

**LAPORAN AKHIR
PENELITIAN TERAPAN**



**FABRIKASI ZnO/GRAPHENE SEBAGAI ELEKTRODA
SUPERKAPASITOR BATERAI**

TIM PENGUSUL:

Dr. Sugianto, M.Si	NIDN 0019026105
Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si	NIDN 0011047802
Endah Widhiastuti, S.Farm., M.Sc, Apt	NIDN 0065826001

MAHASISWA:

Nabila Yasiroh	NIM 4311417003
Irma Fifa Yanti	NIM 4311417020
Denisa Fitri Salsabila	NIM 4311418023

Dibiayai oleh:

Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Negeri Semarang Nomor: SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020 sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Dana DIPA UNNES Tahun 2021 Nomor 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021, tanggal 26 April 2021

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

NOVEMBER, 2021

HALAMAN PENGESAHAN PENELITIAN TERAPAN

Judul Penelitian	: Fabrikasi ZnO/ Graphene Sebagai Elektroda Superkapasitor Baterai
Ketua Peneliti	
a. Nama Lengkap dan Gelar	: Dr. Sugianto, M.Si
b. NIDN	: 0019026105
c. Jabatan Fungsional	: Lektor Kepala
d. Pendidikan S2/S3	: S3
e. Fakultas/Jurusan	: FMIPA/ Fisika
f. Alamat Surel (e-mail)	: sugianto@mail.unnes.ac.id
Anggota Peneliti (1)	
a. Nama Anggota	: Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si
b. NIDN	: 0020058702
c. Program Studi	: Kimia
d. Fakultas	: FMIPA
Anggota Peneliti (2)	
a. Nama Anggota	: Endah Widhiastuti, S.Farm., M.Sc, Apt
b. NIDN	: 0065826001
c. Program Studi	: Farmasi
d. Fakultas	: FMIPA
Kerjasama dengan Institusi Lain	
a. Nama Iststitusi	: -
b. Alamat	: -
c. Telepon/Fax/E-mail	: -
Mahasiswa yang terlibat	: 2 orang
a. Nama/NIM	: Nabila Yasiroh
b. Nama/NIM	: Irma Fifa Yanti
c. Nama/NIM	: Denisa Fitri Salsabila
Staff Pendukung Penelitian	: 1 orang, Nama : Nuril Huda, S.Si
Alumni terlibat Penelitian	: - orang, Nama :
Biaya yang diperlukan	
a. Sumber dari LPPM	: Rp. 40.000.000,-
Universitas Negeri Semarang	
b. Sumber lain, sebutkan	: Rp. -
Jumlah	: Rp. 40.000.000,-



Semarang, 12 November 2021

Ketua Peneliti,

Dr. Sugianto, M.Si.
NIP. 196102191993031001

Menyetujui,
Ketua LPPM,
Dr. Suwito Eko Pramono M.Pd.
NIP. 195809201985031003

RINGKASAN

Ketua Peneliti adalah Dr. Sugianto, M.Si (ID Sinta 6041757, ID Scopus 7409797016), dosen jurusan fisika. Anggota penelitian ini adalah Triastuti Sulistyaningsih dan Endah Widhiastuti, dosen jurusan kimia. Judul penelitian adalah Fabrikasi ZnO/Graphene sebagai Elektroda Superkapasitor.

Perkembangan dunia teknologi saat ini mengalami kemajuan sangat pesat sehingga banyak permintaan material fungsional untuk aplikatif teknologi yang ramah lingkungan. Salah satu nanomaterial yang cocok untuk memenuhi permintaan tersebut adalah graphene. Graphene banyak diaplikasikan dalam perangkat elektronik seperti sensor, fotokatalitik, dan perangkat penyimpanan energi. Studi tentang pemanfaatan material graphene terus dilakukan, baik cara sintesisnya maupun paduan material berbasis graphene (komposit). Pada penelitian ini dilakukan fabrikasi ZnO/graphene sebagai elektroda superkapasitor baterai". Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan sintesis komposit ZnO/graphene dengan metode modifikasi hydrothermal-microwave yang dapat diaplikasikan sebagai elektroda superkapasitor baterai.

Sintesis komposite ZnO/graphene dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: (1) sintesis graphene oxide (GO); (2) sintesis material control reduce graphene oxide (rGO); (3) sintesis material control ZnO (tanpa GO); (4) sintesis elektrode ZnO/graphene; (5) Karakterisasi ZnO/graphen (SEM, FTIR, AAS dan Cyclic Voltametry); (6) fabrikasi coin cell supercapasitor ZnO/graphene dan karakterisasinya. Sintesis rGO dan ZnO/graphene dilakukan dengan metode modifikasi hydrothermal-microwave (one step).

Optimasi sintesis komposit ZnO/graphene yang memenuhi kriteria sebagai electrode superkapasitor baterai telah dilakukan dengan cara (1) variasi rasio mol ZnO:graphene (1:1; 2:1 dan 8:1); dan (2) variasi lama waktu hydrothermal ZnO/graphene (2 jam, 4 jam dan 6 jam). Secara keseluruhan kadar Zn dalam komposit ZnO/graphene yang dianalisis melalui AAS berhubungan dengan hasil FTIR dan SEM-EDX. Ketika kadar Zn rendah menghasilkan morfologi komposit ZnO/graphene lebih baik karena aglomerasi tidak terjadi. Sebaliknya kadar Zn yang tinggi dengan waktu hydrothermal maksimal menunjukkan hasil morfologi komposit yang teraglomerasi sehingga Zn yang terbentuk lebih banyak dengan meningkatnya ukuran partikel yang semakin besar.

Hasil pengukuran Cyclic Voltametry (CV) pada sampel ZnO/graphene memperlihatkan kurva hysteresis yang mengindikasikan terjadi peristiwa penyimpanan muatan pada permukaan electrode ZnO/graphene ketika diberikan tegangan listrik. Elektroda ZnO/graphene memiliki sifat kapasitif yang ideal sehingga dapat menyimpan muatan listrik secara elektrostatis. Hasil perhitungan kapasitansi spesifik semua sampel ZnO/graphene pada rentang nilai 2,1 - 12,3 F/g. Luas area histersis ZnO/graphene lebih besar dibandingkan graphene maupun ZnO, secara kualitatif menggambarkan daya listrik yang tersimpan pada electrode ZnO/graphene lebih besar dibandingkan graphene saja. Hasil perhitungan energi spesifik semua sampel ZnO/Graphene pada rentang 1,07 – 1,55 Wh/g memenuhi kriteria sebagai material elektroda superkapasitor. Fabrikasi coin cell superkapasitor ZnO/graphene dengan massa 0,052 gram menghasilkan tegangan antara 0,14 V hingga 0,564 V bergantung parameter sintesisnya. Metode sintesis ZnO/graphene dengan modifikasi hydrothermal-microwave secara bersamaan (one step) praktis dan efektif menghasilkan material electrode superkapasitor baterai.

PRAKATA

Puji syukur kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa, atas karunian-Nya sehingga kami dapat melaksanakan kegiatan penelitian hingga menyusun laporan hasil penelitian. Penelitian dengan judul **"Fabrikasi ZnO/Graphene sebagai Elektroda Superkapasitor Baterai"** dibiayai oleh Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Negeri Semarang Nomor: SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020 sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Dana DIPA UNNES Tahun 2021 Nomor 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021, tanggal 26 April 2021. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia dan Laboratorium Fisika FMIPA Universitas Negeri Semarang.

Pada kesempatan ini tidak lupa kami meyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini, khususnya kepada:

1. Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas Negeri Semarang
2. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang
3. Kepala Laboratorium Kimia dan Laboratorium Fisika FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan kesempatan untuk menggunakan fasilitas laboratorium yang terkait dengan penelitian ini.

Akhirnya kami berharap semoga penelitian ini bermanfaat, dan semua masukan yang membangun akan kami terima dengan senang hati.

Semarang, November 2021

Tim Peneliti

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
RINGKASAN	iii
PRAKATA	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB 1. PENDAHULUAN	1
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	3
BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT	16
BAB 4. METODE	17
BAB 5. HASIL DAN PEMBAHASAN	22
BAB 6. KESIMPULAN	52
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN	62

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Karakteristik grafit secara fisika	4
Tabel 2.2. Karakteristik kimia material ZnO	10
Tabel 5.1. EDX ZnO/graphene variasi waktu hidrotermal	29
Tabel 5.2. EDX ZnO /graphene variasi rasio mol Zn(NO ₃)	35
Tabel 5.3. Hasil pengukuran larutan standar Zn dengan AAS	38
Tabel 5.4. Kadar Zn dalam ZnO/graphene	39
Tabel 5.5 Kapasitansi ZnO/graphene Pengaruh Waktu Hidrotermal	43
Tabel 5.6. Nilai Energi Spesifik Pada Variasi Waktu Hidrotermal	45
Tabel 5.7. Kapasitansi ZnO/graphene Pengaruh Rasio Mol	46
Tabel 5.8. Energi Spesifik ZnO/graphene variasi rasio massa Zn	47
Tabel 5.9. Data pengukuran tegangan anoda-katoda coin cell superkapasitor ...	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur 3D Grafit	3
Gambar 2.2	Alotrop karbon (graphite, graphene, buckminsterfullerene (C ₆₀) dan CNT (Carbon Nano tube)	5
Gambar 2.3	Struktur <i>graphene oxide</i>	7
Gambar 2.4	Struktur <i>reduce graphene oxide</i>	8
Gambar 2.5	Struktur kimia <i>graphene-ZnO</i>	12
Gambar 2.6	Rangkaian Alat Hidrotermal	14
Gambar 4.1	Desain superkapasitor baterai dengan elektroda ZnO/ Graphene ...	20
Gambar 4.2	Coin cell cover (CR2032)	20
Gambar 5.1	Sintesis GO (a) Reaksi graphite dengan H ₂ SO ₄ dan H ₃ PO ₄ (b) Reaksi saat KMnO ₄ ditambahkan (c) GO saat reaksi berlangsung ..	22
Gambar 5.2	Mekanisme reduksi hidrazin hidrat pada gugus fungsi epoksi	24
Gambar 5.3	Pertumbuhan kristal ZnO dengan prekursor ZnCl ₂ dan Zn(NO ₃) ₂ yang berbeda	25
Gambar 5.4	Mekanisme terbentuknya ZnO <i>nanorods/graphene</i>	26
Gambar 5.5	Gambar 13. Karakterisasi SEM perbesaran 20.000X pada (a) Grafit (b) GO (c) Graphene (d) ZnO nanorods perbesaran 10000X (e) ZnO nanorods perbesaran 20000X (f) ZnO nanorods/graphene 2:1 (2 jam) (g) ZnO nanorods/graphene 2:1 (4 jam) (h) ZnO nanorods/graphene 2:1 (6 jam).....	28
Gambar 5.6	Spektra FTIR (a) Grafit (b) <i>Graphene Oxide</i>	31
Gambar 5.7	Spektra FTIR (a) Graphene (b) ZnO nanorods (c) ZnO nanorods/graphene 2:1 2 jam (d) ZnO nanorods/graphene 2:1 4 jam (e) ZnO nanorods/graphene 2:1 6 jam	32
Gambar 5.8	Karakterisasi SEM (a) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 1:1 (b) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 2:1 (c) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 8:1	34
Gambar 5.9	Spektra FTIR (a) <i>Graphene</i> (b) ZnO <i>nanorods</i> (c) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 1:1 (d) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 2:1 (e) ZnO <i>nanorods/graphene</i> 8:1	36
Gambar 5.10	Kurva kalibrasi larutan standar logam Zn	38

Gambar 5.11	Voltamogram ZnO nanorods/graphene rasio 2:1 dengan variasi waktu (A = 2 Jam; B = 4 Jam; C = 6 Jam); Voltamogram graphene (D); Voltamogram ZnO nanorods (E); Voltamogram baseline (F)...	41
Gambar 5.12	Kapasitansi spesifik Terhadap Scan Rate Variasi Waktu Hidrotermal	44
Gambar 5.13	Voltamogram ZnO/graphene 2 Jam (A = 1:1; B = 2:1; C = 8:1)	45
Gambar 5.14	Kurva Kapasitansi spesifik Terhadap <i>Scan Rate</i> ZnO/graphene	47
Gambar 5.15	Pembuatan lapisan ZnO/graphene (a) hasil ultrasonikasi ZnO/graphene, (b) ZnO/graphene-alumunium foil	48
Gambar 5.16	Susunan sederhana coin cell superkapasitor dengan electrode ZnO/graphene.....	48
Gambar 5.17	Desain pengembangan struktur coin cell kapasitor baterai ZnO/graphene	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1:	Instrumen Penelitian	62
Lampiran 2:	Personalia Tim Peneliti	70
Lampiran 3:	Surat Perjanjian Penelitian	85
Lampiran 4:	Artikel Penelitian (Draft)	95
Lampiran 5:	Dokumentasi	115

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan dunia teknologi mengalami kemajuan sangat pesat. Berbagai penelitian dilakukan untuk menciptakan produk baru dengan kualitas yang tinggi. Penelitian yang sedang banyak dikembangkan adalah penelitian berbasis nanosains atau nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam menciptakan suatu material, struktur dalam skala nanometer. Salah satu bidang nanoteknologi adalah sintesis nanomaterial yang menghasilkan ukuran nanopartikel. Sintesis nanomaterial merupakan rekayasa pembuatan partikel dengan ukuran kurang dari 100 nanometer (nm) yang sekaligus dapat mengubah sifat fisis ataupun kimiawi tergantung pada ukuran. Kelebihan dari material berukuran nano adalah memiliki karakteristik luas permukaan yang luas sehingga dapat meningkatkan reaktivitas kimia dan kekuatan sifat elektriknya. Aplikasi nanomaterial dapat digunakan sebagai perangkat elektronik seperti sensor, perangkat penyimpanan energi, fotokatalitik (Abdullah, 2014).

Saat ini banyak permintaan material yang berbasis aplikatif teknologi dan ramah lingkungan. Salah satu nanomaterial yang cocok untuk memenuhi permintaan tersebut adalah *graphene*. *Graphene* banyak diaplikasikan dalam perangkat elektronik seperti sensor, fotokatalitik, dan perangkat penyimpanan energi. *Graphene* adalah alotrop karbon yang mempunyai dua dimensi (2D) terhibridisasi sp^2 dengan kisi heksagonal (segi enam seperti sarang lebah). Struktur dua dimensi menyebabkan *graphene* memiliki *band gap* nol dan bersifat semi logam (Loryuenyong *et al.*, 2013). *Graphene* memiliki mobilitas elektron tinggi hingga mencapai $200.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$, konduktivitas termal yang tinggi (5000 W/mK), konduktivitas listrik yang tinggi ($0,96 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$), transparansi optik yang baik ($\sim 97,7\%$), memiliki luas permukaan yang besar ($2.630 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) dan memiliki kekuatan modulus Young sebesar $\sim 1 \text{ TPa}$ (Du *et al.*, 2013).

Material *graphene* dapat disintesis dengan berbagai cara, salah satu dari cara sintesis *graphene* adalah *chemical exfoliation* grafit dengan bahan turunan grafit yaitu grafit oksida dan grafit interkalasi (Khadifah, 2017). Metode lain untuk sintesis *graphene* adalah *chemical synthesis, mechanical exfoliation, thermal chemical vapour depotition* (CVD) (Bhuyan *et al.*, 2016). Metode yang sering digunakan adalah *chemical reaction* yaitu metode Brodie, metode Studentmaiere dan metode Hummers (Emiru & Ayele *et al.*, 2017).

Dalam penelitian ini *graphene* disintesis dengan mengoksidasi grafit yang menghasilkan *graphene oxide* (GO) dengan metode modifikasi Hummers. Bahan yang digunakan antara lain asam sulfat (H_2SO_4) dan asam fosfat (H_3PO_4) yaitu sebagai agen pengoksidasi dan menambahkan kalium permanganat (KMnO_4) secara berlebih. Metode ini dipilih karena dapat menghasilkan *yield* yang banyak, biaya murah dan mudah untuk dilakukan dalam skala laboratorium (Hidayat, 2018). Untuk meningkatkan sifat konduktivitas *graphene* diperlukan logam oksida bersifat semikonduktor agar dapat menghasilkan kualitas yang terbaik dalam pengaplikasiannya. Oksida logam yang digunakan antara lain MnO (Zhu & He *et al.*, 2012), RuO_2 (Jung *et al.*, 2013), NiO (Guan *et al.*, 2015), TiO_2 (Li *et al.*, 2018) dan ZnO (Liu *et al.*, 2013). Penelitian ini menggunakan logam oksida sebagai komposit yang ditumbuhkan dalam lembaran *graphene*. Logam oksida yang digunakan adalah nanomaterial zink oksida (ZnO). ZnO dipilih karena memiliki sifat optik dan sifat listrik yang mendukung sebagai material perangkat elektronik. Material ZnO memiliki energi ikat yang besar (60 meV) dan memiliki band-gap yang lebar (3,37 eV) (Ezeigwe *et al.*, 2015). Material ZnO merupakan nanopartikel yang dapat dibuat dengan berbagai bentuk geometri seperti *nanotube*, *nanorods*, *nanowires* (Anastasya, 2019).

ZnO nanopartikel mempunyai dimensi sangat kecil sehingga berpotensi dalam aplikasi optik, elektronik dan sensor. Bentuk material nanopartikel/*nanorods* dapat sintesis melalui proses kimiawi dengan memberikan perlakuan spesifik seperti metode, temperatur, pH, konsentrasi. Sintesis ZnO *nanorods* dapat dilakukan dengan berbagai metode secara kimia, fisika dengan teknik *chemical bath deposition* (Abdulrahman *et al.*, 2017), RF *sputtering* (Baratto *et al.*, 2018), *spray pyrolysis* (Karaköse & Çolak *et al.*, 2017), metode sol-gel (Jung *et al.*, 2012) *metal organic chemical vapour deposition* (Kim *et al.*, 2014) dan metode hidrotermal. Metode hidrotermal dipilih dalam penelitian ini karena merupakan metode yang sederhana menghasilkan *yield* besar, biaya murah, ramah lingkungan dan memiliki aktivitas elektrokimia yang baik (Alver *et al.*, 2016). Kelebihan lain dari ZnO *nanorods* dapat disintesis dengan temperatur rendah (65-100 °C) dengan waktu pertumbuhan kristal sekitar 30 menit hingga 2 jam (Jung *et al.*, 2012). Penelitian Panigrahy *et al.* (2010) berhasil mensintesis ZnO *nanorods* dengan metode hidrotermal dengan ukuran 4-22 μm dan diameter 85-550 nm.

Selain itu, sintesis nanokomposit ZnO/graphene juga dilakukan dengan metode solvothermal yang dimanfaatkan sebagai superkapasitor (Ezeigwe *et al.*, 2015), metode *chemical bath deposition* yang digunakan untuk deteksi senyawa organik (Vessalli *et al.*, 2017), Lellala *et al.*, (2016) menggunakan metode *irradiation microwave* yang dimanfaatkan

untuk degradasi *brilliant blue*. Sedangkan Wang *et al.* (2018) menggunakan metode hidrotermal yang diaplikasikan sebagai semikonduktor fotokatalis.

Pada tahun sebelumnya peneliti telah melakukan sintesis nanokomposit ZnO/graphene dengan menggunakan metode modifikasi hydrothermal-microwave. Berdasarkan uraian di atas, pada penelitian ini dilakukan optimasi sintesis nanokomposit ZnO/graphene dan kajian struktur terhadap sifat kapasitifnya untuk electrode superkapasitor baterai. Selanjutnya dilakukan fabrikasi coin cell superkapasitor ZnO/graphene.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan dapat dirumuskan permasalahan penelitian sebagai berikut:

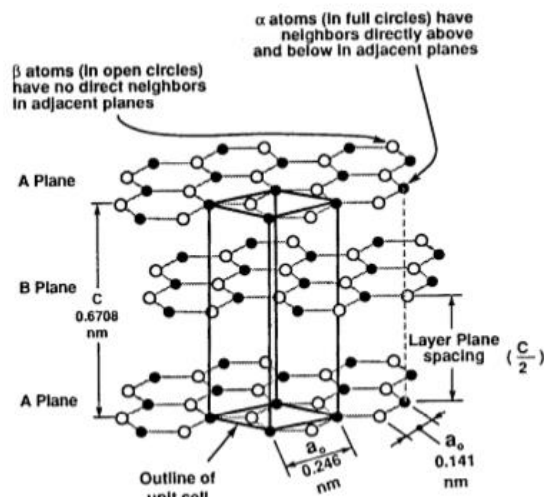
- 1) Bagaimana kondisi optimal untuk menghasilkan nanokomposit ZnO/graphene dengan sifat kapasitif yang memenuhi syarat sebagai elektroda superkapasitor.
- 2) Bagaimana fabrikasi ZnO/graphene sebagai elektroda superkapasitor baterai.

BAB II

TINJAUN PUSTAKA

2.1 Grafit

Grafit merupakan salah satu bahan yang paling lembut berwarna hitam abu-abu serta mempunyai sifat konduktor listrik yang baik. Grafit termasuk turunan dari karbon yang memiliki banyak morfologi diantaranya adalah nanotube, *fullerence*, grafit, *graphena*, *collodial sphere*, nanofiber, *porous carbon nanowire* dan karbon aktif (Hu et al., 2010). Grafit memiliki struktur berlapis dan sangat anisotropik dengan ikatan yang kuat yaitu ikatan kovalen dan antar lapisnya diikat oleh ikatan yang cukup lemah yaitu gaya *Van der waals*, yang apabila dikenai suatu gaya maka lapisan ini akan mudah terkelupas. Grafit memiliki sifat semi-logam dengan konduktivitas $10^{-3} \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Hal ini menyebabkan grafit banyak dimanfaatkan terutama dalam bidang energi listrik. Grafit terdiri dari serangkaian bidang berlpais paralel bertumpuk dengan ikatan sp^2 trigonal (Chung *et al.*, 2015). Struktur grafit ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur 3D Grafit (Chung *et al.*, 2015)

Grafit memiliki sifat fisika dan kimia yang diamati berdasarkan eksperimen material karbon. Sifat fisika ini menunjukkan bahwa grafit merupakan isolator termal yang baik. Sifat ini yang menjadi tolok ukur bahwa grafit perlu dilakukan *exfoliation* sehingga menjadi *graphene oxide*. Karakteristik grafit secara fisika ditunjukkan pada Tabel 2.1

Tabel 2.1. Karakteristik grafit secara fisika

Karakteristik	Sifat fisika
<i>Cristalline form</i>	<i>Hexagonal</i>
<i>Lattice parameters</i>	$a_0 = 0.246 \text{ nm}$ $c_0 = 0,671 \text{ nm}$
<i>Density at 300 K;1 atm</i>	$2,26 \text{ g/cm}^3$
<i>Atomic volume</i>	$5,315 \text{ cm}^3/\text{mol}$
<i>Sublimation point at 1 atm</i>	4000 K
<i>Triple point</i>	4200 K
<i>Boilling point</i>	4560 K
<i>Heat of fusion</i>	46,84 KJ/mol
<i>Heat of vaporization to monoatomic gas</i>	716,9 KJ/mol
<i>Pauling electronegativity</i>	2,5
<i>Thermal Conductivity pyrolitic</i>	<i>Ab direction</i> = 390 W/m·K <i>C direction</i> = 2 W/m·K
<i>Graphite fiber</i>	1180 W/m·K

(Pierson & Pierson, 1994)

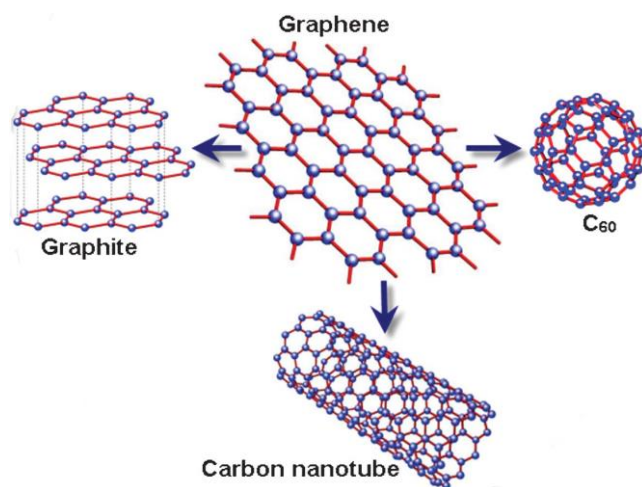
Exfoliation grafit dilakukan untuk membentuk derivat dari grafit, pelupasan tersebut dikenal dengan interkalasi grafit. Interkalasi grafit merupakan senyawa berlapis dengan beberapa lapisan karbon. Untuk melakukan pelupasan grafit dapat dilakukan dengan beberapa metode, yang pertama interkalasi fase gas yang menghasilkan interkalasi biner sederhana, yang kedua adalah metode modifikasi hummers untuk menghasilkan grafit oksida dan metode elektrokimia dengan menerapkan tegangan dan asam sulfat sebagai larutan elektrolit (Poh et al., 2012).

Proses interkalasi grafit terjadi karena struktur grafit yang berlapis dengan sifat anisotropiknya. Senyawa interkalasi grafit diklasifikasikan menjadi dua yaitu senyawa ionik dan senyawa kovalen. Senyawa ionik misalnya grafit yang dilapisi asam sulfat, yang ditandai dengan transfer muatan antara interkalasi dan grafit. Ikatan ionik membuat molekul dalam kisi grafit serta banyaknya padatan yang benar-benar ion. Hal ini membuat senyawa interkalasi grafit ionik sulit dilepaskan (Heerden *et al.*, 2015) . Senyawa kovalen misalnya adalah grafit oksida atau asam grafit ditandai dengan ikatan kovalen antara interkalasi dan grafit. Ikatan kovalen melibatkan perubahan hibridisasi dari sp^2 ke sp^3 serta pengikatan oksigen dengan atom karbon hibridisasi sp^3 . Senyawa kovalen lebih mudah dilepaskan ikatannya daripada senyawa ionik (Zhang *et al.*, 2013).

2.2 Graphene

Graphene merupakan material yang sedang gencar - gencarnya dikembangkan terutama

dalam bidang superkapasitor. Pada superkapasitor *graphene* digunakan sebagai elektroda karena memiliki luas permukaan yang luas dan konduktivitas yang tinggi (Chabot *et al.*, 2014). *Graphene* merupakan suatu alotrop karbon yang secara ekperimental ditemukan pada tahun 2004. *Graphene* tersusun dari ikatan sp^2 atom karbon dalam satu kisi 2D mirip sarang lebah (Lee *et.al.*, 2019). Struktur atomik dari karbon dapat digunakan sebagai dasar sintesis material karbon, *graphene* yang dilipat menjadi *fullerence*, digulung menjadi *Carbon Nano Tube* (CNT), dan dapat disusun menjadi *graphite*, hal tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.2 (H. J. Choi *et al.*, 2012).



Gambar 2.2 Alotrop Karbon (*graphite*, *graphene*, *buckminsterfullerene* (C₆₀) dan CNT (*Carbon Nano tube*) (Dinadayalane *et.al.*, 2012)

Graphene merupakan nanostruktur karbon adalah lapisan tunggal (2D) yang berikatan secara kovalen dengan hibridisasi sp^2 dalam kisi sarang lebah heksagonal (*honeycomb*) (Dinadayalane *et.al.*, 2012). *Graphene* dengan atom C yang saling berikatan secara kovalen pada bidang basal, membentuk ikatan σ dengan tiga atom tetangga dan satu ikatan π di luar bidang basal. Ikatan sp^2 pada atom karbon memberikan sifat yang unik pada *graphene* (Trivedi *et al.*, 2019). Lapisan *graphene* yang terdiri dari 5-10 lapisan disebut *few-layer graphene*, dan lebih dari 20-30 lembar *graphene* disebut *multilayer* atau nanokristal *graphite* tipis (Kang *et al.*, 2016).

Sejarah terbentuk *graphene* dimulai pada tahun 1946 *graphene* pertama kalinya dibahas oleh fisikawan Kanada bernama Russel Wallace. Pembahasan diawali atas ketidakpercayaan Wallace untuk menciptakan *graphene*, sehingga muncul ketertarikan Wallace

dalam mempelajari *graphene* dengan mengamati *graphite* pada ujung pensil. Wallace mengasumsikan bahwa jika menyusun lembar *graphene* maka akan membentuk suatu *graphite*. Akan tetapi keterbatasan alat pada saat itu membuat hipotesis dari Wallace tidak dapat di buktikan. Salah satu paten pertama yang berkaitan dengan produksi *graphene* diajukan pada tahun 2002 dan diberikan pada tahun 2006 yang diberi label *graphene* berskala nano (Somani & Pawar, 2016).

Paten tersebut berdasarkan salah satu proses produksi *graphene* skala besar pertama pada tahun 2004 yaitu pada Fisikawan Andre Geim dan Konstantin Novoselov yang melakukan uji coba terhadap kubus *graphite* dan solatip. Solatip di tempelkan di ataskubus *graphite* lalu melepaskannya sehingga menarik lapis demi lapis dari *graphite*. Hal tersebut dilakukan hingga diperoleh *graphene* yang memiliki ketebalan satu atom. Hasil penemuan *graphene* membuat Novoselov dan Geim menerima beberapa penghargaan. Metode pengelupasan tersebut sekarang dikenal dengan metode *Scotch tape* (H. J. Choi et al., 2012).

Saat ini telah banyak metode sintesis untuk memperoleh *graphene* seperti pengelupasan secara mekanik, pengelupasan elektrokimia grafit, reaksi kimia dengan mereduksi *graphene* oksida (rGO) yang berasal dari pengelupasan kimia *graphite* (*chemical exfoliation*). Pada penelitian ini menggunakan metode reaksi kimia dengan cara mengoksidasi *graphite*, metode ini dipilih karena memiliki biaya yang murah, mudah disintesis, dan kemampuan yang luas untuk membentuk *graphene*, serta menghasilkan rendemen yang banyak (Arthi, 2015).

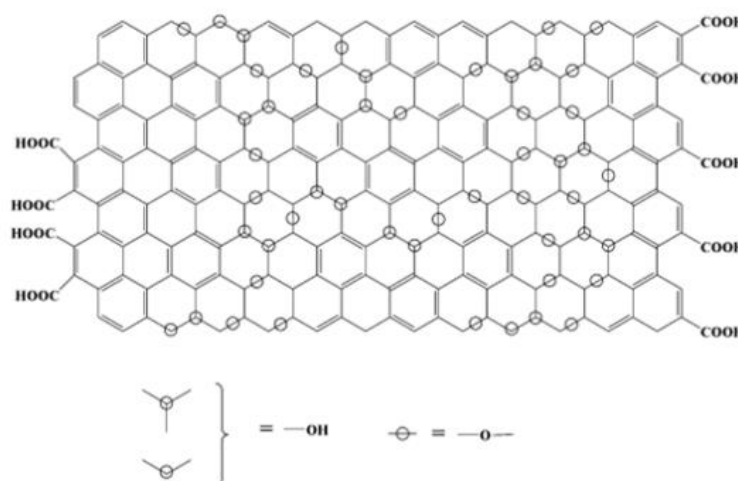
Sifat elektrokimia pada *graphene* merupakan sifat yang paling berperan penting pada superkapasitor karena *graphene* berperan sebagai pembawa muatan. Hal tersebut dikarenakan pada *graphene* memiliki celah pita nol, tumpang tindih antar pita valensi dan konduksi yang rendah, dan pembawa muatan dengan hamburan yang sedikit pada lingkungannya (Huang et al., 2012). Selain itu sifat elektrokimia pada *graphene* seperti mobilitas yang tinggi yaitu lebih dari $100000 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ dan kecepatan saturasi sebesar $5 \times 10^7 \text{ cm.s}^{-1}$ menyebabkan *graphene* merupakan material yang berpotensi sebagai superkapasitor (Avouris & Dimitrakopoulos, 2012).

Sifat lainnya yang dimiliki *graphene* adalah konduktivitas termal yang menunjukkan pengukuran sebesar $3000\text{-}5000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Kemudian *graphene* juga memiliki transmitansi optik sebesar 97,7 % serta memiliki modulus Young sebesar 0,5-1 TPa (Tao et al., 2017).

Graphene sebagai elektroda pada superkapasitor dikarenakan sifat *graphene* yang unik yaitu memiliki luas permukaan yang spesifik sebesar $2630 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Zhou et al., 2012). Selain itu *graphene* juga memiliki sifat semikonduktor dengan band gap nol dan resersifitas rendah yaitu hanya 106 Wcm pada suhu ruang. Sehingga *graphene* dapat diaplikasikan menjadi perangkat elektronik, elektroda transparan pada solar sel, plasma, komposit, penyimpanan energi, dan sensor kimia dan biologi (W. S. Zhao et al., 2018).

2.3 Graphene Oxide

Graphene oxide merupakan bentuk intermediet dari *graphene*. *Graphene oxide* diperoleh dari sintesis grafit melalui metode hummers (Syakir, 2015). *Graphene oxide* terdiri dari satu monolayer dengan jarak interlayer $0,6\text{-}1 \text{ nm}$. Pada *graphene oxide* terdapat gugus fungsi keton, hidroksil dan gugus fungsi epoksi yang berperan dalam pembuatan ikatan kovalen dengan matriks (Sadasivuni et al., 2014). Struktur *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur *graphene oxide* (Croitoru et al., 2019)

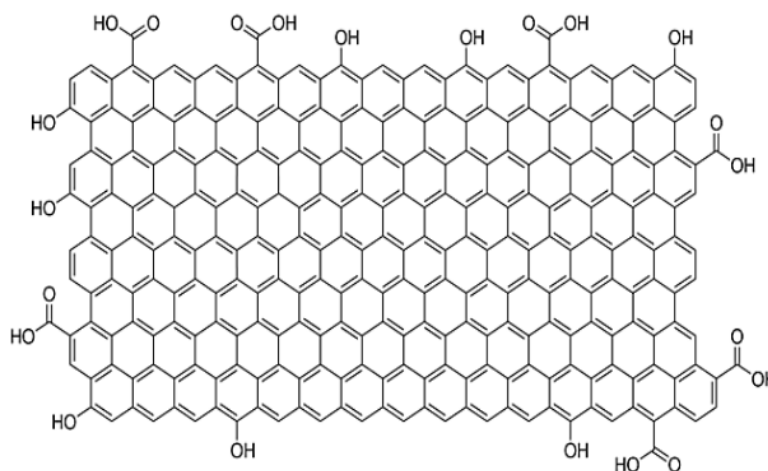
Secara struktural perbedaan utama *graphene* dan *graphene oxide* adalah adanya gugus yang teroksidasi sehingga menghasilkan kelarutan dalam air yang lebih baik. Setiap lembar *graphene oxide* tersusun dua fase berbeda yaitu fase hidrofobik yang tersusun oleh karbon sp^2 dan fase hidrofilik yang terdapat gugus oksigen (Reina et al., 2017). Struktur *graphene oxide* di tunjukkan pada Gambar 2.3.

Dalam sintesis *graphene oxide* (GO) mengakibatkan terganggunya orbital ikatan sp^2

sehingga terjadi resintensi konduktivitas elektrik yang tinggi ($1,64 \times 10^4$ m) (Smith et al., 2019). Untuk mengatasi gangguan tersebut dilakukan reduksi *graphene oxide* dengan agen pereduksi dan dengan *thermal treatment*. Bentuk *graphene oxide* ini merupakan bentuk sementara dari *graphene* sebelum dilakukan proses reduksi *graphene oxide*. Salah satu metode untuk reduksi *graphene oxide* yang mudah dilakukan, biaya murah serta reaksi cepat, *yield* besar yaitu menggunakan *thermal treatment* metode *microwave irradiation* untuk membantu *exfoliation graphene oxide* sehingga dihasilkan *reduce graphene oxide* yang memiliki sifat lebih baik daripada *graphene oxide* (Pokharel et al., 2014).

2.4 Reduce Graphene Oxide

Reduksi *graphene oxide* (rGO) diperoleh dari *graphene oxide* yang direduksi dengan agen pereduksi atau *thermal treatment* yang berfungsi untuk *exfoliation graphene oxide*. Sintesis reduksi *graphene oxide* bertujuan untuk reduksi gugus fungsi pada *graphene oxide* yang masih banyak terdapat gugus fungsi karbon. Reduksi *graphene oxide* juga berperan dalam perbaikan kisi heksagonal bersamaan dengan konduktivitas listrik (Das et al., 2017). Reduksi *graphene oxide* merupakan struktur peralihan lembaran *graphene* yang lebih ideal dan mudah dioksidasi, oleh karena itu reduksi *graphene oxide* dianggap mendekati dengan bentuk *graphene* (Reina et al., 2017). Menurut Nurdiansah (2019) *reduced graphene oxide* dalam skala kecil lebih menjanjikan daripada *graphene* karena bisa diproduksi dalam jumlah banyak dengan sifat yang mendekati *graphene* murni. Struktur *reduced graphene oxide* dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur *reduce graphene oxide* (Bhattacharjee et al., 2019)

Graphene oxide dapat di reduksi menjadi rGO. Beberapa bahan yang digunakan sebagai agen pereduksi untuk membentuk reduksi *graphene oxide* (rGO) adalah hidroquinon, dimetilhidrazin, hidrazin hidrat, sodium borohidrat, bubuk alumunium, ammonia, bubuk Zn, vitamin C, etilendiamin, polyelektrolit, glukosa, protein, sodium sitrat, karbon monoksida, Fe. Beberapa senyawa tersebut dapat dilakukan sintesis dalam kondisi yang berbeda seperti kondisi asam/alkali, hidrotermal, *microwave*, laser sonokimia, respirasi bakteri, lisosom, elektrokimia. Perbedaan penggunaan senyawa dalam agen pereduksi dapat menghasilkan sifat yang berbeda pada *reduce graphene oxide* (Luo et al., 2011). Proses reduksi GO menjadi RGO dapat memulihkan struktur dan sifat graphene yang lebih unggul (Szostak et al., 2018).

Dalam proses reduksi *graphene oxide* salah satu proses yang penting adalah proses ultrasonikasi, pada tahap ini terjadi pelupasan beberapa lembaran dari grafit oksida sehingga menjadi lebih tipis dan berkurang jumlah lembarannya dan menghasilkan senyawa *graphene oxide*. Menurut Ling *et al.*, (2017) proses ultrasonikasi mempengaruhi jumlah lembaran yang dihasilkan menjadi semakin tipis sehingga proses pelupasannya lebih efektif. Pada penelitian Baig *et al.*, (2018) menambahkan bahwa proses ultrasonikasi dapat membuat molekul satu dengan molekul lain terdapat gaya gesek yang menyebabkan permukaan semakin tipis.

2.5 Seng Oksida (ZnO)

Seng Oksida (ZnO) merupakan bahan semikonduktor tipe-n mempunyai struktur kristal wurtzite heksagonal dengan parameter kisi $a = 3,249 \text{ \AA}$ dan $c = 5,206$ (Maddu, 2018) dengan lebar celah pita (band gap) 3,37 eV dan memiliki energi eksiton yang besar yaitu 60 meV sehingga membuat material ini memiliki optoelektronik yang baik. Material ZnO ini merupakan material yang menjanjikan dengan kemampuannya sebagai nanopartikel memiliki stabilitas yang bagus, serta dapat dikendalikan morfologi kristalisasinya hingga 70 % (Kavitha et al., 2013). Secara umum menurut Witjaksono, (2011) karakteristik kimia ZnO ditunjukkan pada Tabel 2.2 sebagai berikut:

Tabel 2.2. Karakteristik kimia material ZnO

Karakteristik	Sifat Kimia
Rumus Molekul	ZnO
Massa molar	81,408 g/mol
Bentuk	Padatan putih
Kepadatan	5,606 g/cm ³
Titik lebur	1975°C
Titik didih	2630°C
Kelarutan dalam air	0,16 mg/100 mL (30°C)
Indeks bias	2,0041

Penggunaan logam oksida ZnO dalam penelitian ini memiliki kelebihan selain sifat semikonduktor yang baik dan juga hemat biaya, relatif tidak toksik, mempunyai ketahanan dalam jangka panjang untuk stabilitas termodinamika dan potostabilitas yang baik (Wu *et al.*, 2014). Kelebihan tersebut membuat ZnO ini memiliki potensi dalam berbagai bidang teknologi seperti piranti optoelektronik, sensor gas, LED serta berbagai aplikasi elektronik lainnya (Maddu, 2018).

Saat ini, minat terhadap sifat spesifik nanomaterial logam ZnO 1-D sedang meningkat untuk memenuhi permintaan teknologi. Baru-baru ini banyak penelitian memfokuskan pada hasil penelitian yang menghasilkan produk dengan morfologi skala nano. Namun, kontrol untuk mencapai nanomaterial ZnO merupakan hal yang menantang. Hal tersebut membuat peneliti ingin mencobanya. Beberapa morfologi yang dapat terbentuk yaitu *nanotube*, *nanorods*, *nanowires* (Anastasya, 2019). Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dengan harapan morfologi ZnO dapat membentuk *nanorods*. Morfologi ZnO *nanorods* dipilih dalam penelitian ini karena dapat membentuk dimensi yang sangat kecil, memiliki luas permukaan yang besar, sensitivitas yang tinggi terhadap oksigen yang diserap di permukaan, stabilitas elektrokimia yang tinggi, tidak beracun dan mudah didapatkan di alam. Berdasarkan sifatnya tersebut maka material ZnO ini berpotensi dalam bidang teknologi seperti optik, elektronik dan sensor yang dapat dikembangkan untuk penelitian selanjutnya (Shabannia *et al.*, 2015).

Metode sintesis ZnO *nanorods* dapat dilakukan dengan berbagai metode secara kimia, fisika dengan teknik *chemical bath deposition* (Abdulrahman *et al.*, 2017), RF *sputtering* (Baratto *et al.*, 2018), *spray pyrolysis* (Karaköse & Çolak *et al.*, 2017), sol-gel (Jung *et al.*, 2012) dan metode hidrotermal (Alver *et al.*, 2016). Metode hidrotermal banyak dipilih dan digunakan dalam penelitian, salah satunya dalam penelitian ini. Metode hidrotermal dipilih

karena memiliki banyak keunggulan karena sintesisnya sederhana, suhu yang digunakan rendah (60-100°C) tetapi memiliki kualitas yang baik (Idiawati et al., 2017). Penelitian lain menyebutkan bahwa logam ZnO juga dapat di sintesis dengan metode hidrotermal pada suhu rendah (<200 °C). Sintesis dengan metode hidrotermal memungkinkan kontrol dimensi dan posisi ZnO *nanorods* terbentuk secara vertikal dan menunjukkan respon semikonduktor tipe-p (Chang et al., 2010).

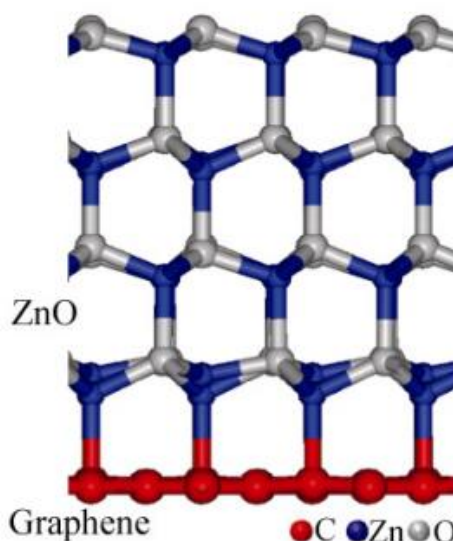
2.6 ZnO nanorods/graphene

Dunia penelitian dalam bidang nanomaterial sedang banyak dikembangkan salah satunya adalah *graphene*. *Graphene* dengan sifat semi metal dan semikonduktor memiliki potensi untuk di manfaatkan dalam berbagai aplikasi. Menurut penelitian Szostak *et al.*, (2018) fungsi kerja *graphene* dan derivatnya memungkinkan terjadinya pendopingan dengan molekul lain bersifat semimetal. Hal tersebut dilakukan untuk meminimalkan resistensi pada lapisan *graphene*, meminimalkan hambatan potensial pada permukaan *graphene*. Fungsi lain yaitu untuk meningkatkan kinerja perangkat dengan melakukan modifikasi dengan mengontrol tingkat pendeposisian molekul bersifat semi logam dan mengontrol oksigen dalam *graphene*.

Molekul lain dalam hal ini adalah ZnO merupakan bahan dengan sifat semilogam yang dapat di deposisikan dalam permukaan *graphene* dengan mudah. Modifikasi antara logam ZnO dengan *graphene* menghasilkan produk baru berupa nanomaterial ZnO *nanorods/graphene*. Sintesis logam nanostruktur ZnO *nanorods/graphene* dapat memberikan manfaat dalam bidang teknologi khususnya pada perangkat elektronik diantaranya untuk superkapasitor, sensor, biosensor, fotokatalitik dan lain sebagainya.

Penelitian terdahulu telah dilakukan oleh Zou *et al.*, (2011) melakukan sintesis dengan bantuan *hot plate magnetic stirrer* pada panas 120°C, dengan metode sederhana dan ZnO nanopartikel berhasil menempel di sekeliling lembaran *graphene*. Penelitian serupa juga dilakukan oleh Akhavan *et al.*, (2010) melakukan sintesis *graphene oxide* dideposisikan dalam ZnO *nanorods* dalam posisi vertikal dengan substrat kaca menggunakan metode hidrotermal berhasil ditanam menghasilkan ukuran pori 200 nm. Reduksi *graphene oxide* dengan hidrazin dapat mengurangi ikatan oksigen. Hal ini juga menunjukkan perilaku semikonduktor tipe-p dalam lembaran yang relatif luas. Seng oksida *nanorods* yang ditanamkan dalam permukaan *graphene oxide* digunakan sebagai fotokatalis. Marlinda *et*

al., (2012) dalam penelitiannya menerangkan bahwa ZnO *nanorods/graphene* yang di sintesis dengan metode hidrotermal berhasil ditanamkan dengan hasil ZnO *nanorods* yang menempel pada permukaan *graphene* seperti pada Gambar 5. Nanokomposit ZnO *nanorods/graphene* yang dihasilkan memiliki densitas yang tinggi, dan berpotensi sebagai sensor gas.



Gambar 2.5. Struktur kimia *graphene*-ZnO (Choi *et al.*, 2011)

Pertumbuhan ZnO *nanorods* dalam permukaan *graphane* menunjukkan susunan yang berpola. Material ZnO *nanorods* tumbuh padat pada *graphene*, dimana atom Zn mengikat dua atom O. Namun, atom O dari bagian bawah *graphene* tidak dapat berikatan dengan atom Zn dan sebaliknya karena menyebabkan situs cacat pada permukaan antara *graphene* dengan ZnO. Interaksi ZnO dengan *graphene* menghasilkan struktur seperti pada Gambar 2.5.

Berdasarkan beberapa data yang diperoleh dari penelitian dahulu bahwa sintesis ZnO *nanorods/graphene* dapat dilakukan dengan berbagai metode, namun dengan pertimbangan beberapa kelemahannya seperti dibutuhkan suhu yang tinggi, waktu yang lama, biaya yang mahal serta bahan yang terbatas maka salah satu metode yang paling tepat adalah menggunakan metode hidrotermal. Metode sintesis hidrotermal yang dilakukan lebih murah dan sederhana. Sintesis ZnO *nanorods/graphene* metode hidrotermal dibuat dalam kondisi basa agar dapat dilakukan dalam satu langkah dengan harapan ZnO *nanorods* tumbuh dan dapat terbungkus rapat dipermukaan *graphene* (Zhou *et al.*, 2012).

Dalam hal ini ZnO *nanorods* diperoleh dari reaksi antara Zn dan O₂ yang ditanamkan pada permukaan *graphene* menggunakan agen pereduksi hidrazin hidrat. Kelemahan yang terjadi pada sintesis komposit ZnO *nanorods/graphene* adalah sulitnya membentuk *nanorods* yang sejajar dengan *graphene* dan diperlukan metode lain untuk mendapatkan posisi *nanorods* dalam posisi vertikal. Bentuk *nanorods* dipilih karena memiliki kualitas yang tinggi, densitas yang tinggi, rasio aspek yang tinggi, ukuran besar dan seragam dengan kelemahan pertumbuhan kristal secara vertikal belum ditemukan hasil yang baik (Zhang *et al.*, 2019).

2.7 Microwave Irradiation

Microwave irradiation menempati spektrum elektromagnetik antara radiasi infra merah dan gelombang radio yang memiliki panjang gelombang antara 0,01 sampai 1 m dengan jarak frekuensi 0,3 hingga 30 GHz. Energi pada *microwave* merupakan fenomena alam yang dapat diinduksi ketika arus listrik mengalir melalui konduktor. Energi ini berinteraksi secara langsung dengan molekul dengan laju yang sangat cepat, waktu reaksi yang singkat (Bassyouni *et al.*, 2012). Dalam kimia, *microwave irradiation* digunakan sebagai *thermal treatment* pada campuran reaksi kimia agar dapat menyerap energi *microwave* dan menghasilkan produk dengan pemanasan internal (pemanasan volumetrik) yang langsung terhubung dengan energi yang ada dalam pelarut, reagen, katalis dalam suatu campuran kimia. Terdapat dua jenis mekanisme umum pada *microwave irradiation* dalam proses pemanasan campuran kimia yaitu polarisasi polar dan konduktansi ionik (Mehta & Van der Eycken *et al.*, 2011).

Dalam reaksi yang menggunakan *microwave irradiation* diperlukan bejana yang dapat menembus reaksi kimia, yang biasanya terbuat dari bahan yang mudah menyerap dan transparan seperti kaca borosilikat (pyrex) (Kappe *et al.*, 2013). *Microwave irradiation* dalam metode ini digunakan sebagai *thermal treatment* untuk menghasilkan *reduce graphene oxide* karena dinilai kelebihannya yaitu waktu reaksi yang cepat, hemat energi, selektivitas energi meningkat, pemanasan volumetrik dan homogen (Pimentel *et al.*, 2014).

2.8 Hidrotermal

Hidrotermal berasal dari kata hidro yang artinya air dan kata termal berarti panas, jadi hidrotermal adalah metode yang menggunakan pelarut air dan energi panas yang mengubah larutan menjadi kristal. Metode hidrotermal pada umumnya digunakan dalam sintesis

material anorganik. Sintesis dengan metode ini melibatkan satu tahap reaksi pada media air dengan temperatur rendah dan tekanan tinggi ($P > 100 \text{ kPa}$) (Rahma, 2018). Prinsip metode hidrotermal yaitu pemanasan yang dilakukan dalam wadah tertutup dengan media air, wadah tertutup mengakibatkan terjadinya kemungkinan tekanan dan suhu meningkat dengan cepat. Sintesis hidrotermal merupakan sintesis yang diartikan sebagai sintesis kristal atau pertumbuhan kristal dengan temperatur dan tekanan tinggi, biasanya dilakukan pada suhu dibawah 300 dengan hasil kristalisasi dan kemurnian yang tinggi (Putri et al., 2018)

Sintesis hidrotermal dilakukan dalam wadah Teflon-autoklaf yang dipanaskan pada suhu tertentu. Model ini dirancang khusus untuk mengetahui pertumbuhan mineral dalam reaksi kimia mengamati kristal yang terbentuk secara komersial. Dalam metode hidrotermal yang menggunakan pelarut dalam fasa air di atas titik didih air, untuk menjaga titik didih berada dibawah titik didih air maka didalamnya harus memiliki tekanan yang lebih besar dari atmosfer yaitu larutan dimasukan dalam autoklaf. Autoklaf yang tersedia bebas adalah autoklaf logam lapisan Teflon liner yang bersifat inert berasal dari bahan *fluoropolymers* yang aman, mudah digunakan dan tahan terhadap larutan yang mengandung asam, basa serta pengoksidasi kuat. Teflon liner berbahan *fluoropolymers* memiliki batasan agar polimer tersebut tidak terjadi kebocoran wadah. Batasan yang harus diperhatikan adalah penggunaan Teflon harus berada di suhu dibawah 300 °C, pada suhu ini diperkirakan cukup untuk melakukan sintesis menumbuhkan kristal pada penentuan struktur (McMillen *et al.*, 2016). Rangkaian alat hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Rangkaian Alat Hidrotermal

Pada penelitian ini komposit ZnO/*graphene* disintesis menggunakan metode modifikasi hidrotermal-microwave (one step), dimana material *graphene* dan material yang mengandung ZnO dihidrotermal secara bersamaan dilanjutkan pemanasan dengan microwave. Metode ini memiliki kelebihan sintesis mudah dilakukan (suhu <300 °C), sintesis dilakukan dalam satu tahap, terbentuk serbuk secara langsung dari larutan, kereaktifan bubuk yang dihasilkan tinggi, ramah lingkungan, relative murah dan cepat prosesnya karena dibantu dengan microwave.

BAB 3

TUJUAN DAN MANFAAT

3.1 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah di atas maka tujuan dari penelitian ini adalah : (1) mengetahui kondisi sintesis nanokomposit ZnO/graphene dengan metode modifikasi hydrothermal-microwave (one step) yang menghasilkan komposit dengan sifat kapasitif yang baik untuk elektroda superkapasitor; dan (2) melakukan fabrikasi ZnO/graphene sebagai elektroda superkapasitor baterai dengan menggunakan coin cell baterai (CR 2032).

3.2 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi manfaat dan keunggulan dari ZnO/graphene serta memberikan data terbaru mengenai pengaruh parameter sintesis seperti variasi waktu dan rasio mol pada sintesis nanokomposit ZnO/graphene dengan metode modifikasi hidrotermal-microwave (one step) sehingga dapat digunakan untuk aplikasi sebagai superkapasitor atau devais lain seperti sensor, *fuel cell* dan lainnya.

BAB 4

METODE PENELITIAN

4.1 Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di (1) Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia, dan (2) Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

4.2 Alat dan Bahan Penelitian

4.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu hot plate, *magnetic stirrer*, *microwave*, oven, ultrasonikasi, sentrifugasi, *autoclave Teflon* hidrotermal, neraca analitik, gelas beker, spatula, pipet volumetrik, pipet tetes, instrumen karakterisasi FTIR, SEM-EDX, spektrofotometer Uv-Vis, SAA, dan alat ukur Cyclic Voltametry.

4.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah *graphite* (Merck, Mr = 12.01 gr/mol), H₂SO₄ 96,1 % (Mallinckrodt, Mr = 98 gr/mol, ρ = 1,8 kg/L), asam orto – pospat 85 % (Emsure, Mr = 97,99 gr/mol, ρ = 1,71 kg/L), H₂O₂ 30 % (Merck KGaA, Mr = 34, ρ = 1,11 kg/L), KMnO₄ (Merck KGaA, Mr = 158 gr/mol), KCl (Merck, Mr = 74,55 gr/mol), K₃[Fe(CN)₆] (Merck, Mr = 329,24 gr/mol), Hidrazin hidrat, serbuk Zn(NO₃)₂, aquademin, kertas indikator pH, aquades.

4.3 Prosedur Kerja Sintesis

Sintesis elektrode ZnO/graphene dilakukan melalui tahapan sebagai berikut: 1) sintesis graphene oxide (GO); (2) sintesis material control reduce graphene oxide (rGO); (3) sintesis material control ZnO (tanpa GO); dan (4) sintesis elektrode ZnO/graphene.

4.3.1 Sintesis *Graphene Oxide* (GO)

Grafrit sintesis ditimbang sebanyak 2 gram dan serbuk KMnO₄ 5 gram . Menyiapkan larutan H₂SO₄ 90 mL dan 10 mL H₃PO₄, H₂O₂ 3 mL, HCl 5 % 10 mL. Menyiapkan *hot plate* lengkap dengan *magnetic stirrer*.

- **Pembuatan larutan *Graphene Oxide* (GO)**

Larutan H_2SO_4 90 mL dicampurkan dengan 10 mL H_3PO_4 kedalam beker gelas kemudian diaduk selama 5 menit menggunakan *magnetic stirer*. Perlahan kedalam campuran H_2SO_4 dan H_3PO_4 dimasukan 2 gram serbuk grafit dan 5 gram serbuk KMnO_4 , semua bahan diaduk dengan *magnetic stirer* selama 2 jam. Setelah reaksi berlangsung 2 jam, selanjutnya ditambahkan larutan H_2O_2 3 mL kemudian diaduk selama 15 menit. Waktu sintesis berhenti segera ditambahkan larutan HCl 5% sebanyak 10 mL dan aquademin sebanyak 100 mL. Larutan dipindahkan kedalam botol sentrifugasi.

- **Pencucian larutan *Graphene Oxide* (GO)**

Hasil sintesis *graphene oxide* disentrifugasi selama 15 menit dengan kecepatan 4000 rpm. Pencucian ini terus dilakukan hingga larutan *graphene oxide* mendekati pH 7,0 (Zaaba et al., 2017).

- **Pengeringan *Graphene Oxide* (GO)**

Hasil pencucian menggunakan sentrifugasi diperoleh endapan *graphene oxide* yang berwarna hitam. Endapan *graphene oxide* dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam (Zangmeister, 2010). Diperoleh serbuk *graphene oxide* berwarna hitam.

4.3.2 Sintesis Material Kontrol *Reduce Graphene Oxide* (Tanpa ZnO)

Sebanyak 0,1 gram GO di larutkan dalam 50 mL aquademin, dilanjutkan ultrasonikasi selama 30 menit. Suspensi GO dalam beker gelas dimasukkan dalam mangkuk *microwave*. Pemanasan dengan *microwave* dilakukan pada daya 900 watt selama 15 menit (El-Khodary et al., 2014). Suspensi *graphene* disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 15 menit, kemudian dioven pada suhu 110°C selama 3 jam.

4.3.3 Sintesis Material Kontrol ZnO (Tanpa *Graphene Oxide*)

Ditimbang 0,33 g $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquademin. Sebanyak 50 mL hidrazin hidrat ditambahkan kemudian diultrasonikasi selama 30 menit. Kemudian larutan dipindahkan ke autoklaf teflon dan dihidrothermal pada suhu 160°C selama 6 jam (Li et al., 2013). Suspensi ZnO di sentrifugasi pada 3000 rpm selama 15 menit, kemudian dioven pada suhu 110°C selama 2 jam.

4.3.4 Sintesis ZnO/*Graphene*

Sintesis ZnO/graphene dilakukan dengan rasio $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$: *graphene oxide*. Variasi rasio mol menggunakan rasio 1:1 (0,2 g : 0,2 g), 2:1 (0,4 g : 0,2 g) dan 8:1 (1,6 g : 0,2 g) yang disintesis dengan metode hidrotermal selama 2 jam. Variasi waktu hidrotermal menggunakan rasio 2:1 (0,2 g : 0,4 g) dengan variasi waktu sintesis hidrotermal 2, 4 dan 6 jam.

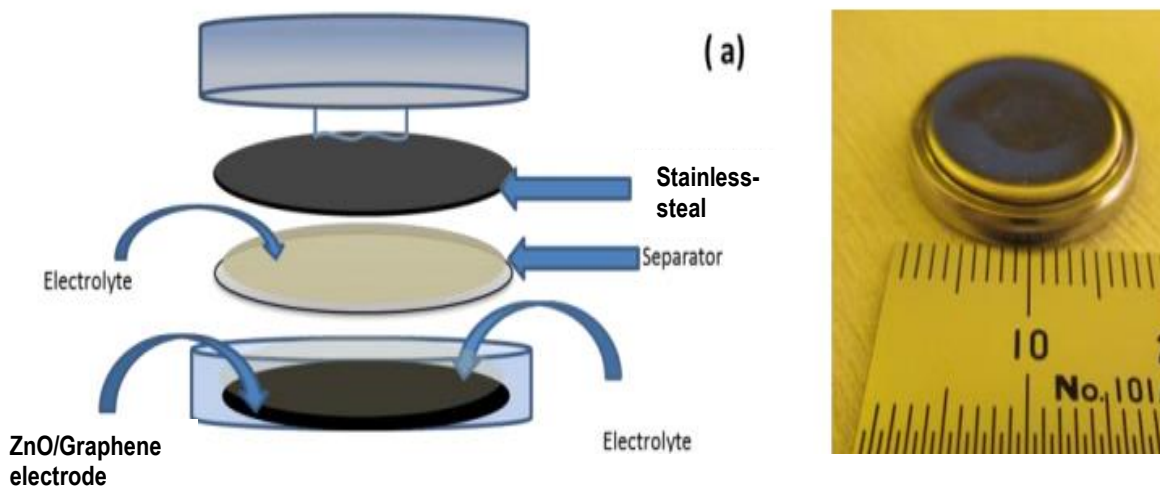
Padatan *graphene oxide* yang telah ditimbang kemudian didispersikan ke dalam 50 mL aquademin dan diultrasonikasi selama 1 jam. Ditambahkan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dan 10 mL hidrazin hidrat, dilanjutkan ultrasonikasi selama 30 menit. Larutan dipindahkan ke dalam Teflon autoklaf dan dihidrotermal pada suhu 160°C dengan variasi waktu hidrotermal 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Setelah selesai dimasukkan dalam oven microwave irradiation pada daya 900 watt selama 15 menit. Suspensi ZnO/graphene disentrifugasi 4000 rpm selama 15 menit, kemudian di oven pada suhu 110°C selama 3 jam.

4.3.6 Preparasi elektroda SPCE ZnO/Graphene

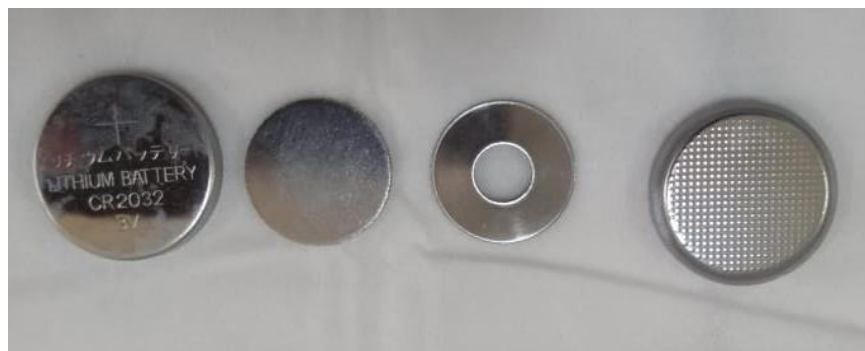
Preparasi elektroda *Screen Printed Carbon Electrode* (SPCE)-ZnO/graphene yaitu sebanyak 1 mg ZnO/graphene di larutkan kedalam aquades 1 mL (1:1). Suspensi tersebut selanjutnya dilakukan ultrasonikasi selama 20 menit. Suspensi hasil sonikasi selanjutnya diteteskan di atas elektroda kerja pada SPCE dan dikeringkan selama 2 jam. Elektroda SPCE-ZnO/graphene yang sudah kering selanjutnya dilakukan pemindaian dengan menggunakan larutan $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 5 mmol/L dalam 0,1 mo/L KCl 10 mL.

4.3.7 Fabrikasi Baterai Superkapasitor

Baterai superkapasitor dibuat dengan mengemas material ZnO/graphene ke dalam bentuk coin cells. Desain susunan baterai superkapasitor dan semua komponen baterai dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan coin cell cover (CR2032) ditunjukkan pada Gambar 4.2. Gambar 4.1 mempresentasikan prototipe sistem fabrikasi kapasitor buatan sendiri. Perbedaan utama dalam desain baterai dibandingkan dengan pengaturan dua elektroda konvensional, seperti sistem dua-elektroda. Selain itu, pengumpul arus stainless steel dirancang sangat efektif untuk mengukur arus dan tegangan. Perangkat ini secara praktis tidak memerlukan pengukuran respons elektrokimia kedua elektroda secara independen dalam perangkat tiga elektroda untuk mempelajari reaksi yang terjadi karena di sini tujuan utamanya adalah untuk melihat secara langsung sinergi bahan secara bersamaan.



Gambar 4.1. Desain superkapasitor baterai dengan elektroda ZnO/Graphene



Gambar 4.2 . Coin cell cover (CR 2032)

4.4 Karakterisasi

4.4 1 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dan perubahan ikatan pada *graphene oxide* dan mengetahui hilangnya gugus fungsi seperti karboksilat, epoksi dan keton pada sampel *reduced graphene oxide* dimana pada *reduced graphene oxide* hanya memiliki ikatan karbon pada bilangan gelombang $1500\text{--}1680\text{ cm}^{-1}$. Pengukuran dilakukan pada sampel *graphene oxide*, *reduced graphene oxide*, ZnO dan ZnO/*graphene*. Sampel uji dipreparasi dengan pellet KBr pada panjang gelombang $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ (Emiru *et al.*, 2017).

4.4.2 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi gambaran yang terbentuk pada permukaan sampel serta mengetahui unsur kimia yang terkandung dalam sampel. Pengukuran SEM-EDX menggunakan sampel dari *graphene oxide*, ZnO dan ZnO/*graphene*. Sampel diukur dengan perbesaran 5000x - 20.000x.

4.4.3 Karakterisasi AAS

Pengujian AAS dilakukan untuk mengetahui kadar Zn dalam ZnO/*graphene* pada masing-masing variasi. Pengujian ini dilakukan untuk konfirmasi lebih lanjut keberadaan logam Zn dalam sampel. Pengujian diawali dengan pengukuran larutan standar untuk menentukan konsentrasi. Absorbansi yang diperoleh dari pengukuran larutan standar digunakan untuk menentukan persamaan regresi linier $y = ax + b$. Persamaan tersebut digunakan untuk menentukan kadar logam Zn dalam sampel ZnO/*graphene*.

4.4.3 Siklik Voltametri (CV)

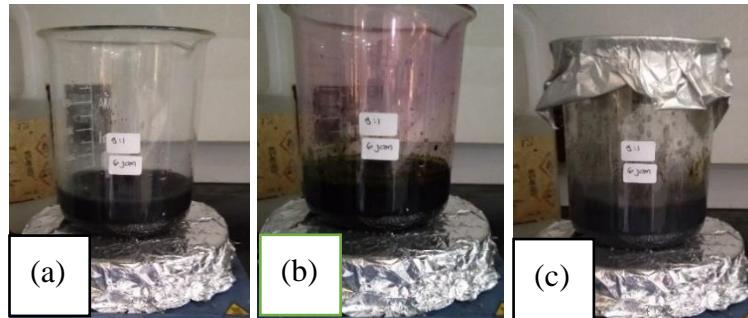
Analisis CV digunakan untuk mengetahui sifat elektrokimia GO sebagai material superkapsitor. Analisis dilakukan dengan memodifikasi elektroda *Screen Printed Carbon Electrode* (SPCE) dengan GO yang telah dilarutkan dalam aquades. Elektroda SPCE-GO selanjutnya diukur pada variasi *scan rate* 100 hingga 500 mV/s dengan menggunakan larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ dalam KCl.

BAB 5

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Sintesis Graphene

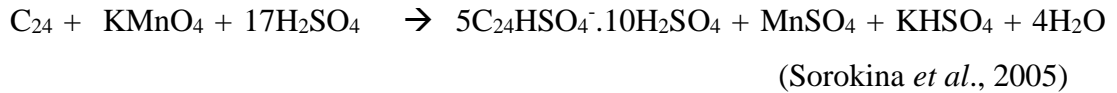
Sintesis ini dibuat dengan menggunakan metode Hummers' termodifikasi, yaitu dengan mereaksikan *graphite* dengan pelarut H_2SO_4 dan H_3PO_4 yang selanjutnya ditambah agen pengoksidasi berupa KMnO_4 . Tahapan sintesis dapat dilihat pada Gambar 5.1.



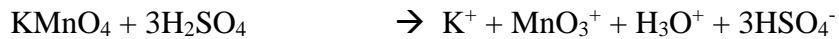
Gambar 5.1. Sintesis GO: (a) Reaksi *graphite* dengan H_2SO_4 dan H_3PO_4 , (b) Reaksi saat KMnO_4 ditambahkan, dan (c) GO saat reaksi berlangsung.

Proses sintesis GO diawali dengan mencampurkan dua pelarut H_2SO_4 dan H_3PO_4 agar homogen, kemudian *graphite* dimasukkan ke dalam campuran larutan yang menyebabkan warna larutan menjadi hitam seperti pada Gambar 5.1.(b). Pada proses ini penggunaan H_2SO_4 bertindak sebagai pemberi suasana asam dalam mengoksidasi *graphite* menjadi GO. Penambahan H_3PO_4 berfungsi untuk mencegah oksidasi lebih lanjut gugus epoksida menjadi karboksilat dan menghasilkan rendemen yang lebih banyak (Habte, Ayele, & Hu 2019). Proses selanjutnya yaitu penambahan KMnO_4 pada larutan yang menyebabkan warna larutan berubah menjadi hijau kehitaman (Gambar 5.1.(b)). Setelah beberapa menit reaksi teramati warna larutan berubah menjadi kecoklatan (Gambar 5.2 (c)) karena terbentuknya MnO_2 . Perubahan warna tersebut juga menandakan terjadinya oksidasi *graphite* dengan KMnO_4 (Emiru & Ayele, 2017).

Proses oksidasi *graphite* menurut (Tufano et al., 2020) dibagi menjadi tiga tahapan. Tahap pertama yaitu pembentukan asam sulfat-GIC yang dihasilkan dari reaksi *graphite*, H_2SO_4 , dan KMnO_4 . Pada tahap ini terjadi interkalasi (penyisipan) ion HSO_4^- yang menempati celah antara lapisan *graphite*. Sedangkan H_3PO_4 ikut serta dalam menyumbang perluasan interkalasi lembaran *graphite*. Tahapan ini menghasilkan berikut merupakan reaksinya.



Pada tahap kedua adalah perubahan GIC menjadi *Pristine* GO (PGO). Pada tahapan ini agen pengoksidasi masuk diantara zat penginterkalan dan mengoksidasi lembaran *graphite*. Agen pengoksidasi yang berperan dalam tahap kedua adalah kation MnO_3^+ dan Mn_2O_7 (Eigler, 2014).



(Habte *et al.*, 2019)

Penambahan H_2O_2 pada tahap ini berfungsi untuk mereduksi residu permanganate (MnO_4^-) dan mangan dioksida (MnO_2) menjadi larutan tak berwarna mangan sulfat (Yoo & Park, 2019). Berikut merupakan reaksi yang terjadi saat penambahan H_2O_2



(Yoo & Park, 2019)

Penambahan HCl bertujuan untuk menghilangkan sisa ion SO_4^{2-} pada GO (Emiru & Ayele, 2017). Selain itu pencucian dengan HCl berfungsi untuk menghidrolisis organosulfat (C-O-S) siklik yang terbentuk pada proses penambahan H_2O_2 (Eigler & Hirsch, 2014). Penambahan H_2O pada proses ini sekaligus berfungsi dalam pengelupasan lembar *graphite*. Proses sentrifugasi dilakukan secara berulang untuk menghilangkan zat pengotor dan ion yang terisisa pada proses oksidasi. Hasil sentrifugasi berupa padatan hitam yang selanjutnya di keringkan untuk mengurangi kadar air dalam GO.

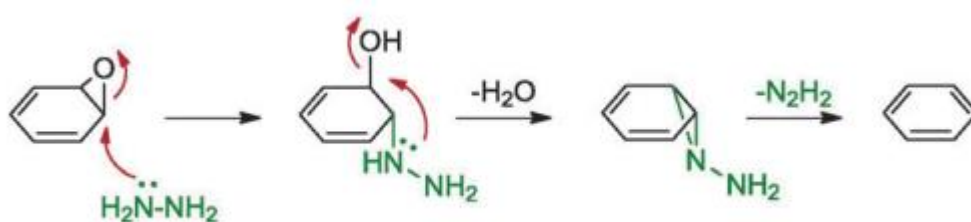
Hasil dari oksidasi *graphite* menjadi GO yaitu berupa *graphite oxide* yang memiliki gugus hidroksil, karbonil, karboksil, dan epoksi (Bhuyan *et al.*, 2016). Keberadaan gugus – gugus tersebut menyebabkan GO bersifat hidrofilik yang mudah larut dalam pelarut air atau pelarut organik polar (Dreyer *et al.*, 2010). Material yang dihasilkan berupa multilayer sehingga diperlukan ultrasonikasi untuk menghasilkan lembaran GO.

5.2 Sintesis ZnO/graphene

Sintesis ZnO/*graphene* dilakukan dalam penelitian ini dengan variasi mol (b/b) dan variasi waktu hidrotermal. Pembentukan ZnO/*graphene* diawali dengan GO yang diultrasonikasi.

Tujuan dilakukan ultrasonikasi adalah proses pengelupasan GO dengan memutuskan ikatan Van der Waals pada interlayer sehingga terbentuk lembaran GO yang lebih tipis (Junaidi & Susanti, 2014). *Graphene oxide* yang telah di ultrasonikasi masih banyak mengandung gugus oksigen. Selanjutnya, untuk mengatasi hal tersebut dilakukan reduksi *graphene oxide* secara kimia yaitu menggunakan hidrazin hidrat. Reduksi dengan hidrazin hidrat membantu proses *graphene oxide* menjadi *graphene* (Bhuyan et al., 2016). Menurut penelitian Wang et al., (2013) hidrazin hidrat dipilih dalam beberapa penelitian karena paling umum dipakai dan mampu untuk mereduksi GO secara maksimal sehingga memiliki luas permukaan yang tinggi. Kelemahan hidrazin hidrat dalam reduksi GO yaitu terjadinya aglomerasi *irreversibel* serta terjadi kemungkinan *re-stack* membentuk grafit. Kelemahan tersebut diatasi dengan menggunakan tambahan logam oksida ZnO untuk meningkatkan performa *graphene* yang akan menghasilkan produk baru berupa ZnO/*graphene* yang diharapkan memiliki sifat lebih baik.

Menurut penelitian Boychuk et al., (2019) reduksi GO dengan hidrazin hidrat difungsikan untuk melepas gugus fungsi epoksi. Hidrazin akan bereaksi dengan gugus hidroksil atau epoksi ketika kebolehhadian hidrazin mereduksi gugus karbonil yang rendah. Pada struktur *graphene oxide* terdiri dari terdiri dari gugus hidroksil pada GO terletak pada bidang dasar, gugus karboksilat dan gugus hidroksil terletak di tepi dan gugus epoksi di dasar dan di tepi cincin karbon yang rusak. Skema reduksi *graphene oxide* menjadi *graphene* ditunjukkan pada Gambar 10.

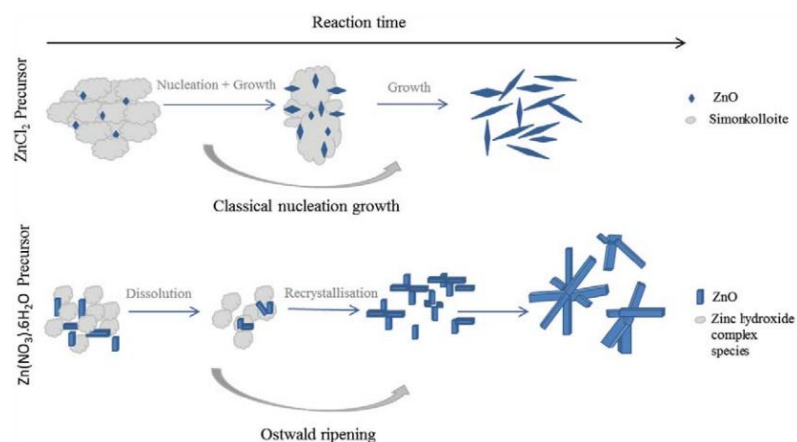


Gambar 5.2 . Mekanisme reduksi hidrazin hidrat pada gugus fungsi epoksi
(Chua & Pumera, 2014)

Pada penelitian ini reduksi GO dengan hidrazin yang diikuti deposisi $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dilakukan dalam satu tahap (one step) dengan tujuan terbentuknya ZnO/*graphene*. Dipilihnya prekursor Zn-nitrat harapannya dapat membentuk membentuk ZnO *nanorods*. Prekursor ZnO yang digunakan merupakan bahan yang sangat penting dalam sintesis karena mempengaruhi

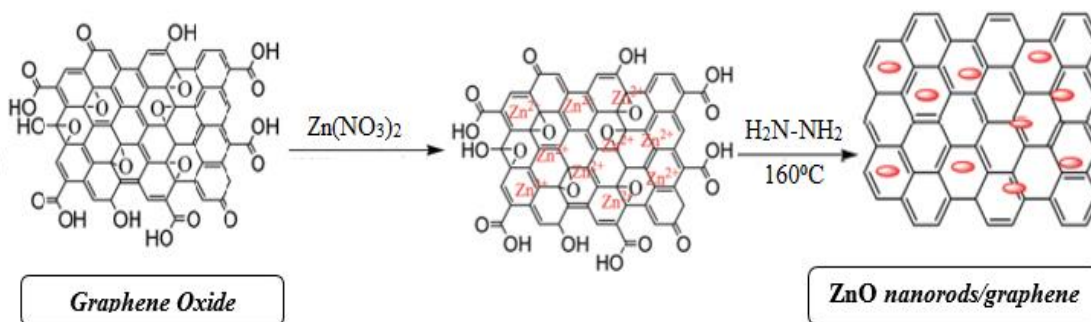
hasil kristal ZnO yang terbentuk dan berpengaruh terhadap ukuran dan morfologi. Menurut Rai *et al.*, (2013) bahwa bentuk dan ukuran struktur ZnO *nanorods* bergantung pada prekursor yang digunakan, pada penelitiannya membandingkan hasil ZnO *nanorods* yang dibuat dari prekursor Zn-nitrat dan Zn-asetat. Kristal ZnO *nanorods* yang di sintesis dengan Zn-nitrat menunjukkan hasil yang terbaik dibandingkan dengan prekursor Zn-asetat.

Menurut Ozel *et al.*, (2016) membandingkan hasil pertumbuhan ZnO yang dibuat dengan Zn-klorida dan Zn-nitrat. Prekursor ZnCl_2 menunjukkan pertumbuhan kristal dengan nukleasi klasikal, menunjukkan kristal yang sedikit pada fase ZnO dengan mengendap pada fase simonkolloite yang tidak stabil pada tahap awal sintesis dan inti ZnO terbentuk dari fase simonkolloite. Semakin bertambahnya waktu reaksi kristal ZnO tumbuh seperti batang ellipsoidal yang besar dan terbentuk ZnO dengan ukuran yang besar. Sedangkan untuk pertumbuhan ZnO dengan prekursor $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ menghasilkan batang kecil dan kompleks $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang tumbuh berdampingan. Semakin bertambahnya waktu reaksi maka fase kompleks $\text{Zn}(\text{OH})_2$ terlarut dan kemudian direkristalisasi sebagai batang atau *rods* bercabang seperti kristal ZnO. Partikel ZnO ini tumbuh melalui mekanisme Ostwald ripening yaitu proses spontan yang terjadi karena kristal yang lebih besar lebih menyukai warna merah daripada kristal yang lebih kecil. Kristal kecil terjadi akibat nukleasi pertama dalam medium jenuh sehingga diikuti pertumbuhan partikel yang lebih besar. Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ dalam air dapat menghasilkan $\text{Zn}(\text{OH})_2$. Selama proses hidrotermal sebagian $\text{Zn}(\text{OH})_2$ larut menjadi Zn^{2+} dan OH^- . Jika konsentrasi Zn^{2+} dan OH^- mencapai derajat kejenuhan ZnO, inti ZnO akan terbentuk secara spontan dalam larutan kompleks. Ilustrasi pertumbuhan kristal ZnO ditunjukkan pada Gambar 5.3.



Gambar 5.3 . Pertumbuhan kristal ZnO dengan prekursor ZnCl_2 dan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ yang berbeda Ozel *et al.*, (2016)

Mekanisme pembentukan ZnO/graphene diawali dengan nukleasi ZnO pada saat hidrotermal dimulai. Perkursor Zn^{2+} dan OH^- ketika telah mencapai titik kritis kejenuhan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ mengakibatkan *nanorods* tumbuh di atas permukaan *graphene* sehingga terbentuk nanopartikel ZnO. Nanopartikel ZnO memiliki kemungkinan untuk membentuk morfologi dan ukuran yang berbeda-beda. Hal ini disebabkan oleh sifat dan konsentrasi ion yang tergabung dalam suspensi *graphene* dan ZnO yang akan membentuk nanopartikel atau *nanorods* dan atau $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang tidak larut (Khenfouch et al., 2012). Mekanisme pembentukan ZnO *nanorods/graphene* di tunjukkan dengan skema pada Gambar 5.4.



Gambar 5.4 . Mekanisme terbentuknya ZnO *nanorods/graphene* (Li et al., 2016)

Sintesis ZnO/graphene dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal dipilih dalam penelitian ini karena dalam sintesisnya memungkinkan menggunakan temperatur rendah (dibawah 150°C). Sintesis dengan metode hidrotermal dapat dilakukan pengontrolan ukuran kristal, morfologi dan tingkat aglomerasi dengan pemilihan bahan baku, pH waktu dan suhu.

5.3 Pengaruh variasi Waktu Hidrotermal pada ZnO/graphene

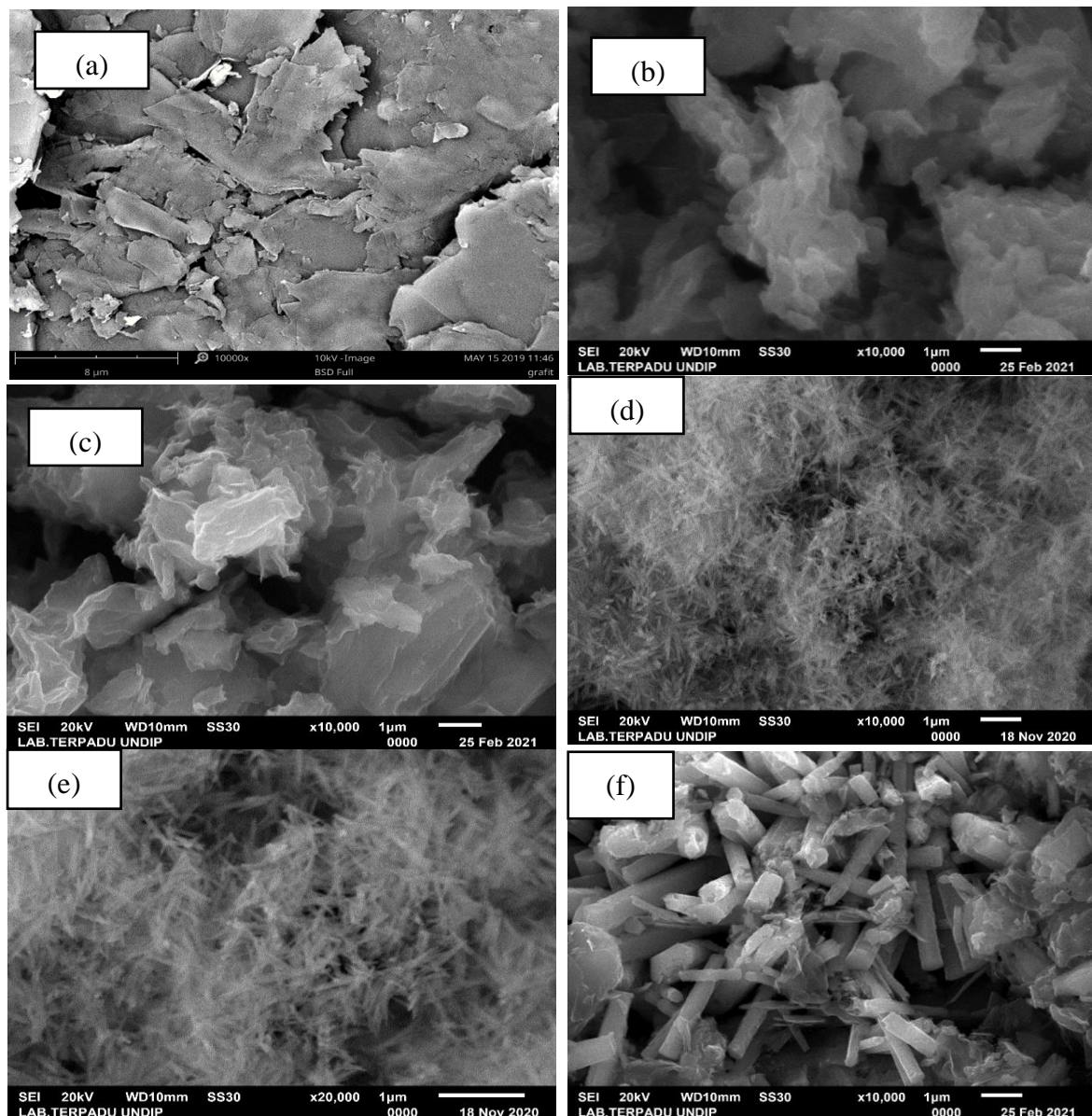
Pengaruh variasi waktu hidrotermal dilakukan untuk mengetahui waktu optimal yang dibutuhkan untuk mensintesis ZnO/graphene. Variasi waktu hidrotermal dilakukan dengan rasio Zn-nitrat:graphene sebanyak 2:1 dengan waktu berturut-turut 2 jam, 4 jam dan 6 jam.

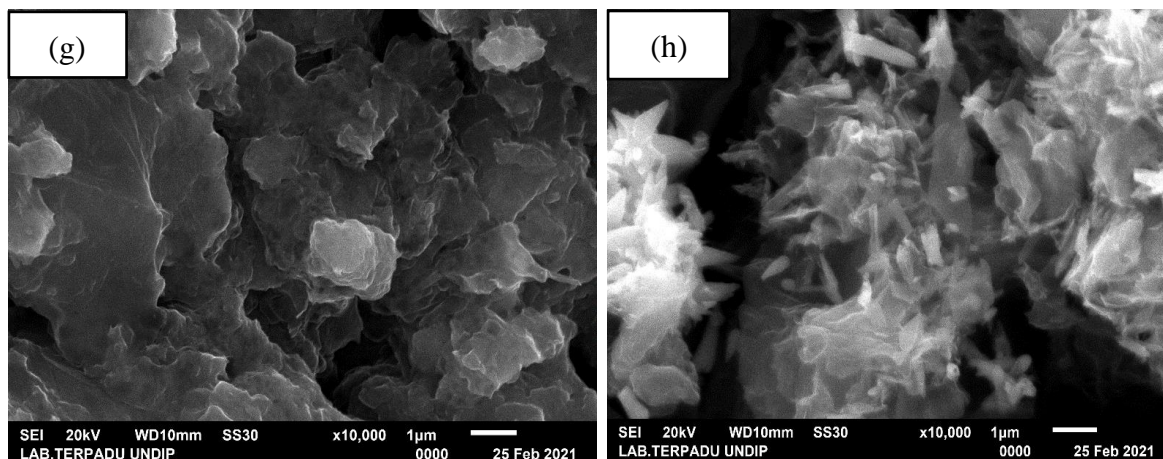
Karakterisasi SEM-EDX

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan dalam penelitian ini untuk mengetahui bentuk morfologi dari permukaan suatu sampel dan komposisi unsur kimia yang terdapat di dalam sampel. Pada penelitian ini pengujian SEM-EDX dilakukan pada sampel grafit yang kemudian dioksidasi menggunakan metode modifikasi hummers menghasilkan *graphene oxide*. *Graphene oxide*

dijadikan sebagai sumber *graphene* dalam komposit ZnO/*graphene*.

Sintesis ZnO/*graphene* dilakukan dalam satu tahap (one step), dengan *graphene oxide* yang di reduksi dengan bantuan hidrazin hidrat sekaligus dilakukan deposisi ZnO dalam bentuk Zn-nitrat. *Graphene* (tanpa ZnO) dan ZnO (tanpa GO) digunakan sebagai pembanding dalam berhasilnya sintesis ZnO/*graphene*. Hasil morfologi pada variasi waktu hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 5.5.





Gambar 5.5. Karakterisasi SEM perbesaran 20.000X pada: (a) Grafit; (b) GO; (c) Graphene; (d) ZnO perbesaran 10000X; (e) ZnO perbesaran 20000X; (f) ZnO/graphene 2:1 (2 jam) (g) ZnO/graphene 2:1 (4 jam); (h) ZnO/graphene 2:1 (6 jam)

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM-EDX yang ditunjukkan pada Gambar 5.5 terdapat morfologi grafit sebagai material utama ditunjukkan pada (Gambar 5.5.(a)) tampak seperti bongkahan tebal, lebar tak beraturan dengan warna abu-kehitaman. Menurut penelitian Taufantri et al., (2016) menunjukkan grafit merupakan serpihan kasar dengan ukuran yang bervariasi. Oksidasi grafit menjadi *graphene oxide* dengan metode Tour berhasil dilakukan. Morfologi grafit dan *graphene oxide* tampak memiliki perbedaan yang signifikan. Hasil menunjukkan bahwa *graphene oxide* tampak lembaran halus bertumpuk dan berlipat serta tidak lagi terlihat bongkahan tebal. Hal tersebut akibat dari proses oksidasi pelupusan grafit. Menurut Thakur & Karak et al., (2015) *graphene oxide* memiliki struktur berlapis yang mirip dengan grafit, perbedaannya pada bidang permukaan *graphene oxide* di kelilingi oleh atom karbon yang masih banyak mengandung oksigen. Adanya oksigen membuat jarak antar lapisan *graphene oxide* yang tebal dan bersifat hidrofilik. Komponen O dan C dalam *graphene oxide* dapat dilihat pada hasil pengujian EDX yang ditunjukkan pada Tabel 5.1.

Pada penelitian ini *graphene oxide* digunakan sebagai sumber *graphene* dalam nanokomposit ZnO/*graphene*. Jelas terlihat perbedaan morfologi antara *graphene oxide* dengan ZnO/*graphene* variasi waktu hidrotermal pada (Gambar 5.5.(e), (f), (g)). Perbedaan morfologi dapat diamati dari terbentuknya ZnO dalam permukaan *graphene*. Pengamatan tersebut didukung dengan pengujian EDX untuk melihat persentase komponen unsur-unsur kimia pada ZnO/*graphene*. Hasil pengujian EDX ditunjukkan pada Tabel 5.1.

Tabel 5.1. EDX ZnO/graphene variasi waktu hidrotermal

	%C	%O	%S	%Cl	%Zn	Total
GO	66,41	33,17	0,23	0,18	-	100
Graphene	66,63	32,19	0,97	0,21	-	100
ZnO/graphene 2 Jam	40,75	35,73	-	-	23,52	100
ZnO/graphene 4 Jam	45,58	38,06	-	-	16,36	100
ZnO/graphene 6 Jam	71,51	17,44	-	-	11,05	100

Hasil morfologi yang ditunjukkan pada (Gambar 5.5.(e)) merupakan hasil sintesis ZnO/graphene dengan variasi waktu 2 jam. Morfologi tampak jelas bahwa ZnO berhasil terdepositasi dalam permukaan *graphene*. Morfologi ZnO yang terbentuk menunjukkan pola “*nanorods like*”. Hasil tersebut sesuai dengan ZnO tanpa GO yang ditunjukkan pada (Gambar 5.5.(d)) bahwa ZnO berhasil membentuk nanopartikel dalam bentuk nanorods yang tidak beraturan. Hasil tersebut sesuai dengan Zhang *et al.*, (2018) yang menyatakan bahwa morfologi ZnO nanorods tumpang tindih satu sama lain di permukaan *graphene*. Terkonfirmasi pula bahwa struktur komposit yang dihasilkan memiliki efek mitigasi dan konsentrasi ZnO yang digunakan. Keberadaan ZnO dalam *graphene* dapat dilihat pada data EDX Tabel 5.1 yang menunjukkan bahwa ZnO/graphene variasi waktu 2 jam memiliki presentase massa atom Zn yang lebih besar dibandingkan variasi waktu lainnya. Pada ZnO/graphene variasi waktu hidrotermal berturut-turut 2 jam, 4 jam dan 6 jam dengan rasio mol yang sama yaitu 2:1 memiliki kandungan atom Zn yang semakin sedikit.

Hasil berbeda ditunjukkan pada ZnO/graphene variasi waktu 4 jam yang ditunjukkan pada (Gambar 5.5.(f)). Morfologi yang terlihat berupa lembaran *graphene* yang tipis bertumpuk berwarna gelap. Namun, pada permukaan *graphene* tidak terlihat adanya ZnO nanorods. Menurut Kumar *et al.*, (2020) menyebutkan permukaan *graphene* yang berwarna gelap, berkerut disebabkan oleh tumpukan lembaran *graphene* yang tebal dari gugus fungsi oksigen dan cacat pada proses *exfoliation*. Kemungkinan yang terjadi adalah akibat adanya cacat menyebabkan *graphene* mengalami aglomerasi sehingga ZnO nanorods tidak dapat terlihat.

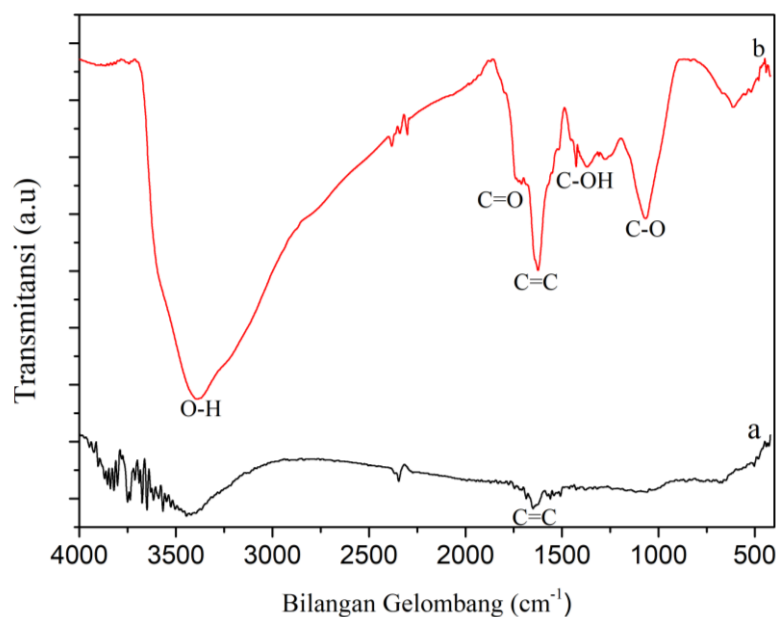
Morfologi ZnO/graphene variasi waktu 4 jam jika dibandingkan dengan morfologi ZnO/graphene variasi waktu 2 jam dan 6 jam, menunjukkan hasil yang berbeda. Meskipun

pada hasil SEM morfologi ZnO variasi waktu 4 jam tidak dapat di amati namun komponen EDX pada Tabel 5.1 menunjukkan jumlah unsur Zn yang terkandung di dalamnya sebesar 16,36%. Hal tersebut menandakan bahwa sintesis berhasil dilakukan meskipun ZnO tidak dapat diamati dari hasil morfologinya. Hal serupa juga terjadi pada ZnO/*graphene* variasi waktu 6 jam yang menunjukkan morfologi kurang baik, karena distribusi tumbuhnya ZnO tidak merata. Hasil morfologi tersebut di dukung oleh data EDX pada Tabel 5.1 sehingga dapat diketahui kehadiran jumlah unsur Zn. Pada ZnO/*graphene* memiliki unsur Zn yang paling rendah hal tersebut berbanding lurus dengan kehadiran atom O yang juga memiliki presentase terendah yaitu 17,44%. Namun, berbanding terbalik dengan kehadiran unsur C yang memiliki presentase tertinggi yaitu 71,51%. Atom C merupakan domain *graphene* dengan ikatan khas C=C yang dapat dilihat pada hasil IR. Sedangkan atom O menunjukkan adanya oksigen.

Waktu hidrotermal yang semakin lama membuat persentase atom C sebagai domain *graphene* semakin meningkat. Sedangkan keberadaan atom Zn semakin menurun seiring dengan bertambahnya waktu sintesis. Menurut (Alfarisa, 2018) kurangnya keseragaman distribusi ZnO pada *graphene* menunjukkan kurangnya kemurnian ZnO yang dihasilkan sehingga perlu optimasi parameter lebih lanjut. Hal lain yaitu terjadi pada proses hidrotermal masih terdapat senyawa Zn(OH)₂.

Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Panjang gelombang yang digunakan adalah 4000 cm⁻¹ – 400 cm⁻¹. Pada penelitian ini dilakukan pengujian IR pada grafit dan *graphene oxide* hasil sintesis untuk melihat perbedaan gugus fungsi material awal sebelum ditambahkan molekul ZnO. Menurut penelitian Osason et al., (2017) *graphene oxide* yang telah di sintesis dengan metode Tour memiliki spektra IR dengan menghadirkan gugus fungsi hidroksil O-H, C-O alkoksi C-O-C gugus epoksi, C-OH dan C=O gugus karbonil dari cincin aromatic serta C=C aromatik. Hasil karakterisasi spektra IR pada grafit dan GO ditunjukkan pada Gambar 5.6 .



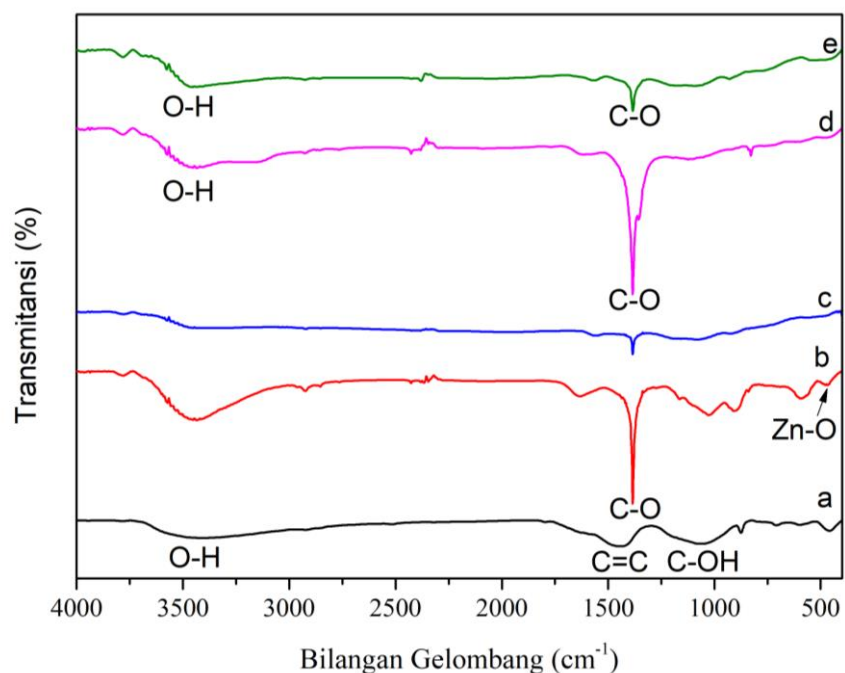
Gambar 5.6. Spektra FTIR: (a) Grafit ; dan (b) *Graphene Oxide*

Hasil spektra IR grafit menunjukkan adanya gugus O-H dengan bilangan gelombang $\sim 3.428 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus aromatic C=C pada bilangan $\sim 1.647 \text{ cm}^{-1}$. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian (Rochman *et al.*, 2019) bahwa spektra IR menunjukkan adanya gugus OH dan C=C sebagai domain grafit. Perubahan bilangan gelombang antara grafit dan GO dapat diamati dengan membandingkan keberadaan gugus fungsi yang ditunjukkan pada (Gambar 5.6b). Spektra IR *graphene oxide* menunjukkan adanya OH dengan bilangan gelombang $\sim 3339 \text{ cm}^{-1}$, adanya gugus hidroksil ini menandakan bahwa grafit telah teroksidasi (Saleem *et al.*, 2018). Terdeteksi pula puncak bilangan gelombang $\sim 1.720 \text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya gugus fungsi C=O dari gugus karbonil (Taha *et al.*, 2020). Terdapat bilangan gelombang $\sim 1.618 \text{ cm}^{-1}$ merupakan getaran dari ikatan C=C aromatik grafit yang tidak teroksidasi. Puncak bilangan gelombang $\sim 1.366 \text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus C-OH. Karakteristik lain muncul pada gugus fungsi alkoksi C-O dengan bilangan gelombang $\sim 1.061 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus fungsi epoksi (C-O-C) (Aliyev *et al.*, 2019).

Pada penelitian ini *graphene oxide* direduksi menjadi *graphene* bersamaan dengan penambahan molekul ZnO sehingga menghasilkan nanokomposit ZnO/*graphene*. Karakterisasi FTIR diperlukan pada nanokomposit tersebut untuk mengetahui perubahan bilangan gelombang dari GO menjadi *graphene* dan menunjukkan adanya ikatan Zn-O. Pengujian FTIR dilakukan pada ZnO/*graphene* variasi waktu hidrotermal dengan pembanding

graphene (tanpa ZnO) dan ZnO (tanpa GO). Hasil karakterisasi FTIR ZnO/*graphene* variasi waktu hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 5.7.

Spektra FTIR pada Gambar 5.7(a) merupakan spektra dari *graphene* yang disintesis menggunakan metode *microwave*. Karakteristik *graphene* terdapat dua puncak bilangan gelombang 1440 cm^{-1} yaitu gugus fungsi C=C aromatic ($\sim 1.500\text{-}1.450\text{ cm}^{-1}$), bilangan gelombang 1066 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari C-OH (Ossoonon & Daniel, 2017). Puncak tersebut melemah akibat proses reduksi (Das *et al.*, 2014). Hadirnya puncak bilangan gelombang yang melebar pada $\sim 3.300\text{-}3.500\text{ cm}^{-1}$ merupakan *stretching* gugus fungsi hidroksil O-H yang terletak pada *basal plane graphene* (Taghizadeh *et al.*, 2020).



Gambar 5.7. Spektra FTIR: (a) Graphene, (b) ZnO, (c) ZnO/*graphene* 2:1 2 jam (d) ZnO/*graphene* 2:1 4 jam (e) ZnO/*graphene* 2:1 6 jam.

Spektra IR pada ZnO/*graphene* yang ditunjukkan (Gambar 5.7 c, d, dan e) dan b sebagai pembanding berturut-turut memiliki panjang gelombang $1.384,77\text{ cm}^{-1}$, $1.384,80\text{ cm}^{-1}$ dan $1.384,14\text{ cm}^{-1}$ dengan puncak bilangan gelombang ZnO pembanding yaitu 1384 cm^{-1} . Puncak tersebut merupakan getaran simetris dari C-O. Gugus fungsi tersebut menunjukkan ion nitrat teradsorpsi pada permukaan ZnO nanopartikel yang berasal dari seng-nitrat sebagai material awal (Y. Zhao *et al.*, 2016). Menurut Tayyebi *et al.*, (2016) gugus C-O sebagai situs

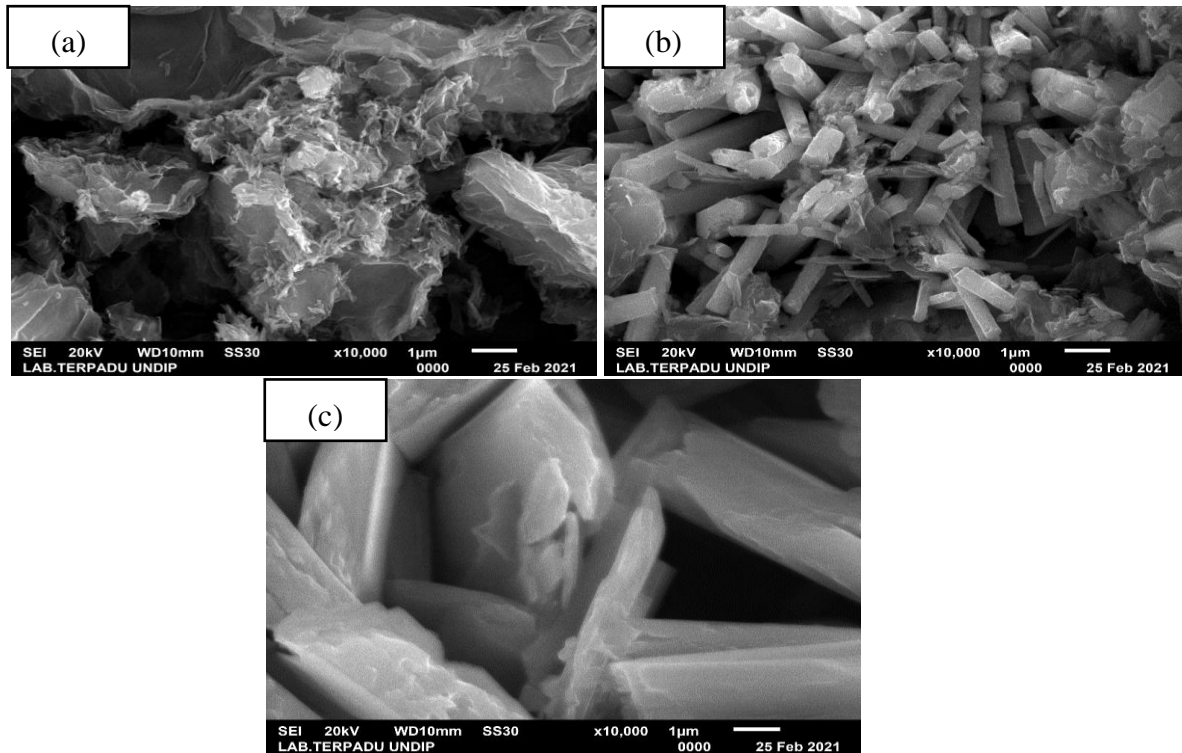
nukleasi yang menghubungkan antara Zn ke *graphene* melalui ikatan C-O-Zn. Karakteristik khas ditunjukkan adanya gugus fungsi Zn-O dari ZnO/*graphene* yang dapat diamati pada bilangan gelombang $\sim 400\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ (Hosseini & Babaei, 2017). Spektra pada ZnO tanpa GO menunjukkan adanya puncak Zn-O dengan bilangan gelombang 458 cm^{-1} . Namun, keberadaan puncak Zn-O tidak dapat diamati pada hasil sintesis ZnO variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Tidak hadirnya puncak Zn-O dalam ZnO/*graphene* kemungkinan terjadi karena puncak yang dihasilkan terlalu kecil sehingga tidak dapat terdeteksi oleh alat.

Kelemahan IR yang tidak bisa menunjukkan puncak Zn-O dapat diatasi dengan melihat EDX dan untuk meyakinkan keberadaan ZnO sudah masuk dalam permukaan *graphene* dilakukan pula karakterisasi AAS. Hasil EDX pada ZnO/*graphene* variasi waktu hidrotermal berturut-turut 2 jam, 4 jam dan 6 jam menunjukkan adanya presentase massa atom Zn sebesar 23,52%, 16,36% dan 11,05% dengan persentase massa atom O berturut-turut 35,73%, 38,06% dan 17,44%. Berdasarkan hasil EDX tersebut dapat dikatakan bahwa deposisi ZnO dalam permukaan *graphene* berhasil dilakukan. Namun, kehadiran atom Zn menurun seiring dengan bertambahnya waktu hidrotermal. Hal tersebut kemungkinan terjadi karena semakin banyak waktu sintesis hidrotermal maka produksi *graphene* meningkat. Hal ini terjadi akibat eksfoliasi terus menerus sehingga berpengaruh pada presentase massa atom C yang semakin meningkat dengan bertambahnya waktu sintesis. Uraian di atas menunjukkan bahwa variasi waktu hidrotermal mempengaruhi pertumbuhan ZnO nanopartikel dalam permukaan *graphene*.

5.4 Pengaruh Rasio Mol pada Sintesis ZnO nanorods/*graphene*

Pengaruh variasi rasio mol dilakukan untuk mengetahui pengaruh *Seng nitrat* : *graphene* (b/b) pada ZnO/*graphene*. Rasio mol yang digunakan adalah $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$: GO berturut turut 1:1, 2:1 dan 8:1 dengan waktu sintesis hidrotermal 2 jam. Waktu hidrotermal 2 jam dipilih berdasarkan hasil morfologi ZnO/*graphene* variasi waktu hidrotermal yang menunjukkan hasil terbaik.

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan yang terbentuk serta untuk mengetahui komponen unsur kimia pada ZnO/*graphene*. Hasil morfologi ZnO/*graphene* variasi rasio mol ditunjukkan pada Gambar 5.8.



Gambar 5.8. Karakterisasi SEM: (a) ZnO/graphene 1:1 (b) ZnO/graphene 2:1 (c) ZnO/graphene 8:1

Ketiga variasi mol ZnO/graphene menunjukkan morfologi yang berbeda-beda. Pada ZnO/graphene rasio 1:1 (Gambar 5.8(a)) morfologi yang terlihat adalah *graphene* tampak lembaran halus, berlipat, tebal. Hal tersebut menandakan bahwa *graphene* berhasil disintesis, morfologi tersebut sesuai dengan morfologi pembanding pada (Gambar 5.4.(c)). Namun, pada hasil morfologi ZnO *nanorods*/graphene rasio 1:1 tidak menunjukkan adanya pertumbuhan ZnO pada permukaan *graphene*. Kemungkinan disebabkan karena massa ZnO dengan *graphene* sama dan ZnO yang masuk dalam permukaan *graphene* sedikit sehingga pada hasil morfologinya tidak terlihat adanya ZnO *nanorods*. Kehadiran ZnO yang tidak tampak dalam morfologi dapat diketahui melalui hasil EDX pada Tabel 5.2. Hasil EDX menunjukkan terdapat 7,78% atom Zn yang masuk dalam permukaan *graphene*. Hal ini berarti bahwa deposisi ZnO dalam permukaan *graphene* berhasil dilakukan. Hasil EDX ZnO *nanorods*/graphene variasi rasio mol ditunjukkan pada Tabel 5.2.

Tabel 5.2. EDX ZnO nanorods/graphene variasi rasio mol Zn(NO₃)

	%C	%O	%Zn	Total
ZnO nanorods/graphene 1:1	74,13	18,09	7,78	100
ZnO nanorods/graphene 2:1	40,75	35,73	23,52	100
ZnO nanorods/graphene 8:1	15,92	40,11	43,97	100

Hasil yang berbeda ditunjukkan pada ZnO nanorods/graphene variasi 2:1 (Gambar 5.7(b)). Pada rasio ini menunjukkan morfologi yang terbaik dari rasio lainnya. Hal tersebut tampak permukaan *graphene* berupa lembaran halus berlipat ditumbuhi ZnO nanorods pada bidang serta sela-selanya. Komponen EDX menunjukkan presentase massa atom unsur Zn sebesar 23,52%. Morfologi ZnO nanorods terlihat dengan bentuk yang padat dan jelas. Berbeda dengan hasil morfologi pada ZnO nanorods/graphene rasio 8:1 (Gambar 5.7(c)) tampak ZnO mengalami aglomerasi. Hal ini terjadi kemungkinan karena rasio Seng nitrat yang banyak menyebabkan ZnO yang dihasilkan juga semakin banyak. Hal tersebut dibuktikan dengan hasil EDX yang menunjukkan presentase massa atom unsur Zn sebesar 43,97%. Banyaknya atom Zn dalam *graphene* menyebabkan terjadinya aglomerasi sehingga permukaan *graphene* tidak terlihat dan hanya memiliki presentase atom C sebesar 15,92%.

Berdasarkan analisis yang dilakukan menunjukkan menunjukkan hasil yang sesuai bahwa dengan rasio mol Seng nitrat yang semakin besar membuat presentase atom Zn juga semakin meningkat. Namun, berbanding terbalik dengan terbentuknya *graphene* yang semakin menurun seiring dengan bertambahnya rasio.

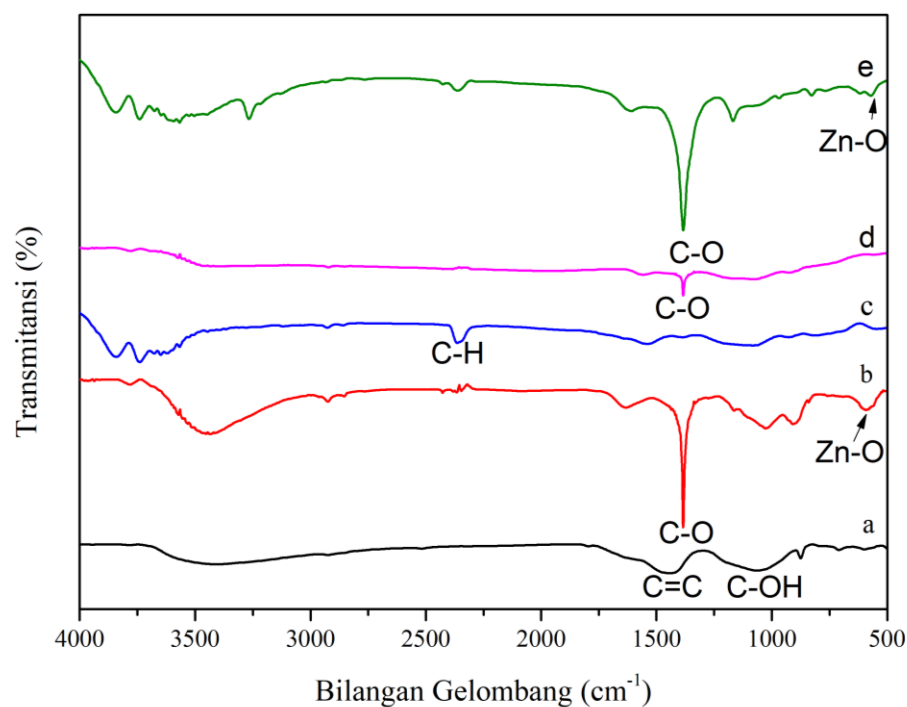
Variasi rasio mol Seng nitrat untuk membentuk ZnO sangat berpengaruh terhadap hasil sintesis ZnO nanorods/graphene. Kelemahan pada penelitian ini adalah hasil morfologi yang tidak menunjukkan adanya pertumbuhan ZnO dalam permukaan *graphene* dan atau pertumbuhan ZnO yang mengalami aglomerasi. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Lv *et al.*, (2011) menyebutkan bahwa ZnO yang tumbuh dengan diameter kecil akan meningkatkan *graphene* sehingga menjadi penyebab terhambatnya pertumbuhan ZnO nanorods. Berdasarkan hal tersebut berarti rata-rata ZnO yang tumbuh dalam permukaan *graphene* memiliki diameter yang kecil sehingga pertumbuhan ZnO terhambat.

Menurut penelitian Hernowo dan Iis (2019) dalam sintesis nanopartikel sering terjadi partikel-partikel yang akan saling mengelompok mengindikasikan terjadinya aglomerasi

sehingga ukuran partikel tampak besar. Hal lain yang mempengaruhi pertumbuhan ZnO *nanorods/graphene* menurut Holi *et al.*, (2016) adalah proses sintesis hidrotermal seperti suhu, waktu reaksi, konsentrasi dan pH, jenis substrat mempengaruhi kepadatan, panjang dan diameter *nanorods* yang terbentuk.

Karakterisasi FTIR

Hasil analisis FTIR pada ZnO *nanorods/graphene* variasi mol memiliki spektra IR yang hampir sama dengan ZnO *nanorods/graphene* variasi waktu hidrotermal. Hasil spektra IR variasi rasio mol ZnO *nanorods/graphene* ditunjukkan pada Gambar 5.9.



Gambar 5.9. Spektra FTIR (a) *Graphene* (b) *ZnO* (c) *ZnO/graphene* 1:1 (d) *ZnO/graphene* 2:1 (e) *ZnO/graphene* 8:1

Secara keseluruhan dapat diamati terdapat puncak lebar yang mengindikasikan gugus fungsi hidroksil O-H dalam ZnO/*graphene* pada rasio 1:1, 2:1 dan 8:1 berada pada bilangan gelombang $\sim 3.000 \text{ cm}^{-1}$. Puncak karakteristik dari ZnO/*graphene* berada di bilangan gelombang $\sim 1300\text{-}1400 \text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya C-O. Gugus tersebut menunjukkan ion nitrat teradsorpsi pada permukaan ZnO yang berasal dari Seng nitrat (Y. Zhao *et al.*, 2016). Hasil menunjukkan pada ZnO/*graphene* rasio 1:1 tidak terdapat gugus fungsi C-O yang berarti

Seng nitrat tidak teradsorpsi secara sempurna. Ketidakhadiran puncak C-O kemungkinan terjadi karena jumlah rasio Seng nitrat : *graphene* yang sama sehingga interaksi antara C-O-Zn sedikit sehingga puncak C-O tidak terbentuk.

Spektra IR yang dihasilkan pada *ZnO/graphene* variasi rasio mol menunjukkan ketajaman puncak C-O meningkat seiring dengan bertambahnya rasio. Hal ini berarti masing-masing sampel terdapat interaksi antara C-O-Zn. Interaksi lain dapat diamati dengan munculnya puncak Zn-O pada bilangan gelombang $\sim 400 - 500 \text{ cm}^{-1}$. Puncak Zn-O hanya terlihat pada *ZnO/graphene* rasio 8:1 yang memiliki rasio Seng nitrat terbesar. Puncak Zn-O tersebut diamati pada bilangan gelombang 570 cm^{-1} . Spektra yang ditunjukkan pada *ZnO/graphene* 1:1 dan 2:1 pada (Gambar 5.9 (a),(b) menunjukkan tidak adanya puncak Zn-O tetapi dalam sampel tersebut kehadiran unsur Zn tetap ada, yang dapat diamati dari hasil EDX berturut-turut sebesar 7,78% dan 23,52%, ini berarti ZnO berhasil dideposisikan dalam permukaan *graphene*. Hasil ini sesuai dengan hasil morfologinya yang ditunjukkan pada (Gambar 5.8 (a) membuktikan ZnO tidak terlihat, namun ZnO tetap ada.

Hasil karakterisasi FTIR dan SEM-EDX menunjukkan korelasi yang sesuai, sehingga dapat dikatakan bahwa variasi rasio mol berpengaruh signifikan terhadap hasil sintesis *ZnO/graphene*.

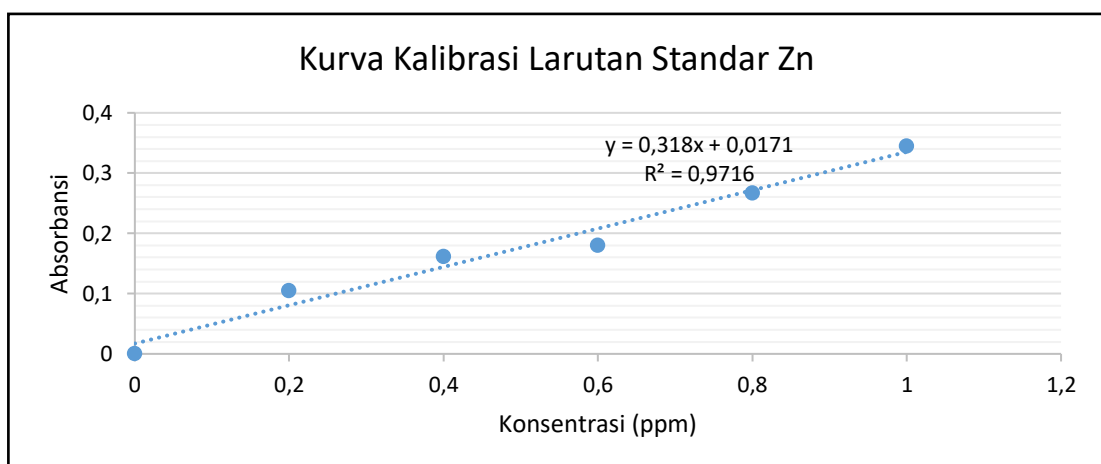
Karakterisasi AAS

Pengujian AAS dilakukan untuk mengetahui kadar Zn dalam *ZnO/graphene* pada masing-masing variasi. Pengujian ini dilakukan untuk konfirmasi lebih lanjut keberadaan logam Zn dalam sampel. Pengujian diawali dengan pengukuran larutan standar untuk menentukan konsentrasi. Hasil pengukuran larutan standar ditunjukkan pada Tabel 5.3.

Tabel 5.3 Hasil pengukuran larutan standar Zn dengan AAS

Larutan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
Blanko	0	0
Standar 1	0,2	0,1047
Standar 2	0,4	0,1614
Standar 3	0,6	0,1795
Standar 4	0,8	0,2669
Standar 5	1	0,3443

Absorbansi yang diperoleh dari pengukuran larutan standar digunakan untuk menentukan persamaan regresi linier $y = ax + b$. Persamaan tersebut digunakan untuk menentukan kadar logam Zn dalam sampel ZnO/graphene. Kurva kalibrasi larutan standar ditunjukkan pada Gambar 5.10.



Gambar 5.10. Kurva kalibrasi larutan standar logam Zn

Konsentrasi logam Zn di tentukan berdasarkan nilai persamaan regresi linier yang diperoleh adalah $y = 0,318x + 0,0171$. Nilai x dari persamaan tersebut merupakan konsentrasi logam Zn yang ada dalam sampel. Kadar Zn dalam ZnO/graphene dapat dilihat pada Tabel 5.4.

Tabel 5.4. Kadar Zn dalam ZnO/graphene

ZnO <i>nanorods/graphene</i>	Kadar Zn dalam sampel (mg/g)
Pengaruh waktu hidrotermal	
2:1 (2 jam)	8,1
2:1 (4 jam)	8,9
2:1 (6 jam)	8,4
Pengaruh rasio massa Zn(NO₃)₂	
1:1 (2 jam)	8,8
2:1 (2 jam)	8,1
8:1 (2 jam)	9,1

Berdasarkan Tabel 5.4 terkonfirmasi bahwa kadar Zn dalam ZnO/graphene memiliki konsentrasi yang berbeda-beda. Kadar Zn terkecil dimiliki oleh ZnO/graphene rasio 2:1 waktu hidrotermal 2 jam dan kadar Zn terbesar dimiliki oleh ZnO/graphene rasio 8:1 dengan waktu hidrotermal 2 jam. Pada ZnO/graphene 2:1 2 jam memiliki kadar Zn sebesar 8,1 mg/g. Dikonfirmasi pada hasil SEM-EDX pada ZnO/graphene rasio 2:1 2 jam menunjukkan morfologi *graphene* diikuti pertumbuhan ZnO nanopartikel (*nanrods like*) yang terbaik dengan persentase massa atom Zn sebesar 23,52%. Morfologi yang terbentuk adalah ZnO *nanorods like*, tampak batang panjang tersusun secara padat yang berarti ZnO yang terbentuk terdepositasi secara baik dan sesuai dengan rasio.

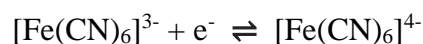
Hasil berbeda ditunjukkan oleh ZnO/graphene dengan kadar Zn tertinggi yang dihasilkan oleh ZnO/graphene rasio mol 8:1 dengan waktu hidrotermal 2 jam. Kadar Zn yang dihasilkan yaitu sebesar 9,1 mg/g. Kadar Zn yang banyak dalam sampel ini berbanding lurus dengan hasil IR dan EDX yang dihasilkan. Pada hasil IR menunjukkan puncak Zn-O yang terlihat pada bilangan gelombang 458 cm⁻¹. Puncak bilangan gelombang Zn-O yang dapat di amati hanya terdapat pada ZnO/graphene variasi rasio massa seng nitrat. Hal tersebut berarti semakin banyak konsentrasi Seng nitrat yang digunakan maka kadar Zn yang dihasilkan juga banyak. Selain dengan IR, konfirmasi dengan hasil SEM-EDX juga diperlukan. Morfologi yang dihasilkan pada ZnO/graphene mengalami aglomerasi sehingga menyebabkan bentuk dan ukuran yang besar. Hal ini juga menjadi salah satu pengaruh ZnO/graphene rasio 8:1 memiliki kadar Zn tertinggi dengan presentase massa terbesar sebesar 43,97%.

Secara keseluruhan kadar Zn dalam ZnO *nanorods/graphene* yang di analisis melalui AAS berhubungan dengan hasil IR dan SEM-EDX. Dapat dilihat pada Tabel 5.4 bahwa kadar Zn yang rendah menghasilkan morfologi yang baik karena aglomerasi tidak terjadi. Sedangkan kadar Zn yang tinggi dengan waktu maksimal menunjukkan hasil morfologi yang teraglomerasi sehingga Zn yang terbentuk lebih banyak dengan meningkatkan ukuran partikelnya yang semakin besar. Aglomerasi tersebut terjadi karena partikel-partikel yang bergabung masih memiliki ruang celah yang longgar sehingga mengganggu kekuatan daya tarik antar partikel yang menyebabkan cacat pada hasil morfologi dan ukuran partikel (Ma *et al.*, 2017).

5.5 Pengukuran Cyclic Voltammetry (CV)

Analisis cyclic voltametry (CV) dilakukan untuk melihat nilai kapasitansi material ZnO/graphene sebagai superkapasitor. Pengukuran kapasitansi material yaitu dengan menggunakan *screen printed carbon electrode* (SPCE) yang memiliki elektroda kerja berupa SPCE-ZnO/graphene, elektroda pembanding berupa Ag/AgCl, sedangkan elektroda penunjang berupa Pt. (Jadav *et al.*, 2018). Kalibrasi elektroda dilakukan dengan melakukan pemindaian pada elektroda SPCE menggunakan larutan 5 mmol/L $K_3[Fe(CN)_6]$ dalam 0,1 mol/L KCl. Larutan KCl berfungsi untuk memudahkan mobilisasi ion pada proses pemindaian. Data kalibrasi ini nantinya digunakan dalam menghitung kapasitansi material ZnO nanorods/graphene.

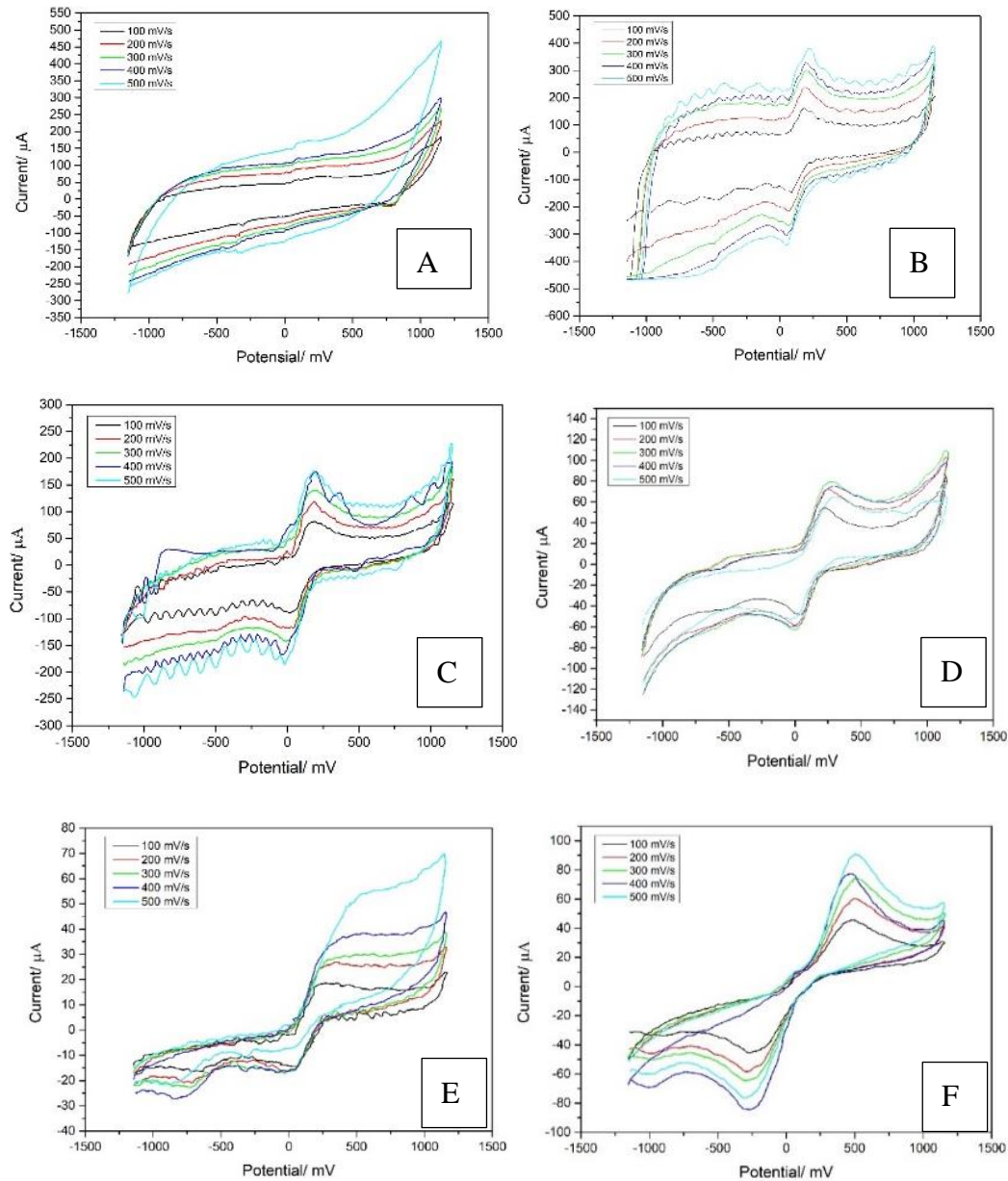
Prinsip kerja analisis CV yaitu berdasarkan reaksi oksidasi reduksi larutan fero – feri ($K_3[Fe(CN)_6]$) secara reversible. Ion – ion dari larutan tersebut akan mengenai material yang menyebabkan terbentuknya kurva respon arus terhadap potensial. Berikut merupakan reaksi yang terjadi (Wahyuni *et al.*, 2019)



Pada penelitian ini kapasitansi ZnO nanorods/graphene dilakukan pada rentang potensial -1,2 V hingga +1,2 V dengan kecepatan pemindaian atau *scan rate* sebesar 100 hingga 500 mV/s. Hasil pemindaian berupa voltammogram yang selanjutnya dapat diketahui nilai kapasitansi dari material.

5.5.1 Pengaruh Waktu Hidrotermal ZnO/graphene

Analisis CV selanjutnya dilakukan pada sampel ZnO/graphene pada rasio 2:1 dengan variasi waktu hidrotermal 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Voltammogram hasil dapat dilihat pada Gambar 5.11.



Gambar 5.11. Voltammogram ZnO/graphene rasio 2:1 dengan variasi waktu (A = 2 Jam; B = 4 Jam; C = 6 Jam); Voltammogram graphene (D); Voltammogram ZnO (E); Voltammogram baseline (F).

Hasil pengukuran CV pada semua sampel (ZnO/graphene, graphene, ZnO dan baseline) memperlihatkan bentuk kurva hysteresis berupa respon arus terhadap siklus tegangan yang diberikan ketika tegangan dinaikkan dari -1,2 V hingga 1,2 V dan turun kembali ke tegangan -1,2 V seperti tampak pada Gambar 5.11. Pola hysteresis tersebut mengindikasikan ketika sampel diberikan tegangan terjadi peristiwa penyimpanan muatan akibat akumulasi muatan pada permukaan electrode kerja (ZnO/graphene) dan elektrolit (larutan 5 mmol/L $K_3[Fe(CN)_6]$ dalam 0,1 mol/L KCl). Kurva hysteresis CV tersebut memiliki puncak dan lembah yang menggambarkan proses reaksi redoks yang berkaitan dengan peristiwa serah terima electron pada permukaan elektroda kerja (ZnO/graphene). Kurva hysteresis tersebut juga menunjukkan bahwa elektroda ZnO/graphene memiliki sifat kapasitif yang ideal sehingga dapat menyimpan muatan listrik secara elektrostatis dengan mengikuti siklus adsorbs-desorpsi ion elektrolit secara reversible pada permukaan elektroda.

Pada Gambar 5.11 juga memperlihatkan bahwa variasi *scan rate* mempengaruhi luasan hysteresis CV, yang mana semakin besar *scan rate* semakin besar pula luasan hysteresisnya. Kondisi ini berkaitan dengan besar *scan rate* yang menyatakan besarnya kenaikan tegangan tiap satuan waktu. Kurva hysteresis yang dihasilkan juga memiliki bentuk yang identik sama walaupun kuasi persegi menjadi lebih lebar akibat adanya perubahan *scan rate*. Hal ini mengindikasikan bahwa electrode ZnO/graphene relative stabil dalam menyimpan muatan serta menunjukkan adanya transmisi muatan pada electrode ZnO/graphene.

Hasil voltammogram juga menunjukkan bahwa pada ZnO/graphene sampel #A hingga #C bentuk persegi yang hampir mencerminkan simetris bayangan dari respon arus terhadap garis nol (Fattah *et al.*, 2016). Sedangkan voltammogram graphene (D) memiliki bentuk simetris yang sama dengan material ZnO/graphene. Bentuk simetris yang mendekati bentuk rectangular menunjukkan material tersebut memiliki sifat superkapasitor EDLCs (Z. J. Li *et al.*, 2012). Voltammogram ZnO memberikan bentuk yang tidak simetris. Jika dibandingkan dengan graphene dan ZnO, voltammogram composite ZnO/graphene memiliki luas area yang lebih besar. Luas area hysteresis yang diperoleh pada karakteristik CV secara kualitatif menggambarkan daya listrik yang tersimpan pada electrode ZnO/graphene.

Hasil voltammogram selanjutnya dilakukan perhitungan nilai kapasitansi spesifik dan energi spesifik dari material ZnO/graphene dengan menggunakan persamaan berikut

$$C_p = \frac{A}{2mv\Delta V} \dots\dots\dots(1)$$

$$E = \frac{1}{2} CV^2 \dots\dots\dots(2)$$

Dimana A merupakan luas area histeresis (ΔV), ΔV merupakan jendela potensial (V), m adalah massa bahan elektroaktif (g), dan v adalah *scan rate* (mV/s), E adalah energi spesifik (*energy density*) (WhKg^{-1}), C adalah kapasitansi spesifik (F/g), V adalah potensial pada saat *discharge* (V) (Choudhary et al., 2017). Hasil perhitungan kapasitansi spesifik pengaruh ZnO/graphene rasio 2:1 variasi waktu hidrotermal pada *scan rate* 100 mV/s ditunjukkan pada Tabel 5.5.

Tabel 5.5. Kapasitansi ZnO/graphene Pengaruh Waktu Hidrotermal pada *scan rate* 100 mV/s

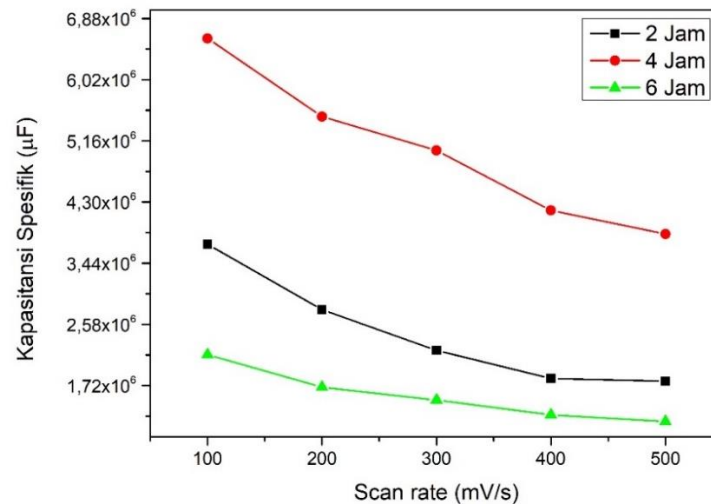
No	ZnO/Graphene	Kapasitansi Spesifik ($\mu\text{F/g}$)
1	2 Jam	3.708.492,3
2	4 Jam	6.600.510,7
3	6 Jam	2.153.552,1
4	Graphene	1.654.696,2
5	ZnO nanorods	-6.1270,1

Kapasitansi ZnO/graphene rasio 2:1 variasi waktu hidrotermal mengalami kenaikan dari 2 jam menuju 4 jam, sedangkan pada waktu 6 jam mengalami penurunan. Penurunan tersebut juga dapat terjadi akibat pada proses modifikasi SPCE/GO yang sudah terlapisi tetapi memiliki konduktivitas yang lebih rendah yang menyebabkan proses reduksi $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}/[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{2-}$ berkurang. Selain itu pada proses pengukuran, material tidak menempel dengan baik pada SPCE.

Kapasitansi ZnO memiliki harga negative terjadi akibat voltamogram ZnO memiliki bentuk yang tidak simetris sehingga menyebabkan luas area yang kecil, sehingga saat dikurangkan dengan luas area baseline menyebabkan kapasitansi ZnO negative. Selain itu pada proses pemindaian ZnO sulit untuk menempel secara stabil pada permukaan SPCE, hal tersebut memberikan pengaruh terhadap hasil voltamogram

Superkapasitor yang baik akan memberikan kapasitansi yang semakin kecil seiring dengan kenaikan *scan rate*. Kapasitansi ZnO/graphene rasio 2:1 variasi waktu hidrotermal menunjukkan sifat kapasitansif superkapasitor yang baik, dimana semakin besar *scan rate*

kapasitansinya semakin menurun. Semakin tinggi *scan rate* menyebabkan semakin tinggi arus puncak oksidasi dan mengakibatkan ion-ion berdifusi secara cepat sehingga transfer elektron berlangsung dengan baik. Sebaliknya jika *scan rate* rendah ion - ion akan berdifusi secara lambat dan menyebabkan transfer elektron berjalan dengan lambat (Elinda *et al.*, 2019). Hubungan kapasitansi terhadap *scan rate* dapat dilihat pada Gambar 5.12.



Gambar 5.12. Kapasitansi spesifik Terhadap Scan Rate Variasi Waktu Hidrotermal

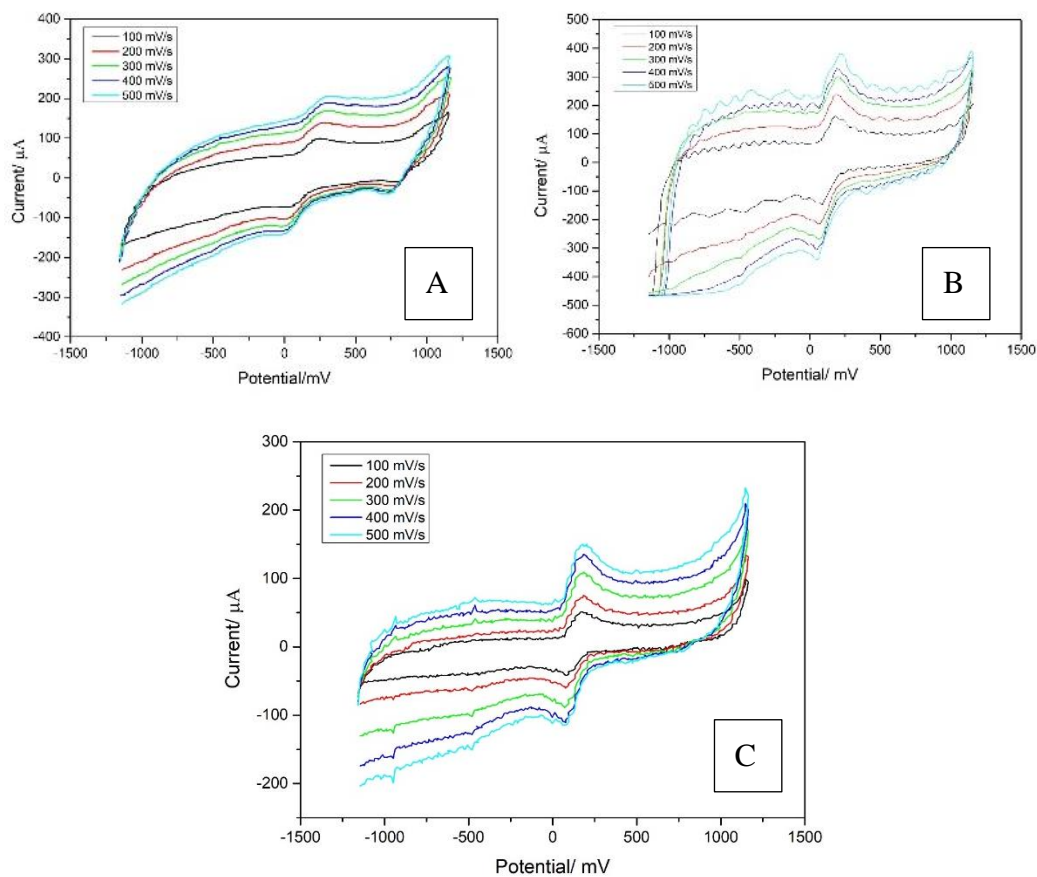
Hasil selanjutnya dilakukan perhitungan nilai energi spesifik pada material ZnO/graphene. Pada variasi waktu hidrotermal menunjukkan rentang 1,55 hingga 2,67 Wh/g. Hasil menunjukkan energi spesifik pada waktu 4 jam memberikan hasil yang paling tinggi. Menurut Kotz & Carlen (2000), material dapat digunakan untuk superkapasitor adalah memiliki energi spesifik pada rentang 0,05 sampai 20 Wh/kg. Sehingga dapat dikatakan bahwa material ZnO/graphene rasio 2:1 variasi waktu hidrotermal termasuk yang memenuhi kriteria material superkapasitor. Nilai energi spesifik pada ZnO/graphene rasio 2:1 pada variasi waktu hidrotermal dapat dilihat pada Tabel 5.6.

Tabel 5.6. Nilai Energi Spesifik Pada Variasi Waktu Hidrotermal

NO	ZnO/Graphene Rasio 2:1	Spesifik Daya Scan Rate 100 mV/s (Wh/g)
1	2 Jam	2,67
2	4 Jam	4,75
3	6 Jam	1,55
4	Graphene	0,21
5	ZnO nanorods	-0,04

5.5.2 Pengaruh Rasio Mol ZnO/Graphene

Pengaruh variasi rasio mol ZnO/graphene dilakukan pada rasio 1:1; 2:1; dan 8:1 dengan lama waktu hidrotermal 2 jam, memberikan hasil voltamogram ditunjukkan pada Gambar 5.13.



Gambar 5.13. Voltamogram ZnO/graphene 2 Jam (A = 1:1; B = 2:1; C = 8:1).

Voltamogram ZnO/graphene pengaruh rasio mol menunjukkan bentuk yang simetris, sehingga dapat dikatakan pada variasi ini masuk ke dalam superkapasitor EDLCs. Jika

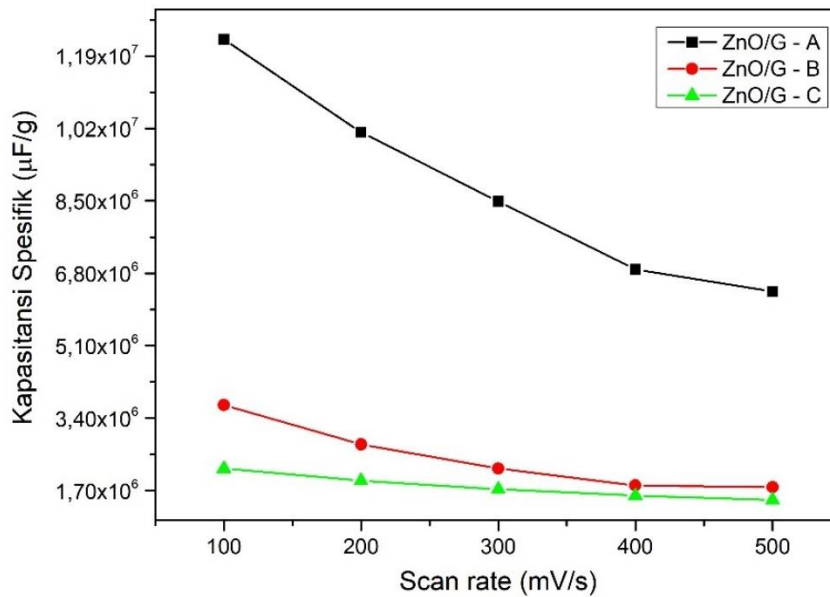
dibandingkan dengan voltamogram graphene dan ZnO, memberikan luas area yang lebih besar yang menyebabkan kapasitansi yang besar. Hasil perhitungan kapasitansi spesifik pengaruh rasio ZnO/graphene pada scan rate 100 mV/s ditunjukkan pada Tabel 5.7.

Tabel 5.7. Kapasitansi ZnO/graphene Pengaruh Rasio Mol

NO	ZnO/Graphene	Kapasitansi Pada Scan rate 100 mV/s
		($\mu\text{F/g}$)
1	1:1	12.291.530,3
2	2:1	3.708.492,3
3	8:1	2.216.736,6
4	Graphene	1.654.696,3
5	ZnO nanorods	-61270,1

Berdasarkan Tabel 5.7. menunjukkan kapasitansi ZnO/graphene variasi rasio mol $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ berada pada rentang 2.216.736,6 hingga 12.291.530,3 $\mu\text{F/g}$. Hasil tersebut menunjukkan semakin banyak $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan menyebabkan kapasitansinya menurun, akan tetapi pada penelitian ini, material ZnO/graphene memberikan kapasitansi yang lebih besar dibandingkan dengan kapasitansi material control graphene dan ZnO. Peningkatan tersebut terjadi akibat jarak pada lembaran graphene semakin besar yang menyebabkan pita konduksi memiliki jarak yang lebih besar.

Kapasitansi ZnO/graphene pengaruh rasio mol memberikan nilai kapasitan yang baik, yaitu memiliki harga kapasitansi menurun seiring dengan kenaikan *scan rate*. Hubungan kapasitansi terhadap *scan rate* dapat dilihat pada Gambar 5.14.



Gambar 5.14. Kurva Kapasitansi spesifik Terhadap *Scan Rate* ZnO/graphene: (A) 1:1; (B) 2:1 dan (C) 8:1.

Data kapasitansi spesifik selanjutnya dilakukan perhitungan untuk memperoleh nilai energi spesifik pada material. Pada penelitian ini energi spesifik ZnO nanorods/graphene memiliki rentang nilai sebesar 1,07 hingga 4,59 Wh/g. Sehingga dapat dikatakan bahwa material ZnO nanorods/graphene masuk kedalam superkapasitor. Sedangkan graphene memiliki energi spesifik sebesar 0,21. Kenaikan $Zn(NO_3)_2$ menyebabkan nilai energi spesifik material menurun. Nilai energi spesifik dapat dilihat pada Tabel 5.8.

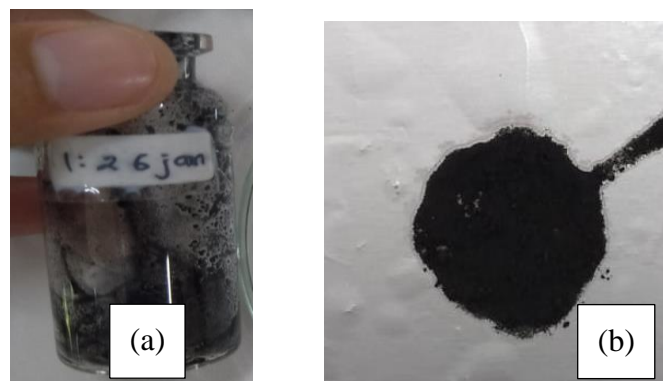
Tabel 5.8. Energi Spesifik ZnO/graphene variasi rasio massa Zn

NO	ZnO/Graphene	Spesifik Daya Scan Rate 100 mV/s (Wh/g)
1	1:1	4,59
2	2:1	1,28
3	8:1	1,07
4	Graphene	0,21
5	ZnO nanorods	-0,04

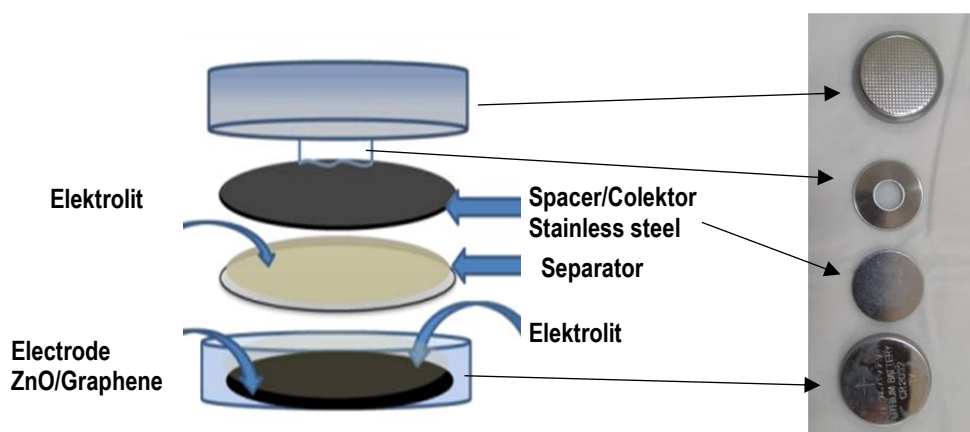
5.6 Fabrikasi Coin Cell ZnO/Graphene sebagai Superkapasitor Baterai

Hasil sintesis komposit ZnO/graphene selanjutnya dikemas ke dalam *coin cell* sebagai electrode baterai superkapasitor. Pemilihan pengemasan material ZnO/graphene ke dalam bentuk coin cell (CR 2032) dikarenakan relative mudah dibuat dan tingkat repetabilitas data

yang baik (Murray et al., 2019). Sebagai uji coba fabrikasi coin cell supercapasitor dengan electrode ZnO/graphene, digunakan desain sederhana susunan baterai superkapasitor dan semua komponen baterai seperti yang telah dijelaskan pada Sub-bab 4.3.7. Pada uji coba fabrikasi coin cell dibuat dengan mode setengah sel dimana elektroda positif berupa material dan elektroda negative berupa stainless stell. Pembuatan coin cell dibuat dengan mendispersikan ZnO/graphene ke media pendispersi berupa aquades. Hasil selanjutnya dilakukan pembuatan lapisan tipis di atas alumunium foil atau Cu foil. Pengeringan dilakukan pada suhu 60⁰ C untuk mengurangi kadar air. Proses pembuatan lapisan tipis ZnO/graphene dapat dilihat pada Gambar 5.15.






Gambar 5.15. Pembuatan lapisan ZnO/graphene (a) hasil ultrasonikasi ZnO/graphene, (b) komposit ZnO/graphene - alumunium foil atau Cu foil.






Gambar 5.16. Susunan sederhana coin cell superkapasitor dengan electrode ZnO/graphene

Proses penyusunan coin cell ditunjukkan pada Gambar 5.16. Elektode ZnO/graphene dibuat dalam bentuk lapisan tipis pada foil Cu sesuai diameter coin cell cover (CR2032) sekitar 16 mm. Untuk merekatkan komposit ZnO/graphene pada Cu foil digunakan etil selulosa dicampur dengan alkohol agar menjadi slury dan setelahnya dipanaskan dengan hair dryer. Sebagai elektrolit menggunakan asam pospat pekat dan separatornya menggunakan kertas saring Wathman 42. Sebagai tahap awal dalam uji coba ini, untuk mengukur kinerja coin cell superkapasitor baterai digunakan alat volmeter untuk mengukur tegangan yang dihasilkan. Dengan massa 0,052 gram electrode ZnO/graphene setiap sampel coin cell menghasilkan tegangan antara anoda dan katorde bergantung pada parameter sintesisnya seperti ditunjukkan pada Tabel 5.9. Nampak bahwa parameter sistesis sangat mempengaruhi tegangan superkapasitor baterai.

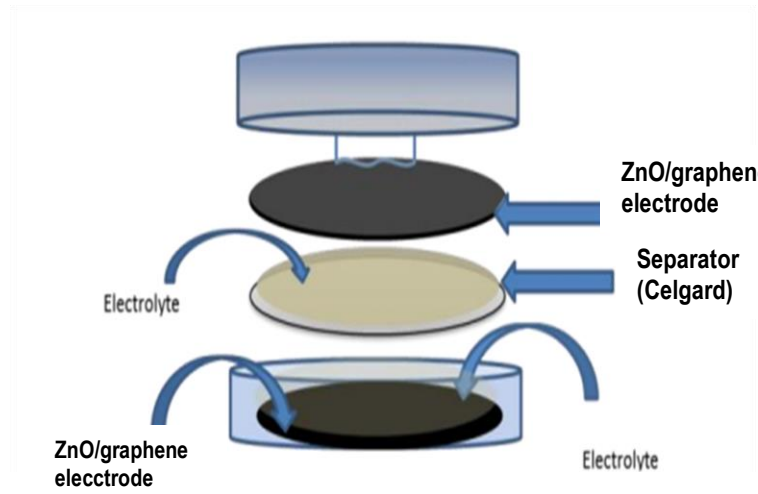
Tabel 5.9. Data pengukuran tegangan anoda-katoda coin cell superkapasitor baterai

No	ZnO/graphene	Tegangan (Volt)	Dokumentasi
1	ZnO/graphene 2:1 2 Jam	0,564 V	
2	ZnO/graphene 2:1 4 Jam	0,14 V	
3	ZnO/graphene 2:1 6 Jam	0,2 V	

4	ZnO graphene 1:1 2 jam	0,3004 V	
5	ZnO graphene 2:1 2 jam	0,564 V	
6	ZnO graphene 8:1 2 jam	0,537 V	

5.7 Tindak Lanjut Hasil Penelitian

Fabrikasi electrode ZnO/graphene yang disntesis dengan menggunakan metode modifikasi hydrothermal-microwave satu langkah (one step) ini telah menunjukkan karakteristik kapasitor yang baik dan telah memenuhi kriteria sebagai electrode superkapasitor. Juga saat diaplikasikan pada Coin cell superkapasitor baterai juga telah menghasilkan potensial listrik hingga 0,564 V untuk massa ZnO/graphene 0,0089 gram. Namun demikian untuk pengajuan paten sederhana sebagai out penelitian penerapan ini masih perlu dilanjutkan untuk pengukuran galvanostatic charge-discharge (GCD) dan electrochemical impedance spectroscopy (EIS) yang akan dilakukan di laboratorium lain (LIPI Jakarta). Sedangkan untuk optimasi kapasitansi dan tegangan yang dihasilkan coin cell superkapasitor baterai ZnO/graphene akan dilakukan modifikasi struktur coin cell dengan menggunakan double layer electrode ZnO/graphene dan penggunaan separator komersial (Celgard Li-ion batteray) seperti pada gambar 5.17. Juga alternatif lain menggunakan electrode ZnO/graphene dan electrode lithium.



Gambar 5.17. Desain pengembangan struktur coin cell supercapasitor baterai ZnO/graphene

BAB 6

SIMPULAN DAN SARAN

6.1 Simpulan

Optimasi sintesis ZnO/Graphene yang memenuhi kriteria sebagai electrode superkapasitor baterai telah dilakukan dengan cara: (1) variasi rasio mol ZnO:graphene (1:1; 2:1 dan 8:1) dan; (2) variasi lama waktu hydrothermal ZnO/Graphene (2 jam, 4 jam dan 6 jam). Secara keseluruhan kadar Zn dalam ZnO *nanorods/graphene* yang dianalisis melalui AAS berhubungan dengan hasil FTIR dan SEM-EDX. Kadar Zn yang rendah menghasilkan morfologi komposit ZnO/Graphene yang baik karena aglomerasi tidak terjadi. Sebaliknya kadar Zn yang tinggi dengan waktu hydrothermal maksimal menunjukkan hasil morfologi komposit yang teraglomerasi sehingga Zn yang terbentuk lebih banyak dengan meningkatkan ukuran partikelnya yang semakin besar.

Hasil pengukuran *Cyclic Voltametry* (CV) pada sampel ZnO/graphene memperlihatkan kurva hysteresis yang mengindikasikan terjadi peristiwa penyimpanan muatan pada permukaan electrode ZnO/Graphene ketika diberikan tegangan listrik. Elektroda ZnO/graphene memiliki sifat kapasitif yang ideal sehingga dapat menyimpan muatan listrik secara elektrostatis. Hasil perhitungan kapasitansi spesifik semua sampel ZnO/Graphene pada rentang nilai 2,1 - 12,3 F/g.

Luas area histeresis ZnO *nanorods/graphene* lebih besar dibandingkan graphene maupun ZnO, secara kualitatif menggambarkan daya listrik yang tersimpan pada electrode ZnO/graphene lebih besar dibandingkan graphene saja. Hasil perhitungan energi spesifik semua sampel ZnO/Graphene pada rentang 1,07 – 1,55 Wh/g memenuhi kriteria sebagai material elektroda superkapasitor. Fabrikasi coin cell superkapasitor ZnO/Graphene dengan massa 0,052 gram menghasilkan beda potensial anoda-katoda antara 0,14 V hingga 0,564 V bergantung parameter sintesisnya. Metode sintesis ZnO/graphene dengan modifikasi hydrothermal-microwave secara bersamaan (one step) lebih praktis dan efektif menghasilkan material electrode superkapasitor baterai.

6.2 Saran

Untuk meningkatkan performansi ZnO/Graphene sebagai electrode superkapasitor masih perlu optimasi parameter sintesis ZnO/Graphene lebih lanjut hingga menghasilkan struktur ZnO *nanorods/graphene* lebih baik dengan arah ZnO *nanorods* vertical terhadap bidang

permukaan graphene, yaitu dengan melakukan variasi mol $\text{Zn}(\text{NO}_3)$ dan waktu lebih banyak lagi.

Selanjutnya untuk memaksimalkan pengukuran kapasitansi dilakukan proses pengeringan selama 24 jam pada elektroda ZnO/graphene sehingga repitabilitas data yang diperoleh bagus. Pada proses preparasi coin cell dibutuhkan ruang yang lebih steril.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdulrahman, A. F., Ahmed, S. M., & Almessiere, M. A. (2017). Effect of the growth time on the optical properties of ZnO nanorods grown by low temperature method. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*.
- Akhavan, O. (2010). Graphene nanomesh by ZnO nanorod photocatalysts. *ACS Nano*. <https://doi.org/10.1021/nn1007429>
- Alfarisa, S. (2018). *Sintesis Struktur Mikro - Nano ZnO Menggunakan Metode Hidrotermal Sederhana Bersuhu Rendah*. July, 23–26.
- Aliyev, E., Filiz, V., Khan, M. M., Lee, Y. J., Abetz, C., & Abetz, V. (2019). Structural characterization of graphene oxide: Surface functional groups and fractionated oxidative debris. *Nanomaterials*, 9(8). <https://doi.org/10.3390/nano9081180>
- Alver, U., Tanriverdi, A., & Akgül, O. (2016). Hydrothermal preparation of ZnO electrodes synthesized from different precursors for electrochemical supercapacitors. *Synthetic Metals*. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2015.11.008>
- Anastasya, A., Sugihartono, I., & Handoko, E. (2019). *PENGARUH POSISI SUBSTRAT PADA ZnO NANORODS YANG DITUMBUHKAN MENGGUNAKAN TEKNIK HIDROTERMAL*. <https://doi.org/10.21009/03.snf2019.02.pa.24>
- Arthi G, P. B., & BD, L. (2015). A Simple Approach to Stepwise Synthesis of Graphene Oxide Nanomaterial. *Journal of Nanomedicine & Nanotechnology*, 06(01), 1–4. <https://doi.org/10.4172/2157-7439.1000253>
- Avouris, P., & Dimitrakopoulos, C. (2012). Graphene: Synthesis and applications. *Materials Today*, 15(3), 86–97. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(12\)70044-5](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(12)70044-5)
- Baig, Z., Mamat, O., Mustapha, M., Mumtaz, A., Munir, K. S., & Sarfraz, M. (2018). Investigation of tip sonication effects on structural quality of graphene nanoplatelets (GNPs) for superior solvent dispersion. *Ultrasonics Sonochemistry*. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.03.007>
- Baratto, C. (2018). Growth and properties of ZnO nanorods by RF-sputtering for detection of toxic gases. *RSC Advances*. <https://doi.org/10.1039/c8ra05357j>
- Bassyouni, F. A., Abu-Bakr, S. M., & Rehim, M. A. (2012). Evolution of microwave irradiation and its application in green chemistry and biosciences. *Research on Chemical Intermediates*. <https://doi.org/10.1007/s11164-011-0348-1>
- Bhattacharjee, S., Joshi, R., Chughtai, A. A., & Macintyre, C. R. (2019). Graphene Modified Multifunctional Personal Protective Clothing. *Advanced Materials Interfaces*, 6(21). <https://doi.org/10.1002/admi.201900622>
- Bhuyan, M. S. A., Uddin, M. N., Islam, M. M., Bipasha, F. A., & Hossain, S. S. (2016). Synthesis of graphene. *International Nano Letters*, 6(2), 65–83. <https://doi.org/10.1007/s40089-015-0176-1>
- Boyчук, V. M., Kotsyubynsky, V. O., Bandura, K. V., Yaremiy, I. P., & Fedorchenko, S. V. (2019). Reduced Graphene Oxide Obtained by Hummers and Marciano-Tour Methods: Comparison of Electrical Properties. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 19(11), 7320–7329. <https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16712>
- Chabot, V., Higgins, D., Yu, A., Xiao, X., Chen, Z., & Zhang, J. (2014). A review of graphene and graphene oxide sponge: Material synthesis and applications to energy and the environment. *Energy and Environmental Science*, 7(5), 1564–1596.

<https://doi.org/10.1039/c3ee43385d>

- Chang, C. J., Hung, S. T., Lin, C. K., Chen, C. Y., & Kuo, E. H. (2010). Selective growth of ZnO nanorods for gas sensors using ink-jet printing and hydrothermal processes. *Thin Solid Films*. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.08.153>
- Choi, H. J., Jung, S. M., Seo, J. M., Chang, D. W., Dai, L., & Baek, J. B. (2012). Graphene for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors. *Nano Energy*, 1(4), 534–551. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2012.05.001>
- Choi, W. M., Shin, K. S., Lee, H. S., Choi, D., Kim, K., Shin, H. J., Yoon, S. M., Choi, J. Y., & Kim, S. W. (2011). Selective growth of ZnO nanorods on SiO₂/Si substrates using a graphene buffer layer. *Nano Research*, 4(5), 440–447. <https://doi.org/10.1007/s12274-011-0100-6>
- Choudhary, Y. S., Jothi, L., & Nageswaran, G. (2017). Electrochemical Characterization. In *Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization* (Vol. 2). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00002-9>
- Chua, C. K., & Pumera, M. (2014). Chemical reduction of graphene oxide: A synthetic chemistry viewpoint. *Chemical Society Reviews*, 43(1), 291–312. <https://doi.org/10.1039/c3cs60303b>
- Chung, D. D. L. (2015). A review of exfoliated graphite. *Journal of Materials Science*, 51(1), 554–568. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9284-6>
- Croitoru, A., Oprea, O., Nicoara, A., Trusca, R., Radu, M., Neacsu, I., Ficai, D., Ficai, A., & Andronesu, E. (2019). Multifunctional platforms based on graphene oxide and natural products. *Medicina (Lithuania)*, 55(6), 1–22. <https://doi.org/10.3390/medicina55060230>
- Das, A. K., Srivastav, M., Layek, R. K., Uddin, M. E., Jung, D., Kim, N. H., & Lee, J. H. (2014). Iodide-mediated room temperature reduction of graphene oxide: A rapid chemical route for the synthesis of a bifunctional electrocatalyst. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(5), 1332–1340. <https://doi.org/10.1039/c3ta13688d>
- Das, V. K., Shifrina, Z. B., & Bronstein, L. M. (2017). Graphene and graphene-like materials in biomass conversion: Paving the way to the future. *Journal of Materials Chemistry A*. <https://doi.org/10.1039/c7ta09418c>
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228–240. <https://doi.org/10.1039/b917103g>
- Du, W., Jiang, X., & Zhu, L. (2013). From graphite to graphene: Direct liquid-phase exfoliation of graphite to produce single- and few-layered pristine graphene. In *Journal of Materials Chemistry A*. <https://doi.org/10.1039/c3ta12212c>
- Eigler, S. (2014). Mechanistic insights into the reduction of graphene oxide addressing its surfaces. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 16(37), 19832–19835. <https://doi.org/10.1039/c4cp03168g>
- Eigler, S., & Hirsch, A. (2014). Chemistry with graphene and graphene oxide - Challenges for synthetic chemists. *Angewandte Chemie - International Edition*, 53(30), 7720–7738. <https://doi.org/10.1002/anie.201402780>
- El-Khodary, S. A., El-Enany, G. M., El-Okr, M., & Ibrahim, M. (2014). Preparation and Characterization of Microwave Reduced Graphite Oxide for High-Performance Supercapacitors. *Electrochimica Acta*, 150, 269–278. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2014.10.134>

- Elinda, T., Wahyuni, W. T., & Rohaeti, E. (2019). Deteksi Simultan Kuersetin dan Rutin Menggunakan Screen-Printed Carbon Electrode Termodifikasi Grafena. *Jurnal Kimia Valensi*, 5(1), 97–107. <https://doi.org/10.15408/jkv.v5i1.11203>
- Emiru, T. F., & 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. <https://doi.org/10.1016/j.ejbas.2016.11.002>
- Ezeigwe, E. R., Tan, M. T. T., Khiew, P. S., & Siong, C. W. (2015). One-step green synthesis of graphene/ZnO nanocomposites for electrochemical capacitors. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.08.128>
- Famia, A. M. (2019). *Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida*. 8(2), 127–132.
- Fattah, N. F. A., Ng, H. M., Mahipal, Y. K., Numan, A., Ramesh, S., & Ramesh, K. (2016). An approach to solid-state electrical double layer capacitors fabricated with graphene oxide-doped, ionic liquid-based solid copolymer electrolytes. *Materials*, 9(6). <https://doi.org/10.3390/ma9060450>
- Habte, A. T., Ayele, D. W., & Hu, M. (2019). Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide (rGO) Started from Graphene Oxide (GO) Using the Tour Method with Different Parameters. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2019(Vc). <https://doi.org/10.1155/2019/5058163>
- Hernowo, A., Fisika, D., Sains, F., & Diponegoro, U. (2019). KRISTALINITAS DAN UKURAN NANOPARTIKEL ZnO YANG DIKALSINASI PADA TEMPERATUR 100 o C dan 200 o C. 22(4), 125–131.
- Holi, A. M., Zainal, Z., Talib, Z. A., Lim, H., Yap, C., Chang, S., & Ayal, A. K. (2016). Effect of Hydrothermal Growth Time on ZnO Nanorod Arrays Photoelectrode Performance. *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2016.09.015>
- Hosseini, S. A., & Babaei, S. (2017). Graphene oxide/zinc oxide (GO/ZnO) nanocomposite as a superior photocatalyst for degradation of methylene blue (MB)-process modeling by response surface methodology (RSM). *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 28(2), 299–307. <https://doi.org/10.5935/0103-5053.20160176>
- Hu, B., Wang, K., Wu, L., Yu, S. H., Antonietti, M., & Titirici, M. M. (2010). Engineering carbon materials from the hydrothermal carbonization process of biomass. In *Advanced Materials*. <https://doi.org/10.1002/adma.200902812>
- Huang, X., Qi, X., Boey, F., & Zhang, H. (2012). Graphene-based composites. *Chemical Society Reviews*, 41(2), 666–686. <https://doi.org/10.1039/c1cs15078b>
- Idiawati, R., Mufti, N., Taufiq, A., Wisodo, H., Laila, I. K. R., Fuad, A., & Sunaryono. (2017). Effect of Growth Time on the Characteristics of ZnO Nanorods. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 202(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/202/1/012050>
- Jadav, J. K., Umrana, V. V., Rathod, K. J., & Golakiya, B. A. (2018). Development of silver/carbon screen-printed electrode for rapid determination of vitamin C from fruit juices. *LWT - Food Science and Technology*, 88, 152–158. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.10.005>
- Junaidi, M., & Susanti, D. (2014). Pengaruh Variasi Waktu Ultrasonikasi dan dan

Konduktivitas Listrik Material Graphene. *Teknik Pomits*, 3(1).

- Jung, H. G., Jeong, Y. S., Park, J. B., Sun, Y. K., Scrosati, B., & Lee, Y. J. (2013). Ruthenium-based electrocatalysts supported on reduced graphene oxide for lithium-air batteries. *ACS Nano*. <https://doi.org/10.1021/nn400477d>
- Jung, H. J., Lee, S., Yu, Y., Hong, S. M., Choi, H. C., & Choi, M. Y. (2012). Low-temperature hydrothermal growth of ZnO nanorods on sol-gel prepared ZnO seed layers: Optimal growth conditions. *Thin Solid Films*. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2012.10.007>
- Kang, J. H., Kim, T., Choi, J., Park, J., Kim, Y. S., Chang, M. S., Jung, H., Park, K. T., Yang, S. J., & Park, C. R. (2016). Hidden Second Oxidation Step of Hummers Method. *Chemistry of Materials*, 28(3), 756–764. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.5b03700>
- Kappe, C. O. (2013). Unraveling the mysteries of microwave chemistry using silicon carbide reactor technology. *Accounts of Chemical Research*. <https://doi.org/10.1021/ar300318c>
- Karaköse, E., & Çolak, H. (2017). Structural and optical properties of ZnO nanorods prepared by spray pyrolysis method. *Energy*. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2017.08.109>
- Kavitha, M. K., John, H., Gopinath, P., & Philip, R. (2013). Synthesis of reduced graphene oxide-ZnO hybrid with enhanced optical limiting properties. *Journal of Materials Chemistry C*. <https://doi.org/10.1039/c3tc30323c>
- Khenfouch, M., Baïtoul, M., & Maaza, M. (2012). White photoluminescence from a grown ZnO nanorods/graphene hybrid nanostructure. *Optical Materials*, 34(8), 1320–1326. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2012.02.005>
- Kumar, R., Youssry, S. M., Abdel, M. M., & Atsunori, G. (2020). One - pot synthesis of reduced graphene oxide nanosheets anchored ZnO nanoparticles via microwave approach for electrochemical performance as supercapacitor electrode. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s10854-020-04108-w>
- Lellala, K., Namratha, K., & Byrappa, K. (2016). Microwave assisted synthesis and characterization of nanostructure zinc Oxide-Graphene Oxide and photo degradation of brilliant blue. *Materials Today: Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2016.01.123>
- Li, P., Chen, X., Zeng, J. B., Gan, L., & Wang, M. (2016). Enhancement of the interfacial interaction between poly(vinyl chloride) and zinc oxide modified reduced graphene oxide. *RSC Advances*, 6(7), 5784–5791. <https://doi.org/10.1039/c5ra20893a>
- Li, S., Jiang, H., Yang, K., Zhang, Z., Li, S., Luo, N., Liu, Q., & Wei, R. (2018). Three-dimensional hierarchical graphene/TiO₂ composite as high-performance electrode for supercapacitor. *Journal of Alloys and Compounds*. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.210>
- Li, Z. J., Yang, B. C., Zhang, S. R., & Zhao, C. M. (2012). Graphene oxide with improved electrical conductivity for supercapacitor electrodes. *Applied Surface Science*, 258(8), 3726–3731. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.12.015>
- Li, Z., Zhou, Z., Yun, G., Shi, K., Lv, X., & Yang, B. (2013). High-performance solid-state supercapacitors based on graphene-ZnO hybrid nanocomposites. *Nanoscale Research Letters*, 8(1), 1–9. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-473>
- Ling, L. J., Yee, C. S., & Jaafar, M. (2017). Effect of sonication time on the properties of multilayer graphene. *AIP Conference Proceedings*. <https://doi.org/10.1063/1.4993323>

- Luo, D., Zhang, G., Liu, J., & Sun, X. (2011). Evaluation criteria for reduced graphene oxide. *Journal of Physical Chemistry C*. <https://doi.org/10.1021/jp110001y>
- Lv, T., Pan, L., Liu, X., Lu, T., Zhu, G., & Sun, Z. (2011). Enhanced photocatalytic degradation of methylene blue by ZnO-reduced graphene oxide composite synthesized via microwave-assisted reaction. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(41), 10086–10091. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.08.045>
- Ma, X., Zare, Y., & Rhee, K. Y. (2017). A Two-Step Methodology to Study the Influence of Aggregation / Agglomeration of Nanoparticles on Young ' s Modulus of Polymer Nanocomposites. 0–6. <https://doi.org/10.1186/s11671-017-2386-0>
- Maddu, A. A. B. P. (2018). Struktur dan Sifat Optik Film ZnO Hasil Deposisi Dengan Teknik Spin-Coating Melalui proses Sol-gel. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol 7 No 3, 85–90.
- Marlinda, A. R., Huang, N. M., Muhamad, M. R., An'Amt, M. N., Chang, B. Y. S., Yusoff, N., Harrison, I., Lim, H. N., Chia, C. H., & Kumar, S. V. (2012). Highly efficient preparation of ZnO nanorods decorated reduced graphene oxide nanocomposites. *Materials Letters*. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.04.061>
- McMillen, C. D., & Kolis, J. W. (2016). Hydrothermal synthesis as a route to mineralogically-inspired structures. *Dalton Transactions*. <https://doi.org/10.1039/c5dt03424h>
- Mehta, V. P., & Van der Eycken, E. V. (2011). Microwave-assisted C–C bond forming cross-coupling reactions: An overview. *Chemical Society Reviews*. <https://doi.org/10.1039/c1cs15094d>
- Murray, V., Hall, D. S., & Dahn, J. R. (2019). A Guide to Full Coin Cell Making for Academic Researchers. *Journal of The Electrochemical Society*, 166(2), A329–A333. <https://doi.org/10.1149/2.1171902jes>
- Nurdiansah, H., Susanti, D., Purwaningsih, H., Tsai, D. S., & Noerochiem, L. (2019). Pengaruh Waktu Ultrasonikasi terhadap Sifat Kapasitif Material Reduced Graphene Oxide sebagai Elektroda Superkapasitor. *Jurnal IPTEK*, 23(1), 9–16. <https://doi.org/10.31284/j.iptek.2019.v23i1.425>
- Ossonon, B. D., & Daniel, B. (2017). *functionalized reduced graphene oxide sheets* †. 27224–27234. <https://doi.org/10.1039/c6ra28311j>
- Ozel, E., Tuncolu, I. G., Aciksari, C., & Suvaci, E. (2016). Effect of Precursor Type on Zinc Oxide Formation and Morphology Development during Hydrothermal Synthesis. *Hittite Journal of Science and Engineering*, 3(2), 73–80. <https://doi.org/10.17350/hjse19030000034>
- Pierson, H., & Pierson, H. (1994). H.O.pierson - Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes. *Noyes Publications*.
- Pimentel, A., Nunes, D., Duarte, P., Rodrigues, J., Costa, F. M., Monteiro, T., Martins, R., & Fortunato, E. (2014). Synthesis of long ZnO nanorods under microwave irradiation or conventional heating. *Journal of Physical Chemistry C*. <https://doi.org/10.1021/jp5027509>
- Poh, H. L., Šaněk, F., Ambrosi, A., Zhao, G., Sofer, Z., & Pumera, M. (2012). Graphenes prepared by Staudenmaier, Hofmann and Hummers methods with consequent thermal exfoliation exhibit very different electrochemical properties. *Nanoscale*. <https://doi.org/10.1039/c2nr30490b>
- Pokharel, P., Truong, Q. T., & Lee, D. S. (2014). Multi-step microwave reduction of graphite

- oxide and its use in the formation of electrically conductive graphene/epoxy composites. *Composites Part B: Engineering*, 64, 187–193. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.04.013>
- Putri, F. D., Ritonga, H. M., Murdiati, V., & Zainul, R. (2018). What Is Hydrothermal Liquefaction? *Hydrothermal*.
- Rahma, C. (2018). SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL FOTOKATALIS $\text{Na}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$ MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL. *Jurnal Optimalisasi*. <https://doi.org/10.35308/jopt.v3i4.263>
- Rai, P., Kwak, W. K., & Yu, Y. T. (2013). Solvothermal synthesis of ZnO nanostructures and their morphology-dependent gas-sensing properties. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 5(8), 3026–3032. <https://doi.org/10.1021/am302811h>
- Reina, G., González-Domínguez, J. M., Criado, A., Vázquez, E., Bianco, A., & Prato, M. (2017). Promises, facts and challenges for graphene in biomedical applications. In *Chemical Society Reviews*. <https://doi.org/10.1039/c7cs00363c>
- Rochman, R. A., Wahyuningsih, S., Ramelan, A. H., & Hanif, Q. A. (2019). Preparation of nitrogen and sulphur Co-doped reduced graphene oxide (rGO-NS) using N and S heteroatom of thiourea. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 509(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/509/1/012119>
- Sadasivuni, K. K., Ponnammma, D., Thomas, S., & Grohens, Y. (2014). Evolution from graphite to graphene elastomer composites. In *Progress in Polymer Science*. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.08.003>
- Saleem, H., Haneef, M., & Abbasi, H. Y. (2018). Synthesis route of reduced graphene oxide via thermal reduction of chemically exfoliated graphene oxide. *Materials Chemistry and Physics*. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.10.020>
- Shabannia, R. (2015). Vertically aligned ZnO nanorods on porous silicon substrates: Effect of growth time. *Progress in Natural Science: Materials International*. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2015.03.002>
- Smith, A. T., LaChance, A. M., Zeng, S., Liu, B., & Sun, L. (2019). Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. *Nano Materials Science*. <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2019.02.004>
- Somani, S. D., & Pawar, S. B. (2016). Graphene : A Review. *International Research Journal of Engineering and Technology*, 3(2), 375–378.
- Sorokina, N. E., Khaskov, M. A., Avdeev, V. V., & Nikol'skaya, I. V. (2005). Reaction of graphite with sulfuric acid in the presence of KMnO_4 . *Russian Journal of General Chemistry*, 75(2), 162–168. <https://doi.org/10.1007/s11176-005-0191-4>
- Sundari, C. D. D., Rahayu, R. F., & Windayani, N. (2018). Sintesis dan Karakterisasi Nanostruktur Tembaga Oksida dengan Metode Hidrotermal. *Al-Kimiya*. <https://doi.org/10.15575/ak.v5i1.3725>
- Syakir, N., Nurlina, R., Anam, S., Aprilia, A., Hidayat, S., & -, F. (2015). Kajian Pembuatan Oksida Grafit untuk Produksi Oksida Grafena dalam Jumlah Besar (Halaman 26 s.d. 29). *Jurnal Fisika Indonesia*. <https://doi.org/10.22146/jfi.24354>
- Szostak, R., Morais, A., Carminati, S. A., Costa, S. V., Marchezi, P. E., & Nogueira, A. F. (2018). Application of Graphene and Graphene Derivatives/Oxide Nanomaterials for Solar Cells. In *The Future of Semiconductor Oxides in Next-Generation Solar Cells* (Issue

- September). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811165-9.00010-7>
- Taghizadeh, S. M., Lal, N., Ebrahimezhad, A., Moeini, F., Seifan, M., Ghasemi, Y., & Berenjian, A. (2020). Green and economic fabrication of zinc oxide (ZnO) nanorods as a broadband UV blocker and antimicrobial agent. *Nanomaterials*, 10(3), 1–12. <https://doi.org/10.3390/nano10030530>
- Taha, T. H., Elnouby, M. S., Abu-Saied, M. A., & Alamri, S. (2020). The green exfoliation of graphite waste and its suitability for biosensor applications. *RSC Advances*, 10(16), 9347–9355. <https://doi.org/10.1039/c9ra09602g>
- Tao, H., Zhang, Y., Gao, Y., Sun, Z., Yan, C., & Texter, J. (2017). Scalable exfoliation and dispersion of two-dimensional materials-an update. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 19(2), 921–960. <https://doi.org/10.1039/c6cp06813h>
- Taufantri, Y., Irdhawati, I., & Asih, I. A. R. A. (2016). Sintesis dan Karakterisasi Grafena dengan Metode Reduksi Grafit Oksida Menggunakan Pereduksi Zn. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(1), 17–23. <https://doi.org/10.15408/jkv.v2i1.2233>
- Tayyebi, A., Outokesh, M., Tayebi, M., Shafikhani, A., & Şengör, S. S. (2016). ZnO quantum dots-graphene composites: Formation mechanism and enhanced photocatalytic activity for degradation of methyl orange dye. *Journal of Alloys and Compounds*, 663, 738–749. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.12.169>
- Thakur, S., & Karak, N. (2015). Alternative methods and nature-based reagents for the reduction of graphene oxide: A review. *Carbon*, 94(June), 224–242. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.06.030>
- Trivedi, S., Lobo, K., & Ramakrishna Matte, H. S. S. (2019). Synthesis, properties, and applications of graphene. In *Fundamentals and Sensing Applications of 2D Materials* (Issue January 2019). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102577-2.00003-8>
- Tufano, I., Vecchione, R., & Netti, P. A. (2020). Methods to Scale Down Graphene Oxide Size and Size Implication in Anti-cancer Applications. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 8(December). <https://doi.org/10.3389/fbioe.2020.613280>
- Van Heerden, X., & Badenhorst, H. (2015). The influence of three different intercalation techniques on the microstructure of exfoliated graphite. *Carbon*. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.03.006>
- Vessalli, B. A., Zito, C. A., Perfecto, T. M., Volanti, D. P., & Mazon, T. (2017). ZnO nanorods/graphene oxide sheets prepared by chemical bath deposition for volatile organic compounds detection. *Journal of Alloys and Compounds*. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.075>
- Vorrada, L., Krit, T., Passakorn, E., Wanchai, B., & Achanai, B. (2013). Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013, 1–5.
- Wahyuni, W. T., Zalvianita, R., & Heryanto, R. (2019). Pembuatan Recycle Screen Printed Carbon Electrode dan Aplikasinya untuk Deteksi Asam Galat dengan Teknik Voltammetri. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 22(5), 164. <https://ejournal.undip.ac.id/index.php/ksa/article/view/22878>
- Wang, F., Zhou, Y., Pan, X., Lu, B., Huang, J., & Ye, Z. (2018). Enhanced photocatalytic properties of ZnO nanorods by electrostatic self-assembly with reduced graphene oxide.

Physical Chemistry Chemical Physics. <https://doi.org/10.1039/c7cp06909j>

- Wang, R., Wang, Y., Xu, C., Sun, J., & Gao, L. (2013). Facile one-step hydrazine-assisted solvothermal synthesis of nitrogen-doped reduced graphene oxide: Reduction effect and mechanisms. *RSC Advances*, 3(4), 1194–1200. <https://doi.org/10.1039/c2ra21825a>
- Witjaksono, A. (2011). KARAKTERISASI NANOKRISTALIN ZnO HASIL PRESIPITASI DENGAN PERLAKUAN PENGERINGAN, ANIL DAN PASCA-HIDROTERMAL. In 2011.
- Wu, F., Xia, Y., Wang, Y., & Wang, M. (2014). Two-step reduction of self-assembled three-dimensional (3D) reduced graphene oxide (RGO)/zinc oxide (ZnO) nanocomposites for electromagnetic absorption. *Journal of Materials Chemistry A*. <https://doi.org/10.1039/c4ta04959d>
- Yoo, M. J., & Park, H. B. (2019). Effect of hydrogen peroxide on properties of graphene oxide in Hummers method. *Carbon*, 141, 515–522. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.10.009>
- Zaaba, N. I., Foo, K. L., Hashim, U., Tan, S. J., Liu, W. W., & Voon, C. H. (2017). Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering*, 184, 469–477. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.118>
- Zangmeister, C. D. (2010). Preparation and evaluation of graphite oxide reduced at 220 °c. *Chemistry of Materials*, 22(19), 5625–5629. <https://doi.org/10.1021/cm102005m>
- Zhang, C., Lv, W., Xie, X., Tang, D., Liu, C., & Yang, Q. H. (2013). Towards low temperature thermal exfoliation of graphite oxide for graphene production. In *Carbon*. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.05.033>
- Zhang, J., Tan, T., Zhao, Y., & Liu, N. (2018). Preparation of ZnO nanorods/graphene composite anodes for high-performance lithium-ion batteries. *Nanomaterials*, 8(12). <https://doi.org/10.3390/nano8120966>
- Zhang, Y., Li, Z., Li, J., Zhang, W., Tian, H., & Zhang, Z. (2019). In Situ Synthesis of ZnO Nanorods/Graphene Oxide Composite and Its Photocatalytic Property . *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. <https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16533>
- Zhao, W. S., Wang, D. W., D'Aloia, A. G., Chen, W., Wang, G., & Yin, W. Y. (2018). Recent progress of nano-electromagnetic compatibility (nano-EMC) in the emerging carbon nanoelectronics. *IEEE Electromagnetic Compatibility Magazine*, 7(2), 71–81. <https://doi.org/10.1109/MEMC.2018.8410686>
- Zhao, Y., Li, W., Pan, L., Zhai, D., Wang, Y., Li, L., & Cheng, W. (2016). ZnO-nanorods / graphene heterostructure : a direct electron transfer glucose biosensor. *Nature Publishing Group, December 2015*, 1–7. <https://doi.org/10.1038/srep32327>
- Zhou, X., Shi, T., & Zhou, H. (2012). Hydrothermal preparation of ZnO-reduced graphene oxide hybrid with high performance in photocatalytic degradation. *Applied Surface Science*, 258(17), 6204–6211. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.02.131>
- Zhu, J., & He, J. (2012). Facile synthesis of graphene-wrapped honeycomb MnO₂ nanospheres and their application in supercapacitors. *ACS Applied Materials and Interfaces*. <https://doi.org/10.1021/am3000165>
- Zou, W., Zhu, J., & Wang, X. (2011). Preparation and characterization of graphene oxide-ZnO nanocomposites. *Materials Science Forum*. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.688.228>

LAMPIRAN 1. Instrumen Penelitian

INSTRUMEN PENELITIAN TERAPAN



**FABRIKASI ZnO/GRAPHENE SEBAGAI ELEKTRODA
SUPERKAPASITOR BATERAI**

TIM PENGUSUL:

Dr. Sugianto, M.Si	NIDN 0019026105
Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si	NIDN 0011047802
Endah Widhiastuti, S.Farm., M.Sc, Apt	NIDN 0065826001

MAHASISWA:

Nabila Yasiroh	NIM 4311417003
Irma Fifa Yanti	NIM 4311417020
Denisa Fitri Salsabila	NIM 4311418023

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

APRIL, 2021

INSTRUMEN PENELITIAN

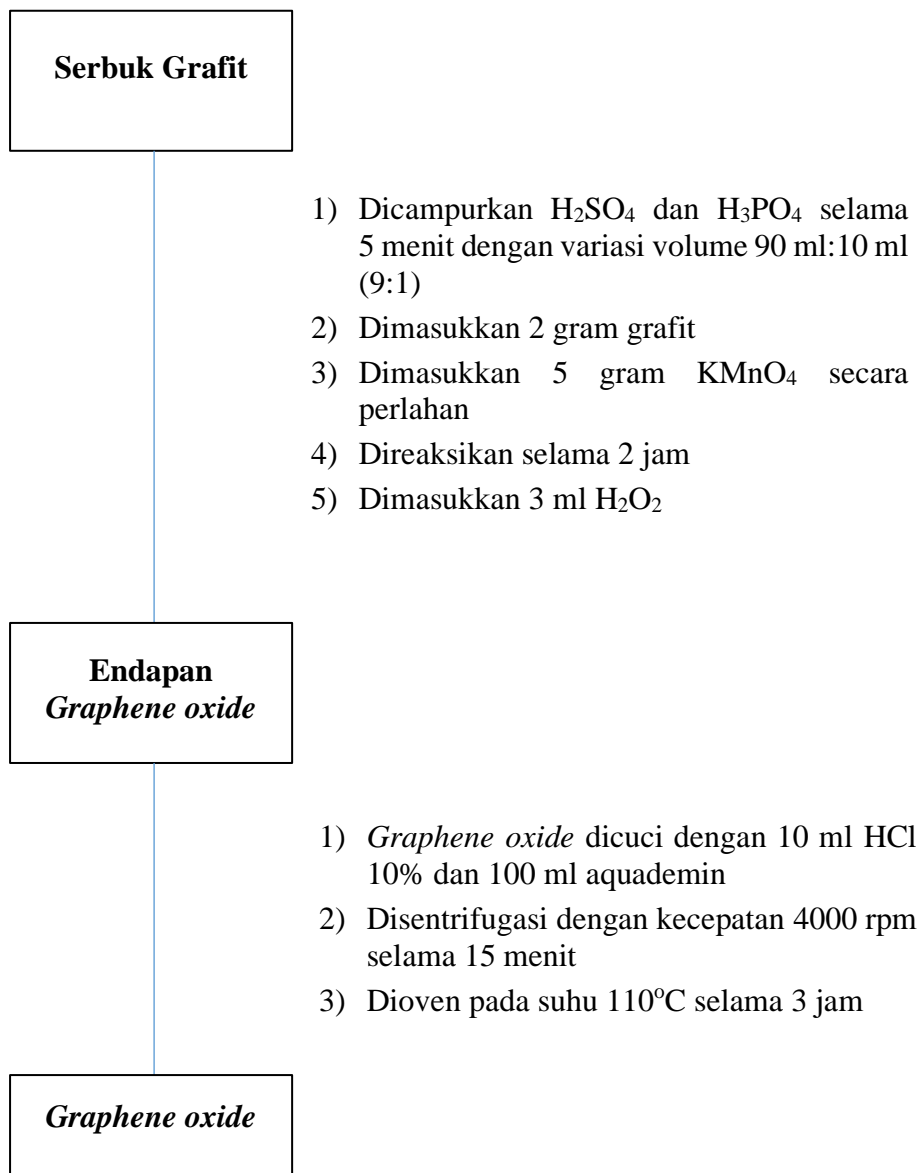
A. Alur Kerja

Fabrikasi ZnO/Graphene sebagai elektroda superkapasitor baterai dilakukan dalam 6 (enam) tahapan, yaitu:

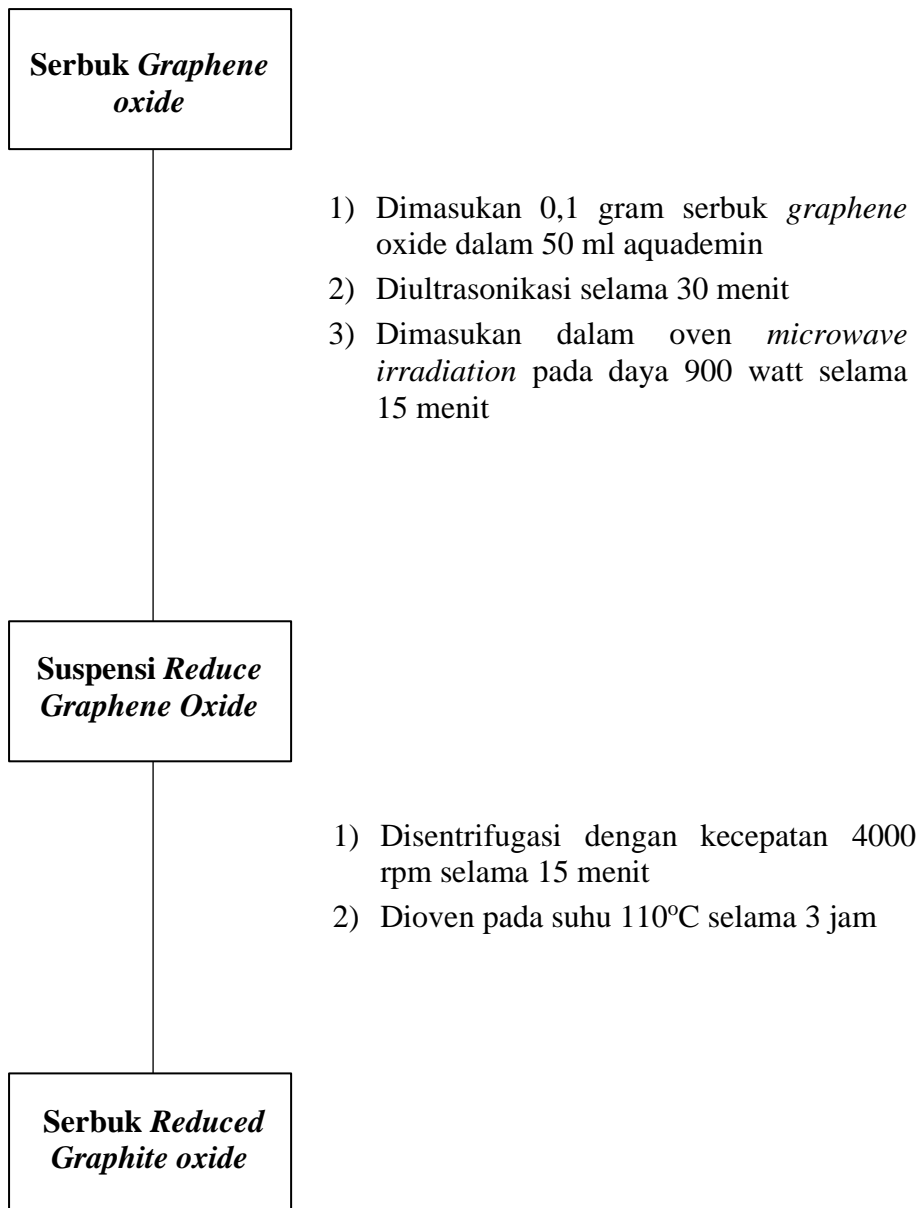
- 1) Sintesis *Graphene Oxide*
- 2) Sintesis Kontrol RGO (tanpa ZnO)
- 3) Sintesis Kontrol ZnO (tanpa *Graphene Oxide*)
- 4) Sintesis ZnO/graphene
- 5) Preparasi Elektroda ZnO/Graphene
- 6) Karakterisasi ZnO/graphene

Alur kerja masing masing tahap adalah sebagai berikut:

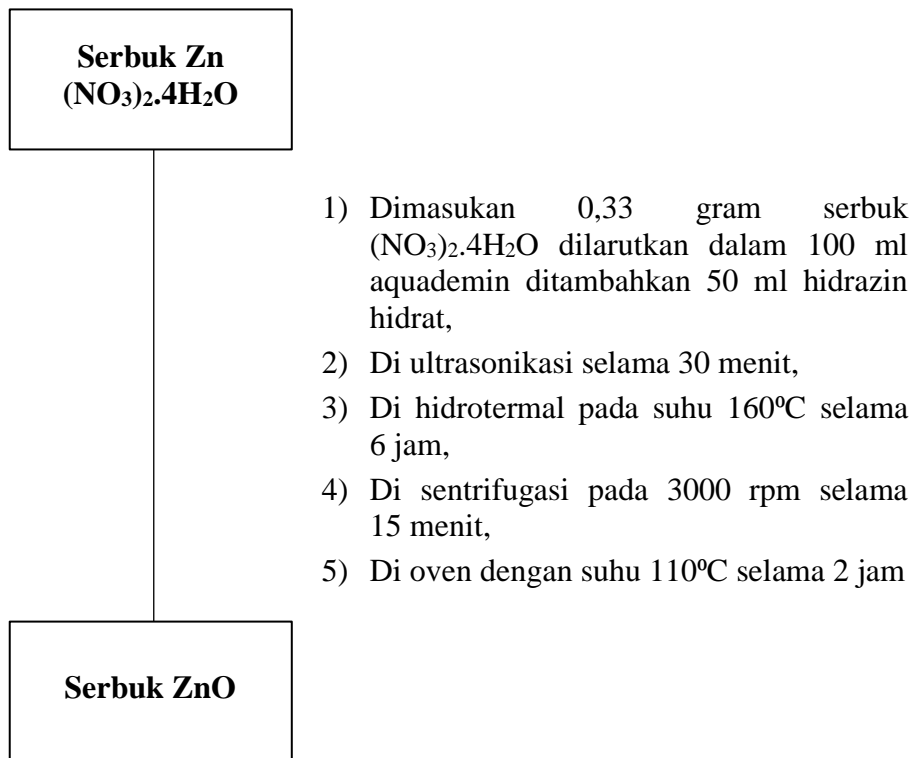
1. Sintesis *Graphene Oxide*



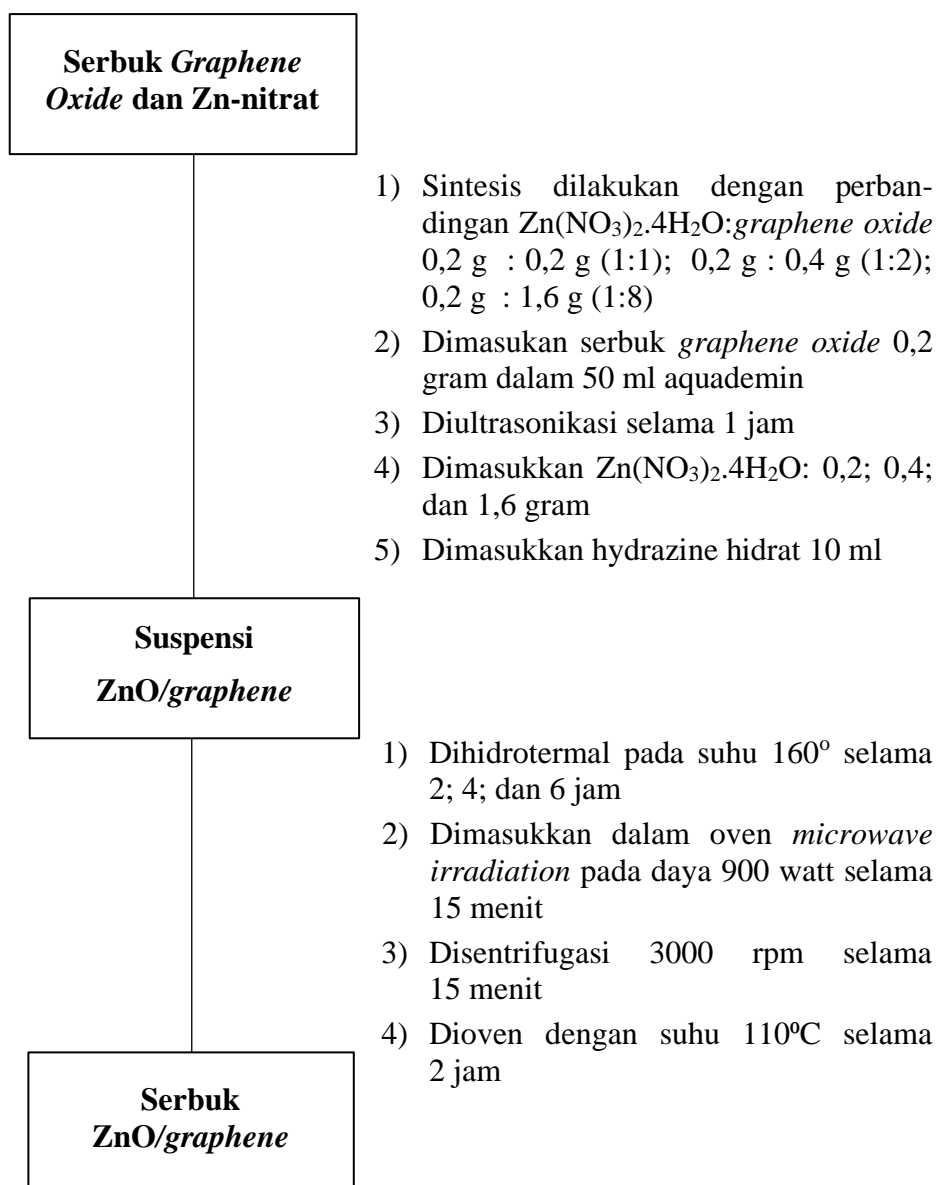
2. Sintesis Kontrol RGO (Tanpa ZnO)



3. Sintesis Kontrol ZnO (tanpa *graphene Oxide*)



4. Sintesis ZnO/graphene



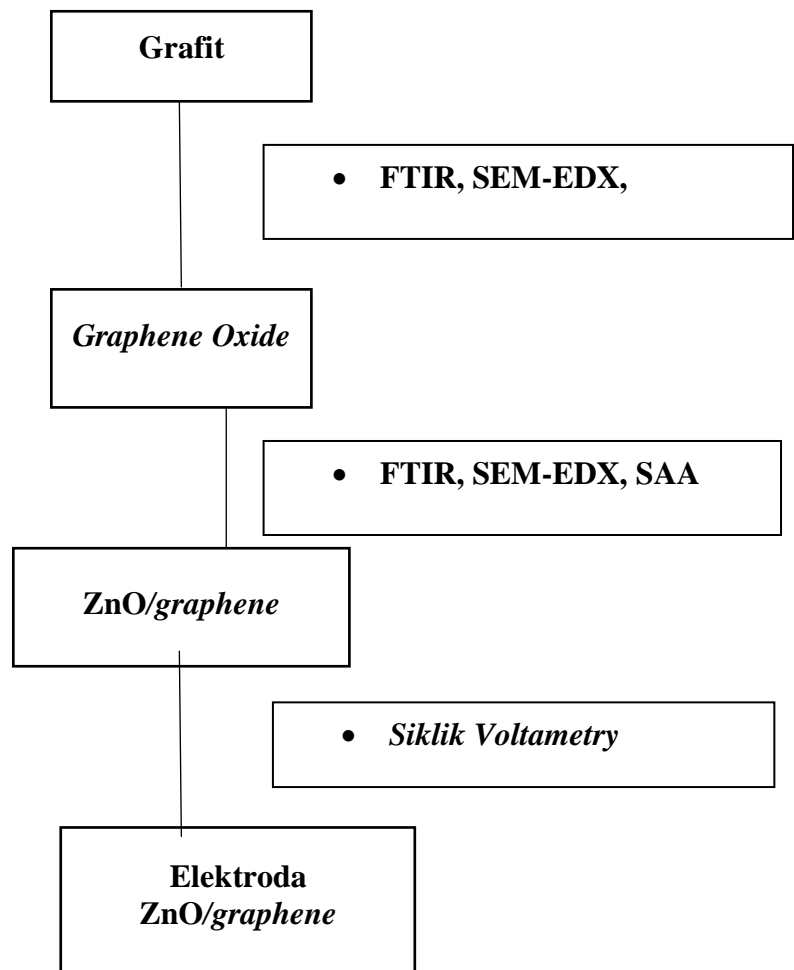
5. Preparasi Elektroda ZnO/*Graphene*

**Preparasi
ZnO/*Graphene***

- 1) 1 mg ZnO/graphene di larutkan kedalam aquades 1 mL (1:1).
- 2) ultrasonikasi selama 20 menit.
- 3) ditetaskan di atas elektroda kerja pada SPCE dan dikeringkan selama 2 jam.
- 4) pemindaian dengan menggunakan larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ 5 mmol/L dalam 0,1 mo/L KCl 10 mL.

**Elektroda
ZnO/*Graphene***

6. Karakterisasi ZnO/graphene



B. Tabulasi Data

Sampel	Sem EDX	FTIR	Kapasitansi	Produk
Grafit	v	v	v	v
Graphene	v	v	v	v
ZnO	v	v	v	v
ZnO/Graphene (rasio 1:1)	v	v	v	v
ZnO/Graphene (rasio 2:1)	v	v	v	v
ZnO/Graphene (rasio 8:1)	v	v	v	v
ZnO/Graphene (2 Jam Hid)	v	v	v	v
ZnO/Graphene (4 Jam Hid)	v	v	v	v
ZnO/Graphene (8 Jam Hid)	v	v	v	v

LAMPIRAN 2: Personalia Tim Penelitian

1. Ketua Peneliti

A. Identitas Diri

1	Nama Lengkap	Dr. Sugianto, M.Si. L
2	Jabatan Fungsional	Lektor Kepala
3	Jabatan Struktural	-
4	NIP	196102191993031001
5	NIDN	0019026105
6	Tempat dan Tanggal Lahir	Rembang, 19 Februari 1961
7	Alamat Rumah	Jln. Sindoro III/23 Ungaran Semarang Jawa Tengah
8	Nomor Telepon/Faks/ HP	081390950300
9	Alamat Kantor	Gedung D7 Lt 2 Kampus Unnes Sekaran Gunungpati Semarang, 50229
10	Nomor Telepon/Faks	024 -8508112/ 024 -8508112
11	Alamat e-mail	sugianto@mail.unnes.ac.id
12	Lulusan yang Telah Dihasilkan	
13	Mata Kuliah yang Diampu	Fisika Zat Padat
		Fisika Kuantum
		Pengantar Fisika Material
		Fisika Dasar

B. Riwayat Pendidikan

	S1	S2	S3
Nama Perguruan Tinggi	Institut Keguruan Ilmu Pendidikan Semarang	Institut Teknologi Bandung	Institut Teknologi Bandung
Bidang Ilmu	Pendidikan Fisika	Fisika	Fisika
Tahun Masuk-Lulus	1985	1996	2005
Judul Skripsi/Thesis/Disertasi	Studi Komparasi Kegiatan Laboratorium	Studi Substitusi Nd pada Superkonduktor YBCO	Penumbuhan Struktur hetero GaN-AlGaIn dengan PA-MOCVD
Nama Pembimbing/Promotor	Drs. Iswoyo PIA	Prof. Barmawi	Prof. Barmawi

C. Pengalaman Penelitian Dalam 5 Tahun Terakhir

	Tahun	Judul Penelitian	Pendanaan	
			Sumber	Jml (Juta Rp)
	2008	Penumbuhan film tipis CdTe untuk bahan Sel Surya. Penelitian dana PNBPN Unnes (<i>Ketua Peneliti</i>)	PNBP UNNES	5.000.000
	2012	Sel surya film tipis berbasis material CdTe(<i>cadmium telluride</i>) dan CdS(<i>cadmium sulfida</i>) (<i>Ketua Peneliti</i>)	DIPA UNNES	45.000.000
	2015	Penumbuhan Film Tipis Zinc Oksida dengan Doping Aluminium Oksida dengan Metode DC Magnetron Sputtering (<i>Ketua Peneliti</i>)	DIPA Fakultas	7.000.000
	2016	Pengaruh Temperatur Annealing Pada Karakterisasi Film Tipis Zinc Oksida Doping Aluminium Oksida (<i>Ketua Peneliti</i>)	DIPA Fakultas	8.000.000
	2017	Pengaruh Tekanan Oksigen Pada Proses Annealing Film Tipis ZnO:Al	DIPA Fakultas	10.000.000
	2017	Pengaruh Daya Plasma Pada Film Tipis Zinc Oxide dengan Doping Gallium Oxide	DIPA Fakultas	10.000.000
	2018	Kajian Struktur Absorber untuk Peningkatan Unjuk Kerja Film Tipis Sel Surya Heterojunction CdTe	DIPA Fakultas	10.000.000
	2019	Analisis Struktur, Sifat Optik Dan Sifat Listrik Film Tipis ZnO:In Sebagai Material Window Layer Pada Sel Surya	DIPA Fakultas	10.000.000

D. Pengalaman Pengabdian kepada Masyarakat Dalam 5 Tahun Terakhir

o.	Tahun	Judul Pengabdian Kepada Masyarakat	Pendanaan	
			Sumber	Jml (Juta Rp)
	2009	Pelatihan Penulisan Karya Ilmiah untuk Guru SMA di Kudus	Mandiri	-
	2011	Pelatihan manajemen laboratorium sekolah	Mandiri	-
	2016	Optimalisasi Pemanfaatan Perangkat Lunak Opensource dalam Pembelajaran Fisika Bagi Guru Fisika SMA di Kabupaten Semarang	DIPA Fakultas	5.000.000
	2017	Pelatihan Pengembangan Alat Evaluasi Untuk Mengimplementasikan Kurikulum 2013 Bagi Guru SMA Kabupaten Blora	DIPA Fakultas	5.000.000
	2018	Pengembangan Model Smart School System Di Smp Negeri 1 Tirtomoyo Wonogiri	DIPA Fakultas	5.000.000
	2019	Pemanfaatan Sensor Pada Smartphone Android Dalam Praktikum Fisika Bagi Guru Fisika Di Kota Magelang	DIPA Fakultas	3.500.000

E. Pengalaman Penulisan Artikel Ilmiah Dalam Jurnal Dalam 5 Tahun Terakhir

No.	Judul Artikel Ilmiah	Volume/ Nomor/Tahun	Nama Jurnal
1	Growth of europium-doped gallium oxide(Ga ₂ O:Eu) thin films deposited by homemade DC magnetron sputtering	Vol. 6:17./ 2012	Journal of Theoretical and Applied Physics
2	Preliminary study of CdTe and CdTe:Cu thin film nanostructures deposited by using DC magnetron sputtering.	Vol. 1555, p. 48-52./2013	AIP Conf. Proc.
3	Room-temperature deposition of ZnO thin film by using DC magnetron sputtering	Vol. 896 No. /2014	Advanced Materials Research
4	Structure evolution of zinc oxide thin films deposited by unbalance DC magnetron Sputtering	Vol. 1729, p.020039./2016	AIP Conf. Proc.
5	Effects of argon pressure on the properties of ZnO:Gathin films deposited by DC magnetron sputtering	Vol. 1719 (1), p. 101063./2016	AIP Conf. Proc
6	Synthesis of phenolic based resist materials for photolithography	Vol. 32 No. 1/2016	Oriental Journal of Chemistry

7	Properties of ZnO:Ga Thin Films Deposited by dc Magnetron Sputtering: Influence of Ga-Doped Concentrations on Structural and Optical Properties	Volume 13, Issue 12 Pages 1394-1399 / 2016	<i>American Journal of Applied Sciences</i> DOI: 10.3844/ajassp.2016.1394.1399
8	Structural and Morphological Study on ZnO:Al Thin Films Grown Using DC Magnetron Sputtering	Series 983 (2018) 012012	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 983 (2018) 012012 doi :10.1088/1742-6596/983/1/012012
9	Growth of <i>a</i> -axis- oriented Al-doped ZnO thin film on glass substrate using unbalanced DC magnetron sputtering	Series 1191 (2019) 012031	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1191 (2019) 012031
10	The effect of annealing on ZnO:Al thin film growth on preparatory glass substrate by dc magnetron sputtering	Series 1387 (2019) 012007	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conference Series 1387 (2019) 012007
11	Optimization of parameters for generating nitrogen plasma in plasma- assisted MOCVD growth of InGaN thin films	Vol. 9 p.115304/2019	AIP Advances 9, 115304 (2019).
12	Photoluminescence study of ZnO:Al thin films with different power plasma	Series 1321 (2019) 022009	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conference Series, 2019, 1321(2), 022009
13	Room-temperature photoluminescence of Mg-doped GaN thin films grown by plasma-assisted MOCVD	Vol 10 (2020) 045123	AIP Advances, 2020, 10(4), 045123

14	X-ray diffraction studies of ZnO:Cu thin films prepared using sol-gel method	Series 1567(2), 022004 (2020)	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conference Series, 1567(2), 022004, (2020)
15	Influence of annealing duration on structural, optical and electrical properties of AZO thin films grown on corning glass by dc magnetron sputtering	Series, 1567(2), 022003, (2020)	Journal of Physics: Conference Series, 2020, 1567(2), 022003
16	Performance profile analysis of ZnO/CdS/CdTe solar cells thin film : A review of absorber thickness and device temperature	Series 1567(2), 022007 (2020)	IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conference Series, 2020, 1567(2), 022007
17	Characteristics and photocatalytic activity of highly c-axis-oriented ZnO thin films	Vol: 96(1) 226-235. (2020)	Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2020, 96(1), pp. 226–235

F. Pengalaman Penyampaian Makalah Secara Oral Pada Pertemuan/ Seminar Ilmiah dalam 5 Tahun Terakhir

No.	Nama Pertemuan Ilmiah / Seminar	Judul Artikel Ilmiah	Waktu dan Tempat
1	6 th Kentingan Physics Forum, International Conference on Physics and Its Applications (ICOPIA)	Structural Analysis of CdTe Thin Films Prepared by dc Magnetron Sputtering Method Integration	3 Oktober 2012, UNS – Solo
2	6 th Kentingan Physics Forum, International Conference on Physics and Its Applications (ICOPIA)	Structural Analysis of undoped and aluminium doped ZnO thin film by dc magnetron sputtering	3 Oktober 2012, UNS – Solo
3	Seminar Nasional MIPA, UNNES	Pengaruh Temperatur Deposisi terhadap Struktur dan Sifat Optik Film Tipis Zinc Oxide (ZnO) Doping Aluminium (Al) dengan metode <i>DC Magnetron Sputtering</i>	2015
4	Seminar Nasional Material FMIPA ITB	Pengaruh Oksidasi Setelah Deposisi Terhadap Sifat Film Tipis ZnO:Ga	16 April 2016
5	International Conference of Education, Science and Technology (ICESTech) 2019, UNP Padang	Effect of annealing on ZnO:Al thin film growth on preparatory glass substrate by dc magnetron sputtering	15 Maret 2019

6	Internastional Conference of Mathematic, Science and Education (ICMSE) 2019, FMIPA UNNES	Influence of annealing duration on structural, optical and electrical properties of AZO thin films grown on corning glass by dc magnetron sputtering	9 -10 Oktober 2019
7	Internastional Conference of Mathematic, Science and Education (ICMSE) 2020, FMIPA UNNES	Modification of hydrothermal synthesis using microwave irradiation for ZnO/graphene nanocomposite	6 Oktober 2020 UNNES
8	International Webinar Of Mathematics, Natural Sciences, And Learning In The New Normal Order (IWMANSELEN) 2020	Blue luminescence of indium-doped ZnO thin films prepared by DC magnetron sputtering	15 Oktober 2020 Universitas Negeri Manado
6	Internastional Conference of Mathematic, Science and Education (ICMSE) 2019, FMIPA UNNES	Influence of annealing duration on structural, optical and electrical properties of AZO thin films grown on corning glass by dc magnetron sputtering	9 -10 Oktober 2019
7	Internastional Conference of Mathematic, Science and Education (ICMSE) 2020, FMIPA UNNES	Modification of hydrothermal synthesis using microwave irradiation for ZnO/graphene nanocomposite	6 Oktober 2020 UNNES

Semua data yang saya isikan dan tercantum dalam biodata ini adalah benar dan dapat dipertanggungjawabkan secara hukum. Apabila di kemudian hari ternyata dijumpai ketidaksesuaian dengan kenyataan, saya sanggup menerima risikonya. Demikian biodata ini saya buat dengan sebenarnya.

Semarang, 15 Maret 2021
Pengusul,



(Sugianto)

NIP. 196102191993031001

Anggota Peneliti 2

A. IDENTITAS DIRI

1	Nama Lengkap	Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si.
2	Jenis Kelamin	P
3	Jabatan Fungsional	Lektor
4	NIP	1977704112005012014
5	NIDN	0011047703
6	Tempat dan Tanggal lahir	Yogyakarta, 11-04-1977
7	Alamat rumah	Jl. Pakintelan Raya No. 3 Pakintelan, Gunungpati
8	Nomor Telepon /HP	08156589843
7	Alamat kantor	Gd.D6 lt.2 FMIPA Kampus Sekaran Semarang
8	Alamat Email	triastuti.s@mail.unnes.ac.id
9	ID Sinta	5976865
10	ID Scopus	57191248611
11	H-Index	4

B. PENELITIAN DALAM 5 TAHUN TERAKHIR

No	Tahun	Judul	Sumber dana	Peran	Skema
1	2021-2023	Produksi dan Uji Performa Hematite/Biochar Nanocomposite dari Limbah Biomassa Melalui Pirolisis Berbasis Gelombang Mikro	Ristekdikti	Anggota Pengusul	Penelitian Terapan
2	2021-2022	Advanced Oxidation Process Dalam Pengolahan Limbah Cair Menggunakan Material Komposit WO_3 Melalui Sonocatalytic	Ristekdikti	Anggota Pengusul	World Class Research
3	2021-2022	Produksi dan Uji Performa Hematite/Biochar Nanocomposite dari Limbah Biomassa Melalui Pirolisis Berbasis Gelombang Mikro	Ristekdikti	Anggota Pengusul	Penelitian Terapan
4	2021	Modifikasi Membran Green Adsorben Berbasis Kitosan Alginat Dalam Rangka Peningkatan Performanya Untuk Remediasi Zat Warna Di Perairan	DIPA (PNBP) UNS	Anggota Pengusul	Penelitian Kolaborasi Perguruan Tinggi Dalam Negeri (PKPTDN)
5	2020	Preparasi Senyawa Magnetik Anorganik Dan Organik Sebagai Adsorben Zat Warna Tekstil	DIPA UNNES	Ketua Pengusul	Penelitian Dasar
6	2019-2020	Penurunan kadar zinc dalam limbah cair industri batik menggunakan microwave induced KOH activated carbon-magnetite dalam modified packed bed column	Ristekdikti	Anggota Pengusul	Penelitian Terapan

7	2019	Pengaruh Komposisi Hidrogen Peroksida dan Minyak Kedelai sebagai Porous Directing Agent terhadap Karakteristik Mesoporous Geopolymer Beads Berbahan Dasar Abu Layang	DIPA UNNES	Anggota Pengusul	Penelitian Dasar
8	2019	Scale Up Microhybrid Pyrolyser untuk Produksi Karbon Aktif Berbasis Limbah Biomassa Sebagai Biogas Storage	DIPA UNNES	Anggota Pengusul	Penelitian Dasar
9	2018	Monitoring Produksi Alkohol Di Sentra-Sentra Industri Alkohol Jawa Tengah	DIPA UNNES	Anggota Pengusul	Penelitian Hibah Profesor
10	2018	Pemulihan Zat Warna Dari Limbah Cair Industri Batik Menggunakan Microwave Induced Koh Activated Carbon-Magnetite Sebagai Upaya Konservasi Lingkungan	DIPA UNNES	Ketua Pengusul	Penelitian Terapan
11	2016	Pengembangan Model Pengolahan Limbah Cair Industri Batik Menggunakan Adsorben Berbasis Limbah Lignoselulosa	Ristekdikti	Anggota Pengusul	Penelitian Produk Terapan

C. PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT DALAM 5 TAHUN TERAKHIR

No	Tahun	Judul	Sumber dana	Peran
1	2021	Pemanfaatan Limbah Cair Alkohol Guna Meningkatkan Pendapatan Peternak Kelinci melalui Pakan Probiotik dan Pupuk Organik	DIPA UNNES	ketua
2	2021	Pemberdayaan Pembuatan Sabun Cuci Tangan dan Antiseptik Berbahan Herbal Dalam Upaya Gerakan Perilaku Hidup Bersih dan Sehat untuk Mencegah Penyebaran COVID-19	DIPA UNNES	Anggota
3	2020	Edukasi Pembuatan Hand soap dan hand sanitizer Sebagai Upaya Pencegahan COVID-19 Di Sekolah Dasar/MI wilayah Kecamatan Gunungpati	DIPA MIPA	Ketua
4	2020	Pelatihan Pembuatan Sabun dan Hand Sanitizer bagi Guru, Karyawan dan Siswa SMP/SMA IT Bina Amal Gunungpati	DIPA MIPA	anggota
5	2019	Seni Ecoprinting Bagi Anak-Anak Panti Asuhan Guna Meningkatkan Jiwa Konservasi Dan Kewirausahaan	DIPA MIPA	Ketua
6	2018	Diseminasi teknologi basic wood-fired evaporator untuk meningkatkan kualitas gula aren tradisional produksi desa jawisari kabupaten KENDAL	DIPA UNNES	Anggota
7	2017	IbM Pembuatan Pupuk Kandang Menggunakan Bakteri Starter Berbahan Dasar Limbah Alkohol	DIKTI	Ketua

8	2016	IbM Pengemukakan Kambing melalui Pakan Ternak Fermentasi Berbahan Dasar Limbah Bioetanol	DIKTI	Ketua
9	2016	IbM Pembuatan pupuk fermentasi cair berbasis limbah vinasse	DIKTI	Anggota

D. SEMINAR ILMIAH DALAM 5 TAHUN TERAKHIR

No	Nama pertemuan ilmiah	Judul artikel ilmiah	Waktu, Tempat
1	7th International Conference on Mathematics, Science, and Education (ICMSE 2020)	Preparation of Magnetite Coated Humic Acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-AH}$) and Its Application to Malachite Green Dye	06/10/2020, Indonesia, daring
2	7th International Conference on Mathematics, Science, and Education (ICMSE 2020)	Conversion of palm oil fuel ash (POFA) into foamy geopolymer for lightweight building material application by aluminum powder addition	06/10/2020, Indonesia, daring
3	The 9th Engineering International Conference	Synthesis and characterization of magnetic activated carbon from ceiba pentandra fiber for zinc ion removal	24/09/2020, Indonesia, daring
4	7th International Conference on Mathematics, Science, and Education (ICMSE 2018)	Preparation of Mg/Al/Fe- NO_3 Hydrotalcite and its application as adsorbent for Cl^- ions	8/9/2018-9/9/2018 Bali Indonesia
5	7th International Conference on Mathematics, Science, and Education (ICMSE 2018)	The Study Of Alcohol Composition from Sugar Cane Mollase Fermentation In Bekonang Alcohol Industry	8/9/2018-9/9/2018 Bali Indonesia
6	2017 2nd International Conference on Energy Enginerering and Smart Materials (ICEESM 2017)	Hydrothermal Effect on the Performance of Mg/Al- NO_3 Hydrotalcite as Adsorbent for $[\text{AuCl}_4]^-$	7/7/2017 - 7/9/2017 Perancis
7	Materials Science and Engineering 2016 (MSE 2016)	Kinetic And Isotherm Investigations Of Removal $[\text{AuCl}_4]^-$ With Novel Mg/Al- NO_3 Hydrotalcite-Magnetite	9/27/2016 - 9/29/2016 Jerman

E. Publikasi Dalam Jurnal 5 Tahun Terakhir

No	Judul Artikel	Peran	Nama Jurnal, Tahun terbit, Volume, Nomor, P-ISSN/E-ISSN	url
1	Preparation of magnetite coated humic acid ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-HA}$) as malachite green dye adsorbent	first author	Journal of Physics, 2021, 1918, 032005, 1742-6596	https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/1918/3/032005
	Conversion of palm oil fuel ash (POFA) into foamy geopolymer for lightweight building material application	co-author	Journal of Physics: Conference Series, 2021, 1918(3), 032001	https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/1918/3/032001

	by aluminum powder addition			
	A. Synthesis and characterization of magnetic activated carbon from Ceiba pentandra fiber for zinc ion removal	co-author	IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2021, 700(1), 012043	https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1755-1315/700/1/012043
	B. Study of Czts morphology grown by immersion and sulfurization	co-author	AIP Conference Proceedings, 2021, 2320, 030009	https://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/5.0037824
2	Synthesis of magnetically separable activated carbon from ineapple crown leaf for zinc ion removal	co-author	Materials Science Forum, 2020, 1007, 1, 1662-9752	https://www.scientific.net/MSF.1007.71
3	The proliferation of effective microorganism (EM) in vinasse and its application in the manufacture of livestock waste based fertilisers	first author	Journal of Chemical Technology and Metallurgy, 2019, 54, 4, 1314-7471	https://dl.uctm.edu/journal/node/j2019-4/10_18-105_p_727-732.pdf
4	Thermal conversion of pineapple crown leaf waste to magnetized activated carbon for dye removal	co-author	Bioresource Technology, 2019, 0960-8524, 121426, 0960-8524	https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S096085241930656X
5	Quality monitoring of salt produced in Indonesia through seawater evaporation on HDPE geomembrane lined ponds	co-author	Journal of Physics, 2018, 983,-, 1742-6596	https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/983/1/012166
6	Equilibrium and Kinetics of Adsorption of Methyl Violet from Aqueous Solutions Using Modified Ceiba pentandra Sawdust.	co-author	Asian journal of chemistry, 2017, 29, 1, 0975-427X	http://www.asianjournalofchemistry.co.in/user/journal/viewarticle.aspx?ArticleID=29_1_28

7	Synthesis and Characterization of Magnetites obtained from Mechanically and Sonochemically Assisted Co-precipitation and Reverse Co-precipitation Methods	first author	International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing, 2017, 5, 1, 1793-8198	http://www.ijmmm.org/index.php?m=content&c=index&a=show&catid=47&id=336
8	Adsorption of [AuCl ₄] ⁻ on Ultrasonically and Mechanical-Stirring Assisted Mg/Al-NO ₃ Hydrotalcite Magnetite	first author	Indonesian Journal of Chemistry, 2016, 16, 3, 14119420	https://jurnal.ugm.ac.id/ijc/article/view/21141
9	Chemically modified kapok sawdust as adsorbent of methyl violet dye from aqueous solution	co-author	Jurnal Teknologi (Science and Engineering), 2016, 78, 9, 2180-3722	https://journal.unnes.ac.id/nju/index.php/saintekno/article/view/9001
10	Preparation of Magnetite-Mg/Al Hydrotalcite through Hydrothermal Process and Subsequent Calcination	first author	Advanced Materials Research, 2015, 1101, 0, 1662-8985	https://www.scientific.net/AMR.1101.336

Semua data yang saya isikan dan tercantum dalam biodata ini adalah benar dan dapat dipertanggungjawabkan secara hukum. Apabila di kemudian hari ternyata dijumpai ketidaksesuaian dengan kenyataan, saya sanggup menerima sanksi.

Demikian biodata ini saya buat dengan sebenarnya untuk memenuhi salah satu persyaratan dalam pengajuan penelitian/pengabdian kepada masyarakat.

Semarang, 20 September 2021



Dr. Triastuti Sulistyaningsih, M.Si.

Anggota Peneliti 3

A. Identitas Diri

1	Nama Lengkap	Endah Widhihastuti, M. Sc., Apt
2	Jenis Kelamin	Perempuan
3	Jabatan Fungsional	Tenaga Pengajar
4	NIP/NIK/Identitas lainnya	198902102019032017
5	NIDN	0010028905
6	Tempat dan Tanggal Lahir	Surakarta, 10 Februari 1989
7	Alamat Rumah	Pundung Gede, 06/09, Joglo, Banjarsari, Surakarta
8	Nomor Telepon/HP	085642343933
9	Alamat Kantor	Jurusan Kimia FMIPA Unnes, Gedung D6 lantai 2, Kampus Sekaran Gunungpati, Semarang, 50229
10	Nomor Telepon/Faks	(024) 8508035
11	Alamat Email	endahwidhihastuti@mail.unnes.ac.id nd.widhi@gmail.com
12	Lulusan yang Telah Dihilangkan	-
13	Mata Kuliah yg Diampu	1. Kimia Farmasi 2. Kimia Medisinal 3. Kimia Dasar 4. Analisis Farmasi Dasar 5. Analisis Farmasi Instrumental

B. Riwayat Pendidikan

	S-1	Apoteker	S-2
Nama Perguruan Tinggi	Universitas Muhammadiyah Surakarta	Universitas Muhammadiyah Surakarta	Universitas Gadjah Mada
Bidang Ilmu	Farmasi	Industri	Penjaminan Kualitas Obat dan Makanan
Tahun Masuk-Lulus	2007-2011	2011-2012	2013-2015
Judul Skripsi/Tesis/Disertasi	Pengukuran Aktivitas Antioksidan dengan Metode DPPH serta	-	Efek Pemberian Ekstrak Etil Asetat Daun

	Korelasinya dengan Kadar Fenolik pada Lima Jenis Herba Bahan Obat Alam Indonesia		Sukun (Artocarpus Altilis) Pada Mencit Model Rheumatoid Arthritis: Kajian terhadap Kadar Interleukin-6 dan Tumor Necrotic Factor- α serta Gambaran Histopatologis Persendian Pada Mencit Balb/c
Nama Pembimbing/Promotor	Prof. Dr. Muhammad Da'i, M.Si., Apt Ika Trisharyanti Dian Kusumowati, M.Farm., Apt		Dr. rer. nat. Nanang Fakhrudin, M.Si., Apt. drh. Sitarina Widyarini, MP., Ph.D.

C. Pengalaman bekerja

No	Tahun	Pengalaman Kerja
1	2012 – 2013	Bekerja di PT Etercon Farma, Semarang sebagai staff Quality Control
2	2016	Bekerja di Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang sebagai Dosen
3	2017 - 2019	Bekerja di Politeknik Indonusa Surakarta sebagai Dosen terbang
4	2019	Bekerja di STIKES Nasional sebagai Dosen Terbang
5	2019-sekarang	Bekerja di Program Studi D3 Farmasi Polteka Mangunwijaya sebagai Dosen terbang
6	2019-sekarang	Bekerja di Program Studi Farmasi Universitas Negeri Semarang sebagai Dosen Pengajar

D. Pengalaman Penelitian Dalam 5 Tahun Terakhir

No	Tahun	Judul Penelitian	Sumber
1	2020	Sintesis Koagulan Alami Berbasis Selulosa Crosslink Limbah Kulit Durian Termodifikasi PAC Sebagai	DIPA PNBPN UNNES 2020

		Pemulih Limbah Industri Makanan	
2	2021	Bawang Dayak sebagai Obat Covid-19 melalui Jalur Antiinflamasi Subkronis	DIPA PNBPNUNNES 2021

E. Pengalaman Pengabdian Kepada Masyarakat dalam 5 Tahun Terakhir

No	Tahun	Judul Penelitian	Sumber
1	2020	Pemberdayaan Masyarakat RW 08 Kelurahan Genuk melalui Penyuluhan Pencegahan COVID-19 dan Pelatihan Pembuatan Sabun Cair berbahan Minyak Serai Wangi	DIPA PNBPNUNNES

F. Pelatihan/Workshop yang pernah dilakukan

No	Pelatihan/Workshop	Penyelenggara	Waktu dan Tempat
1	Worshop Buku Ajar	FMIPA UNNES	30 Juli 2019
2	Pemanfaatan Teknologi Microsoft 365 dalam Pembelajaran	UPT Teknologi Informasi dan Komunikasi	2-8 Oktober 2019
3	PEKERTI	LP3	27-31 Januari 2020

G. Pengalaman Menyampaikan Makalah Secara Oral Pada Pertemuan/ Seminar Ilmiah

No	Nama Pertemuan Ilmiah/Seminar	Judul Artikel Ilmiah	Waktu dan Tempat

H. Pengalaman Menulis Buku 5 Tahun Terakhir

No	Judul Buku	Tahun	Jumlah Halaman	Penerbit
1	Petunjuk Praktikum Farmasi Fisika	2019	84	Unnes Press
2	Buku Petunjuk Praktikum Kimia Dasar	2019	70	Unnes Press
3	Panduan Praktikum Farmakologi	2020	67	Unnes Press
4	Petunjuk Praktikum Kimia Analitik Dasar	2020	100	Unnes Press

I. Pengalaman Review atau Editorial

No.	Nama Jurnal	Penyelenggara	Waktu
1	Layouter artikel pada ICMSE	FMIPA	2019-sekarang
2	Editorial Team pada pada JIPK	Jurusan Kimia	2021

3	Editorial Team pada Jurnal Berdaya	FMIPA	2021
4	Reviewer KBMI UNNES	UNNES	2021
5	Reviewer PKM	UNNES	2021

J. Pengalaman Panitia/Badan pada Perguruan Tinggi


No.	Nama Badan/Panitia	Waktu
1	Dosen Pembina LK FMIPA UNNES	2020-sekarang
2	Pembimbing mahasiswa berprestasi FMIPA UNNES	2021
3	Tim pembina kewirausahaan mahasiswa universitas negeri semarang	2021

Semarang, 23 Maret 2021



Endah Widhihastuti, M. Si., Apt M.Sc.
NIP. 198902102019032017

LAMPIRAN 3: Surat Perjanjian Penelitian



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT
Gedung Prof. Dr. Retno Sriningsih Satmoko, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229
Telp/Fax (024) 8508087, (024) 8508089
Laman: <http://lppm.unnes.ac.id> Email: lppm@mail.unnes.ac.id

SURAT PERJANJIAN
PELAKSANAAN PENELITIAN TERAPAN (UNIVERSITAS)
DANA DIPA UNNES TAHUN 2021
Nomor: 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021

Pada hari ini Senin tanggal Dua puluh enam bulan April tahun Dua ribu dua puluh satu, kami yang bertandatangan di bawah ini:

1. Dr. Suwito Eko Pramono M. Pd. : **Pejabat Pembuat Komitmen** Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Negeri Semarang yang berkedudukan di Semarang, berdasarkan Keputusan Rektor Universitas Negeri Semarang Nomor : B/3/UN37/HK/2021 tanggal 4 Januari 2021, dalam hal ini bertindak untuk dan atas nama KPA Universitas Negeri Semarang, untuk selanjutnya disebut **PIHAK PERTAMA**;

2. Dr Sugianto M.Si : Dosen pada FMIPA Universitas Negeri Semarang, dalam hal ini bertindak sebagai Pengusul dan Ketua Pelaksana Penelitian Terapan (Universitas) Tahun Anggaran 2021 untuk selanjutnya disebut **PIHAK KEDUA**

PIHAK PERTAMA dan **PIHAK KEDUA** secara bersama-sama bersepakat mengikatkan diri dalam suatu Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Terapan (Universitas) dengan ketentuan dan syarat-syarat yang diatur dalam pasal-pasal sebagai berikut.

PASAL 1
Dasar Hukum

Perjanjian penugasan ini berdasarkan kepada:

1. Peraturan Menteri Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia Nomor 23 Tahun 2015 tentang Organisasi dan Tata Kerja Universitas Negeri Semarang.
2. Peraturan Menteri Keuangan Nomor 119/PMK.02/2020 tentang Standar Biaya Masukan Tahun Anggaran 2021.
3. Keputusan Rektor Universitas Negeri Semarang Nomor : 302/P/2018 tanggal 26 Juni 2018, tentang Pemberhentian dan Pengangkatan Pimpinan Lembaga dan Pimpinan Pascasarjana Antar waktu Universitas Negeri Semarang.
4. Keputusan Rektor Universitas Negeri Semarang Nomor B/3/UN37/HK/2021 tanggal 4 Januari 2021, tentang Pengangkatan Pejabat Perbendaharaan/Pengelola Keuangan Tahun Anggaran 2021 Universitas Negeri Semarang.
5. Surat Keputusan Rektor Universitas Negeri Semarang Nomor : B/335/UN37/HK/2021 tanggal 12 April 2021 tentang Penetapan Pelaksanaan Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Negeri Semarang Tahun 2021.
6. Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Negeri Semarang (UNNES) Nomor DIPA : SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020.

PASAL 2
Ruang Lingkup Perjanjian

- (1) **PIHAK PERTAMA** memberi tugas kepada **PIHAK KEDUA**, dan **PIHAK KEDUA** menerima tugas tersebut untuk melaksanakan Penelitian Terapan (Universitas) tahun 2021 dengan judul "Fabrikasi ZnO/Graphene Sebagai Elektroda Superkapasitor Baterai"
- (2) **PIHAK KEDUA** bertanggungjawab penuh atas pelaksanaan, administrasi dan keuangan atas pekerjaan sebagaimana dimaksud pada ayat (1) dan berkewajiban menyerahkan semua bukti-bukti pengeluaran serta dokumen pelaksanaan lainnya dalam hal diperlukan oleh **PIHAK PERTAMA**.

PASAL 3
Dana Penelitian

- (1) Besarnya dana untuk melaksanakan penelitian dengan judul sebagaimana dimaksud pada Pasal 2 adalah sebesar Rp. 40.000.000,00 (empat puluh juta Rupiah) sudah termasuk pajak.
- (2) Dana Penelitian sebagaimana dimaksud pada ayat (1) dibebankan pada Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran UNNES Nomor SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020.

PASAL 4
Tata Cara Pembayaran Dana Penelitian

- (1) **PIHAK PERTAMA** akan membayarkan Dana Penelitian kepada **PIHAK KEDUA** secara bertahap dengan ketentuan sebagai berikut:
 - a. Pembayaran Tahap Pertama sebesar 70% dari total dana penelitian yaitu $70\% \times \text{Rp. } 40.000.000,00 = \text{Rp. } 28.000.000,00$ (dua puluh delapan juta Rupiah), yang akan dibayarkan oleh **PIHAK PERTAMA** kepada **PIHAK KEDUA** setelah mengunggah hasil revisi proposal yang sudah disahkan oleh Pejabat yang berwenang, RAB, dan instrumen penelitian ke SIPP
 - b. Pembayaran Tahap Kedua sebesar 30% dari total dana penelitian yaitu $30\% \times \text{Rp. } 40.000.000,00 = \text{Rp. } 12.000.000,00$ (dua belas juta Rupiah), dibayarkan oleh **PIHAK PERTAMA** kepada **PIHAK KEDUA** setelah mengunggah Laporan Kemajuan, Laporan Akhir yang sudah disahkan oleh Pejabat yang berwenang, Catatan Harian, SPTB dan Laporan Penggunaan Anggaran pada SIPP **paling lambat tanggal 13 November 2021**
- (2) Dana Penelitian sebagaimana dimaksud pada ayat (1) akan disalurkan oleh **PIHAK PERTAMA** kepada **PIHAK KEDUA** melalui rekening BNI atas nama Dr Sugianto M.Si dengan nomor rekening 0240548984

Pasal 5
Jangka Waktu

Jangka waktu pelaksanaan penelitian sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 sampai selesai 100%, adalah terhitung sejak **Tanggal 26 April** dan berakhir pada **Tanggal 13 November 2021**.

Pasal 6
Target Luaran

- (1) **PIHAK KEDUA** berkewajiban untuk mencapai target luaran wajib seperti tersebut di bawah:
- Luaran Wajib :**
- a. Paten Sederhana (Terdaftar)
 - b. Prototipe RnD (Sudah Jadi)
 - c. Produk Inovasi (Sudah Jadi)
- (2) **Semua anggota peneliti** harus dimasukkan ke luaran wajib penelitian dan pada artikel **disebutkan nomor kontrak pada bagian "ucapan terimakasih"**.
- (3) **PIHAK KEDUA** berkewajiban untuk melaporkan perkembangan pencapaian target luaran sebagaimana dimaksud pada ayat (1) kepada **PIHAK PERTAMA**.

Pasal 7
Hak dan Kewajiban Para Pihak

- (1) Hak dan Kewajiban **PIHAK PERTAMA**:
- a. **PIHAK PERTAMA** berkewajiban untuk memberikan dana penelitian kepada **PIHAK KEDUA** dengan jumlah sebagaimana dimaksud dalam Pasal 3 dan dengan tata cara pembayaran sebagaimana dimaksud dalam Pasal 4;
 - b. **PIHAK PERTAMA** berhak untuk mendapatkan dari **PIHAK KEDUA** luaran penelitian sebagaimana dimaksud dalam Pasal 6.
- (2) Hak dan Kewajiban **PIHAK KEDUA**:
- a. **PIHAK KEDUA** berhak menerima dana penelitian dari **PIHAK PERTAMA** dengan jumlah sebagaimana dimaksud dalam Pasal 3 dan dengan tata cara pembayaran sebagaimana dimaksud dalam Pasal 4.
 - b. **PIHAK KEDUA** berkewajiban menyerahkan kepada **PIHAK PERTAMA** luaran wajib sebagaimana pada pasal 6

Pasal 8
Pelaksanaan Penelitian

- (1) **PIHAK KEDUA** berkewajiban mengunggah hasil revisi proposal yang disahkan oleh Pejabat yang berwenang, RAB, dan instrumen penelitian ke SIPP dan menyerahkan *hardcopy* dokumen masing-masing 1 (satu) eksemplar **paling lambat tanggal 8 Mei 2021**
- (2) **PIHAK KEDUA** berkewajiban mengisi Catatan Harian beserta mengunggah bukti-bukti kegiatan atau pengeluaran dana, laporan penggunaan anggaran, SPTB (70%), dan Laporan kemajuan ke SIPP serta menyerahkan *hardcopy* dokumen masing-masing 1 (satu) eksemplar **paling lambat 7 Oktober 2021**
- (3) **PIHAK KEDUA** berkewajiban mengisi Catatan Harian beserta mengunggah bukti-bukti kegiatan atau pengeluaran anggaran 100%, Laporan Akhir, Poster, Artikel Ilmiah, Profil dan SPTB (100%) pada SIPP **paling lambat 13 November 2021**
- (4) **PIHAK KEDUA** berkewajiban menyerahkan *Hardcopy* Catatan Harian, Laporan Akhir, Laporan Penggunaan Anggaran beserta bukti-bukti pengeluaran, artikel ilmiah masing-masing satu eksemplar kepada **PIHAK PERTAMA** paling lambat **31 Desember 2021**
- (5) **PIHAK KEDUA** berkewajiban mengunggah bukti luaran wajib sebagaimana pada Pasal 6 paling lambat pada Tanggal **31 Agustus Tahun 2022** dengan status **PUBLISHED**
- (6) Laporan hasil Penelitian sebagaimana tersebut pada ayat (4) harus memenuhi ketentuan sebagai berikut:
- a. Format font Times New Romans Ukuran 12 spasi 1,5
 - b. Bentuk/ukuran kertas A4;
 - c. Warna sampul (disesuaikan dengan ketentuan di panduan penelitian dan pengabdian kepada masyarakat tahun 2021)
 - d. Di bawah bagian sampul ditulis:

Dibiayai oleh:
Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Negeri Semarang
Nomor : SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020, sesuai dengan
Surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Dana DIPA UNNES Tahun 2021
Nomor 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021, tanggal 26 April 2021

Pasal 9
Monitoring dan Evaluasi

- (1) **PIHAK PERTAMA** dalam rangka pengawasan akan melakukan Monitoring dan Evaluasi internal terhadap kemajuan pelaksanaan Penelitian Tahun Anggaran 2021
- (2) **PIHAK KEDUA** selaku Ketua Pelaksana **wajib hadir** dalam kegiatan Monitoring dan Evaluasi internal, jika berhalangan wajib memberikan kuasa kepada anggota tim peneliti dalam judul yang sama.

Pasal 10
Penilaian Luaran

Penilaian luaran penelitian dilakukan oleh Komite Penilai/*Reviewer* Luaran sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Pasal 11
Penggantian Ketua Pelaksana

- (1) Apabila **PIHAK KEDUA** selaku ketua pelaksana tidak dapat melaksanakan penelitian ini, maka **PIHAK KEDUA** wajib mengusulkan pengganti ketua pelaksana yang merupakan salah satu anggota tim kepada **PIHAK PERTAMA**.
- (2) Perubahan terhadap susunan tim pelaksana dan substansi pelaksanaan penelitian ini dapat dibenarkan apa bila telah mendapat persetujuan tertulis dari **PIHAK PERTAMA**.
- (3) Apabila **PIHAK KEDUA** tidak dapat melaksanakan tugas dan tidak ada pengganti ketua sebagaimana dimaksud pada ayat (1), maka **PIHAK KEDUA** harus mengembalikan dana penelitian kepada **PIHAK PERTAMA** yang selanjutnya disetor ke Kas BLU UNNES UNNES.
- (4) Bukti setor sebagaimana dimaksud pada ayat (3) disimpan oleh **PIHAK PERTAMA**.

Pasal 12
Sanksi

- (1) Apabila sampai dengan batas waktu yang telah ditetapkan untuk melaksanakan Kontrak Penelitian telah berakhir, **PIHAK KEDUA belum menyelesaikan** tugasnya dan atau **terlambat** mengirim dan mengunggah laporan Kemajuan, catatan harian, Surat Pernyataan Tanggungjawab Belanja (SPTB) dan Laporan akhir, maka **PIHAK KEDUA** dikenakan **sanksi denda sebesar 1‰ (satu permil)** untuk setiap hari keterlambatan sampai dengan **setinggi-tingginya 5% (lima persen)** terhitung dari tanggal jatuh tempo (13 November s.d. 31 Desember 2021)
- (2) Apabila sampai dengan batas waktu tanggal **31 Desember 2021**, **PIHAK KEDUA tidak melaksanakan kewajiban** sebagaimana dimaksud dalam Pasal 8, maka **PIHAK KEDUA** dikenai **sanksi denda berupa mengembalikan dana 30% dari dana penelitiannya** ke Kas BLU UNNES dan **sanksi administratif tidak dapat mengajukan proposal penelitian dalam kurun waktu 2 (dua) tahun berturut-turut.**

- (3) Apabila **PIHAK KEDUA** tidak dapat memenuhi luaran yang telah dijanjikan sebagaimana dimaksud dalam Pasal 6 ayat (1) sampai dengan tanggal **31 Agustus 2022** maka:
 - a. **PIHAK KEDUA** dikenakan **sanksi denda** berupa **mengembalikan dana biaya publikasi sebesar 5%** dari total dana penelitian ke Kas BLU UNNES
 - b. **PIHAK KEDUA** tidak dapat mengajukan proposal penelitian pendanaan LPPM UNNES dalam kurun waktu **2 (dua) tahun berturut-turut** baik sebagai **Ketua maupun Anggota**
- (4) Apabila **PIHAK KEDUA** tidak hadir dalam kegiatan Monitoring dan Evaluasi tanpa pemberitahuan sebelumnya kepada **PIHAK PERTAMA**, maka **PIHAK KEDUA** tidak berhak menerima dana **Tahap Kedua** sebesar 30%.

Pasal 13 **Pembatalan Perjanjian**

- (1) Apabila dikemudian hari terhadap judul Penelitian sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 ditemukan adanya duplikasi dengan Penelitian lain dan/atau ditemukan adanya ketidakjujuran, itikad tidak baik, dan/atau perbuatan yang tidak sesuai dengan kaidah ilmiah dari atau dilakukan oleh **PIHAK KEDUA**, maka perjanjian Penelitian ini dinyatakan batal dan **PIHAK KEDUA** wajib mengembalikan dana penelitian yang telah diterima dari **PIHAK PERTAMA** yang selanjutnya akan disetor ke Kas BLU UNNES.
- (2) Bukti setor sebagaimana dimaksud pada ayat (1) disimpan oleh **PIHAK PERTAMA**

Pasal 14 **Pajak-pajak**

- (1) **PIHAK KEDUA** berkewajiban memungut dan menyeter pajak ke kantor pelayanan pajak setempat sesuai dengan ketentuan yang berlaku
- (2) **PIHAK KEDUA** berkewajiban menyerahkan bukti pembayaran pajak kepada **PIHAK PERTAMA**

Pasal 15 **Peralatan dan/alat Hasil Penelitian**

- (1) Hak kekayaan intelektual yang dihasilkan dari Pelaksana Penelitian diatur dan dikelola sesuai dengan peraturan dan perundang-undangan.
- (2) Setiap publikasi, makalah dan/atau ekspos dalam bentuk apa pun yang berkaitan dengan hasil penelitian ini wajib mencantumkan **PIHAK PERTAMA** sebagai pemberi dana.
- (3) Pencantuman nama **PIHAK PERTAMA** sebagaimana dimaksud pada ayat (2), paling sedikit mencantumkan nama Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat UNNES.
- (4) Hasil penelitian berupa peralatan dan/atau peralatan yang dibeli dari kegiatan ini adalah milik negara, dan dapat dihibahkan kepada institusi/lembaga melalui Berita Acara Serah Terima (BAST)

Pasal 16 **Integritas Akademik**

- (1) Pelaksana penelitian wajib menjunjung tinggi integritas akademik yaitu komitmen dalam bentuk perbuatan yang berdasarkan pada nilai kejujuran, kredibilitas, kewajaran, kehormatan, dan tanggung jawab dalam kegiatan penelitian yang dilaksanakan.
- (2) Penelitian dilakukan sesuai dengan kerangka etika, umum dan profesionalitas, serta kewajiban sesuai dengan peraturan yang berlaku
- (3) Penelitian dilakukan dengan menjunjung tinggi standar ketelitian dan integritas tertinggi dalam semua aspek penelitian.

Pasal 17
Keadaan Memaksa (*force majeure*)

- (1) **PARA PIHAK** dibebaskan dari tanggung jawab atas keterlambatan atau kegagalan dalam memenuhi kewajiban yang dimaksud dalam Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian disebabkan atau diakibatkan oleh kejadian di luar kekuasaan **PARA PIHAK** yang dapat digolongkan sebagai keadaan memaksa (*force majeure*).
- (2) Peristiwa atau kejadian yang dapat digolongkan keadaan memaksa (*force majeure*) dalam Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian ini adalah bencana alam, wabah penyakit, kebakaran, perang, blokade, peledakan, sabotase, revolusi, pemberontakan, huru-hara, serta adanya tindakan pemerintah dalam bidang ekonomi dan moneter yang secara nyata berpengaruh terhadap Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian.
- (3) Apabila terjadi keadaan memaksa (*force majeure*) maka pihak yang mengalami wajib memberitahukan kepada pihak lainnya secara tertulis, selambat-lambatnya dalam waktu 7 (tujuh) hari kerja sejak terjadinya keadaan memaksa (*force majeure*), disertai dengan bukti-bukti yang sah dari pihak berwajib dan **PARA PIHAK** dengan etiket baik akan segera membicarakan penyelesaiannya.

Pasal 18
Penyelesaian Sengketa

Apabila terjadi perselisihan antara **PIHAK PERTAMA** dan **PIHAK KEDUA** dalam pelaksanaan perjanjian ini akan dilakukan penyelesaian secara musyawarah dan mufakat, dan apabila tidak tercapai penyelesaian secara musyawarah dan mufakat maka penyelesaian dilakukan melalui proses hukum yang berlaku dengan memilih domisili hukum di Pengadilan Tinggi Semarang

Pasal 19
Lain-Lain

- (1) **PIHAK KEDUA** menjamin bahwa penelitian dengan judul tersebut di atas belum pernah dibiayai dan/atau diikutsertakan pada Pendanaan Penelitian lainnya, baik yang diselenggarakan oleh instansi, lembaga, perusahaan atau yayasan, baik di dalam maupun di luar negeri.
- (2) Segala sesuatu yang belum cukup diatur dalam Perjanjian ini dan dipandang perlu diatur lebih lanjut dan dilakukan perubahan oleh **PARA PIHAK**, maka perubahan-perubahannya akan diatur dalam perjanjian tambahan atau perubahan yang merupakan satu kesatuan dan bagian yang tidak terpisahkan dari Perjanjian ini.

Pasal 20
Penutup

Perjanjian ini dibuat dan ditandatangani oleh **PARA PIHAK** pada hari dan tanggal tersebut di atas, dibuat dalam rangkap 3 (tiga) dan bermeterai cukup sesuai dengan ketentuan yang berlaku, yang masing-masing mempunyai kekuatan hukum yang sama.

PIHAK PERTAMA



Dr. Suwito Eko Pramono M. Pd.
NIP. 195809201985031003

PIHAK KEDUA



Dr Suglanto M.Si
NIP. 196102191993031001



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

Gedung Prof. Dr. Retno Sriningsih Satmoko, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229

Telp/Fax (024) 8508087, (024) 8508089

Laman: <http://lppm.unnes.ac.id> Email: lppm@mail.unnes.ac.id

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Dr Sugianto M.Si
NIP : 196102191993031001
Unit Kerja : FMIPA
Universitas Negeri Semarang

Dengan ini menyatakan bahwa Penelitian saya berjudul:

"Fabrikasi ZnO/Graphene Sebagai Elektroda Superkapasitor Baterai"

yang dibiayai oleh DIPA (Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran) Universitas Negeri Semarang Nomor: SP DIPA-023.17.2.677507/2021, tanggal 23 November 2020, dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Dana DIPA UNNES Tahun 2021 Nomor 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021, tanggal 26 April 2021, adalah **bersifat original dan belum pernah dibiayai oleh lembaga/sumber dana lain.**

Bilamana dikemudian hari ditemukan ketidak sesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku dan mengembalikan seluruh biaya penelitian yang sudah diterima ke Kas BLU UNNES.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan dengan sebenar-benarnya.

Semarang, 26 April 2021

Mengetahui,
Ketua LPPM UNNES



Dr. Suwito Eko Pramono M. Pd.
NIP. 195809201985031003

Yang menyatakan,
Ketua Pelaksana




Dr Sugianto M.Si
NIP. 196102191993031001



**KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT**

Gedung Prof. Dr. Retno Sriningsih Satmoko, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229

Telp/Fax (024) 8508087, (024) 8508089

Laman: <http://lppm.unnes.ac.id> Email: lppm@mail.unnes.ac.id

PERNYATAAN KESANGGUPAN PELAKSANAAN PENELITIAN

NOMOR: B/2512/UN37.3.1/PG/2021

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Dr Sugianto M.Si

Alamat : Jl.Raya Sekaran

Sehubungan dengan pembayaran uang yang diterima dari Kuasa Pengguna Anggaran Universitas Negeri Semarang (UNNES) Kode Satker (677507) sebesar Rp. 40.000.000,00 (empat puluh juta Rupiah), berdasarkan Kontrak Penelitian:

Tanggal : 26 April 2021

Nomor : 401.26.4/UN37/PPK.3.1/2021

Pekerjaan : Penelitian Penelitian Terapan (Universitas) Dana DIPA UNNES Tahun 2021
Fabrikasi ZnO/Graphene Sebagai Elektroda Superkapasitor Baterai

Nilai Kontrak : Rp. 40.000.000,00

Dengan ini menyatakan bahwa Saya bertanggungjawab penuh untuk menyelesaikan prestasi pekerjaan sebagaimana diatur dalam Kontrak Penelitian tersebut di atas.

Apabila sampai dengan masa penyelesaian pekerjaan sebagaimana diatur dalam Kontrak Penelitian tersebut di atas saya lalai / cidera janji / wanprestasi dan / atau terjadi pemutusan Kontrak Penelitian, saya bersedia untuk mengembalikan / menyetorkan Kembali uang ke Kas BLU UNNES sebesar nilai sisa pekerjaan yang belum ada prestasinya.

Demikian surat pernyataan ini dibuat dengan sebenarnya.

Semarang, 04 Mei 2021

Mengetahui,
Ketua LPPM UNNES

Yang menyatakan
Ketua Pelaksana,


Dr. Suwito Eko Pramono M. Pd.
NIP. 195809201985031003



Dr Sugianto M.Si
NIP : 196102191993031001

Lampiran 4. Draft Artikel Ilmiah (telah dipresentasikan di ICMSE 2021)

A Study of the Comparative Effect of Oxidizing Acid and Time on the Results of the Synthesis of Graphene Oxide (GO) as a Supercapacitor Material

Sugianto^{*1}, Endah Fitriani Rahayu², Nabila Yasiroh², Triastuti Sulistyaningsih²,
Endah Widhihastuti²

¹Physics Department, Faculty of Mathematics and Natural Science,
Universitas Negeri Semarang

²Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Science,
Universitas Negeri Semarang

[*sugianto@mail.unnes.ac.id](mailto:sugianto@mail.unnes.ac.id)

Abstract

Supercapacitor or ultracapacitor is alternative energy storage because of its high capability and longlife span. Graphene is a material that can be used as an electrode in supercapacitors. In this study, Graphene oxide (GO) was synthesized using the modified Hummer method, which is more environmentally friendly and produces high yields. This study aims to determine the effect of the $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_3\text{PO}_4$ ratio and reaction time on the characteristics of the GO formed. The synthesis of GO variations of $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_3\text{PO}_4$ was carried out at a ratio of 1:9; 3:7; 5:5; 7:3; and 9:1. The results show the largest capacitance at a ratio of 9:1 (9919.14 mF/g), and the specific energy is 1385.28 mWh/Kg. The synthesis with the largest capacitance was carried out by varying the reaction time at 1, 2, 3, 4, 5, and 6 hours. The results show that the variation in reaction time does not have a significant effect on capacitance. The capacitance value was obtained by Cyclic Voltammetry (CV) analysis by dispersing GO in distilled water over the SPCE electrode. The following result was SEM-EDX analysis, where the best GO morphology was in the $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_3\text{PO}_4$ ratio of 9:1, while the variation in reaction time did not provide significant morphological differences. FTIR analysis showed that GO with H_2SO_4 solvent only contained C-O alkoxy and epoxy groups, C=C, C=O, C-OH aromatic and OH, solvent H_3PO_4 solvent contained CO and CH aromatic groups. While the combination of the two produces alkoxy CO, C=C, C=O, and OH groups. So that the effect of the ratio of $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:H}_3\text{PO}_4$ gives an increase in capacitance and the increase in sulfuric acid used, while the variation in reaction time does not have a significant effect.

Keywords: Graphene oxide, Supercapacitor, SPCE-GO

Introduction

Recently, energy use has increased along with the rapid development of technology, so good energy storage is needed. Supercapacitors are an excellent alternative for energy storage because they have high capability, long life, and low cost (Prakash & Bahadur, 2014). Supercapacitors are divided into two types based on the storage mechanism: Electrical Double Layer Capacitors (EDLCs) and pseudocapacitors (Guo et al., 2016). The supercapacitor itself is composed of several components, such as electrodes, electrolytes, and solvents. The most critical role in supercapacitors lies in the electrodes used (Kasap et al., 2019).

One of the materials that can be used as an electrode material is graphene. The reason is that graphene has a wide surface area ($2630 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$), a high Young's modulus ($\sim 1100 \text{ GPa}$), high thermal conductivity ($\sim 5000 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$), and magnetic properties (Xu et al., 2020). One approach to obtain graphene sheets is to exfoliate graphite into graphene oxide (GO) using strong oxidizing agents (Alam et al., 2017).

Graphene oxide (GO) is a sheet of carbon atoms whose basal plane has epoxy, hydroxyl, carboxyl, and carbonyl functional groups located at the edges and inside the sheet (Zaaba et al., 2017). The presence of these functional groups causes GO to be hydrophilic (Boukhoubza et al., 2019). The presence of these groups causes the distance between graphite sheets to increase. The farther the distance between GO layers due to functional groups causes an increase in the surface area of GO which has high specificity, high mesopore volume, and high conductivity level (Zaaba et al., 2017).

One of the GO synthesis methods is the chemical peel method using an oxidizing agent. Brodie (1859) first carried out this synthesis by reacting potassium chlorate (KClO_3) into a graphene slurry and nitric acid gas. However, this method resulted in the evolution of acid mist and $\text{NO}_2/\text{N}_2\text{O}_4$, the presence of ClO_2 gas produced from chlorate due to mixing with an explosive, strong acid (Chen et al., 2015). In 1898, Staudenmaier developed this method by mixing concentrated sulfuric acid, fuming nitric acid, and gradually adding chlorate to the reaction mixture. The downside of this method is a toxic ClO_2 gas that is explosive and reaction time for four days (Alam et al., 2017).

In 1958, Hummer and Oufman carried out the synthesis of GO known as the Hummers method. The synthesis was carried out using H_2SO_4 to intercalate graphite with the help of NaNO_3 and KMnO_4 but in this method produced toxic gases such as NO_2 and N_2O_4 (Chen et al., 2013). The Hummers modified method, which is more environmentally friendly, came to reduce this problem. This method uses an oxidizer KMnO_4 , $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$ to replace NaNO_3 . The advantage of this method is that it gives the same results as the Hummers method (Alkhouzaam et al., 2020). So, in this study, GO synthesis was carried out using the modified Hummers method with the effect of oxidizing acid volume and reaction time on the preparation of graphene oxide (GO) material to see the capacitance properties of GO produced.

Material and Methods

1. *Synthesis of Graphene Oxide (GO): Effect of Comparison of Oxidizing Acids*

Synthesis of graphene oxide (GO) used the modified Hummer method in the variation of the ratio of H_2SO_4 and H_3PO_4 is 10 ml:90 ml (1:9); 30 ml:70 mL (3:7); 50 ml:50 ml (5:5); 70 mL:30 mL (7:3); 90 ml:10 ml (9:1). Sulfuric acid and phosphoric acid were mixed and then stirred for several minutes. After that, 2 g of graphite was added to the solution while still being stirred. A total of 5 g of KMnO_4 was slowly added to the solution. The mixture was reacted for 2 hours to obtain GO. After 2 hours, 3 mL of H_2O_2 was added into the mixture slowly while stirred (Zaaba et al., 2017). The GO was then washed with 10 mL of 5% HCl and Aquademin into the solution (Lerf et al., 1998), then the solution was centrifuged for 15 minutes at a speed of 4500 rpm (Zaaba et al., 2017). The suspension resulting from the centrifugation was then taken and added with Aquademin and then centrifuged. The washing process is repeated until the pH is neutral (Emiru et al., 2017). Then the GO suspension was oven-dried at 110° for 3 hours (Zangmeister, 2010).

2. *Synthesis of Graphene Oxide (GO): Effect of Reaction Time*

The synthesis of GO on time variation was carried out at a ratio of 9:1 with the synthesis time of 1, 2, 3, 4, 5, 6 hours of reaction. A total of 90 mL of H_2SO_4 and 10 mL of H_3PO_4 were reacted in a beaker and stirred for several minutes. After that, 2 g of graphite and 5 g of KMnO_4 were added to the solution and reacted with the variations previously mentioned. Then add 3 mL of H_2O_2 into the solution. The next

step is the treatment made the same as in the variation of oxidizing acid until GO is obtained.

3. *Preparation of SPCE-GO electrodes*

GO was dissolved in distilled water in a ratio of 1 mg:1 mL and ultrasonicated for 30 minutes. The GO suspension was then dripped onto the working electrode on the SPCE. The electrode was dried at room temperature for 1 hour. The finished electrode was then characterized using Cyclic Voltammetry to determine the properties of the capacitor.

4. *Characterization*

The characterization of the results of the synthesized GO was using Fourier-Transform Infrared (FTIR) to determine the functional groups contained in the synthesized GO, then using a Scanning Electron Microscope (SEM-EDX) to determine the morphology and composition of GO. Cyclic Voltammetry (CV) test was carried out using SPCE-GO electrodes to determine the capacitor properties of GO, with graphite working electrode, Ag/AgCl comparison electrode, and Pt counter electrode.

Result and Discussions

1. *Effect of Comparison of $H_2SO_4:H_3PO_4$ on GO Synthesis Results*

GO synthesis on the effect of acid ratio was carried out at a ratio of $H_2SO_4: H_3PO_4$ of 1:9; 3:7; 5:5; 7:3; and 9:1. It aims to determine the effect of oxidation on graphite.

a) FTIR Analysis

The FTIR spectra of GO with various oxidizing acid ratios are shown in Figure 1.

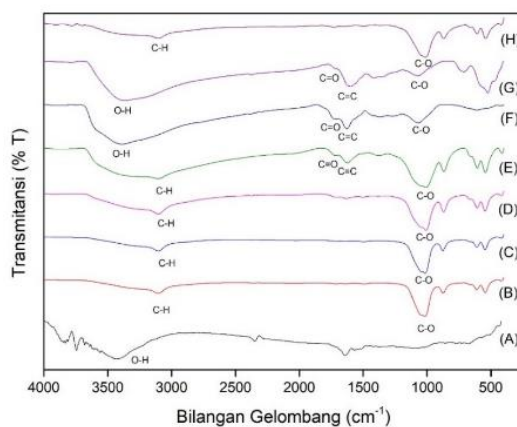


Figure 1. FTIR Characterization (A = Graphite; B = GO 1:9; C = GO 3:7; D = GO 5:5; E = GO 7:3; F = GO 9:1; G = GO H_2SO_4 ; H = GO H_3PO_4)

Graphite has an FTIR (Figure 1) at a wavenumber of 1643.25 cm^{-1} for the C=C functional group. There is an O-H bond located at 3447.75 cm^{-1} . The presence of this group can occur due to the porosity and hygroscopic nature of graphite (Faniyi et al., 2019).

GO spectra contained peaks at a wavenumber of $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ which is the vibration of O-H stretching groups (Lling-Lling Tan et al., 2013). The peak number from $\sim 1600 - 1650\text{ cm}^{-1}$ stretching vibrations of the C=C aromatic ring sheet of graphite (Peng et al., 2013). Wavenumber peaks of ~ 1225 and $\sim 1050\text{ cm}^{-1}$ are vibrations of the CO epoxy and alkoxy groups from GO sheets (Chen *et al.*, 2015), wavenumber peak of $\sim 1734\text{ cm}^{-1}$ is vibration from C=O carbonyl groups at the GO edge (Hou et al., 2020), wavenumber peak of 1410 cm^{-1} is vibrations of O-H hydroxyl. According to Bera et al. (2018), the presence of these functional groups indicates that graphite has undergone oxidation.

The results of the GO synthesis of various oxidizing acids are presented in Figure 1, and further identification of the functional groups possessed by GO is carried out. The synthesis results of GO B, C, and D only have aromatic C-O and -C-H group vibrations ($\sim 3100\text{ cm}^{-1}$). Whereas in GO E and F, there are vibrations of the C=O, C=C, and C-O groups, also in GO F, there are vibrations of the O-H group. These groups are following the statement above that graphite has undergone oxidation. Oxidation in GO B, C, and D with a lower sulfuric acid ratio had oxidation lower than GO E and F with a higher sulfuric acid ratio, confirmed by the GO G and H spectra results shown in Figure 1. The spectra of GO G with sulfate solvent contain O-H, C=O, C=C, and CO group vibrations. In GO H with phosphate solvent, there are only C-H and C-O vibrations. Therefore, it can be concluded that the variation of oxidizing acid affects oxidation graphite.

b) Characterization of SEM-EDX

The subsequent analysis is a characterization of SEM-EDX to see the morphology and elemental composition of GO synthesis at the ratio of $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$ oxidizing acid. Morphological results of GO in the ratio of oxidizing acids are presented in Figure 2.

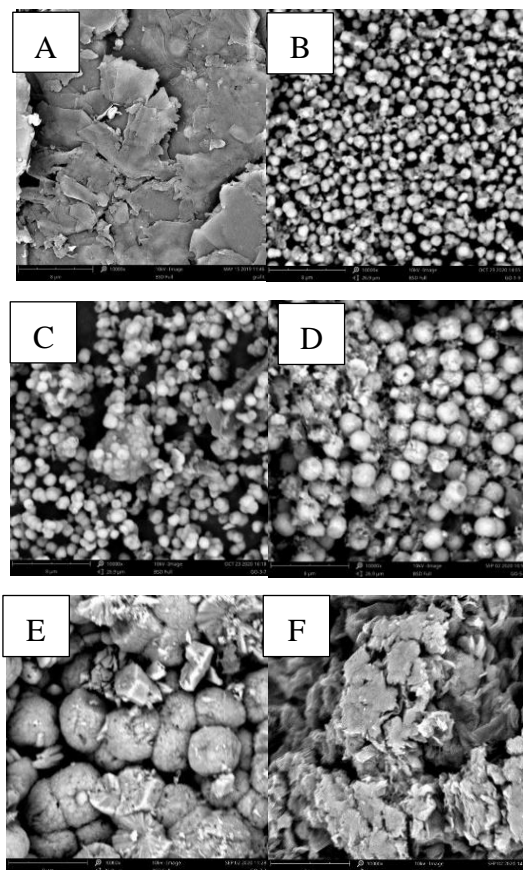


Figure 2. Characterization of SEM (A = Graphite; B = GO 1:9; C = GO 3:7; D = GO 5:5; E = GO 7:3; F = GO 9:1)

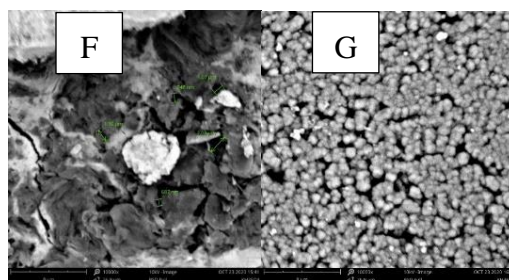
In Figure 2, (A) is a graphite sample with morphology in stacked lumps and non-uniform size. In Figure 2 GO B – E, the morphology of the GO is produced in small non-uniform rounded lumps. Some sheets are faintly layered between the small round spaces on some sides, and the size is almost uniform. Morphology with a small round shape occurs because of aggregates that form evenly distributed groups on the GO sheet (Yuan et al., 2018). In contrast to GO F, GO with a ratio of 9:1 has morphological results in layered plates and inhomogeneous shapes. In this comparison, GO has a better morphology than the previous comparison. Compared to the morphology in a 9:1 ratio graphite, a morphological change indicates that oxidation has occurred. The synthesis results are supported by EDX data which shows the percentage composition of the constituent elements of GO. The data is presented in Table 1.

Table 3. Composition of GO Elements in Variation of Oxidizing Acids

Sample	Mass composition (% Mass)			
	% C	% O	% Mn	% P
GO-A	33,62	55,74	5,58	5,06
GO-B	44,46	49,34	3,48	2,72
GO-C	45,28	49,72	3,06	1,94
GO-D	53,55	42,21	3,70	0,54
GO-E	55,19	43,52	0,58	0,71

Based on Table 1, the synthesis results of element C increased with the increase in the ratio of H_2SO_4 with the percentage of 33.62; 44.46; 45.28; 53.55; 55.19%, respectively. The element O had a percentage of 55.74; 49.34; 49.72; 42.21; 43.52%. EDX results also show the percentage of Mn element derived from KMnO_4 and P from H_3PO_4 compounds. These elements exist because the GO washing process is not optimal, so the increase in the ratio of sulfuric acid gives better synthesis results. The results of FTIR GO in Figure 1, a ratio of 9:1 has the desired groups on the GO sheet, also supported the statement.

The results of this study were compared with the results of GO synthesis using sulfuric acid and phosphoric acid, as shown in Figure 3.

**Figure 3.** Characterization of SEM A = GO H_2SO_4 ; dan SEM B = GO H_3PO_4

According to Figure 3, the morphology of GO using an oxidizing acid in sulfuric acid has a layered plate shape and a non-uniform surface, whereas, in GO phosphate, the spherical plate is seen because of the agglomeration of sheets graphite oxidized. The results of EDX on GO with H_2SO_4 and H_3PO_4 solvents can be seen in Table 2. The percentage of C in H_2SO_4 is 55.51%, and C in H_3PO_4 is 39.71%. The percentage of

element C is close to the percentage of GO in previous studies. In this synthesis, there were still elements of K and Mn derived from KMnO_4 in both samples. In the $\text{GO-H}_2\text{SO}_4$ sample, there was still an element S from sulfuric acid, and the $\text{GO H}_3\text{PO}_4$ sample still contained P from phosphoric acid. The existence of these elements occurs because the GO washing process is not optimal.

Table 4. Composition of Element $\text{GO-H}_2\text{SO}_4$ and $\text{GO-H}_3\text{PO}_4$

Sample	Mass composition (% Mass)					
	% C	% O	% Mn	% S	% P	% K
GO-F	52,51	44,24	2,61	0,34	-	0,30
GO-G	39,71	50,73	3,50	-	5,77	0,29

c) Characterization of CV

Measurement of GO capacitance at the ratio of oxidizing acid was measured in the range of -1.2 - +1.2 V with scan rates of 100, 300, and 500 mV/s. Then the sample was compared with $\text{GO H}_2\text{SO}_4$ and $\text{GO H}_3\text{PO}_4$. The results of the analysis are shown in Figure 4.

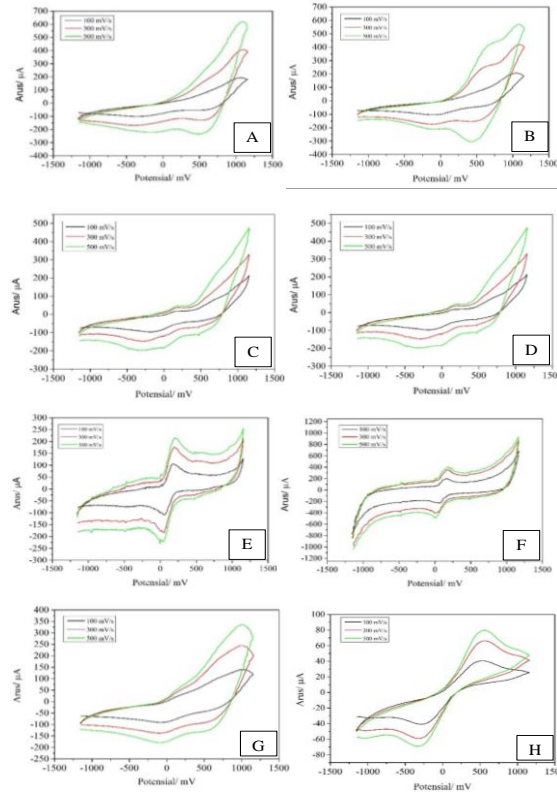


Figure 4. Voltammogram of GO Variation - Comparison of oxidizing acid with scan rates of 100, 300, 500 mV/s (A = GO 1 :9; B = GO 3:7; C = GO 5:5; D = GO 7:3; E = GO 9:1; F = GO H₂SO₄; G = GO H₃PO₄; H = SPCE)

The results of the GO capacitance measurement for variations in the ratio of oxidizing acid in Figure 4 show that the SPCE voltammogram has a symmetrical rectangular shape. GO A, B, C, D, and G have an asymmetrical shape, while GO E and F have a square shape that almost reflects the shadow symmetry of the current response to the zero line (Fattah et al., 2016). Based on these results, the effect of oxidizing acid gives different voltammogram results, where the more significant the ratio of H₂SO₄, the more symmetrical voltammogram results. It can be proven by the results of the GO H₃PO₄ voltammogram, which gives an asymmetric voltammogram result.

The following analysis is the calculation of the specific capacitance on the GO, presented in Table 3. Table 3 shows that the capacitance of GO material has a large capacitance in the range of 1263.16 - 9919.14 mF/g. These results are compared with data in previous studies. According to Amelia et al. (2020), GO material ranges 6.5 – 27.3 mF/g. So, the GO synthesis results in this study have a larger capacitance and are included in the supercapacitor material. The results of the GO capacitance

are calculated for the specific energy value using equation (2). The potential discharge value obtained from the research results by Tian et al. (2021) is 0.52 V. The specific value of GO material energy with the effect of the ratio is $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$ shown in Table 4.

Table 5. The capacitance of GO Specific: Effect of Comparison of $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$ and Scan Rate Variation

No	Comparison $\text{H}_2\text{SO}_4:$ H_3PO_4	The capacitance of GO $\text{H}_2\text{SO}_4: \text{H}_3\text{PO}_4$ (mF/g)		
		100 (mV/s)	300 (mV/s)	500 (mV/s)
1	1:9	2800,14	2056,88	2004,89
2	3:7	2933,64	2336,58	2165,65
3	5:5	1169,49	1263,16	2058,78
4	7:3	9306,54	5567,15	3758,18
5	9:1	9919,14	5898,78	4153,23
6	H_2SO_4	2190,58	1671,06	1396,62
7	H_3PO_4	2692,89	1728,24	1406,92

Table 6. GO Specific Energy: Effect of Comparison of $\text{H}_2\text{SO}_4: \text{H}_3\text{PO}_4$

No	Comparison $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$	of GO Energy Specification (mWh/Kg)	of $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$		
			100 (mV/s)	300 (mV/s)	500 (mV/s)
1	1:9		8064,41	5923,84	5774,09
2	3:7		8448,9	6729,35	6237,07
3	5:5		5929,29	3637,92	3368,15
4	7:3		26802,8	16033,4	10823,6
5	9:1		28567,1	16988,5	11961,3
6	H_2SO_4		6589,85	5363,89	4676,83
7	H_3PO_4		7755,55	4977,34	4051,92

The specific energy shown in Table 4 is obtained in the range of 3368.15 to 28567.12 mWh/Kg included in the supercapacitor. According to Koohi-Fayegh and Rosen (2020), the specific value of energy in a material is in the range of 0.05 – 15 Wh/Kg.

Therefore, the synthesized GO is included in the supercapacitor in this study because it ranges from 3.3681 to 28.5671 Wh/Kg.

2. Effect of Reaction Time on GO Synthesis Results

GO synthesis of reaction time variations was carried out at a ratio of $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_3\text{PO}_4$ 9:1 at a reaction time variation of 1, 2, 3, 4, 5, and 6 hours.

a) Characterization of FTIR

The results show the reaction time variations appear all the wavenumber peak of $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ for vibration stretching groups, the wavenumber peak of $\sim 1740 - 1720\text{ cm}^{-1}$ for vibration of C=O carbonyl or carboxyl, the wavenumber peak of $\sim 1640-1620\text{ cm}^{-1}$ for vibration of aromatic C=C (Țucureanu *et al.*, 2016), the wavenumber of $\sim 1385\text{ cm}^{-1}$ for vibration of epoxy C-O (Jahanshahi *et al.*, 2013), and wavenumber of $\sim 1061\text{ cm}^{-1}$ for alkoxy C-O functional group (Vorrada *et al.*, 2013). The FTIR spectra of GO synthesis at various reaction times are shown in Figure 5.

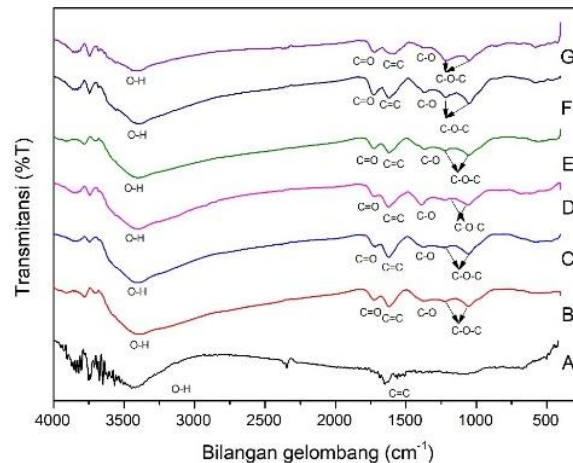


Figure 4.5. FTIR Analysis (A = Graphite; B = GO 1 Hour; C = GO 2 Hours; D = GO 3 Hours; E = GO 4 Hours; F = GO 5 Hours; G = GO 5 Hours; H = GO 6 Hours)

The subsequent analysis is by looking at the area of the wavenumber peak on the vibration of the GO group, where the more expansive the peak area of the wavenumber indicates, the more components. According to research by Jeong *et al.* (2009), the vibrations on the C-O group of the epoxide are getting sharper, indicating

that the reaction time gives different oxidation levels. The vibration of the C-O epoxide group can be seen at the wavenumber $\sim 1400\text{ cm}^{-1}$. The results of the calculation of the peak area of the wavenumber are shown in Table 5.

Table 7. Composition of C-O Functional Group at Reaction Time

NO	GO Sample	Area (% T)	Composition of C-O Group (%)
1	GO – 1 Hour	-6896,99	5,9063
2	GO – 2 Hours	-8022,73	6,2704
3	GO – 3 Hours	-5563,26	6,3762
4	GO – 4 Hours	-8095,99	5,9057
5	GO – 5 Hours	-6380,22	5,8869
6	GO – 6 Hours	-9055,28	6,2711

Based on Table 5, the increase in reaction time gives almost the same peak area of the wave vibration. It indicates that the components of the C-O group in each variation are close to the same. Based on the description, reaction time does not significantly affect the level of oxidation of the GO material.

b) Characterization of SEM

The following is the analysis of morphology and composition of the GO synthesized at a reaction time variation of 1, 2, 3, 4, 5, and 6 hours at a ratio of H_2SO_4 : H_3PO_4 of 9:1. The morphology of the synthesized reaction time variations can be seen in Figure 6.

Based on Figure 6, GO A and B morphology has a smooth layered plate shape and provides a non-uniform structure. Then the morphology of GO C has a firmer plate shape than GO A and B. The morphology of GO at the time of synthesis D, E, and F has the same morphology, namely forming thin layers that overlap each other and forming more folds. It is also seen that the resulting GO has a non-uniform size. GO synthesis was successful compared to graphite morphology because it has a different shape.

The synthesis results were further reaffirmed by looking at the percentage composition of the constituent elements of GO. The percentage of element C in GO with time variations respectively is 64.05; 64.72; 64.00; 65.17; 65.62; 64.86% and element O respectively is 35.39; 34.87; 35.37; 34.21; 33.70; 34.36%. Table 6 shows the percentage of the constituent elements of GO in the variation of reaction time.

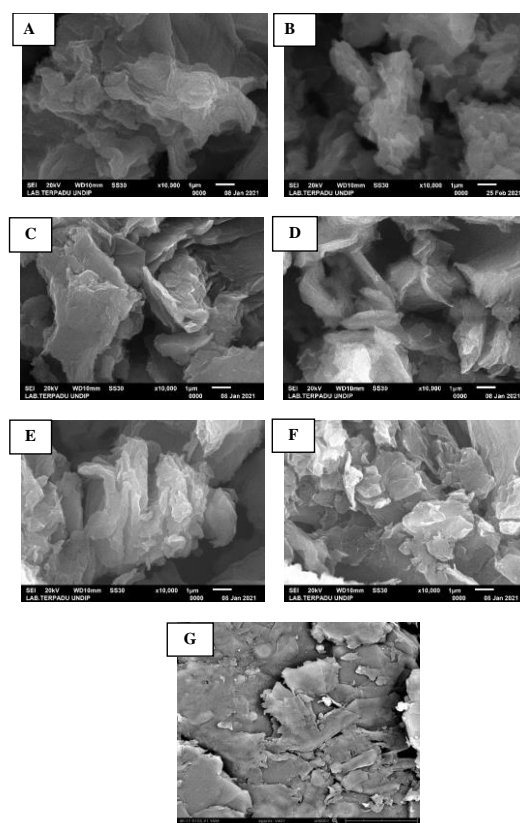


Figure 6. Characterization of SEM (A = GO 1 hour; B = GO 2 hours; C= GO 3 hours; D = GO 4 hours; E = GO 5 hours; F = GO 6 hours; G = Graphite)

Table 8. GO Elements: Variation of Synthesis Time

Sample	Mass composition (% mass)			
	%C	%O	%Cl	%S
1 hour	64,05	35,39	0,18	0,38
2 hours	64,72	34,87	0,18	0,23
3 hours	64,00	35,37	0,20	0,43
4 hours	65,17	34,21	0,29	0,33
5 hours	65,62	33,70	0,20	0,48

6 hours	64,86	34,36	0,20	0,58
---------	-------	-------	------	------

The results show that the percentage of C and O elements in GO with time variations have almost the same percentage. Therefore, it can be concluded that the effect of GO reaction time does not have a significant effect on GO synthesis results. Cl and S elements in GO synthesis results occurred due to the less-than-optimal GO washing process.

c) Characterization of CV

Specific capacitance measurements were then carried out on the GO sample of 9:1 with variations in reaction time of 1, 2, 3, 4, 5, and 6 hours. Measurements were carried out at scan rates of 100, 300 500 mV/s in the range -1,2 – +1,2 μ A. The results of the voltammogram can be seen in Figure 7.

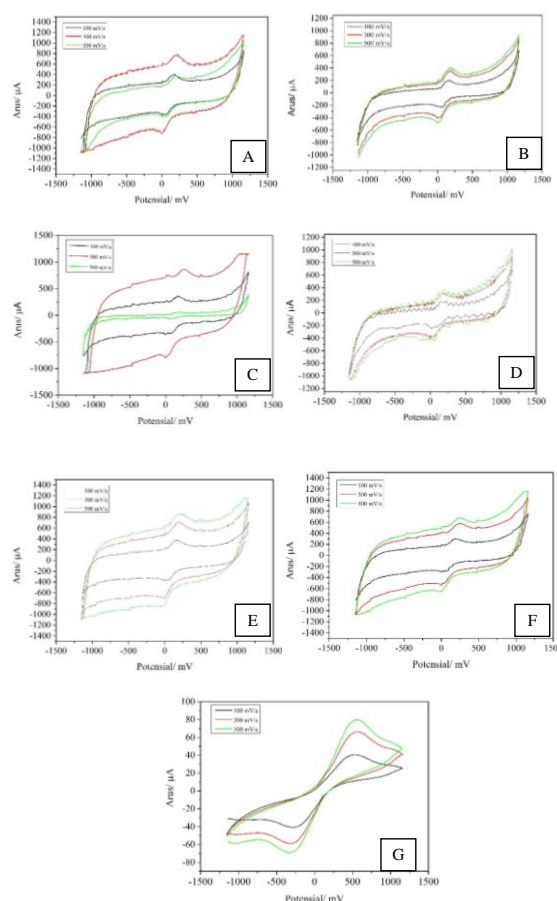


Figure 7. Voltammogram GO 9:1 Variation of reaction time (A= GO 1 hour; B = GO 2 hours; C = GO 3 hours; D = GO 4 hours; E = GO 5 hours; GO = 6 hours)

Measurement results for variation of reaction time produce a voltammogram that is nearly square and symmetrical. When compared with the SPCE voltammogram, the results show that the SPCE-GO has a slight hump. The area of each reaction time variation shows different shapes, causing different GO capacitances. The GO capacitance of reaction time variations is in Table 7.

Table 9. Comparison of GO Capacitance 9:1 Reaction Time Variation

No	Time Variation	The capacitance of GO Energy (mF/g)		
		100 (mV/s)	300 (mV/s)	500 (mV/s)
1	1 hour	21792,2	15198,68	4767,71
2	2 hours	9919,14	5898,78	4153,22
3	3 hours	19835,3	17922,8	279,2
4	4 hours	10423,1	6306,15	4456,67
5	5 hours	19634	13706	10570,1
6	6 hours	17250,6	11710,5	8783,38

Based on Table 7, there is a decrease in the capacitance from 1 hour to 2 hours, from 21792.18 to 9919.14 mF/g (100 mV/s). It can also be seen in the 1-hour GO voltammogram, which has a large area than the 2-hours-GO. It increases at 3 hours GO, which is 19835.31 mF/g, and again decreases at 4 hours GO by 10423.14 mF/g. At 5 hours GO, it increases again and decreases at 6 hours GO. When viewed from the oxide group bound to GO, each time has the same FTIR results.

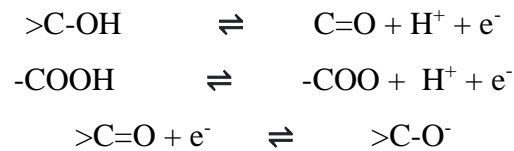
The result of GO specific capacitance for reaction time variation shows that the capacitance value decreases as the scan rate increases. It indicates that the performance of a capacitor is good. However, it can be seen at GO 1 and 3 hours that the resulting capacitance decreases drastically at a scan rate of 300 to 500 mV/s. It occurs as a result of the electrode drying process that is not optimal, causing scan repeatability. The high scan rate causes the ions to diffuse well, so that the electron transfer takes place quickly and the reduction occurs well. Meanwhile, ions diffuse for a long time at a low scan rate and work near the electrode, causing the capacitance to increase. Furthermore, the specific value of energy from the results of the capacitance measurement.

The energy specification value in the GO time variation has an energy specification range of 804.10 to 62761.5 mWh/Kg. According to Liu et al. (2010), the specific energy of GO material as a supercapacitor is 85.6 Wh/Kg, so the specific value of GO energy for reaction time variations enters the supercapacitor with specific energy with a value range of 0.804 – 62.761 Wh/Kg. The specific value of energy in GO variation of reaction time is shown in Table 8.

Table 10. GO Specific Energy 9:1 Reaction Time Variation

No	Time Variation	GO Specific Energy (mWh/Kg)		
		100 (mV/s)	300 (mV/s)	500 (mV/s)
1	1 hour	62761,5	43772,2	13731
2	2 hours	28567,1	16988,5	11961,3
3	3 hours	57125,7	51617,8	804,1
4	4 hours	30018,7	18161,7	12835,2
5	5 hours	56545,9	39473,2	30441,9
6	6 hours	49681,8	33726,2	25296

Based on the description, the GO synthesis results, in both the variation of the oxidizing acid ratio H₂SO₄: H₃PO₄ and the reaction time, fall into the supercapacitor of pseudocapacitance. It happens because the voltammogram results show the presence of a hump (Ramachandran et al., 2015). This property results from the abundance of bound oxygen groups. According to Ogata et al. (2016), redox reactions that occur in oxygen bound group are as follow:



The abundance of oxygen groups such as carbonyl, carboxyl, and hydroxyl causes a large pseudocapacitance. In GO of oxidizing acid variations, the characteristic of pseudocapacitance increases with the increase in sulfate.

Conclusion

Based on the analysis and characterization results, it can be concluded that the effect of the ratio of H_2SO_4 : H_3PO_4 at 9:1 gives a maximum capacitance of 9919.14 mF/g with a yield mass of 2.5 grams. In comparison, the effect of GO synthesis reaction time does not have a significant effect. The FTIR results show that the use of H_3PO_4 only produces alkoxy C-O and aromatic C-H groups. The use of H_2SO_4 produces alkoxides and oxides C-O, C=O, aromatics C=C, and O-H, while the mixture of the two produces alkoxy C-O, C=O, C=C, and O-H.

References

- Alam, S. N., Sharma, N., & 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. <https://doi.org/10.4236/graphene.2017.61001>
- Alkhouzaam, A., Qiblawey, H., Khraisheh, M., Atieh, M., & Al-Ghouti, M. (2020). Synthesis of graphene oxides particle of high oxidation degree using a modified Hummers method. *Ceramics International*, 46(15), 23997–24007. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.177>
- Amelia, T., Syakir, N., Bahtiar, A., & Fitrilawati, F. (2020). Karakteristik Lapisan Graphene Oxide yang Dibuat dengan Teknik UV Oven Spraying sebagai elektroda Sel Superkapasitor. *Jurnal Ilmu Dan Inovasi Fisika*, 4(1), 71–78. <https://doi.org/10.24198/jiif.v4i1.26367>
- Bera, M., Chandravati, Gupta, P., & Maji, P. K. (2018). Facile one-pot synthesis of graphene oxide by sonication assisted mechanochemical approach and its surface chemistry. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 18(2), 902–912. <https://doi.org/10.1166/jnn.2018.14306>
- Boukhoubza, I., Khenfouch, M., Achehboune, M., Mothudi, B. M., Zorkani, I., & Jorio, A. (2019). Graphene oxide/ZnO nanorods/graphene oxide sandwich structure: The origins and mechanisms of photoluminescence. *Journal of Alloys and Compounds*, 797, 1320–1326. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.266>
- Chen, J., Yao, B., Li, C., & Shi, G. (2013). An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. *Carbon*, 64(1), 225–229.

<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.07.055>

- Faniyi, I. O., Fasakin, O., Olofinjana, B., Adekunle, A. S., Oluwasusi, T. V., Eleruja, M. A., & Ajayi, E. O. B. (2019). The comparative analyses of reduced graphene oxide (RGO) prepared via green, mild and chemical approaches. *SN Applied Sciences*, 1(10). <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1188-7>
- Fattah, N. F. A., Ng, H. M., Mahipal, Y. K., Numan, A., Ramesh, S., & Ramesh, K. (2016). An approach to solid-state electrical double layer capacitors fabricated with graphene oxide-doped, ionic liquid-based solid copolymer electrolytes. *Materials*, 9(6). <https://doi.org/10.3390/ma9060450>
- Guo, Y., Chang, B., Wen, T., Zhao, C., Yin, H., Zhou, Y., Wang, Y., Yang, B., & Zhang, S. (2016). One-pot synthesis of graphene/zinc oxide by microwave irradiation with enhanced supercapacitor performance. *RSC Advances*, 6(23), 19394–19403. <https://doi.org/10.1039/c5ra24212f>
- Hou, Y., Lv, S., Liu, L., & Liu, X. (2020). High-quality preparation of graphene oxide via the Hummers' method: Understanding the roles of the intercalator, oxidant, and graphite particle size. *Ceramics International*, 46(2), 2392–2402. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.231>
- Jahanshahi, M., Jabari, R., Rashidi, A. M., & Asghar Ghoreyshi, A. (2013). Synthesis and Characterization of Thermally-Reduced Graphene. *Iranica Journal of Energy & Environment*, 4(1), 53–59. <https://doi.org/10.5829/idosi.ijee.2013.04.01.09>
- Jeong, H. K., Jin, M. H., So, K. P., Lim, S. C., & Lee, Y. H. (2009). Tailoring the characteristics of graphite oxides by different oxidation times. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42(6). <https://doi.org/10.1088/0022-3727/42/6/065418>
- Kasap, S., Kaya, I. I., Repp, S., & Erdem, E. (2019). Superbat: Battery-like supercapacitor utilized by graphene foam and zinc oxide (ZnO) electrodes induced by structural defects. *Nanoscale Advances*, 1(7), 2586–2597. <https://doi.org/10.1039/c9na00199a>
- Koohi-Fayegh, S., & Rosen, M. A. (2020). A review of energy storage types, applications and recent developments. *Journal of Energy Storage*, 27(July 2019), 101047. <https://doi.org/10.1016/j.est.2019.101047>

- Lerf, A., He, H., Forster, M., & Klinowski, J. (1998). Structure of graphite oxide revisited. *Journal of Physical Chemistry B*, 102(23), 4477–4482. <https://doi.org/10.1021/jp9731821>
- Liu, C., Yu, Z., Neff, D., Zhamu, A., & Jang, B. Z. (2010). Graphene-based supercapacitor with an ultrahigh energy density. *Nano Letters*, 10(12), 4863–4868. <https://doi.org/10.1021/nl102661q>
- Lling-Lling Tan, Wee-Jun Ong, Siang-Piao Chai, & Abdul Rahman Moha. (2013). Reduced graphene oxide-TiO₂ nanocomposite as a promising visible-light-active photocatalyst for the conversion of carbon dioxide. *Nanoscale Research Letters*, 8(465), 1–9. <http://download.springer.com/static/pdf/680/art%253A10.1186%252F1556-276X-8-465.pdf?originUrl=http%3A%2F%2Flink.springer.com%2Farticle%2F10.1186%2F1556-276X-8-465&token2=exp=1497900327~acl=%2Fstatic%2Fpdf%2F680%2Fart%25253A10.1186%25252F1556-276X-8-465.pdf>
- Manuscript, A. (2015). *Chemical Science*. <https://doi.org/10.1039/C5SC03828F>
- Ogata, C., Kurogi, R., Hatakeyama, K., Taniguchi, T., Koinuma, M., & Matsumoto, Y. (2016). All-graphene oxide device with tunable supercapacitor and battery behaviour by the working voltage. *Chemical Communications*, 52(20), 3919–3922. <https://doi.org/10.1039/c5cc09575a>
- Peng, S., Fan, X., Li, S., & Zhang, J. (2013). Green synthesis and characterization of graphite oxide by orthogonal experiment. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 58(4), 2213–2217. <https://doi.org/10.4067/S0717-97072013000400067>
- Prakash, A., & Bahadur, D. (2014). The role of ionic electrolytes on capacitive performance of ZnO-reduced graphene oxide nanohybrids with thermally tunable morphologies. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 6(3), 1394–1405. <https://doi.org/10.1021/am405031y>
- Ramachandran, R., Saranya, M., Kollu, P., Raghupathy, B. P. C., Jeong, S. K., & Grace, A. N. (2015). Solvothermal synthesis of Zinc sulfide decorated Graphene (ZnS/G) nanocomposites for novel Supercapacitor electrodes.

- Electrochimica Acta*, 178, 647–657.
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.08.010>
- Tian, Y., Yu, Z., Cao, L., Zhang, X. L., Sun, C., & Wang, D. W. (2021). Graphene oxide: An emerging electromaterial for energy storage and conversion. *Journal of Energy Chemistry*, 55, 323–344.
<https://doi.org/10.1016/j.jechem.2020.07.006>
- Țucureanu, V., Matei, A., & Avram, A. M. (2016). FTIR Spectroscopy for Carbon Family Study. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 46(6), 502–520.
<https://doi.org/10.1080/10408347.2016.1157013>
- Vorrada, L., Krit, T., Passakorn, E., Wanchai, B., & Achanai, B. (2013). Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013, 1–5.
- Xu, J., Huang, J., Zini, M., Cheng, C., Jin, T., & Huang, B. (2020). A facile synthesis of ZnO nanorods on nitrogen-doped graphene sheets for supercapacitor applications. *International Journal of Electrochemical Science*, 15(1), 765–773. <https://doi.org/10.20964/2020.01.65>
- Yuan, R., Yuan, J., Wu, Y., Ju, P., Ji, L., Li, H., Chen, L., Zhou, H., & Chen, J. (2018). Graphene oxide-monohydrated manganese phosphate composites: Preparation via modified Hummers method. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 547(January), 56–63.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.03.023>
- Zaaba, N. I., Foo, K. L., Hashim, U., Tan, S. J., Liu, W. W., & Voon, C. H. (2017). Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering*, 184, 469–477.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.118>
- Zangmeister, C. D. (2010). Preparation and evaluation of graphite oxide reduced at 220 °c. *Chemistry of Materials*, 22(19), 5625–5629.
<https://doi.org/10.1021/cm102005m>

Lampiran 5: Dokumentasi

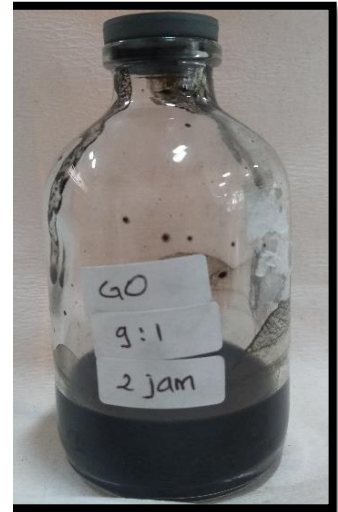
1) Sintesis *Graphene Oxide* (GO)



Proses Sintesis GO



Setelah ditambahkan KMnO_4



Suspensi GO (9:1) 2 jam

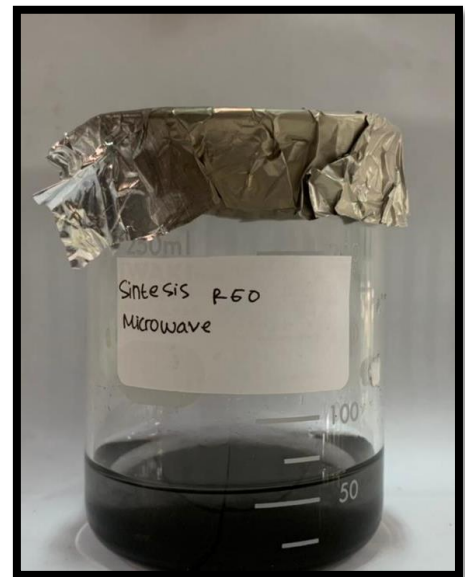


Sentrifugasi suspensi GO



Hasil sentrifugasi GO

2) Sintesis graphene (tanpa ZnO)

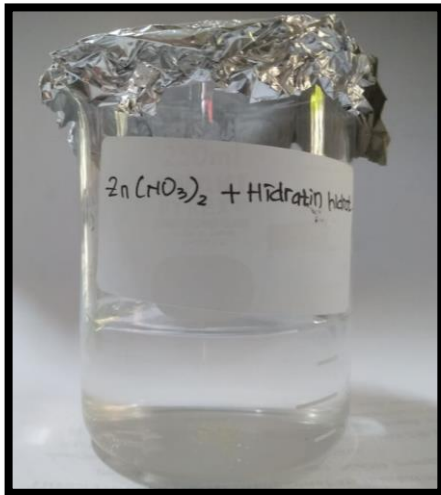


Suspensi GO setelah ultrasonikasi



Proses GO di *microwave*

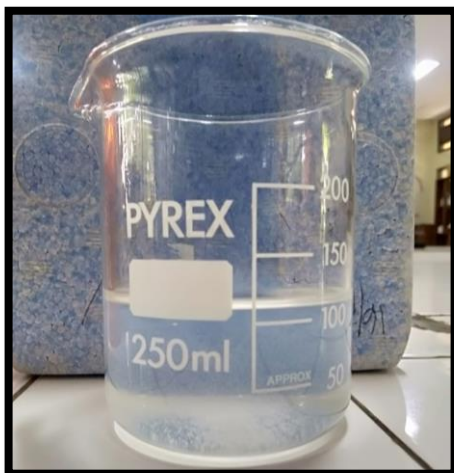
3) Sintesis ZnO tanpa GO



Suspensi ZnO setelah ultrasonikasi

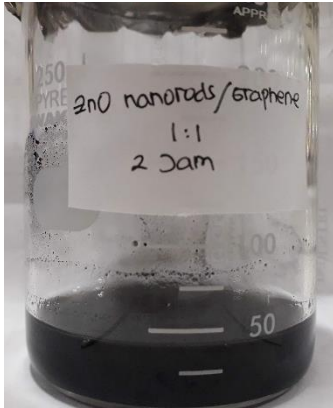


Suspensi ZnO dimasukan dalam rangkaian alat hidrotermal

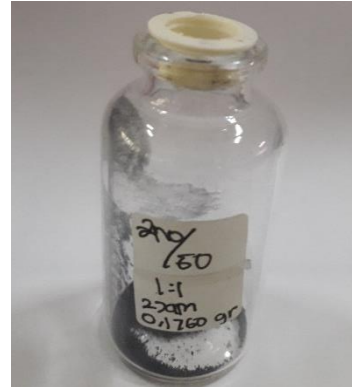


Suspensi ZnO setelah di hidrotermal

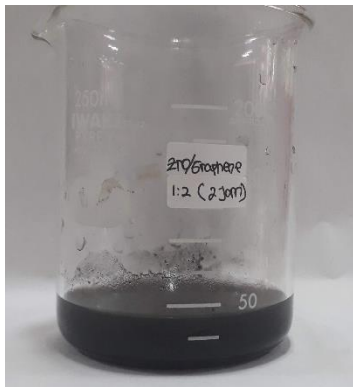
4) Sintesis ZnO/graphene



Suspensi ZnO graphene (1:1) 4 jam



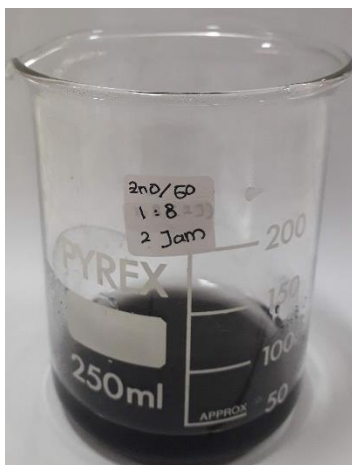
Serbuk ZnO/graphene (1:1) 2 jam



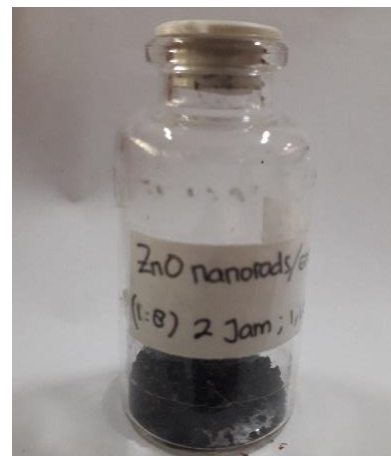
Suspensi ZnO/graphene (2:1) 2 jam



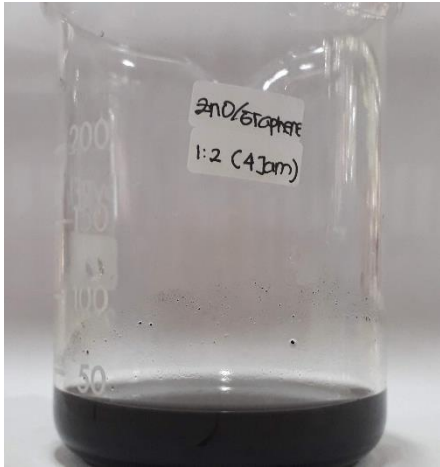
Serbuk ZnO/graphene (2:1) 2 jam



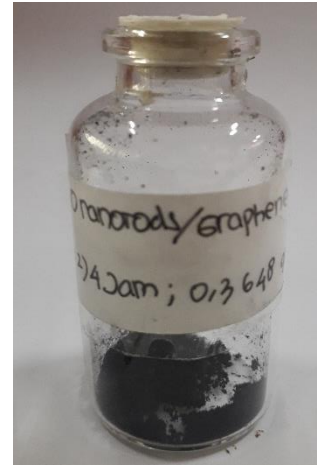
Suspensi ZnO/graphene (8:1) 2 jam



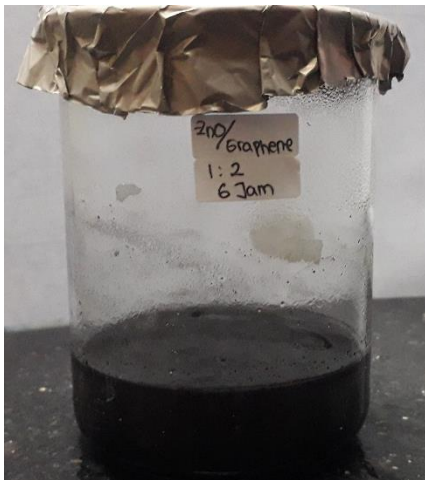
Serbuk ZnO/graphene 8:1 2 jam



Suspensi ZnO/graphene (2:1) 4 jam



Serbuk ZnO/graphene (2:1) 4 jam

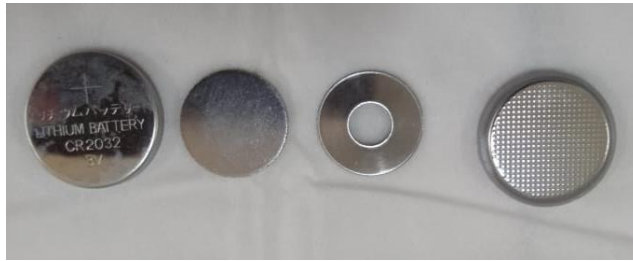


Suspensi ZnO/graphene (2:1) 4 jam



Serbuk ZnO/graphene (2:1) 4 jam

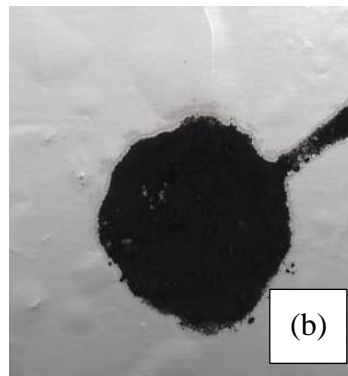
5. Fabrikasi Coin Cell Supercapacitor



Komponen Coin Cell (CR 2032)




(a)







(b)

- (a) hasil ultrasonikasi ZnO/graphene,
 (b) membuat lapisan ZnO/graphene di atas alumunium foil atau Cu foil.

Pengukuran tegangan anoda-katoda coin cell superkapasitor baterai

No	ZnO/graphene	Dokumentasi
1	ZnO/graphene 2:1 2 Jam	

2	ZnO/graphene 2:1 4 Jam	
3	ZnO/graphene 2:1 6 Jam	
4	ZnO graphene 1:1 2 jam	
5	ZnO graphene 2:1 2 jam	
6	ZnO graphene 8:1 2 jam	