



**SINTESIS *GRAPHENE* DARI LIMBAH BATU
BATERAI SENG KARBON MENGGUNAKAN
METODE *MICROWAVE***

Skripsi

disusun untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

Oleh:

Muhammad Harir
4311415005

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2020

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul “Sintesis Graphene dari Limbah Batu Baterai Seng Karbon Menggunakan Metode Microwave” karya Muhamad Harir NIM 4311415005 ini telah dipertahankan dalam Ujian skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 17 Juli 2020 dan disahkan oleh Panitia Ujian.

Semarang, 18 Agustus 2020

Panitia



Du Nurianto, M.Si
NIP. 196102191993031001

Sekretaris,

Dr. Sigit Priatmoko, M.Si
NIP. 196504291991031001

Penguji I,

Cepi Kurniawan, M.Si, Ph.D
NIP. 198104112005011001

Penguji II,

Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si
NIP. 197704112005012014

Penguji III / Pembimbing,

Endah Fitriani Rahayu, S.Si, M.Sc
NIP. 198705202014042002

PERNYATAAN

Dengan ini, saya

Nama : Muhamad Harir

NIM : 4311415005

Program studi : Kimia S1

Menyatakan bahwa skripsi dengan judul "*Sintesis Graphene Dari Limbah Batu Baterai Seng Karbon Menggunakan Metode Microwave*" ini benar-benar karya saya sendiri bukan jiplakan dari karya orang lain atau pengutipan dengan cara-cara yang tidak sesuai dengan etika keilmuan yang berlaku, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang atau pihak lain yang terdapat dalam skripsi ini telah dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah. Atas pernyataan ini, saya secara pribadi siap menanggung resiko/sanksi hukum yang dijatuhkan apabila ditemukan adanya pelanggaran terhadap etika keilmuan dalam karya ini.

Semarang, 17 Juli 2020



Muhamad Harir

NIM 4311415005

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO

“Katakanlah: adakah sama orang-orang yang mengetahui dengan orang yang tidak mengetahui....” (**Q.S. Az Zumar/39: 9**)

“Belajarlah kamu, seseorang dilahirkan tidak serta merta menjadi orang alim (berpengetahuan) dan adakah sama orang bodoh dengan orang yang berilmu”

“Tanpa ilmu, penggede kaum akan menjadi kecil meskipun di kelilingi oleh pasukan yang besar. Dan dengan ilmu pula, rakyat kecil sekalipun akan menjadi besar dalam sebuah perkumpulan” (**Diwan Imam Syafi’i, Mesir**)

“Bangsa yang membaca adalah bangsa yang tidak akan kelaparan dan diperbudak.” (**Amin el Zaoui, Aljazair**)

“Kamu tidak akan bisa menjadi manusia yang beragama (dalam arti yang sebenarnya) tanpa ilmu, sedang Tuhan tidak disembah dengan kebodohan.”

(**Dr. Musthofa Mahmoud, Mesir**)

PERSEMBAHAN

Untuk bapak dan ibu tercinta serta ketiga kakak saya yang luar biasa.

PRAKATA

Puji dan syukur senantiasa terhaturkan kepada Dzat yang Maha Penyayang dan Pengasih, Allah Swt. Rahmat dan salam sejahtera juga tak lupa terlantunkan kepada junjungan baginda Nabi Muhammad saw beserta para sahabat dan keluarganya. Sebab atas segala kemurahan dan pertolongan-Nya yang tak terhitung banyaknya menjadikan penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “*Sintesis Graphene Dari Limbah Batu Baterai Seng Karbon Menggunakan Metode Microwave*”. Skripsi ini disusun guna memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia Universitas Negeri Semarang. Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini izinkan penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua, Ibu Sumiyati dan Bapak Sujud yang doanya senantiasa dipanjatkan dan dideras saban waktu untuk kebaikan saya.
2. Seluruh keluarga Bani Subkhi dan Bani Samidi, terkhusus kakak-kakak saya; Abdul Majid, Muhammad Dzul Qurnain dan Muhammad Ulil Albab.
3. Rektor Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan kesempatan pada penulis untuk menuntut ilmu di Universitas Negeri Semarang.
4. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah memberi izin menjadi bagian dalam satu kesatuan keluarga Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
5. Dr. Sigit Priatmoko, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan kemudahan akses penulis untuk melakukan penelitian dalam menyusun skripsi.
6. Dr. F. Widhi Mahatmanti S.Si, M.Si selaku dosen wali yang setia membimbing selama masa perkuliahan dari awal sampai akhir.

7. Endah Fitriani Rahayu S.Si., M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah memberikan banyak bimbingan, dukungan dan arahan dalam menyelesaikan skripsi.
8. Cepi Kurniawan, M.Si, Ph.D. selaku Ketua Prodi Kimia dan dosen penguji yang telah memberikan masukan dan saran untuk kebaikan penelitian ini
9. Dr. Triastuti Sulistyarningsih S.Si., M.Si selaku dosen penguji yang juga memberikan saran dan masukan untuk kebaikan penelitian ini.
10. Siti Herlina Dewi, S.Pd selaku teknisi Laboratorium Riset Kimia yang memberikan kemudahan dalam kegiatan di laboratorium.
11. Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia atas seluruh ilmu yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyusun skripsi.
12. Bapak/Ibu staf tata usaha FMIPA Unnes yang telah melayani dengan baik dan memberikan kemudahan dalam administrasi kepada penulis.
13. Keluarga Gubuk Gabut (Labiq, Alif, Tata, Insanul, Erza, Al, Aliq, Naim, Lukvi, Syauqi, Zamiat dan Dafa).
14. Teman KKN (Arina, Riska, Rani, dan Afif)
15. Tim Suarr.id (Imam Syafi'i, Zulfia Haryati dan Sofia Nur Khasanah)
16. Dan seluruh pihak yang telah memberikan dukungan dalam penyusunan skripsi ini yang tak bisa disebutkan satu persatu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk penulis maupun para pembaca, serta dapat memberikan manfaat pula bagi dunia penelitian kimia.

ABSTRAK

Harir, M. 2020. *Sintesis Graphene Dari Limbah Batu Baterai Seng Karbon Menggunakan Metode Microwave*, Jurusan Kimia, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam dan Matematika, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Endah Fitriani Rahayu S.Si., M.Sc.

Kata Kunci: Batang karbon, Leaching, Graphene

Perkembangan dunia teknologi saat ini mengalami kemajuan yang sangat pesat di berbagai bidang keilmuan, tak terkecuali di ranah ilmu kimia. Perkembangan tersebut mendorong diciptakannya perangkat berupa *graphene* yang dinilai memiliki banyak keuntungan dan potensi di pelbagai aplikasi. Tujuan penelitian ini berupaya untuk menyintesis *graphene* dari batang karbon limbah batu baterai seng-karbon. Selain harganya yang murah dan mudah didapat, upaya ini juga bertujuan untuk pemanfaatan ulang bahan tersebut karena keberadaanya yang sangat melimpah. Langkah pertama sebelum sintesis, batang karbon diproses *leaching* (pencucian) terlebih dahulu untuk menghilangkan kadar logam pengotor Mn yang terkandung di internal batang karbon. Metode sintesis yang dipilih untuk oksidasi grafit menggunakan metode Hummers termodifikasi tanpa adanya penambahan senyawa NaNO_3 karena akan menghasilkan gas beracun NO_2 dan N_2O_4 . Sedangkan untuk proses reduksi, metode yang digunakan adalah metode *microwave*. Metode ini dipilih karena lebih menguntungkan dari segi waktu dan lebih efisien daripada pemanasan secara konvensional. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi waktu dari iradiasi *microwave* dan variasi massa GO terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene*. Produk yang diperoleh dari sintesis *graphene* ini selanjutnya dilakukan uji karakterisasi meliputi UV-Vis (*Ultraviolet-Visible Spectrophotometry*), FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*) dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy*) (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*). Sedangkan karakterisasi AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) digunakan untuk uji kadar logam Mn yang terkandung di batang karbon baterai. Hasil uji AAS menunjukkan bahwa kadar logam Mn setelah adanya proses *leaching* menjadi berkurang, yang semula dari 1,85 mg/L menjadi 0,44 mg/L. Sementara, pada ketiga variasi waktu tersebut, waktu 25 menit menunjukkan puncak absorpsi pada panjang gelombang 282 nm, sedangkan variasi massa GO 0,05 gram menunjukkan puncak absorpsi di panjang gelombang 262 nm. Selain itu, hasil uji dari SEM EDX menunjukkan bahwa grafit dengan *leaching* menghasilkan persentase karbon yang cukup tinggi dengan kadar 68,5 % dibandingkan grafit tanpa *leaching*.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

PENGESAHAN	i
PERNYATAAN	ii
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	iii
PRAKATA	iv
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB	
I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat penelitian.....	4
II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Batu Baterai.....	5
2.1.1 Jenis-Jenis Batu Baterai.....	5
2.2 Baterai Seng Karbon.....	6
2.2.1 Grafit Baterai Seng Karbon.....	7
2.3 <i>Graphene Oxide</i>	8
2.4 <i>Graphene</i>	10
2.5 Metode Sintesis.....	11
2.5.1 Sintesis <i>Graphene Oxide</i>	11
2.5.2 Sintesis <i>Graphene</i>	13
2.6 Karakterisasi.....	15
2.6.1 <i>Atomic Absorption Spektrophotometry (AAS)</i>	15
2.6.2 <i>Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)</i>	17
2.6.3 <i>Ultraviolet–Visible Spectrophotometry (UV-Vis)</i>	18
2.6.4 <i>Scanning Electron Miscrocopy (SEM)</i>	20
III METODE PENELITIAN	
3.1 Lokasi Penelitian.....	22

3.2 Variabel Penelitian.....	22
3.2.1 Variabel Bebas.....	22
3.2.2 Variabel Terikat.....	22
3.2.3 Variabel Terkendali.....	22
3.3 Rancangan Penelitian.....	22
3.3.1 Alat.....	22
3.3.2 Bahan.....	23
3.4 Prosedur Penelitian.....	23
3.4.1 Sintesis Graphene Oxide.....	23
3.4.2 Sintesis Graphene.....	25
3.5 Prosedur Analisis Penelitian.....	26
3.5.1 Analisis AAS.....	26
3.5.2 Analisis FTIR.....	26
3.5.3 Analisis Spektrofotometer UV-Vis.....	26
3.5.4 Analisis SEM-EDX.....	26
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 <i>Leaching</i> Grafit.....	28
4.1.1 Pencucian Reduksi.....	29
4.1.2 Pengujian Kadar Mn dalam Grafit.....	30
4.2 Sintesis <i>Graphene Oxide</i>	31
4.3 Reduksi <i>Graphene</i> dengan Iradiasi <i>Microwave</i>	37
4.4 Analisis Kandungan Mn dalam Grafit Limbah Baterai.....	38
4.5 Analisis FTIR.....	40
4.6 Analisis UV-Vis.....	45
4.7 Analisis SEM-EDX.....	48
V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan.....	55
5.2 Saran.....	56
DAFTAR PUSTAKA.....	57
LAMPIRAN.....	65

DAFTAR TABEL

Tabel Halaman

4.1 pengukuran larutan standar Mn dengan AAS.....39

4.2 Perbandingan antara grafit dengan <i>leaching</i> dan tanpa <i>leaching</i>	39
4.3 Kadar elemen-elemen penyusun sampel RGO tanpa <i>leaching</i>	50
4.4 Kadar elemen-elemen penyusun sampel RGO dengan <i>leaching</i>	52
4.5 Karakteristik <i>few layer graphene tube</i>	52
4.6 Kadar elemen-elemen penyusun sampel <i>few layer graphene tube</i>	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar

2.1 Struktur Baterai Zn-C.....	7
--------------------------------	---

2.2 Model struktur grafit.....	8
2.3 Model struktur GO.....	9
2.4 Skema lembar <i>graphene</i>	10
2.5 Skema instrumen AAS.....	16
2.6 Hasil karakterisasi (a) GO (b) RGO dengan FTIR.....	17
2.7 Karakterisasi dari (a) GO dan (b) RGO dengan UV-Vis.....	19
2.8 Karakterisasi SEM dengan perbesaran 10.000x (a) GO dan (b) RGO	21
4.1 (a) Proses pemanasan batang karbon & (b) Pengotor lilin.....	28
4.2 Proses pencucian reduktif.....	30
4.3 Proses sintesis GO.....	31
4.4 Proses pemanasan GO setelah penambahan $KMnO_4$	32
4.5 Mekanisme sintesis <i>graphene oxide</i>	33
4.6 Tahapan proses oksidasi GO.....	35
4.7 Mekanisme <i>microwave</i> pada sampel padat.....	38
4.8 Perubahan warna GO setelah direduksi.....	38
4.9 (a) Grafit tanpa <i>leaching</i> , (b) Grafit dengan <i>leaching</i> (GL), (c) GO tanpa <i>leaching</i> , & (d) GO dengan <i>leaching</i> (GOL).....	41
4.10 (a) Grafit (b) GO, dan RGO-900 watt (c) 15 menit (d) 20 menit,(e) 25 menit, & (f) <i>few layer graphene tube</i>	43
4.11 (a) Grafit, (b) GO, (c) RGO 0.05 gram, (d) RGO 0.1 gram, dan (e) RGO 0.15 gram & (f) <i>few layer graphene tube</i>	44
4.12 Spektra UV-Vis (a) GO dan RGO variasi waktu menggunakan daya 900 watt (b) 15 menit, (b) 20 menit, (c) 25 menit, & (d) <i>few layer graphene tube</i>	46
4.13 Spektra UV-Vis (a) GO dan RGO variasi massa menggunakan daya 900 Watt (b) 0,05 gram, (c) 0.1 gram, (d) 0.15 gram, & (e) <i>few layer graphene tube</i>	47
4.14 RGO tanpa <i>leaching</i> perbesaran (a) 10.000x dan (b) 20.000x.....	49
4.15 Data EDX sampel RGO tanpa <i>leaching</i>	50
4.16 RGO tanpa <i>leaching</i> perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x.....	51
4.17 Data EDX sampel RGO dengan <i>leaching</i>	51
4.18 SEM dari <i>few layer graphene tube</i> (Ugent Tech SDN BHD).....	53

4.19 Data EDX sampel *few layer graphene tube*.....53

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi saat ini berkembang begitu pesat di berbagai bidang keilmuan, tidak terlepas juga di bidang ilmu kimia. Adanya hal ini memicu penemuan-penemuan baru dengan cara memodifikasi bahan yang sudah ada sebelumnya. Namun, tidak hanya berhenti di situ saja, perkembangan teknologi saat ini juga dituntut untuk menciptakan perangkat yang lebih kecil, ringan, efektif dan portabel. Salah satu bahan yang paling berkembang saat ini adalah *graphene*.

Graphene merupakan material padatan dua dimensi di mana atom-atom penyusunnya terkemas secara teratur dan polanya berulang yang baru-baru ini diidentifikasi dan dianalisis (Novoselov *et al.*, 2004). *Graphene* memiliki sejumlah sifat mekanik dan listrik yang luar biasa. Selain itu, ia juga mempunyai konduktivitas termal dan listrik yang sangat tinggi. Sehingga, dapat digunakan sebagai konduktor yang fleksibel (Chen *et al.*, 2012). Karakteristik-karakteristik *graphene* yang lain yaitu mempunyai susunan atom karbon yang sangat rapi dan hampir sempurna. Apabila ditinjau dari segi massanya, *graphene* merupakan materi yang sangat ringan dan tipis. Sedangkan dari segi keelastisannya, *graphene* sangat fleksibel bahkan bisa merenggang hingga 20% dari kondisi awalnya. Karakteristik inilah yang memengaruhi sifat mekanik dan kelistrikannya, sehingga proses peredaran elektron berjalan begitu cepat. Keunggulan-keunggulan ini menjadikan *graphene* diaplikasikan di banyak perangkat, di antaranya sebagai super kapasitor (Emiru dan Ayele, 2017), transistor (Jiang *et al.*, 2014), elektroda konduktor yang transparan, komposit konduktif-polimer (Stankovich *et al.*, 2006), bahan penyimpanan energi (Stoller *et al.*, 2008), dan sel surya (Zhu *et al.*, 2010).

Tahun 2010, hadiah Nobel dalam bidang Fisika dianugerahkan kepada Andre Geim dan Konstantin Novoselov atas terobosannya dalam

memproduksi, mengisolasi, mengidentifikasi dan mengarakterisasi material dua dimensi *graphene* dari lapisan grafit pensil (Singh *et al.*, 2011). Pada dasarnya, *graphene* merupakan bentuk modifikasi struktural (alotropi) dari unsur karbon yang menjadi struktur dasar pembentukan materialnya sebagaimana grafit, *carbon nanotubes* (CNT) dan *fullerene* (Basu dan Bhattacharyya, 2012). Oleh karena itu, dalam penelitian ini mencari alternatif sumber lain yang memiliki basis material yang sama untuk dijadikan sebagai sumber bahan baku sintesis *graphene*.

Sumber lain pada penelitian kali ini adalah elektroda karbon dari proses daur ulang limbah baterai seng karbon yang sudah habis masa pakainya. Baterai sendiri disusun dari bejana seng yang berfungsi sebagai katoda (kutub negatif baterai) dan pasta campuran yang tersusun dari bubuk karbon, ammonium klorida, mangan oksida, dan air yang berfungsi sebagai larutan elektrolit (penghantar) di bagian dalamnya (Nindhia *et al.*, 2014). Sementara itu, sebenarnya di dalam limbah baterai juga masih terdapat komponen yang masih dapat digunakan lagi, yaitu batang grafit yang berfungsi sebagai anoda (kutub positif baterai). Terlebih lagi, sifat *inert* dari grafit menyebabkan elektroda tersebut tidak mengalami kerusakan karena reaksi elektrokimia selama proses pemakaian baterai berlangsung (Rahmawati *et al.*, 2018).

Upaya penggunaan kembali (*reuse*) limbah batang karbon ini menjadi alasan pendukung dijadikannya batang karbon sebagai bahan baku dalam sintesis *graphene*. Hal ini sejalan dengan keterangan yang mengungkapkan bahwa tingginya permintaan perangkat elektronik portabel, menjadikan limbah baterai padat meningkat dari tahun ke tahun. Lebih dari 80% baterai yang dijual di Eropa adalah baterai primer, di mana sebagian besar baterai primer adalah baterai karbon alkali dan seng karbon (Rahmawati *et al.*, 2017). Sedangkan, berdasarkan penelitian Badan Pusat Statistik Indonesia Tahun 2014 mengenai industri batu baterai kering (batu baterai primer)- *Manufacture of Batteries (Dry Cell Battery)* diperoleh jumlah karbon baterai sebanyak 213,212,779 buah; dengan rincian baterai seng klorida 208,140,793 buah dan baterai ammonium klorida 5,071,986 buah (Badan Pusat Statistik, 2014).

Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk memproduksi materi *Graphene Oxide* (GO) dengan proses oksidasi grafit. Metode yang paling populer digunakan untuk sintesis *graphene* adalah oksidasi kimia grafit. Metode-metode tersebut meliputi metode Brodie, metode Staudenmaier, metode Hummers dan metode Hummers termodifikasi (Huang *et al.*, 2011). Di mana setiap masing-masingnya memiliki kelebihan dan kekurangan. Namun di antara ke empat jenis metode tersebut, Hummers termodifikasi adalah metode yang cukup baik. Sebab selain Hummers termodifikasi merupakan metode yang umum digunakan, ia juga menghasilkan materi GO yang lebih baik daripada hasil materi GO dari metode Brodie dan Staudenmaier. Di sisi lain, metode ini juga meniadakan adanya penambahan NaNO_3 yang menghasilkan zat beracun NO_2 dan N_2O_4 selama proses oksidasi dalam metode Hummers. Modifikasi ini tidak berefek pada dispersibilitas, struktur kimia, ketebalan dan dimensi lateral GO yang diperoleh dibandingkan dengan materi GO dari metode Hummers (Setiadi *et al.*, 2018).

Sedangkan *reduced graphene oxide* (RGO) adalah produk hasil pemurnian GO. Berkenaan dengan proses sintesis *graphene* juga terdiri dari berbagai metode yang dapat dipakai, di antaranya adalah metode pengelupasan mekanis (Novoselov *et al.*, 2004), metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD) (Obraztsov *et al.*, 2007), reduksi kimia (Zheng dan Kim, 2015) dan reduksi termal berbantuan *microwave* (Voiry *et al.*, 2016). Namun di antara ke sekian metode yang ada, pilihan metode reduksi termal berbantuan *microwave* menjadi metode yang cukup menguntungkan dengan beberapa alasan.

Beberapa pertimbangan itu karena dalam metode reduksi termal berbantuan *microwave* ini lebih efektif dalam sintesis dibandingkan metode lainnya. Di samping hanya membutuhkan waktu yang tidak terlalu lama dan hasil yang diperoleh pun jauh lebih baik daripada pemanasan konvensional (Zhou *et al.*, 2014). Metode ini juga tidak melibatkan zat-zat yang beracun sebagaimana metode reduksi kimia dan biaya yang mahal untuk kebutuhan substrat seperti metode CVD (Zheng dan Kim, 2015).

Maka berdasarkan uraian di atas, pada penelitian ini dilakukan proses sintesis *graphene* melalui dua tahapan: Pertama, tahapan sintesis *graphene oxide* dengan metode Hummers termodifikasi. Kedua, tahapan sintesis *graphene* dengan metode reduksi termal berbantuan *microwave*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan dari latar belakang di atas, diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi paparan waktu *microwave* terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene* dengan menggunakan metode *microwave*?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa GO terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene* dengan metode *microwave*?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan uraian di atas dapat dirumuskan tentang tujuan penelitian yaitu sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi paparan waktu *microwave* terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene*;
2. Mengetahui pengaruh variasi massa GO terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene* dengan metode *microwave*.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi tentang pengaruh variasi paparan waktu *microwave* terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene*;
2. Memberikan informasi tentang pengaruh variasi massa GO terhadap efektivitas hasil sintesis *graphene* dengan metode *microwave*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batu Baterai

Baterai adalah perangkat elektrokimia yang memiliki kemampuan mengubah energi kimia menjadi energi listrik. Dasar baterai terdiri dari anoda, katoda, elektrolit, pemisah, dan kerangka eksternal. Baterai tipe rumah tangga biasa digunakan dalam barang-barang seperti telepon, lampu senter, radio, jam tangan dan sebagainya. Komponen yang berpotensi berbahaya dari baterai adalah seperti merkuri, timah, tembaga, seng, kadmium, dan kerangka eksternal (Bernardes *et al.*, 2004).

Baterai sendiri terdapat berbagai jenisnya yaitu *zinc carbon* (ZnC), *alkaline manganese* (AlMn), *zinc air* (ZnAir), *silver oxide* (AgO), *lithium manganese dioxide* (LiMnO₂), *nickel cadmium* (NiCd), *nickel metal hydride* (NiMH), *lithium ion* (LiIon), dan *lithium polymer* (Li Polimer). Dari berbagai jenis baterai tersebut, ZnC *dry cell* adalah jenis baterai tertua dan paling banyak digunakan di dunia (Fricke, 2007).

2.1.1 Jenis-Jenis Batu Baterai

Dari segi pemakaian, baterai terdiri dari dua jenis yaitu baterai yang hanya dapat dipakai sekali saja atau *single use* dan baterai yang dapat diisi ulang atau *rechargeable*. Baik baterai primer maupun baterai sekunder, keduanya bersifat sama-sama mengubah energi kimia menjadi energi listrik.

1. Baterai Primer (Baterai Sekali Pakai)

Pada baterai kering yang biasa kita gunakan, elektroda terdiri dari batang karbon pada pusat sel dan bejana seng dengan elektrolit gel ammonium klorida. Kedua elektroda tersebut beda potensial atau tekanan listriknya. Elektroda karbon memiliki potensial yang lebih tinggi, sedangkan elektroda lempeng seng memiliki potensial yang rendah. Pada saat kedua elektroda dipasangkan dengan rangkaian eksternal (lampu) maka arus listrik akan mengalir dari terminal negatif ke positif dan membuat lampu akan menyala. Hal ini membuktikan adanya perpindahan ion akibat reaksi kimia yang terjadi sehingga

mengalirkan arus listrik dari kutub negatif ke kutub positif baterai. Separator digunakan untuk memisahkan massa aktif yang terbuat dari jenis kertas yang direndam dalam larutan elektrolit. Ion dari mangan dioksida mengalir melalui pori-pori kertas menuju ke seng dan begitu terus siklusnya sampai selesai (Fricke, 2007). Jenis-jenis baterai yang tergolong dalam kategori baterai primer sekali pakai atau *single use* diantaranya adalah baterai seng karbon, baterai *alkaline*, baterai *lithium*, dan baterai *silver oxide*.

2. Baterai Sekunder (Baterai Isi Ulang)

Baterai isi ulang (juga dikenal sebagai baterai sekunder) pada prinsipnya menghasilkan arus listrik yang sama dengan baterai primer, akan tetapi baterai sekunder memungkinkan energi kimia yang dihabiskan bisa dipulihkan kembali dengan cara mengisi ulang. Perangkat pengisi daya memompa elektron dari kutub positif kembali ke kutub negatif. Sehingga dapat mengisi ulang dan mengaktifkan kembali elektroda massa. Proses pengisian daya bisa diulang kembali hingga seribu kali. Sedangkan baterai primer hanya bisa sekali (Fricke, 2007). Proses yang terjadi pada baterai sekunder adalah merubah aliran elektron menggunakan energi listrik yang tersedia. Maka yang terjadi adalah perubahan energi listrik menjadi energi kimia. Elektron mengalir dari katoda menuju anoda, sehingga elektron kembali terkumpul ke anoda. Jenis-jenis baterai yang dapat diisi ulang yang sering kita temukan antara lain seperti baterai Ni-cd (*Nickel-Cadmium*), Ni-MH (*Nickel-Metal Hydride*) dan Li-Ion (*Lithium-Ion*).

2.2 Baterai Seng Karbon

Baterai Zn – MnO₂ adalah sel primer (tidak dapat diisi ulang) yang banyak digunakan dalam peralatan rumah tangga portabel. Istilah baterai *zinc-carbon* ini disebabkan karena adanya komposisi kimia elektrolit garam baik dari amonium atau seng klorida (Bernardes *et al.*, 2004).

Baterai seng karbon menggunakan anoda seng, katoda mangan dioksida, dan elektrolit amonium klorida dan/atau seng klorida yang dilarutkan dalam

air. Asetilen hitam (bubuk karbon) yang dicampur dengan mangan dioksida difungsikan untuk meningkatkan konduktivitas dan mempertahankan kelembaban (Reddy, 1995).

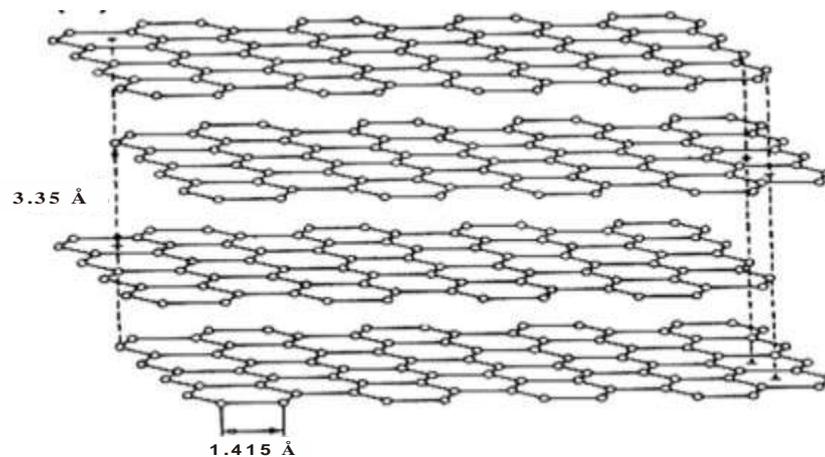


Gambar 2.1 Struktur Baterai Seng Karbon (Fricke, 2007).

2.2.1 Grafit Baterai Seng Karbon

Karbon berasal dari Bahasa Latin *carbo* (batu bara) adalah elemen unik yang memiliki bagian tak terpisahkan dalam bidang kimia organik. Keunikan ini ditunjukkan dengan kemampuan luar biasa dalam membuat banyak senyawa yang mengandung rantai dan jaringan cincin dengan memanfaatkan formasi ikatan tunggal, ganda, dan rangkap tiga. Karbon juga membentuk beberapa allotropi seperti berlian, grafit, *fullerene*, karbon amorf, dan *carbon nanotube* (CNT). Namun, berlian dan grafit adalah dua bentuk yang biasanya diperoleh di alam sekitar. Telah dijelaskan bahwa intan mengandung atom karbon berikatan sp^3 yang tersusun dalam kisi tetrahedral dengan ikatan sigma. Intan merupakan salah satu yang paling kuat dari semua bahan alami. Sebaliknya grafit merupakan bahan yang sangat lunak dan halus yang terdiri dari atom karbon hibridisasi sp^2 dalam cincin heksagonal planar (Mukhopadhyay dan Gupta, 2013).

Sintesis dan aplikasi dari bahan karbon memiliki sejarah panjang, dan karbon hitam telah digunakan lebih dari 3000 tahun untuk tinta dan pigmen. Ilmu material yang berkenaan dengan karbon merupakan salah satu material yang memiliki beragam morfologi. Perbedaan morfologi yang luas ini berakibat pada luasnya aplikasi termasuk fiksasi karbon, pendukung katalis, adsorben, gas penyimpan, elektroda, sel bahan bakar dan sel biologi (Hu *et al.*, 2010).



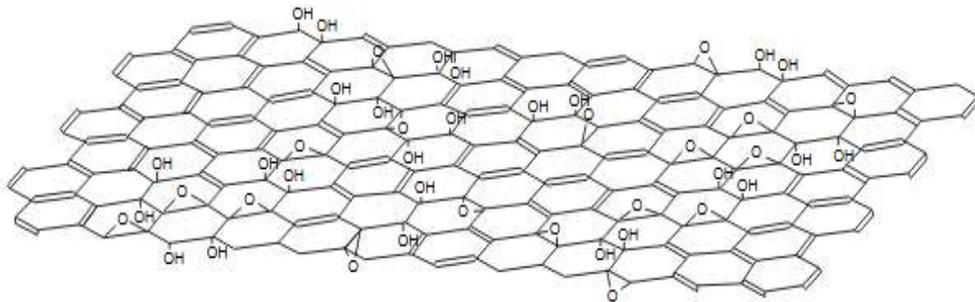
Gambar 2.2 Model Struktur Grafit

2.3 Graphene Oxide

Pada tingkat yang sederhana, *graphene oxide* (GO) dapat dianggap terdiri dari masing-masing lembar *graphene* yang disusun dengan kelompok gugus fungsional oksigen pada bidang basal dan tepi (Mkhoyan *et al.*, 2009). Kelarutan materi GO dalam air dan pelarut lainnya memungkinkannya untuk diendapkan secara seragam ke substrat yang luas dalam bentuk film tipis atau jaringan yang membuatnya berpotensi berguna untuk makro elektronika (Becerril *et al.*, 2008).

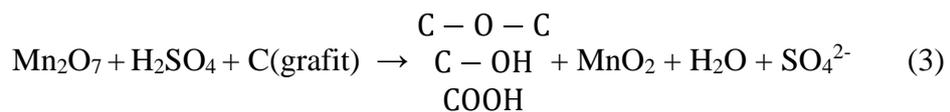
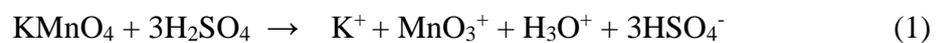
Studi tentang struktur GO berasal dari struktur analisis grafit oksida itu sendiri. Meskipun grafit oksida pertama kali disiapkan pada tahun 1859 oleh Brodie dengan cara pemanasan berulang kali grafit *ceylon* bersama campuran kalium klorida (KClO₃) dan asam nitrat (HNO₃) (Brodie, 1859). Lembar GO terdiri dari jaringan karbon berbasis cincin heksagonal yang memiliki (sebagian besar) hibridisasi atom karbon sp² dan (sebagian) hibridisasi

karbonnya lagi sp^3 yang mengandung gugus fungsi oksigen. Atom-atom karbon pada materi GO saling berikatan kovalen dengan gugus fungsi oksigen seperti hidroksil, epoksi, dan karboksil yang mempunyai hibridisasi sp^3 (Chen *et al.*, 2012).



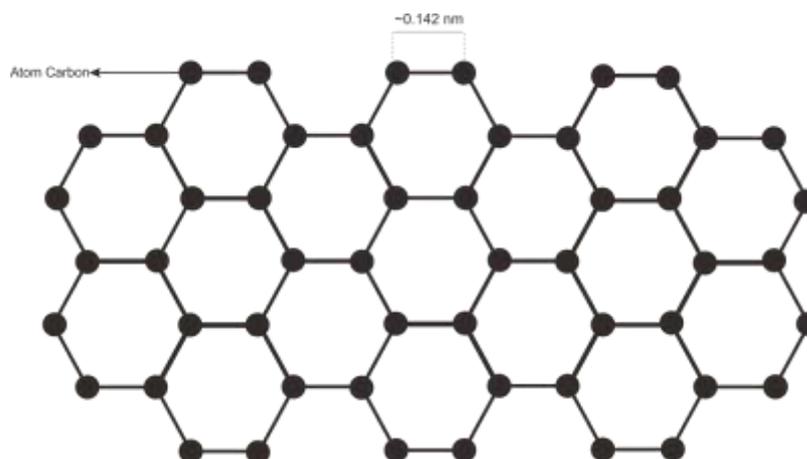
Gambar 2.3 Model Struktur GO (Lerf *et al.*, 1998)

GO terdiri dari satu lapisan grafit oksida dan biasanya diproduksi dengan perlakuan kimia melalui proses grafit yang dioksidasi seperti yang ditunjukkan persamaan reaksi (1) sampai (3). Selanjutnya, grafit oksida itu didispersikan ke dalam air atau pelarut organik yang sesuai untuk tujuan pengelupasan (Gao, 2015). Sehubungan dengan strukturnya, telah ada beberapa model struktural yang diusulkan selama bertahun-tahun. Hal ini mengasumsikan adanya berbagai oksigen yang terkandung di *graphene oxide* (GO). Gugus fungsi oksigen telah diidentifikasi di mana sebagian besarnya dalam bentuk hidroksil dan epoksi, sedang sebagian yang lebih kecil berupa karboksil, karbonil, fenol (Li *et al.*, 2008).



2.4 Graphene

Graphene hari ini dianggap sebagai zat paling menakjubkan dan serbaguna yang tersedia untuk umat manusia, dan sejak penemuannya pada tahun 2004, tanpa diragukan lagi itu adalah bahan yang paling banyak dipelajari (Novoselov *et al.*, 2004). Dari sudut pandang kimia, ia dibentuk oleh lapisan tunggal atom karbon hibridisasi sp^2 dengan panjang ikatan molekul 0,142 nm yang dikemas rapat dalam kisi sarang lebah 2D. Karena struktur kimianya, material ini dikenal sebagai senyawa paling tipis. Walaupun tebalnya hanya satu atom, *graphene* memiliki sifat mekanik, elektronik, optik, termal, dan kimia yang luar biasa. *Graphene* secara mekanis sangat kuat dan fleksibel. Kekuatan *graphene* 100 kali lebih besar dari pada baja (Lee *et al.*, 2008). Selain kekuatannya yang luar biasa, *graphene* juga sangat ringan dengan 0,77 mg / m^2 . Struktur kristalnya tidak pecah bahkan setelah diregangkan hingga 20% (Kim *et al.*, 2009). Selain itu, bahan ini juga telah terbukti jadi konduktor panas dan konduktor listrik yang baik. Dari aspek listrik, mobilitas pembawa *graphene* pada suhu kamar lebih dari 100 kali lebih tinggi dari silikon (Chen *et al.*, 2008). Diukur pada suhu kamar konduktivitas termal jauh lebih tinggi dari nilai yang diamati dalam semua struktur karbon lainnya seperti *carbon nanotube* (CNT), grafit, dan berlian (Ghosh *et al.*, 2010).



Gambar 2.4 Skema lembar *graphene* (Roberts *et al.*, 2010)

2.5 Metode Sintesis

2.5.1 Sintesis *Graphene Oxide*

Materi GO dapat disintesis dari oksidasi grafit dengan berbagai metode. Pada bagian ini akan dipaparkan empat metode berbeda untuk sintesis GO dan membandingkan kelebihan serta kekurangannya. Metode-metode tersebut meliputi metode Brodie, metode Staudenmaier, metode Hummers dan metode Hummers termodifikasi.

1. Metode Brodie

Brodie, seorang ahli kimia Inggris pada abad kesembilan belas, menyiapkan materi GO pertamanya pada tahun 1859 (Brodie, 1859). Ketika ia menambahkan KClO_3 ke dalam bubuk grafit dengan media reaksi HNO_3 , ia memperoleh kumpulan senyawa baru yang kemudian diidentifikasi mengandung karbon, oksigen, dan hidrogen. Menurut analisis unsurnya, rumus molekul untuk produk akhir adalah $\text{C}_{11}\text{H}_4\text{O}_5$. Diketahui mempunyai keasaman lemah dan dispersibilitas ringan dalam larutan basa. Namun, karakterisasi goniometri reflektif gagal karena ukurannya yang kecil, ketebalannya yang terbatas, dan strukturnya yang tidak sempurna.

2. Metode Staudanmier

Salah satu perbaikan paling awal pada pekerjaan Brodie dilakukan pada tahun 1898 oleh L. Staudenmaier (Staudenmaier, 1898). Dua perubahan besar diperkenalkan. Pertama, penambahan asam sulfat pekat untuk meningkatkan keasaman campuran. Kedua, penambahan beberapa larutan kalium klorat ke dalam campuran reaksi selama reaksi berlangsung. Perubahan ini telah menyebabkan produk GO sangat teroksidasi (komposisi yang sama dengan produk akhir yang didapat Brodie) dalam bejana reaksi tunggal. Namun, metode Staudenmaier memakan waktu yang lama dan berbahaya. Penambahan kalium klorat biasanya berlangsung lebih dari 1 minggu dan klorin dioksida perlu dihilangkan dengan gas inert, sementara kemungkinan terjadinya ledakan adalah jelas bahayanya (Gao, 2015).

3. Hummers

Hampir 60 tahun setelah pengenalan metode Staudenmaier, ahli kimia, Hummers and Offeman mengembangkan sebuah resep berbeda untuk membuat GO (Hummer dan Offeman, 1957). Campuran asam sulfat pekat, natrium nitrat, dan kalium permanganat yang bebas air disiapkan dan dijaga di bawah 15°C untuk oksidasi grafit. Menurut deskripsi, seluruh proses oksidasi selesai dalam waktu 2 jam dan produk akhir dengan tingkat oksidasi yang lebih tinggi dari produk Staudenmaier dan hasil GO telah ditingkatkan secara luas jika dibandingkan dengan produk pertama Brodie. Namun, proses pemisahan dan pemurnian kation dalam metode Hummers cukup rumit dan membuang-buang waktu (Gao, 2015).

4. Hummer Modifikasi

Saat ini, metode Hummers yang dimodifikasi adalah metode paling umum yang digunakan untuk persiapan GO. Produk GO yang biasa dibuat dengan metode ini terdiri dari serpihan tipis GO dengan ketebalan 1 nm (sesuai dengan satu lapisan) dan rata-rata sekitar $1\ \mu\text{m}$ dalam dimensi lateral (Kovtyukhova, 1999).

Sebagaimana Metode Hummers, di mana grafit yang teroksidasi dengan menggunakan asam kuat dipisahkan melalui termal cepat atau dispersi ultrasonik. Metode ini adalah oksidasi kimia yang paling banyak digunakan untuk menghasilkan GO. Namun, penggunaan NaNO_3 dalam metode ini akan menghasilkan gas beracun NO_2 dan N_2O_4 yang dilepaskan selama proses oksidasi. Dalam metode Hummers termodifikasi penggunaan NaNO_3 dihapuskan untuk menghilangkan gas beracun yang dilepaskan sebagaimana metode Hummers. Modifikasi ini tidak berpengaruh pada dispersibilitas, struktur kimia, ketebalan, dan dimensi lateral GO yang dihasilkan dibandingkan dengan GO yang dihasilkan dari metode Hummers (Setiadji *et al.*, 2018).

2.5.2 Sintesis Graphene

Sedangkan teknik-teknik reduksi yang dikembangkan untuk menyintesis *graphene* dapat dikelompokkan ke dalam empat metode utama, yaitu pengelupasan mekanis, *Chemistry Vapor Deposition* (CVD), reduksi kimia, dan reduksi termal berbantuan *microwave* (Zheng dan Kim, 2015). Masing-masing teknik reduksi tersebut mempunyai kelebihan dan kelemahannya.

1. Pengelupasan Mekanis

Pengelupasan mekanis adalah metode yang dikembangkan untuk mengisolasi *graphene* dengan mengelupaskan serpihan grafit menggunakan selotip. Keberadaan *graphene* diidentifikasi secara optik dengan cara dipindahkan ke lapisan silikon dioksida pada Si (Novoselov *et al.*, 2004). Grafit dapat dengan mudah dikelupas menggunakan pita perekat. Metode ini melibatkan pencarian manual untuk lembaran *graphene* tunggal di antara banyak serpihan berlapis-lapis sehingga hasil produktivitas dari pendekatan ini sangat rendah karena operasinya yang manual (Novoselov *et al.*, 2005).

Jika diperhatikan secara seksama, teknik pita ini dapat meninggalkan residu lem pada permukaan media yang dapat membatasi mobilitas pembawa (Chen *et al.*, 2008). Kelemahan lain teknik ini yaitu karena biaya produksinya yang tinggi, tebal *graphene* yang tidak rata, dan tidak mampu untuk diproduksi secara massal meskipun mempunyai kelebihan sedikit cacatnya.

2. *Chemistry Vapor Deposition* (CVD)

Dalam metode CVD, *graphene* ditanam langsung pada substrat logam transisi melalui saturasi karbon pada saat terpapar ke gas hidrokarbon dengan suhu tinggi (Reina *et al.*, 2009). Ciri khas kelemahan CVD yaitu sangat sulit mengendalikan ketebalan lembaran *graphene* dan kristal sekunder yang mudah dibentuk (Allen *et al.*, 2010). Kerugian penting lainnya adalah kebutuhan bahan substrat yang mahal untuk pertumbuhan *graphene*, dan ini sangat membatasi untuk produksi skala besar. Namun pendekatan CVD telah muncul sebagai

metode penting untuk produksi *graphene* dengan sedikit gangguan struktural dan elektronik (Zheng dan Kim, 2015).

3. Reduksi Kimia

Merupakan metode reduksi untuk menghasilkan *graphene* dari materi GO dengan jalan bantuan agen dari senyawa-senyawa kimia. Banyak agen pereduksi telah diidentifikasi, termasuk hidrazin, dimetil hidrazin, hidro kuinon, hidro geniodin (HI), dan NaBH_4 . Lembaran GO tereduksi menjadi kurang hidrofilik dan langsung teragregasi dalam larutan karena penghilangan gugus-gugus beroksigen. Namun, dispersi koloid yang stabil diperoleh dengan meningkatkan nilai pH selama proses reduksi, bahkan untuk lembaran terdeoksigenasi. Terlebih lagi, baru-baru ini langkah reduksi lebih ditingkatkan dengan menyiapkan dispersi secara langsung dalam hidrazin anhidrat. Perlu dicatat bahwasanya hal ini termasuk sebagai kelemahan metode ini, karena bagaimanapun juga, anhidrat hidrazin sangat beracun dan berpotensi meledak, jadi harus sangat hati-hati saat menggunakannya.

4. Reduksi Termal-*Microwave*

Baru-baru ini, telah diketahui bahwa oksida grafit dapat terkelupas dalam air, setelah setetes suspensi ini dapat direduksi secara kimia untuk menghasilkan *graphene* (Gilje, 2007). *Reduced graphene oxide* (RGO) adalah hasil pemurnian dengan mereduksi GO secara kimiawi menggunakan alkohol dengan metode tertentu seperti radiasi *microwave* atau hidrotermal (Tkachev *et al.*, 2012).

Sementara perlakuan termal konvensional telah dikenal sebagai metode reduksi GO dengan menghilangkan gugus fungsi oksigen dari permukaannya. Sedangkan metode termal tidak-konvensional dengan menggunakan *microwave* sebagai sumber panas dinilai dapat dengan cepat mereduksi GO. Iradiasi *microwave* membuat bubuk GO menjadi kering dan baru-baru ini ditemukan secara efektif mereduksi GO dalam beberapa detik (Voiry *et al.*, 2016). Metode pemanasan *microwave* cenderung lebih efektif untuk mereduksi GO pada suhu yang lebih

rendah dan periode yang lebih pendek dibandingkan proses reduksi dengan pemanasan konvensional. Selain itu, metode hidrotermal *microwave* juga memberikan sifat yang sangat baik dibandingkan dengan teknik hidrotermal konvensional sejak perangkat *microwave* dapat memberikan energi gelombang elektromagnetik secara homogen di seluruh bahan cair kimia (Zhou *et al.*, 2014). Kelemahan dari metode ini adalah bahwa proses reduksi menginduksi berbagai cacat yang akan menurunkan sifat elektronik dari *graphene* (Yuan *et al.*, 2009).

2.6 Karakterisasi

2.6.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Metode *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) adalah suatu metode yang digunakan untuk menentukan unsur-unsur dalam suatu sampel/cuplikan yang berbentuk larutan. Prinsip dari analisis dengan AAS ini didasarkan pada proses penyerapan energi oleh atom-atom yang berada pada tingkat tenaga dasar (*ground state*). Penyerapan energi tersebut akan mengakibatkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat tenaga yang lebih tinggi (*excited state*). Akibat dari proses penyerapan radiasi tersebut elektron dari atom-atom bebas tereksitasi ini tidak stabil dan akan kembali ke keadaan semula disertai dengan memancarkan energi radiasi dengan panjang gelombang tertentu (Torowati *et al.*, 2008).

Alat AAS merupakan instrumen analitik utama yang digunakan untuk analisis logam dalam jumlah yang sangat kecil karena sifatnya yang sangat peka. Metode AAS dapat menentukan kadar logam tanpa dipengaruhi oleh keberadaan logam yang lain, pelaksanaannya yang sederhana, dan cocok untuk analisis logam karena mempunyai kepekaan yang tinggi (Nasir, 2018).

Cahaya dengan panjang gelombang yang tepat diserap oleh elektron tingkat dasar, sehingga menjadikan elektron tersebut tereksitasi dan seiring berjalannya waktu intensitas cahaya berkurang setelah melewati analit. Besarnya cahaya yang diserap oleh suatu atom dalam keadaan dasar

sebanding dengan konsentrasinya. Hal ini berdasarkan hukum *Lambert-Beer* yang dirumuskan sebagai berikut:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

$$\text{Log } I_0/I_t = A$$

keterangan :

I_0 = intensitas mula-mula

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

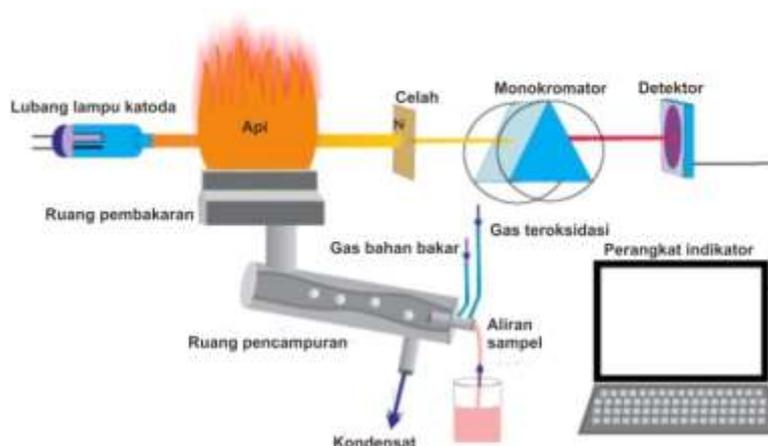
A = absorbansi

ϵ = absorbtivitas molar

b = panjang medium

c = konsentrasi atom- atom yang mengabsorpsi

Instrumen AAS digunakan untuk menentukan kadar suatu unsur dalam senyawa berdasarkan serapan atomnya, biasanya digunakan untuk analisis senyawa anorganik atau logam (golongan alkali tanah unsur transisi) yang memiliki ketelitian lebih tinggi untuk kadar mikro. Spektrum yang diukur adalah pada daerah UV-Vis dan sampel yang diukur harus dalam bentuk larutan jernih. Komponen-komponen AAS dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema instrumen AAS

2.6.2 *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

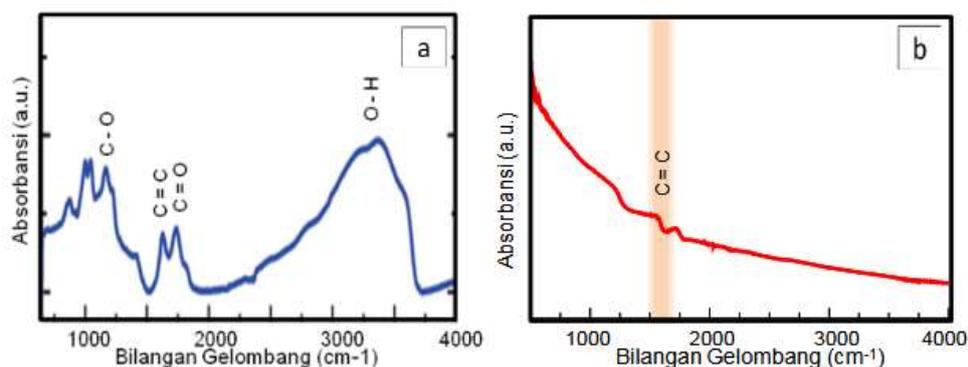
Spektroskopi FTIR adalah teknik analisis yang didasarkan pada interaksi antara radiasi infra merah dan sampel yang dapat menjadi padat, cair atau gas. Instrumen ini mengukur frekuensi ketika sampel mengabsorpsi dan juga intensitas absorpsinya. Frekuensi sangat membantu dalam identifikasi susunan kimia dari sampel karena terdapat fakta bahwa gugus fungsi kimia bertanggung jawab dalam penyerapan radiasi IR pada frekuensi yang berbeda. Karena semua senyawa menunjukkan adanya karakteristik absorpsi di wilayah spektral IR. Maka berdasarkan sifat ini, mereka dapat dianalisis secara kuantitatif dan kualitatif menggunakan spektroskopi FTIR (Simonescu, 2012).

Analisis FTIR bertujuan mengidentifikasi senyawa organik berdasarkan pembacaan gugus fungsi yang dimiliki berupa spektrum. Hal ini terjadi karena senyawa tersebut dapat menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah inframerah dengan panjang gelombang tertentu. Radiasi infra merah dibagi menjadi 3:

Dekat (NIR, $\nu = 10,000 - 4,000 \text{ cm}^{-1}$);

Sedang (MIR, $\nu = 4,000 - 200 \text{ cm}^{-1}$) dan

Jauh (FIR, $\nu = 200 - 10 \text{ cm}^{-1}$).



Gambar 2.6 Hasil karakterisasi (a) GO (b) RGO dengan FTIR

(Husnah *et al.*, 2015).

Hasil karakterisasi FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.6 dimana spektrum *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 2.6 (a), sedangkan spektrum RGO ditunjukkan pada Gambar 2.6 (b). Pada Gambar 2.6 (a) terlihat puncak-puncak absorpsi pada grup hidroksil (3420 cm^{-1}), karbonil

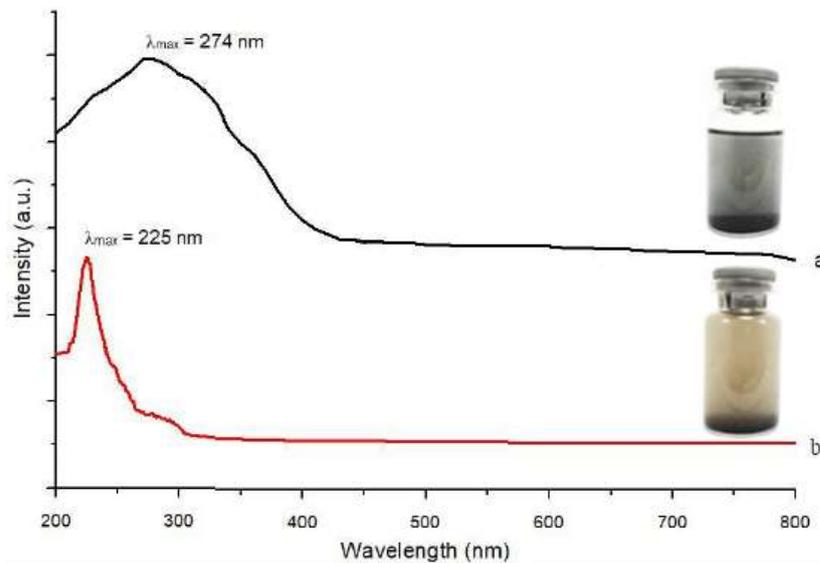
(1720 cm^{-1}), fenol (1590 cm^{-1}), dan pada grup epoksida (1250 cm^{-1}). Sedangkan pada Gambar 2.6 (b) spektrum sampel RGO menunjukkan absorpsi yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan spektrum GO. Hasil ini mengindikasikan bahwa gugus fungsi oksigen pada sampel GO telah tereduksi dengan baik dan GO berhasil berubah menjadi RGO melalui proses ini (Husnah *et al.*, 2015).

2.6.3 Ultraviolet–Visible Spectrophotometry (UV-Vis)

Spektrofotometer merupakan salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan cahaya. Spektrofotometer serap merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasarkan pada kenyataan bahwa molekul selalu mengabsorpsi cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis).

Spektrofotometer UV-Vis adalah metode analisis dengan menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat dan sinar tampak pada instrumen spektrofotometer. Spektrum ultraviolet meliputi daerah bagian ultraviolet (190-380 nm), dan spektrum *visible* bagian sinar tampak (380-780 nm).

Spektrofotometer UV-Vis menganalisa unsur-unsur berkadar rendah secara kuantitatif maupun secara kualitatif. Penentuan secara kualitatif berdasarkan puncak-puncak yang dihasilkan pada spektrum suatu unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu. Sedangkan penentuan secara kuantitatif berdasarkan nilai absorbansi yang dihasilkan dari spektrum senyawa kompleks unsur yang dianalisa dengan pengkompleks yang sesuai.



Gambar 2.7 Hasil karakterisasi dari (a) GO dan (b) RGO dengan UV-Vis (Setiadji *et al.*, 2018)

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan kisaran panjang gelombang 200-800 nm dilakukan untuk mengidentifikasi ikatan rangkap terkonjugasi sistem aromatik dari struktur sampel GO dan RGO yang terbentuk. Ikatan rangkap terkonjugasi disebabkan oleh adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$ dari sistem konjugasi dalam molekul. Spektrum UV-Vis menunjukkan pita serapan GO pada 225 nm maksimum dari penyerapan yang disebabkan oleh transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dalam ikatan $C=C$ aromatik. Akan tetapi, setelah GO direduksi menjadi RGO, pita serapan pada λ maksimum bergeser ke kanan pada 274 nm, pita serapan ini menunjukkan pada pembentukan RGO (Tkachev *et al.*, 2012).

Hal ini dikarenakan dalam sampel GO ikatan $C=C$ aromatik dipengaruhi oleh gugus epoksi ikatan $C-O-C$, sehingga nilai absorbansinya lebih kecil. Kemudian setelah sampel disintesis menjadi RGO, gugus oksida yang tereduksi menyebabkan pita serapan bergeser ke kanan pada 274 nm. Ini terjadi oleh sebab efek ikatan $C-O$ menghilang sehingga ikatan $C=C$ akan meningkat, dan ikatan sp^2 juga akan meningkat. Kehadiran $C=C$ dengan jumlah yang lebih banyak dalam sampel RGO menyebabkan sifat listriknya meningkat (Setiadji *et al.*, 2018)

2.6.4 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

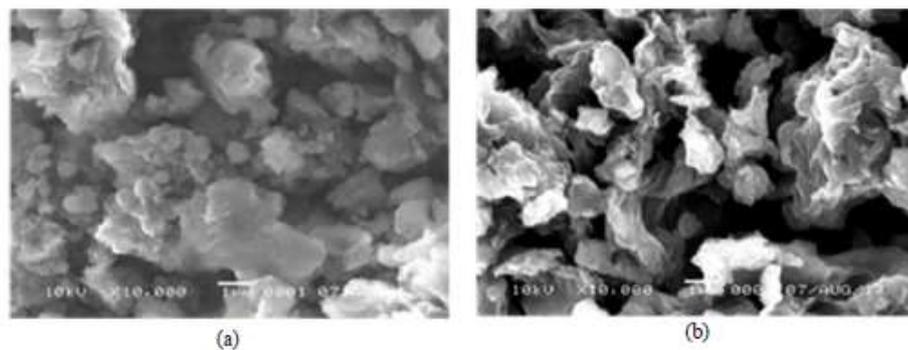
Mikroskop elektron telah menjadi teknologi visualisasi yang revolusioner bagi para ilmuwan dan insinyur selama 80 tahun terakhir, Mikroskop elektron mampu membuka dunia dengan bahan skala nano dan memungkinkan karakterisasi keunikan sifatnya. Kekuatan mikroskop elektron untuk gambar objek berukuran submikron, bahkan hingga ke posisi atom tunggal dan hal ini telah mengarah pada pengembangan teknologi nano yang sama sekali baru, dan juga memungkinkan perkembangan luar biasa yang terjadi dengan rekayasa skala nano dari komponen berukuran makro (Inkson, 2016).

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron untuk analisis permukaan materi dengan cara yang menghasilkan berbagai gambar dari proses tumbukan elektron dengan energi yang tinggi terhadap permukaan suatu sampel dan kemudian mengidentifikasi sinyal-sinyal hamburan elektron dari permukaan. Sinyal yang dihasilkan dalam SEM tidak hanya berasal dari elektron yang ditembakkannya, tetapi dapat juga berasal dari interaksi lain yang terjadi di dalam sampel yang dekat dengan permukaan. SEM mampu menghasilkan gambar dengan resolusi yang sangat tinggi (Egerton, 2005).

Prinsip kerja dari SEM berupa suatu sumber elektron dari filamen yang terbuat dari tungsten yang memancarkan berkas elektron. Tungsten biasanya digunakan pada *electron gun* karena memiliki titik lebur tertinggi dan tekanan uap terendah dari semua logam, sehingga memungkinkan dipanaskan untuk emisi elektron. Berkas elektron difokuskan oleh satu atau dua lensa kondensor ke titik yang diameternya sekitar 0,4 nm sampai 5 nm. Permukaan bahan yang dikenai berkas elektron akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. *Scanning* pada permukaan bahan yang dikehendaki dapat dilakukan dengan mengatur *scanning generator* dan *scanning coils*. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan spesimen ditangkap oleh detektor SE (*Secondary Electron*) yang kemudian diolah dan diperkuat oleh

amplifier (pembesar) yang selanjutnya divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT).

Morfologi sampel GO dan RGO pada pembesaran 10.000x ditunjukkan pada Gambar 2.8. Gambar (a) morfologi GO masih berbentuk serpihan yang cukup solid dan belum sepenuhnya dikelupas menjadi lembaran tipis. Seiring dengan proses sintesis yang sedang berlangsung, yaitu sonikasi dan reduksi *microwave*. Tahapan ini dilakukan untuk mendapatkan RGO sebagai produk akhir yang memiliki struktur serpihan lapis tipis dan transparan, karena pengelupasan lapisan tebal grafit selama proses sintesis menjadi salah satu parameter keberhasilan proses sintesis RGO . Ketika diamati dengan SEM, pada Gambar (b) kita dapat melihat bahwa sampel RGO dari *microwave* mengalami pengelupasan, dimana sampel terlihat lebih transparan dibandingkan dengan GO (Setiadji *et al.*, 2018).



Gambar 2.8 Hasil karakterisasi SEM dengan perbesaran 10.000x (a) GO, (b) RGO (Setiadji *et al.*, 2018).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Fisik, Kimia Anorganik Jurusan Kimia dan laboratorium Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang akan diteliti pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi massa GO dan variasi waktu paparan *microwave*.

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat yaitu variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah panjang gelombang puncak-puncak absorbansi berdasarkan hasil uji UV-Vis dan morfologi permukaan berdasarkan hasil uji SEM.

3.2.3 Variabel Terkendali

Variabel terkendali yaitu faktor-faktor yang dapat mempengaruhi hasil penelitian tetapi tidak diteliti. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah jenis grafit, massa grafit, agen pengoksidaasi dan daya *microwave*.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu set alat gelas, timbangan analit, spatula, satu set alat refluks, *stirrer*, pompa air, botol *sentrifuge*, *sentrifuge*, cawan petri, oven, botol kaca, *sonicator*, *microwave*, gelas *microwave*, alat-alat gelas seperti gelas ukur, pipet volumetrik, *petri disc*, gelas arloji, erlenmeyer, dan pipet tetes. Alat instrumentasi berupa *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) (Shimadzu AA-6800), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) (Perkin Elmer), *Ultraviolet-Visible Spectrophotometry* (UV-Vis) (Perkin Elmer), dan *Scanning Electron*

Microscopy (SEM) Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX) (JEOL JSM-6360LA).

3.3.2 Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah grafit batu baterai seng karbon, H₂SO₄ (Merck, Mr= 98,08 g mol⁻¹, ρ= 1,84 g/mL), KMnO₄ (Merck, Mr= 158,03 g mol⁻¹, ρ= 2,70 g/mL), H₂O₂ (Merck, Mr= 34 g mol⁻¹, ρ= 1,11 g/mL), HCl (Merck, Mr= 32 g mol⁻¹, ρ= 1,19 g/mL), Ethanol (Merck, Mr= 46.07 g/mol⁻¹, ρ= 0,7893 g/mL), HNO₃ (Merck, Mr= 63.01 g/mol⁻¹, ρ= 1.51 g/mL), Aquades, dan Aquademin.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis Graphene Oxide

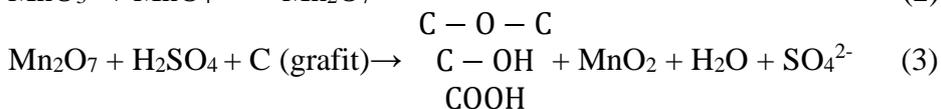
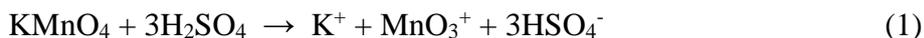
Penelitian ini dibagi menjadi dua tahap, sintesis GO dari bubuk grafit dan sintesis RGO menggunakan iradiasi dengan *microwave* (Zhu *et al.*, 2010). Reaksi kimia yang melibatkan grafit membentuk rute sintesis dasar ke kelas yang berlimpah dan asli dari suatu senyawa, yaitu senyawa interkalasi grafit. Interkalasi grafit dengan asam sulfat hanya dapat dicapai dengan adanya oksidan: kimia atau elektrokimia (Sorokina *et al.*, 2005). Pada penelitian ini sintesis *graphene* dibagi menjadi 2 tahap, yaitu tahap sintesis GO dan tahap sintesis RGO.

Pada tahapan pertama, proses sintesis GO dilakukan dengan metode Hummers termodifikasi menggunakan alat refluks. 2 gram grafit batu baterai seng karbon dicampur dalam konsentrasi 46 mL H₂SO₄ dalam gelas kimia yang ditempatkan pada *ice bath* dan diaduk selama 30 menit di bawah suhu 10 °C. Kemudian 6 gram KMnO₄ ditambahkan secara bertahap dan diaduk selama 2 jam pada suhu 35 °C.

Reaksi oksidasi berlangsung dalam suasana asam, adanya perubahan warna dari hijau tua pekat menjadi coklat tua yang terjadi akibat reaksi antara grafit, H₂SO₄, dan KMnO₄ menunjukkan indikasi bahwa proses oksidasi grafit telah dimulai. Senyawa interkalasi grafit terbentuk dari grafit sehingga lebih mudah untuk dioksidasi. Selama proses ini, beberapa gugus fungsi seperti gugus fenol, gugus epoksi, gugus keton, gugus karboksil, dan gugus

karbonil terbentuk pada karbon (Shao *et al.*, 2012). Gugus fungsi ini menyebabkan material bersifat sangat hidrofilik dan mudah terkelupas menjadi grafit oksida.

Campuran dari senyawa ini memiliki sifat yang eksplosif pada suhu yang tinggi, maka suhu larutan dijaga dibawah temperatur 10 °C. Kemudian, selama penambahan KMnO₄ reaksi dijalankan pada 35 °C selama 2 jam untuk membentuk pasta kental. Meskipun permanganat adalah zat pengoksidasi yang kuat, mangan heptoksida (Mn₂O₇) adalah reagen aktif nyata yang dibangun selama reaksi permanganat dan asam sulfat. Suhu harus dikontrol secara ketat selama sintesis, karena mangan heptoksida cenderung bereaksi secara eksplosif jika mencapai suhu 55 °C. Sedangkan, reaksi antara grafit dengan asam sulfat dan kalium permanganat adalah sebagaimana persamaan reaksi (1) sampai (3) berikut ini:



Selanjutnya 80 mL aquademin ditambahkan secara perlahan dan diaduk selama 90 menit pada suhu 40 °C. Setelah itu, 200 mL aquademin dan 6 mL H₂O₂ ditambahkan secara perlahan dan diaduk selama 90 menit pada suhu 75 °C untuk menghentikan proses oksidasi.

Senyawa H₂O₂ ketika ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran berfungsi untuk menghentikan reaksi dan mengubah sisa-sisa permanganat yang berwarna ungu (El-Khodary *et al.*, 2014). Selain itu, H₂O₂ juga bertujuan untuk mengubah mangan dioksida menjadi mangan sulfat yang tidak berwarna selama reaksi dan pada saat proses pencucian pengotor tersebut akan dihilangkan oleh HCl (Mombeshora *et al.*, 2017). Adapun reaksi yang terjadi antara H₂O₂ dengan permanganat adalah sebagaimana persamaan reaksi (4) berikut ini:



Graphite Oxide yang dihasilkan kemudian diaduk (*sentrifuge*) dengan kecepatan 3500 rpm selama 30 menit. Setelah itu, suspensinya diambil dan sebanyak 10 mL aquademin ditambahkan pada botol kemudian dimasukkan ke *sentrifuge* lagi dengan kecepatan yang sama. Sentrifugasi dengan aquademin dilakukan 3 kali pengulangan. Setelah 3 kali pengulangan, sebanyak 10 mL cairan bening diambil dan diganti HCl 10% dengan volume yang sama. Sebanyak 10 mL etanol 10% digunakan untuk mencuci *graphite oxide* setelah dicuci menggunakan HCl 10%. Pencucian menggunakan aquademin, HCl 10%, dan etanol 10% dilakukan dengan masing-masing 10 mL dan 3 kali pengulangan. Harga pH diperiksa menggunakan pH indikator hingga diperoleh pH mendekati 7. Endapan *graphite oxide* yang telah dicuci dimasukkan ke dalam cawan petri dan dioven dengan suhu 50 °C selama 24 jam. Setelah kering, *graphite oxide* diambil menggunakan spatula dan dimasukkan ke dalam botol kaca.

3.4.2 Sintesis Graphene

Pada tahapan kedua yaitu proses sintesis *graphene* dibantu oleh iradiasi *microwave* (Zhu *et al.*, 2010). Sebanyak 0,25 g *graphite oxide* dilarutkan dengan aquades 100 mL agar menjadi larutan 2,5 mg/mL. Larutan tersebut diultrasonikasi selama 30 menit untuk mengubah *Graphite oxide* menjadi *Graphene oxide*. Larutan 2,5 mg/mL GO dituangkan ke dalam mangkuk *microwave* dan dimasukkan ke dalam *microwave* menggunakan daya 900 watt dengan variasi waktu 15, 20, dan 25 menit. Masing-masing hasil reduksi GO dengan variasi waktu paparan *microwave* selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR dan SEM-EDX untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi.

Variasi kedua sebanyak 0,15 gram, 0.1 gram, dan 0.05 gram *graphite oxide* dilarutkan dengan aquades 100 mL dalam *beaker glass* yang berbeda. Larutan tersebut selanjutnya diultrasonikasi masing-masing selama 30 menit untuk mengubah *graphite oxide* menjadi *graphene oxide*. Masing-masing larutan GO dimasukkan ke dalam mangkuk *microwave* dan dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya 900 watt selama 25 menit. Masing-masing

hasil reduksi GO dengan variasi masa GO kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, dan SEM-EDX untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi.

3.5 Prosedur Analisis penelitian

3.5.1 Analisis AAS

AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometri*) digunakan untuk menganalisis penentuan unsur-unsur logam mangan berdasarkan pada penyerapan (absorpsi) radiasi oleh atom pada sampel grafit. Sampel setelah melalui proses pengabuan, kemudian dilarutkan ke dalam aquaregia dan diukur pada panjang gelombang 279,5 nm, karena logam mangan terdeteksi pada panjang gelombang tersebut.

3.5.2 Analisis FTIR

FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk menganalisis gugus fungsi dengan metode transmisi FTIR dari padatan (bubuk) sampel grafit, *Graphene Oxide* dan *Reduce Graphene Oxide* yang dicampurkan dengan bubuk KBr hingga homogen. Selanjutnya sampel-sampel tersebut ditempatkan pada *set holder* dan dianalisis pada resolusi bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.5.3 Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis (*Ultraviolet-Visible Spectrophotometry*) digunakan untuk menganalisis spektrum absorpsi RGO dengan perbedaan waktu reduksi dan perbedaan massa GO. Sampel yang sudah dimasukkan dalam kuvet kemudian dikenakan sinar UV. Selanjutnya diamati pada panjang gelombang 200-500 nm dan diperoleh grafik absorbansinya.

3.5.4 Analisis SEM-EDX

SEM (*Scanning Electron Microscope*) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari sampel *graphite*, *graphene oxide* dan *reduce graphene* yang ditempelkan pada *set holder*. Setelah itu, sampel dimasukkan pada tempatnya di dalam SEM. Selanjutnya gambar topografi diamati dan dilakukan perbesaran 5.000 dan 10.000 kali. Sedangkan analisis EDX

(*Scanning Electron Microscope*) digunakan untuk mengetahui komposisi unsur penyusun material yang diuji.

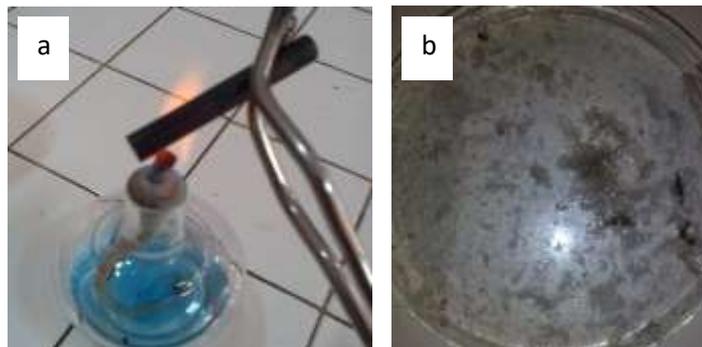
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 *Leaching* Grafit

Proses sintesis *Graphene Oxide* (GO) didahului dengan proses *leaching*, dimana pada tahap ini dilakukan preparasi untuk menghilangkan pengotor yang terdapat pada batang karbon batu baterai. Persentasi pengotor logam Mn berbentuk senyawa MnO_2 dalam batu baterai Zn-C paling banyak terkandung di pasta elektrolit dengan kadar 30,07 % dan sebagian kecil sisanya berada di batang karbon itu sendiri (Chen *et al.* , 2017). Sementara sampel grafit tanpa *leaching* setelah dilakukan uji dengan SEM-EDX menunjukkan kadar logam Mn sebanyak 27,5 %. Selain itu, pengotor lainnya seperti lilin dan aspal adalah elemen kecil yang juga ada di batang karbon (Khan *et al.*, 2013).

Proses *leaching* dilakukan melalui dua tahapan. Pertama, batang karbon dibersihkan dengan kain dan dibilas dengan aquademin untuk menghilangkan sisa-sisa aspal yang menempel diujung batang karbon. Kemudian pada tahapan kedua, lapisan lilin yang terkandung di internal batang karbon dihilangkan dengan cara pemanasan menggunakan api (Rao dan Zhang, 2011), seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 (a) Proses pemanasan batang karbon, (b) Pengotor lilin.

Lilin atau yang disebut juga parafin tersusun atas rantai atom karbon yang dikelilingi oleh atom hidrogen (Clark dan Smith, 1931). Melalui perantara panas api, molekul hidrokarbon penyusun lilin akan meleleh dan menguap ke udara yang kemudian bereaksi dengan oksigen menghasilkan uap air (H_2O) dan karbon dioksida (CO_2).

Namun secara eksperimen di lapangan hasil yang diperoleh menunjukkan satu fakta bahwasanya pembakaran ini berlangsung tidak sempurna sehingga sebagian besar lilin yang terkandung di batang karbon mencair dan berhasil memadat kembali setelah dibakar. Hanya sebagian kecil saja yang menguap ke udara. Hal ini ditandai dengan adanya asap berwarna hitam. Persamaan reaksi yang terjadi seperti berikut ini:

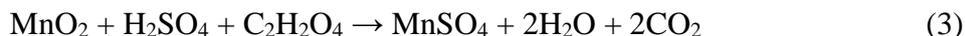


4.1.1 Pencucian Reduksi

Hasil dari proses *leaching* grafit diperoleh batang karbon yang bersih dari zat pengotor aspal dan lilin. Tahapan selanjutnya, batang karbon sebagai bahan baku utama dihaluskan menjadi serbuk grafit ukuran 20 mesh. Grafit halus tersebut selanjutnya dilarutkan ke dalam larutan asam sulfat (H_2SO_4) dan asam askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dengan pengaduk magnet 200 rpm. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan konsentrasi 0,5 mol/L, dari asam sulfat (H_2SO_4), 10 g/L asam askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), rasio grafit dan asam 20 : 1 (b/v), waktu reaksi selama 2 jam dan suhu 25 °C. Asam sulfat dalam proses pencucian reduksi ini berfungsi sebagai agen pencucian berbasis asam (*agent leaching*) (Chen *et al.*, 2017).

Sementara, penggunaan asam askorbat sendiri berperan sebagai agen pereduksi paling efektif yang mampu meningkatkan laju pencucian mangan (IV) atau mangan dioksida secara signifikan dibandingkan asam organik sejenisnya seperti asam oksalat, karena jumlah kuantitatif produk MnSO_4 yang dihasilkan jauh lebih tinggi daripada menggunakan asam oksalat (Chen *et al.*, 2017). Perbandingan persamaan reaksi pelarutan serbuk grafit ke dalam asam sulfat antara asam askorbat dan asam oksalat bisa dilihat berdasarkan persamaan reaksi (2) dan (3). Selanjutnya, grafit hasil dari penyaringan larutan tersebut dikeringkan pada suhu 400 °C selama 1 jam.



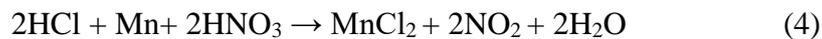


Gambar 4.2 Proses pencucian reduktif

4.1.2 Pengujian Kadar Mn dalam Grafit

Metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam Mn tersebut adalah metode *Atomic Absorption Spectrophotometers* (AAS). Pada dasarnya ada dua jenis pendestruksian yang biasa dilakukan, yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Namun pada penelitian ini, sebelum dianalisis sampel terlebih dahulu dipreparasi dengan metode destruksi kering. Destruksi kering merupakan sebuah metode pemanasan atau penghancuran menggunakan suhu yang sangat tinggi (Yusuf, 2018).

Sampel yang diuji yaitu grafit sebelum dan setelah perlakuan pencucian reduksi. Kedua sampel grafit tersebut masing-masing ditimbang sebanyak 0,5 gram dalam cawan porselin lalu diuapkan dan dipanaskan ke dalam *furnace* untuk mengabukan sampel selama 1 jam pada suhu 300 °C, 2 jam pada suhu 500 °C dan 3 jam pada suhu 700 °C. Abu berwarna putih sebanyak 0,1 gram yang dihasilkan selanjutnya dilarutkan ke dalam aqua regia (HNO₃: HCl) dengan perbandingan 3:1 dan dibiarkan selang beberapa waktu sampai abu benar-benar larut sempurna. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan (4). Kemudian larutan tersebut diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas sampai 25 mL. Selanjutnya, larutan siap diukur dengan *Atomic Absorption Spectrophotometers* (AAS) pada panjang gelombang 279,5 nm.



Hasil pengujian menunjukkan bahwa kadar Mn dalam serbuk grafit setelah melalui proses pencucian reduksi sebanyak 0,44 mg/L. Nilai ini mengalami penurunan dibandingkan dengan kadar Mn sebelum adanya proses pencucian reduksi sebanyak 1,85 mg/L.

4.2 Sintesis *Graphene Oxide*

Pada tingkatan ini proses sintesis *Graphene Oxide* (GO) dilaksanakan dengan metode Hummers. Sintesis GO pada penelitian ini menggunakan bahan baku serbuk grafit dari batang karbon limbah batu baterai seng karbon yang telah melewati proses pencucian dari zat-zat pengotor yang tidak dikehendaki. Tahapan sintesis ini mampu merenggangkan ikatan *Van Der Waals* antar lapisan grafitnya dengan menyisipkan gugus oksigen di dalamnya sehingga lebih mudah terpisah antara lapisan satu dengan yang lainnya. Temperatur dikontrol di bawah suhu 20 °C dengan menggunakan *ice bath* untuk tujuan menstabilkan suhu karena pengaruh dari reaksi eksoterm..



Gambar 4.3 Proses sintesis GO

Peran utama NaNO_3 dalam metode *Hummers* adalah efek oksidasi yang berperan membantu H_2SO_4 dan KMnO_4 dengan cara menginterkalasi lapisan grafit yang diikuti perluasan interkalasi oleh dimangan heptoksida (Mn_2O_7)

dari KMnO_4 . Penggunaan NaNO_3 dalam metode ini akan menghasilkan gas beracun NO_2 dan N_2O_4 yang dilepaskan selama proses oksidasi, maka dalam metode Hummers termodifikasi kali ini, penggunaan NaNO_3 ditiadakan. Modifikasi ini tidak berpengaruh pada daya dispersinya (dispersibilitas), struktur kimia, ketebalan, dan dimensi lateral GO yang dihasilkan dibandingkan dengan GO yang dihasilkan dari metode Hummers (Setiadji *et al.*, 2018).

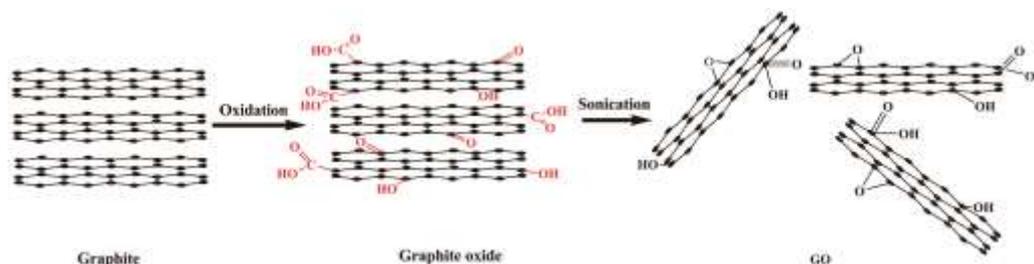
Penambahan KMnO_4 dilakukan secara perlahan agar dapat bereaksi secara maksimal. Pengamatan yang terlihat ketika serbuk KMnO_4 bercampur langsung dengan suspensi adalah warna hijau gelap seperti Gambar 4.4. Warna hijau gelap itu mengindikasikan terbentuknya Mn_2O_7 sebagai agen oksidator kuat dari reaksi antara asam kuat H_2SO_4 dengan KMnO_4 (Dimiev dan Tour, 2014).



Gambar 4.4 Proses oksidasi GO setelah penambahan KMnO_4

Secara sistematis, skema tahapan konversi dari grafit menuju GO melibatkan tiga langkah kerja utama. Pertama, konversi serbuk grafit dalam larutan asam sulfat membentuk senyawa interkalasi grafit (H_2SO_4 -GICs). Kedua, konversi GICs menjadi bentuk grafit teroksidasi yang disebut sebagai *Pristine Graphite Oxide* (PGO) oleh oksidator kuat berupa KMnO_4 . Ketiga,

melibatkan konversi PGO ke GO dengan membentuk suspensi koloid dari lapisan monolayer, bilayer atau beberapa lapisan GO melalui reaksi PGO dengan pelarut air (Dimiev dan Tour, 2014) seperti pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Mekanisme sintesis *graphene oxide* (Li *et al.*, 2014).

Tahap 1: Perubahan grafit menjadi GIC (*Graphite Intercalation Compounds*)

Reaksi kimia yang melibatkan grafit selalu membentuk rute sintesis dasar menuju ke senyawa aslinya, yaitu *Graphite Intercalation Compounds* (GICs). Secara sederhana, tahapan ini digambarkan dengan meningkatnya jarak antar lapisan grafit sebagai hasil interkalasi dari berbagai reagen kimia di antara kisi-kisi grafit (Sorokina *et al.*, 2005).

Mekanisme terbentuknya GICs yaitu ketika beberapa spesies atom, ion, atau molekul (interkalan) dimasukkan di antara lapisan *graphene* dari grafit induk (Dresselhaus dan Dresselhaus, 2002). Pembentukan ini ditandai dengan munculnya warna hitam kehijauan yang diperoleh dari serpihan grafit yang mana bila diuji menggunakan mikroskop optik akan menghasilkan warna biru gelap (Dimiev dan Tour, 2014). Pada penelitian kali ini, GICs diproduksi dengan reaksi oksidasi kimia (Dimiev *et al.*, 2012) dan menghasilkan grafit bisulfat (Sorokina *et al.*, 2005). Persamaan reaksi antara grafit dengan asam sulfat dan KMnO_4 seperti persamaan reaksi (5).



Selama proses oksidasi dengan oksidator kuat KMnO_4 dalam medium H_2SO_4 beberapa gugus fungsi seperti gugus fenol, gugus epoksi, gugus keton, gugus karboksil, dan gugus karbonil mulai aktif terbentuk pada karbon (Shao

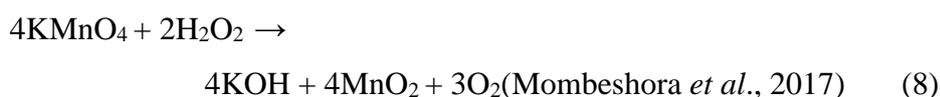
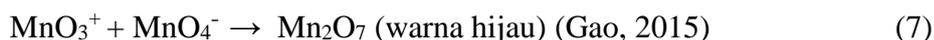
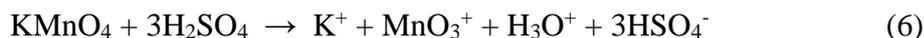
et al., 2012). Gugus fungsi ini menyebabkan material bersifat sangat hidrofilik dan mudah terkelupas menjadi grafit bisulfat.

Tahap 2: Perubahan GICs menjadi PGO (*Pristine Graphite Oxide*)

Tahap perubahan GICs menjadi PGO dapat disebut juga sebagai oksidasi dengan bantuan KMnO_4 . Warna suspensi dapat diamati saat proses pengoksidasian telah berlangsung yaitu perubahan warna hijau gelap menjadi coklat seiring hilangnya karakteristik warna hijau gelap dari Mn_2O_7 (Dimiev dan Tour, 2014).

Oksidasi 1

Prosedur oksidasi utama dari metode ini dipahami sebagai proses pengelupasan grafit oleh dimangan heptoksida (Mn_2O_7) dan kation permanganil (MnO_3^+) yang merupakan produk reaksi dari permanganat dan asam sulfat pekat yang telah disebutkan di atas (Kang *et al.*, 2016). Pada titik ini, KMnO_4 bertindak sebagai oksidan yang kuat di dalam suasana larutan asam dan memiliki peranan yang sangat penting dalam proses peningkatan pengelupasan grafit, proses yang terjadi sebagaimana persamaan reaksi berikut ini:



Pada langkah ini, mangan (VII) heptoksida mengandung spesies di mana sebagian besarnya ada sebagai permanganat (MnO_4^-). Selain itu, suhu reaksi campuran akan meningkat dengan cepat karena reaksi eksoterm yang terjadi antara air dengan campuran asam sulfat pekat sebagai oksidator kuat (Marcano *et al.*, 2010).

Oksidasi Tahap 2:

Oksidasi tahap ke 2 terjadi pada suasana asam dan tidak memberikan pengaruh lebih jauh pada proses pengelupasan grafit. Proses ini terjadi oleh ion permanganat (MnO_4^-) setelah adanya penambahan aquademin sebelum penambahan hidrogen peroksida (H_2O_2). Setelah penambahan aquademin, GO yang terkelupas bisa teroksidasi secara signifikan seiring berjalannya waktu seperti pada Gambar 4.6. terutama pada suhu yang lebih tinggi. Warna khas GO yang teramati adalah kuning kecoklatan.



Gambar 4.6 Tahapan proses oksidasi GO (Kang *et al.*, 2016).

Pada oksidasi tahap II dengan adanya penambahan H_2O_2 ini mampu menyingkirkan kemungkinan spesies yang dihasilkan akibat dari kontak langsung antara GO yang terkelupas dan MnO_4^+ melalui proses reduksi langsung oleh Mn_2O_7 dan MnO_3^+ pada oksidasi tahap I sebelumnya, sehingga menjadi ion mangan dengan keadaan oksidasi yang lebih rendah Mn^{2+} (Kang *et al.*, 2016). Selain itu, domain konjugasi sp^2 pada grafit yang tersusun dari ikatan ganda $\text{C}=\text{C}$ dalam GO berkurang dan gugus karbonil, gugus laktol, gugus karboksilat, dan gugus hidroksil relatif meningkat.

Tahap 3: Perubahan PGO menjadi GO

Selain pengelupasan menjadi lembaran, langkah ini juga melibatkan hidrolisis kovalen. Hidrasi didorong oleh ikatan hidrogen dan oleh interaksi elektrostatik antara lapisan GO dan air. Penambahan H_2O_2 pada campuran memunculkan gelembung gas oksigen yang berasal dari panas dan perubahan warna menjadi kuning kecoklatan kembali. Selain itu, agar oksidasi

berlangsung sempurna maka ditambahkan 80 mL aquademin dan pengadukan dilanjutkan hingga 30 menit pada temperatur 40 °C. Kemudian dilakukan penambahan 200 mL aquades secara bertahap. Reaksi antara aquademin dan H₂SO₄ merupakan reaksi eksotermik sehingga akan terjadi kenaikan temperatur hingga 75 °C. Setelah ditambahkan aquades, larutan berubah menjadi coklat yang menandakan terbentuknya MnO₂ dari hasil reaksi antara KMnO₄ dan H₂O serta menghasilkan GO pada tahap 3.

Upaya untuk menghentikan reaksi, maka ke dalam larutan ditambahkan 6 mL H₂O₂ 30% sehingga larutan berubah warna menjadi kecoklatan yang menunjukkan tingkat oksidasi *graphite* yang tinggi (Huang *et al.*, 2011). Persamaan reaksi yang berlangsung dari penambahan H₂O dan H₂O₂ dengan KMnO₄ adalah sebagai berikut :



Pencucian dilakukan dengan cara sentrifugasi. Sentrifugasi adalah proses pemisahan dengan memanfaatkan gaya sentrifugal untuk mengendapkan campuran dengan menggunakan mesin *sentrifuge* atau alat pemutar berkecepatan tinggi yang memaksa partikel dengan massa lebih berat akan terkumpul ke dasar tabung *sentrifuge*. Pencucian menggunakan aquademin, larutan HCl 10%, dan larutan etanol 10% bertujuan untuk menghilangkan zat pengoksidasi dan menstabilkan tingkat keasaman dari ion-ion sulfat, KMnO₄, H₂O₂ dan senyawa-senyawa pengotor yang terdapat di dalam larutan GO (Yen *et al.*, 2004). GO dicuci berkali-kali dan setiap pergantian larutan pencuci dilakukan pengocokan tabung sehingga padatan di dasar tabung pun ikut tercuci. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kotoran dan menetralkan padatan GO yang masih bersifat asam. Penambahan H₂O membantu pengelupasan kulit dari lembaran GO sehingga menghasilkan suspensi stabil dalam H₂O (Javed dan Hussain, 2015).

Oksidasi grafit menghasilkan bubur kental berwarna coklat meliputi GO dan lembaran yang terkelupas bersama dengan residu zat pengoksidasi dalam campuran reaksi. Setelah sentrifugasi berulang, zat pengotor dan ion sisa dari

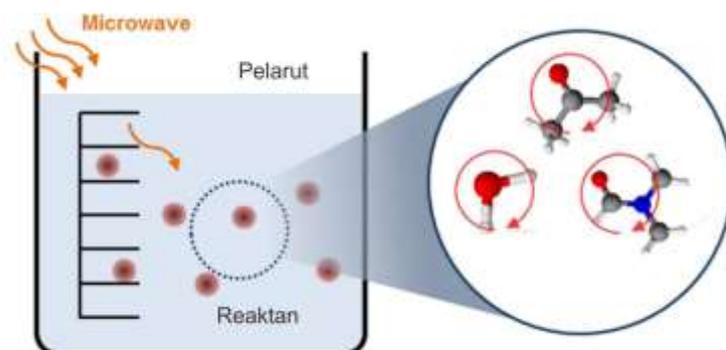
proses oksidasi dapat dihilangkan dari suspensi GO (Li *et al.*, 2008). pH awal sebelum dilakukan pencucian adalah 1, kemudian setelah dilakukan pencucian berulang kali nilai pH naik menjadi 6. Hasil endapan hitam kecoklatan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$, pemanasan ini bertujuan untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam endapan GO.

4.3 Reduksi *Graphene Oxide* dengan Iradiasi *Microwave*

Sampel *GO* yang sudah dioksidasi menggunakan metode Hummers termodifikasi bersifat hidrofilik, di mana pada bagian basal dan tepi-tepinya mengandung gugus-gugus fungsional oksigen seperti gugus karboksil, alkoksil dan epoksil. Sementara kandungan oksigen pada *graphene* sendiri bisa mempengaruhi sifat-sifat keunggulannya. Maka dari itu, proses untuk menghasilkan *graphene* dengan sifat yang lebih baik digunakan metode reduksi dengan bantuan iradiasi *microwave*.

Proses reduksi ini akan lebih efisien dan menghasilkan *graphene* dengan kualitas yang lebih baik dibanding dengan metode lainnya (Tien *et al.*, 2012) dan dapat mereduksi dengan waktu yang singkat (Sridhar, *et al.*, 2010). Iradiasi *microwave* secara signifikan menurunkan biaya produksi karena hemat energi, memperbaiki keseragaman produk, memperbaiki mikrostruktur dan sifat produk serta prosesnya berlangsung sangat cepat (2-50 kali lebih cepat dibandingkan metode konvensional) (Bukhari, *et al.*, 2015).

Sebelum direduksi, GO didispersikan terlebih dahulu ke dalam aquademin dan diultrasonikasi. Perlakuan ini bertujuan untuk menghasilkan monolayer atau beberapa lapisan GO. Efek gelombang ultrasonik ini menimbulkan peluruhan di dekat permukaan sampel dan menyebabkan terjadinya pergeseran lapisan. Lebih jauh lagi, adanya getaran yang kuat dari daya ultrasonik dapat berujung kepada melepasnya lapisan-lapisan GO (Sridhar *et al.*, 2010). Mekanisme pemanasan karbon tergantung pada kondisi bahan yang dikenainya, apakah itu cair (dispersi dalam pelarut) atau bentuk padat. Saat karbon didispersikan dengan pelarut cair diilustrasikan sebagaimana Gambar 4.7. Adapun penyebab utama pemanasan selama iradiasi *microwave* disebabkan oleh polarisasi ioniknya (Menéndez *et al.*, 2010).



Gambar 4.7 Mekanisme *microwave* pada sampel padat

Hasil penelitian menunjukkan adanya perbedaan warna yang signifikan terhadap masing-masing sampel setelah proses reduksi menggunakan daya 900 watt. Hasil tersebut senada dengan penelitian yang dihasilkan (Chen, 2010), bahwa larutan yang berubah menjadi hitam pada menit proses ke 10 mengindikasikan sedang berlangsungnya proses reduksi gugus oksida. Di samping itu, warna suspensi *graphene oxide* dari kuning kecoklatan menjadi hitam setelah terpapar radiasi *microwave* menunjukkan perubahan ikatan C=C yang sangat cepat (Tien *et al.*, 2012).



Gambar 4.8 Perubahan warna GO setelah direduksi

4.4 Analisis Kandungan Mn dalam Grafit Limbah Baterai

Uji ini dilakukan bertujuan untuk menganalisis kandungan Mn dalam grafit batu baterai setelah melalui preparasi *leaching*. Hasil pengukuran larutan standar menggunakan AAS ditunjukkan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengukuran larutan standar Mn dengan AAS

Larutan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
---------	-------------------	------------

Blanko	0	0
Standar 1	0,1	0,02
Standar 2	0,5	0,085
Standar 3	1	0,1556
Standar 4	3	0,3984
Standar 5	4	0,5535

Persamaan yang diperoleh selanjutnya dapat digunakan untuk menentukan kadar logam Mn dalam sampel grafit dengan dan tanpa *leaching*. Perbandingan hasilnya ditunjukkan pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Perbandingan antara grafit dengan *leaching* dan tanpa *leaching*

Metode Destruksi	Grafit dengan <i>leaching</i>	Grafit tanpa <i>leaching</i>
Uji Linieritas	$y = 0,134x + 0,009$ $r^2 = 0,997$	$y = 0,134x + 0,009$ $r^2 = 0,997$
Absorbansi	0,0685	0,0338
Pengenceran	-	10 x
Warna	Tidak berwarna	Tidak berwarna
Kadar Mn dalam sampel (mg/L)	0,44	1,85

Uraian di atas menandakan bahwa proses *leaching* dapat menurunkan kadar Mn dalam grafit. Sampel grafit dengan proses *leaching* menunjukkan kadar logam Mn sebanyak 0,44 mg/L sedangkan sampel grafit tanpa proses *leaching* menunjukkan kadar logam Mn sebanyak 1,85 mg/L. Hal ini bisa diartikan bahwa metode *leaching* terbukti mampu mengurangi kehadiran logam Mn pada grafit batu baterai dibandingkan grafit tanpa adanya proses *leaching*, sehingga proses ini diharapkan dapat mendukung terbentuknya produk akhir *graphene* yang lebih optimal.

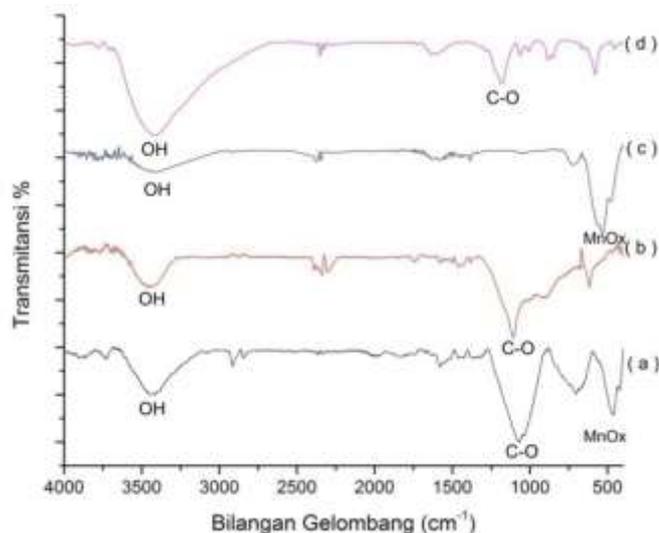
Keberadaan logam Mn yang berlebih baik sisa dari proses oksidasi grafit dengan metode Hummers maupun bawaan dari batang karbon baterai itu sendiri menyebabkan sisa pengotor dari Mn yang tidak bereaksi sangat banyak dan akhirnya akan menempel di permukaan lapisan-lapisan GO. Secara otomatis kebutuhan asam peroksida dan asam klorida untuk menghilangkan residu Mn tersebut juga akan semakin tinggi. Sementara pengaruh Mn yang berlebih ketika proses reduksi GO mengakibatkan reduksi tidak terjadi secara maksimal dan berefek pada menurunnya sifat elektrokimia pada RGO (Ambrosi *et al.*, 2012).

4.5 Analisis FTIR

Pengujian spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi pada grafit, GO dan RGO. Interaksi antara molekul dan iradiasi elektromagnetik mampu mendiagnosa molekul yang terkandung pada suatu sampel berdasarkan panjang gelombang tertentu. Jika terdapat puncak pada spektra transmitansi artinya ada partikel yang berinteraksi dengan iradiasi inframerah pada ujung gelombang tersebut. Beberapa gugus fungsi dari GO seperti O-H, C=O, C-OH, dan C-O. Karakteristik pada puncak bilangan gelombang $\sim 3464 \text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya gugus O-H dari golongan hidroksil. Karakteristik lainnya juga terdeteksi pada puncak bilangan gelombang $\sim 1700 \text{ cm}^{-1}$ yang menandakan keberadaan gugus C=O, bilangan gelombang $\sim 1288 \text{ cm}^{-1}$ menandakan gugus C-OH, bilangan gelombang $\sim 1493 \text{ cm}^{-1}$ menandakan keberadaan gugus C=C dari domain grafit yang belum teroksidasi, dan bilangan gelombang $\sim 1003 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya gugus C-O yang juga dianggap sebagai golongan dari asam karboksilat dan karbonil (Chen *et al.*, 2009).

Spektra FTIR pada pembahasan ini juga dijadikan sebagai indikator untuk melihat kehadiran kadar logam Mn dalam sampel grafit dan GO sebagai perbandingan setelah proses *leaching* dan tanpa *leaching*. Bilangan gelombang antara 750 – 200 nm mengindikasikan potensi adanya MnOx, di mana dapat diamati pada puncak bilangan gelombang 750 – 600 nm, 600 – 450 nm, dan 450 – 200 nm yang menandakan terjadinya vibrasi ulur (*stretching*), vibrasi

tekuk (*wagging*) dan vibrasi mengibas dari MnO_x (Parikh dan Chorover, 2005) seperti keterangan yang ditunjukkan Gambar 4.9.



Gambar 4.9 (a) Grafit tanpa *leaching*, (b) Grafit dengan *leaching* (GL), (c) GO tanpa *leaching*, (d) GO dengan *leaching* (GOL).

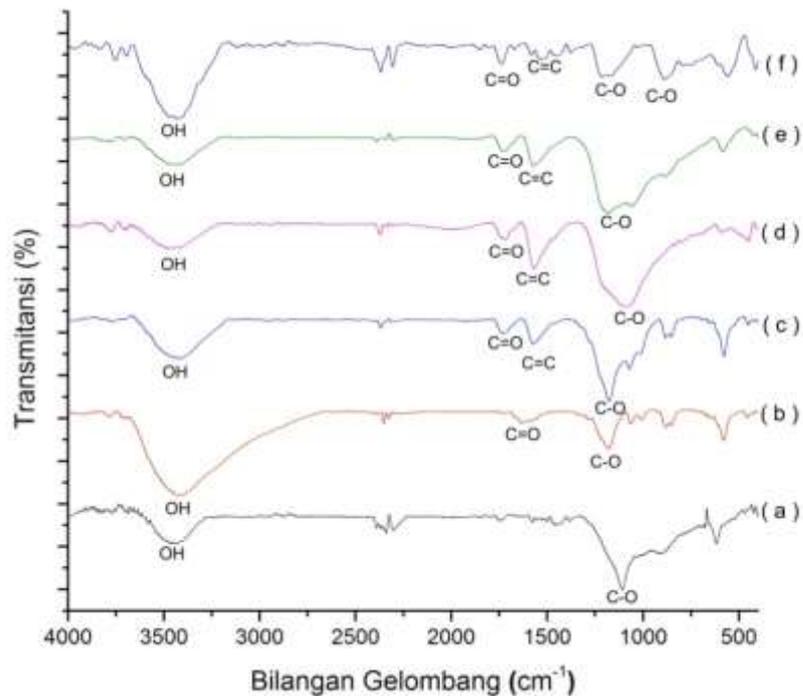
Gambar 4.9 menunjukkan hasil spektra perbandingan beberapa sampel antara grafit tanpa *leaching* dan grafit dengan *leaching*, keduanya sama-sama memunculkan ikatan O-H asam karboksilat pada bilangan gelombang 3439 cm^{-1} dan $3436,5\text{ cm}^{-1}$. Di samping itu juga hadir ikatan C-O pada bilangan gelombang 1070 cm^{-1} dan $1112,75\text{ cm}^{-1}$. Munculnya kedua gugus fungsi ini karena kontak yang terjadi antara grafit dengan molekul air saat proses *leaching*.

Dalam penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Rahmawati, *et al.*, 2018) mengungkapkan bahwa sintesis *Graphene Oxide* dengan bahan baku karbon dari limbah batu baterai Zn-C masih menyisakan pengotor Mn yang sangat banyak dan merekomendasikan perlunya proses *leaching*. Hasilnya, komparasi bagian yang cukup membedakan di antara keduanya adalah, pada sampel grafit muncul puncak serapan sedang pada bilangan gelombang $701,5\text{ cm}^{-1}$ dan $463,25\text{ cm}^{-1}$, di mana potensi yang muncul adalah vibrasi ulur dan vibrasi tekuk dari MnO_x . Sedangkan pada sampel grafit dengan *leaching* puncak serapannya sudah jauh melemah di rentang bilangan gelombang 450 cm^{-1} sampai 550 cm^{-1} dan hanya memunculkan satu puncak serapan kecil pada

bilangan gelombang 618 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwasanya proses *leaching* mampu meminimalisir kehadiran Mn dalam sampel.

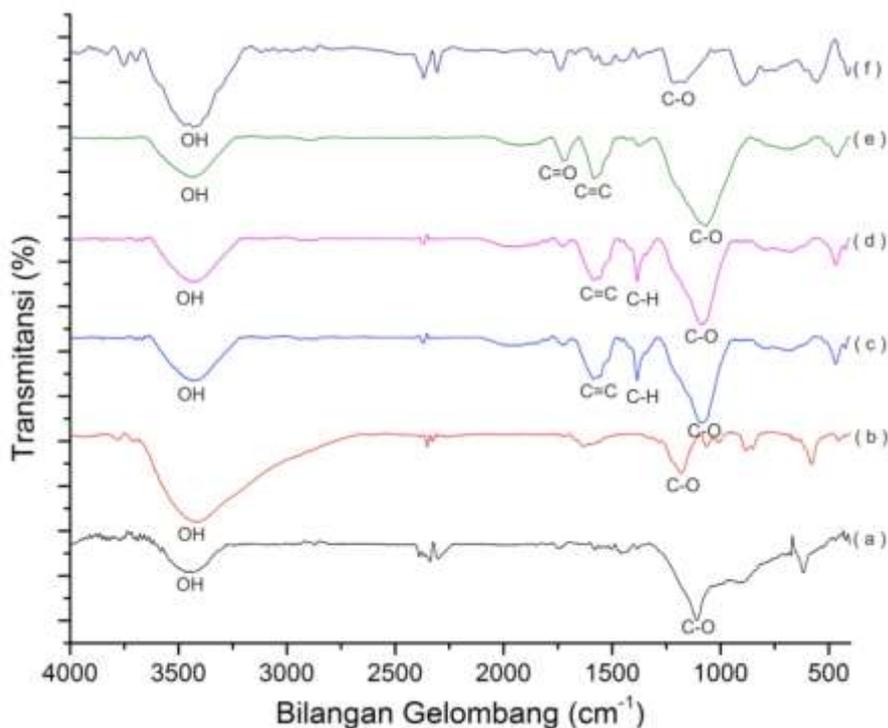
Adapun perbandingan spektra untuk sampel GO tanpa *leaching* dan GO dengan *leaching* menunjukkan bahwasanya kedua sampel sama-sama terdapat ikatan O-H asam karboksilat pada bilangan gelombang $3415,75\text{ cm}^{-1}$ dan $3417,75\text{ cm}^{-1}$, hanya saja masing-masing terbedakan oleh ketajaman puncak serapannya. Selain itu, puncak serapan di sekitar bilangan gelombang 1614 cm^{-1} dan $1625,5\text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya ikatan C=C dari domain grafit yang tidak teroksidasi. Bilangan gelombang $1183,5\text{ cm}^{-1}$ pada sampel GOL dikaitkan dengan ikatan C-O dari vibrasi C-O-C. Kehadiran gugus yang mengandung oksigen ini mengungkapkan bahwa *graphite* telah teroksidasi (Shahriary dan Athawale, 2014).

Kemudian komparasi lainnya adalah puncak serapan yang tajam di bilangan gelombang $531,75\text{ cm}^{-1}$ dan puncak serapan yang lemah di bilangan gelombang 722 cm^{-1} dimungkinkan karakterisasi puncak serapan dari vibrasi tekuk (*bending*) dan vibrasi ulur (*stretching*) ikatan MnOx pada sampel GO. Sementara pada sampel GOL puncak serapan vibrasi tekuk di sekitar bilangan gelombang $578,25\text{ cm}^{-1}$ semakin melemah. Bukti ini menegaskan lagi bahwasanya proses *leaching* mampu meminimalisir kehadiran Mn dalam sampel secara signifikan (Alam *et al.*, 2017). Keberadaan jumlah Mn yang berlebih dalam sintesis oksidasi grafit bisa menurunkan kualitas dari sisi kristanilitas GO yang dihasilkan. Sebab ini didasarkan pada uji karakterisasi dengan XRD dan SEM, di mana intensitas puncak difraksi semakin menurun dengan berlebuhnya Mn dan beberapa bulatan berbentuk bola akan terlihat di mikrograf SEM (Hidayah *et al.*, 2016). Sedangkan kehadiran gugus oksigen menunjukkan bahwa grafit telah teroksidasi. Kelompok gugus berpolar yang utamanya kelompok hidroksil itu telah berhasil membentuk ikatan hidrogen antara grafit dan molekul air karena perbedaan elektronegativitas antara atom yang berikatan (Alam, *et al.*, 2017).



Gambar 4.10 (a) Grafit, (b) GO, dan RGO-900 watt (c) 15 menit, (d) 20 menit, (e) 25 menit, (f) *few layer graphene tube*

Reduksi GO menjadi RGO dengan beberapa variasi paparan waktu menggunakan daya *microwave* 900 watt dapat dilihat dari hasil spektra FTIR Gambar 4.10. Gambar tersebut memperlihatkan bahwa GO secara bertahap telah tereduksi di bagian tertentu. Hal ini ditandai dengan berkurangnya puncak serapan pada puncak bilangan gelombang di sekitar 3420 cm^{-1} berupa ikatan O-H. Puncak serapan ikatan C=O pada bilangan gelombang sekitar 1728 cm^{-1} masih belum memberikan perubahan yang signifikan. Meningkatnya puncak serapan ikatan C=C aromatik menandakan bahwa kandungan karbon pada RGO semakin tinggi dibandingkan dengan karbon pada sampel GO. Sementara berkurangnya puncak serapan ikatan C-O pada bilangan gelombang 1172 cm^{-1} masih jauh dari kata bagus.



Gambar 4.11 (a) Grafit, (b) GO, (c) RGO 0,05 gram, (d) RGO 0,1 gram, dan (e) RGO 0,15 gram (f) *few layer graphene tube*

Gambar 4.11 menunjukkan hasil RGO dari beberapa variasi massa dengan daya *microwave* 900 watt selama 25 menit. Pada hasil spektrofotometer terlihat ketiganya sama-sama memiliki ikatan O-H asam karboksilat dengan puncak serapan yang semakin kecil di dekat bilangan gelombang 3430 cm^{-1} . Berkurangnya puncak serapan itu menandakan bahwasanya keberadaan gugus O-H semakin melemah setelah direduksi, pengurangannya cukup signifikan bila dibandingkan dengan puncak serapan O-H pada spektra GO. Keberadaan ikatan C=O sendiri hanya terdapat di sampel dengan massa 0,15 gram di dekat bilangan gelombang 1718 cm^{-1} . Selain itu, puncak serapan ikatan C-H (lentur) juga terlihat di sampel 0,05 gram dan 0,1 gram di dekat bilangan gelombang 1382 cm^{-1} . Sedangkan keberadaan ikatan C=C terbaca di ketiga sampel di dekat bilangan gelombang 1575 cm^{-1} dan ikatan C-O muncul di dekat bilangan gelombang 1060 cm^{-1} . Bersamaan dengan semakin kecilnya massa GO yang dipakai, membuat puncak serapan ikatan C-O lebih sedikit melemah. Meskipun

begitu, berkurangnya gugus tersebut tidak berbeda secara signifikan. Hal ini menandakan proses reduksi GO belum berlangsung secara maksimal.

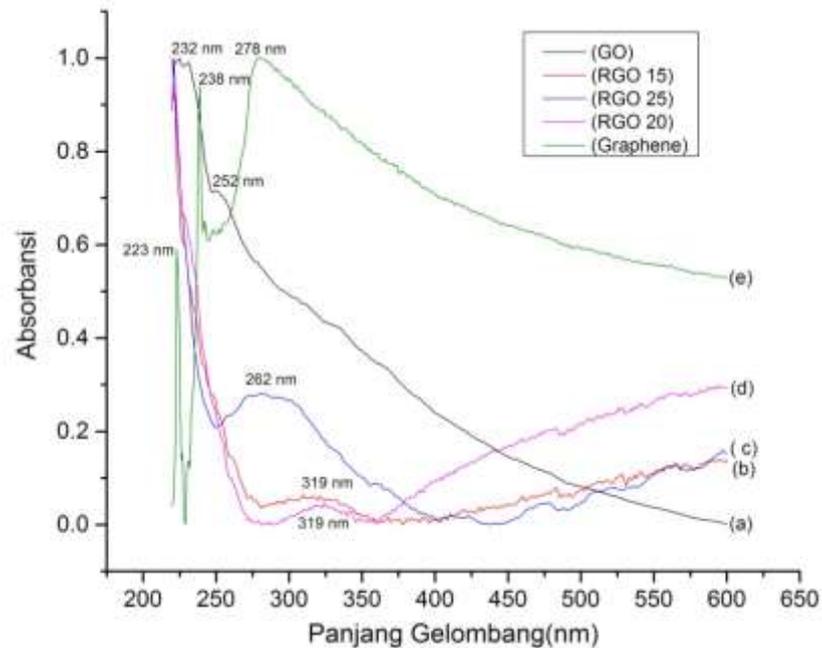
Few layer graphene tube adalah materi berbasis karbon dari induk *graphene* yang tersusun dari lembaran-lembaran yang digulung menjadi tabung. Bahan ini diperoleh dari PT Ugent Tech SDN BHD Selangor, Malaysia. Perbandingan antara kedua variasi (waktu dan massa GO) dengan *graphene tube layer* menunjukkan bahwa puncak serapan gugus fungsional O-H dari variasi keduanya lebih kecil dibandingkan *graphene* yang berada di dekat bilangan gelombang 2342 cm^{-1} . Hal ini dimungkinkan kuat bahwa *graphene layer tube* telah mengalami kontak dengan lingkungan sekitarnya, sehingga bereaksi dan mengubah karakteristiknya. Sedangkan puncak serapan ikatan C-O di dekat bilangan gelombang 1186 cm^{-1} yang dimiliki *graphene tube layer* jauh lebih kecil daripada puncak serapan ikatan C-O dari kedua variasi tersebut.

4.6 Analisis UV-Vis

Spektra pada spektrofotometer UV-Vis menunjukkan hubungan panjang gelombang dalam nanometer (nm) dengan besarnya absorbansi larutan yang diuji. Karakterisasi UV-Vis dilakukan untuk menunjukkan adanya proses reduksi GO menjadi RGO dari hasil sintesis dengan iradiasi *microwave* dalam penelitian ini. Sampel adalah hasil reduksi GO dengan variasi waktu dan variasi massa. Setelah proses reduksi selanjutnya diuji dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 220-600 nm.

Karakterisasi spektrofotometer UV-Vis diketahui bahwa puncak-puncak pada sekitar panjang gelombang 230 nm menunjukkan terjadinya transisi elektronik $\pi-\pi^*$ dan puncak pada panjang gelombang sekitar 300 nm menunjukkan transisi elektronik $n-\pi^*$ yang merupakan karakter transisi elektronik dari GO. Tidak adanya puncak pada panjang gelombang transisi elektronik $n-\pi^*$ menunjukkan material GO sudah tereduksi menjadi RGO (Saxena *et. al.*, 2011). Puncak absorpsi pada panjang gelombang 230 nm tersebut berkaitan dengan transisi $\pi-\pi^*$ dari ikatan C=C dan bahu pada panjang

gelombang 300 nm tersebut berhubungan dengan transisi $n-\pi^*$ dari ikatan C-O (Li dan Bubeck, 2013).

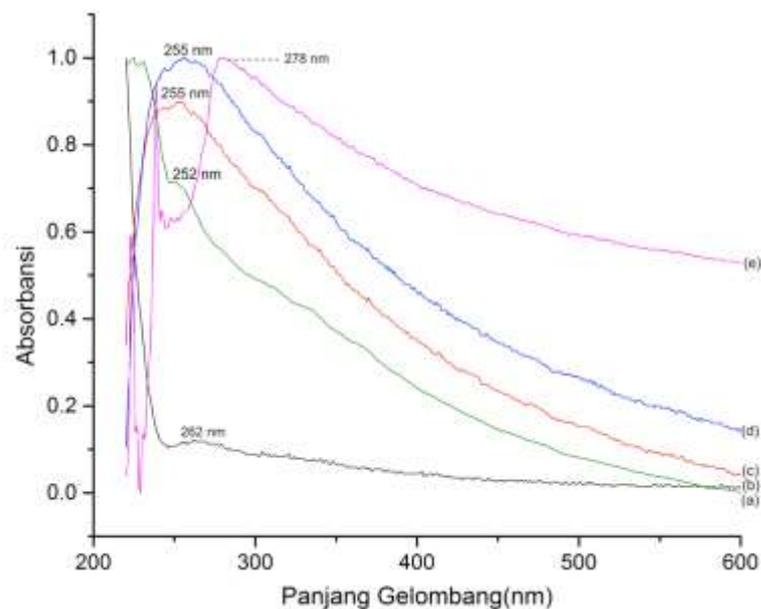


Gambar 4.12 Spektra UV-Vis RGO variasi waktu menggunakan daya 900 Watt (a) GO, (b) 15 menit, (c) 25 menit, (d) 20 menit, (e) *few layer graphene tube*

Gambar 4.12 menunjukkan adanya puncak serapan sampel GO pada panjang gelombang 232 nm dan 252 nm, sampel dengan variasi waktu 15 menit terdapat puncak kecil di dekat panjang gelombang 222 nm, sampel dengan waktu 20 menit pada panjang gelombang 226 nm dan sampel dengan waktu 25 menit pada panjang gelombang 221 nm setelah dilakukannya proses iradiasi *microwave*. Sampel yang direduksi selama 25 menit menunjukkan berkurangnya puncak serapan pada panjang gelombang sekitar 230 nm, hal ini mengindikasikan GO semakin tereduksi seiring dengan lamanya waktu iradiasi. Hal lain juga ditunjukkan bahwa puncak kedua pada panjang gelombang 300 nm yang tidak lain adalah transisi elektron orbital $n-\pi^*$ masih nampak, namun secara perlahan absorbansinya semakin melemah bersamaan dengan lamanya waktu iradiasi. Bukti ini menunjukkan kehadiran gugus fungsi

masih ada namun semakin menurun oleh sebab pengaruh waktu yang digunakan saat proses reduksi.

Sampel GO setelah direduksi selama 25 menit ternyata memunculkan puncak serapan yang lebar antara 270 nm - 300 nm. Puncak ini mengakibatkan meningkatnya konjugasi- π atau dengan kata lain, mengembalikan jaringan konjugasi- π (Zhou *et al.*, 2009). Ketika konjugasi- π meningkat, energi yang dibutuhkan untuk transisi lebih sedikit dan hal ini sesuai dengan pergeseran yang diamati dari absorbansi ke daerah panjang gelombang yang lebih panjang. Kemungkinan ini menandakan bahwa GO tereduksi selama 25 menit mempunyai puncak serapan yang masuk di *range graphene* yaitu 275 nm sebagaimana hasil spektranya. Sementara hasil spektra UV-Vis dispersi GO dengan variasi massa yang direduksi menggunakan daya 900 Watt selama 25 menit ditampilkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Spektra UV-Vis RGO variasi massa menggunakan daya 900 Watt (a) GO, (b) 0,05 gram, (c) 0,1 gram, (d) 0,15 gram (e) *few layer graphene tube*

Gambar 4.13 menunjukkan adanya puncak dari sampel GO yang mempunyai panjang gelombang 232 nm dan 252 nm, sampel RGO 0.15 gram pada panjang gelombang 255 nm, sampel RGO 0.1 gram pada panjang gelombang 255 nm dan sampel RGO 0.05 gram pada panjang gelombang 262

nm setelah dilakukannya proses iradiasi *microwave*. Tidak adanya puncak panjang gelombang di sekitar 300 nm dari ke tiga sampel RGO menandakan bahwa sampel perlahan telah tereduksi.

Berdasarkan spektrum ini dinyatakan bahwa puncak serapan pada 230 nm adalah transisi elektronik π - π^* dari ikatan C=C dan ikatan aromatik C-C yang terkait pada hibridisasi sp^2 pada area GO. Bukti ini menunjukkan serapan GO yang telah tereduksi berubah dari puncak 230 nm bergeser ke tingkat yang lebih tinggi menjadi 270 nm. Hal ini sesuai dengan spektrum *graphene* yang muncul pada puncak absorpsi 275 nm. Sehingga menurut hasil spektra UV ini, proses reduksi pembentukan RGO terjadi cukup maksimal meskipun puncak *graphene* belum terbentuk.

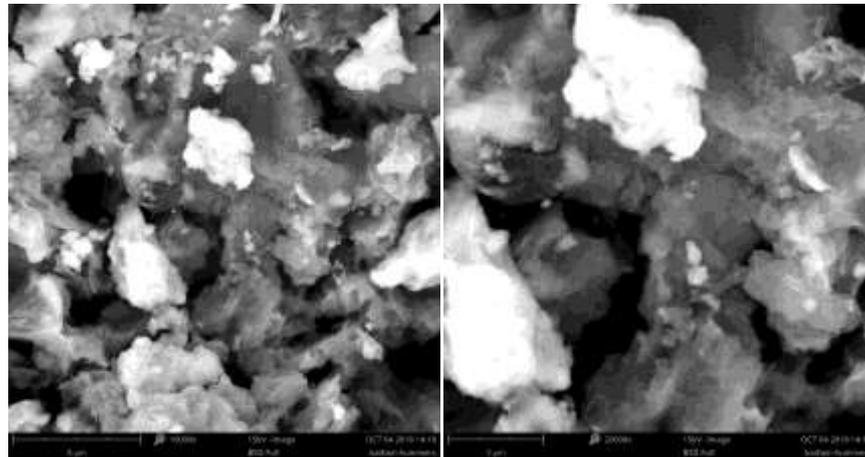
Sementara sebagai pembandingan dari kedua variasi sebelumnya, hasil UV-Vis dari *graphene tube layers* (Ugent Tech SDN BHD) diperoleh puncak serapannya pada panjang gelombang 278 nm. Meskipun di sisi lain juga memunculkan puncak serapan pada panjang gelombang 223 nm dan 238 nm yang menandakan transisi elektron π - π^* .

4.7 Analisis SEM-EDX

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDX (*Energy Dispersive X-ray*) digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi permukaan suatu bahan, melihat topografi bahan, ukuran butiran, dan menganalisis semi kuantitatif komposisi unsur dari senyawa yang terkandung di dalam suatu sampel. Pada penelitian kali ini, terdapat 3 sampel yang dianalisis menggunakan uji SEM-EDX yaitu RGO tanpa *leaching*, RGO dengan *leaching*, dan *few layer graphene tube* sebagai bahan perbandingan.

Morfologi material RGO tanpa *leaching* ditunjukkan pada Gambar 4.14 (a) dengan perbesaran 10,000x dan (b) dengan perbesaran 20,000x. Pengamatan ini menunjukkan bahwa morfologi RGO tanpa *leaching* masih dalam bentuk serpihan yang berlapis serta struktur permukaannya yang belum seragam atau masih kasar dan belum sepenuhnya terkelupas (Setiadji *et al.*, 2018). Semestinya seiring proses sintesis, sonikasi dan reduksi yang sedang berlangsung mampu menghasilkan RGO sebagai produk akhir yang berlapis

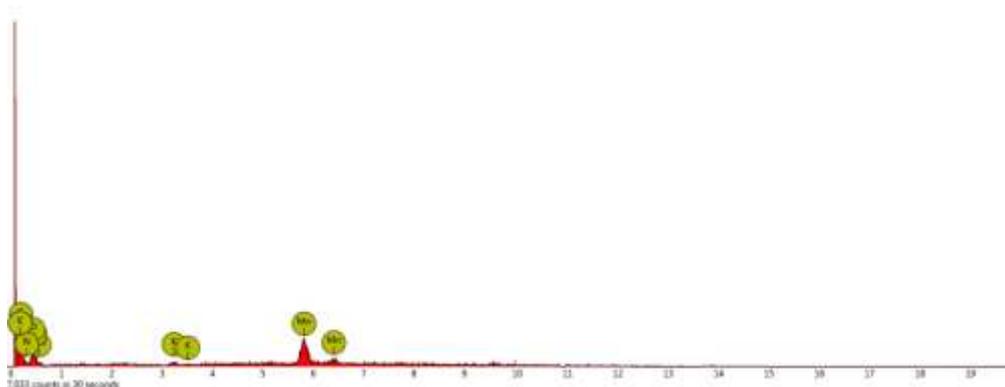
tipis dan transparan akibat pengelupasan dari lembaran tebal grafit. Selain itu, pengaruh dari iradiasi *microwave* juga mampu mengurangi kandungan gugus fungsi oksida.



Gambar 4.14 RGO tanpa *leaching* perbesaran a) 10,000x, b) 20,000x.

Selanjutnya serpihan RGO tanpa *leaching* diuji dengan EDX guna mengetahui komposisi unsur dari permukaan RGO. Penelitian ini memberikan informasi tentang spektra EDX yang mengungkapkan keberadaan zat lain seperti mangan dan nitrogen. Sementara kehadiran logam Mn ini sendiri boleh jadi datang dari pengotor bawaan grafit itu sendiri dan sangat dimungkinkan juga dari sisa agen pengoksidasi KMnO_4 yang belum berhasil dihilangkan sepenuhnya saat proses pencucian dengan larutan aquademin, HCl dan etanol.

Pada Gambar 4.15 menunjukkan bahwa kehadiran logam Mn dalam sampel RGO tanpa *leaching* masih sangat banyak dan ini selaras dengan diagnosa adanya vibrasi MnO_x yang muncul di analisis FTIR. Meskipun unsur karbon paling tinggi sendiri tapi persentasinya terpautnya dengan Mn tidak terlalu jauh. Hal ini menegaskan bahwa RGO tanpa *leaching* mengandung sifat-sifat GO di permukaannya. Unsur-unsur lain penyusun sampel seperti oksigen, kalium dan nitrogen juga tak luput ditemukan di permukaan membrannya. Adapun data EDX dari sampel RGO tanpa *leaching* yang ditangkap oleh detektor pada 15 kV ditunjukkan di tabel 4.3.

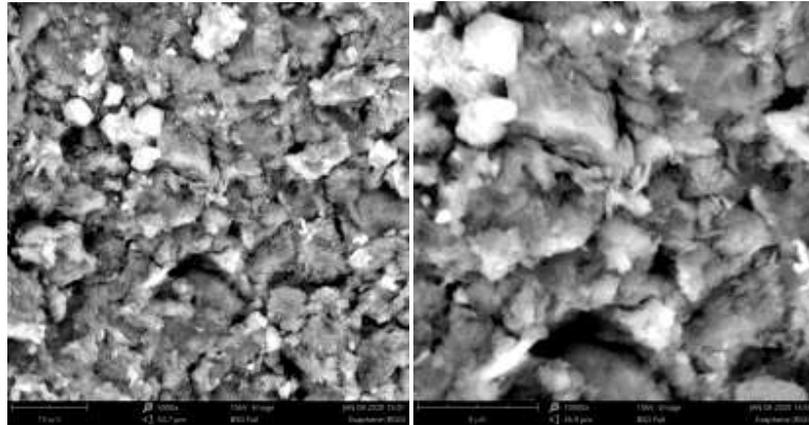


Gambar 4.15 Data EDX sampel RGO tanpa *leaching*

Tabel 4.3 Kadar elemen-elemen penyusun sampel RGO tanpa *leaching*

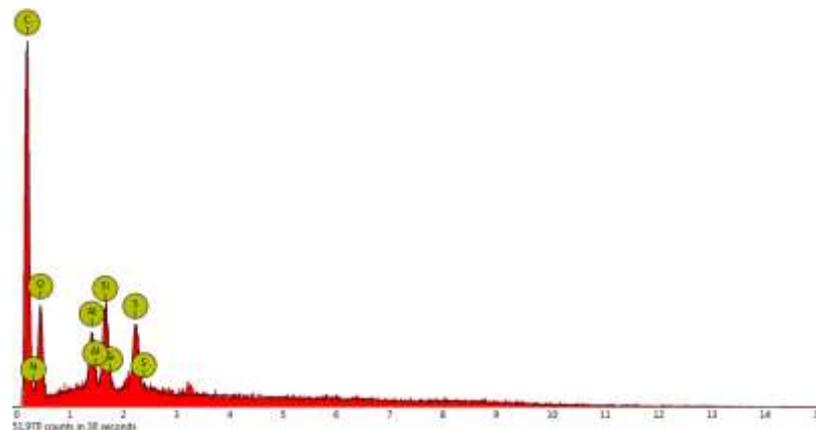
Nomor Atom	Simbol Atom	Nama Atom	Persen Konsentrasi
6	C	Karbon	33,9 %
25	Mn	Mangan	27,5 %
8	O	Oksigen	23,3 %
7	N	Nitrogen	14,2 %
19	K	Kalium	1,1 %

Kemudian morfologi material RGO dengan *leaching* ditampilkan pada Gambar 4.16 dengan perbesaran 10,000x dan 5000x. Pengamatan ini menunjukkan bahwa ukuran partikelnya terlihat masih dalam bentuk bongkahan-bongkahan tebal dengan permukaan yang belum seragam (halus) dan lembaran yang dihasilkan juga belum berlapis tunggal. Hal ini dikarenakan proses pengelupasan belum berlangsung secara maksimal dan proses reduksi tidak terjadi dengan merata.



Gambar 4.16 RGO *leaching* dengan perbesaran (a) 5,000x, (b) 10,000x.

Sementara dari hasil analisis EDX kenaikan persentasi unsur karbon meningkat tajam dibandingkan kadar unsur karbon dari sampel RGO tanpa *leaching*. Proses *leaching* berpengaruh terhadap tidak hadirnya logam Mn, walaupun kandungan unsur oksigen masih belum ada pengurangan secara signifikan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.17. Di samping itu, pengotor lain seperti nitrogen, silikon dan sulfur juga terdeteksi dengan kadar yang sangat kecil. Baik keberadaan nitrogen maupun sulfur disebabkan oleh pencucian yang kurang sempurna. Sedangkan keberadaan pengotor silikon sendiri diduga akibat terjadinya kontak langsung antara karbon dengan lingkungan saat proses pengabuan (*furnace*). ,



Gambar 4.17 Data EDX sampel RGO dengan *leaching*

Tabel 4.4. Kadar elemen-elemen penyusun sampel RGO dengan *leaching*

Nomor Atom	Simbol Atom	Nama Atom	Persen Konsentrasi
6	C	Karbon	68,5 %
8	O	Oksigen	22,06 %
7	N	Nitrogen	6.41 %
14	Si	Silikon	1,12 %
16	S	Sulfur	0,96 %

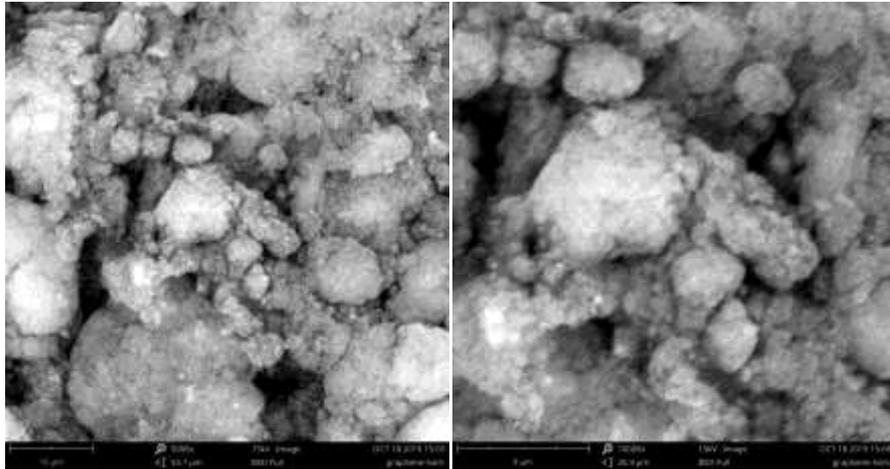
Sebagai bahan perbandingan dari produk akhir penelitian ini, sampel *few layer graphene tube* juga diuji dengan SEM-EDX. Adapun ketentuan umum sifatnya dijelaskan sebagaimana di bawah ini:

Tabel 4.5 Karakteristik *few layer graphene tube* (Ugent Tech SDN BHD)

Properti	Nilai Khas
Diameter yang tersedia	12 ~15 nm
Panjang ang tersedia	3 ~15 μ m
Kemurnian	>97%
Luas permukaan	230 -300m ² /g
Lapisan	8-10
PH	7-8

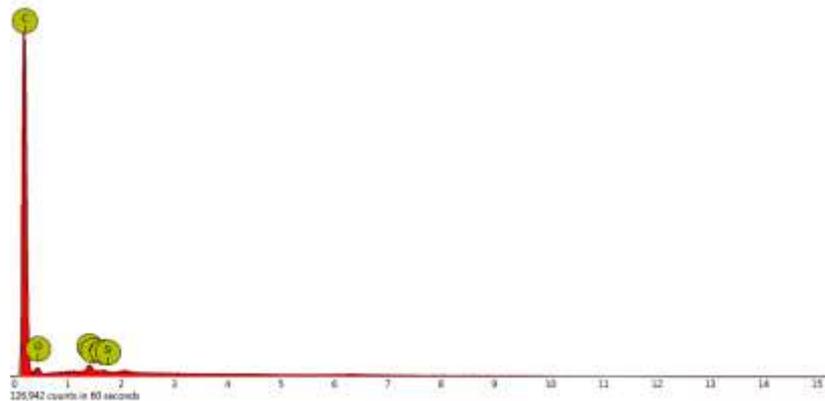
Pada Gambar 4.18 menunjukkan bentuk morfologi hasil karakterisasi SEM sampel *few layer graphene tube* dengan perbesaran (a) 5000x dan (b) 10,000x. Berdasarkan pengamatan di mikrograf terlihat sampel berbentuk seperti bulatan-bulatan dengan variasi ukuran yang berbeda dan saling tumpang tindih di area permukaannya dan membentuk banyak rongga. Variasi ukuran bulatan ini dari mulai kecil, sedang hingga besar (3.19 μ m, 3.42 μ m, 7.38 μ m dan 8.34 μ m). Hasil ini sesuai dengan ketentuan sifat seperti yang sudah ditunjukkan di tabel sebelumnya. *Graphene tube* ini memiliki lapisan yang tidak tebal dan sedikit transparan karena lapisannya yang berjumlah 8-10 lapisan. Baikpun terbilang mempunyai sedikit lapisan, jarak antar lapisannya juga mempengaruhi transparan tidaknya sebuah lapisan *graphene tube*. Hal ini

disebabkan oleh semakin pendeknya jarak antar lapisan maka akan semakin terlihat jelas lapisannya dan seandainya jarak antar lapisan semakin meningkat, maka objek transparan akan terlihat buram dan seolah-olah tebal.



Gambar 4.18 SEM dari *few layer graphene tube* (Ugent Tech SDN BHD).

Sementara hasil EDX dari *graphene* menunjukkan bahwa kadar atom karbon bertindak sebagai unsur penyusun paling dominan dalam sampel. Sedangkan atom oksigen yang ditangkap kadarnya sangat sedikit. Seperti gambar 4.19 dan tabel 4.6 di bawah ini.



Gambar 4.19 Data EDX sampel *graphene tube layer*

Tabel 4.6 Kadar elemen-elemen penyusun sampel *graphene tube layer*

Nomor Atom	Simbol Atom	Nama Atom	Persentasi Konsentrasi
6	C	Karbon	91,16 %
8	O	Oksigen	8,13 %
13	Al	Alumunium	0,67 %
14	Si	Silika	0,04 %

Berdasarkan uraian dari masing-masing sampel di atas apabila ditinjau dari segi bentuk, hasil RGO dengan *leaching* belum dapat menyamai sifat transparan dan ketipisan layar dari *graphene tube layer*. Sedangkan dari segi komponen penyusunnya, hasil RGO dengan *leaching* kadar karbonnya berhasil meningkat pesat, meskipun kadarnya masih jauh dibawah *graphene* pembanding. Hasil ini menandakan arti yang positif daripada RGO tanpa *leaching*. Di sisi lain, hasil EDX nya juga tidak terdeteksi adanya kandungan logam Mn.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan karakterisasi dari penelitian yang sudah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Adanya penambahan proses *leaching* sebelum proses sintesis *graphene* dapat mengurangi keberadaan logam Mn yang ditunjukkan oleh hasil karakterisasi AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) dan EDX (*Energy Dispersive X-ray*). Dalam data AAS kadar Mn berkurang dari 1,85 mg/L menjadi 0,44 mg/L. Sedangkan data EDX persen konsentrasi Mn berkurang dari 27,5 % menjadi 0%.
2. Berdasarkan penggunaan variasi waktu untuk sintesis *graphene*, hasil reduksi paling maksimal ditunjukkan pada waktu 25 menit. Hal ini ditandai dengan puncak serapan RGO dari karakterisasi UV-Vis di dekat panjang gelombang 282 nm dan puncak serapan ikatan O-H serta C-O dari karakterisasi FTIR yang berkurang dibandingkan dengan variasi waktu lainnya.
3. Berdasarkan penggunaan variasi massa untuk sintesis *graphene*, hasil reduksi paling maksimal ditunjukkan pada variasi 0,15 gram. Hal ini ditandai dengan puncak serapan RGO yang bergeser di dekat panjang gelombang 255 nm dan puncak serapan ikatan O-H serta C-O yang berkurang dibandingkan dengan variasi massa lainnya.

5.2 Saran

Beberapa saran yang perlu diperhatikan agar bisa digunakan sebagai bahan pertimbangan dan pembelajaran untuk penelitian selanjutnya :

1. Mencari alternatif metode *leaching* yang bisa dijadikan sebagai pembanding, mana yang lebih efektif dan maksimal dalam menghilangkan pengotor dalam serbuk grafit
2. Mencari alternatif metode reduksi yang efektif, dan maksimal dengan meminimalisir potensi munculnya kecacatan dan kerusakan pada produk akhir dari sintesis RGO yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Alam, S. N., Sharma, N. and Kumar, L. (2017). Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO). *Graphene*, 06(01), 1–18.
- Allen, M. J., Tung, V., and Kaner, R. B. (2010). Honeycomb carbon: a review of graphene. *Chemical reviews*, 110(1), 132-45 .
- Ambrosi, A., Chua, C. K., Khezri, B., Sofer, Z., Webster, R. D., and Pumera, M. (2012). Chemically reduced graphene contains inherent metallic impurities present in parent natural and synthetic graphite. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(32), 12899–12904.
- Arikalang, T. G., Sudewi, S. and Rorong, J. A. (2018). Optimasi dan Validasi Metode Analisis dalam Penentuan Kandungan Total Fenolik pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoschus Manihot L.*) yang Diukur dengan Spektrofotometer Uv-Vis. *Pharmacon Jurnal Ilmiah Farmasi*, 7(3).
- Bak, S., Kim, H., Park, S., and Kim, K. (2013). Reduced Graphene Oxide. *Nanomaterials for Lithium-Ion Batteries*, 48(8), 337–362.
- Basu, S., and Bhattacharyya, P. (2012). Recent developments on graphene and graphene oxide based solid state gas sensors. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 173, 1–21.
- Becerril, H. A., Mao, J., Liu, Z., Stoltenberg, R. M., Bao, Z., and Chen, Y. (2008). Evaluation of solution-processed reduced graphene oxide films as transparent conductors. *ACS Nano*, 2(3), 463–470.
- Bernardes, A. M., Espinosa, D. C. R., and Tenório, J. A. S. (2004). Recycling of batteries : a review of current processes and technologies. *Journal of Power Sources*, 130, 291–298.
- Brodie, B. C (1859). On the atomic weight of graphite. *Philos Trans R Soc Lond B Biol Sci*, 149, 249–259
- Bukhari, S. S., Behin, J., Kazemian, H., and Rohani, S. (2015). Conversion of coal fly ash to zeolite utilizing microwave and ultrasound energies. *A review. Fuel*, 140, 250–266.
- Chen, D., Feng, H., and Li, J. (2012). Graphene Oxide: Preparation, Functionalization, and Electrochemical Applications. *Chemical Reviews*, 112(11), 6027–6053.

- Chen, Jian Hao, Jang, C., Xiao, S., Ishigami, M., and Fuhrer, M. S. (2008). Intrinsic and extrinsic performance limits of graphene devices on SiO₂. *Nature Nanotechnology*, 3(4), 206–209.
- Chen, W., Liao, C. and Lin, K. (2017). Recovery Zinc and Manganese from Spent Battery Powder by Hydrometallurgical Route. *Energy Procedia. The Author(s)*, 107,167–174.
- Chen, W., Yan, L. and Bangal, P. R. (2009) ‘Preparation of graphene by the rapid and mild thermal reduction of graphene oxide induced by microwaves. *Carbon. Elsevier Ltd*, 48(4), 1146–1152.
- Clark, G. L., and Smit, H. A. (1931). X-Ray Diffraction Study of Fractionated Paraffin Waxes. *Industrial & Engineering Chemistry*, 23(6), 697–701.
- Dimiev, A. M., and Tour, J. M. (2014). Mechanism of graphene oxide formation, *ACS Nano*, 8(3), pp. 3060–3068.
- Dimiev, A. M., Bachilo, S. M., Saito, R., and Tour, J. M. (2012). Reversible Formation of Ammonium Persulfate/Sulfuric Acid Graphite Intercalation Compounds and Their Peculiar Raman Spectra. *ACS Nano*, 6(9), 7842–7849.
- Dresselhaus, M. S., and Dresselhaus, G. (2002). Intercalation compounds of graphite. *Advances in Physics*, 51(1), 1–186.
- Egerton, R. F. (2005). Physical Principles of Electron Microscopy. *In Physical Principles of Electron Microscopy*.
- Fricke, J. (2007). The World of Batteries. Stiftung Gemeinsames Rücknahme system Batterien, 27.
- El-Khodary, S. A., El-Enany, G. M., El-Okr, M., and Ibrahim, M. (2014). Preparation and Characterization of Microwave Reduced Graphite Oxide for High-Performance Supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 150, 269–278.
- Emiru, T. F., and Ayele, D. W. (2017). Controlled synthesis, characterization and reduction of graphene oxide: A convenient method for large scale production. *Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences*, 4(1), 74–79.
- Gao, W. (2015). The chemistry of graphene oxide. Graphene Oxide: Reduction Recipes, Spectroscopy, and Applications. *Chemical Society Reviews*, 61–95.

- Ghosh, S., Bao, W., Nika, D. L., Subrina, S., Pokatilov, E. P., Lau, C. N., and Balandin, A. A. (2010). Dimensional crossover of thermal transport in few-layer graphene. *Nature Materials*, 9(7), 555–558.
- Gilje, S., Han, S., Wang, M., Wang, K. L., and Kaner, R. B. (2007). A chemical route to graphene for device applications. *Nano Letters*, 7(11), 3394–3398.
- Grafton, R. Q. (2006). Experiences with Individual Transferable Quotas: An Overview. *The Canadian Journal of Economics*, 29(2), S135.
- Gulshan, F. (2013). Recovery of Metal Values from Spent Zinc – Carbon Dry Cell Batteries. (December 2016).
- Hidayah, N. M. S., Liu, W. W., Chin, W. L., Noriman, N. Z., and Hashim, U. (2016). Effect on Variation of KMnO_4 Amount for Production of Graphene Oxide (GO). *Advanced Materials Research*, 1133, 476–480.
- Hu, B., Wang, K., Wu, L., Yu, S. H., Antonietti, M., and Titirici, M. M. (2010). Engineering carbon materials from the hydrothermal carbonization process of biomass. *Advanced Materials*, 22 (7), 813–828.
- Huang, X., Yin, Z., Wu, S., Qi, X., He, Q., Zhang, Q., Yan, Q., Boey, F. and Zhang, H. (2011). Graphene-Based Materials: Synthesis, Characterization, Properties, and Applications. *Small*, 7: 1876-1902.
- Hummers, W. S., and Offeman, R. E. (1958). Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339–1339.
- Husnah, M., Fakhri, H. A., E, N. E., Aimon, A. H., and Iskandar, F. (2015). Pengembangan Metode Sederhana pada Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO) dan Pengaruhnya Terhadap Konduktivitas Listrik yang Dihasilkan. *Prosiding Seminar Kontribusi Fisika*, 252–256.
- Inkson, B. J. (2016). Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*, 17-43.
- Javed, S. I. and Hussain, Z. (2015). Covalently functionalized graphene oxide - characterization and its electrochemical performance. *International Journal of Electrochemical Science*, 10(11), 9475–9487.
- Jiang, X., Setodoi, S., Fukumoto, S., Imae, I., Komaguchi, K., Yano, J., and Harima, Y. (2014). An easy one-step electrosynthesis of graphene/polyaniline composites and electrochemical capacitor. *Carbon*, 67, 662–672.

- Kang, J. H., Kim, T., Choi, J., Park, J., Kim, Y. S., Chang, M. S., and Park, C. R. (2016). Hidden Second Oxidation Step of Hummers Method. *Chemistry of Materials*, 28(3), 756–764.
- Khan, M. H., Gulshan, F., and Kurny, A. S. W. (2013). Recovery of Metal Values from Spent Zinc–Carbon Dry Cell Batteries. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series D*, 94(1), 51–56.
- Kim, K. S., Zhao, Y., Jang, H., Lee, S. Y., Kim, J. M., Kim, K. S., and Hong, B. H. (2009). Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes. *Nature*, 457(7230), 706–710.
- Kovtyukhova, N. I. (1999). Layer-by-layer assembly of ultrathin composite films from micron-sized graphite oxide sheets and polycations. *Chemistry of Materials*, 11(3), 771–778.
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W., and Hone, J. (2008). Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. *Science*, 321(5887), 385–388.
- Lerf, A., He, H., Forster, M., and Klinowski, J. (1998). Structure of Graphite Oxide Revisited. *The Journal of Physical Chemistry* 5647(97), 4477–4482.
- Li, J., Zeng, X., Ren, T., and Van Der Heide, E. (2014). The Preparation of Graphene Oxide and Its Derivatives and Their Application in Bio-Tribological Systems. *Lubricants*, 2(3), 137–161.
- Li, H. and Bubeck, C. (2013). Photoreduction Processes of Graphene Oxide and Related Applications. 21(3), 290–297.
- Li, X., Zhang, G., Bai, X., Sun, X., Wang, X., Wang, E., and Dai, H. (2008). Highly conducting graphene sheets and Langmuir-Blodgett films. *Nature Nanotechnology*, 3(9), 538–542.
- Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., and Tour, J. M. (2010). Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano*, 4(8), 4806–4814.
- Menéndez, J.A., Arenillas, A., Fidalgo, B., Fernández, Y., Zubizarreta, L., Calvo, E.G., and Bermúdez, J.M. (2010). Microwave heating processes involving carbon materials. 91(1), 1–8.
- Mkhoyan, K. A., Contryman, A. W., Silcox, J., Stewart, D. A., Eda, G., Mattevi, C., and Chhowalla, M. (2009). Atomic and electronic structure of graphene-oxide. *Nano Letters*, 9(3), 1058–1063.

- Mombeshora, E. T., Ndungu, P. G., and Nyamori, V. O. (2017). Effect of graphite/sodium nitrate ratio and reaction time on the physicochemical properties of graphene oxide. *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials*, 32(2), 174–187.
- Mukhopadhyay, P. and R. K. Gupta. (2013). Graphite, Graphene and Their Polymer Nanocomposites. BocaRaton, FL: Taylor & Francis
- Nasir, M. (2018). Analisis Perbandingan Kadar Timbal (Pb) dan Besi (FE) dalam Darah Petugas Parkir Ruang terbuka dengan Ruang Tertutup. *Jurnal Poltekes*. vol 9, no 01.
- Nindhia, T. G. T., Surata, I. W., Atmika, I. K. A., Negara, D. N. K. P., and Artana, I. P. G. (2015). Processing Carbon Rod from Waste of Zing-Carbon Battery for Biogas Desulfurizer. *Journal of Clean Energy Technologies*, 3(2), 119–122.
- Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V, and Jiang, D. (2004). Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science*, 306(5696), 666–669.
- Novoselov, K. S., Jiang, D., Schedin, F., Booth, T. J., Khotkevich, V. V, Morozov, S. V, and Geim, A. K. (2005). Two-dimensional atomic crystals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 102(30), 10451–10453.
- Obraztsov, A. N., Obraztsova, E. A., Tyurnina, A. V., and Zolotukhin, A. A. (2007). Chemical vapor deposition of thin graphite films of nanometer thickness. *Carbon*, 45(10), 2017–2021.
- Parikh, S. J., and Chorover, J. (2005). FTIR Spectroscopic Study of Biogenic Mn-Oxide Formation by *Pseudomonas putida* GB-1. *Geomicrobiology Journal*, 22(5), 207–218.
- Rahmawati, F., Prasasti, B. L. W. and Mudjijono, M. (2018). Graphene Oxide from Carbon Rod Waste. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 333(1), 012012..
- Rahmawati, Fitria, Yuliati, L., Alaih, I. S., and Putri, F. R. (2017). Carbon rod of zinc-carbon primary battery waste as a substrate for CdS and TiO₂ photocatalyst layer for visible light driven photocatalytic hydrogen production. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(3), 2251–2258.

- Reddy, T. B., (1995). Linden's Handbook of Batteries, *Fourth Edition* (McGraw-Hill Education: New York).
- Rao, Z. H., and Zhang, G. Q. (2011). Thermal Properties of Paraffin Wax-based Composites Containing Graphite. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 33(7), 587–593.
- Reina, A., Jia, X., Ho, J., Nezich, D., Son, H., Bulovic, V., and Jing, K. (2009). Large area, few-layer graphene films on arbitrary substrates by chemical vapor deposition. *Nano Letters*, 9(1), 30–35.
- Roberts, M. W., Clemons, C. B., Wilber, J. P., Young, G. W., Buldum, A., and Quinn, D. D. (2010). Continuum Plate Theory and Atomistic Modeling to Find the Flexural Rigidity of a Graphene Sheet Interacting with a Substrate. *Journal of Nanotechnology*, 1–8.
- Saxena, S., Tyson, T. A., Shukla, S., Negusse, E., Chen, H., and Bai, J. (2011). Investigation of structural and electronic properties of graphene oxide. *Applied Physics Letters*, 99(1), 013104.
- Setiadji, S., Nuryadin, B. W., Ramadhan, H., Sundari, C. D. D., Sudiarti, T., Supriadin, A., and Ivansyah, A. L.,(2018). Preparation of reduced Graphene Oxide (rGO) assisted by microwave irradiation and hydrothermal for reduction methods. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 434(1).
- Shao, G., Lu, Y., Wu, F., Yang, C., Zeng, F., and Wu, Q. (2012). Graphene oxide: The mechanisms of oxidation and exfoliation. *Journal of Materials Science*, 47(10), 4400–4409.
- Simonescu, C.M. (2012). Application of FTIR Spectroscopy in Environmental Studies. *Advanced Aspects of Spectroscopy*, 1-36
- Singh, V., Joung, D., Zhai, L., Das, S., Khondaker, S. I., and Seal, S. (2011). Graphene based materials: Past, present and future. *Progress in Materials Science*, 56(8), 1178–1271.
- Sorokina, N. E., Khaskov, M.A., Avdeev, V.V., and Nikol'skaya, I. V. (2005) Reaction of Graphite with Sulfuric Acid in the Presence of KMnO_4 . *Russ J Gen Chem*, 75(2), 162–168.
- Sridhar, V., Jeon, J. and Oh, I. (2010). Synthesis of graphene nano-sheets using eco-friendly chemicals and microwave radiation. *Carbon. Elsevier Ltd*, 48(10), 2953–2957.

- Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H. B., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., and Ruoff, R. S. (2006). Graphene-based composite materials. *Nature*, 442(7100), 282–286.
- Staudenmaier L (1898) Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft* 31:1481–1487.
- Stoller, M. D., Park, S., Zhu, Y., An, J., and Ruoff, R. S. (2008). Graphene-Based Ultracapacitors. *Nano Letters*, 8(10), 3498–3502.
- Tien, H. N., Luan, V. H., Cuong, T. V., Kong, B.-S., Chung, J. S., Kim, E. J., and Hur, S. H. (2012). Fast and Simple Reduction of Graphene Oxide in Various Organic Solvents Using Microwave Irradiation. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 12(7), 5658–5662.
- Tkachev, S. V., Buslaeva, E. Y., Naumkin, A. V., Kotova, S. L., Laure, I. V., and Gubin, S. P. (2012). Reduced graphene oxide. *Inorganic Materials*, 48(8), 796–802.
- Torowati, Asminar, dan Rahmiati. (2008). Analisis Unsur Pb, Ni Dan Cu Dalam Larutan Uranium Hasil Stripping Efluen Uranium Bidang Bahan Bakar Nuklir. *Pengelolaan Instalasi Nuklir*, vol 1, no 02.
- Voiry, D., Fullon, R., Lee, C., Jeong, H. Y., Shin, H. S., and Chhowalla, M. (2016). High-quality graphene via microwave reduction of solution-exfoliated graphene oxide. *Science*. 353(6306), 1430–1433.
- Yen, B. K., Schwickert, B. E. and Toney, M. F. (2004). Origin of low-friction behavior in graphite investigated by surface x-ray diffraction. *Applied Physics Letters*, 84(23), pp. 4702–4704.
- Yuan, G. D., Zhang, W. J., Yang, Y., Tang, Y. B., Li, Y. Q., Wang, J. X., and Lee, S. T. (2009). Graphene sheets via microwave chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 467 (4–6), 361–364.
- Yusuf, B. (2018). Perbandingan Metode Destruksi Basah Dan Destruksi Kering Terhadap Analisis Logam Berat Timbal (Pb) Pada Tanaman Rumput Bebek (Lemna minor) *The Comparison Wet Destruction Methods and Dry Destruction of Lead Metal Analysis (Pb) on Duck Grass Plants* (pp. 73–76.)
- Zheng, Q., and Kim, J.-K. (2015). Graphene for Transparent Conductors. In *Graphene for Transparent Conductors*. Springer, New York, N.
- Zhou, W., Zhang, F., Liu, S., Wang, J., Du, X., Yin, D., and Wang, L. (2014). Microwave-assisted hydrothermal synthesis of graphene-wrapped CuO hybrids for lithium ion batteries. *RSC Advances*, 4(93), 51362–51365.

- Zhou, Y., Bao, Q., Tang, L. A. L., Zhong, Y., and Loh, K. P. (2009). Hydrothermal Dehydration for the “Green” Reduction of Exfoliated Graphene Oxide to Graphene and Demonstration of Tunable Optical Limiting Properties. *Chemistry of Materials*, 21(13), 2950–2956.
- Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J. W., Potts, J. R., and Ruoff, R. S. (2010). Graphene and graphene oxide: Synthesis, properties, and applications. *Advanced Materials*, 22(35), 3906–3924.
- Zhu, Y., Murali, S., Stoller, M. D., Velamakanni, A., Piner, R. D., and Ruoff, R. S. (2010). Microwave assisted exfoliation and reduction of graphite oxide for ultracapacitors. *Carbon*, 48 (7), 2118–2122.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Bahan

- a. Pembuatan larutan H_2SO_4 0,5 M dalam 100 mL

Larutan Asam Sulfat 0,5 M dibuat dengan melarutkan 2,8 mL larutan H_2SO_4 96% ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sedikit demi sedikit sampai tanda batas.

- b. Pembuatan Asam Askorbat 10g/L dalam 100 mL

Larutan asam askorbat 10 g/L dibuat dengan melarutkan 1 gram asam askorbat ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sedikit demi sedikit sampai tanda batas

- c. Pembuatan larutan HCl 10% 100 mL

Larutan HCl 10% dibuat dengan melarutkan 31,25 mL larutan HCl 32% (Merck, $M_r = 32 \text{ g mol}^{-1}$, $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$) ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sedikit demi sedikit sampai tanda batas.

- d. Pembuatan larutan etanol 10% 100 mL

Larutan etanol 10% dibuat dengan memasukan 10 mL larutan etanol 99,99% dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sedikit demi sedikit sampai tanda batas.

Lampiran 2. Perhitungan Bahan

- a. Pembuatan larutan H_2SO_4 0.5 M dalam 100 mL (dari 96%)

Langkah pertama kita mencari Molaritas H_2SO_4 pekat;

$$M = (10 \cdot \% \cdot \text{berat jenis})/\text{BM}$$

$$M = (10 \cdot 96\% \cdot 1,84)/98,08$$

$$M = 18 \text{ M}$$

Langkah kedua mencari volume H_2SO_4 pekat;

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 18 = 100 \cdot 0,5$$

$$18 V_1 = 50$$

$$V_1 = 2,8 \text{ mL}$$

- b. Pembuatan larutan asam askorbat 10g/L dalam 100 mL

$$\text{Gram asam askorbat: } 10 \frac{\text{gram}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}$$

Gram asam askorbat: 1 gram

- c. Pembuatan larutan HCl 10% 100 mL (dari 32%)

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 32 = 100 \cdot 10$$

$$32 V_1 = 1000$$

$$V_1 = 31,25 \text{ mL}$$

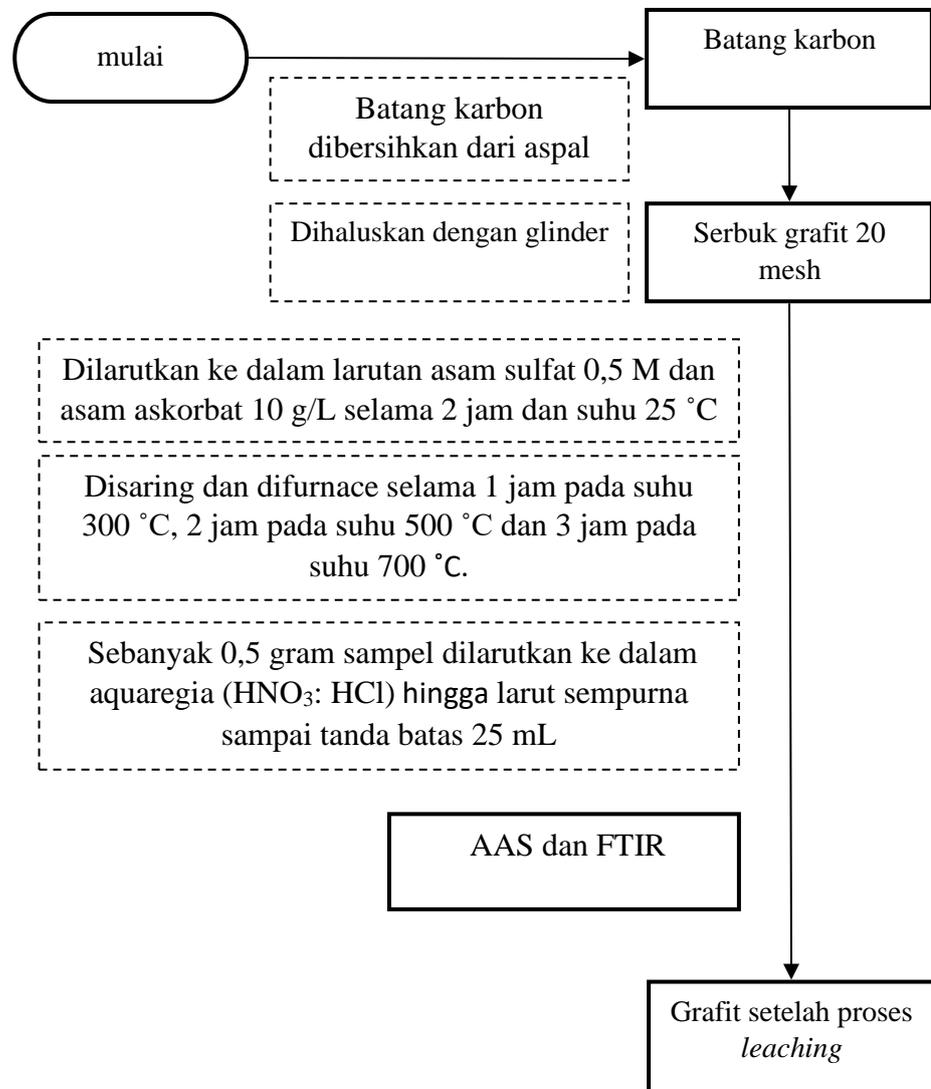
- d. Pembuatan larutan Etanol 10% 100 mL (dari 99,99%)

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

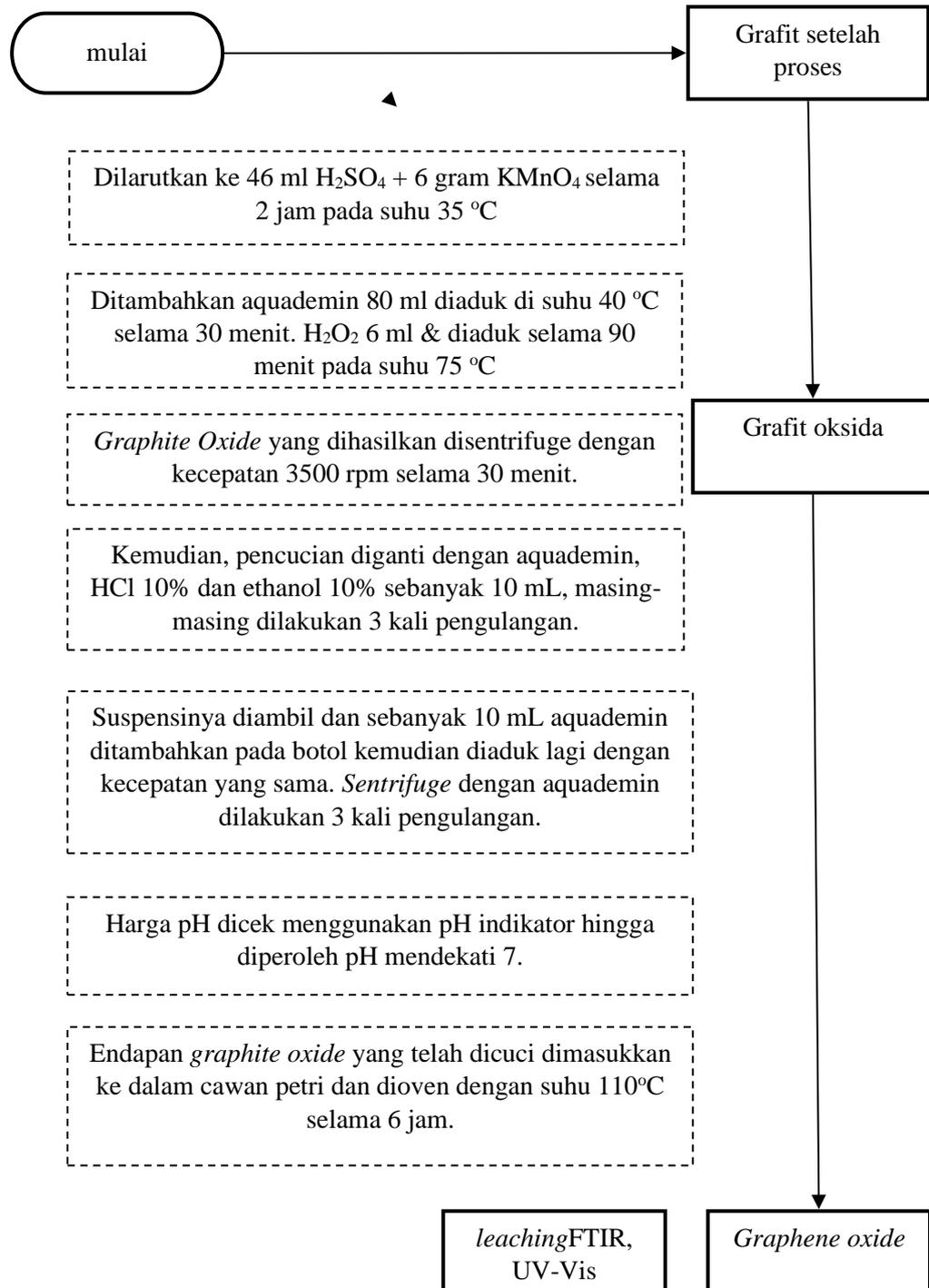
$$V_1 \cdot 100 = 100 \cdot 10$$

$$100 V_1 = 1000$$

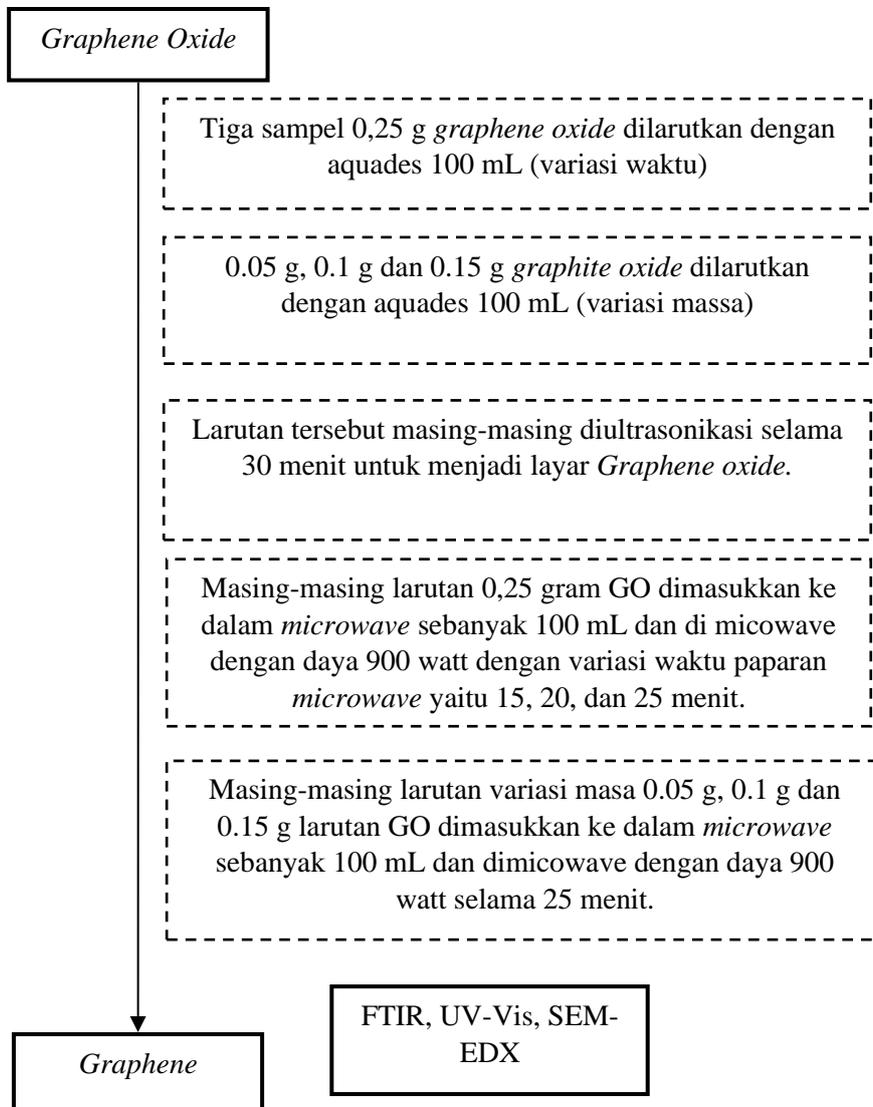
$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Lampiran 3. Diagram Alir**1. Diagram Alir Proses *Leaching* dan Penghilangan Mn**

2. Diagram Preparasi Sintesis *Graphene Oxide*



3. Diagram Alir Sintesis *Graphene*



Lampiran 4. Analisis Data

a. Menghitung kadar Mn

Kurva kalibrasi larutan standar Mn menghasilkan garis linier dengan persamaan $y = 0,134x + 0,009$.

Absorbansi grafit dengan *leaching*: 0,0685

$$y = 0,134x + 0,009$$

$$0,0685 = 0,134x + 0,009$$

$$x = 0,44$$

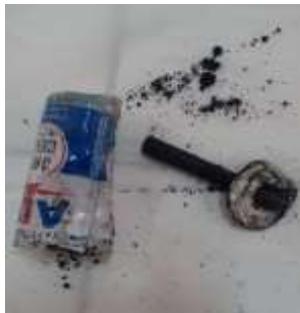
Absorbansi grafit tanpa *leaching*: 0,0338 (pengenceran 10 x)

$$y = 0,134x + 0,009$$

$$0,0338 = 0,134x + 0,009$$

$$x = 0,185 \text{ dikalikan } 10 \text{ x pengenceran}$$

$$x = 1,85$$

Lampiran 5. Dokumentasi

Batang karbon



Proses glinder

Proses *leaching*

Furnace



Hasil furnace



Hasil destruksi



Proses sintesis



Proses pencucian



Proses ultrasonikasi



Proses reduksi microwave



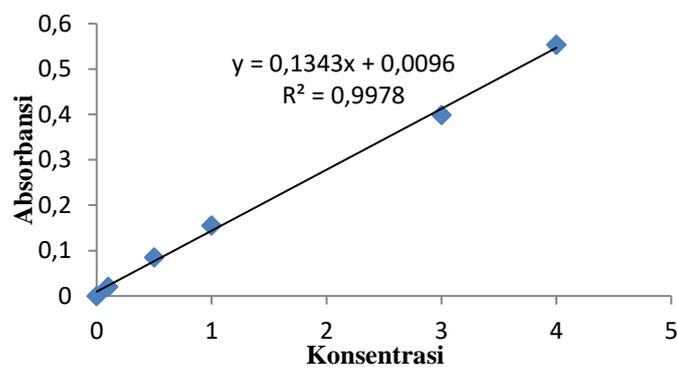
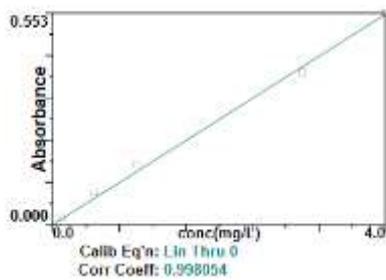
Hasil reduksi

Lampiran 6. Hasil AAS

Sample ID	Analyte Mean	
blanko	Mn 279.48	
standar 1	Mn 279.48	[0.1] mg/L
standar 2	Mn 279.48	[0.5] mg/L
standar 3	Mn 279.48	[1] mg/L
standar 5	Mn 279.48	[3] mg/L
standar 6	Mn 279.48	[4] mg/L
Grafit 0,5A	Mn 279.48	0.497 mg/L
Grafit 0,5B	Mn 279.48	0.245 mg/L

PENGECERAN 10X= Grafit 0,5B

Method: METHOD Mn 2019
Result:
Mn 279.48



Lampiran 7. Hasil FTIR

A. Grafit tanpa leaching

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Thursday, September 26, 2019 9:41 AM

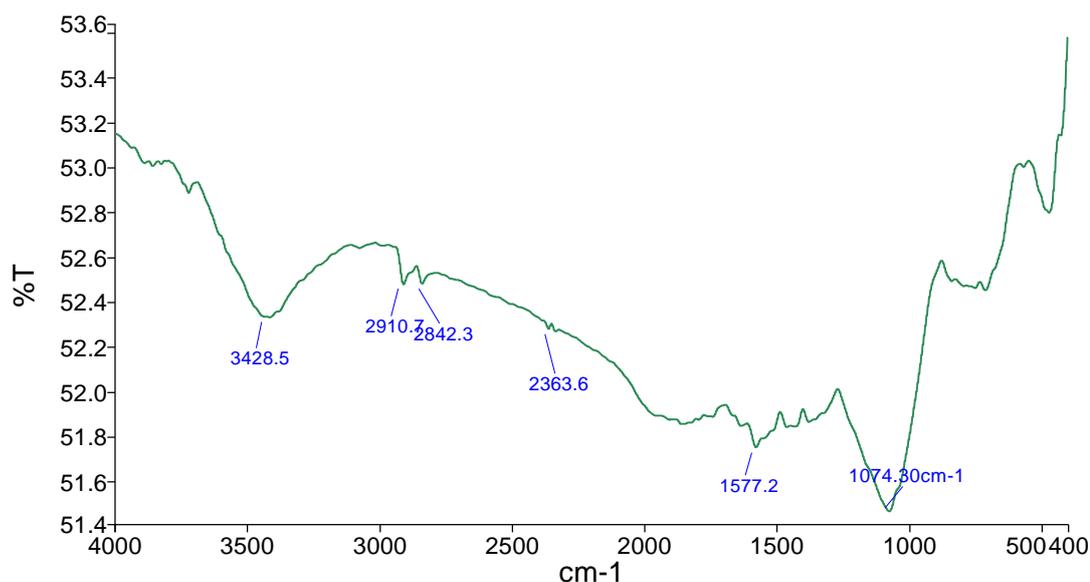
Report Details

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_harir 1_001_001_1_1_1_2.rtf
Report Creator labkim
Report Date Thursday, September 26, 2019 9:41 AM

Sample Details

Sample Name harir 1_001_001_1_1_1
Sample Description Graphite tanpa leaching
Analyst labkim
Creation Date 9/26/2019 9:36:33 AM
X-Axis Units cm-1
Y-Axis Units %T

Spectrum



Name	Description
harir 1_001_001_1_1_1	Graphite tanpa leaching

Peak Area/Height Results

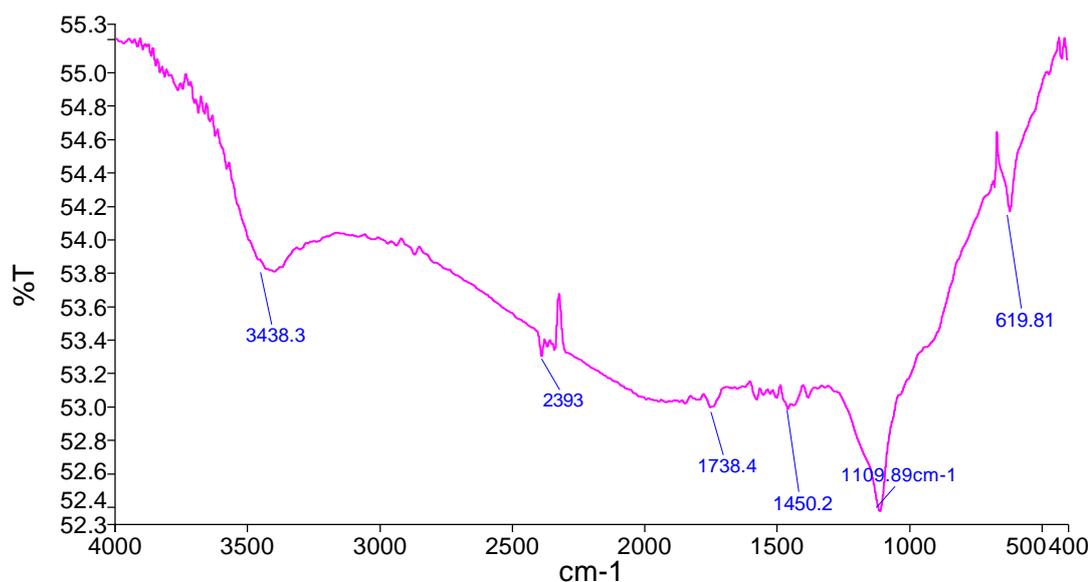
Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1074.3	51.46	-2880.34	4000	400	4000
2	2913.11	52.48	0	2913.36	2912.86	2913.36
3	3444.26	52.34	0	3444.51	3444.01	3444.51
4	1073.77	51.46	0	1074.02	1073.52	1074.02
5	1585.25	51.76	0	1585.5	1585	1585.5

B. Grafit dengan *leaching*PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, November 29, 2019 9:51 AM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 5_HARIR 1_001_003_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Friday, November 29, 2019 9:51 AM

Sample Details

Sample Name HARIR 1_001_003_1_1
 Sample Description Graphite dengan leaching
 Analyst labkim
 Creation Date 11/29/2019 9:49:27 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
HARIR 1_001_003_1_1	Graphite dengan leaching

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1109.89	52.37	-5282.44	4000	400	4000
2	3404.92	53.81	0	3405.17	3404.67	3405.17
3	621.31	54.19	0	621.56	621.06	621.56
4	2391.8	53.31	0	2392.05	2391.55	2392.05
5	1737.7	53	0	1737.95	1737.45	1737.95
6	1452.46	53	0	1452.71	1452.21	1452.71

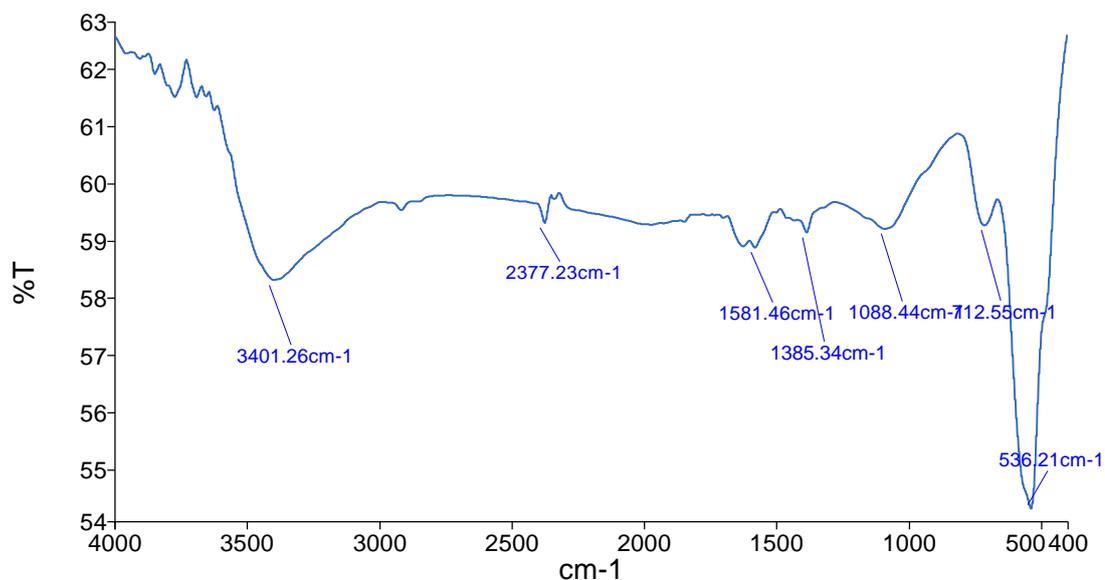
C. GO tanpa leaching

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, September 06, 2019 1:35 PM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 3_Harir GO_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Friday, September 06, 2019 1:35 PM

Sample Details

Sample Name Harir GO
 Sample Description GO
 Analyst labkim
 Creation Date 9/6/2019 1:19:03 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
Harir GO	GO

Peak Area/Height Results

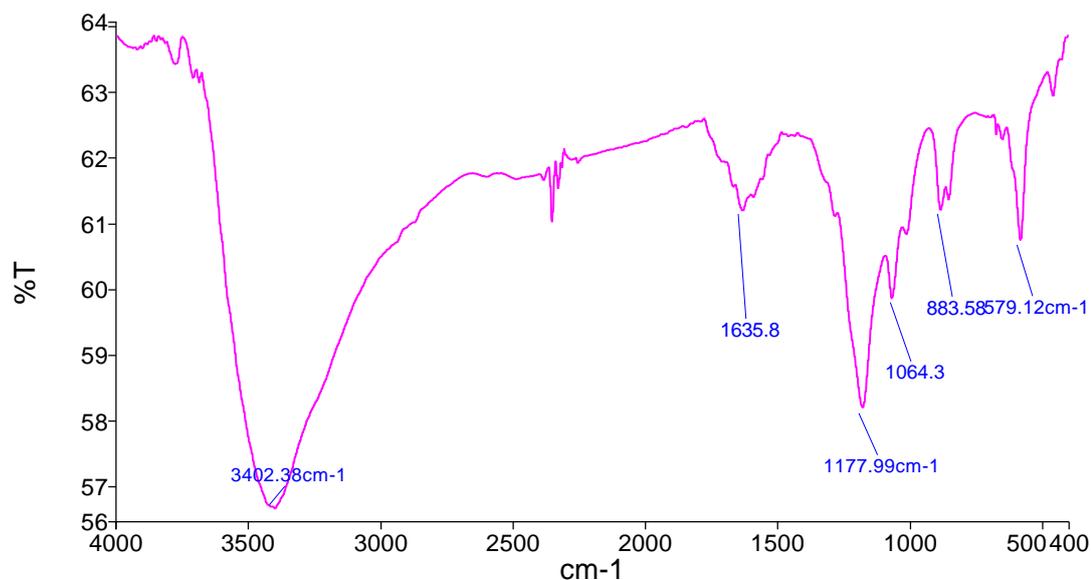
Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3777.65	61.54	-133.24	4000	3734.35	4000
2	3401.26	58.32	-2540.08	3734.35	2744.29	3734.35
3	2377.23	59.33	-33.94	2744.29	2323.42	2744.29
4	1581.46	58.9	-400.45	2323.42	1487.4	2323.42
5	1385.34	59.16	-22.83	1487.4	1279.15	1487.4
6	1088.44	59.22	67.64	1279.15	814.19	1279.15
7	712.55	59.29	-140.87	814.19	664.61	814.19
8	536.21	54.31	-514.63	664.61	400	664.61

D. GO dengan *leaching*PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Tuesday, November 12, 2019 1:53 PM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 5_harir 2_002_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Tuesday, November 12, 2019 1:53 PM

Sample Details

Sample Name harir 2_002_1_1
 Sample Description G OX
 Analyst labkim
 Creation Date 11/12/2019 1:52:23 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
harir 2_002_1_1	G OX

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3402.38	56.66	-5969.47	4000	1778.2	4000
2	1177.99	58.2	-1216.31	1778.2	750.81	1778.2
3	579.12	60.76	-23.18	750.81	400	750.81
4	1177.99	58.2	-1216.31	1778.2	750.81	1778.2
5	1177.99	58.2	-1216.31	1778.2	750.81	1778.2

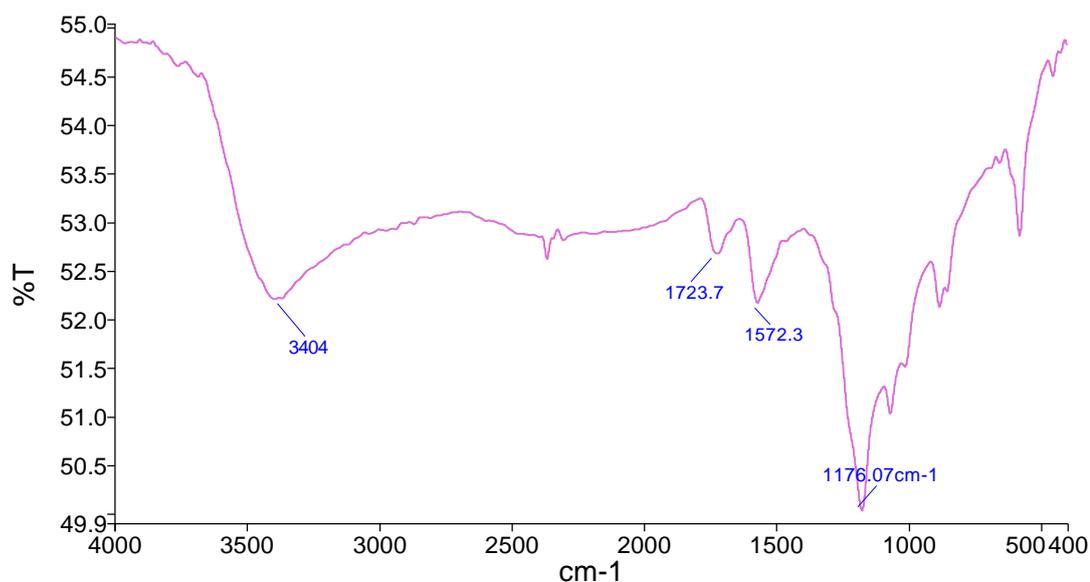
E. RGO 15 menit

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, November 29, 2019 10:10 AM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 5_HARIR 4_001_1_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Friday, November 29, 2019 10:10 AM

Sample Details

Sample Name HARIR 4_001_1_1_1
 Sample Description RGO 15
 Analyst labkim
 Creation Date 11/29/2019 10:08:24 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
HARIR 4_001_1_1_1	RGO 15

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1176.07	50.03	-6889.78	4000	400	4000
2	2350	52.85	0	2350.25	2349.75	2350.25
3	3400	52.21	0	3400.25	3399.75	3400.25
4	1722.95	52.69	0	1723.2	1722.7	1723.2
5	1580.33	52.23	0	1580.58	1580.08	1580.58
6	1181.97	50.07	0	1182.22	1181.72	1182.22

F. RGO 20 menit

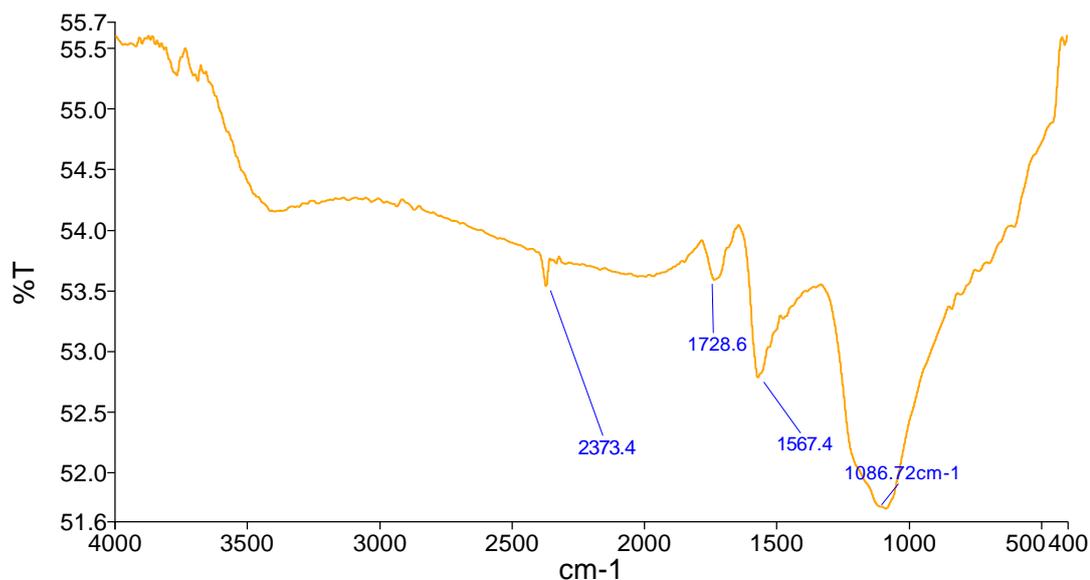
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Tuesday, November 12, 2019 1:48 PM

Report Details

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 4_harir 1_001_002_1_1_2.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Tuesday, November 12, 2019 1:48 PM

Sample Details

Sample Name harir 1_001_002_1_1
 Sample Description RGO 20
 Analyst labkim
 Creation Date 11/12/2019 1:46:20 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
harir 1_001_002_1_1	RGO 20

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1086.72	51.7	-6085.54	4000	400	4000
2	2377.05	53.58	0	2377.3	2376.8	2377.3
3	1722.95	53.61	0	1723.2	1722.7	1723.2
4	1560.66	52.82	0	1560.91	1560.41	1560.91

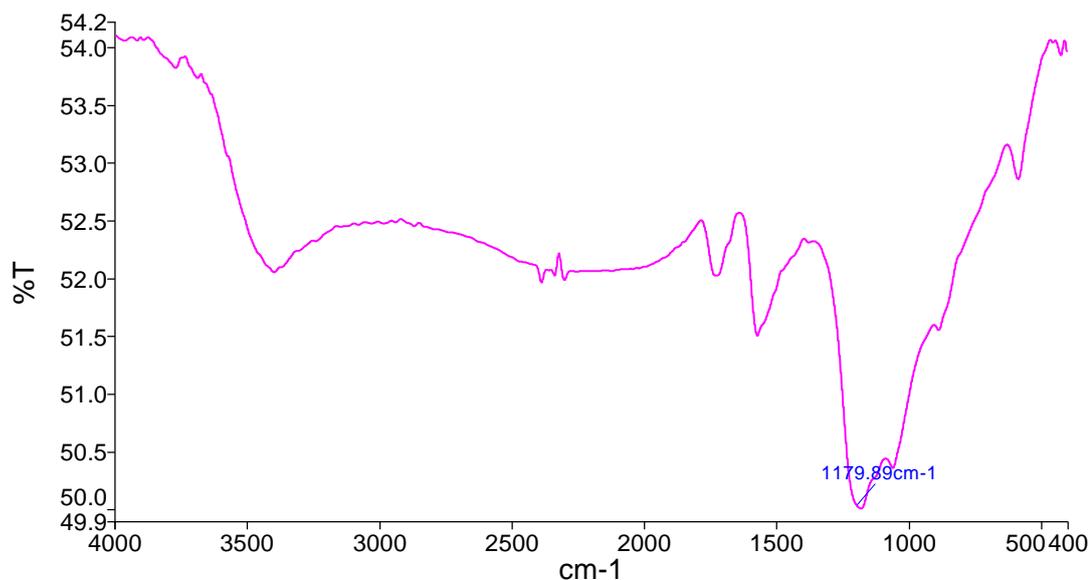
G. RGO 25 menit

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, November 29, 2019 10:06 AM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 5_HARIR 3_1_1_1_1.rtf
 Report Creator Labkim
 Report Date Friday, November 29, 2019 10:06 AM

Sample Details

Sample Name HARIR 3_1_1_1
 Sample Description RGO 25
 Analyst Labkim
 Creation Date 11/29/2019 10:03:36 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
HARIR 3_1_1_1	RGO 25

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1179.89	50	-6278.47	4000	400	4000
2	2350	52.08	0	2350.25	2349.75	2350.25
3	3404.92	52.06	0	3405.17	3404.67	3405.17
4	1732.79	52.03	0	1733.04	1732.54	1733.04
5	1570.49	51.51	0	1570.74	1570.24	1570.74
6	1177.05	50	0	1177.3	1176.8	1177.3
7	1049.18	50.41	0	1049.43	1048.93	1049.43

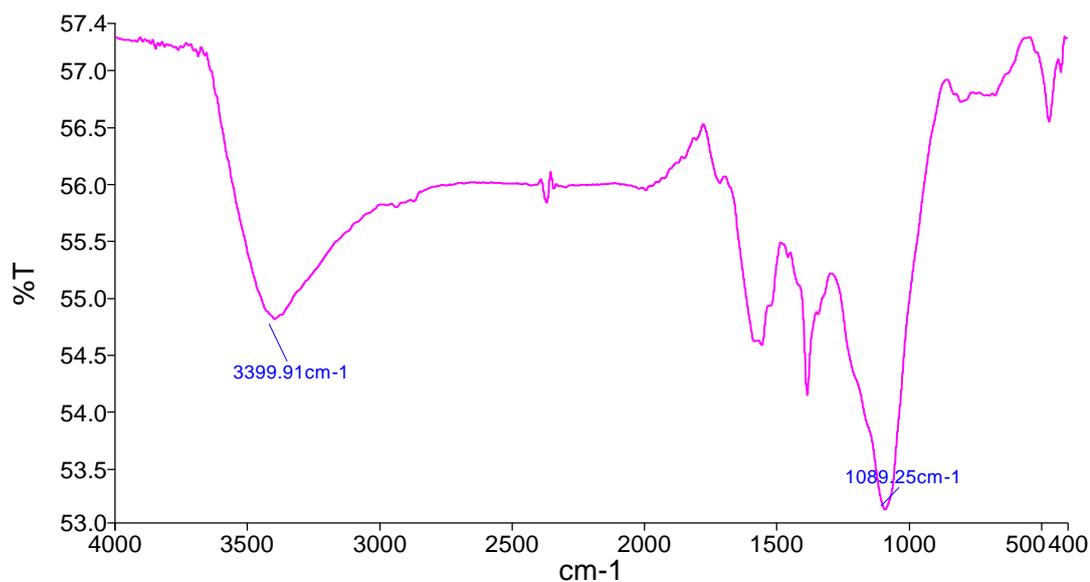
H. RGO 0,05 gram

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, March 06, 2020 12:21 PM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 13_Harir 1_001_005_1_1_1.rtf
 Report Creator Labkim
 Report Date Friday, March 06, 2020 12:21 PM

Sample Details

Sample Name Harir 1_001_005_1_1
 Sample Description RGO 0.05
 Analyst Labkim
 Creation Date 3/6/2020 12:19:27 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
— Harir 1_001_005_1_1A	

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3399.91	54.82	-2768.67	4000	1777.57	4000
2	1089.25	53.13	-1186.63	1777.57	400	1777.57

I. RGO 0,1 gram

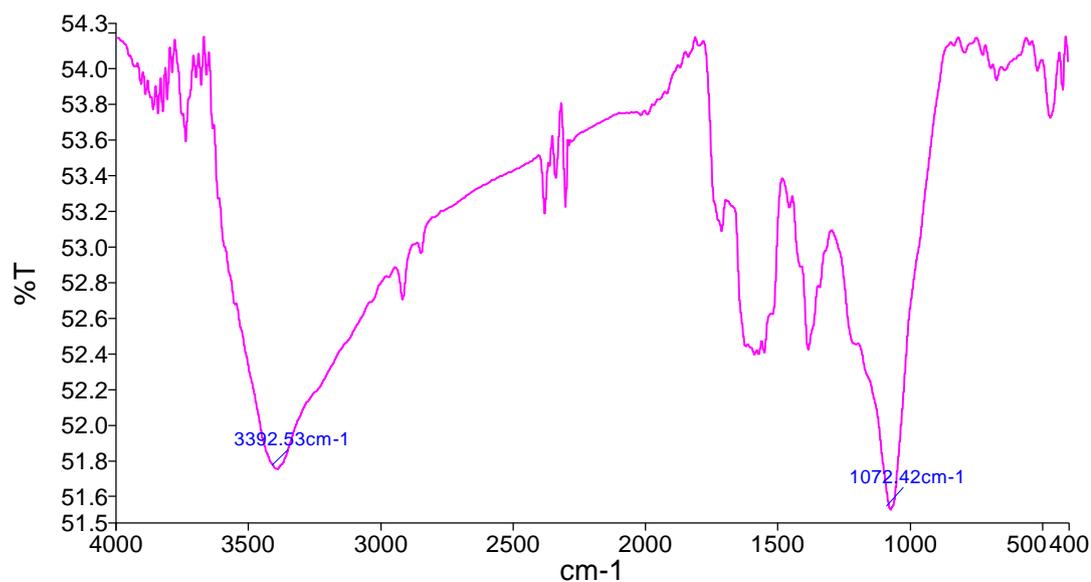
PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
 Wednesday, February 26, 2020 3:41 PM

Report Details

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 11_Harir_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Wednesday, February 26, 2020 3:41 PM

Sample Details

Sample Name Harir_1_1
 Sample Description RGO 0.1
 Analyst labkim
 Creation Date 2/26/2020 3:20:27 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
Harir_1_1	RGO 0.1

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	3392.53	51.75	-2076.99	4000	1811.31	4000
2	1072.42	51.52	-1328.82	1811.31	400	1811.31

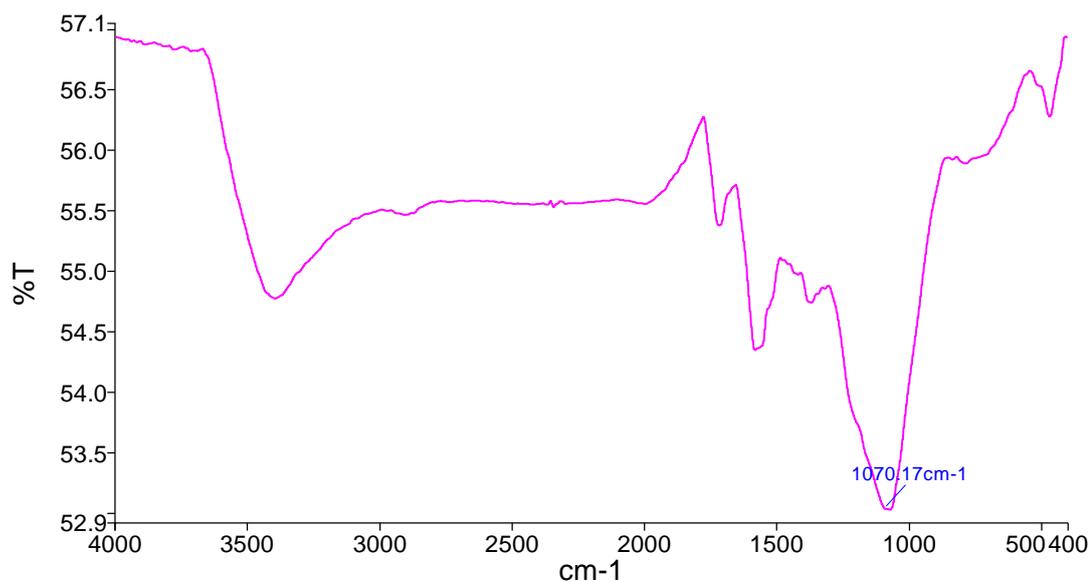
J. RGO 0,15 gram

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, March 06, 2020 12:24 PM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 14_Harir 2_005_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Friday, March 06, 2020 12:24 PM

Sample Details

Sample Name Harir 2_005_1_1
 Sample Description RGO 0.15
 Analyst labkim
 Creation Date 3/6/2020 12:23:09 PM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

Name	Description
Harir 2_005_1_1	RGO 0.15

Peak Area/Height Results

Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
1	1070.17	53.02	-5138.17	4000	400	4000

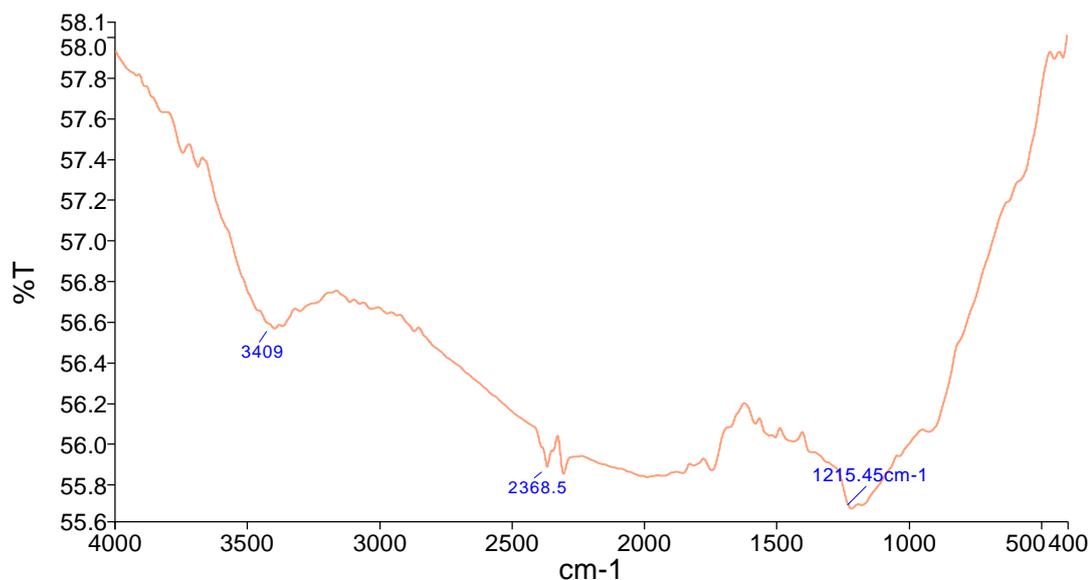
K. Graphene

PerkinElmer Spectrum Version 10.4.00
Friday, November 29, 2019 10:01 AM**Report Details**

Report Location C:\pel_data\reports\Samples View 1_HARIR 2_003_1_1_1_1_1.rtf
 Report Creator labkim
 Report Date Friday, November 29, 2019 10:01 AM

Sample Details

Sample Name HARIR 2_003_1_1_1_1
 Sample Description GRAPHENE
 Analyst labkim
 Creation Date 11/29/2019 9:57:15 AM
 X-Axis Units cm-1
 Y-Axis Units %T

Spectrum

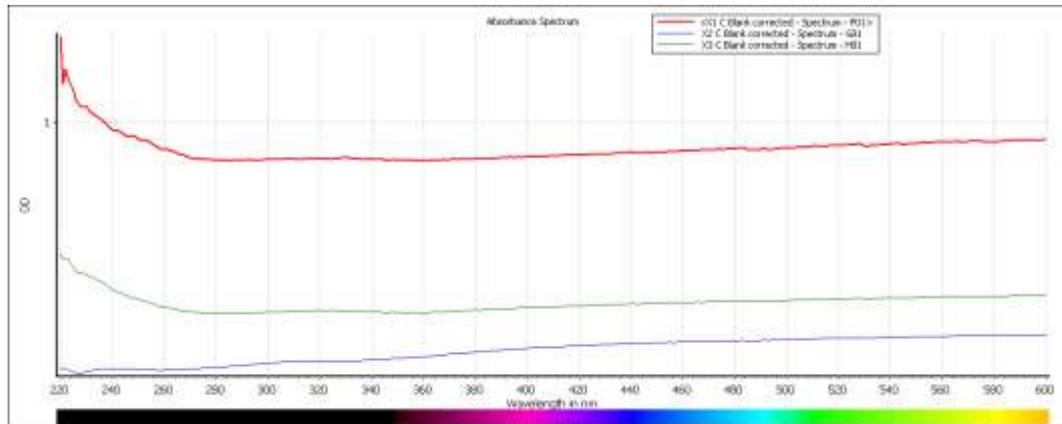
Name	Description
HARIR 2_003_1_1_1_1	GRAPHENE

Peak Area/Height Results

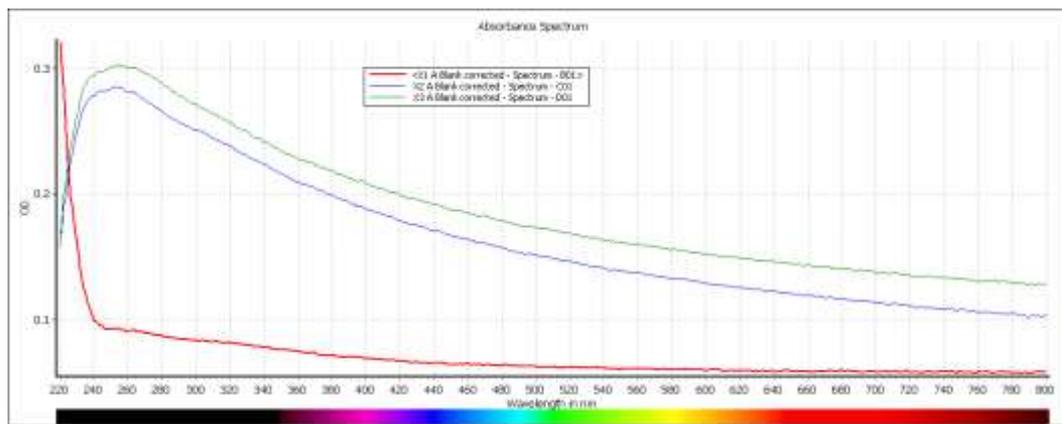
Peak	X (cm-1)	Y (%T)	Area (%T)	Start	End	Base1
2	2350	55.97	0	2350.25	2349.75	2350.25
3	3419.67	56.59	0	3419.92	3419.42	3419.92
4	2362.3	55.91	0	2362.55	2362.05	2362.55
5	1737.7	55.87	0	1737.95	1737.45	1737.95
6	1226.23	55.69	0	1226.48	1225.98	1226.48

Lampiran 8. Hasil UV-Vis

A. RGO variasi waktu

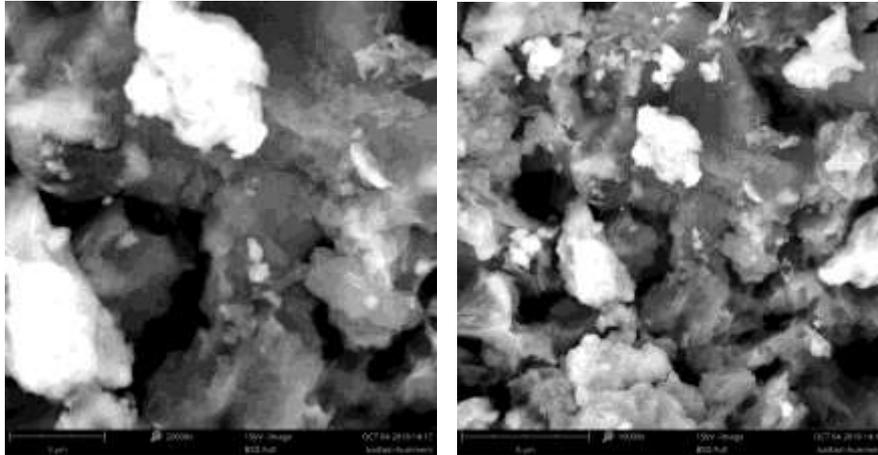


B. RGO variasi massa

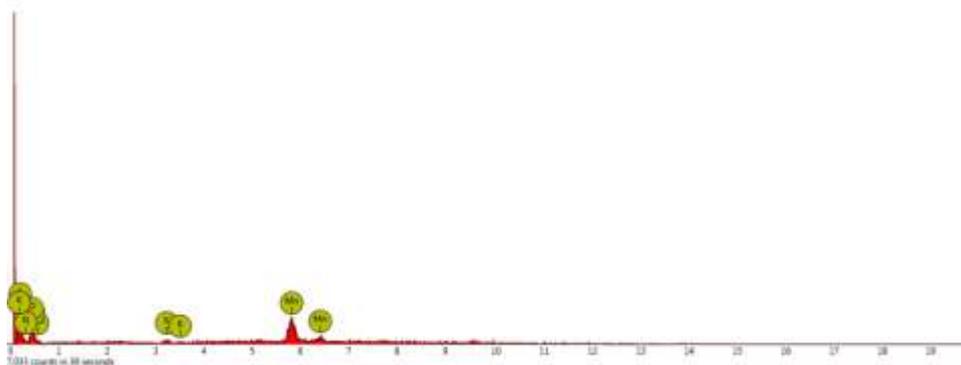


Lampiran 9. Hasil SEM-EDX

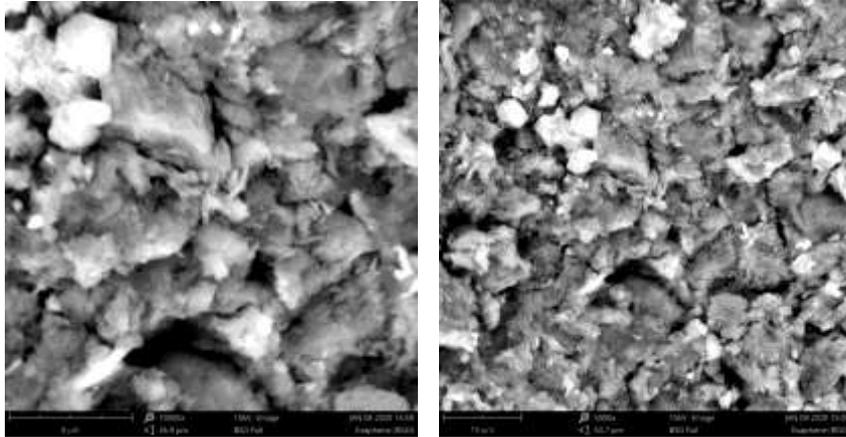
A. RGO tanpa *leaching*



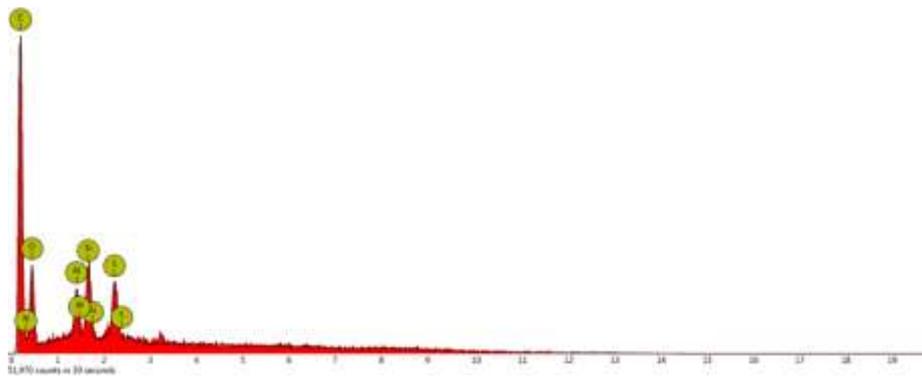
Element Number	Element Symbol	Element Name	Weight Concentration
25	Mn	Manganese	27.5
6	C	Carbon	33.9
8	O	Oxygen	23.3
7	N	Nitrogen	14.2
19	K	Potassium	1.1



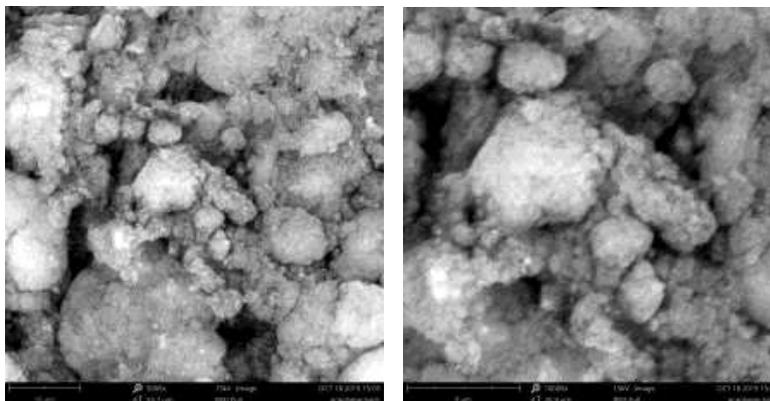
B. RGO dengan *leaching*



Atomic number	Element symbol	Element name	Weight concentration
6	C	Carbon	68.5
8	O	Oxygen	22.06
7	N	Nitrogen	6.41
14	Si	Silicon	1.12
16	S	Sulfur	0.96
13	Al	Aluminium	0.95



C. Graphene



Atomic number	Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
6	C	93.42	91.16
8	O	6.26	8.13
13	Al	0.30	0.67
14	Si	0.02	0.04

