

PENGARUH VARIASI ZN DAN TEMPERATUR
HYDROTHERMAL TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT
ELEKTRIK MATERIAL *GRAPHENE*

TUGAS AKHIR

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

Oleh:

MUHAMMAD RIZKI ILHAMI
2710 100 056

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir:

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. (Pembimbing)



Pengaruh Massa Zn dan Temperatur *Hydrothermal* terhadap struktur dan Sifat elektrik material *Graphene*

Nama : Muhammad Rizki Ilhami
NRP : 2710100056
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Abstrak

Kemajuan teknologi saat ini sangat berkembang dengan pesat di berbagai bidang. Akan tetapi, seiring dengan berkembangnya teknologi yang pesat, dibutuhkan suatu material baru yang dapat memenuhi kebutuhan tersebut. Seperti suatu material yang berukuran kecil dan ringan sifat yang baik. Material yang dapat menjawab kebutuhan tersebut adalah *graphene*. Dalam penelitian ini dilakukan sintesa *graphene* dengan menggunakan metode *hydrothermal*. Grafit akan dioksidasi untuk menghasilkan grafit oksida. Grafit oksida akan di ultrasonikasi selama 2 jam untuk membentuk *graphene* oksida. Setelah itu akan direduksi menggunakan serbuk Zn dengan variasi 0,8 gram, 1,6 gram, dan 2,4 gram. Kemudian *graphene* oksida yang telah direduksi dipanaskan dengan menggunakan metode *hydrothermal* dengan variasi temperatur 160°C, 180°C, 200°C agar terbentuk *graphene* murni. Pengujian yang dilakukan pada penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*, *Four Point Probe (FPP)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, dan *Thermo Gravimetric Analysis (TGA)*. Hasil Penilitan didapatkan yaitu semakin meningkatnya penambahan massa Zn sebagai reduktor akan mengakibatkan morfologi permukaan pada *graphene* semakin tipis karena hasil reduksi yang dihasilkan semakin baik. variasi terbaik adalah massa Zn 2.4 gram dan temperatur *hydrothermal* 180°C dengan konduktivitas elektrik terbaik sebesar 0.012526 S/cm.

Keywords: Grafit Oksida, *Graphene* Oksida, *Graphene*, *Hydrothermal*, Konduktivitas Elektrik

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

EFFECT OF ZN MASS AND HYDROTHERMAL TEMPERATURE ON THE STRUCTURE AND ELECTRICAL PROPERTIES OF GRAPHENE MATERIAL

Name : Muhammad Rizki Ilhami
NRP : 2710 100 056
Department : Material and Metalurgical Engineering
Advisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Abstract

Today, technology is growing rapidly in various fields. However, along with the rapid development of technology need a new material that can meet what technology need most. Such a material that is small and light, but with a good electrical, thermal and mechanical properties. That material is graphene. In this research, graphene was synthesis using hydrothermal method and use zinc as a reducing agent. Graphene was synthesized at different temperatures and mass off Zn powder. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed that graphene can be made by hydrothermal process with Zn powder as reducing agent. As increasing temperature the diameter of crystal was decreased. The morphology of the graphene was studied to help understand their electrical properties. A wrinkled and sheet structure of graphene was observed by scanning electron microscope (SEM), which was considered to be favorable for charge transfer. Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR) analysis confirmed that with the reduction process the functional group can be reduced by adding Zn. By adding more Zn powder the functional group was disappear, and its make the elctrical conductivity of graphene increased Four Point Probe test used to measure the electrical conductivity. Graphene can be syntesized by hydrothermal process. And the best variation of mass of Zn and *hydrothermal* temperature is 2.4 grams and 180°C. the highest electrical conductivity is 0.12526 S/m.

Keywords: Grafit Oksida, *Graphene* Oksida, *Graphene*, *Hydrothermal*, Konduktivitas Elektrik

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Grafit.....	5
2.2 Grafit Oksida.....	7
2.3 <i>Graphene</i> Oksida	10
2.4 <i>Graphene</i>	11
2.5 Sifat <i>Graphene</i>	17
2.5.1 Sifat Elektrik	17
2.5.2 Sifat Mekanik.....	18
2.5.3 Sifat Optik	18
2.6 Metode <i>Hydrothermal</i>	20
2.7 Kajian Penelitian Sebelumnya	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
3.1 Bahan	25
3.2 Peralatan.....	25
3.3 Diagram Alir Penelitian	27
3.3.1 Sintesis Grafit Oksida (GO)	27
3.3.2 Sintesis <i>Graphene</i>	28
3.3.3 Pengujian	29
3.4 Metode Penelitian	29
3.4.1 Persiapan Grafit Oksida.....	29
3.4.2 Sintesis <i>Graphene</i>	31
3.5 Pengujian.....	31

3.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM).....	31
3.5.2 Pengujian Fourier Transform Infra Red (FTIR)	33
3.5.3 Pengujian Thermo Gravimetric Analysis (TGA) dan Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	34
3.5.4 X-Ray Diffraction (XRD).....	37
3.5.5 Four Point Probe Test (FPP).....	38
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	41
4.1 Sintesis <i>Graphene Oxide</i>	41
4.2 Sintesis <i>Graphene</i>	43
4.3 Hasil Penelitian	46
4.3.1 Hasil Pengujian XRD (X-Ray Diffraction)	46
4.3.2 Hasil Pengujian Scanning Electron Microscope.....	54
4.3.3 Hasil Pengujian Fourier-Transform Infrared	61
4.3.4 Pengujian Konduktivitas Elektrik.....	64
4.3.5 Pengujian Thermo Gravimetric Analysis (TGA) dan Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	67
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	73
5.1 Kesimpulan	73
5.2 Saran	73
DAFTAR PUSTAKA	xix
LAMPIRAN	74

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisik Grafit	7
Tabel 2.2 Sifat Dari Tembaga, <i>Single Wall Carbon Nanotube</i> , <i>Multi Wall Carbon Nanotube</i> Dan <i>Graphene</i> (Chaudary, 2013)	13
Tabel 2.3 Perbandingan Sifat <i>Graphene</i> Dengan Alotropi Karbon Yang Lain (Avouris, Dkk, 2012)	15
Tabel 2.4 Sifat Optik Dari <i>Graphene Based Thin Films</i>	18
Tabel 4.1 Tabel Hasil <i>d-spacing</i> Yang Dihasilkan Pada Temperatur 180°C Dengan Variasi Massa 0.8 Gram, 1.6 Gram, dan 2.4 Gram.....	48
Tabel 4.2 Tabel Hasil <i>d-spacing</i> Yang Dihasilkan Pada Temperatur 180°C Dengan Variasi Massa 0.8 Gram, 1.6 Gram, Dan 2.4 Gram.....	49
Tabel 4.3 Tabel Hasil <i>d-spacing</i> Yang Dihasilkan pada Temperatur 200°C Dengan Variasi Massa 0.8 Gram, 1.6 Gram, Dan 2.4 Gram.....	51
Tabel 4.4 Hasil Pengujian Konduktivitas Elektrik <i>Graphene</i> Untuk Variasi Massa Zn	63
Tabel 4.5 Hasil Pengujian Konduktivitas Elektrik <i>Graphene</i> Untuk Variasi Temperatur <i>Hydrothermal</i>	65

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

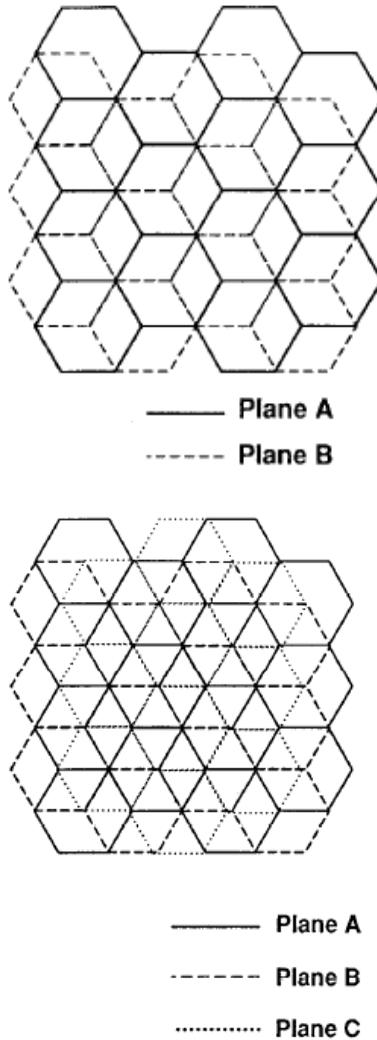
2.1 Grafit

Grafit berasal dari kata Yunani “graphein” yang berarti menulis. Dan memang pada dasarnya grafit digunakan untuk menulis sejak pertama kali pensil mulai diproduksi yaitu sekitar abad ke 15. Grafit merupakan salah satu bentuk allotropi dari karbon dengan konfigurasi elektron sp^2 dengan struktur berupa jaringan planar heksagonal biasanya disebut struktur HCP (Hexagonal Closed Pack). Grafit memiliki sifat fisik diantaranya berwarna hitam, mempunyai masa jenis sebesar $2,26 \text{ g/cm}^3$ pada temperatur 300K tekanan 1 atm, dan beberapa sifat fisik lain seperti yang ditunjukkan oleh tabel 2.1

Pada setiap lapisan, karbon atom berikatan dengan tiga atom lainnya membentuk hexagon yang kontinu yang disebut dengan infinite two-dimensional molecule. Ikatan antar atom adalah ikatan kovalen dan memiliki jarak 0.141 nm dan kekuatan yang tinggi (524 kJ/mol). Jarak antar lapisan sebesar 0.335 nm. Carbon adalah satu-satunya elemen yang memiliki struktur hexagonal berlapis. Pada gambar 2.1, terlihat bahwa Sistem penumpukan antar lapisan grafit dibedakan menjadi dua, yaitu hexagonal dan rhombohedral.

Hexagonal graphite. Adalah urutan tumpukan yang paling umum ditemukan pada grafit dengan sistem penumpukan -ABABAB-. Dengan kata lain atom karbon di setiap lapisan saling melapisi satu dengan yang lainnya.

Rhombohedral graphite adalah jenis struktur grafit yang lainnya yang memiliki sistem penumpukan -ABCABCABC-. Struktur ini memiliki crystal lattice parameters (a_0) = 0.2256 nm dan c_0 = 0.335 nm.



Gambar 2. 1 Struktur Kristal dari *hexagonal graphite* dan *rhomnohedral graphite*. Gambar dilihat tegak lurus dari bidang dasar

tabel 2. 1 Sifat fisik grafit

Sifat fisik dari grafit	
Bentuk kristal	Hexagonal
warna	Hitam
Parameter lattice	$a_0 = 0.246$
	$c_0 = 0.671 \text{ nm}$
Densitas saat temperatur 300K, 1 atm	2.26 g/cm^3
Volume atomik	$5.315 \text{ cm}^3/\text{mol}$
Titik sublimasi saat 1 atm (estimasi)	4000K
Titik didih	4560K
Heat of fusion	46.84 kJ/mol
Pauling electronegativity	2.5
Heat vaporization	716.9 kJ/mol

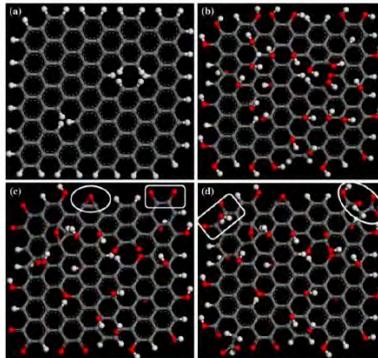
sumber : (Pierson, 1993)

2.2 Grafit Oksida

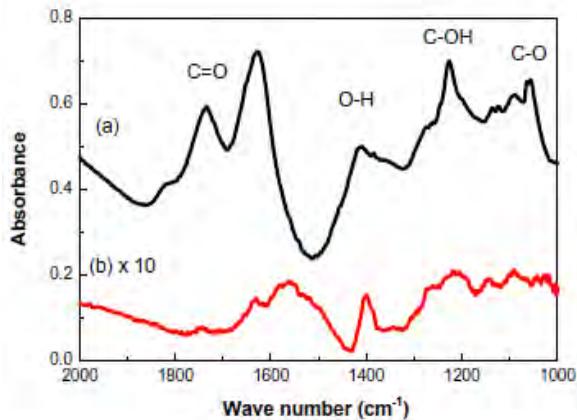
Apabila grafit dioksidasi menggunakan oksidator yang kuat semisal asam klorida atau asam sulfat, grafit akan berubah menjadi grafit oksida. Grafit oksida terdiri dari beberapa lapisan *graphene* oksida yang bersifat hidrofilik. Sampai saat ini telah dilakukan berbagai macam riset untuk menentukan bagaimana struktur kimia dari grafit oksida, akan tetapi hal ini masih menjadi perdebatan pada beberapa literatur. Meskipun demikian pada beberapa literatur, struktur kimia dari grafit oksida dimodelkan dengan menggunakan *solid-state* C NMR spektroskopi. Dari pengamatan tersebut terlihat bahwa grafit oksida memiliki ikatan dengan hidroksil atau berikatan dengan epoksi. Komponen lain yang terdapat dalam grafit oksida ialah karbosiklik atau karbonil dengan jumlah yang relatif sedikit (Sungjin Park, 2009).



Proses oksidasi pada grafit dimulai ketika grafit bereaksi dengan reaktan pada temperatur dibawah 50°C . Grafit akan berubah menjadi *graphite intercalation compound* (GIC) yang membuat grafit lebih mudah untuk dioksidasi. Selama proses oksidasi gugus fenol akan terbentuk pada daerah tepi graphene oxide karena reaksi dengan $\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$. Seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.2. Pada awal proses oksidasi gugus yang terbentuk adalah gugus fenol. Karena adanya proses oksidasi secara terus menerus, pada sisi lain gugus fenol berubah menjadi gugus eter karena kondensasi (gambar 2.2 (c) oval). Pada sisi yang lain, gugus fenol pada tepi yang lain teroksidasi dan berubah menjadi gugus keton (gambar 2.2 (c) kotak). Gugus keton yang terbentuk akan berubah menjadi gugus $-\text{COOH}$ yang kemungkinan merupakan gugus karboksil atau karbonil. Karena adanya efek elektropilik dan mekanisme anionik, gugus COOH akan dengan mudah mengalami dekarboksilasi dan ikatan C-C akan hilang. Jika tiga atom karbon yang berikatan dengan atom hidrogen pada salah satu tepi teroksidasi, maka CH_2 akan terbentuk (gambar 2.2 d oval).

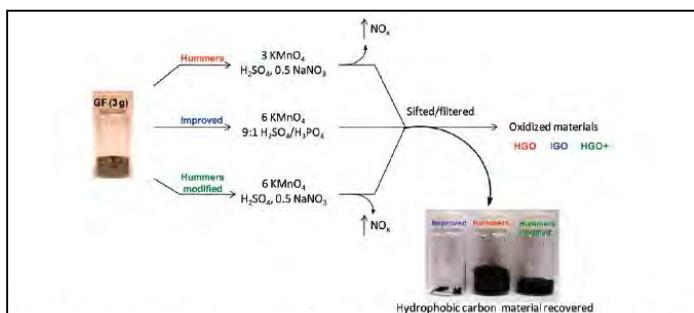


Gambar 2. 2 Mekanisme oksidasi pada grafit (Shao Gulin dkk, 2012)

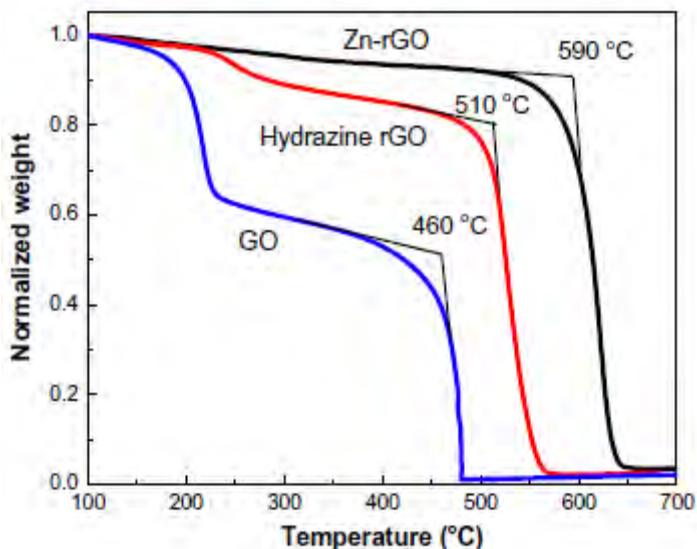


Gambar 2. 3 Hasil Spectra FTIR dari GO (a) dan Zn-rGO (b) (Xiaoguang Mei dan Jianyong Ouyang, 2011)

Daniela C. Marcano, dkk melakukan improvisasi pada metode *Hummers* untuk menghasilkan GO. Pada penelitian tersebut modifikasi dilakukan pada rasio penambahan KMnO_4 , seperti yang terlihat pada gambar 2.4. Dari penelitian tersebut dengan menggunakan improvisasi dari *methode hummers* didapatkan GO dengan properties yang lebih baik.



Gambar 2. 4 Proses Pembuatan GO (Daniela C. Marcano dkk, 2010)



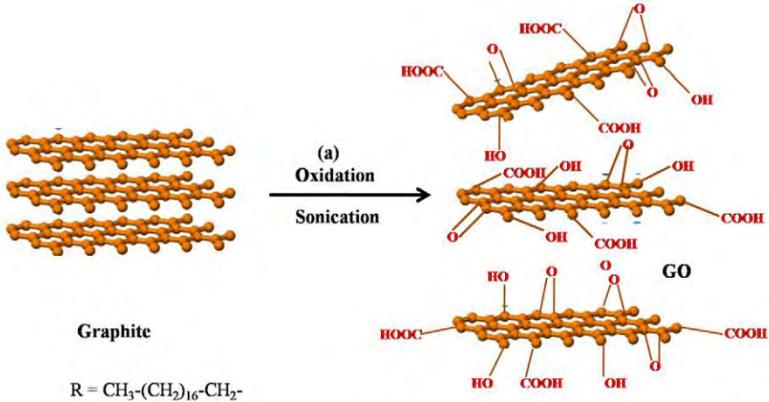
Gambar 2.5 Kurva TGA yang dihasilkan dari GO, Zn-rGO dan *Hydrazine*-rGO di udara (Xiaoguang Mei dan Jianyong Ouyang, 2011)

Gambar 2.5 menunjukkan hasil kurva TGA yang dihasilkan dengan dengan berbagai perbandingan yaitu GO, *hydrazine* rGO dan Zn-rGO.

2.3 *Graphene* Oksida

Graphene oksida (GO) diperoleh dengan proses ultrasonikasi dari grafit oksida. Seperti yang telah dipaparkan di atas, ketika grafit dioksidasi dengan oksidator yang kuat maka akan terbentuk grafit oksida. Dengan adanya proses ultrasonikasi pada grafit oksida akan menyebabkan lapisan-lapisan pada grafit oksida terkelupas dan berubah menjadi *graphene* oksida. Pada gambar 2.6, menunjukkan struktur kimia *graphene* oksida. Dari gambar tersebut terlihat bahwa *graphene* oksida merupakan *graphene* yang berikatan dengan gugus karboksil, karbonil, dan ester. (Songfeng Pei, 2011). Karena adanya gugus karboksil dan

karbonil diujung lembaran membuat graphene oksida (GO) hydrophilic yang mengakitkannya mudah terdispersi di dalam air (Nethravathi dkk, 2008)

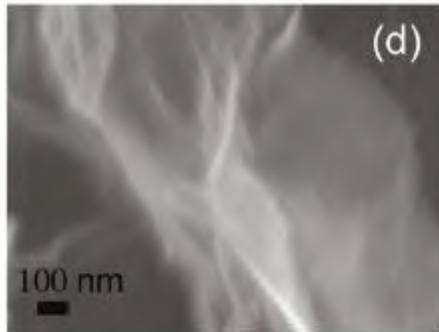


Gambar 2. 6 Struktur dan Mekanisme terbentuknya lembaran *graphene* Oksida dari grafit (Tesla Kuila dkk, 2011)

2.4 Graphene

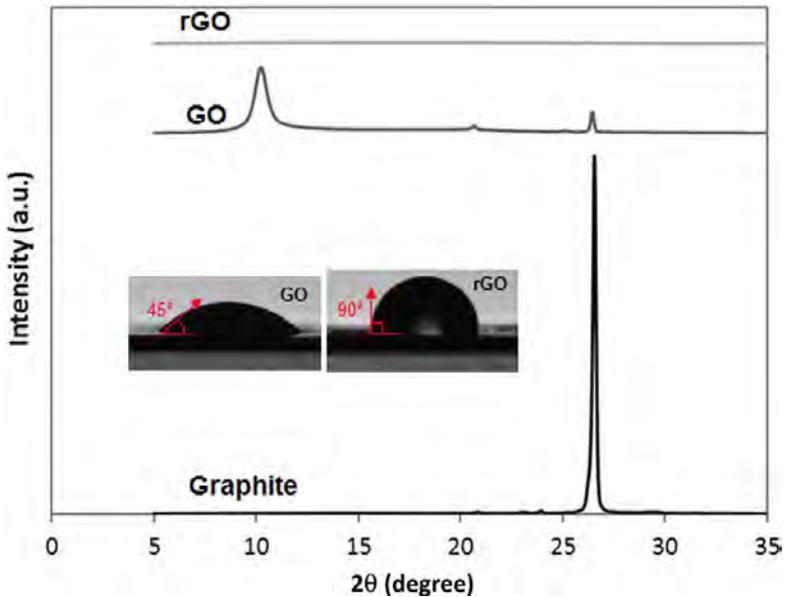
graphene, adalah sebuah atom yang *single-layer* dari grafit (*graphite*) dan nanomaterial dalam 2 dimensi (2D) seperti pada gambar 2.7 dan gambar 2.9. *Graphene* pertama kali ditemukan pada tahun 1940 oleh Boehm dan rekan kerjanya yaitu memisahkan lapisan tipis dari karbon dengan cara dipanaskan dan melalui proses reduksi dari grafit oksida (*graphite oxide*) (Tapas Kuila dkk, 2012). *Graphene* telah menarik perhatian yang besar sejak ditemukan pada tahun 2004 oleh Andre Geim dan Konstantin Novoselov di Manchester, Inggris. Sebagai bagian baru dari material berbasis karbon, struktur sarang lebah dari *graphene* dengan ikatan orbital sp^2 dan π diantara orbital p_z yang tegak lurus mendasari sifat fisik yang beragam, seperti 2D Dirac Fermion, efek kuantum Hall yang unik, dan pembawa tegangan (*charge carrier*) dengan mobilitas yang besar. Semua sifat spesial dan menonjol tersebut membuat *graphene* menjadi salah satu kandidat penting dalam aplikasi yang potensial, seperti sensor

gas, sampai elektroda transparan untuk dioda pemancar cahaya, sel fotovoltaik, dan alat spintronika (Yoon, 2010)



Gambar 2. 7 Hasil SEM dari *graphene* (Zhou, 2009)

Kemungkinan untuk penyesuaian sifat elektronik dari *graphene* penting tidak hanya sebagai pembelajaran dasar tetapi juga untuk aplikasi masa depan. Banyak metode telah diajukan untuk merencanakan struktur dari *graphene* dan yang sebagian besar digunakan adalah *doping* dan adsorpsi. Walaupun demikian, sebagian besar teori penelitian dari *graphene* didasarkan pada analisis *Density of States* (DOSs) dan jarang ditemukan analisa kuantitatif dari efek *dopant* dan cacat, dan dapat mengubah sifat transport material.

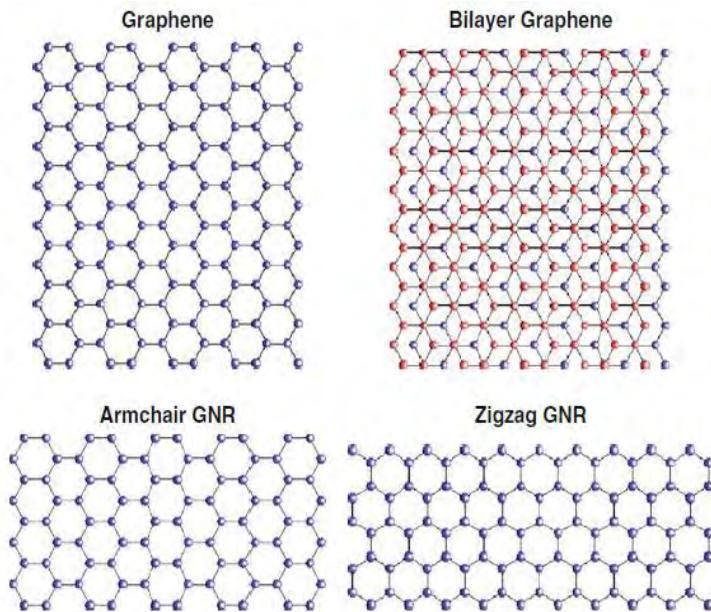


Gambar 2. 8 Pola XRD dari grafit, Grafit Oksida, dan *graphene*.

tabel 2. 2 Sifat Dari Tembaga, *Single Wall Carbon Nanotube*, *Multi Wall Carbon Nanotube* dan *Graphene* (Chaudary, 2013)

	Copper	SWCNT	MWCNT	Graphene
Conductivity(S/m)	5.96×10^7 [5]	10^2 [6.7]	10^5 [7.8]	10^8 [9.10]
Melting Point (K)	1356		3800(graphite)	
Tensile Strength (GPa)	0.22	22.2+ 2.2	11-63	
Thermal Conductivity ($\times 10^{-3}$ W/m-K)	0.385	1.75- 5.8	3	3-5
Temp. Coeff. of resistance($\times 10^{-3}$ /K)	4	<1.1	-1.37	-1.47
Mean Free Path @ room temperature	40	10^3	2.5×10^4	10^9
Maximum Current Density(A/c.m ²)	10^7	10^9	10^8	10^8

Berikut adalah perbandingan sifat grafena dengan keluarga karbon yang lain seperti *Carbon Nano Tube* (CNT) dan *Fullerenes*.



Gambar 2. 9 Struktur satu lembaran (sheet) graphene (kiri atas), struktur dua lembaran graphene (Bilayer Graphene) (kanan atas), struktur Armchair GNR (kiri bawah), dan zigzag GNR (kanan bawah)

tabel 2. 3 Perbandingan sifat graphene dengan alotropi karbon yang lain (Avouris, dkk, 2012)

Carbon allotropes	Graphite	Diamond	Fullerene (C₆₀)	Carbon Nanotube	Graphene
Hybridized form	Sp ²	Sp ³	Mainly Sp ²	Mainly Sp	Sp ²
Crystal system	Hexagonal	Octahedral	Tetragonal	Icosahedral	Hexagonal
Dimension	Three	Three	Zero	One	Two
Experimental specific surface area (m ² g ⁻¹)	~10 – 20	20 – 160	80 – 90	~1300	~1500
Density (g cm ⁻³)	2.09 – 2.23	3.5 – 3.53	1.72	>1	>1

Optical properties	Uniaxial	Isotropic	Non linear	Structure – dependant	97.7% of optical
Thermal Conductivity ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	1500-2000 ^a , 5-10 ^c	900-2320	0.4	3500	4840 5300
Hardness	high	Ultrahigh	High	High	Highest (single layer)
Tenacity	Flexible non-elastic	-	elastic	Flexible elastic	Flexible elastic
Electronic properties	Electrical conductor	Insulator, semi-conductor	Insulator	Metallic and semiconductor	Semimetal, zero-gap semiconductor
Electrical conductivity (S cm^{-1})	2-3 x 10 ^{4a} , 6 ^b	-	10 ⁻¹⁰	Structure-dependent	2000

^aa-direction.

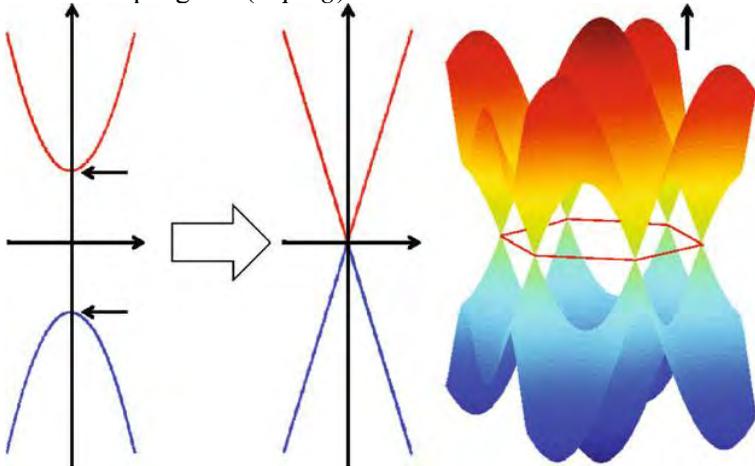
^bc-direction.

2.5 Sifat Graphene

2.5.1 Sifat Elektrik

Dapat dilihat sebelumnya pada tabel 2.2 diatas, *graphene* memiliki sifat – sifat elektronik yang unggul, diantara merupakan semimetal, semikonduktor dengan *band gap* mendekati nol, dan konduktivitas elektriknya paling tinggi diantara alotrofi karbon lainnya. Selain itu, diketahui juga mobilitas pembawa muatan dari material *graphene* ini juga tinggi.

Sifat – sifat elektronik yang diteliti adalah kurva dispersi, *band gap*, konduktivitas, dan mobilitas pembawa muatan. Sedangkan, parameter – parameter yang ditinjau adalah metode sintesis, dimensi lembaran *graphene*, jumlah lapisan, dan keberadaan pengotor (*doping*).



Gambar 2. 10 Hubungan dispersi grafena

Graphene dalam bentuk lembaran (sheet) yang luasnya tidak terbatas memiliki hubungan dispersi seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.10. Pada pojok – pojok Zona Brillouin pertama, energi elektron pada pita konduksi tepat bertemu dengan pita valensi membentuk kerucut. Pada tempat ini, yang dinamakan titik Dirac, nilai energi berbanding lurus momentum, sehingga massa efektif elektron adalah nol.

Hal ini menyebabkan *graphene* bersifat semilogam dengan *band gap* nol. Elektron – elektron *graphene* bersifat relativistik dan mengalami sedikit saja hamburan terhadap fonon sehingga batas atas mobilitas elektron *graphene* sangat tinggi yaitu 200.000 cm²/Vs. Dalam kaitannya dengan efek medan, mobilitas elektron *graphene* yang didapatkan dari permodelan mencapai 80.000 cm²/Vs (Ridwanullah dkk,2012)

2.5.2 Sifat Mekanik

Sifat mekanik dari satu lapis *graphene* termasuk modulus elastisitas dan *fracture strength* sudah dicari menggunakan berbagai macam cara. Modulus elastisitas dari beberapa lapis dari *graphene* dicari menggunakan *atomic force microscopy* (AFM). Dari penelitian didapatkan tersebut didapatkan nilai modulus Young *graphene* adalah 1,0 Tpa dan *fracture strength* sebesar 130 GPa. (Zhu dkk, 2010)

2.5.3 Sifat Optik

Sifat optik pada *graphene* merujuk pada transparansi yang dimiliki oleh material tersebut. *Graphene* memiliki nilai transparansi konstan sebesar 97,7 %. Nilai transparansi konstan yang besar tersebut didapatkan karena *graphene* memiliki high-frequency konduktivitas yang tinggi pada *Dirac Fermions*. *Graphene* juga memiliki kecepatan *velocity transport* yang tinggi walaupun dengan kondisi dibawah medan listrik sampai dengan 40 GHz. Menjadikan *graphene* suatu material yang dapat digunakan untuk alat komunikasi, alat deteksi, dll. (Zhu dkk, 2010)

tabel 2. 4 Sifat optik dari *graphene based thin films*

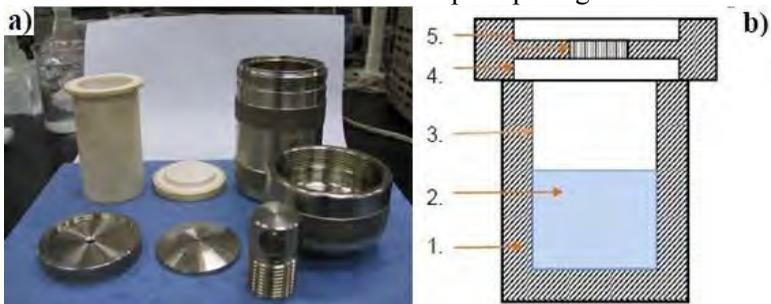
Graphene Film	Transmittance (wavelength)
Spin coating of reduced <i>graphene</i> oxide – SiO ₂ composite	95% (550 nm)
Spin coating of reduce <i>graphene</i>	80% (550 nm)

oxide	
Dip-coating of graphene oxide followed by reduction	70.7% (1000 nm)
Vacuum filtration of graphene oxide suspension, followed by reduction	73% (550 nm)
LB assembly of graphene oxide followed by reduction	95.4% (650 nm)
Spray coating of chemically modified graphene oxide suspension followed by reduction	96% (600-1000 nm)
LB assembly of chemically modified graphene	83% (1000 nm)
Liquid-liquid assembly of graphene platelets	70% (500 nm)
Spin assisted self-assembly of reduced graphene oxide\	87% (550 nm)
Vacuum filtration of graphene platelets made by sonication of graphite in n-methyl-2-pyrrolidone (NMP)	75% (550 nm)
Spray deposition of graphene platelets made by sonicating graphite in dimethylformamide (DMF)	90%
CVD grown graphene on Ni followed by transfer	76% (550 nm)
CVD grown graphene on Cu followed by transfer	90% (550 nm)
CVD grown graphene on Ni followed by transfer	85% (550 nm)
CVD grown graphene on Ni followed by transfer	90% (500-1000 nm)

2.6 Metode *hydrothermal*

Hydrothermal adalah proses sintesis menggunakan reaksi kimia yang melibatkan zat pelarut pada suatu sistem yang terisolasi (tertutup) dengan kondisi temperatur yang lebih tinggi daripada titik didih zat pelarut yang digunakan dalam proses *hydrothermal* tersebut. Karena kondisi yang terjadi pada proses *hydrothermal* dalam temperatur yang tinggi, maka akan melibatkan tekanan yang tinggi pula. Seberapa besar temperatur yang digunakan dalam proses *hydrothermal* akan bergantung pada termodinamika dari reaksi untuk memperoleh produk akhir yang diinginkan.

Reaksi pembentukan yang dilakukan dengan menggunakan media tertutup yang disebut dengan *autoclave*. *Autoclave* merupakan sebuah peralatan yang terbuat dari stainless steel yang tebal dan tutup yang kedap udara yang dapat menahan temperatur dan tekanan yang tinggi dalam waktu yang lama. Didalam *autoclave* digunakan juga teflon sebagai wadah agar mencegah terjadinya korosi yang diakibatkan oleh larutan yang bereaksi didalam *autoclave* tersebut seperti pada gambar 2.7.



Gambar 2. 11 (a). Contoh *autoclave* yang digunakan dalam proses *hydrothermal* (b). diagram skematik *autoclave* yang digunakan dalam proses *hydrothermal* (1) stainless steel (2) larutan (3) Teflon linier (4) tutup stainless steel (5) pegas

Karakteristik dari proses *hydrothermal* ialah sistem yang digunakan selalu pada kondisi yang tidak ideal dan non

equilibrium dan pelarut yang digunakan dalam reaksi akan mengalami keadaan dimana fasenya berada pada daerah dekat *critical*, *critical* atau *supercritical*. Dengan kondisi tersebut maka keamanan pada prosesnya harus diperhatikan dengan maksimal.

Keuntungan dari proses sintesis menggunakan metode *hydrothermal* adalah kebanyakan material dapat dilarutkan menggunakan larutan yang pas dengan cara meningkatkan temperatur dan tekanan sistem mendekati *critical point*. Dan juga mudah untuk mengontrol ukuran dan kristalinitas dari hasil akhir dengan cara menyesuaikan parameter seperti temperatur reaksi, waktu reaksi, tipe pelarut, tipe surfaktan, dan lain-lain.

2.7 Kajian Penelitian Sebelumnya

Referensi	Metode Sintesa	Bentuk akhir	C/O rasio	σ (S/cm)
Stankovich S dkk, 2007	Hydrazine Hydrate	powder	10,3	2
Li D dkk, 2008	Reduksi dengan menggunakan hidrazine pada media koloid	film	NA	72
Becerril HA dkk, 2008	thermal annealing pada 1100 C, UHV	TCF	NA	1000
Wang X dkk, 2008	thermal annealing pada 1100 C pada atmosfer Ar/H ₂	TCF	NA	727

Shin H-J dkk, 2009	150 mM larutan NaBH ₄ , reduksi selama 2 jam	TCF	8,6	0,045
Yang D dkk, 2009	uap hydrazine	film	8,8	NG
	thermal anealling pada temperatur 900 C, UHV		14,1	NG
Gao W dkk, 2009	Multi Step treatmen:	powder		
	(I) Larutan NaBH ₄		4,78	0,823
	(II) H ₂ SO ₄ pekat pada temperatur 180 C selama 12 jam		8,57	16,6
	(III) Thermal Anealing dengan temperatur 1100C pada atmosfer Ar/H ₂		>246	202
Fernandes - Merino MJ dkk, 2010	Vitamin C	film	12,5	77
	Hydrazine Monohidrate		12,5	99,6
	Pyrogallol		NA	4,8
	KOH		NA	1,910- 3

Pei S dkk, 2010	55% HI reductions	film	> 14,9	298
Zhing Gang Geng dkk, 2012	Serbuk Zn dengan variasi waktu reduksi 5 menit, 15 menit, 30 menit	film	13.7	Resist ance = 2 kΩ/m ²
Liu Panbo, Huang Ying, Wang Lei, 2013	serbuk Zn dengan suasana asam dengan waktu reduksi 30 menit		8.2	650
Azizah Lita Nur,Diah Susanti, 2014	Serbuk Zn dengan suasana asam menggunakan metode <i>hydrothermal</i>	powder	NA	0,1028 1

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a. Serbuk grafit dengan ukuran 150 μm dan kemurnian 99%
- b. Air suling / Aquades (H_2O)
- c. Es
- d. Kalium Permanganat (KMnO_4)
- e. Barium Klorida (BaCl_2)
- f. Larutan elektrolit Asam Sulfat 98% (H_2SO_4)
- g. Natrium Nitrat (NaNO_3)
- h. Hidrogen Peroksida (H_2O_2)
- i. Asam Klorida 35% (HCl)
- j. Serbuk Zn

2.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk penelitian ini :

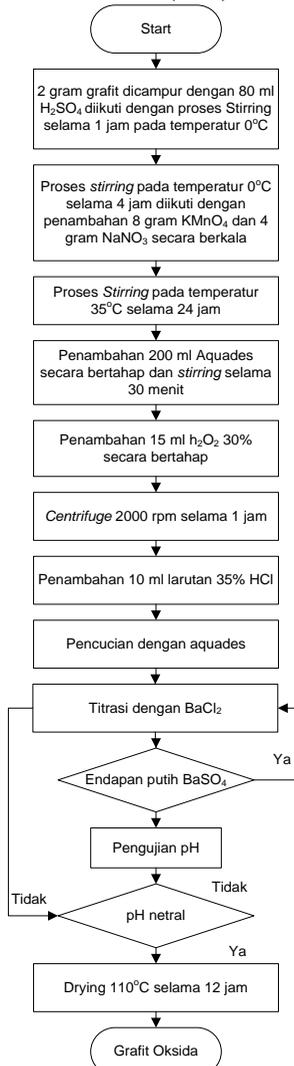
1. Neraca Analitik (*Digital*)
Alat ini digunakan untuk mengukur massa serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , Grafit Oksida dan serbuk Zn.
2. Pipet
Pipet yang digunakan adalah pipet standar untuk mengambil larutan
3. Pengaduk (spatula)
Digunakan untuk mengaduk larutan.
4. *Hot Plate with Magnetic Stirrer*
Alat ini digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar homogen
5. *Furnace*
Digunakan untuk pembuatan GO dan *graphene*
6. Instrumen Karakterisasi Material

X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam sampel ; *Scanning Electron Microscope (SEM)* untuk menganalisa morfologi dan ukuran partikel ; FTIR untuk mengetahui komponen penyusun sampel dan *Four Point Probe Test (FPP)* untuk mengukur konduktivitas listrik *graphene*.

7. *Autoclave*
Digunakan untuk proses *Hydrothermal*
8. Masker
Digunakan untuk menghindari uap beracun
9. Sarung tangan
Digunakan untuk melindungi tangan dari bahan-bahan kimia yang digunakan selama proses di laboratorium
10. *Erlenmeyer*
Digunakan untuk menaruh larutan
11. Wadah Es
Digunakan untuk tempat pembuatan grafit oksida
12. *Centrifuge*
Digunakan untuk mengatur memisahkan partikel terdispersi
13. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk homogenisasi

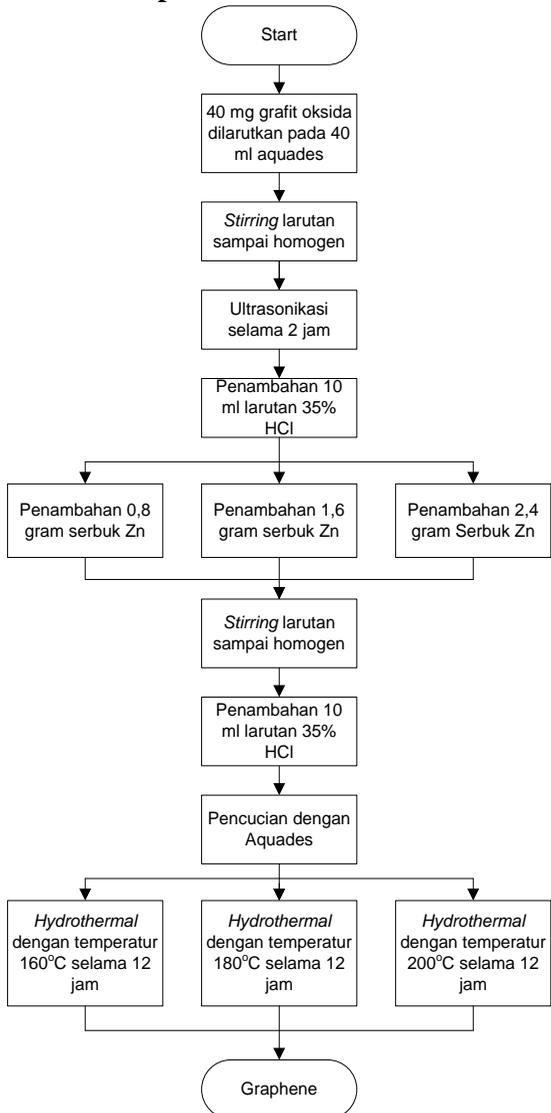
2.3 Diagram Alir Penelitian

2.3.1 Sintesis Grafit Oksida (GO)



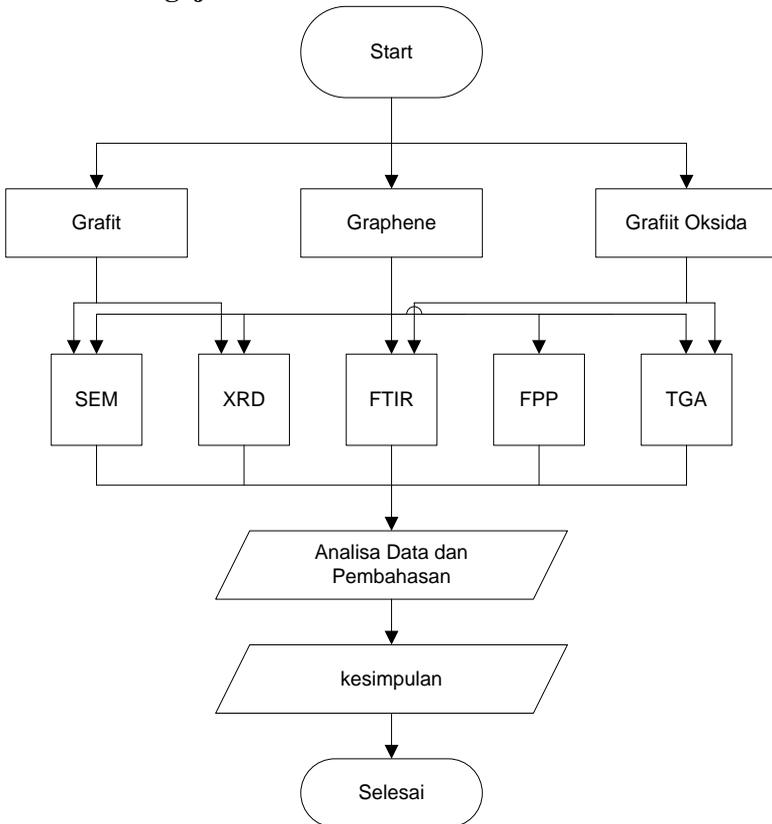
Gambar 3. 1 Diagram Alir Pembuatan Grafit Oksida

2.3.2 Sintesis Graphene



Gambar 3. 2 Diagram Alir Sintesis Graphene

2.3.3 Pengujian



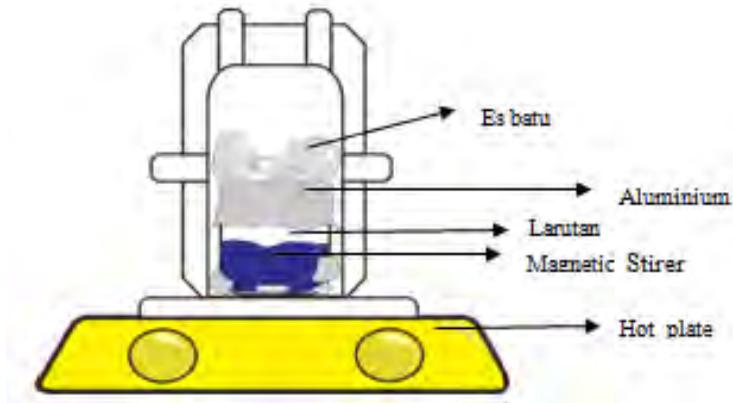
Gambar 3. 3 Diagram Alir Sintesis Pengujian

2.4 Metode Penelitian

2.4.1 Persiapan Grafit Oksida

Grafit oksida disintesis dengan menggunakan modifikasi metode *hummer*. Proses sintesis dengan metode ini menggunakan serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , dan H_2SO_4 sebagai bahan dasar. Proses sintesis dimulai dengan stiring 2 gram serbuk grafit dan 4

gram NaNO_3 dengan 98 ml H_2SO_4 98% selama 4 jam dengan kecepatan tinggi. Setelah proses *stirring* berjalan selama 1 jam 8 gram KMnO_4 mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bertahap larutan akan berubah warna menjadi hitam kehijauan selama proses penambahan KMnO_4 , kemudian proses *stirring* dilanjutkan. Selama proses *stirring* tersebut temperatur dijaga dibawah 20°C menggunakan *ice bath* seperti pada gambar 3.4



Gambar 3. 4 Proses *Stirring*

Setelah 4 jam *stirring*, larutan dipindahkan dari *ice bath* kemudian *stirring* dilanjutkan selama 20 jam dan temperatur dijaga tetap berada pada 35°C . Setelah 24 jam stiring larutan akan berubah menjadi coklat muda. Kemudian 200 ml aquades ditambahkan dan *distirring* selama 1 jam, larutan akan berubah dari coklat muda menjadi coklat tua. Setelah proses *stirring* selesai proses selanjutnya adalah penambahan 20 ml H_2O_2 30%, larutan akan berubah warna dari coklat tua menjadi kuning. Untuk memisahkan antara endapan dan cairan dilakukan proses *centrifuge* selama 1 jam dengan kecepatan 2000 rpm. Setelah terpisah antara endapan dan cairan, pencucian dilakukan pada endapan yang diperoleh dengan menggunakan aquades. Pencucian dilakukan sampai tidak ada ion sulfat dan pH menjadi

netral. Untuk mengetahui apakah ion sulfat telah hilang dan pH menjadi netral dilakukan titrasi dengan menggunakan BaCl 1M dan menggunakan kertas lakmus. Apabila ion sulfat telah hilang dan pH telah netral maka dilakukan proses drying selama 12 jam dengan temperatur 110°C untuk mendapatkan grafit oksida.

2.4.2 Sintesis Graphene

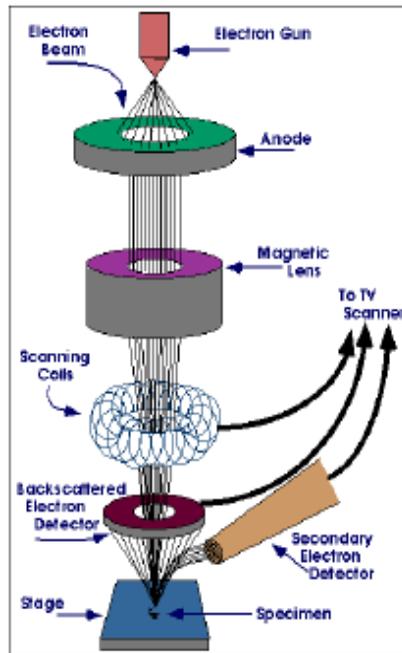
Graphene disintesis dengan menggunakan proses *hydrothermal*. 40 mg grafit oksida dilarutkan pada 40 ml aquades dan *distirring* selama 1 jam untuk mendapatkan larutan yang homogen. Kemudian dilakukan ultrasonikasi selama 1 jam pada larutan tersebut untuk mendapatkan *graphene* oksida. Setelah proses ultrasonikasi, untuk proses reduksi ditambahkan serbuk Zn dengan variasi 0,8 gr, 1,6 gr, dan 2,4 gr. 10 ml larutan HCl 35% kemudian ditambahkan untuk mendapatkan suasana asam dan kemudian larutan tersebut distiring selama 30 menit. Setelah 30 menit stiring, 10 ml larutan HCl 35% kembali ditambahkan pada larutan tersebut dan didiamkan beberapa saat untuk menghilangkan Zn yang masih tersisa. *Centrifuge* dilakukan untuk memisahkan antara endapan dan cairan. *Centrifuge* dilakukan selama 1 jam dengan kecepatan 3000 rpm. Endapan yang didapat kemudian dicuci dengan menggunakan aquades. Setelah proses pencucian, endapan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *autoclave* kemudian dipanaskan selama 12 jam dengan variasi temperatur sebesar 160°C, 180°C, dan 200°C.

2.5 Pengujian

2.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Mikroskop elektron merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDS (*Energy Dispersive X-Ray analysis*).

Untuk menghasilkan gambar pancaran elektron dari *electron gun* difokuskan pada *fine probe* yang di scan melintasi permukaan spesimen. Pancaran diperkuat dengan adanya koil. Setiap titik spesimen yang ditumbuk elektron membentuk radiasi elektromagnetik. Pancaran elektron yang mengenai permukaan sampel akan dihamburkan dan ditangkap oleh *Back Scatter electron detector (BSE)* dan *secondary electron detector*. Kemudian hasilnya diterjemahkan dalam bentuk gambar pada display. Dengan adanya BSE maka gambar hasil SEM akan memiliki gradasi warna, bagian berwarna terang tersusun atas material ringan dan bagian yang agak gelap adalah material berat. Mekanisme kerja dan Bentuk Instrumen SEM diperlihatkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Cara Kerja SEM

Berbagai macam sampel dapat diamati menggunakan SEM, misalnya logam, *ceramic*, *plastic*, debu, mineral, tulang dan sebagainya. Sampel yang digunakan merupakan material bersifat konduktif, apabila tidak konduktif maka harus dikonduktifkan dengan *carbon tape*. Kualitas gambar yang dihasilkan memiliki perbesaran 100.000 kali. Dengan kata lain, resolusi SEM saat ini mencapai 1.5 nm pada 30 kV.

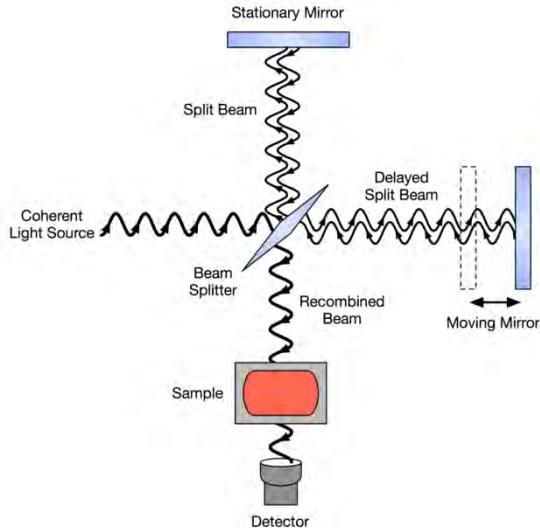
Pada percobaan ini SEM digunakan untuk mengamati morfologi dari *graphene* yang dihasilkan dan juga mengamati grafit, dan grafit oksida sebagai perbandingan. Sampel *graphene* yang digunakan berupa serbuk dan serpihan (*flake*) yang diletakkan pada *holder* dengan bantuan selotip karbon *double tape*. Perbesaran yang digunakan ialah 500x, 5000x, 10000x. Perbesaran 500x digunakan untuk mengetahui keseluruhan morfologi dari material *graphene* yang dihasilkan, sedangkan perbesaran 10000x untuk mengetahui ukuran dari *graphene*.

2.5.2 Pengujian *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan-ikatan atau gugus fungsi yang ada pada suatu material. pengujian ini mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada panjang gelombang 0,75-1.000 μm . Ikatan tersebut ditunjukkan dengan puncak-puncak yang dihasilkan dari penyerapan spektrum inframerah yang ditembakkan pada material. Masing-masing jenis ikatan atau gugus fungsi pada material memiliki daerah puncak penyerapan yang memiliki karakteristik berbeda-beda. Hal itu akan menghasilkan sebuah *fingerprint* untuk ikatan ataupun gugus fungsi tersebut. Dengan melihat puncak yang ada maka dapat disesuaikan dengan referensi terkait jenis ikatan tersebut sehingga dapat mendefinisikan ikatan yang terbentuk dari material tersebut.

Adapun cara kerja FTIR seperti berikut ini: Mula mula zat yang akan diukur diidentifikasi, berupa atom atau molekul. Sinar infra merah yang berperan sebagai sumber sinar dibagi

menjadi dua berkas, satu dilewatkan melalui sampel dan yang lain melalui pembanding seperti pada gambar 3.6.



Gambar 3. 6 Skema diagram FTIR

Pada pengujian ini yang diuji FTIR adalah sampel *Graphene* dan juga Grafit Oksida untuk mengetahui perbedaan antara gugus fungsional yang terbentuk ataupun hilang dari grafit oksida ketika sampel sudah menjadi *graphene*.

2.5.3 Pengujian *Thermo Gravimetric Analysis (TGA)* dan *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*

Pengujian TGA dengan menggunakan alat TGA STAR^e System. *Thermogravimetric Analysis (TGA)* adalah alat pengukuran perubahan massa yang terjadi akibat dari perubahan temperatur. TGA dapat digunakan untuk mendeteksi perubahan massa sample (*weight loss*). Analisa tersebut bergantung pada tiga pengukuran yaitu berat, temperatur, dan perubahan temperatur. Analisa termal gravimetri merupakan metode analisis yang menunjukkan sejumlah urutan dari lengkungan termal, kehilangan berat dari bahan setiap tahap, dan temperatur awal penurunan.

Analisa termal gravimetric dilakukan untuk menentukan kandungan pengisi dan kestabilan termal dari suatu bahan.

Metode TGA ini mengukur berkurangnya massa material ketika dipanaskan dari suhu kamar sampai suhu tinggi yang biasanya sekitar 900°C. Alat TGA dilengkapi dengan timbangan mikro didalamnya sehingga secara otomatis berat sampel setiap saat bisa terekam dan disajikan dalam tampilan grafik. Pada pemanasan yang terus menerus dari temperatur kamar, maka pada temperatur-temperatur tertentu material akan kehilangan cukup signifikan dari massanya. Kehilangan massa pada temperatur tertentu dapat mengindikasikan kandungan dari bahan uji, meski tidak bisa secara spesifik merujuk pada suatu senyawa tertentu seperti yang misalnya ditunjukkan oleh puncak – puncak dari histogram FTIR. Sehingga biasanya TGA digunakan untuk melakukan analisa *proximate* seperti kadar air, kadar senyawa volatil dan kadar abu dalam bahan. Membran yang telah dipotong sehingga berukuran kecil dimasukkan ke dalam cawan kecil dari bahan platina, atau alumina ataupun teflon seperti pada Gambar 3.7. Pemilihan bahan dari cawan ini perlu disesuaikan dengan bahan uji. Pastikan bahan uji tidak bereaksi dengan bahan cawan serta tidak lengket ketika dipanaskan.



Gambar 3. 7 Alat Pengujian TGA

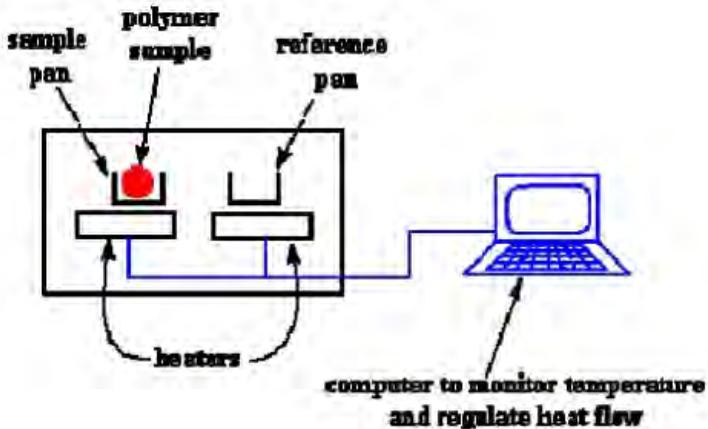
Differential Scanning Calorimetry (DSC) merupakan suatu teknik analisis termal dimana perbedaan pada aliran panas atau daya panas pada sampel dan standar (referensi) dipantau terhadap

waktu atau temperatur, sedangkan pada sampel dengan atmosfer telah diprogram.

DSC ada tiga jenis, yaitu:

1. *Heat flux* DSC
2. *Power compensation* DSC (heat flow)
3. *Hyper* DSC (heat flow)

Prinsip kerja dari *Differential Scanning Calorimetry* adalah satu *pan* diisi dengan sampel uji, sedangkan *pan* yang lain diisi dengan material referensi. Kedua *pan* berada diatas *heater*. Kemudian dengan memberikan perintah melalui komputer, *heater* akan dinyalakan dan sekaligus menentukan *specific heat* yang diinginkan. Melalui pemograman komputer, kecepatan panas akan dikendalikan yang tentu saja panas yang ada dideteksi dengan sensor temperatur yang kemudian sinyalnya diterima oleh komputer dan komputer akan memberi perintah pada *heater* untuk mempertahankan *specific heat*-nya. Pada dasarnya *heat flux* DSC dan *power compensation* DSC memiliki persamaan prinsip. Perbedaannya hanya pada sistem pengukuran diferensial energi, dimana pada *power compensation* DSC menggunakan *heater* kedua (*secondary heater*) untuk mengkompensasi perbedaan temperatur antara sampel dan referensi. Sedangkan pada *heat flux* DSC teknik, *flux* panas akan melalui sampel dan referensi dipantau pada *output*.

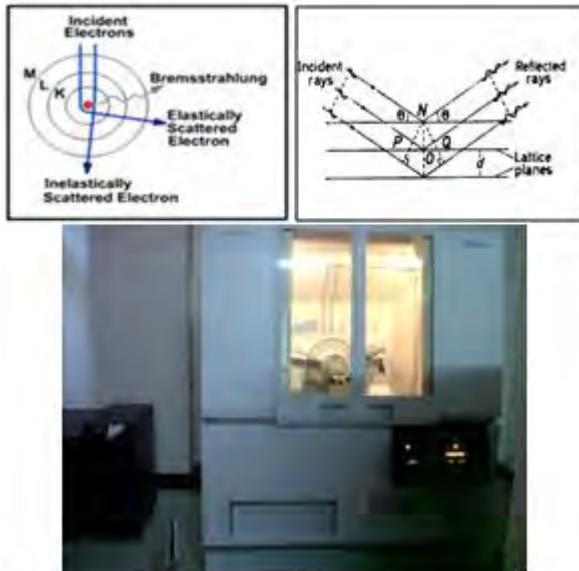


Gambar 3. 8 Skema sederhana DSC

2.5.4 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) pada Gambar 3.10(c) merupakan analisis teknik untuk mengamati hamburan sinar-x dari material kristalin. Setiap material menghasilkan sinar-x karakteristik. Intensitas sinar dan besar sudut hamburan menggambarkan struktur atom kristalin.

Sinar-x diarahkan menuju permukaan sampel. Setiap material memiliki susunan atom yang teratur sesuai konfigurasinya seperti pada Gambar 3.10(a). Ketika Sinar-x menumbuk sampel, elektron pada kulit terluar akan tereksitasi dan menyebabkan elektron yang hilang akan menempati daerah yang mempunyai tingkat energi lebih tinggi selama transisi dan pancaran radiasi sinar-X terjadi. Sinar-x tersebut akan dihamburkan dan ditangkap oleh *detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk kurva.



Gambar 3. 9 (a) Konfigurasi suatu material (b) Pola Difraksi Sinar-X (c) Instrumen XRD PANalytical

2.5.5 Four Point Probe Test (FPP)

4-Point Probe (FPP) digunakan untuk mengukur resistivitas beberapa material semikonduktor. Instrumen ini dapat mengukur sampel bongkahan padat maupun lapisan tipis. FPP memiliki 4 logam tungsten dengan radius tertentu. Setiap ujung ditahan oleh pegas relatif yang bergerak naik turun untuk meminimalkan kerusakan sampel ketika *probe* dipasang. Sebuah sumber arus mengalirkan arus melalui 2 *probe* terluar, sedangkan voltmeter mengukur tegangan pada kedua *probe* bagian dalam untuk mengukur resistivitas sampel. Gambar 3.11 memperlihatkan prinsip kerja FPP.



Gambar 3. 10 Alat yang digunakan pada pengujian Konduktivitas Elektrik Pada *Graphene*

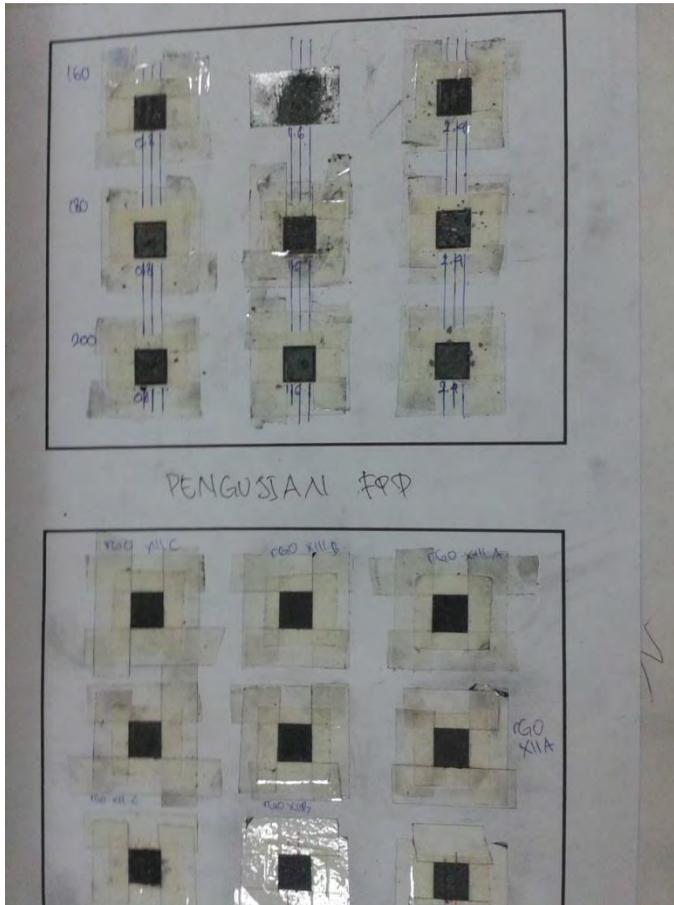
Resistivitas pada pengujian tersebut dinyatakan dengan :

$$\rho_s = \frac{V}{I} C \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana, ρ_s = Resistivitas dari material
 V = Beda Potensial yang diberikan
 I = Arus yang terdeteksi
 C = Geometrical Correction Factor

Konstanta C dapat ditentukan dengan menggunakan gambar 3.11, dimana terdapat nilai-nilai tertentu untuk perbandingan antara jarak antar probe dengan diameter atau panjang dari sampel yang akan diuji. Pada penelitian kali ini setiap sampel akan diuji dengan metode ini untuk mengetahui nilai konduktivitas elektrik dari setiap sampel hasil sintesis.

Pada Percobaan ini *Four Point Probe Test* digunakan untuk mengetahui konduktivitas elektrik dari material **graphene**. Sampel *graphene* yang digunakan berupa lembaran-lembaran kecil dan serpihan (*flake*) yang diletakkan pada *tape* dengan ukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$. alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah digital multimeter *Escort EDM-2116*.



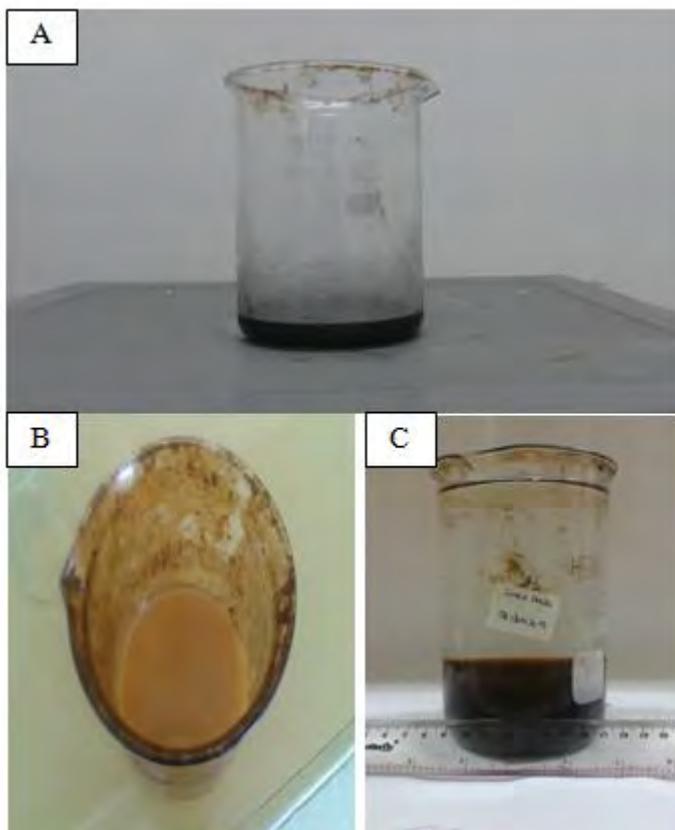
Gambar 3. 11 Sampel *Graphene* Yang Digunakan Untuk Pengujian Konduktivitas

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

2.1 Sintesis Graphene Oxide

Proses sintesis *graphene Oxide* diawali dari proses sintesis grafit oksida terlebih dahulu. Grafit oksida diperoleh dengan mengoksidasi grafit menggunakan metode *Hummer*. Proses ini diawali dengan melarutkan 2 gram serbuk grafit kedalam 80 ml asam sulfat (H_2SO_4) 98% pada temperatur $0^\circ C$ di dalam *ice bath* seperti pada gambar 4.1 (A). Setelah larutan antara grafit dan H_2SO_4 homogen, ditambahkan 4 gram natrium nitrat ($NaNO_3$) dan 8 gram Kalium Permanganat ($KMnO_4$) kedalam larutan secara bertahap di dalam *ice bath* selama 4 jam. Pada tahanan awal proses ini akan menghasilkan larutan berwarna hijau keunguan.

Setelah proses *Hummer* selesai dilakukan, dilanjutkan dengan proses pengadukan pada temperatur $35^\circ C$ selama 24 jam dengan proses ini, larutan yang awalnya berwarna hijau keunguan akan perlahan berubah menjadi coklat muda dan lebih kental. 200 ml aquades ditambahkan secara bertahap kedalam larutan tersebut dan diaduk kurang lebih selama 1 jam atau sampai larutan tersebut homogen. Dengan penambahan 200 ml aquades tersebut larutan akan berubah menjadi coklat tua. Setelah larutan menjadi homogen ditambahkan 15 ml hidrogen peroksida (H_2O_2) secara bertahap sampai larutan menjadi homogen. Larutan akan berubah warna dari coklat tua menjadi kuning keemasan seperti pada gambar 4.1 (B). Selama proses pengadukan dan pemanasan kecepatan *stirring* dan juga temperatur *stirring* harus dijaga konstan agar homogenitas larutan terjaga dan proses oksidasi di dalam larutan dapat berjalan dengan maksimal.



Gambar 4. 1 Warna pada saat (A) pelarutan grafit dengan larutan H_2SO_4 98% (B) setelah direaksikan dengan KMnO_4 , NaNO_3 dan H_2O_2 (C) grafit dicuci dengan aquades selama 2 minggu

Selama proses pengadukan tersebut diawali dengan proses pelarutan grafit menggunakan asam sulfat (H_2SO_4). Hal itu dikarenakan grafit adalah material yang tidak mudah larut dalam air karena memiliki sifat *hydrophobic* dan juga proses oksidasi grafit menjadi grafit oksida berada di suasana asam. Setelah itu ditambahkan 4 gram NaNO_3 berfungsi sebagai pengawalan terjadinya proses oksidasi pada grafit dan 8 gram KMnO_4 yang

berfungsi untuk proses oksidasi lanjut pada grafit. Pada saat penambahan 200 ml aquades terjadi reaksi *eksoterm* (melepaskan panas) antara H_2SO_4 dan H_2O yang menyebabkan peningkatan temperatur pada larutan. Penambahan hidrogen peroksida akan menyebabkan warna larutan berubah menjadi kuning keemasan yang berfungsi untuk mereduksi sisa-sisa permanganat yang tidak bereaksi pada larutan.

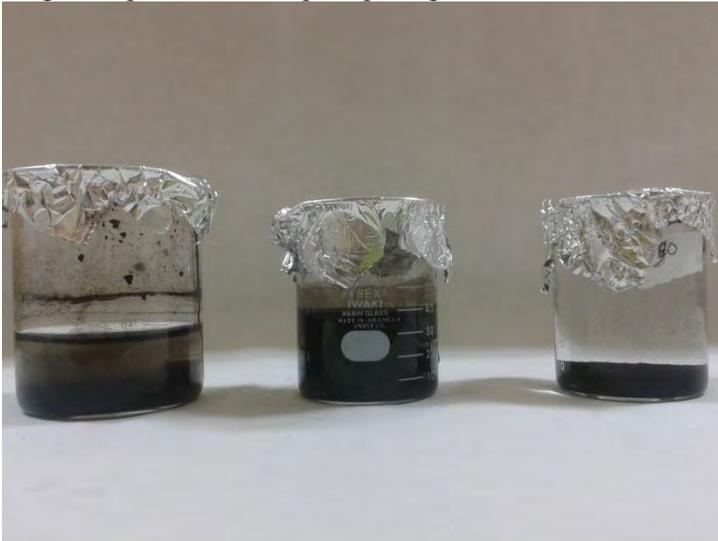
Untuk mempercepat proses pemisahan antara fasa solid dan liquid pada larutan digunakan *centrifuge* 2000 rpm selama kurang lebih 1 jam. Fasa solid yang sudah terpisah dari liquid dicuci menggunakan 10 ml HCl 35% dan aquades beberapa kali untuk membuang sisa-sisa ion SO_4^- dan menetralkan pH larutan. Larutan grafit oksida dititrasi menggunakan $BaCl_2$ 0.1 M sebagai parameter masih ada ion SO_4^- pada larutan atau tidak. Jika pada saat titrasi terbentuk endapan putih $BaSO_4^-$ maka proses pencucian diulangi lagi sampai tidak ada endapan putih $BaSO_4^-$ yang terbentuk. Selama proses pencucian larutan akan berubah warna dari kuning keemasan menjadi coklat gelap, hal itu dikarenakan terjadinya proses pengelupasan (*exfoliation*) sehingga endapan grafit oksida semakin kental. Setelah itu dilanjutkan proses *drying* didalam *furnace* pada temperatur $110^\circ C$ selama 12 jam untuk memperoleh grafit oksida padat.

2.2 Sintesis Graphene

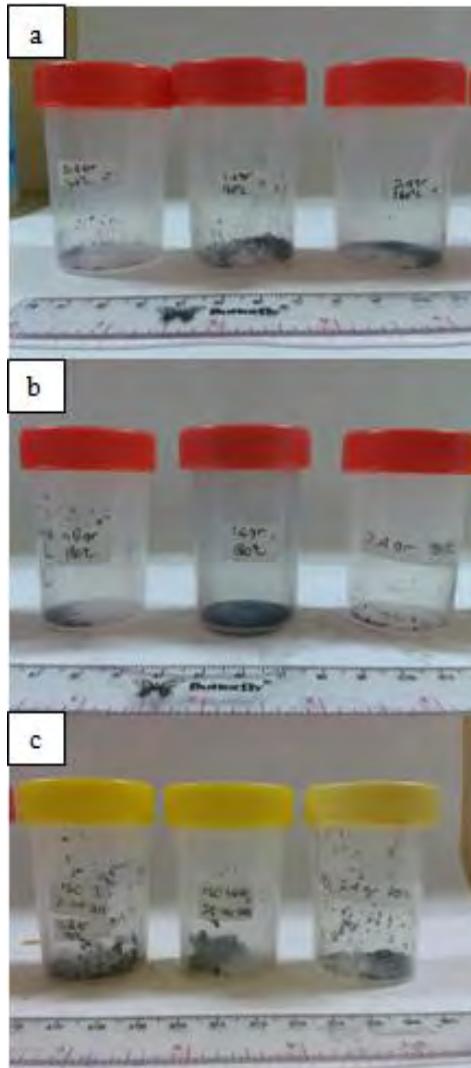
Proses sintesis *graphene* diawali dengan pelarutan 40 mg grafit oksida dengan 40 ml aquades. Proses pengadukan dilakukan sampai larutan grafit oksida menjadi homogen seperti pada gambar 4.2. Setelah itu grafit oksida yang sudah terlarut dalam aquades dilakukan proses ultrasonikasi yang berfungsi untuk mengelupas (*exfoliate*) grafit oksida menjadi lembaran-lembaran kecil *graphene* oksida. Proses ultrasonikasi dilakukan menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi lebih dari 20.000 Hz selama 120 menit. Jarak antar (*d spacing*) lapisan pada grafit oksida lebih besar dikarenakan adanya penambahan molekul air dan oksigen (Kuila Tapas dkk, 2012) sehingga

mempermudah terjadinya proses pengelupasan pada grafit oksida yang menyebabkan terbentuknya *graphene* oksida.

Proses reduksi dilakukan dengan cara menambahkan 10 ml HCl 35% yang berfungsi untuk membuat larutan menjadi asam karena proses reduksi berlangsung pada suasana asam dengan menggunakan menambahkan 0,8 gram, 1,6 gram, dan 2,4 gram serbuk Zn sebagai pereduksi kedalam 40 ml larutan *graphene* oksida. Reaksi reduksi berlangsung dalam kondisi diam agar proses reaksi reduksi berlangsung maksimal. Setelah proses reduksi selesai larutan di *stirring* selama 1 jam agar larutan menjadi homogen dan setelah itu ditambahkan lagi 10 ml HCl 35% yang berfungsi untuk menghilangkan sisa-sisa zinc yang tidak bereaksi pada larutan. Setelah itu dilakukan proses pencucian secara berulang kali dengan aquades sampai pH netral dan tidak ada lagi zinc pada larutan seperti pada gambar 4.2.



Gambar 4. 2 hasil dari pelarutan grafit oksida dengan aquades (kiri) hasil proses ultrasonikasi (tengah) hasil setelah *graphene* oksida telah direduksi menggunakan Zn sebagai reduktor (kanan)



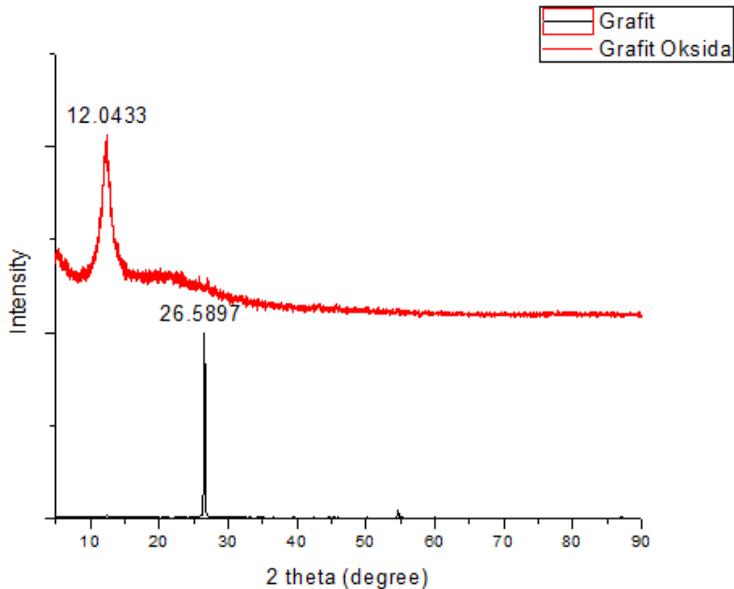
Gambar 4. 3 Hasil sampel *graphene* dengan variasi pada 0.8 gram, 1.6 gram, dan 2.4 gram pada temperatur (a) 160°C (b) 180°C (c) 200°C

Hasil endapan dari proses reduksi *graphene* oksida di *hydrothermal* dengan temperatur 160°C, 180°C, dan 200°C dengan *holding time* selama 12 jam. Endapan *reduce Graphene Oxide* (rGO) dimasukkan dalam teflon, kemudian teflon dimasukkan kedalam *autoclave* yang dikencangkan menggunakan pegas dan sekrup sehingga menjadikan *autoclave* sangat kedap udara (*vacuum*) menyebabkan tekanan didalam *autoclave* saat dipanaskan akan meningkat. Karena kondisi tekanan dan temperatur yang tinggi didalam *autoclave* menyebabkan air yang terkandung dalam larutan rGO akan mencapai kondisi kritis (*critical state*) memiliki peran sebagai agen kristalisasi fasa. Proses *hydrothermal* ini dilakukan dengan harapan proses reduksi pada *graphene* oksida adalah proses reduksi sempurna sehingga menghasilkan *graphene*.

2.3 4.3 Hasil Penelitian

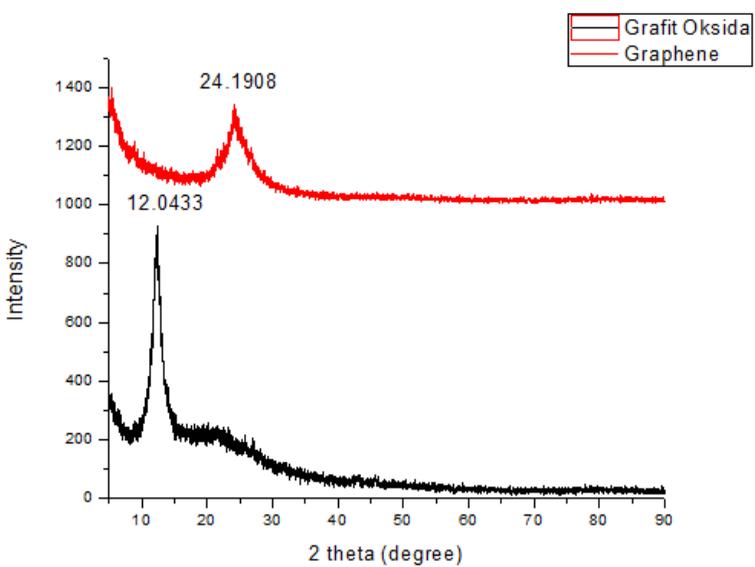
2.3.1 Hasil Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pengamatan grafit, grafit oksida (GO), dan *graphene* dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (*Philips Analytical*). Sampel Grafit berbentuk serbuk, grafit oksida berbentuk lembaran sedangkan *graphene* berbentuk serbuk. Pengamatan difraksi sinar x dilakukan pada sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dengan λ Cu-K α 1.54060 Å.



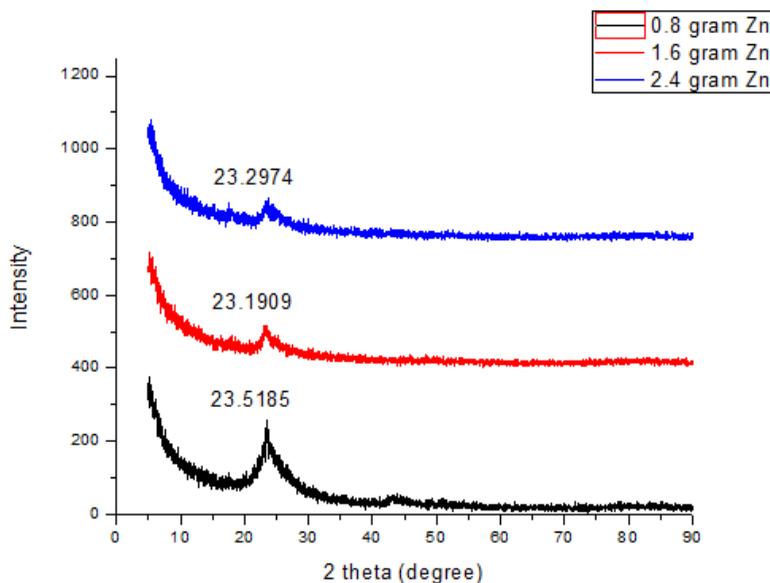
Gambar 4. 4 Perbandingan Hasil Pengujian XRD Grafit Murni dan Grafit Oksida

Gambar 4.4 memperlihatkan hasil XRD dari grafit dan GO. Grafit menunjukkan *peak* 2θ yang tinggi pada 26.5897 *d-spacing* 3.34968 Å sedangkan pada grafit oksida menunjukkan *peak* 2θ pada 12.0433 dengan *d-spacing* 7.342887 Å. Hal ini mengindikasikan bahwa grafit telah teroksidasi dengan baik (Zhang Hao-Bin dkk, 2010). Selain pola XRD yang berbeda antara grafit dan grafit oksida, terjadi juga peningkatan jarak antar lapisan (*d-spacing*) yang awalnya 3.34968 Å menjadi 8.24477 Å. Terjadinya peningkatan *d-spacing* pada grafit oksida disebabkan oleh adanya penambahan molekul air dan gugus oksigen diantara antar lapisan di dalam grafit oksida. (Kuila Tapas dkk, 2012).



Gambar 4. 5 Perbandingan Hasil Pengujian XRD Grafrit Oksida dan *graphene*

Gambar 4.5 memperlihatkan hasil XRD dari grafit oksida dan *graphene*. Pada pola XRD grafit oksida menunjukkan *peak* 2θ pada 12.0433 dengan *d-spacing* 7.342887 Å sedangkan pada *graphene* menunjukkan *peak* 2θ pada 24.1908 dengan *d-spacing* 3.676147 Å. Perubahan *peak* 2θ pada grafit oksida menjadi *graphene* tanpa ada *peak* lain yang terlihat mengindikasikan bahwa grafit oksida telah berubah menjadi lembaran *graphene* (Tran Diana N.H dkk, 2014). Dengan berkurangnya jarak antar lapisan grafit oksida yang awalnya 7.342887 Å berkurang menjadi 3.676147 Å. Hal ini menandakan bahwa grafit oksida telah tereduksi dengan baik karena *d-spacing* dari *graphene* semakin mendekati *d-spacing* dari grafit yaitu 3.34968 Å yang berarti bahwa gugus fungsi yang berada pada *graphene* oksida telah tereduksi dengan baik sehingga jarak antar lapisan dari *graphene* mengecil.



Gambar 4. 6 perbandingan hasil pengujian XRD pada temperatur 160°C

Tabel 4. 1 Tabel Hasil *d-spacing* yang dihasilkan pada temperatur 160°C dengan variasi massa 0,8 gram, 1,6 gram, dan 2,4 gram

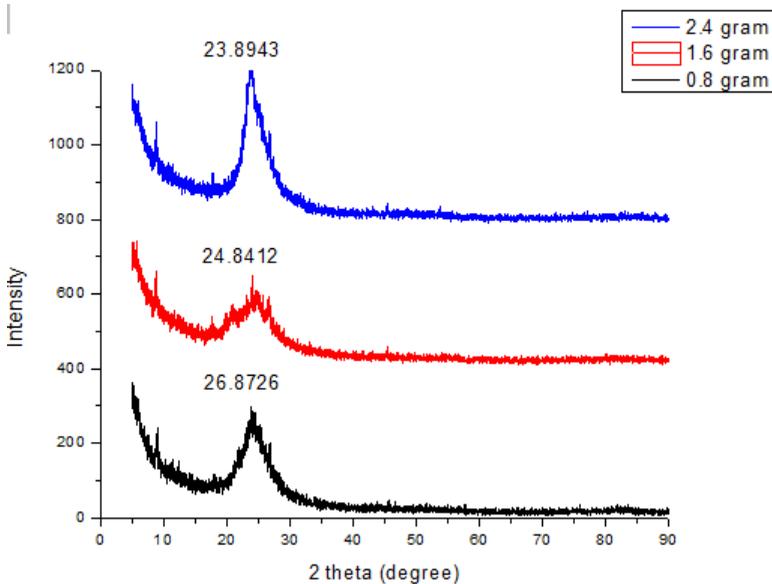
Temperatur (°C)	Massa Zn (gram)	<i>d-spacing</i> (Å)
160	0.8	3.78282
	1.6	3.83551
	2.4	3.81822

Hasil uji XRD sampel *graphene* hasil *hydrothermal* pada temperatur 160°C seperti yang terlihat pada gambar 4.6 menunjukkan adanya perubahan tinggi akibat perbedaan massa Zn yang diberikan sebagai *reductor agent* pada *graphene* oksida pada saat proses reduksi. Pada *graphene* dengan pemberian massa Zn 0.8 gram membentuk *peak* 2θ 23.5185 dengan *d-spacing* 3.78282 Å. *Graphene* dengan pemberian massa Zn 1.6 gram

membentuk *peak* 2θ 23.1909 dengan *d-spacing* 3.83551 Å dan *graphene* dengan pemberian massa 2.4 gram membentuk *peak* 2θ 23.2974 dengan *d-spacing* 3.81822 Å. Dari ketiga variasi massa tersebut terlihat pada tabel 4.1 bahwa terjadi penurunan *d-spacing* yang awalnya sebelum proses reduksi sebesar 7.342887 Å pada grafit oksida menjadi 3.78 – 3.83 Å, terjadi penurunan pada *d-spacing* menunjukkan bahwa proses reduksi berjalan dengan baik karena gugus fungsi karboksil dan hidroksil tereduksi jumlahnya sehingga mengakibatkan berkurangnya *d-spacing* pada lembaran *graphene*. dari gambar 4.6 terlihat bahwa dengan menggunakan temperatur 160°C proses *hydrothermal* tidak berjalan dengan optimal dikarenakan tekanan yang dibutuhkan untuk membentuk *graphene* kurang tinggi sehingga kristal yang dihasilkan kurang baik.

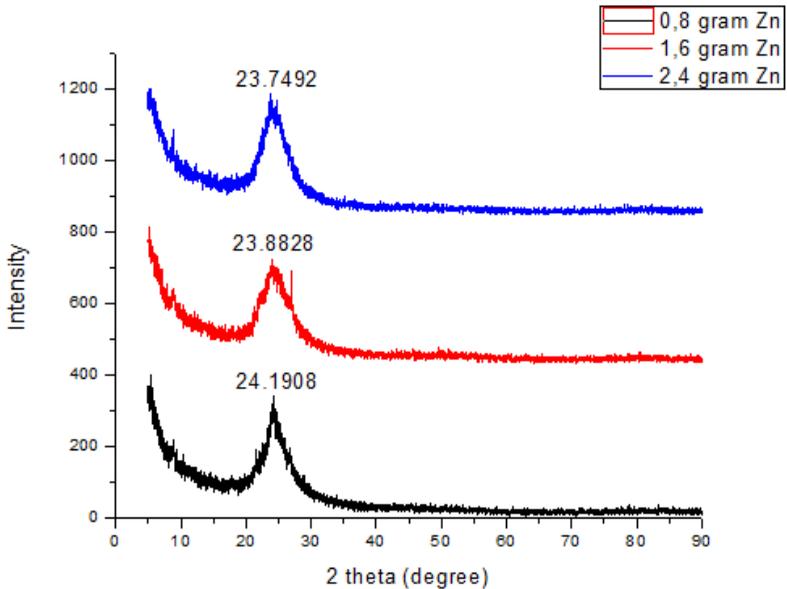
Tabel 4. 2 Tabel Hasil *d-spacing* yang dihasilkan pada temperatur 180°C dengan variasi massa 0,8 gram, 1,6 gram, dan 2,4 gram

Temperatur (°C)	Massa Zn (gram)	<i>d-spacing</i> (Å)
180	0.8	3.31779
	1.6	3.58431
	2.4	3.72417



Gambar 4. 7 Perbandingan hasil pengujian XRD pada temperatur 180°C

Hasil uji XRD menunjukkan bahwa sampel *graphene* pada temperatur 180°C pada gambar 4.7 menunjukkan adanya *peak* 2θ 23.89 – 26.87. Pada temperatur 180°C terjadi pergeseran *peak* 2θ ke kiri seiring dengan penambahan massa Zn. *Graphene* dengan pemberian massa sebanyak 0.8 gram memiliki panjang *d-spacing* 3.31779 Å, *graphene* dengan pemberian massa Zn sebanyak 1.6 gram memiliki panjang *d-spacing* 3.58431 Å dan *graphene* dengan pemberian massa 2.4 gram memiliki panjang *d-spacing* 3.72417 Å sehingga dapat disimpulkan hasil *graphene* dengan temperatur 180°C seiring dengan bertambahnya massa reduktor Zn pada proses reduksi *graphene* oksida menyebabkan bertambah panjang *d-spacing* pada hasil *graphene*.



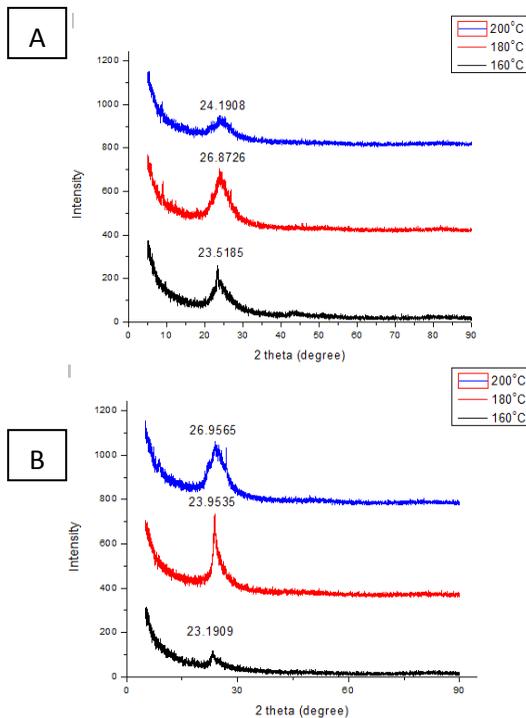
Gambar 4. 8 perbandingan hasil pengujian XRD pada temperatur 200°C

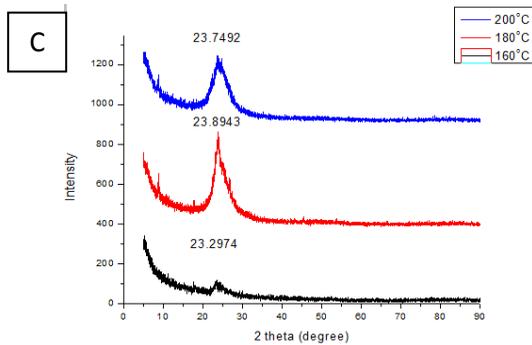
Tabel 4. 3 Hasil d-spacing yang dihasilkan pada temperatur 200°C dengan variasi massa 0,8 gram, 1,6 gram, dan 2,4 gram

Temperatur (°C)	Massa Zn (gram)	d-spacing (Å)
200	0.8	3.67919
	1.6	3.72593
	2.4	3.58022

Gambar 4.8 menunjukkan pola XRD *graphene* dari hasil sintesis menggunakan proses *hydrothermal* 200°C. Pada *graphene* dengan pemberian massa Zn 0.8 gram membentuk *peak* 2θ 23.7492 dengan *d-spacing* 3.67919 Å. *Graphene* dengan pemberian massa Zn 1.6 gram membentuk *peak* 2θ 23.8828 dengan *d-spacing* 3.72593 Å dan *graphene* dengan pemberian massa 2.4 gram massa Zn membentuk *peak* 2θ pada 24.1908 dengan *d-spacing* 3.58022 Å. Dari pola XRD pada gambar 4.8 dapat dilihat bahwa pada pola XRD dengan penambahan massa

Zn 1.6 gram terlihat ada grafit pada pola XRD yaitu pada peak 2θ 26.9565. Adanya grafit pada pola XRD ini menandakan proses pengoksidasian dari grafit menjadi grafit oksida kurang baik yang mengakibatkan masih ada grafit yang tidak teroksidasi dan pada saat direduksi grafit tidak bereaksi dan menjadi pengotor pada *graphene*. Pada tabel 4.3 terlihat bahwa *graphene* dengan pemberian massa 1.6 gram Zn tereduksi paling baik dibandingkan dengan pemberian massa 0.8 gram dan 2.4 gram. Hal tersebut dapat dilihat dari panjang *d-spacing* yang dihasilkan.



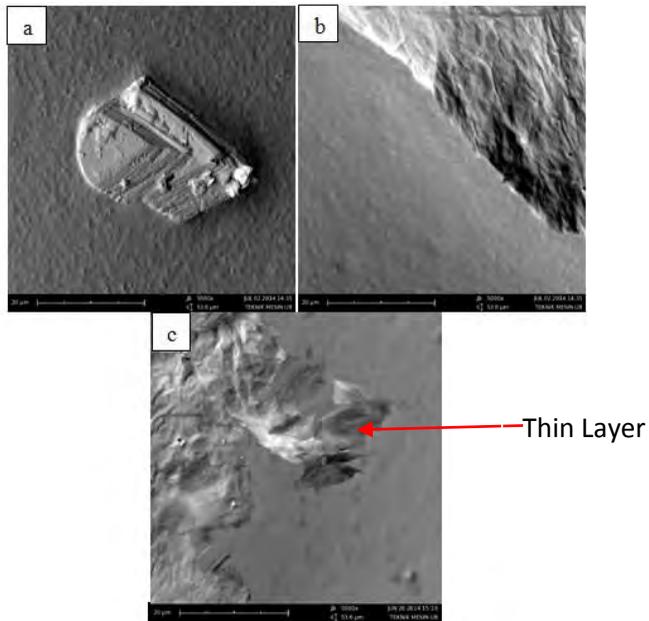


Gambar 4. 9 Perbandingan hasil XRD dengan Variasi Massa Zn (A) 0.8 gram (B) 1.6 gram dan (C) 2.4 gram

Gambar 4.9 menunjukkan pola XRD pada *graphene* dengan variasi penambahan massa 0.8 gram, 1.6 gram dan 2.4 gram. Terlihat pada gambar 4.9 bahwa intensitas tertinggi dengan masing-masing variasi massa Zn berada pada temperatur *hydrothermal* 180°C sehingga dapat disimpulkan pada temperatur tersebut proses *hydrothermal* berjalan dengan optimal.

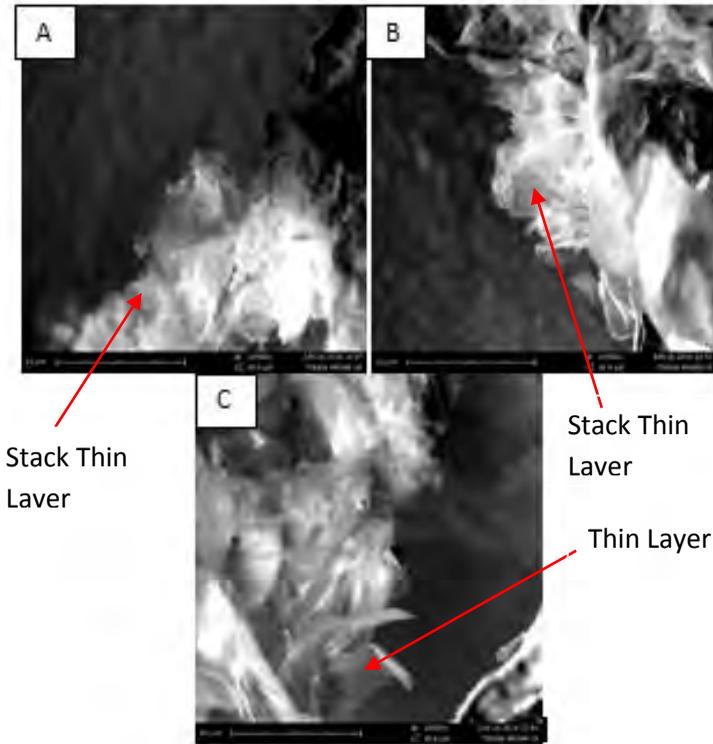
2.3.2 Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan bentuk partikel *graphene* yang terbentuk dari tiap-tiap variasi yang dilakukan. Pengamatan dilakukan dengan melakukan mesin SEM Phenom G2.



Gambar 4. 10 Morfologi Permukaan (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) *Graphene*

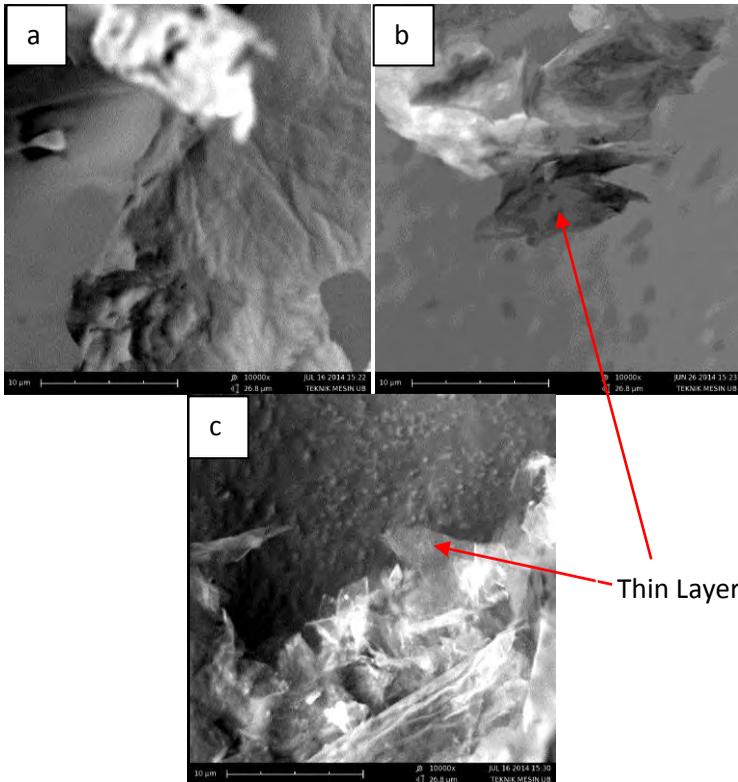
Gambar 4.10 menunjukkan morfologi dari butiran grafit, grafit oksida dan *graphene*. pada gambar 4.10 (a) terlihat bahwa grafit merupakan butiran besar dan terlihat pula bahwa ada garis – garis pada grafit, hal ini menunjukkan bahwa grafit terdiri dari lembaran *graphene* yang sangat banyak dan menumpuk sehingga membentuk grafit. Pada grafit oksida pada gambar 4.10 (b) terlihat bahwa terjadi perubahan yang signifikan antara grafit dan grafit oksida yaitu grafit oksida berupa lembaran – lembaran yang tebal. pada *graphene* hasil reduksi dari *graphene* oksida berupa lembaran – lembaran tipis dan ketika diamati dengan SEM tampak agak transparan. seperti pada gambar 4.10 (c)



M

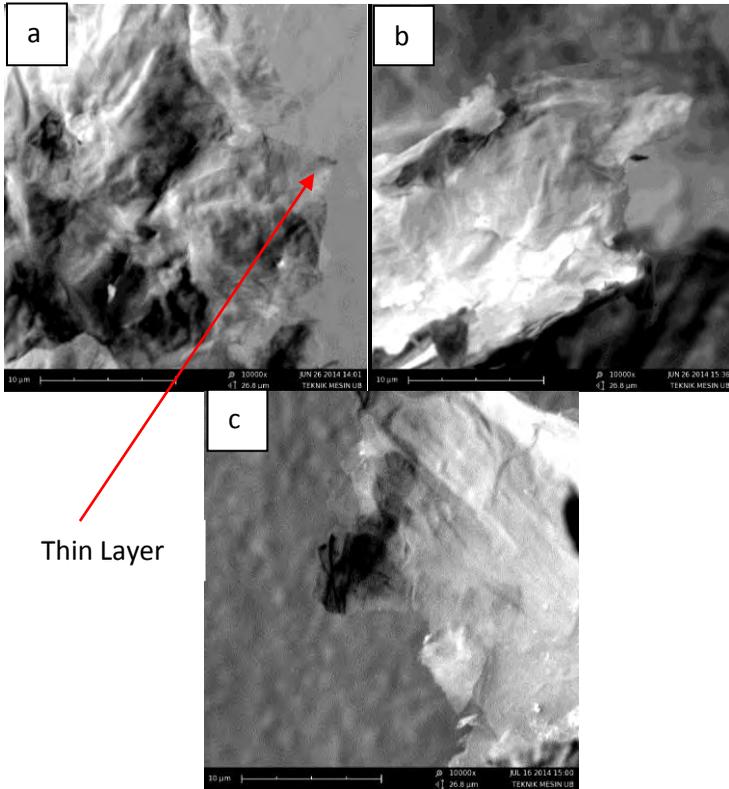
Gambar 4. 11 Hasil Pengamatan SEM temperatur *hydrothermal* 160°C Pada Penambahan Massa Zn (A) 0.8 gram (B) 1.6 gram (C) 2.4 gram dengan perbesaran 10000x

Gambar 4.11 memperlihatkan morfologi dari *graphene* hasil dari reduksi dengan menggunakan reduktor Zn dan menggunakan *hydrothermal* pada temperatur 160°C berbentuk lembaran-lembaran transparan yang bertumpuk. Dan pada gambar 4.11 (c) terlihat ada lapisan tipis *graphene* yang terkelupas.



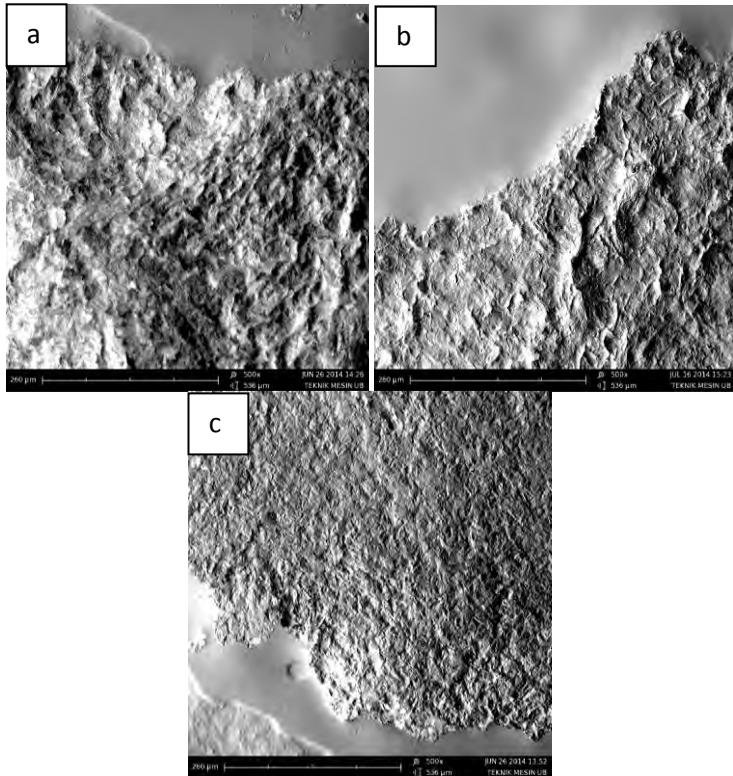
Gambar 4. 12 Hasil Pengamatan SEM Temperatur *Hydrothermal* 180°C Pada Penambahan Massa Zn (a) 0.8 gram (b) 1.6 gram (c) 2.4 gram

Gambar 4.12 memperlihatkan morfologi dari *graphene* hasil dari *hydrothermal* dengan temperatur 180°C. Seiring dengan penambahan massa Zn sebagai reduktor menyebabkan morfologi permukaan pada *graphene* semakin tipis. Hal ini disebabkan karena proses reduksi yang telah berjalan dengan optimal.



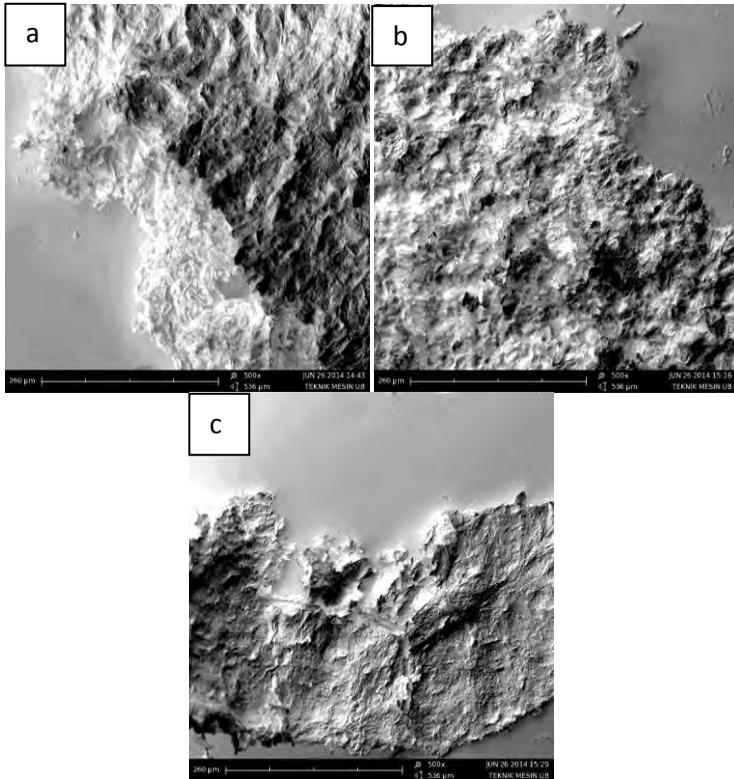
Gambar 4. 13 Hasil Pengamatan SEM Temperatur *Hydrothermal* 200°C pada Penambahan Massa Zn (a) 0.8 gram (b) 1.6 gram (c) 2.4 gram

Gambar 4.13 menunjukkan morfologi dari *graphene* hasil dari *hydrothermal* dengan temperatur 200°C. Seperti pada variasi temperatur 180°C, terlihat dari gambar 4.13 bahwa semakin meningkatnya pemberian massa Zn pada saat proses reduksi *graphene* oksida menghasilkan morfologi permukaan yang semakin tipis.



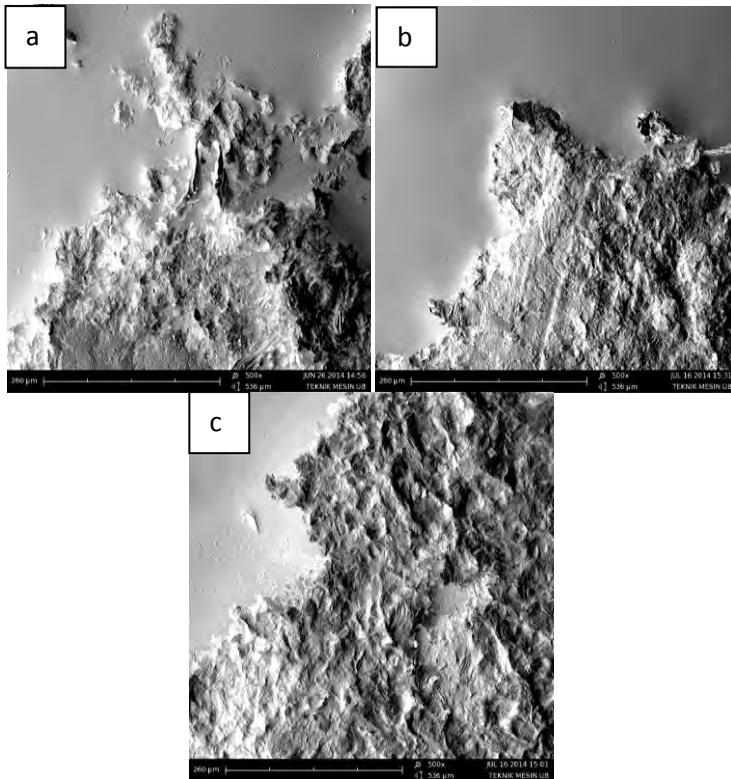
Gambar 4. 14 Hasil Pengamatan SEM Penambahan Massa Zn 0.8 gram Pada Temperatur (a) 160°C (b)180°C (c) 200°C

Pada gambar 4.14 memperlihatkan morfologi dari *graphene* direduksi dengan serbuk Zn sebanyak 0.8 gram. Terlihat pada gambar bahwa semakin tinggi temperatur yang digunakan dalam proses *hydrothermal* menyebabkan kerutan pada permukaan menghilang. Hal ini dapat terjadi karena pemberian temperatur *hydrothermal* dan tekanan dalam *autoclave* akan memberikan pengaruh yang besar pada struktur dan morfologi yang dihasilkan.



Gambar 4. 15 Hasil Pengamatan SEM Penambahan Massa Zn 1.6 gram Pada Temperatur (a) 160°C (b)180°C (c) 200°C

Pada gambar 4.15 memperlihatkan morfologi permukaan dari *graphene* yang direduksi dengan menggunakan serbuk Zn sebanyak 1.6 gram. Pada temperatur 160°C dan 180°C terlihat permukaan *graphene* menggumpal dan mengkerut dan pada temperatur 200°C terlihat kerutan pada *graphene* berkurang.



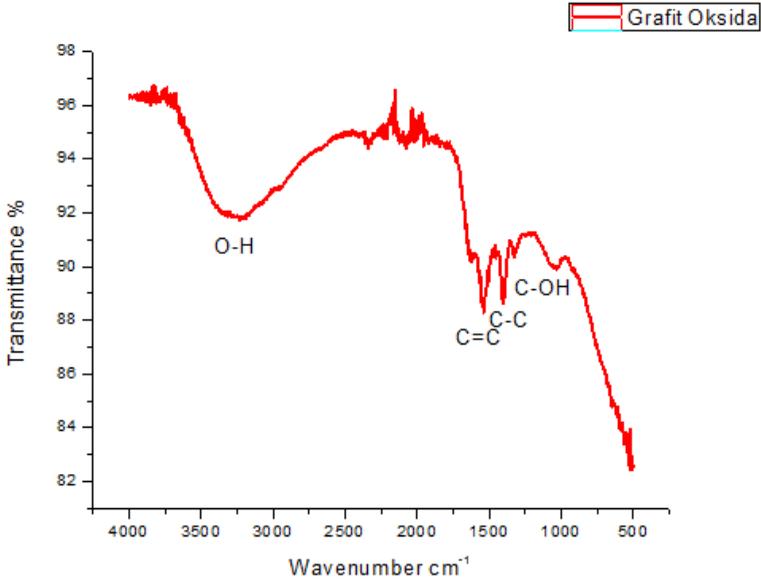
Gambar 4. 16 Hasil Pengamatan SEM Penambahan Massa Zn 2.4 gram Pada Temperatur (a) 160°C (b)180°C (c) 200°C

Pada gambar 4.16 menunjukkan morfologi *graphene* dengan penambahan 2,4 gram massa Zn. Pada gambar 4.16 (a), (b), dan (c) memperlihatkan *graphene* yang menggumpal dan memiliki kerutan.

2.3.3 Hasil Pengujian *Fourier-Transform Infrared* (FTIR)

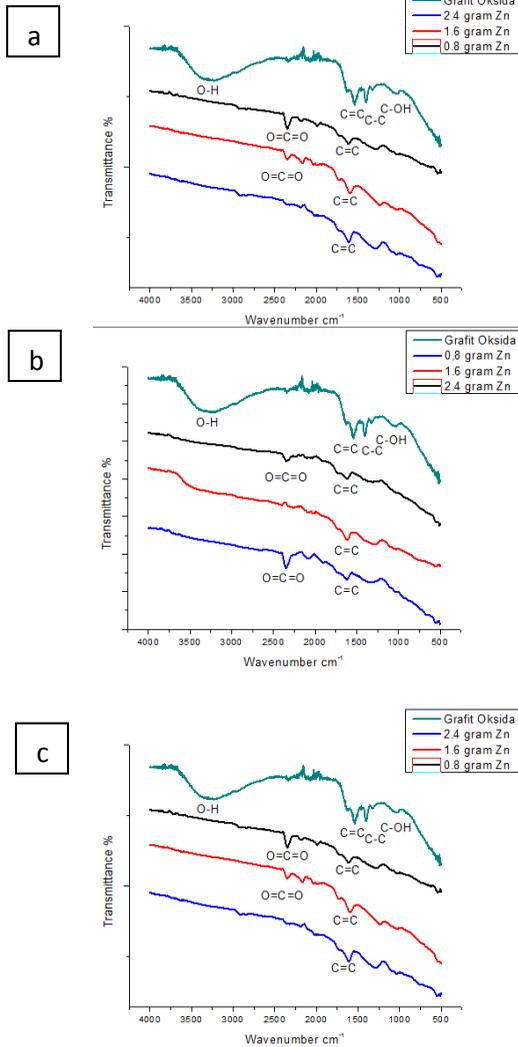
Pengujian *Fourier-Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk mengamati perubahan ikatan yang terjadi pada material selama proses oksidasi-reduksi. Pengujian FTIR dilakukan menggunakan

Scientific Nicolet iS10, instrument ini memanfaatkan gelombang inframerah dengan range panjang gelombang sebesar 500 – 4000 cm^{-1} yang berguna untuk mengidentifikasi pola vibrasi pada masing-masing ikatan yang ada pada material.



Gambar 4. 17 Hasil Pengujian FTIR Grafite Oksida

Pada gambar 4.17 terdapat *peak* yang muncul pada grafite oksida yaitu pada panjang gelombang 3232 cm^{-1} diidentifikasi sebagai ikatan O-H yang dapat disimpulkan bahwa grafite oksida memiliki kandungan air didalamnya. Pada *peak* 1325 cm^{-1} diidentifikasi sebagai ikatan C-OH yang berarti proses oksidasi dari grafite menjadi grafite oksida berjalan dengan baik. Pada *peak* 1403 cm^{-1} C-H *deformation Vibrations*. Dan pada panjang gelombang 1538 merupakan panjang gelombang dari ikatan C=C aromatik.



Gambar 4. 18 Spektrum IR pada GO dan *Graphene* Hasil Proses *Hydrothermal* Pada Temperatur (a) 160°C (b) 180°C (c) 200°C

Pada gambar 4.18 (a) pada variasi massa 2.4 gram serbuk Zn hanya teridentifikasi ikatan C=C aromatik yang merupakan indikasi terbentuknya *graphene* karena merupakan ikatan utama dari struktur *graphene*. dari grafik tersebut dapat dikatakan bahwa pada pemberian 2.4 gram Zn pada temperatur 160°C terjadi proses reduksi sempurna.

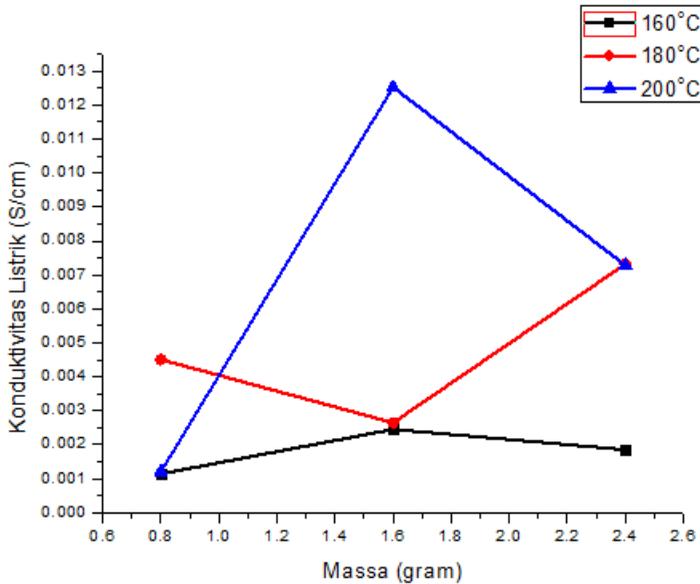
Pada gambar 4.18 (b) terdapat proses reduksi sempurna antara grafit oksida menjadi *graphene* pada penambahan 1.6 gram massa Zn pada temperatur 180°C pada proses *hydrothermal*. Sedangkan pada penambahan massa 0.8 gram dan 2.4 gram terdapat ikatan O=C=O yang diduga merupakan gas CO₂ yang berikatan diantara permukaan grafit oksida karena pada umumnya reaksi yang terjadi pada material organik membebaskan gas CO₂.

2.3.4 Pengujian Konduktivitas Elektrik

Pengujian Konduktivitas elektrik bertujuan untuk mengetahui konduktivitas elektrik material *graphene*. Metode yang digunakan adalah *Four Point Probe* (FPP). Material *graphene* disusun atas *tape* dengan 1 x 1 cm².

Tabel 4. 4 Hasil Pengujian Konduktivitas Elektrik *Graphene* untuk variasi massa Zn

Material	Temperatur (°C)	Massa Zn (gram)	Konduktivitas listrik (S/cm)
<i>graphene</i>	160	0.8	0.001142
		1.6	0.002456
		2.4	0.001859
	180	0.8	0.004508
		1.6	0.002648
		2.4	0.007317
	200	0.8	0.001208
		1.6	0.012526
		2.4	0.007282

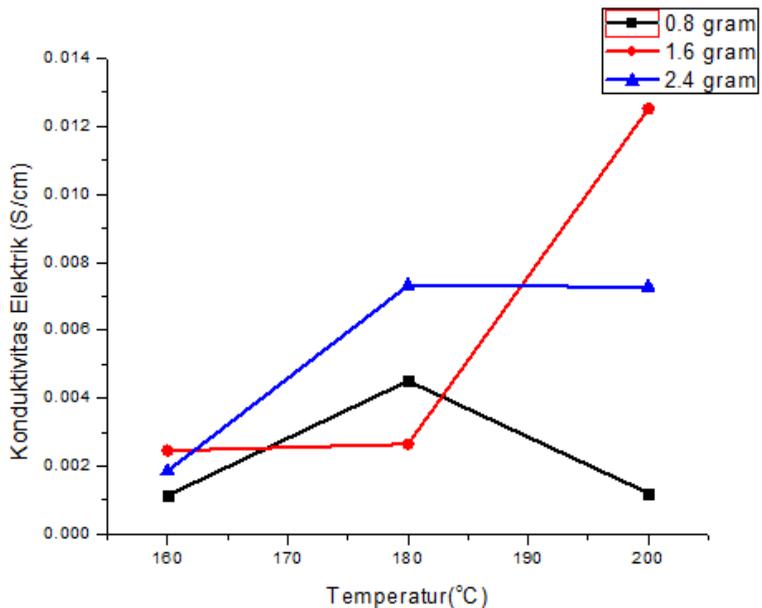


Gambar 4. 19 Pengaruh Massa Zn Terhadap Konduktivitas Elektrik *Graphene*

Pada tabel 4.4 merupakan hasil pengujian nilai konduktivitas elektrik dari material *graphene* yang dihasilkan dengan variasi massa Zn. Didapatkan dari data bahwa pada temperatur 160°C *graphene* yang memiliki konduktivitas tertinggi pada massa 1.6 gram. Pada temperatur 180°C konduktivitas elektrik tertinggi pada *graphene* pada massa 2.4 gram dan untuk temperatur 200°C pada massa 1.6. dari gambar 4.17 dapat dilihat pada penambahan massa Zn 1.6 konduktivitas elektrik cenderung naik hanya saja pada temperatur 180°C konduktivitas elektrik pada massa 1.6 gram menurun.

Tabel 4. 5 Hasil Pengujian Konduktivitas Elektrik *Graphene* Untuk Variasi Temperatur *Hydrothermal*

Material	Massa Zn (gram)	Temperatur (°C)	Konduktivitas listrik (S/cm)
<i>graphene</i>	0.8	160	0.001142
		180	0.002456
		200	0.001859
	1.6	160	0.002456
		180	0.002648
		200	0.007317
	2.4	160	0.001859
		180	0.012526
		200	0.007282

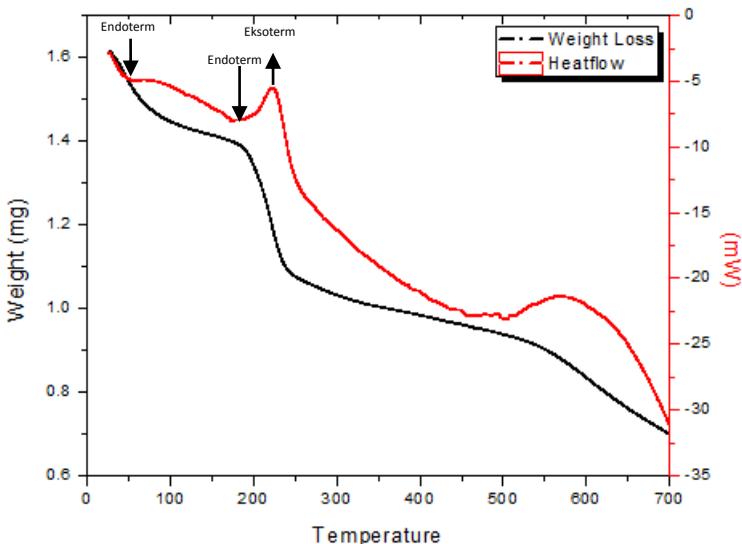


Gambar 4. 20 Pengaruh Temperatur *Hydrothermal* Terhadap Konduktivitas Elektrik *Graphene*

Tabel 4.5 merupakan hasil pengujian nilai konduktivitas elektrik dari material *graphene* yang dihasilkan dengan variasi temperatur *hydrothermal*. Didapatkan dari data bahwa pada temperatur 180°C saat proses *hydrothermal* dapat meningkatkan nilai konduktivitas elektrik kecuali pada pemberian massa 1.6 gram.

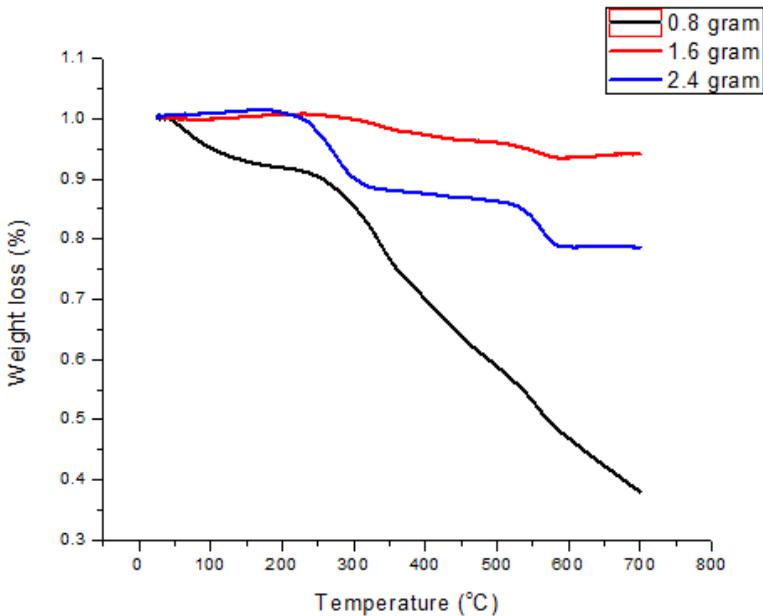
Hasil konduktivitas elektrik yang dihasilkan pada penelitian ini jauh berbeda jika dibandingkan dengan tabel 2.2. hal ini disebabkan karena metode sintesis *graphene* yang berbeda, karena hasil pembuatan *graphene* pada penelitian ini merupakan proses *chemical exfoliation* dan proses reduksi dari *graphene oxide*.

2.3.5 Pengujian *Thermo Gravimetric Analysis (TGA)* dan *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*

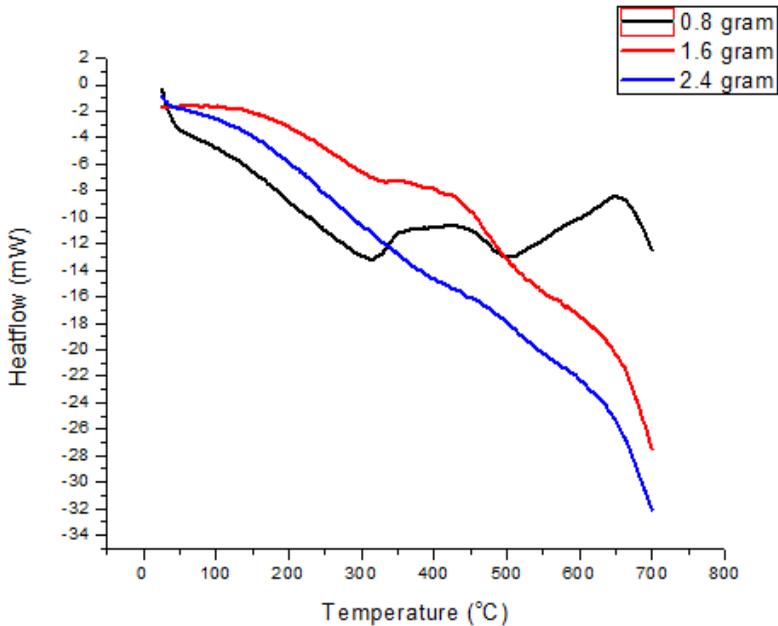


Gambar 4. 21 Hasil TGA /DSC dari Grafit Oksida

Pada gambar 4.21 didapatkan hasil dari TGA/DSC pada grafit oksida. Didapatkan dari *heatflow* terdapat dua titik reaksi *endoterm* dan satu titik *eksoterm* pada grafit oksida. Yaitu pada saat 60°C terjadi reaksi endoterm pertama yaitu terjadinya pelepasan zat-zat *volatile* seperti H₂O, hal tersebut berkaitan dengan hasil FTIR dari grafit oksida, yaitu pada *spectra* 3232cm⁻¹ terdapat ikatan O-H pada grafit oksida. Sehingga, pada temperatur 60°C pengurangan massa pada grafit oksida diakibatkan oleh pelepasan ikatan-ikatan O-H. pada reaksi *endoterm* kedua terdapat pelepasan zat-zat lanjut *volatile* pada grafit oksida yang menyebabkan penurunan massa. Pada temperatur 230°C terdapat reaksi *eksoterm* yaitu pelepasan air kristal pada grafit oksida. Terjadinya reaksi *eksoterm* ini menyebabkan grafit oksida kehilangan hampir 25% dari massa total.

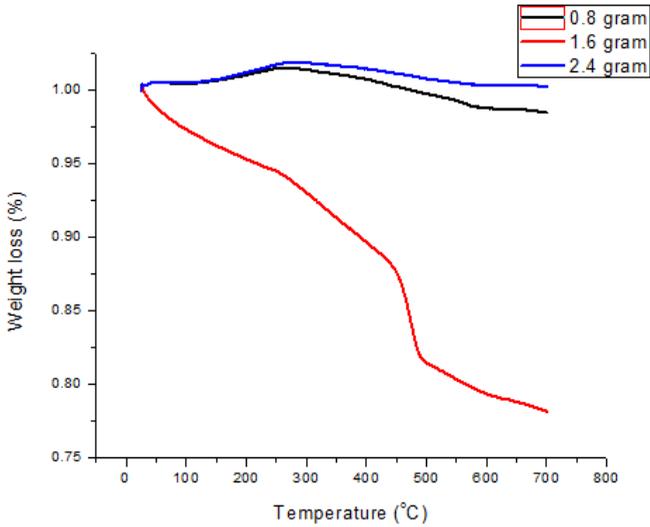


Gambar 4. 22 Hasil *Weightloss* pada *Graphene* Pada Temperatur 160°C

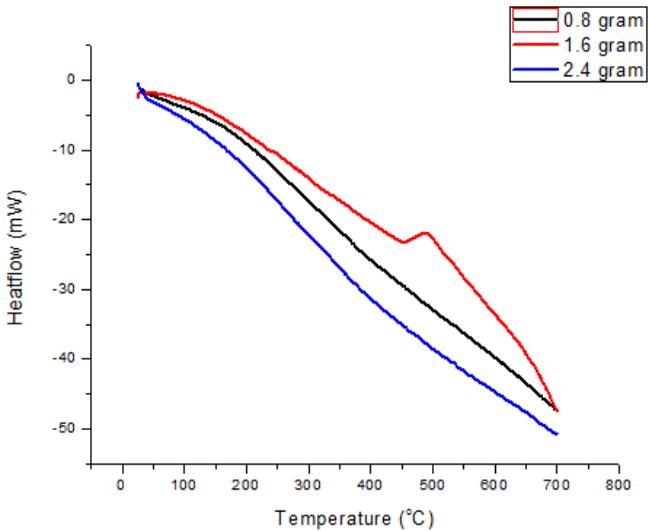


Gambar 4. 23 Hasil *Heatflow* Pada *graphene* Pada Temperatur 160°C

Pada gambar 4.22 dan 4.23 didapatkan hasil dari TGA/DSC pada *graphene* pada temperatur 160°C. dari gambar 4.22 didapatkan bahwa pada variasi massa 1.6 gram dan 2.4 gram serbuk Zn didapatkan pola yang sama, yaitu terjadi pengurangan massa pada temperatur 250°C dan pada temperatur 550°C. walaupun memiliki pola yang sama, tetapi pada variasi 2.4 gram terjadi pengurangan yang lebih besar daripada pada variasi 1.6 gram yaitu kurang lebih sebesar 12.5% pada 250°C dikarenakan oleh pelepasan air kristal dan terjadi pengurangan massa lagi sebesar 10% pada temperatur 550°C.

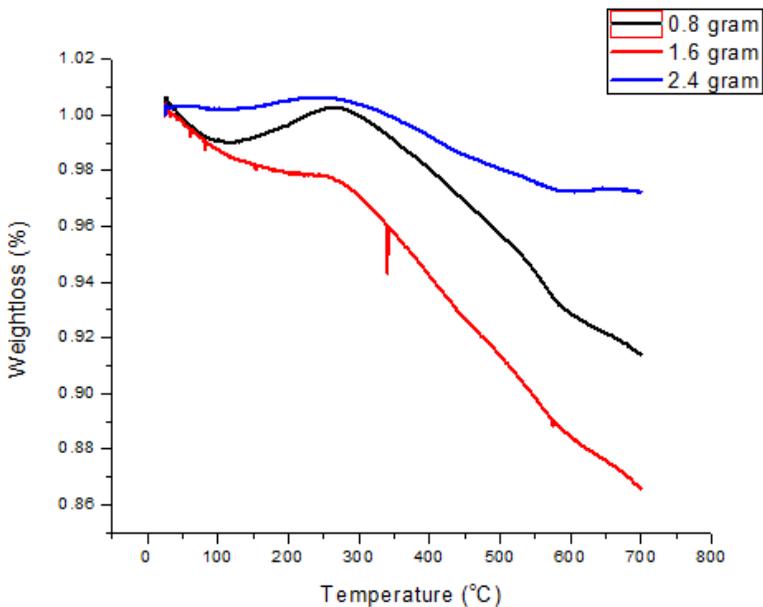


Gambar 4. 24 Hasil *Weightloss* pada Graphene Pada Temperatur 180°C

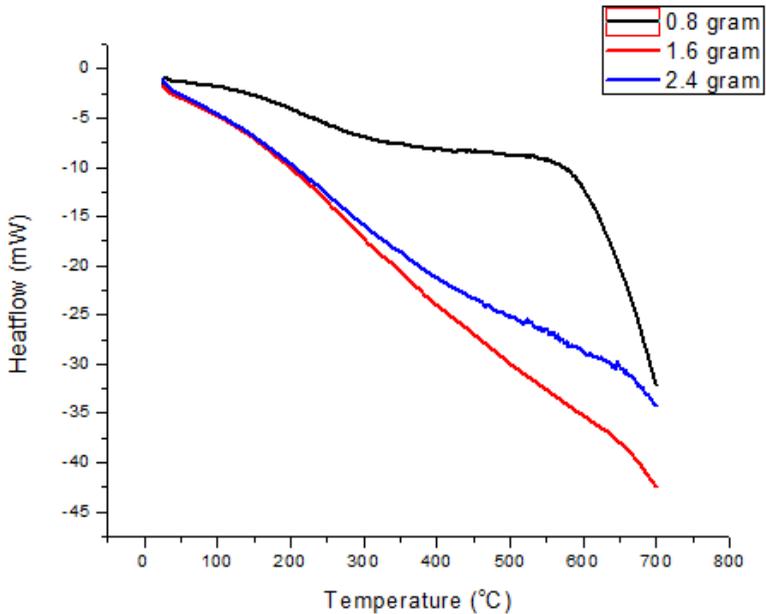


Gambar 4. 25 Hasil *Heatflow* Pada *graphene* Pada Temperatur 180°C

Pada gambar 4.24 dan 4.25 didapatkan hasil dari TGA/DSC pada *graphene* pada temperatur 180°C. dari gambar 4.24 didapatkan pada variasi massa 0.8 gram dan 2.4 gram terjadi sedikit penambahan massa pada temperatur 250°C dan setelah itu mulai terdekomposisi pada temperatur 300°C. Pada variasi 1.6 gram sudah mulai terdekomposisi terus menerus mulai dari temperatur 50°C karena sesuai dengan gambar 4.18 (b) menunjukkan bahwa *graphene* dengan temperatur 180°C dengan variasi massa 1.6 gram Zn hanya memiliki ikatan C=C aromatik. Sehingga yang terjadi pada *graphene* tersebut hanya terdekomposisi.



Gambar 4. 26 Hasil Weight Loss pada Graphene Pada Temperatur 200°C



Gambar 4. 27 Hasil *Heatflow* Pada *graphene* Pada Temperatur 200°C

Pada gambar 4.26 memperlihatkan pola serupa dari masing-masing variasi. Yaitu terjadi pengurangan massa pada temperatur 50°C dan pada temperatur 100°C pada variasi 0.8 gram dan 2.4 gram serbuk Zn terjadi penambahan massa sampai temperatur 275°C dan setelah itu terdekomposisi. Pada variasi 1.6 di temperatur 100°C tidak mengalami penambahan massa dan mulai terdekomposisi pada temperatur 275°C. Hasil TGA dan DSC pada gambar 2.22 – 2.27 menunjukkan kurva yang jauh berbeda jika dibandingkan dengan hasil kurva pada Xiaoguang Mei dan Jianyong Ouyang pada gambar 2.5. Hal ini disebabkan oleh karena perbedaan proses yang dilakukan dan hasil proses oksidasi dan reduksi yang dihasilkan berbeda.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

2.1 Kesimpulan

Beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah :

1. *Graphene* dapat disintesis menggunakan metode *hydrothermal* dengan menggunakan serbuk Zn sebagai reduktor dengan variasi penambahan massa Zn sebesar 0.8 gram, 1.6 gram dan 2.4 gram serta variasi temperatur *hydrothermal* sebesar 160°C, 180°C, dan 200°C
2. Pada penelitian ini diperoleh *graphene* yang memiliki sifat terbaik dengan penggunaan reduktor 2.4 gram Zn dan temperatur *hydrothermal* 200°C. didapatkan seiring dengan penambahan serbuk Zn akan menjadikan morfologi *graphene* menjadi semakin tipis. Nilai Konduktivitas elektrik tertinggi didapatkan dari variasi penambahan serbuk Zn sebesar 1.6 gram dengan temperatur *hydrothermal* 200°C yaitu sebesar 0.012526 S/cm.

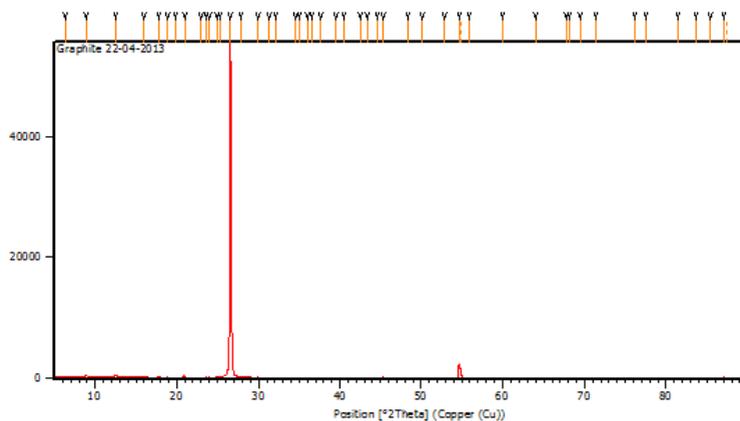
2.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Memanfaatkan *graphene* yang telah disintesis untuk penelitian selanjutnya.
2. Melakukan sintesis *graphene* dengan menggunakan metode lain yang menghasilkan *graphene* yang lebih baik.

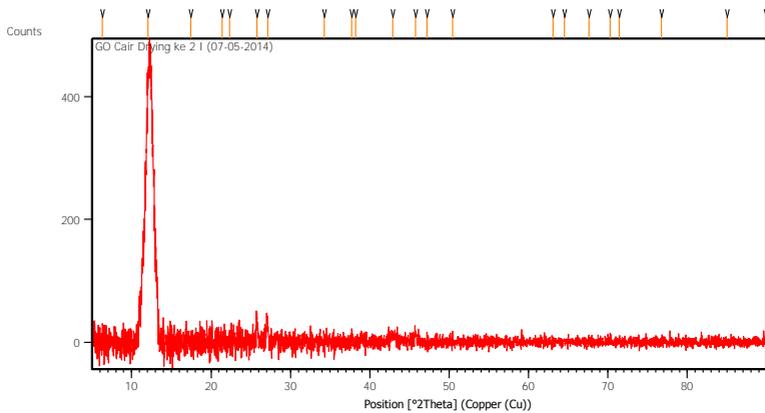
LAMPIRAN

XRD Grafit



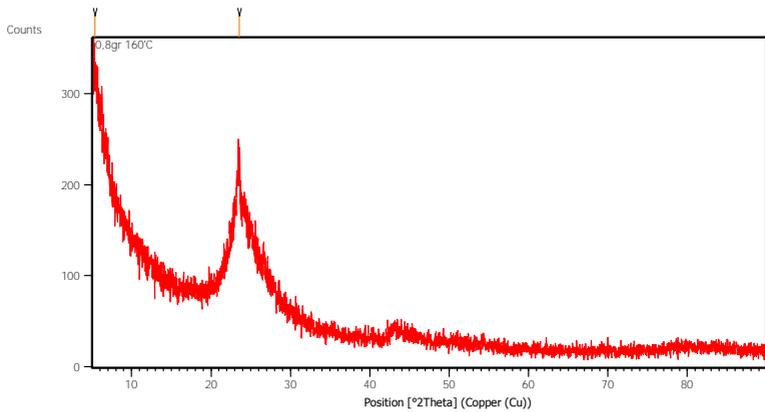
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.3112	125.84	0.1338	14.00494	0.23
8.9114	407.76	0.0836	9.92347	0.74
12.5876	440.65	0.1004	7.03236	0.79
15.9815	28.29	0.8029	5.54579	0.05
17.7949	145.34	0.1673	4.98450	0.26
18.8910	103.41	0.2007	4.69771	0.19
19.8844	65.03	0.1673	4.46519	0.12
20.9408	261.61	0.1506	4.24226	0.47
22.9437	43.63	0.2676	3.87627	0.08
23.5906	182.42	0.0669	3.77141	0.33
23.9771	153.41	0.1338	3.71149	0.28
24.9282	236.04	0.1506	3.57200	0.43
25.2522	295.24	0.1338	3.52690	0.53
26.5897	55439.98	0.2007	3.35245	100.00
27.8628	295.69	0.2007	3.20210	0.53
29.9500	162.30	0.1171	2.98353	0.29
31.3088	103.62	0.2007	2.85708	0.19
32.1155	63.83	0.2007	2.78713	0.12
34.5620	45.65	0.2676	2.59524	0.08
35.0136	104.08	0.2342	2.56279	0.19
35.9959	42.20	0.2676	2.49508	0.08
36.5768	168.59	0.0502	2.45678	0.30
37.6281	50.80	0.2676	2.39052	0.09
39.5395	88.51	0.1338	2.27926	0.16
40.4156	66.47	0.1338	2.23184	0.12
42.4226	156.91	0.0612	2.12902	0.28
43.4092	30.18	0.4015	2.08462	0.05

XRD Grafit Oksida



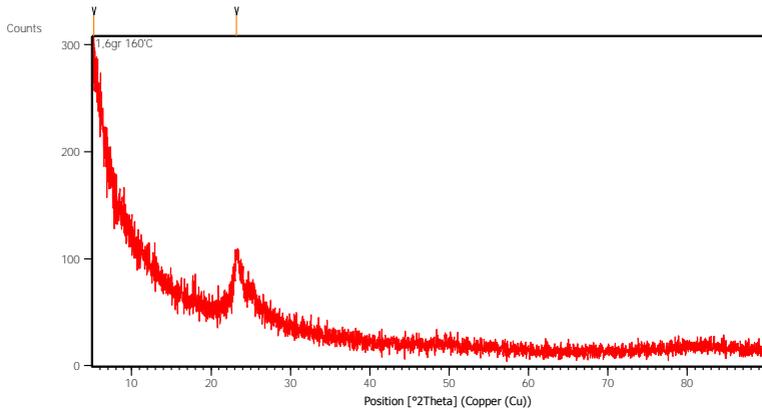
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.3385	39.37	0.0669	13.94454	9.28
12.0433	424.33	0.2007	7.34896	100.00

XRD Graphene 0.8 gram Zn dengan Temperatur 160 $^{\circ}$ C



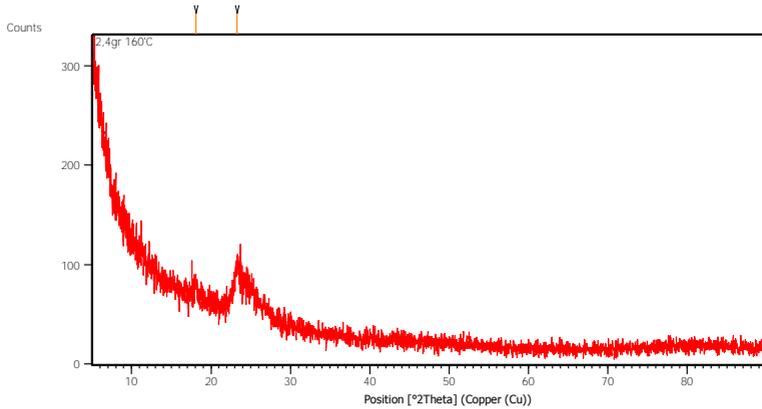
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.3472	91.84	0.6691	16.52748	100.00
23.5185	84.71	0.3346	3.78282	92.24

XRD Graphene 1.6 gram Zn dengan Temperatur 160°C



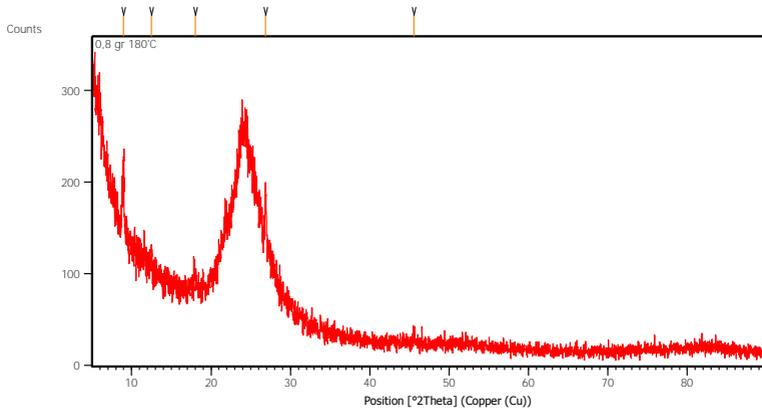
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2432	94.45	0.6691	16.85491	100.00
23.1909	40.61	0.4015	3.83551	42.99

XRD Graphene 2.4 gram Zn dengan Temperatur 160°C



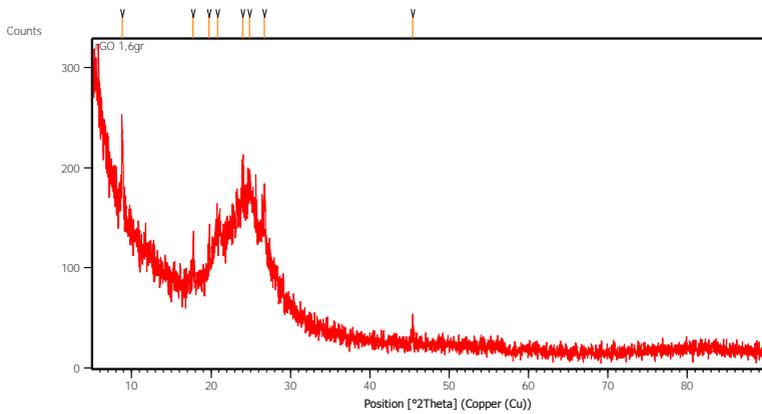
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.0576	17.14	0.2676	4.91259	49.74
23.2974	34.45	0.5353	3.81822	100.00

XRD Graphene 0.8 gram Zn dengan Temperatur 180°C



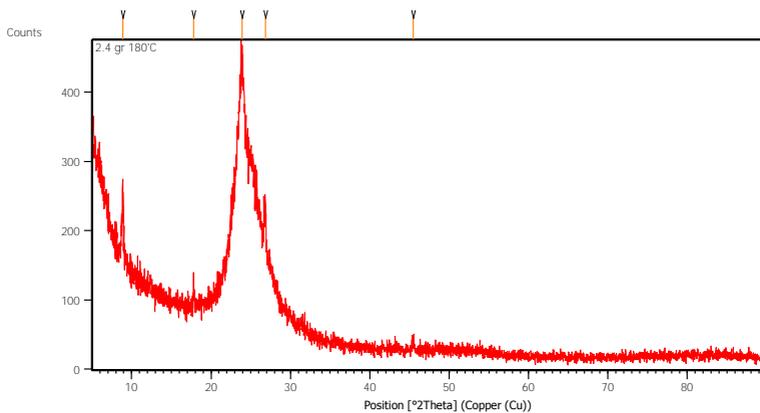
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9895	82.74	0.1004	9.83738	100.00
12.4974	22.02	0.2007	7.08292	26.61
18.0062	14.15	0.4015	4.92651	17.10
26.8726	54.79	0.1673	3.31779	66.23
45.5384	12.68	0.2007	1.99198	15.32

XRD Graphene 1.6 gram Zn dengan Temperatur 180°C



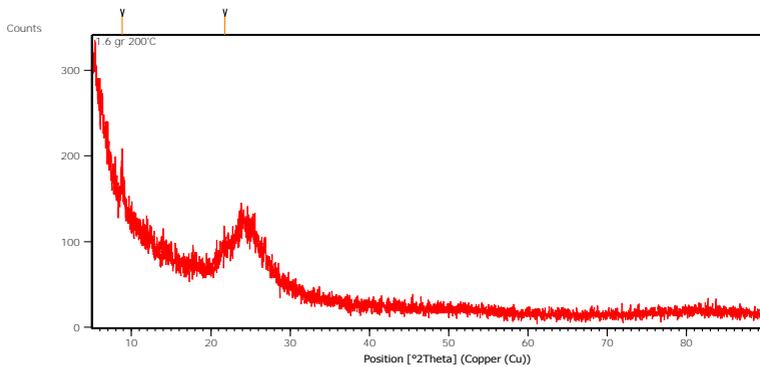
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8074	77.20	0.1673	10.04047	100.00
17.7671	28.81	0.2007	4.99225	37.33
19.7789	23.27	0.2007	4.48877	30.14
20.8488	23.97	0.6691	4.26079	31.05
23.9755	57.51	0.2676	3.71173	74.50
24.8412	64.95	0.4015	3.58431	84.14
26.7398	72.31	0.1673	3.33397	93.67
45.4086	11.88	0.2007	1.99738	15.39

XRD Graphene 2.4 gram Zn dengan Temperatur 180°C



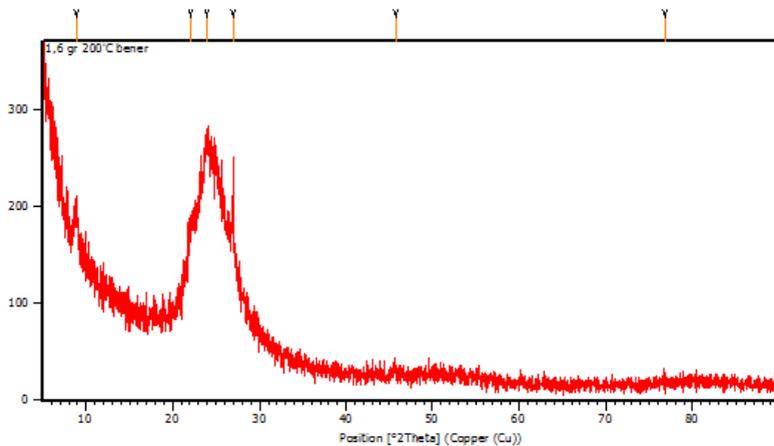
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8716	93.50	0.1004	9.96792	32.37
17.8056	26.71	0.2007	4.98155	9.24
23.8943	288.89	0.6022	3.72417	100.00
26.8381	103.42	0.1338	3.32199	35.80
45.4414	13.40	0.3346	1.99601	4.64

XRD Graphene 0.8 gram Zn dengan Temperatur 200°C



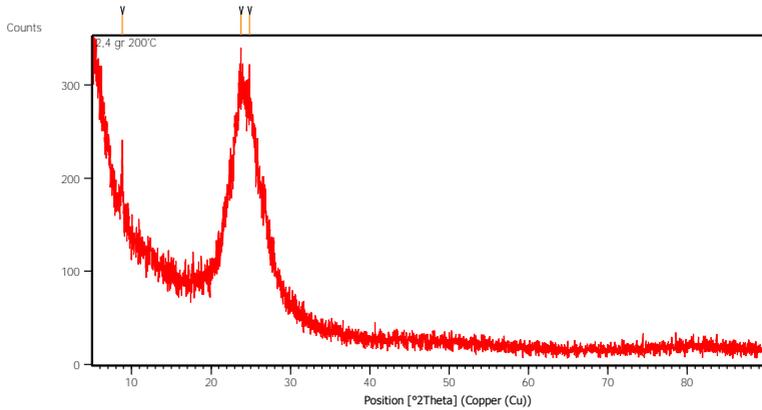
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.7941	41.53	0.2007	10.05559	100.00
21.7845	9.09	0.8029	4.07984	21.88

XRD Graphene 1.6 gram dengan Temperatur 200°C



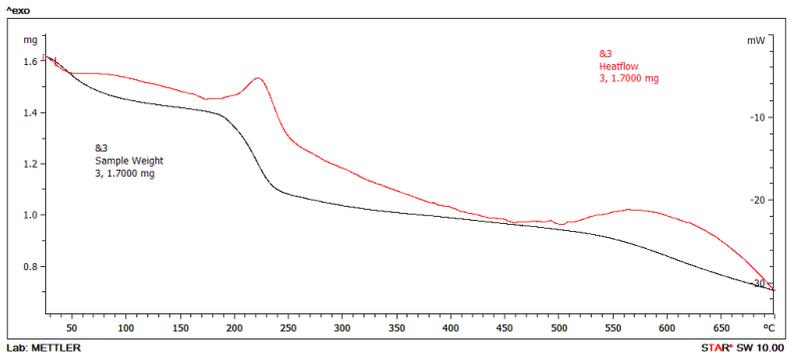
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9164	27.02	0.4015	9.91791	34.89
22.0575	39.16	0.4015	4.02995	50.56
23.8828	75.05	0.4684	3.72593	96.90
26.9565	77.45	0.1338	3.30766	100.00
45.7272	8.55	0.3346	1.98419	11.04
76.7970	3.70	0.8029	1.24119	4.78

XRD Graphene 2.4 gram dengan Temperatur 200°C



Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8248	57.74	0.1338	10.02066	55.38
23.7492	104.26	0.6691	3.74659	100.00
24.8701	89.27	0.9368	3.58022	85.63

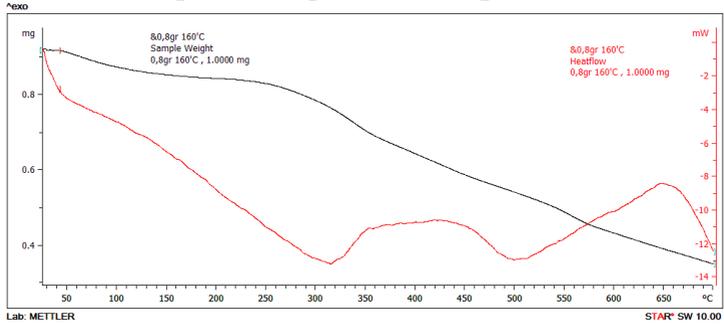
DSC/TGA Grafit Oksida



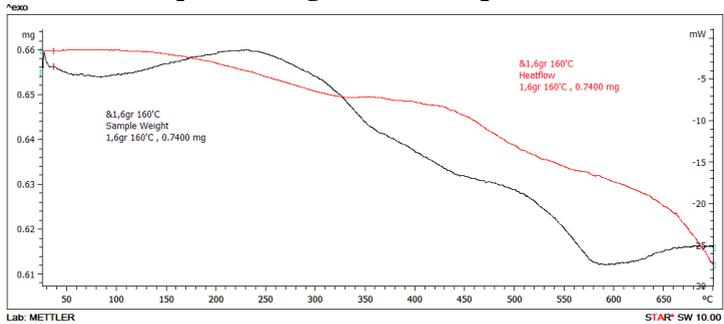
Lab: METTLER

STAR SW 10.00

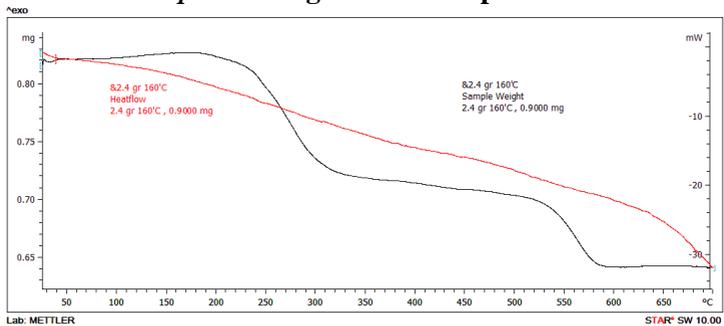
DSC/TGA Graphene 0.8 gram Zn Temperatur 160°C



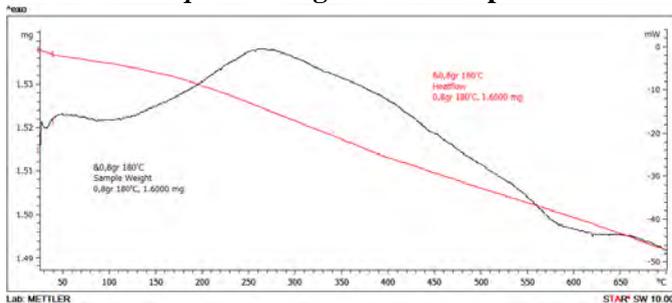
DSC/TGA Graphene 1.6 gram Zn Temperatur 160°C



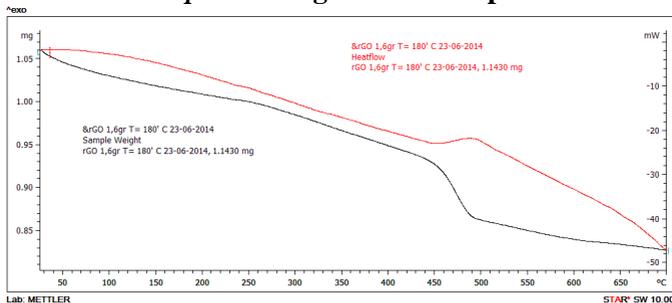
DSC/TGA Graphene 2.4 gram Zn Temperatur 160°C



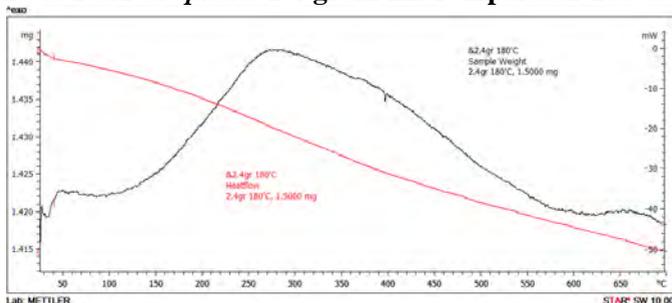
DSC/TGA Graphene 0.8 gram Zn Temperatur 180°C



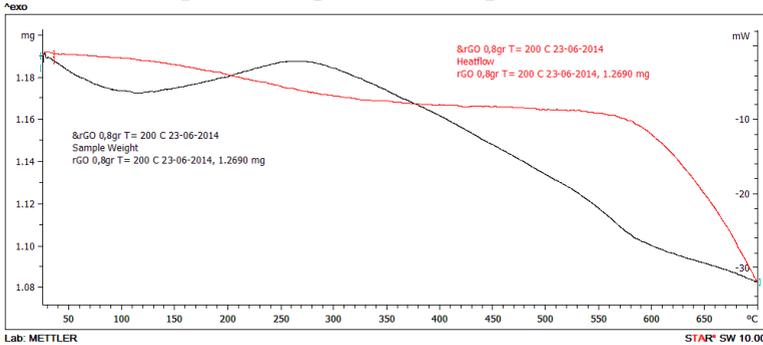
DSC/TGA Graphene 1.6 gram Zn Temperatur 180°C



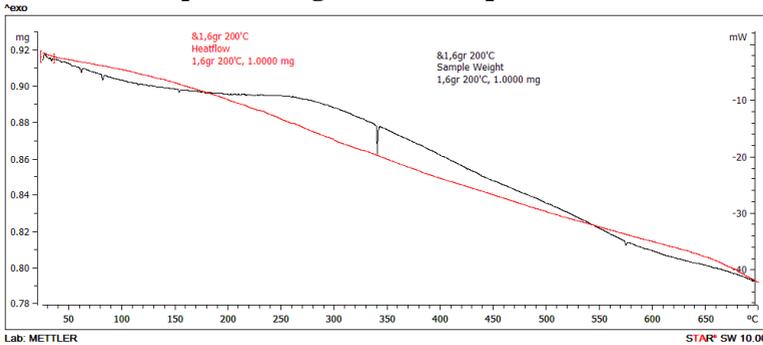
DSC/TGA Graphene 2.4 gram Zn Temperatur 180°C



DSC/TGA Graphene 0.8 gram Zn Temperatur 200°C



DSC/TGA Graphene 1.6 gram Zn Temperatur 200°C



DSC/TGA Graphene 2.4 gram Zn Temperatur 200°C

