitor* biasanya mempunyai kapasitansi yang lebih tinggi, karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi. (Pandolfo, Ruiz, Sivakkumar, & Nerkar, 2013)



Gambar 2.17 Karakteristik voltammetry *charge/discharge* kapasitor elektrokimia (Kakaei, Esrafil, & Ehsani, 2019)

2.6 Penelitian sebelumnya

Beberapa penelitian sebelumnya telah dilakukan dalam mensintesa graphene dengan beberapa metode yang berbeda untuk mendapatkan graphene dengan struktur mono/few layer dan sengan gugus oksigen yang rendah serta melalui proses yang ramah lingkungan dengan durasi yang lebih singkat. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 2.4 dan Tabel 2.5.

Tabel 2.2 Perbandingan hasil *graphene* dari beberapa metode yang telah diteliti sebelumnya

Bahan Dasar	Metode	Agan Interkalasi	Variabel	Hasil	Referensi
<i>Flake graphite</i>	<i>Microwave-assisted solvothermal</i>	Asam glutarat	Daya microwave	Monolayer graphene	(Al-Hazmi F., et al., 2015)
<i>Flake graphite</i>	<i>Microwave-assisted solvothermal</i>	Asam Tartarat	-	Monolayer graphene	(Al-Hazmi F., et al., 2015)
<i>Flake graphite</i>	<i>Thermal Exfoliation</i>	CIF3	-	Expanded Grafit	(Makotchenko, Grayfer, Nazarov, Kim, & Fedorov, 2011)
<i>Flake graphite</i>	<i>Thermal Expansion</i>	H2SO4 dan H2O2	Termal shock	Expanded Grafit	(Yuea, Lic, Zhanga, & Zhanga, 2009)

Tabel 2.3 Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor graphene

Material	Perlakuan	Kapasitansi Spesifik (F/g)	Referensi
Graphene	Variasi waktu ultrasonikasi dan temperature hidrotermal	491,36	(Nurdiansah & Susanti, 2014)
Graphene	Massa Zink	90,623	Suwandana, dkk (2014)
<i>Nitrogen doped Graphene</i>	<i>Graphene</i> dengan variasi doping nitrogen	208,47	Dyah Ayu Safitri, dkk (2016)
<i>Bhoron doped graphene</i>	Variasi doping bhoron	192,5	(Andrameda, Susanti, & Nurdiansah, 2018)

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. Serbuk Asam Tartarat ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)
3. Larutan Methanol
4. Aquades (H_2O)
5. Es Batu
6. *Nickel Foam*
7. Sodium Sulfat (Na_2SO_4)

3.2 Alat Penelitian

Beberapa peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Neraca Analitik (digital)
Digunakan untuk menimbang massa serbuk grafit dan asam.
2. *Beaker Glass*
Digunakan sebagai wadah bahan-bahan yang digunakan.
3. Gelas Ukur
Digunakan untuk mengukur jumlah larutan yang digunakan.
4. Kertas Saring
Digunakan untuk menyaring grafit setelah proses perendaman.
5. *Crucible*
Digunakan untuk mengeringkan *graphene* di dalam furnace.
6. *Autoclave Teflon 75 ml*
Digunakan sebagai wadah sintesis *expanded graphite* dan *graphene* di dalam *oven microwave*.
7. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk melarutkan *expanded graphite* dalam methanol secara sempurna.
8. *Hot Plate with Magnetic Stirrer*
Digunakan dalam proses sintesis elektroda.

9. *Samsung - Counter Top Microwave MS28J5255UB*
Digunakan untuk men-sintesis *expanded graphite* dan *graphene*.
10. *Ice Bath*
Digunakan untuk menghentikan reaksi reduksi setelah proses sintesis *graphene* di dalam *oven microwave*.
11. *Muffle Furnace*
Digunakan untuk mengeringkan elektroda yang telah disintesis.
12. Instrumen Karakterisasi Material
 - a. *X-Ray Diffraction (XRD)*
Digunakan untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam sampel serta struktur dan ukuran kristalnya.
 - b. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*
Digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam sampel.
 - c. *Scanning Electron Microscope (SEM)*
Digunakan untuk menganalisis morfologi yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek.
 - d. *Cyclic Voltammetry (CV)*
Digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari hasil percobaan.

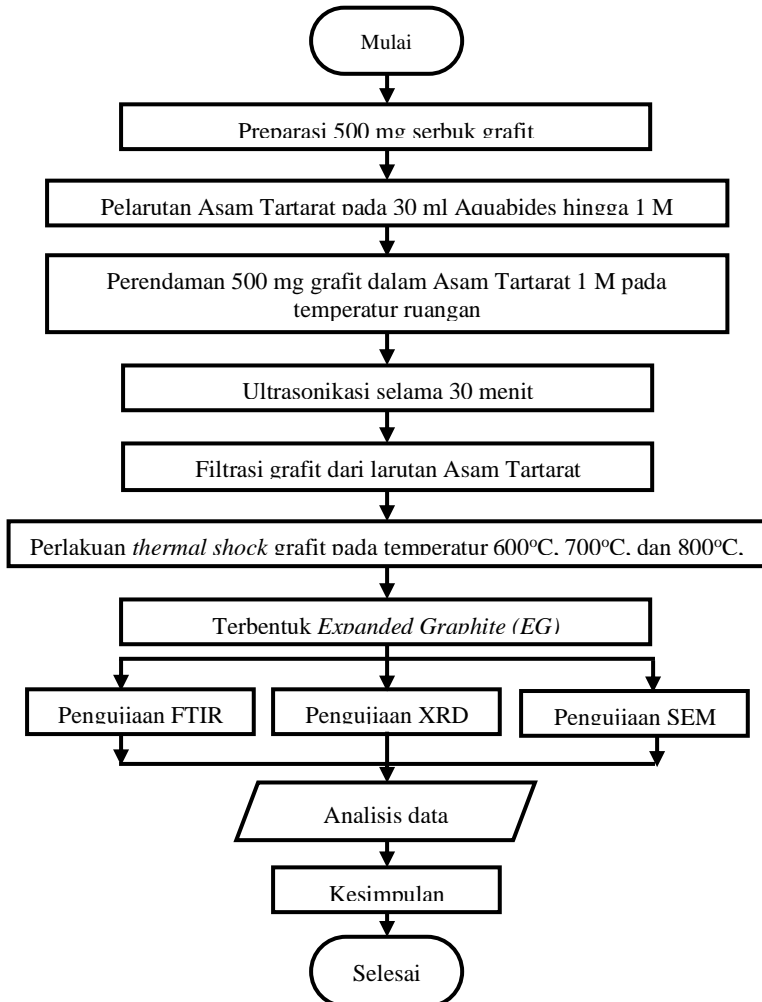
3.3 Diagram Alir Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat beberapa tahapan proses yang dilakukan. Proses pertama adalah proses sintesis grafit menjadi *expanded graphite*, dilanjutkan dengan proses reduksinya hingga terbentuk *graphene* dengan menggunakan metode sintesis *microwave-assisted solvothermal*. Proses terakhir adalah proses mendepositkan *graphene* ke dalam *nickel foam* untuk membuat elektroda.

3.3.1 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



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis *Expanded Graphite*

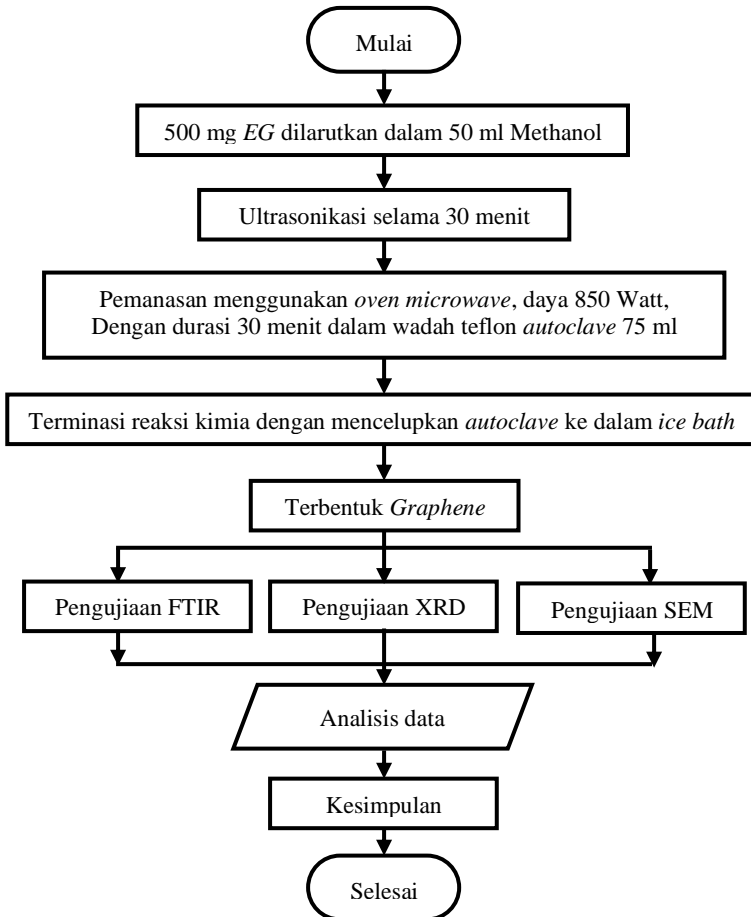
pada 30 ml aquabides hingga memiliki kemolaran sebesar 1 M. Langkah selanjutnya adalah pencampuran asam tartarat dengan grafit dan disonikasi selama 30 menit. Tujuan dari sonikasi tersebut adalah agar asam tartarat dapat sepenuhnya terinterkalasi pada serbuk grafit, tepatnya pada daerah antar lapisan di dalam grafit.

Langkah selanjutnya adalah penyangiran 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 600 °C, 700 °C, 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.

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.

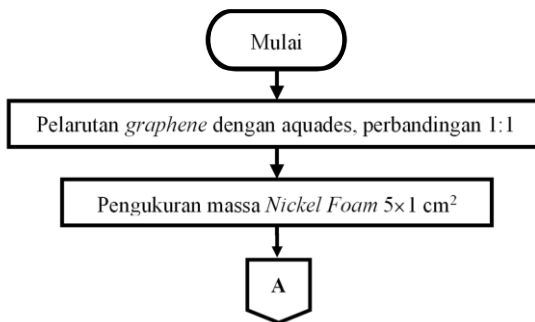


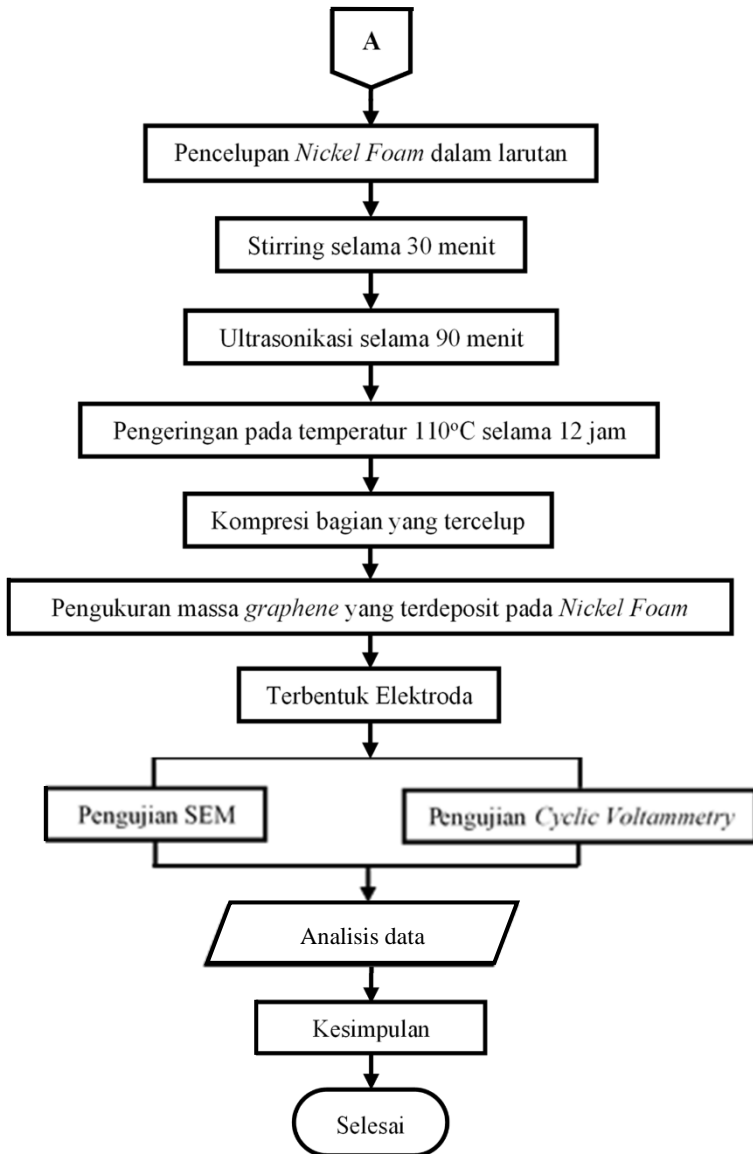
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis *Graphene*

Selanjutnya dilakukan pencucian graphene yang masih berupa colloid menggunakan HCl 10% dan aquabides beberapa kali hingga pH-nya netral atau setidaknya mendekati netral. Kemudian dilakukan pengeringan menggunakan furnace pada temperatur 70°C selama 14 Jam pada wadah crucible. Pada langkah ini telah didapatkan graphene.

3.3.3 Pembuatan Elektroda

Gambar 3.3 menunjukkan diagram alir pembuatan elektroda. Pembuatan elektroda digunakan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV), dibuat dengan memotong *nickel foam* berukuran 5x1 cm² kemudian dicelupkan ke dalam larutan *graphene*. Larutan *graphene* dibuat dengan melarutkan *reduced graphene oxide* ke dalam aquades dengan perbandingan sebesar 1 mg *graphene* : 1 ml aquades, kemudian larutan dilakukan *stirring* hingga homogen. Selanjutnya, pencelupan *nickel foam* ke dalam larutan *graphene* dengan area tercelup sebesar 1 cm² dan *stirring* selama 30 menit. Agar kandungan *graphene* yang terdeposisi pada *nickel foam* meningkat, maka dilakukan ultrasonikasi selama 60 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 terdeposisi pada permukaan *nickel foam*. Elektroda yang sudah siap kemudian digunakan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dengan larutan garam H₂SO₄ 1M.





Gambar 3.3 Diagram Alir Pembuatan Elektroda

3.3.4 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.

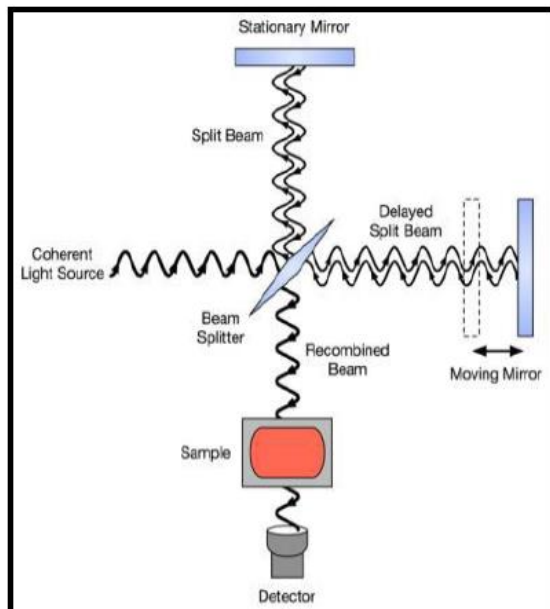
3.4.1 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

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.



Gambar 3.4 Alat Uji FTIR (Dokumen Pribadi, 2019)

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. Skema kerja FTIR ini diperlihatkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Skema prinsip kerja FTIR (Vaughan & Vaughan, 2009)

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 3.6 dan spesifikasi alat tertera pada Gambar 3.7. 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 3.6 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 Na₂SO₄ digunakan sebagai elektrolit karena merupakan asam netral, yang bertujuan untuk meminimalisir adanya pengaruh kemungkinan terjadinya sanyawa baru ketika dilakukan proses pengujian CV, yang justru mengacaukan nilai kapasitansi material yang akan diukur.

CorrTest® Instruments <http://www.cortest.com.cn> Email: sales2@cortest.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	CV and LSV scan rate: 0.001mV~10,000V/s
Potential control range: ±10V	CA and CC pulse width: 0.0001~65,000s
Current control range: ±2A	Current increment during scan: 1mA@1A/ms
Potential control accuracy: 0.1%×full range±1mV	Potential increment during scan: 0.076mV@1V/ms
Current control accuracy: 0.1%×full range	SWV frequency: 0.001~100 kHz
Potential resolution: 10µV (>100Hz), 3µV (<10Hz)	DPV and NPV pulse width: 0.0001~1000s
Current sensitivity: 1pA	AD data acquisition: 16bit@1 MHz, 20bit@1 kHz
Rise time: <1µs (<10mA), <10µs (<2A)	DA Resolution: 16bit, setup time: 1µs
Reference electrode input impedance: 10 ¹² Ω 20pF	Minimum potential increment in CV: 0.075mV
Current range: 2nA~2A, 10 ranges	IMP frequency: 10µHz~1MHz
Compliance voltage: ±21V	Low-pass filters: covering 8-decade
Maximum current output: 2.0A	Potential and current range: automatic

Gambar 3.7 Spesifikasi CorrTest (International Enterprise Center)

$$C = \frac{\int IdV}{2 \Delta E m v} \quad (3.1)$$

Dimana,

C = Kapasitansi Spesifik (F/gram)

$\int IdV$ = Luas area dibawah kurva CV

m = Massa Elektroda (gram)

v = Scan Rate (mV/s)

ΔE = Potential Window (Volt)

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.

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.

$$E = \frac{(0.5)CV^2}{3.6} \quad (3.2)$$

$$P = \frac{E \times 3600}{t} \quad (3.3)$$

Dimana,

- E = Densitas Energi (Wh/kg)
- C = Kapasitansi (Farad/gram)
- V = *Potential Window* (Volt)
- P = Densitas *Power* (W/kg)
- t = Waktu *discharge* (sekon)

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.



Gambar 3.8 SEM Inspect S50 (Dokumen Pribadi, 2019)

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

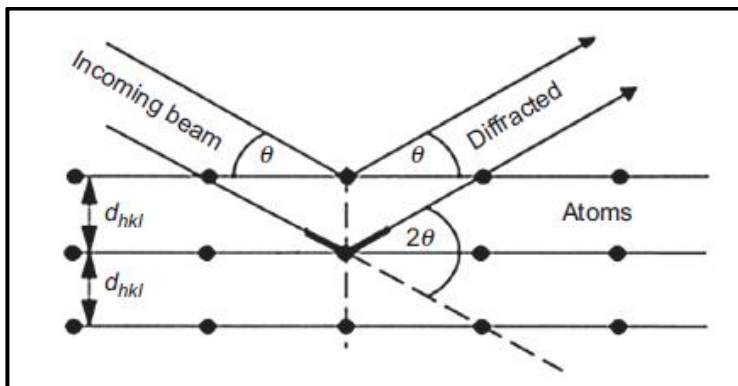
cerah daripada atom dengan berat molekuler rendah. “*Backscattered electron*” terlepas dari daerah sampel yang lebih dalam dan memberikan informasi terutama pada jumlah atom rata-rata dari sampel. Peristiwa tumbukan berkas sinar electron, yaitu ketika memberikan energi pada sampel, dapat menyebabkan 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.

3.4.4 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*). Gelombang yang digunakan merupakan sinar X. 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.



Gambar 3.9 Kondisi Geometri untuk Difraksi (Epp, 2016)

Gambar 3.9 memberikan detail tentang kondisi geometrical dari difraksi, dimana 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 sehingga difraksi sinar-X memenuhi persamaan hukum Bragg yang dituliskan pada persamaan 3.4 (Ingham & Toney, X-ray diffraction for characterizing metallic films, 2014).

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

Dimana:

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

λ = panjang sinar-X

d = jarak kisi

θ = sudut difraksi



Gambar 3.10 Instrumen XRD PANalytical (Dokumen Pribadi, 2019)

Karakterisasi material menggunakan XRD menggunakan alat instrumen XRD PAN Alytcal yang ditunjukkan pada Gambar 3.10. Karakterisasi XRD menghasilkan beberapa data baik data kualitatif maupun data kuantitatif.

Perhitungan jarak antar layer pada hasil grafik XRD (*dspacing*) dapat menggunakan Hukum Bragg pada Persamaan 3.5 yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh sintesis dari grafit hingga menjadi *reduced graphene oxide* (Ingham & Toney, X-ray diffraction for characterizing metallic films, 2014). Khususnya jarak layer pada sampel.

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

Dimana:

d_{002} = Jarak antar layar

λ = Panjang Gelombang (1.54 Å)

θ = Sudut Difraksi ($^{\circ}$)

Data hasil keluaran XRD dapat memberikan informasi untuk melihat ukuran kristal sampel. Hal ini dapat didapatkan dengan Persamaan Scherrer pada Persamaan 3.6 (Ingham & Toney, X-ray diffraction for characterizing, 2014).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.6)$$

Dimana:

D = Ukuran Kristal (nm)

λ = Panjang gelombang Cu-K α (1.54060 Å)

β = FWHM / full width of the peak (2θ) (rad)

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.

3.3.5 Rancangan Penelitian

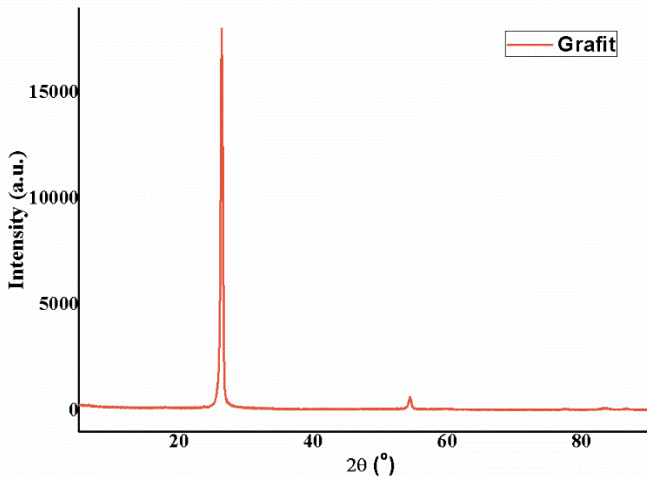
Tabel 3.1 Rancangan penelitian

Spesimen	Waktu (detik)	T (°C)	Pengujian			
			XRD	FTIR	SEM	CV
EG 1		600	✓	✓	✓	–
EG 2	60	700	✓	✓	✓	–
EG 3		800	✓	✓	✓	–
Grafit			✓	✓	✓	–
<i>Graphene 1</i>			✓	✓	✓	–
<i>Graphene 2</i>			✓	✓	✓	
<i>Graphene 3</i>	–		✓	✓	✓	
Elektroda <i>Graphene 1</i>			–	–	✓	✓
Elektroda <i>Graphene 2</i>			–	–	✓	✓
Elektroda <i>Graphene 3</i>			–	–	✓	✓

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

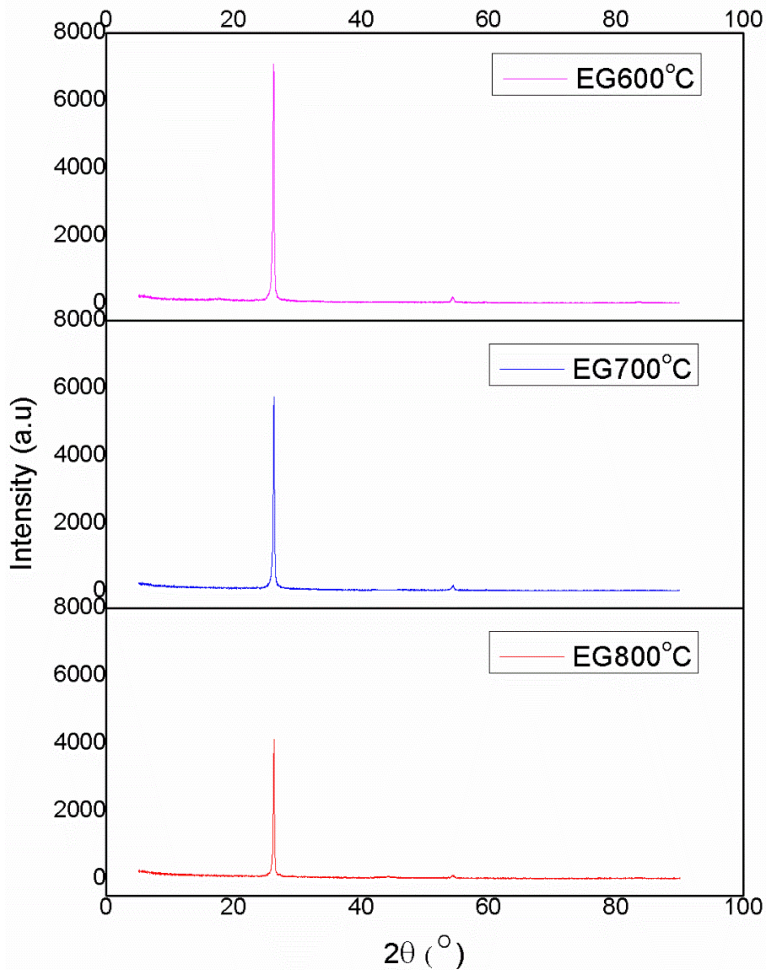
4.1 Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

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



Gambar 4.1 Hasil Pengujian XRD pada grafit

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa grafit memiliki peak yang sangat tajam pada posisi $2\theta = 26.46^\circ$ dengan nilai d_{spacing} sebesar 3.3675 \AA , hal ini menunjukkan bahwa grafit memiliki sifat kristalinitas yang sangat baik. Selain itu, terdapat juga peak grafit yang lemah pada posisi $2\theta = 54.42^\circ$. Kemudian grafit diexpand menjadi *expanded graphite* yang dapat ditunjukkan dengan menurunnya *peak*. Penurunan ini memiliki hasil yang berbeda bergantung pada variasi temperature *thermal shock*.



Gambar 4.2 Perbandingan Hasil XRD pada EG dengan Variasi Temperatur *Thermal Shock* 600 °C, 700 °C, dan 800 °C

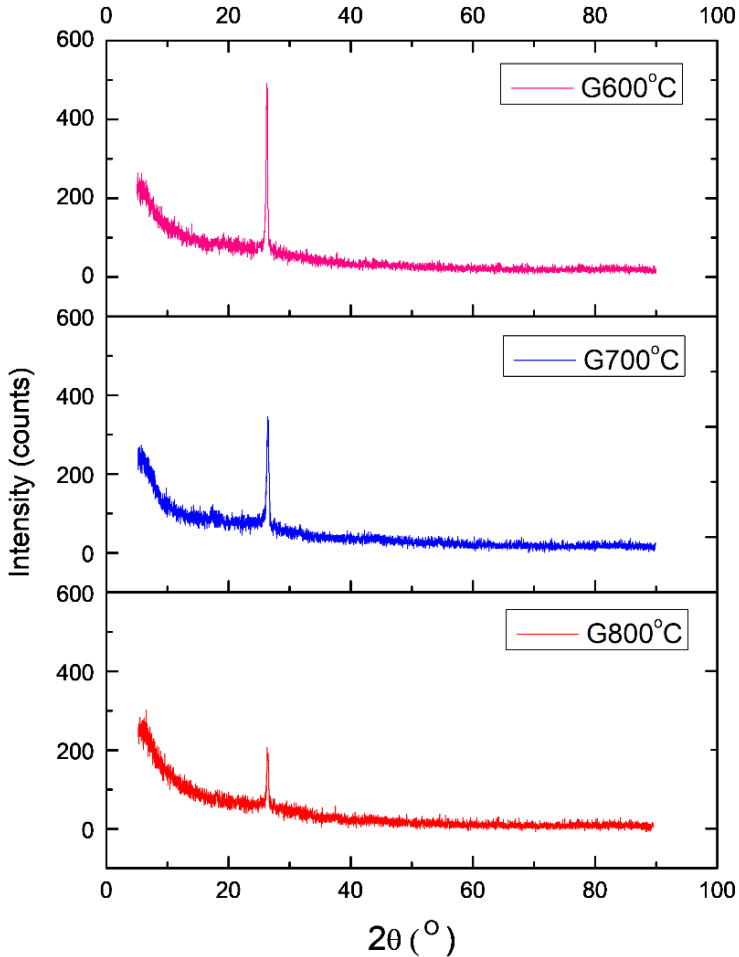
Pada Gambar 4.2 dapat dilihat hasil pengujian XRD pada *expanded Graphite*. Pada temperature *thermal shock* 600°C dihasilkan *peak* pada posisi $2\theta = 26.27^\circ$ pada intensitas 6941

dengan nilai d_{spacing} 3,3919 Å. Sedangkan pada temperature 700°C, *peak* mengalami penurunan yang lebih besar yaitu menjadi $2\theta = 26,25^\circ$ pada intensitas 5550 dan $d_{\text{spacing}}=3,3947$ Å. Namun, pada temperature *thermal shock* sebesar 800°C, *peak* terletak pada $2\theta = 26,22^\circ$ dan mengalami penurunan intensitas menjadi 3957 dan $d_{\text{spacing}}=3,3983$ Å. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi penurunan intensitas apabila dibandingkan dengan intensitas pada grafit. Penurunan ini juga terlihat pada *peak* (004) pada $2\theta = 54^\circ$, dimana *peak* terlihat semakin melemah seiring meningkatnya temperature *thermal shock*.

Hasil tersebut terdapat kesesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh Chamoli, Kar, & Das (2017) yang memiliki puncak pola XRD dimana intensitas puncak pada EG adalah lebih rendah daripada grafit dan nilai d_{spacing} pada EG lebih besar daripada d_{spacing} grafit. Hasil dari variasi *thermal shock* memiliki pola intensitas yang beragam. Nilai intensitas terus menurun dari *thermal shock* pada temperature 800°C hingga 600°C. Dapat dilihat bahwa *peak* pada 54.42° nilai intensitasnya mengalami penurunan yang dan terlihat tidak terlalu tajam. Sedangkan nilai jarak antar lapisannya mengalami peningkatan walaupun cukup kecil dengan peningkatan paling tinggi pada temperature 800°C.

Hasil ini juga dijelaskan oleh Lan, et al (2019), dimana *peak* difraksi yang masih cukup tinggi pada EG menunjukkan bahwa interkalasi yang terjadi tidak menyebabkan perubahan struktur lapisan namun penurunan yang terjadi disebabkan pembesaran jarak antar layer grafit karena peningkatan temperature yang tinggi dan secara cepat. Peningkatan temperature secara drastis ini menyebabkan asam tartarat terdekomposisi menjadi gas, yang kemudian memberikan tekanan dan mendorong lapisan pada grafit dan menyebabkan d_{spacing} pada lapisan grafit semakin membesar. Proses ekspansi juga disertai dengan desorpsi interkalasi

(pelepasan molekul, ion, dan sebagainya dari permukaan zat padat sehingga molekul atau ion jadi gas) sehingga hanya sebagian kecil



Gambar 4.3 Perbandingan Hasil XRD pada *graphene* dengan Variasi Temperatur *Thermal Shock* 600 °C, 700 °C, dan 800 °C

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*.

Untuk mendapatkan *graphene* maka diperlukan proses exfoliation EG menggunakan metode microwave-assisted solvothermal. Pada penelitian ini digunakan waktu iradiasi selama 30 menit dengan daya sebesar 850 W yang kemudian hasilnya ditunjukkan oleh Gambar 4.3.

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat hasil XRD dari ketiga *graphene* dimana terjadi penurunan intensitas yang signifikan. Untuk temperature 600°C memiliki peak pada posisi $2\theta = 26,28^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,3874 \text{ \AA}$. Pada temperature 700°C memiliki peak pada posisi $2\theta = 26,34^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,3834 \text{ \AA}$. Serta pada temperature 800°C memiliki peak pada posisi $2\theta = 24,35^\circ$ dengan dan $d_{\text{spacing}} = 3,3817 \text{ \AA}$. Dari hasil tersebut, menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur *thermal shock* maka akan menurunkan intensitas peak pada *graphene*. Nilai intensitas puncak pada *graphene* dengan temperature *thermal shock* 600°C, 700°C, dan 800°C berturut-turut adalah sebesar 489, 291, dan 180.

Menurunnya intensitas dari EG menjadi *graphene* dikarenakan semakin berkurangnya jumlah *layer* pada *graphene* akibat pengelupasan pada lapisan EG serta struktur kristal dari *graphene* yang amorfus.

Membesarnya jarak antar lapisan EG memberikan peluang pada methanol untuk masuk ke antara lapisan EG dan selanjutnya membantu proses pengelupasan. Penggunaan sonikasi membantu difusi methanol di antar lapisan EG dan 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 hydrogen. Namun, nilai jarak interlayer hasil grafen 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} berada pada temperature 800°C.

Tabel 4.1 Perbandingan Jarak Antar Layer Grafit, *Expanded Graphite*, dan *Graphene*

Material	Temperatur <i>thermal shock</i> (°C)	Jarak antar layer (Å)
Grafit	-	3.3675
<i>Expanded graphite</i>	600	3.3919
	700	3.3947
	800	3.3983
<i>Graphene</i>	600	3.3896
	700	3.3834
	800	3.3817

Berdasarkan Tabel 4.1 terdapat peningkatan jarak antar layer dari grafit menjadi *expanded grafit*. Adanya perubahan posisi puncak, nilai d_{spacing} dan nilai intensitas dikarenakan terjadinya ekspansi pada layer-layer grafit hasil dari proses interkalasi dan *thermal shock* (Luo dkk, 2018). Namun saat terbentuk *graphene* terjadi penurunan nilai jarak antar layer dari *expanded graphite* yang mendekati nilai jarak antar layer grafit. Dengan semakin mengecilnya nilai d_{spacing} dari *expanded graphite* menjadi *graphene*, hal ini menandakan bahwa telah berkurangnya gugus fungsi oksigen pada layer grafit. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses pengelupasan *expanded graphite* menjadi *graphene* telah berhasil dilakukan (Chamoli, Kar, & Das, 2017).

Dengan menggunakan persamaan Scherrer pada Persamaan 3.8 untuk mencari dimensi kristal, didapatkan nilai dimensi kristal dari *graphene* yang semakin menurun seiring berkurangnya temperature *thermal shock*, seperti yang telah ditunjukkan pada Tabel 4.2. Dimensi kristal terbesar dimiliki oleh *graphene* dengan temperature *thermal shock* 600°C sebesar 71.2345 nm, sedangkan dimensi terkecil dimiliki oleh *graphene* dengan temperature *thermal shock* 800°C sebesar 47.8004 nm. Hal

ini menunjukkan struktur yang telah amorfus dengan kecenderungan kristalin.

Tabel 4.2 Tabel Perhitungan Dimensi Kristal pada Graphene

Sampel	dspacing (A)	Dimensi Kristal (nm)
G1	3.38744	71.2345
G2	3.38343	51.8945
G3	3.38171	47.8004

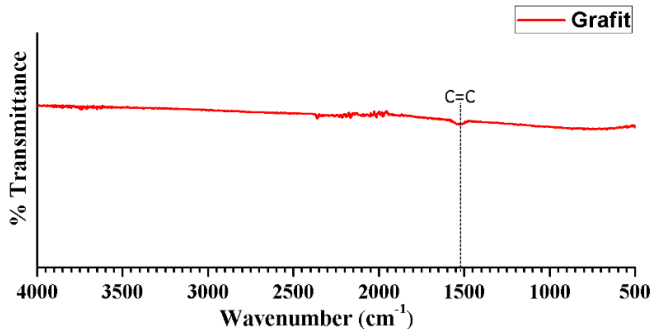
Hasil ini memiliki perbedaan dengan hasil dari metode modifikasi hummer, yang dapat dilihat pada Gambar 2.6. Dari kedua hasil pengujian tersebut, dapat disimpulkan bahwa terdapat perbedaan yang sangat besar pada EG dan GO, yang terletak pada perbedaan letak peak yang signifikan. Pada GO, terjadi reaksi oksidasi yang sangat tinggi menyebabkan terjadinya pergeseran peak kearah kiri ($13-14^\circ$). 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 2.6 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 pada material grafit, *expanded graphite*, dan *graphene* dengan dengan variasi temperatur *thermal shock* 600°C , 700°C , dan 800°C . Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesa serta untuk membedakan gugus fungsi antara *expanded graphite* dan *graphene*.

Gambar 4.4 menunjukkan hasil pengujian FTIR pada grafit. Dimana dapat ditunjukkan bahwa terdapat ikatan C=C yang pada bilangan gelombang 1651 cm^{-1} .



Gambar 4.4 Hasil Uji FTIR Grafit

Adanya proses ekspansi yang dilakukan pada material grafit, memunculkan beberapa *peak* gelombang. Dari Gambar 4.5 terlihat bawa *expanded graphite* memiliki ikatan C=C, ikatan C-H dan ikatan C=O. Hal ini mengindikasikan bahwa grafit telah berhasil mengalami ekspansi. Hasil tersebut telah sesuai menurut Tabel 4.3 yang dapat menunjukkan beberapa ikatan yang terkandung dalam *expanded graphite* (EG), dimana pada table tersebut ditunjukkan perbedaan paling mendasar antara grafit dengan *expanded graphite* yaitu pada adanya gugus O dan H. Dimana keberadaan gugus O dan H ini menunjukkan bahwa proses interkalasi dan ekspansi berhasil dilakukan.

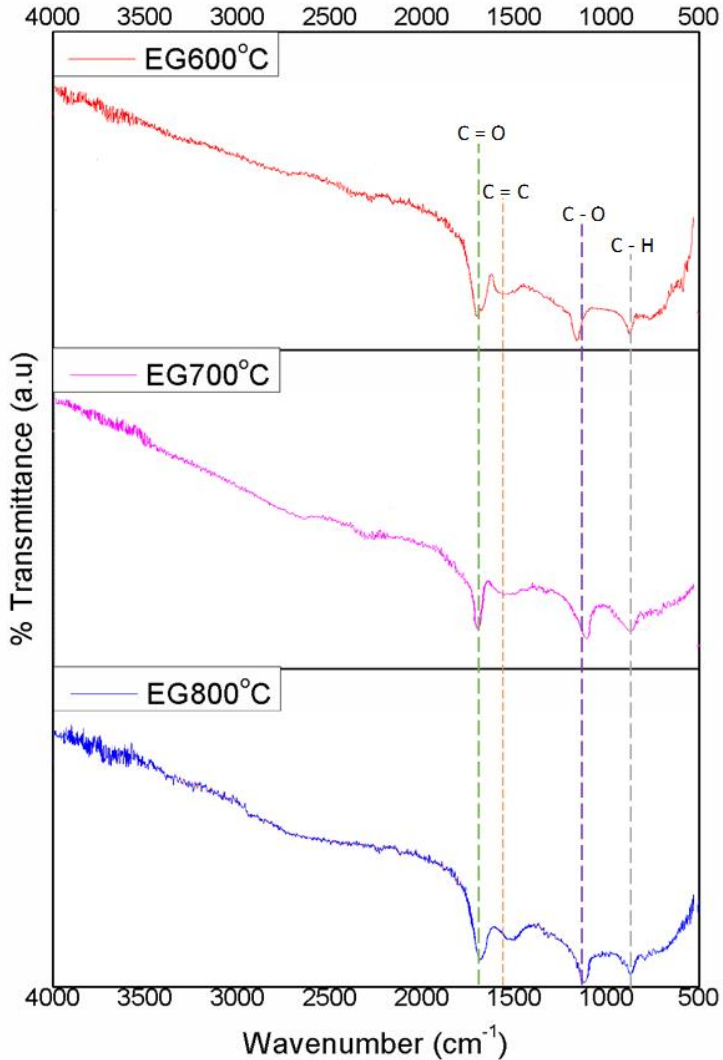
Gugus fungsi yang mengandung O dan H masih terkandung, karena merupakan sisa dari proses interkalasi dan thermal shock dari asam tartarat (Al-Hazmi F. S., et al., 2015). Interkalasi asam tartarat pada *interlayer graphite* yang kemudian diberikan perlakuan *thermal shock* membuat asam tartarat yang telah terinterkalasi akan terdekomposisi menjadi uap dan mendorong antar layer pada grafit menjadi lebih lebar, namun proses dekomposisi asam tartarat tidak terjadi secara sempurna sehingga

meninggalkan gugus fungsi O dan H yang terdeteksi melalui pengujian FTIR.

Tabel 4.3 Jenis Gugus Ikatan pada Sampel EG

No	Temperature (°C)	Wavenumber (cm ⁻¹)	Jenis Ikatan
1	600	860	C – H
		1112	C – O
		1557	C = C
		1694	C = O
		879	C – H
2	700	1135	C – O
		1515	C = C
		1714	C = O
		862	C – H
3	800	1135	C – O
		1570	C = C
		1682	C = O

Pada hasil ini, terdapat perbedaan hasil pengujian pada EG dan GO, yang dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan Gambar 2.8. Kedua hasil menunjukkan adanya perbedaan jenis ikatan yang terlatak pada EG dan GO. Pada GO terdapat ikatan yang menunjukkan terbentuknya -OH pada wavenumber 3000-3400 cm⁻¹, dimana ikatan ini menunjukkan terjadinya proses oksidasi pada grafit. Ikatan -OH ini tidak terlihat pada hasil pengujian FTIR EG yang menunjukkan bahwa tidak terjadi proses oksidasi yang signifikan karena penggunaan asam lemah serta dilakukannya proses *thermal shock* yang mendekomposisi asam tartarat menjadi gas. Ikatan -OH inilah yang merupakan perbedaan yang signifikan dengan EG.

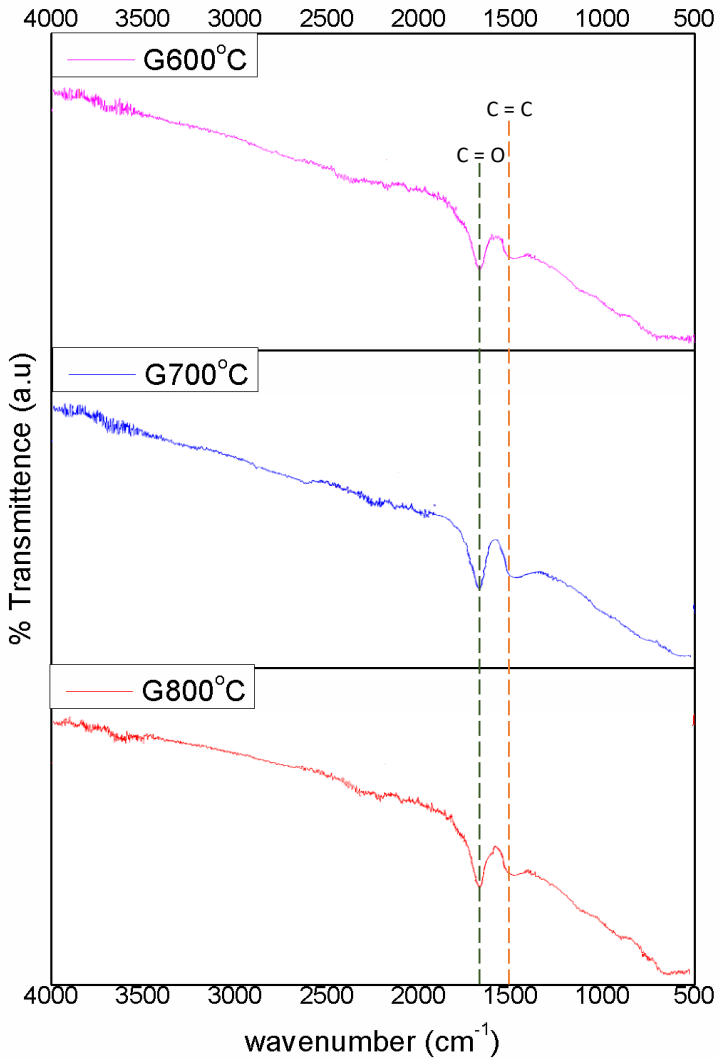


Gambar 4.5 Hasil Uji FTIR EG dengan Variasi Temperatur *thermal Shock* 600°C (A), 700°C (B) dan 800°C (C)

Kemudian untuk mendapatkan *graphene* maka diperlukan proses exfoliation dan reduksi EG menggunakan metode microwave-assisted solvothermal. Pada penelitian ini digunakan waktu iradiasi selama 30 menit dengan daya sebesar 850 W yang kemudian hasilnya ditunjukkan oleh Gambar 4.6.

Proses reduksi grafit oksida menjadi *graphene* memunculkan beberapa *peak* dengan *wavenumber*. Pada temperature *thermal shock* 600°C teridentifikasi ikatan C=C pada *wavenumber* 1507 cm⁻¹, C=O pada *wavenumber* 1684 cm⁻¹. Pada temperature *thermal shock* 700°C teridentifikasi ikatan C=C pada *wavenumber* 1538 cm⁻¹, C=O pada *wavenumber* 1715 cm⁻¹. Kemudian, temperature *thermal shock* 800°C teridentifikasi ikatan C=C pada *wavenumber* 1531 cm⁻¹, C=O pada *wavenumber* 1694 cm⁻¹. Hasil analisa FTIR antara *Expanded Graphite* dan *graphene* tidak menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan, hal ini dikarenakan proses dekomposisi pelarut methanol hampir terjadi secara sempurna sehingga gugus fungsi hydrogen telah menghilang dan gugus fungsi oksigen yang jumlahnya lebih sedikit. Reduksi yang terjadi dimulai dari methanol yang terintekalasi kedalam layer *Expanded Graphite* dan nantinya methanol inilah yang akan menghilangkan gugus residu yang ada didalam *Expanded Graphite*. Semakin besar jarak antar layer pada *Expanded Graphite* akan mempermudah reduksi yang dilakukan methanol, menyebabkan kandungan residu pada *Graphene* akan semakin berkurang.

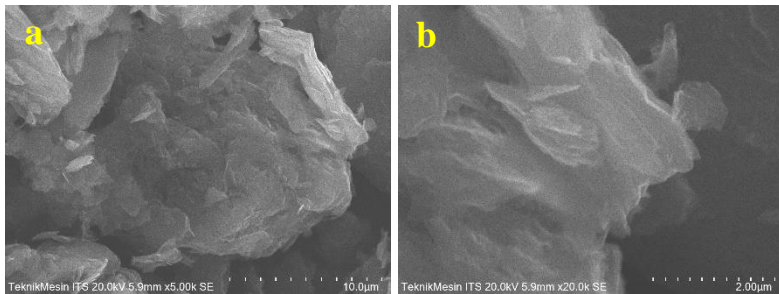
Dari hasil pengujian *graphene* dengan RGO, seperti pada Gambar 4.6 dan Gambar 2.8 tidak terdapat perbedaan yang signifikan yaitu masih adanya gugus pengotor pada *graphene*, namun gugus O dan H ini telah berkurang dibandingkan dengan hasil pengujian pada GO dan EG Hal ini menunjukkan bahwa proses reduksi dan pengelupasan yang terjadi pada *Graphene* maupun RGO telah berjalan maksimal, menghasilkan *graphene* dan RGO yang baik, dibuktikan dengan menghilangnya ikatan H dan berkurangnya ikatan O.



Gambar 4.6 Hasil Uji FTIR *Graphene* dengan Variasi Temperatur *thermal Shock* 600°C (A), 700°C (B) dan 800°C (C)

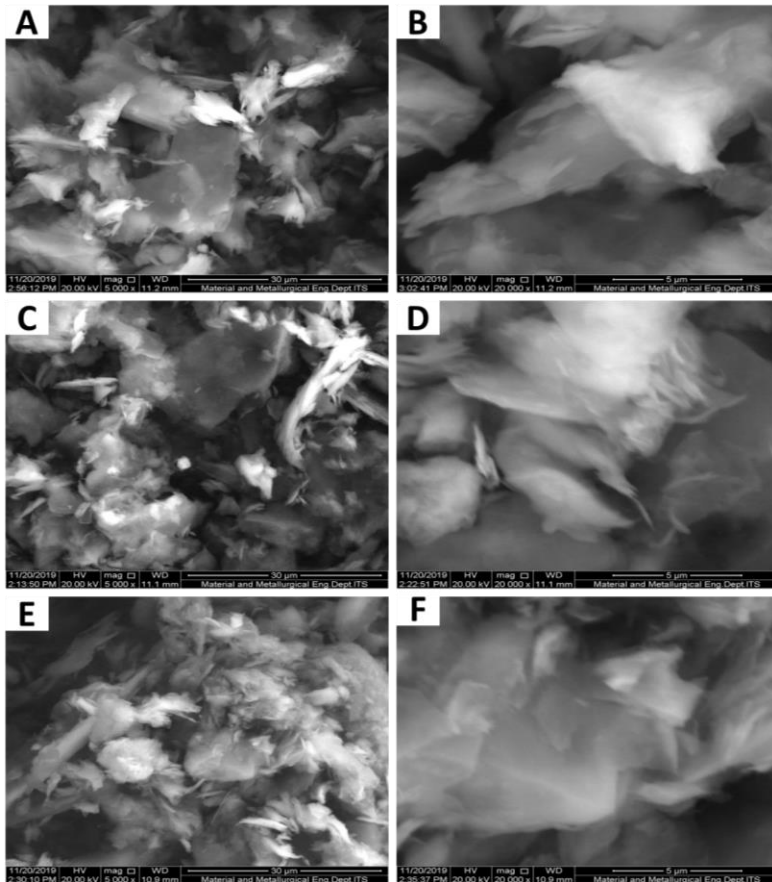
4.3 Hasil Pengujian *Scanning Elektron Microscopy* (SEM)

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dari grafit, *expanded graphite*, *graphene*, *nickel foam*, dan elektroda superkapasitor. Pada Gambar 4.7, menunjukkan morfologi grafit sebagai *raw material* memiliki morfologi yang berbentuk *flake* (serpihan), kecil, menyebar, tidak beraturan dan terlihat tebal dan keras pada permukaannya.



Gambar 4.7 Hasil SEM dari Grafit dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 20.000x

Kemudian grafit mengalami proses ekspansi menjadi *expanded graphite* (EG) yang ditunjukkan pada Gambar 4.8, terlihat terjadi perubahan dari yang mulanya ketebalan grafit tidak teratur dan tebal serta keras berubah menjadi *expanded graphite* (EG) yang lebih tipis, transparent dan kecil daripada grafit dan tampak halus pada ujung-ujungnya, serta memiliki jarak jarak antar lapisan yang tidak terlalu berhimpit atau padat. Bentuk EG ini merupakan hasil dari proses interkalasi dan *thermal shock*. Dengan dilakukannya *thermal shock* membuat asam tartarat yang telah terinterkalasi akan terdekomposisi menjadi gas dan mendorong lapisan-lapisan pada grafit menjadi lebih lebar hingga bahkan terdapat beberapa grafit yang telah pecah dengan ukuran yang lebih kecil.



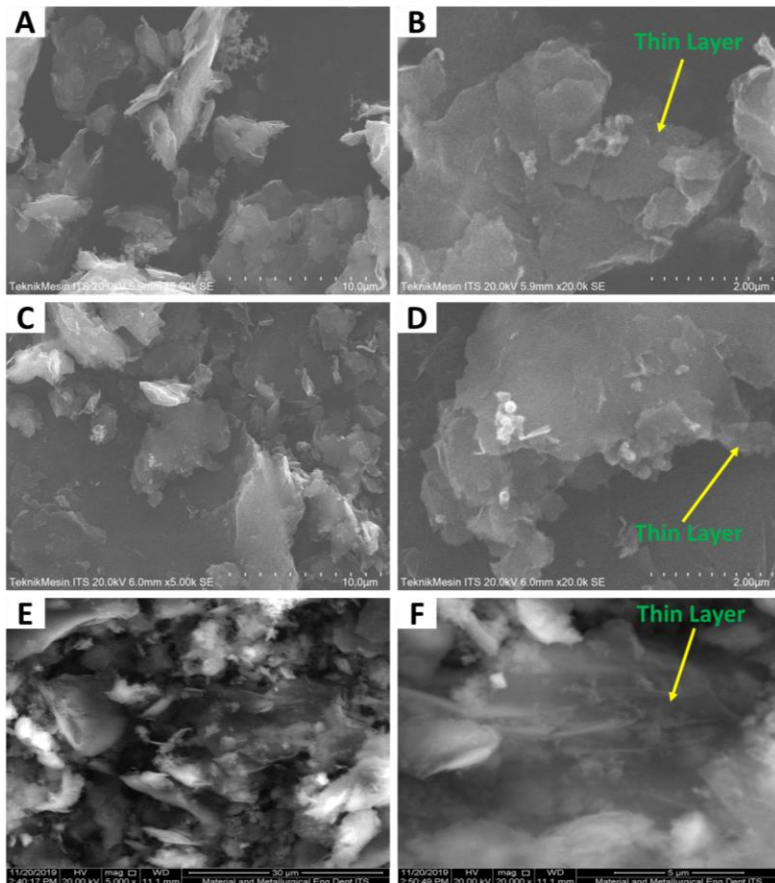
Gambar 4.8 Hasil pengujian SEM dari sampel *expanded graphite* dengan variasi temperature *thermal shock* 600°C dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 20,000x; 700°C dengan perbesaran (b) 5000x dan (c) 20,000x dan 800°C dengan perbesaran (e) 5000x dan (f) 20,000x.

Perbedaan morfologi permukaan yang terjadi pada *expanded graphite* disebabkan oleh perbedaan temperature *thermal shock* yang diberikan. Pada perbesaran 5000x, terlihat bahwa EG dengan

temperature *thermal shock* 600°C memiliki lembaran-lembaran yang cukup besar, sedangkan temperature *thermal shock* 800°C memiliki lembaran-lembaran yang terlihat lebih kecil. Pada perbesaran 20.000x, EG dengan temperature *thermal shock* 600°C memiliki morfologi lembaran yang lebih tebal dibandingkan dengan yang lain, sedangkan pada temperature *thermal shock* 800°C memiliki morfologi permukaan yang lebih tipis dibandingkan dengan EG dengan temperature *thermal shock* 700°C.

Expanded Graphite kemudian mengalami proses pengelupasan lebih lanjut menjadi *graphene* menggunakan metode microwave-assisted solvothermal untuk mengelupas lapisan *graphene* pada EG.

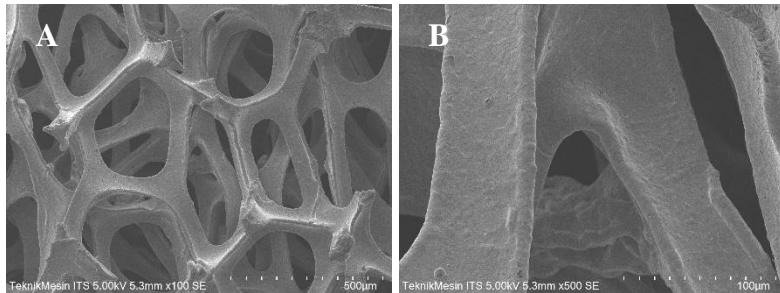
Dapat dilihat bahwa dari ketiga sampel tersebut, telah mengalami penipisan dan semakin halus permukaannya. Hal tersebut dikarenakan proses eksfoliasi yang terjadi telah berhasil dilakukan oleh methanol yang digunakan sebagai bahan pelarut. Namun terdapat perbedaan yang cukup jelas terlihat. Perbedaan morfologi permukaan yang terjadi pada *graphene* disebabkan oleh perbedaan material EG yang digunakan. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 pada perbesaran 5000x dan 20.000x terlihat bahwa ketiganya memiliki beberapa perbedaan. Namun, jika diamati lebih dalam pada perbesaran 20.000x, pada Gambar 4.9B *graphene* dengan temperatur *thermal shock* 600°C memiliki morfologi permukaan yang cukup kasar dan lembaran *graphene* yang lebih tebal dibandingkan dengan yang lain. Pada Gambar 4.9D, *graphene* dengan temperatur *thermal shock* 700°C memiliki morfologi permukaan yang cukup halus serta tipis dibandingkan dengan temperatur *thermal Shock* 600°C. Sedangkan pada Gambar 4.9F, *graphene* dengan temperatur *thermal shock* 800°C memiliki morfologi permukaan yang paling halus dan tipis dibandingkan *graphene* dengan temperatur *thermal shock* 600°C dan 700°C.



Gambar 4.9 Hasil pengujian SEM dari sampel *graphene* dengan variasi temperatur *thermal shock* 600°C dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 20,000x; 700°C dengan perbesaran (b) 5000x dan (c) 20,000x dan 800°C dengan perbesaran (e) 5000x dan (f) 20,000x.

Hal ini berkaitan dengan jarak antar layer dimana d_{spacing} yang paling kecil adalah *graphene* dengan temperatur *thermal shock* 600°C serta yang paling besar adalah *graphene* dengan temperatur

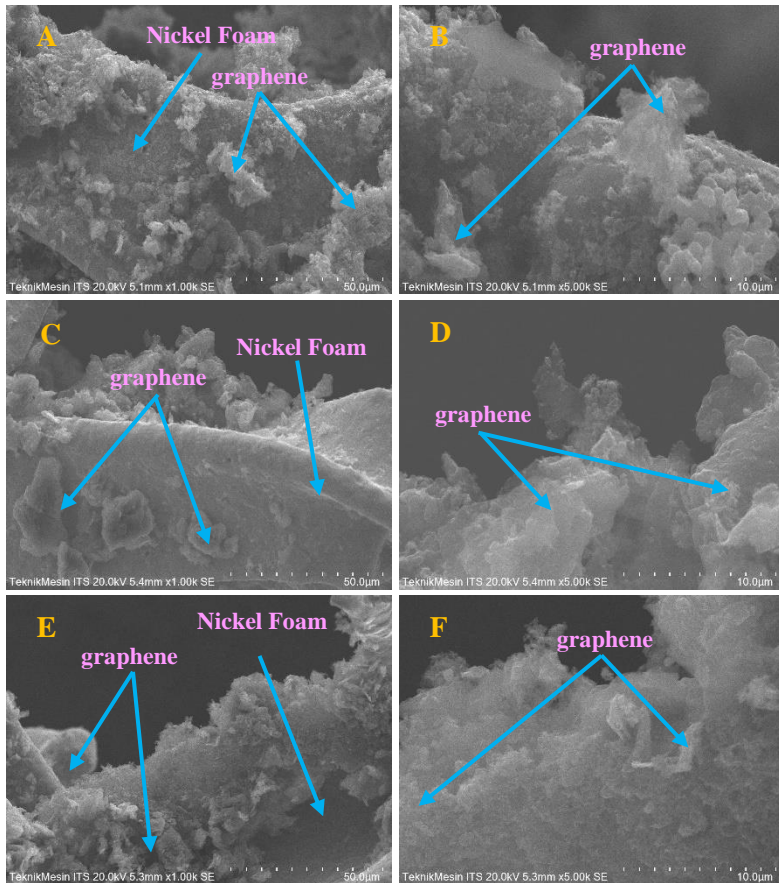
thermal shock 800°C. Karena hal tersebut maka semakin kecil jarak antar layer maka morfologi *graphene* akan terlihat lebih halus serta transparan. Lapisan-lapisan *graphene* yang tipis dan transparan ditunjukkan oleh panah-panah di dalam gambar.



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, 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 menunjukkan morfologi permukaan dari *nickel foam* yang didepositkan serbuk *graphene* melalui proses ultrasonikasi dan pengeringan kemudian dilakukan proses kompresi agar *graphene* lebih terdeposit ke dalam *nickel foam*. Terlihat bahwa ketiga sampel menunjukkan morfologi yang sama, serbuk *graphene* seluruhnya terdeposit secara merata serta menutupi permukaan *nickel foam*.



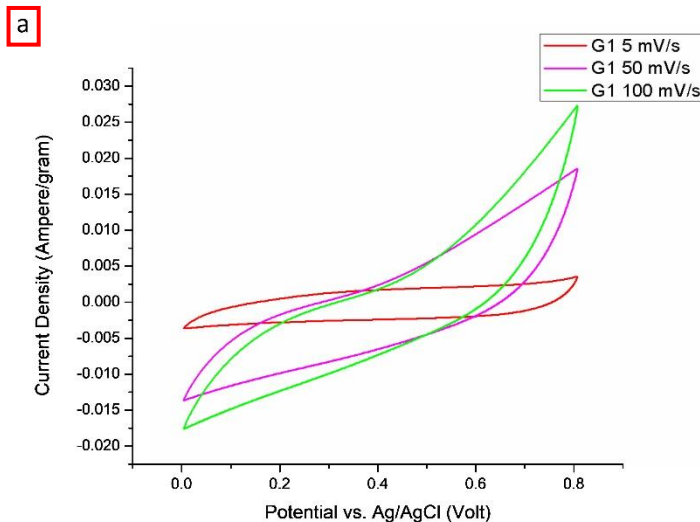
Gambar 4.11 Hasil pengujian SEM dari sampel elektroda *nickel foam-graphene* dengan variasi temperature *thermal shock* 600°C dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 20,000x; 700°C dengan perbesaran (b) 5000x dan (c) 20,000x dan 800°C dengan perbesaran (e) 5000x dan (f) 20,000x.

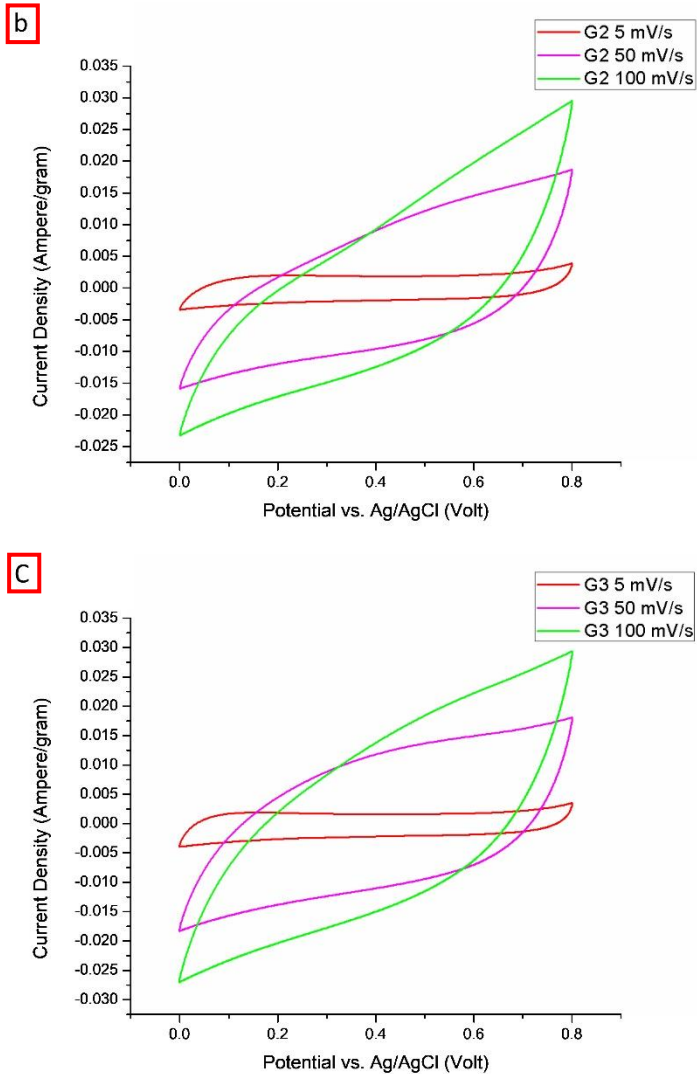
4.4 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengujian *Cyclic Voltammetry* digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda yang terbuat dari material

graphene. Pengujian yang dilakukan dengan mendepositkan *graphene* ke dalam *Nickel Foam* yang bertindak sebagai *current collector*. Pengujian dilakukan dalam larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M dengan 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* dimana elektroda referensi menggunakan Ag/AgCl dan *counter electrode* menggunakan grafit.

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





Gambar 4.12 Perbandingan Hasil Uji CV Elektroda *graphene* dengan Variasi Temperatur *Thermal Shock* 600 °C, 700 °C, dan 800 °C

Tabel 4.4 Hasil Pengujian CV Elektroda *Nickel Foam-Graphene*

Sampel	S. R (V/s) (y)	Area I vs E ($\int i dV$)	Cs (F/g)	Specific Energy Density (Wh/Kg)	Specific Power Density (W/Kg)
G1	0.005	0.0026688	111.240	9.88444	222.40000
	0.05	0.0073333	48.268	4.28848	964.90789
	0.1	0.0073908	25.675	2.28111	1026.50000
G2	0.005	0.0028952	124.848	11.09272	249.58621
	0.05	0.012026	51.859	4.60766	1036.72414
	0.1	0.014249	30.732	2.72969	1228.36207
G3	0.005	0.0030586	141.659	12.58683	283.20370
	0.05	0.014414	66.763	5.93169	1334.62963
	0.1	0.017993	41.670	3.70226	1666.01852

scan rate, mengindikasikan meningkatnya internal resistance pada elektroda tersebut (Cao, et al., 2011).

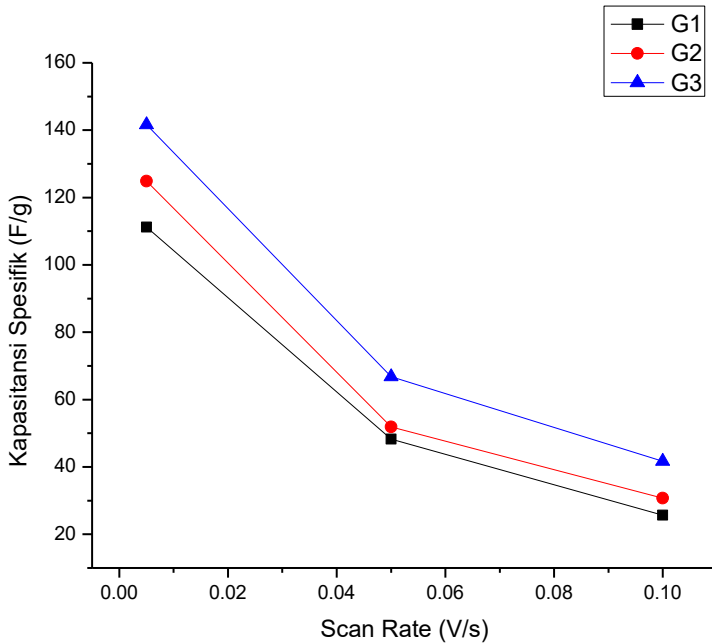
Berdasarkan Tabel 4.4, nilai kapasitansi dari yang terbesar menuju terkecil berturut-turut adalah saat temperature *thermal shock* 800°C dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 141,659 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s, temperature *thermal shock* 700°C dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 124,848 F/g pada *scan rate* 0,005 V/s, dan nilai kapasitansi terkecil adalah saat temperature *thermal shock* 600°C dengan nilai kapasitansi spesifik sebesar 111,240 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, Devireddy, & Veeredhi, 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.

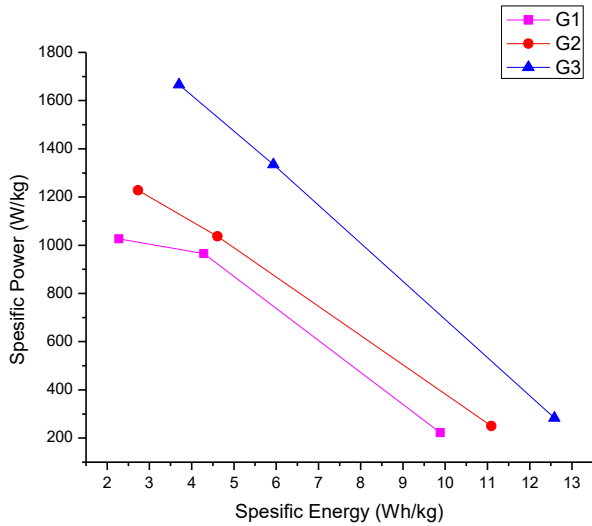
Pemakaian *scan rate* yang berbeda-beda bertujuan untuk mengetahui pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi spesifik serta bentuk kurva CV yang didapatkan. *Scan rate* sangat mempengaruhi bentuk kurva dan nilai kapasitansi spesifik. Nilai kapasitansi spesifik meningkat seiring dengan penurunan *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 (Daraghmeh, 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.

Pada Hasil pengujian CV untuk graphene dengan temperature 600°C didapatkan hasil yang paling resistif dibandingkan dengan hasil graphene pada temperature 700°C dan 800°C. Hal ini terjadi karena reaksi reduksi yang tidak sempurna akibat dari proses ekspansi yang tidak maksimal, sehingga menyebabkan masih banyaknya kandungan gugus oksigen yang merupakan pengotor pada graphene (Xu, et al., 2011). Hal ini juga dijelaskan oleh Xu, et al., (2015) bahwa internal resistance meningkat karena terjadi hambatan pada saat proses *charging*. Hambatan ini bisa terjadi dikarenakan lapisan graphene yang terlalu tebal, permukaan aktif yang terbatas, serta adanya pengotor pada graphene.

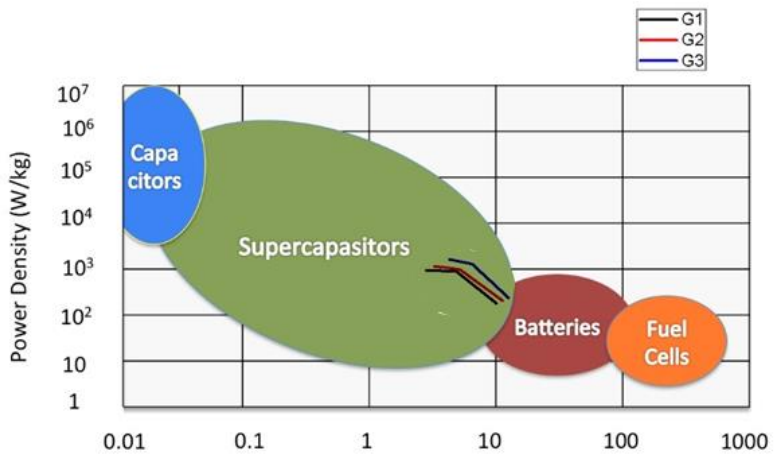


Gambar 4.13 Pengaruh *Scan Rate* terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Uji

Selain perhitungan kapasitansi spesifik kita juga dapat menentukan *specific energy* dan *specific power* dimana perbandingan hasil keduanya dapat dilihat pada Gambar 4.14. 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 Temperatur *thermal Shock*

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pada temperature *thermal shock* dengan variasi temperature 600 °C, 700 °C dan 800 °C, ketiganya menunjukkan adanya perbedaan struktur dan morfologi pada pengujian XRD dan SEM. Semakin meningkatnya temperature *thermal shock* menyebabkan intensitas peak pada XRD akan semakin menurun, menghasilkan struktur yang cenderung lebih amorfus dan morfologi yang ditunjukkan semakin tipis.
2. Pada variasi temperature *thermal shock* 600°C, 700°C dan 800°C mempengaruhi nilai kapasitansi spesifik dari *graphene*. Semakin tinggi temperature *thermal shock* maka nilai kapasitansi nya juga semakin meningkat. Kapasitansi spesifik maksimal diperoleh pada temperature *thermal shock* 800°C sebesar 141,659 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.
3. Melakukan Pengujian *Thermogravimetric Analysis* (TGA) / *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) untuk melihat karakteristik pengaruh temperature pada EG

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, W. R., Zoofakar, A. S., Mamat, M. H., & Khusaimi, Z. 2016. "A review on hematite α -Fe₂O₃ focusing on nanostructures, synthesis methods and applications." **2016 IEEE Student Conference on Research and Development (SCORED)**. Selangor: Universiti Teknologi MARA.
- Al-Hazmi, F. S., Al-Harbi, G. H., Beall, G. W., Al-Ghamdi, A., Obaid, A., & Mahmoud, W. E. 2015. "Synthesis and structure of high quality graphene prepared via solvothermal exfoliation of intercalated graphite flakes." **Superlattices and Microstructures**, 86, 270–274. doi:10.1016/j.spmi.2015.07.067
- 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.
- An, Y., Fei, H., Zeng, G., Ci, L., Xi, B., Xiong, S., & Feng, J. 2018. "Commercial expanded graphite as a low-cost, long-cycling life anode for potassium-ion batteries with conventional carbonate electrolyte." **Journal of Power Sources**, 66-72.
- Andrameda, Y. A., Susanti, D., & Nurdiansah, H. 2018. "Analisa Pengaruh Doping Boron Terhadap Sifat Kapasitif Material Graphene untuk Aplikasi Superkapasitor." **Jurnal Teknik ITS**, 7(1), 2337-3520.
- Bazylewski, P., & Fanchini, G. 2019. **Comprehensive Nanoscience and Nanotechnology (Second Edition)**. Academic Press.
- Berutu, W. V., Susanti, D., & Purwaningsih, H. 2016. "Analisis Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Grafena." **Jurnal Teknik ITS**, 8(2), 2340-3550.

-
- Bhoi, N. K., Singh, H., Pratap, S., & Jain, P. K. 2019. "Microwave material processing: a clean, green, and sustainable approach." Dalam K. Kumar, D. Zindani, & P. Davim (Penyunt.), **Sustainable Engineering Products and Manufacturing Technologies** (hal. 3-23). New York: Academic Press.
- Borah, M., & Bhakate, S. 2016. **Expanded Graphite Composite Based Bipolar Plate for PEM Fuel Cell: Development of Low Density and Low Cost Composite Bipolar Plate for Proton Exchange Membrane Fuel Cell**. India: LAP Lambert Academic Publishing.
- 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. K., & Das, M. K. 2017. "Structural, optical and electrical characteristics of graphene nanosheets synthesized from microwave-assisted exfoliated graphite." **Journal of Applied Physics**, 122(18).
- Chang, L., & Hu, Y. H. 2018. "Supercapacitors." Dalam I. Dincer (Penyunt.), **Comprehensive Energy Systems** (Vol. Energy Materials, hal. 663-695). London: Elsevier Inc.
- Clark, S., Jen, K.-J., Chen, J. Y., & Yoo, C.-S. 2013. "Few-layer graphene under high pressure: Raman and X-ray diffraction studies." **Solid State Communications**, 154, 15-18.
- Cronin, J., Kinsler, R., & Allen, J. 2016. "Testing of armor systems." Dalam A. Bhatnagar (Penyunt.), **Lightweight Ballistic Composites (Second Edition)** (2nd ed., hal. 311-326). Cambridge: Woodhead Publishing.
- Daraghmeh, 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**, 12(1).
-

-
- Diah Ayu Safitri, D. S. 2019. “Analisis Pengaruh Doping Nitrogen Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene.” **Jurnal Teknik ITS**.
- Epp, J. 2016. “X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization.” Dalam G. Hübschen, I. Altpeter, R. Tschuncky, & H.-G. Herrmann (Penyunt.), **Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods** (hal. 81-124). London: Woodhead Publishing.
- Feng, S.-H. L.-H. 2017. “Hydrothermal and Solvothermal Syntheses.” Dalam R. Xu, & Y. Xu (Penyunt.), **Modern Inorganic Synthetic Chemistry** (2nd ed., hal. 73-104). Amsterdam: Elsevier.
- Geim A. K., N. K. 2007. “The rise of graphene.” **Nature Materials**, 6, 183–191.
- Gulnura, N. 2018. “Preparation of Expanded Graphite Using a Thermal Method.” **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**.
- Halkman, H. B., Yucel, P. K., & Halkman, A. K. 2004. “Non-Thermal Processing | Microwave.” Dalam C. A. Batt, & M. L. Tortorello (Penyunt.), **Encyclopedia of Food Microbiology** (2nd ed., hal. 962-965). new York: Academic Press. doi:10.1016/B978-0-12-384730-0.00400-6
- Halper, M. S., & Ellenbogen, J. C. 2006. **Supercapacitors: A Brief Overview**. McLean: MITRE.
- Henson, W. 2008. “Optimal battery/ultracapacitor storage combination.” **Journal of Power Sources**, 179(1), 417-423.
- 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. “X-ray diffraction for characterizing.” Dalam K. Barmak, & K. Coffey
-

- (Penyunt.), **Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications** (hal. 3-38). London: Woodhead Publishing.
- Ingham, B., & Toney, M. F. 2014. "X-ray diffraction for characterizing metallic films." Dalam K. Barmak, & K. Coffey (Penyunt.), **Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications** (hal. 3-38). London: Woodhead Publishing.
- International Enterprise Center. (2002). **CorrTest Instrument**. Wuhan.
- Jin, H., Zhou, K., Ji, Z., Tian, X., Chen, Y., Lu, L., & Hou, S. 2019. "Comparative tribological behavior of friction composites containing natural graphite and expanded graphite." **Friction**.
- Junaidi, M., & Susanti, D. 2014. "Pengaruh Variasi Waktu Ultrasonikasi dan Waktu Tahan Hydrothermal terhadap Struktur dan Konduktivitas Listrik Material Graphene." **Jurnal Teknik Pomits**, 3(1), F13-F18.
- Kakaei, K., Esrafil, M. D., & Ehsani, A. 2019. "Graphene-Based Electrochemical Supercapacitors." Dalam **Interface Science and Technologies** (hal. 339-386). doi:10.1016/B978-0-12-814523-4.00009-5
- Kötz, R., & Carlen, M. 2000. "Principles and Applications of Electrochemical Capacitors." *Electrochimica Acta*, 45(15-16), 2483-2498. doi:10.1016/S0013-4686(00)00354-6
- Libich, J., Máca, J., Vondrák, J., Čech, O., & Sedlaříková, M. 2018, June. "Supercapacitors: Properties and applications." **Journal of Storage Energy**, 17, 224-227. doi:10.1016/j.est.2018.03.012
- Liu, R., Lee, S. B., & Cho, S. I. 2008. Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) nanotubes as electrode materials for a high-powered supercapacitor." **Nanotechnology**, 19(21), 215710.

-
- 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
- Makotchenko, V. G., Grayfer, E. D., Nazarov, A. S., Kim, S.-J., & Fedorov, V. E. 2011. "The synthesis and properties of highly exfoliated graphites from fluorinated graphite intercalation compounds." **Carbon**, 49, 3233–3241.
- Mokhena, T. C., Mochane, M. J., Sefadi, J. S., Motloung, S. V., & Andala, D. M. 2018. "Thermal Conductivity of Graphite-Based Polymer Composites." **Impact of Thermal Conductivity on Energy Technologies**, 181-197.
- Munmaya M. 2018. **Encyclopedia of Polymer Applications**. United State: CRC Press.
- Murata America Co. Ltd. 2013. **High Performance Electrical Double-Layer Capacitors** (DMF & DMT Series ed.). Smyrna: Murata Electronics.
- Nugraha, W. T., & Susanti, D. 2015. "Analisis Pengaruh Susunan Komposit Laminat Graphene-TiO₂ sebagai Lapisan Semikonduktor Terhadap Unjuk Kerja Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)." **Jurnal Teknik ITS**, 4(1), 2337-3539. doi:10.12962/j.23373539.v4i1.8713
- Oghbaei, M., & Mirzaee, O. 2010. "Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications." **Journal of Alloys and Compounds**, 494(1-2), 175-189. doi:10.1016/j.jallcom.2010.01.068
- Pandolfo, T., Ruiz, V., Sivakkumar, S., & Nerkar, J. 2013. "General Properties of Electrochemical Capacitors." Dalam F. Beguin, & E. Frackowiak (Penyunt.), **Supercapacitors: Materials, Systems, and Applications** (hal. 69-109). Weinheim, German: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. doi:10.1002/9783527646661
-

-
- Parvez, K. 2019. "Two-Dimensional Nanomaterials: Crystal Structure and Synthesis." Dalam M. Nurunnabi, & J. McCarthy (Penyunt.), **Biomedical Applications of Graphene and 2D Nanomaterials** (hal. 1-26). Amsterdam: Elsevier.
- Peng, H. 2015. **Fiber-Shaped Energy Storage and Storage Devices**. (D. J. Lockwood, Penyunt.) London: Springer.
- 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**, 444, 800-810.
- Ramadhan, D. A., Kurniawan, C., & Mahatmanti, F. W. 2019. "Pengelupasan Lapisan Grafit secara Elektrokimia dalam Suasana Asam." **Indonesian Journal of Chemical Science**.
- Rao, C., Thomas, P. J., & Kulkarni, G. 2007. **Nanocrystals:: Synthesis, Properties and Applications** (Vol. Springer Series in Materials Science). Berlin, German: Springer Science & Business Media.
- Saba, N., Alothman, O. Y., Almutairi, Z., Jawaid, M., & Asad, M. 2019. **In Micro and Nano Technologies, Graphene-Based Nanotechnologies for Energy and Environmental Applications**. New York: Elsevier.
- Seekaew Y., A. O. 2019. **Carbon-Based Nanofillers and Their Rubber Nanocomposites**. Elsevier.
- 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
- Suwandana, R. F., & Susanti, D. 2015. "Analisis Pengaruh Massa Reduktor Zinc Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene." **Jurnal Teknik ITS**, 4(1), F95-F100. doi: 10.12962/j23373539.v4i1.8723
- Trivedi, S., Lobo, K., & Matte, H. R. 2019. **In Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials**,
-

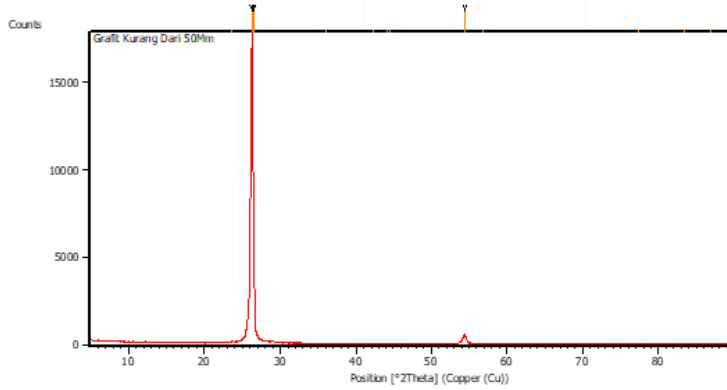
-
- Fundamentals and Sensing Applications of 2D Materials.** Woodhead Publishing.
- Vaughan, S., & Vaughan, W. 2009. "FTIR Analytical Systems: Part II – Experimental Design." **Gases and International Instrumentation.**
- Wang, Y., Huang, Y., Shi, Z., Ma, Y., Wang, C., Chen, M.-M., & Chen, Y. 2009. "Supercapacitor Devices Based on Graphene Materials." **The Journal of Physical Chemistry C**, 113(30). doi:10.1021/jp902214f
- Warner J. H., S. F. 2012. **Graphene: Fundamentals and emergent applications** (1st ed.). British: Newnes.
- Xu, B., Yue, S., Sui, Z., Yang, Y., Zhang, X., & Hou, S. 2011. "What is the choice for supercapacitors: Graphene or graphene oxide." **Energy & Environmental Science**, 4(8), 2826-2830.
- Xu, R., Wei, J., Guo, F., Cui, X., Zhang, T., Zhu, H., & Wu, D. 2015. "Highly conductive, twistable and bendable polypyrrole-carbon nanotube fiber for efficient supercapacitor electrodes." **RSC Advances**, 5(28), 22015-22021.
- Yakovlev, A. V., Finaenov, A. I., Zabud'kov, S. L., & Yakovleva, E. V. 2010. "Thermally expanded graphite: Synthesis, properties, and prospects for use." **Russian Journal of Applied Chemistry**, 79(11), 1741-1751.
- Yang, H., Lu, W., White, M. H., & Rajan, S. 2013. **Graphene-based Supercapacitors for Energy Storage Applications.** Columbus: The Ohio State University.
- Young-Shin, K., & Won-Chun, O. 2015. "Some Useful Application of Expanded Graphite : Review." **Journal of Multifunctional Materials & Photoscience**, 85-96.
- Yuea, X., Lic, L., Zhanga, R., & Zhanga, F. 2009. "Effect of expansion temperature of expandable graphite on microstructure evolution of expanded graphite during high-energy ball-milling." **Materials Characterization**, 60, 1541-1544.
-

-
- Yusuf M., K. M. 2019. “A review on exfoliation, characterization, environmental and energy applications of graphene and graphene-based composites.” **Advances in Colloid and Interface Science**.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.102036>
- Zhang, H.-B., Zheng, W.-G., Yan, Q., Yang, Y., Wang, J.-W., Lu, Z.-H., Yu, Z.-Z. 2010. “Electrically conductive polyethylene terephthalate/graphene nanocomposites prepared by melt compounding.” **Polymer**, 51(5), 1191-1196. doi:10.1016/j.polymer.2010.01.027.
- Zhu, H. 2017. **Graphene: Fabrication, Characterizations, Properties and Applications** (1st ed.). New York: Academi Press.
- Zobir Z. A. M., R. S. 2019. **In Micro and Nano Technologies, Synthesis, Technology and Applications of Carbon Nanomaterials**. Elsevier.

LAMPIRAN

Lampiran 1: Hasil Pengujian XRD

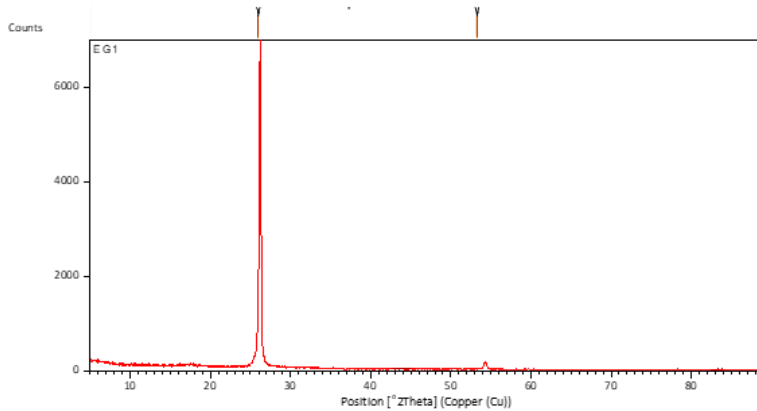
a) Grafit



Peak List:

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

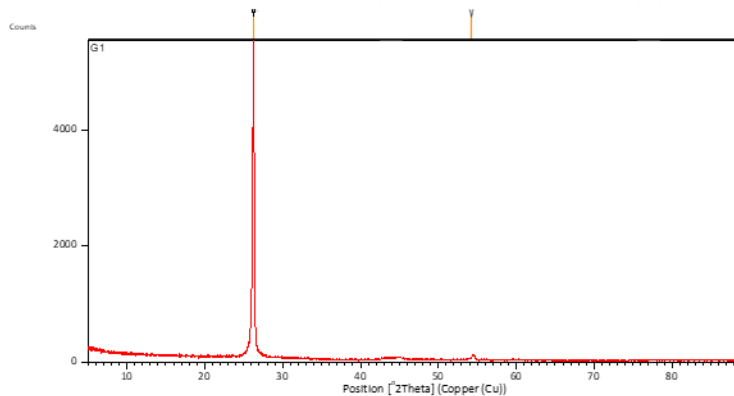
b) Expanded Graphite – Temperature 600°C



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2747	6941.13	0.2175	3.39192	100.00
54.3471	148.23	0.1673	1.68811	2.14

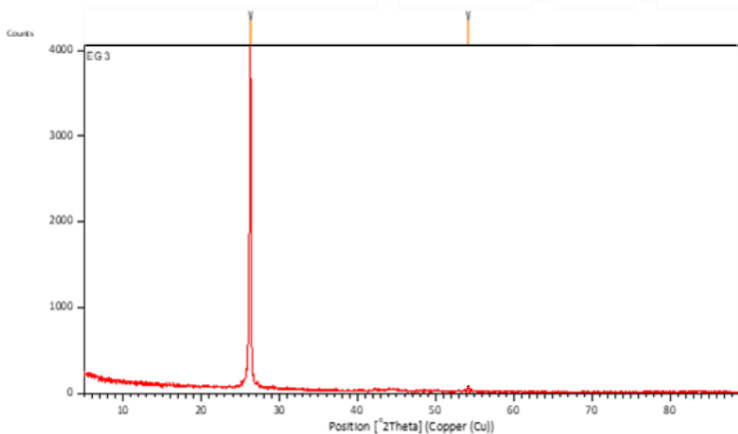
c) Expanded Graphite – Temperature 700°C



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
26.2528	5550.32	0.1673	3.39470	100.00
54.4112	122.47	0.3264	1.68487	2.21

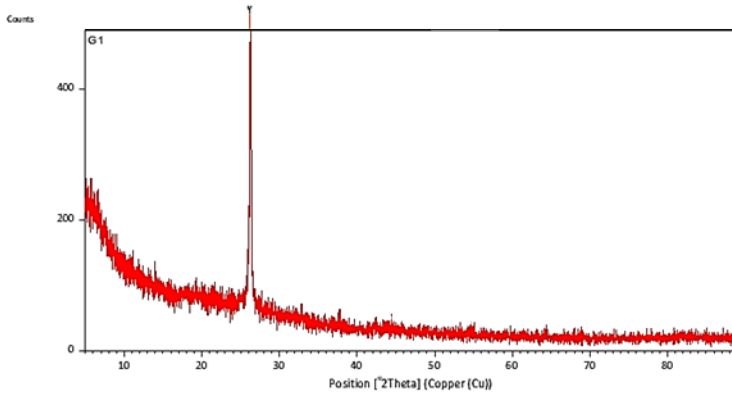
d) Expanded Graphite – Temperature 800 $^{\circ}\text{C}$



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
26.2239	3957.14	0.2007	3.39838	100.00
54.3730	66.96	0.2342	1.68737	1.69

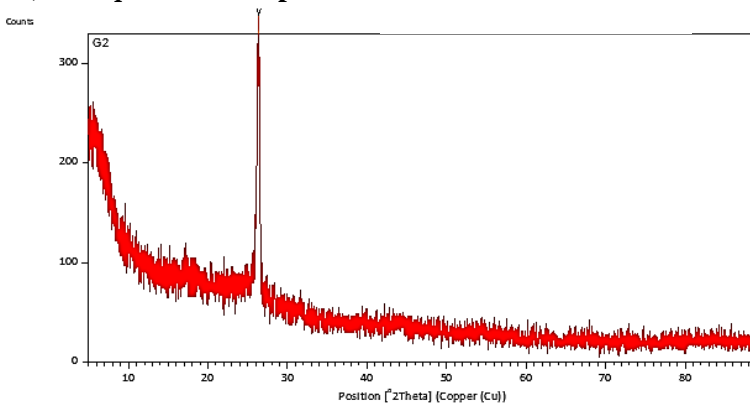
e) *Graphene* – Temperature 600°C



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2879	489.48	0.1338	3.38744	100.00

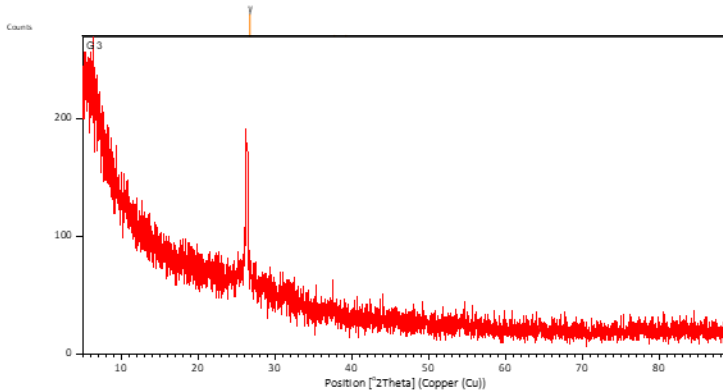
f) *Graphene* – Temperature 700°C



Peak List:

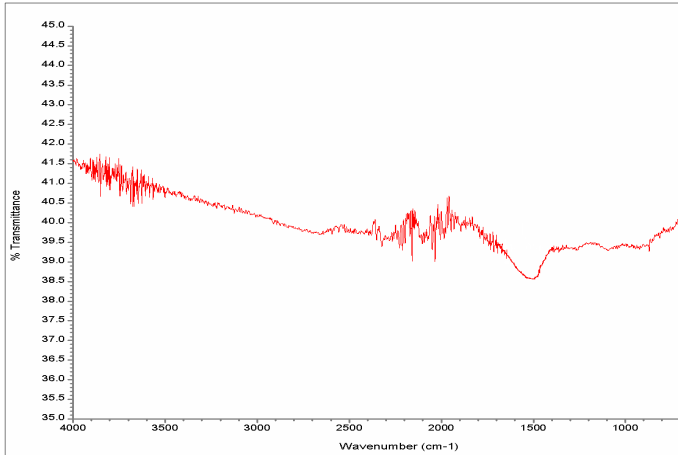
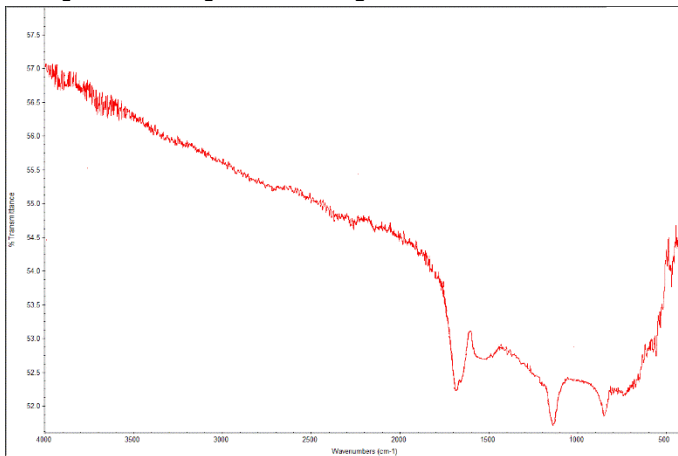
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.3419	291.27	0.1632	3.38343	100.00

g) Graphene – Temperature 800°C

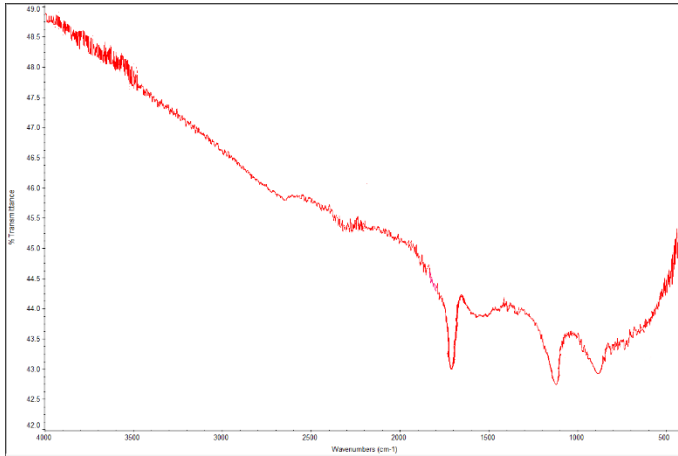


Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.3554	180.32	0.2002	3.38171	100.00

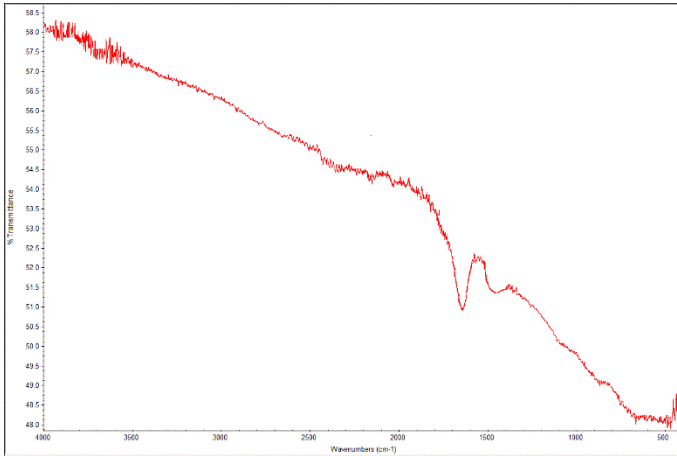
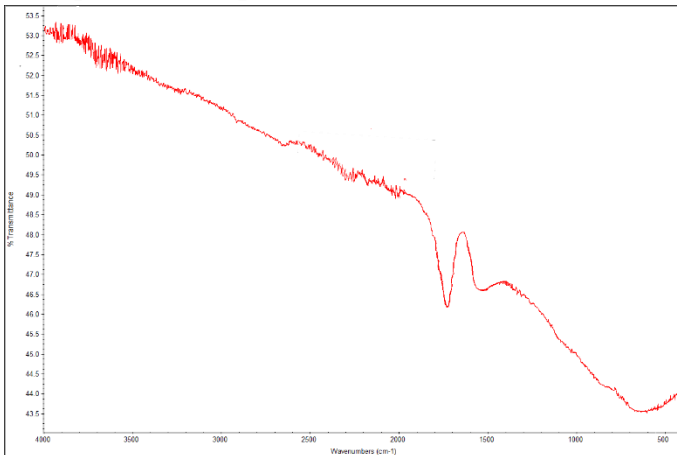
Lampiran 2: Hasil Pengujian FTIR**a) Grafit****b) Expanded Graphite – Temperature 600°C**

c) *Expanded Graphite* – Temperature 700°C



d) *Expanded Graphite* – Temperature 800°C



e) Graphene – Temperature 600°C**f) Graphene – Temperature 700°C**

g) Graphene – Temperature 800°C



Lampiran 3: Hasil Pengujian CV

Sampel	Massa Deposit (gram) (w)	Potential Window (V) (ΔV)	Scan Rate (V/s) (y)	Cycle	Area I vs E (JidV)	C (Farad) from Corrttest	Cs (F/g)	Specific Energy Density (Wh/Kg)	Specific Power Density (W/Kg)
G1	0.0038	0.8	0.005	5	0.00267	0.334	111.240	9.884	222.400
	0.0038	0.8	0.05	5	0.00733	0.092	48.268	4.288	964.908
	0.0038	0.8	0.1	5	0.00739	0.046	25.675	2.281	1026.500
G2	0.0041	0.8	0.005	5	0.00290	0.362	124.848	11.093	249.586
	0.0041	0.8	0.05	5	0.01203	0.150	51.859	4.608	1036.724
	0.0041	0.8	0.1	5	0.01425	0.089	30.732	2.730	1228.362
G3	0.0040	0.8	0.005	5	0.00306	0.382	141.659	12.587	283.204
	0.0040	0.8	0.05	5	0.01441	0.180	66.763	5.932	1334.630
	0.0040	0.8	0.1	5	0.01799	0.113	41.670	3.702	1666.019

Lampiran 4: Hasil Pengujian CV

Sampel	Massa Grafit (mg)	Massa Expanded Graphite (mg)	Mass Loss	Massa Graphene (mg)	Mass Loss	Massa Graphene untuk Pembuatan Elektroda (mg)
G1	500	493.3	1.340%	491.8	0.304%	30
G2t	500	490.8	1.840%	487.9	0.591%	30
G3	500	488.6	2.280%	485.3	0.675%	30

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis sehingga Tugas Akhir dan studi dapat diselesaikan. Oleh sebab itu, ijin 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. Seluruh Dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
3. Seluruh Karyawan Departemen Teknik Material
4. 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.
5. Kepada penghuni kamar No. 344 kos cendrawasih yang telah menyediakan kamarnya sebagai tempat beristirahat, nongkrong, dan curhat.
6. 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.
7. Seluruh teman-teman yang mengerjakan TA semester ganjil 2019/2020 yang telah menemani dan menghibur selama pengerjaan Tugas Akhir.
8. Seluruh teman-teman MT 18 yang saya banggakan.
9. Departemen KWU HMMT FTI-ITS dalam 2 periode yang memberikan banyak pelajaran tentang hidup dan memberikan warna di tahun kedua perkuliahan.
10. Serta seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Laras Refsita Dewanti dilahirkan dari pasangan Bonie Heru Subagio dan Soelawati di Kota Surabaya pada 20 Oktober 1998. Penulis merupakan anak pertama dari 2 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN Lakarsantri II Surabaya, SMPN 16 Surabaya, dan SMAN 2 Surabaya. 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 mengikuti kegiatan di UKS KSR (Korsp Sukarelawan) ITS selama 2 tahun. Penulis juga sempat menjadi staff divisi *Public Relation* pada acara PEKSIMITS (Pekan Seni Mahasiswa ITS) tahun 2018. Penulis juga aktif di beberapa organisasi kemahasiswaan seperti HMMT FTI-ITS sebagai staff BSO Kewirausahaan (2017/2018), dan sebagai fungsionaris BSO Kewirausahaan (2018/2019) yaitu sebagai bendahara umum. Penulis melaksanakan kerja praktik di PT. Insastama Pare. Penulis mengakhiri studi S1-nya dengan mengambil bidang Material Inovatif khususnya material terbaru yaitu *graphene*. Penulis dapat dihubungi melalui alamat e-mail dan telepon: Laras.rd03@gmail.com dan 085731157469