

**SINTESIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KARBON
BATERAI ZnC MENGGUNAKAN KOMBINASI METODE
LIQUID-PHASE EXFOLIATION DAN RADIASI SINAR-X**

SYNTHESIS OF GRAPHENE OXIDE FROM ZnC BATTERIES CARBON
WASTE USING A COMBINATION OF LIQUID-PHASE EXFOLIATION
AND RADIATION X-RAY METHOD

**SATRIA PUTRA JAYA NEGARA
H012191016**



**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2022**

**SINTESIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KARBON
BATERAI ZnC MENGGUNAKAN KOMBINASI METODE
LIQUID-PHASE EXFOLIATION DAN RADIASI SINAR-X**

SYNTHESIS OF GRAPHENE OXIDE FROM ZnC BATTERIES CARBON
WASTE USING A COMBINATION OF LIQUID-PHASE EXFOLIATION
AND RADIATION X-RAY METHOD

**SATRIA PUTRA JAYA NEGARA
H012191016**



**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2022**

**SINTESIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KARBON BATERAI ZnC
MENGUNAKAN KOMBINASI METODE *LIQUID-PHASE*
EXFOLIATION DAN RADIASI SINAR-X**

Tesis

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar Magister

Program Studi

Kimia

Disusun dan diajukan oleh

SATRIA PUTRA JAYA NEGARA

kepada

PROGRAM PASCASARJANA

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

2022

**SINTESIS GRAPHENE OXIDE DARI LIMBAH KARBON BATERAI ZnC
MENGUNAKAN KOMBINASI METODE LIQUID-PHASE
EXFOLIATION DAN RADIASI SINAR-X**

Disusun dan diajukan oleh

SATRIA PUTRA JAYA NEGARA

NOMOR POKOK: H012191016

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Ujian Tesis
pada tanggal 23 Februari 2022
Dan dinyatakan memenuhi syarat

Menyetujui:
Komisi penasehat



Dr. Indah Raya, M.Si



Dr. Maming, M.Si

Ketua Program Studi
Magister Kimia



Dr. Hasnah Natsir, M.Si

Dekan Fakultas MIPA
Universitas Hasanuddin



Dr. Eng Amiruddin, M.Si

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Satria Putra Jaya Negara
Nim : H012191016
Program Studi : Kimia
Jenjang : S2

Menyatakan dengan ini bahwa karya tulisan saya berjudul

Sintesis *Graphene Oxide* dari Limbah Karbon Baterai ZnC Menggunakan Kombinasi Metode *Liquid-Phase Exfoliation* dan Radiasi Sinar-X

Adalah karya tulisan saya sendiri dan bukan merupakan pengambilan alihan tulisan orang lain bahwa Tesis yang saya tulis ini benar benar merupakan hasil karya saya sendiri.

Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan Tesis ini hasil karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Makassar, 23 Februari 2022

Yang menyatakan



(Satria Putra Jaya Negara)

PRAKATA

Alhamdulillah rabbil 'alamin.

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas rahmat, hidayah, serta karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini yang berjudul “**Sintesis Graphene Oxide dari Limbah Karbon Baterai ZnC Menggunakan Kombinasi Metode Liquid-Phase Exfoliation dan Radiasi Sinar-X**” sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister Sains (M.Si) pada Prodi Magister Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin. Sholawat dan salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi suri tauladan bagi umat manusia.

Tiada kata yang mampu mengungkapkan rasa terima kasih dan penghargaan yang istimewa dengan segenap cinta dan hormat kepada Bapak dan Mama atas segala jerih payah dan pengorbanan dalam membesarkan, mendidik dan membimbing penulis dengan penuh kasih sayang dan kesabaran, serta memberikan semangat, dorongan dan doanya dalam menyelesaikan hasil penelitian ini.

Penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan setinggi-tingginya kepada Ibu Dr. Indah Raya, M.Si selaku pembimbing utama dan Bapak Dr. Maming, M.Si selaku pembimbing pertama, yang telah memberikan begitu banyak bantuan, masukan dan saran, motivasi untuk penulis mulai dari penyusunan proposal, penelitian, hingga penyusunan tesis ini. Kesempatan ini juga, penulis dengan segala kerendahan hati mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Dr. Hasnah Natsir, M.Si selaku Ketua Program Studi Magister Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Hasanuddin.

2. Alm. Prof. Dr. Alfian Noor, M.Sc., Prof. Dr. Wahid Wahab, M.Sc., Dr. Firdaus Zenta, MS., Dr. Hasnah Natsir, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan ilmu, saran dan masukan dalam penyusunan proposal hingga tesis penulis.
3. Seluruh Dosen Pascasarjana Departemen Kimia yang telah memberikan ilmu kepada penulis selama perkuliahan.
4. Seluruh analis laboratorium yang senantiasa membantu penulis selama proses penelitian.
5. Seluruh staf Departemen Kimia dan Fakultas yang senantiasa membantu penulis dalam hal administrasi.
6. Teman-teman seperjuangan OKS19EN atas segala bantuan, dukungan, kebersamaan dan kekeluargaan dari awal perkuliahan hingga pada tahap ini.
7. Seluruh pihak yang banyak membantu dan berkontribusi dalam hidup penulis selama ini khususnya dalam menjalani masa kuliah yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian dengan memberikan pahala yang berlipat ganda. Akhir kata, semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi diri penulis pribadi maupun pembaca. Aamiin.

Makassar, Februari 2022

Penulis

ABSTRAK

SATRIA PUTRA JAYA NEGARA. Sintesis *Graphene Oxide* dari Limbah Karbon Baterai ZnC Menggunakan Kombinasi Metode *Liquid-Phase Exfoliation* dan Radiasi Sinar-X (dibimbing oleh Indah Raya dan Maming).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis *Graphene Oxide* (GO) dari limbah karbon baterai ZnC menggunakan kombinasi metode LE dan radiasi sinar-X, menentukan waktu optimum sintesis, karakterisasi GO hasil sintesis, dan mengetahui sifat konduktivitas GO. Penelitian ini diawali dengan preparasi batang limbah karbon baterai ZnC, kemudian dilakukan penembakan sinar-X yang selanjutnya disintesis GO menggunakan surfaktan *linier alkylbenzene sulfonate* (LABS) dan tanpa surfaktan. Karakterisasi GO hasil sintesis menggunakan *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis) Spectrofotometer, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS). Waktu optimum sintesis GO diperoleh pada 120 menit baik tanpa surfaktan dan dengan surfaktan. Hasil FTIR menunjukkan gugus epoksi, C-C, C=C, O-H, -CO₂H, C=O. Hasil XRD menunjukkan puncak yang kurang tajam atau sedikit lebar pada $2\theta = 10,6^\circ$ dengan jarak *d-spacing* 8,2848 Å, dengan morfologi hasil SEM berbentuk lembaran acak tak beraturan serta nilai energi *band gap* 1,19 eV. GO hasil sintesis dengan surfaktan dapat digunakan sebagai salah satu bahan bersifat superkonduktor.

Kata kunci : Graphene Oxide, Sintesis, Surfaktan.

ABSTRACT

SATRIA PUTRA JAYA NEGARA. Synthesis of Graphene Oxide from ZnC Batteries Carbon Waste Using A Combination of Liquid-Phase Exfoliation and Radiation X-Ray Method (assisted by Indah Raya dan Maming).

This research aims to know about the results of GO synthesis from ZnC battery carbon waste using a combination of LE method and X-ray radiation, to determine the optimum time of the synthesis, to characterize the synthesized GO, and to find out about the conductivity properties of GO. This research began with preparing the rods of ZnC battery carbon waste, and then X-ray firing was carried out and the GO proceeded to get synthesized using a surfactant of linear alkylbenzene sulfonate (LABS) surfactant and also without using a surfactant. The characterization of the synthesized GO was carried out using Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectrophotometer, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS). The optimum time for GO synthesis was obtained at 120 minutes which applies to both with and without using a surfactant. The FTIR results show the epoxy groups, C-C, C=C, O-H, -CO₂H, C=O. The XRD results show a peak that is slightly sharp and wide at $2\theta = 10,6^\circ$ with a d-spacing distance of 8.2848 Å and with the morphology of the SEM results in the form of irregular random sheets, and also the band gap energy value of 1,19 eV. The synthesized GO with surfactants can be used as a superconducting material.

Keywords : Graphene Oxide, Synthesis, Surfactant.

DAFTAR ISI

	halaman
PRAKATA	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
DAFTAR SINGKATAN	xv
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	5
C. Tujuan Penelitian	6
D. Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Nanopartikel	7
B. <i>Graphene</i> dan <i>Graphene Oxide</i> (GO)	10
C. Metode Sintesis <i>Graphene</i>	14
D. <i>Liquid-Phase Exfoliation</i> (LE)	16
E. Limbah Karbon Baterai ZnC	17
F. Surfaktan	19

G. Radiasi Sinar-X	22
H. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i>	23
I. Kerangka Pikir dan Hipotesis	34
III. METODE PENELITIAN	37
A. Waktu dan Tempat Penelitian	37
B. Alat dan Bahan	37
C. Prosedur Kerja	38
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	41
A. Preparasi Sampel	41
B. Sintesis <i>Graphene Oxide</i>	42
C. Identifikasi <i>Graphene Oxide</i>	48
V. KESIMPULAN DAN SARAN	66
A. Kesimpulan	66
B. Saran	67
DAFTAR PUSTAKA	68
LAMPIRAN	78

DAFTAR TABEL

nomor	halaman
1. Bentuk dan Ukuran Nanopartikel	8
2. UV-Vis sintesis GO tanpa surfaktan dan dengan surfaktan	49
3. Hasil karakterisasi dengan FTIR	54
4. Jarak antar lapisan (<i>d-spacing</i>) pada sampel <i>graphite</i>	56
5. Jarak antar lapisan (<i>d-spacing</i>) pada sampel tanpa surfaktan	56
6. Jarak antar lapisan (<i>d-spacing</i>) pada sampel dengan surfaktan	56

DAFTAR GAMBAR

nomor	halaman
1. Nanomaterial <i>Graphene</i>	9
2. Di Diagram skematis dari (a) Grafit dan (b) Lapisan tunggal <i>graphene</i>	10
3. a. <i>Graphene</i> , Lingkaran merah dan biru adalah kation dan anion (bertanggung jawab untuk konduksi) jari-jari. b. Grafit, Atom C(1) dan C(2) berada dalam lapisan <i>graphene</i> yang berdekatan yang dihubungkan oleh ikatan <i>van der Waals</i> seperti yang ditunjukkan oleh garis putus-putus	12
4. Struktur <i>Graphene Oxide</i>	13
5. Preparasi <i>Graphene Oxide</i>	14
6. Sintesis <i>graphene oxide</i> menggunakan <i>graphite</i>	16
7. Komposisi baterai ZnC	18
8. Struktur Surfaktan	20
9. Skematik peran surfaktan dalam sintesis material <i>graphene</i>	21
10. Skematik kerja sinar-X	22
11. Hasil karakterisasi UV-Vis (a) spektrum absorpsi GO dengan variasi konsentrasi GO, (b) spektrum absorpsi GO dengan variasi KMnO ₄	25
12. Spektrum FTIR GO dan GO-Ag <i>nanocomposite</i>	27
13. Hasil Karakterisasi SEM dengan perbesaran 10.000x (a) GO (b) rGO	32
14. Kerangka Pikir	35
15. a. Baterai primer; b. Batang Baterai; dan c. Serbuk Karbon	41
16. Sampel serbuk karbon ditembakkan sinar-X	42

17. a. Pencampuran sampel dengan surfaktan; b. Sampel tanpa surfaktan	43
18. Skema mekanisme reaksi utama yang terjadi selama tiga tahap radiolisis H ₂ O	45
19. Proses kerja surfaktan dan sinar-X pada sintesis material GO	46
20. a. Hasil sintesis GO dengan penambahan surfaktan; b. Tanpa penambahan surfaktan.	48
21. Spektrum UV-Vis GO tanpa surfaktan	50
22. Spektrum UV-Vis GO dengan menggunakan surfaktan	51
23. Perbandingan Grafik UV-Vis sintesis GO (a) dengan surfaktan dan (b) tanpa surfaktan	52
24. Grafik spektrum FTIR (a) Sampel dengan surfaktan (b) Sampel tanpa surfaktan dan (c) Sampel batang karbon	53
25. <i>Spectrum XRD sampel graphite</i>	57
26. Perbandingan hasil XRD sampel (a) <i>Graphene Oxide</i> , (b) <i>Graphene</i> , dan (c) <i>Graphite</i>	58
27. Sampel Karbon Baterai (a) Perbesaran 1.300x (b) Perbesaran 3.000x (c) Perbesaran 5.000x dan (d) Perbesaran 10.000x	60
28. Sampel hasil sintesi GO (a) perbesaran 1.300x (b) perbesaran 3.000x (c) perbesaran 5.000x dan (c) perbesaran 10.000x	61
29. (a) Spektrum UV-DRS dan (b) grafik energi <i>band gap</i> GO	63
30. Gambar struktur kimia dan celah pita graphene, GO dan rGO; a. Struktur kimia <i>graphene</i> ; b Struktur kimia GO menurut model Lert-Klinowski; c. Struktur kimia rGO; d. Skema energi <i>band gap graphene</i> ; e. Skema energi <i>band gap</i> GO; dan f. Skema energi <i>band gap</i> rGO	64

DAFTAR LAMPIRAN

nomor		halaman
1.	Bagan Kerja	79
2.	Lampiran Dokumentasi	84
3.	Lampiran Hasil UV-Vis	85
4.	Lampiran Hasil FTIR	93
5.	Lampiran Hasil SEM	96
6.	Lampiran Hasil UV-DRS	94
7.	Lampiran Analisis Data	101

DAFTAR ARTI LAMBANG DAN SINGKATAN

Lambang/singkatan	Arti dan keterangan
ZnC	<i>Zinc-Carbon</i> , limbah baterai
GO	Graphene Oxide
rGO	reduce Graphene Oxide
FTIR	Fourier Transformed Infrared
UV-Vis	Ultraviolet-visible
LE	Liquid Exfoliation
XRD	X-Ray Diffraction
DRS	Diffuse Reflectance Spectroscopy
PT	Perseroan Terbatas
B3	Bahan Berbahaya dan Beracun
SEM	Scanning Electron Microscope
sp ² dan sp ³	Bentuk hibridisasi orbital
Srf	Surfaktan
d-spacing	Jarak antar lapisan
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standard
LABS	Surfaktan Linear alkylbenzene sulfonate

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Era Globalisasi ini, pesatnya perkembangan teknologi dan peningkatan aktivitas masyarakat berdampak pada banyak hal, salah satunya adalah peningkatan penggunaan baterai. Berbagai macam aktivitas masyarakat saat ini diketahui telah banyak menggunakan baterai sebagai sumber utamanya. Alat-alat tersebut antara lain, laptop, *handphone*, kamera, jam dinding, senter, kalkulator, mainan anak-anak dan lain sebagainya. Namun tanpa disadari, peningkatan konsumsi baterai pada masyarakat ini menyebabkan peningkatan jumlah limbah baterai, khususnya baterai primer yang bersifat sekali pakai (*disposable*).

Di Indonesia, pengolahan batu baterai bekas belum mendapat perhatian khusus. Berdasarkan laporan PT. Panasonic Gobel Energy Indonesia, salah satu produsen baterai nasional menyatakan bahwa pada tahun 2010 kapasitas produksi baterai kering berbasis mangan meningkat menjadi 2 juta unit per tahun (Khakim, 2014). Dan selain itu data statistik industri manufaktur yang dikeluarkan oleh Badan Pusat Statistika Indonesia (2014), jumlah produksi baterai seng klorida mancapai 200 juta pertahun. Dengan demikian, dapat diperkirakan lebih dari 2 juta unit per tahun limbah baterai menanti di tahun berikutnya.

Baterai primer yang paling banyak digunakan masyarakat adalah baterai *zinc-carbon* (ZnC). Baterai ZnC tersusun dari logam seng sebagai anoda, mangan dioksida sebagai katoda, pasta elektrolit amonium klorida dan seng klorida, serta batang karbon yang terletak pada bagian tengah baterai.

Komponen-komponen penyusun baterai merupakan unsur kimia yang dapat membahayakan dan mencemari lingkungan. Maka dari itu, berdasarkan Surat Keputusan Menteri Perindustrian No. 148 Tahun 1985, batu baterai kering dapat digolongkan ke dalam kategori B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun). Namun, pengetahuan masyarakat akan bahaya limbah baterai terhadap lingkungan masih sangat kurang. Hal ini terlihat dari perilaku masyarakat yang lebih memilih untuk membuang limbah baterai ke lingkungan setelah digunakan.

Hal tersebut yang mendasari pemanfaatan kembali limbah karbon dari baterai ZnC. Karbon yang terdapat dalam baterai ZnC diketahui berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan nanomaterial *graphene oxide* (GO). Limbah karbon baterai tersusun dari *graphite* yang merupakan susunan berlapis-lapis dari *graphene*.

GO menjadi sangat menarik untuk dikaji karena memiliki sifat kelistrikan, termal dan mekanik yang luar biasa. Struktur yang unik dari GO memberikan peningkatan sifat GO. Karena perkembangannya yang luar biasa, sifat optik dan mekanik GO memiliki potensi besar untuk digunakan dalam berbagai aplikasi yaitu pemurnian air, pelapisan (*multilayer film*),

materi terkait (kertas oksida grafena), elektroda baterai isi ulang yang fleksibel dan sebagai konversi energi (Pinto, 2014).

Seiring dengan perkembangannya, telah dikenal berbagai metode pembuatan *graphene* dan GO baik melalui pendekatan *bottom-up* (kimia) maupun pendekatan *top-down* (fisika). Dari kedua pendekatan tersebut yang paling banyak digunakan adalah pendekatan *top-down* dengan mensintesis material-material yang berupa *graphite* (karbon multi layer) menjadi *graphene* dan GO.

Ada beberapa metode untuk memperoleh *graphene* yaitu *mechanical exfoliation* (ME), *reduction of graphene oxide* (rGO), *liquid exfoliation* (LE) dan lain sebagainya. Dimana metode rGO adalah metode sintesis *graphene* secara kimiawi, dimana serbuk *graphite* dioksidasi menggunakan bahan kimia seperti asam sulfat, asam nitrat, kalium klorat dan lain sebagainya. Metode rGO melewati dua tahap pengoksidan yaitu dari *graphite* menjadi *graphite oxide* dan *graphite oxide* menjadi *graphene oxide*. Setelah melalui kedua tahap itu barulah didapatkan material *graphene* atau lembaran *graphene* yang tipis (Li dkk., 2014).

Selain itu metode LE adalah metode sintesis *graphene* dalam fase cair yang menggunakan teknologi surfaktan. Metode ini cukup menarik untuk dikaji lebih mendalam karena efisien, murah dan sederhana atau mudah (Wang dkk., 2014). Surfaktan digunakan untuk melemahkan ikatan *van der Waals* antar lembaran-lembaran GO pada *graphite*. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik energi tinggi. Energi sinar-X yang tinggi ini telah

dimanfaatkan dengan baik dalam bidang kedokteran. Hal tersebut yang mendasari pemikiran untuk menggunakan sinar-X dalam mensintesis material GO dengan memanfaatkan energi radiasi sinar-X. Selain itu, sinar-X merupakan radiasi yang bersifat ramah lingkungan sehingga aman untuk mensintesis material GO.

GO yang telah dibuat dengan mengkombinasikan metode LE dan radiasi sinar-X dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis) untuk mengetahui karakteristik GO yang telah dibuat dengan mengamati puncak-puncak absorbansi yang muncul.

Salah satu sifat dari GO yaitu sebagai pengantar listrik atau konduktor. Konduktor merupakan salah satu komponen yang vital dalam bidang elektronik dan berfungsi sebagai penghantar listrik. Dengan perkembangan teknologi, manusia tidak hanya sekedar membutuhkan konduktor, namun memerlukan material yang lebih dari itu yang disebut dengan Superkonduktor, material superkonduktor merupakan material yang dapat menghantarkan listrik ataupun panas tanpa adanya resistensi (tegangan). Sehingga superkonduktor tidak akan menghasilkan panas ataupun kehilangan arus listrik yang dialirkan serta dapat meningkatkan efisiensi secara baik. Akan tetapi saat ini belum ditemukan material superkonduktor yang ideal. Meskipun sudah ada material yang bersifat superkonduktor, tetapi material ini memerlukan kondisi khusus. Sebagai contoh *Cuprate*, yang bersifat superkonduktor jika didinginkan pada suhu

300 °F di atas suhu absolut (*absolute zero*) atau sekitar 200 °F di bawah titik beku air.

Graphene oxide mendapat perhatian pesat sebagai salah satu bahan superkonduktor, karena memiliki konduktivitas listrik yang besar dan luas permukaan yang besar (Akbari dkk., 2019; Xu, 2011). Dalam penelitian ini, GO hasil sintesis diuji untuk mengetahui apakah dapat bertindak sebagai bahan superkonduktor. Di mana bahan GO mudah dan murah untuk disintesis. Sebagian besar gugus -OH yang terperangkap dalam struktur GO menjadikannya konduktor ionik yang sangat anisotropik tetapi merupakan isolator listrik yang memungkinkan penggunaannya sebagai pemisah elektrolit dan elektroda yang layak.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil sintesis GO dari limbah karbon baterai ZnC menggunakan kombinasi metode LE dan radiasi sinar-X?
2. Bagaimana menentukan waktu optimum pada sintesis GO dengan metode radiasi sinar-X menggunakan surfaktan dan tanpa surfaktan berdasarkan hasil uji UV-Vis?
3. Bagaimana karakterisasi GO menggunakan FTIR, XRD dan SEM?
4. Bagaimana sifat konduktivitas GO berdasarkan hasil uji UV-Vis DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*)?

C. Tujuan Penelitian

1. Mensintesis GO dari limbah karbon baterai ZnC menggunakan kombinasi metode LE dan radiasi sinar-X.
2. Menentukan waktu optimum pada sintesis GO dengan metode radiasi sinar-X menggunakan surfaktan dan tanpa surfaktan berdasarkan hasil uji UV-Vis.
3. Mengkarakterisasi GO menggunakan FTIR, XRD dan SEM.
4. Menentukan sifat konduktivitas GO berdasarkan hasil uji UV-Vis DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*).

D. Manfaat Penelitian

1. Memberikan solusi terhadap penumpukan limbah baterai primer sebagai inovasi material terbarukan.
2. Memberikan bahan informasi bahwa limbah baterai primer tergolong dalam kategori bahan berbahaya dan beracun (B3) dapat dimanfaatkan untuk menangani masalah lingkungan.
3. Memberikan informasi terkait material GO hasil sintesis dari limbah baterai mempunyai banyak manfaat, salah satunya yaitu sebagai bahan superkonduktor.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanopartikel

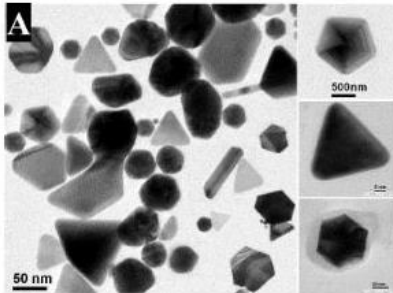
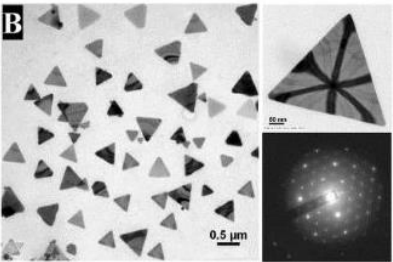
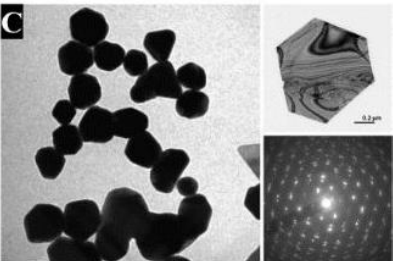
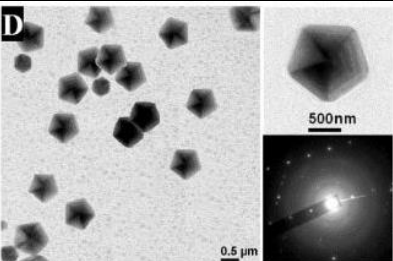
Nanopartikel adalah ilmu yang mempelajari ukuran dengan skala 1 miliar meter ($1 \times 10^{-9} \text{ m} = 1 \text{ nm}$) dan juga merupakan studi tentang manipulasi ukuran pada skala atomik dan molekul. Sebuah nanopartikel merupakan komponen paling utama dalam sebuah fabrikasi nano struktur dan material ini berukuran lebih kecil dari benda sehari-hari yang dideskripsikan oleh hukum gerak Newton, tetapi berukuran lebih besar dari sebuah atom atau molekul sederhana yang diatur dalam mekanika kuantum (Horikoshi dan Nick, 2013).

Nanopartikel dapat menunjukkan sifat yang berkaitan dengan ukuran yang berbeda secara signifikan dari yang baik partikel halus atau material ruah. *Nanocluster* memiliki setidaknya satu dimensi antara 1 dan 10 nanometer dan suatu distribusi ukuran yang sempit. Bubuk nano merupakan gumpalan partikel ultrahalus, nanopartikel, atau *nanocluster*. Kristal tunggal yang berukuran nanometer, atau domain tunggal partikel ultrahalus, sering di sebut kristal nano. Bentuk dan ukuran nanopartikel dapat dilihat pada Tabel 1.

Umumnya ukuran nanopartikel merentang antara 1 sampai 100 nm. Nanopartikel memiliki perbedaan sifat fisik dan kimia dari logam berukuran besar (misalnya, titik leleh lebih rendah, luas permukaan spesifik lebih

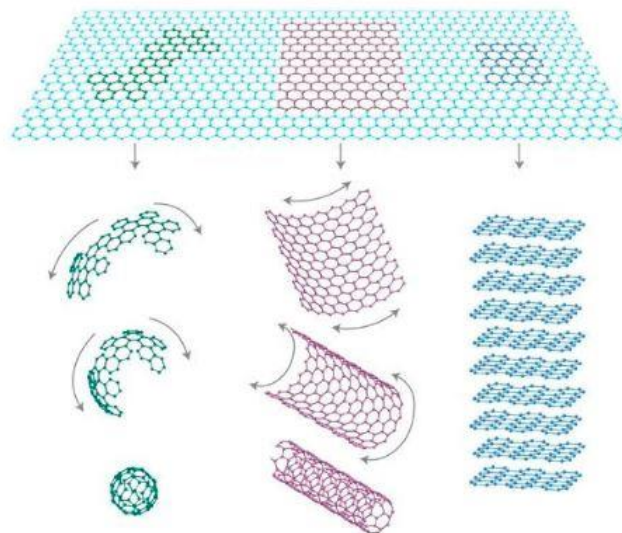
besar, sifat optik tertentu, kekuatan mekanik dan kemagnetan spesifik), sifat-sifat yang dapat diterapkan dalam bidang industri. Namun, bagaimana suatu nanopartikel dilihat dan didefinisikan tergantung pada bidang pengaplikasiannya (Horikoshi dan Nick, 2013).

Tabel 1. Bentuk dan Ukuran Nanopartikel

Bentuk Nanopartikel	Keterangan
	<p>Bentuk campuran (segitiga, heksagonal, pentagon, bintang, dll. Gambar bagian kanan menampilkan nanopartikel masing-masing dengan skala 50, 500, 5 dan 20 nm.</p>
	<p>Nanopartikel segitiga, dengan skala dari kiri yaitu 500 dan 50 nm.</p>
	<p>Nanopartikel heksagonal. Tidak ada ukuran skala yang diberikan dalam publikasi asli kecuali 200 nm untuk gambar bagian kanan atas.</p>
	<p>Nanopartikel pentagonal, dengan skala 500 nm.</p>

Sumber :Dahoemane dkk., 2017.

Pada Gambar 1 menunjukkan konstruksi dasar elemen untuk semua dimensi dari bahan lembaran karbon. Itu bisa dibentuk menjadi dimensi dasar atau *fullerence*, digulung menjadi satu dimensi atau *carbon nanotube* dan menjadi bentuk tiga dimensi atau grafit. *Graphene* pertama kali dibuat oleh Novoselov dan Geim menggunakan pengelupasan mikromekanis grafit, yang disebut sebagai metode “*Scotch tape*”, sehingga menarik bagi banyak peneliti untuk mengembangkannya.

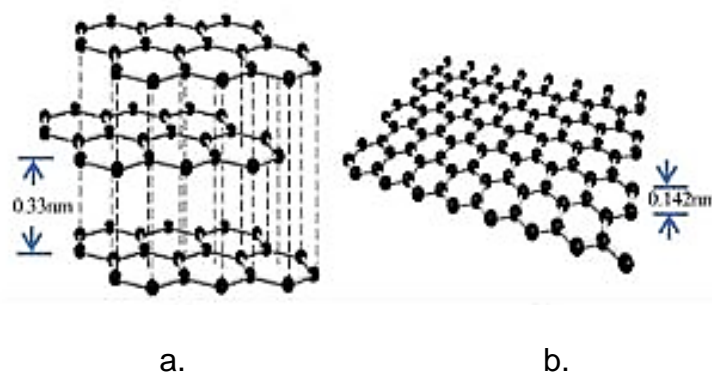


Gambar 1. Nanomaterial *Graphene* (Geim dan Novoselov, 2007).

Terdapat dua metode preparasi nanopartikel yaitu metode *top-down* (fisika) dengan cara mereduksi ukuran partikel logam menjadi partikel berukuran kecil secara mekanik dan metode *bottom-up* (kimia), bahan dan perangkat dibangun dari komponen molekuler yang disusun secara kimiawi dengan prinsip-prinsip pengenalan molekuler (Horikoshi dan Nick, 2013).

B. *Graphene* dan *Graphene Oxide* (GO)

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

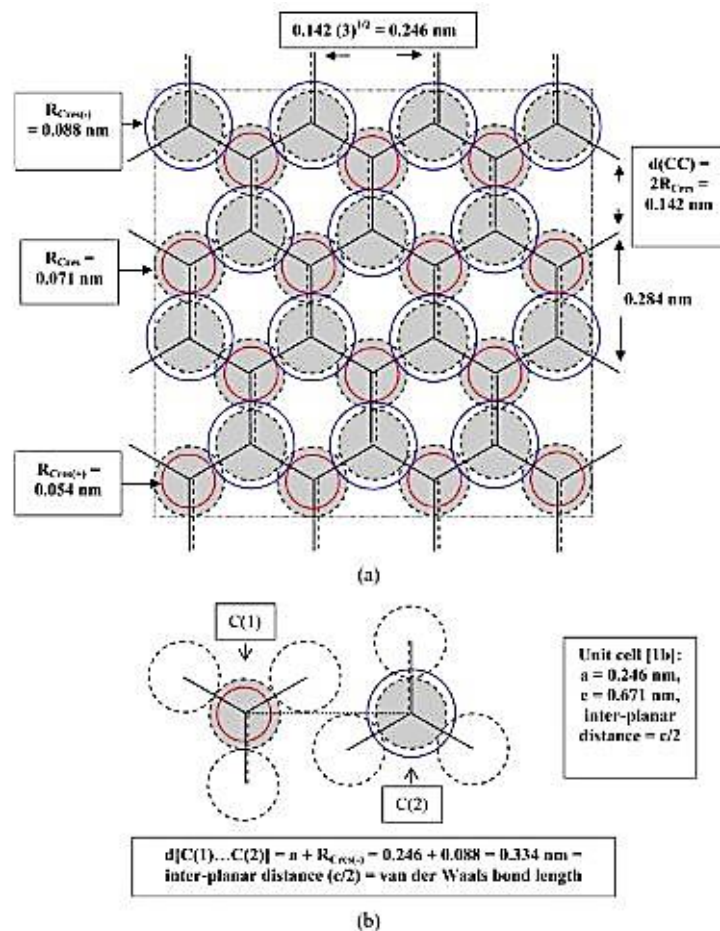


Gambar 2. Diagram skematis dari (a) Grafit dan (b) Lapisan tunggal *graphene* (Adetayo, 2019)

Graphene adalah satu lapis atom karbon yang tersusun dalam bentuk kisi heksagonal menyerupai sarang lebah. Atom karbon terikat secara kovalen satu dengan yang lain dalam bentuk kisi heksagonal. Kekuatan tarik intrisik *graphene* adalah 130.5 GPa, yang dikaitkan dengan ikatan C-C dari karbon hibridisasi sp^2 . Ini adalah bahan terkuat yang diketahui dengan kekuatan sekitar 200 kali lipat dari baja (Trivedi., dkk. 2019). *Graphene* menjadi sangat menarik untuk dikaji karena memiliki sifat kelistrikan, termal dan mekanik yang luar biasa.

Struktur yang unik dari *graphene* memberikan peningkatan sifat *graphene*, misalnya mobilitas pembawa yang tinggi ($\sim 10,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), efek Quantum Hall pada temperatur ruangan, transparansi optik yang baik (97,7%), luas permukaan spesifik ($2630 \text{ m}^2/\text{g}$), Modulus Young ($\sim 1 \text{ Tpa}$) dan konduktivitas panas yang sangat baik $\sim 3000 \text{ W/mK}$ (Junaidi, 2014). Sifat lain yang unggul dari *graphene* adalah keelastisan bahannya (Geim, 2007). Perkembangannya yang luar biasa, sifat optik dan mekanik *graphene* memiliki potensi besar untuk digunakan dalam berbagai aplikasi (Pinto, 2014). Ditemukannya *graphene*, era baru material 2D untuk ilmu pengetahuan dan teknologi telah dimulai.

Graphene dapat diperoleh dengan mensintesis material *graphite*. Menurut Geim (2007), *graphite* merupakan material yang terdiri dari banyak lembaran *graphene* yang ditumpuk secara bersama. Lembaran *graphene* satu dengan lainnya diikat oleh gaya *van der Waals*. Gaya *van der Waals* merupakan gaya antar molekul nonpolar. Disebabkan karena distribusi muatan yang sesaat tidak seragam (dipol sesaat) yang disebabkan fluktuasi awan elektron di sekitar inti. Dalam kondisi yang sama, semakin banyak jumlah elektron dalam molekul semakin mudah molekul tersebut akan dipolarisasi sebab elektron-elektronnya akan tersebar luas (Nursetiani dkk., 2013). Jarak antara lembar *graphene* satu dengan yang lainnya adalah 0,335 nm dan jarak antar lembar *graphene* yang sejajar adalah 0,67 nm. Panjang ikatan kovalen rangkap antar atom C pada lembar *graphene* adalah 0,142 nm, seperti yang tertera pada Gambar 3.

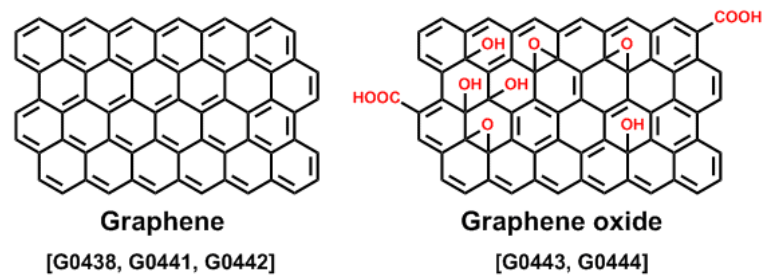


Gambar 3. a. *Graphene*, Lingkaran merah dan biru adalah kation dan anion (bertanggung jawab untuk konduksi) jari-jari. b. Grafit, Atom C(1) dan C(2) berada dalam lapisan *graphene* yang berdekatan yang dihubungkan oleh ikatan *van der Waals* seperti yang ditunjukkan oleh garis putus-putus. (Heyrovska, 2016)

Material *graphene* pertama kali dibuat oleh Novoselov dan Geim menggunakan pengelupasan mikromekanis grafit, yang disebut sebagai metode “*Scotch tape*”, (Xu dkk., 2018).

Menurut Li dkk., (2014), terdapat dua masalah utama dalam usaha memperoleh *graphene*. Masalah pertama adalah tentang bagaimana dapat menghasilkan lembaran *graphene* pada skala yang cukup. Seperti telah diketahui bahwa *graphite*, meskipun harganya murah dan tersedia dalam

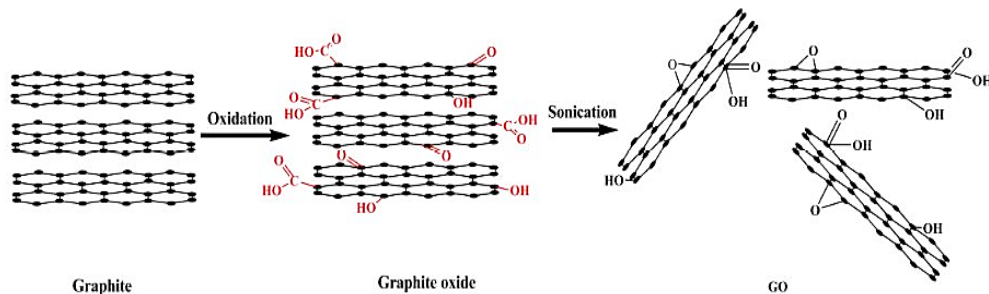
jumlah banyak, *graphite* tidak mudah terkelupas untuk menghasilkan lembaran *graphene*. Masalah kedua adalah bahwa lembaran *graphene* sulit digabungkan dan didistribusikan secara homogen ke berbagai matriks untuk aplikasi. Sebagai solusi, *graphene oxide* yang mengandung banyak kelompok berbasis oksigen dapat diperoleh dengan mudah dari oksidasi *graphite*. GO dipandang sebagai pendahulu untuk menghasilkan *graphene* (mengurangi GO) dengan reaksi kimia dan termal. Selanjutnya, dalam beberapa tahun terakhir banyak turunan GO seperti komposit berbasis GO, lapisan berbasis GO dan film tipis, serta nanopartikel berbasis GO muncul sebagai bahan fungsional untuk berbagai aplikasi.



Gambar 4. Struktur *Graphene Oxide* (*Tokyo Chemical Industri*)

Proses preparasi GO melibatkan dua langkah seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Langkah pertama yaitu pembuatan GO dari serbuk *graphite* yang dapat dilakukan dengan mendispersi *graphite* dalam air atau pelarut polar lainnya karena adanya gugus hidroksil dan epoksida di bidang basal gugus GO dan karbonil serta karboksil pada bagian tepi. Langkah kedua, bongkahan GO dapat dikelupas oleh sonikasi atau perlakuan lainnya untuk membentuk suspensi koloid dari lapisan monolayer, lapisan dua lapis atau beberapa lapisan GO dalam pelarut yang

berbeda. Titik kritis dalam preparasi GO adalah pemilihan bahan pengoksidasi yang sesuai untuk mengoksidasi *graphite* (Li dkk., 2014).



Gambar 5. Preparasi *Graphene Oxide* (Li dkk., 2014).

C. Metode Sintesis *Graphene*

Seiring dengan perkembangannya, telah dikenal berbagai metode pembuatan *graphene* dan GO baik melalui pendekatan *bottom-up* maupun pendekatan *top-down*. Dari kedua pendekatan tersebut yang paling banyak digunakan adalah pendekatan *top-down* dengan mensintesis material-material yang berupa *graphite* (karbon multi layer) menjadi *graphene* dan GO.

Pada dasarnya, metode untuk mensintesis *graphene* dan GO hampir sama. Secara umum terdapat 2 metode untuk membuat *graphene*, yaitu *Exfoliation* (pengelupasan kulit) dan *Growth on Surfaces*. Metode *exfoliation* merupakan metode pembuatan *graphene* dengan pendekatan *top-down*. Sedangkan metode *growth on surface* merupakan metode dengan pendekatan *bottom-up*. Metode *exfoliation* meliputi *scotch tape method (mechanical exfoliation)*, *dispersion of graphite*, *graphite oxide exfoliation* dan *substrate preparation*. Sintesis *graphene* yang pertama kali

dilakukan oleh Geim dan Novoselov pada tahun 2007 menggunakan selotip merupakan contoh dari *scotch tape method* atau *mechanical exfoliation*. Sedangkan metode *growth on surfaces* meliputi *epitaxial growth* dan *chemical vapour deposition* (Bhuyan dkk., 2016).

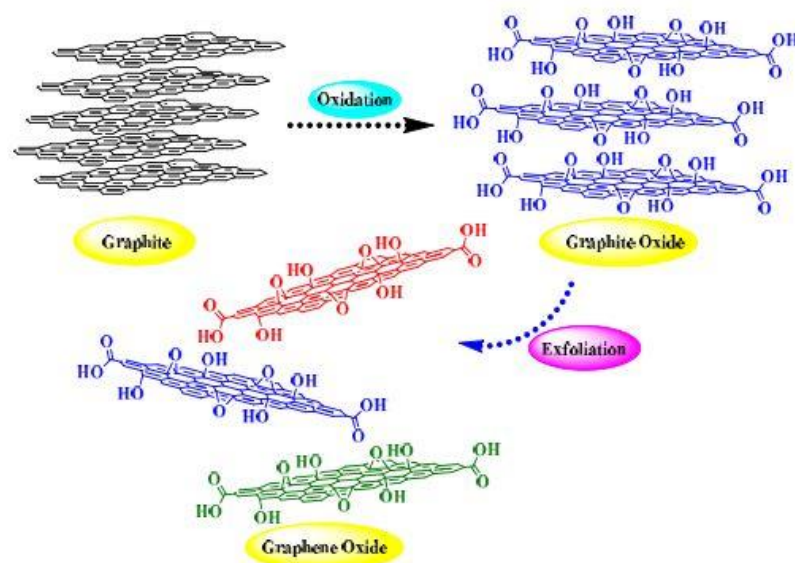
Ada beberapa metode untuk memperoleh *graphene oxide* yaitu *mechanical exfoliation* (ME), *reduction of graphene oxide* (rGO), *liquid exfoliation* (LE) dan lain sebagainya. Metode ME dilakukan dengan cara mengelupas lapisan-lapisan kristalin *graphite* atau karbon hingga skala mikrometer menggunakan selotip. Selain itu, metode ME dapat dilakukan menggunakan blender secara terus-menerus dalam jangka waktu tertentu misalnya 1 jam hingga 5 jam (Perrozzi dkk., 2015)

Metode rGO adalah metode sintesis *graphene* secara kimiawi, dimana serbuk *graphite* dioksidasi menggunakan bahan kimia seperti asam sulfat, asam nitrat, kalium klorat dan lain sebagainya. Metode rGO melewati dua tahap pengoksidaan yaitu dari *graphite* menjadi *graphite oxide* dan *graphite oxide* menjadi *graphene oxide*. Setelah melalui kedua tahap itu barulah didapatkan material *graphene* atau lembaran *graphene* yang tipis (Li dkk., 2014).

Metode LE adalah metode sintesis *graphene* dalam fase cair yang menggunakan teknologi surfaktan. Metode ini cukup menarik untuk dikaji lebih mendalam karena efisien, murah dan sederhana atau mudah (Wang dkk., 2014).

D. *Liquid-Phase Exfoliation (LE)*

Metode *liquid-phase exfoliation* pertama kali diperkenalkan oleh Coleman pada tahun 2008. LE adalah salah satu metode sintesis *graphene* dalam fasa cair yang menggunakan teknologi surfaktan (Wang dkk., 2014). Sintesis menggunakan LE dilakukan dengan cara mencampur serbuk *graphite* ke dalam surfaktan anionik (fungsi pembersih) yang kemudian didiamkan selama satu malam (Du, 2013). Surfaktan akan bekerja selama satu malam agar didapatkan material *graphene*. Teknologi surfaktan dalam metode ini berfungsi untuk melemahkan ikatan *van der Waals* antar lembaran *graphene* pada material *graphite*.



Gambar 6. Sintesis *graphene oxide* menggunakan *graphite* (Jayakaran dkk., 2019).

Pelemahan ikatan *van der Waals* menyebabkan lembaran-lembaran *graphene* saling terlepas. Material *graphite* yang terdiri dari banyak lembaran *graphene* dapat disintesis menjadi beberapa lembar *graphene* berkat peran dari surfaktan (Heyrovska, 2016).

Keuntungan lain di balik metode ini adalah menghasilkan GO dengan rasio karbon-oksigen yang relatif tinggi. GO memiliki dua karakteristik utama jika dibandingkan dengan material nano lain seperti *carbon nanotubes* (CNTs). Proses awal pengelupasan grafit mentah secara kimiawi dilakukan tanpa penambahan katalis logam dan tidak menggunakan instrumen yang rumit (Jayakaran dkk., 2019).

E. Limbah Karbon Baterai ZnC

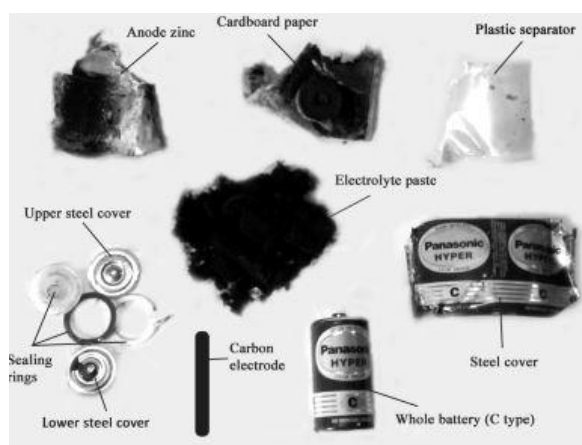
Perangkat penyimpan listrik pertama kali ditemukan oleh Ewald Georg von Kleist pada tahun 1745 kemudian diikuti oleh Pieter van Musschenbroek pada tahun 1746. Perangkat ini merupakan sebuah kapasitor yang memungkinkan ilmuwan untuk menyimpan muatan listrik statis dan membawanya ke lokasi yang berbeda. Penjelasan tentang cara kerja perangkat ini dilakukan oleh Benjamin Franklin pada tahun 1747 (Scrosati, 2010).

Baterai kimia pertama dikembangkan pada tahun 1960 oleh George Leclanche. Baterai ini berupa sel basah dengan elektroda yang direndam dalam larutan elektrolit. Baterai ini mudah diproduksi dan memiliki daya ketahanan yang baik sehingga menjadi sangat terkenal. Kemudian baterai ini ditingkatkan dengan memasukkan elektrolit ke dalam pasta basah. Akibatnya, sel tersebut diproduksi sebagai unit tertutup tanpa elektrolit cairan bebas. Baterai ini merupakan cikal bakal *zinc-carbon dry cell* yang masih digunakan sampai hari ini.

Baterai *dry cell* adalah perangkat yang dapat mengubah energi kimia menjadi energi listrik. *Dry cell* banyak digunakan dalam keperluan rumah tangga seperti mainan, radio, senter, kalkulator, perekam suara, jam tangan, *remote control*, kamera dan peralatan lainnya. Baterai ini tidak dapat diisi ulang dan akan dibuang setelah selesai pemakaian.

Terdapat berbagai jenis baterai yaitu *zinc-carbon* (ZnC), *alkaline manganese* (AlMn), *zinc air* (ZnAir), *silver oxide* (AgO), *lithium manganese dioxide* (LiMnO₂), *nickel cadmium* (NiCd), *nickel metal hydride* (NiMH), *lithium ion* (Li Ion) dan *lithium polymer* (Li Polymer). Dari berbagai jenis baterai tersebut, ZnC *dry cell* adalah jenis baterai tertua dan paling banyak digunakan di dunia (Osiak dkk., 2014).

Baterai ZnC menggunakan anoda seng, katoda mangan dioksida dan elektrolit amonium klorida dan seng klorida yang dilarutkan dalam air. Karbon (asetilena hitam) dicampur dengan mangan dioksida untuk meningkatkan konduktivitas dan mempertahankan kelembaban diagram baterai ZnC seperti pada Gambar 7 berikut.



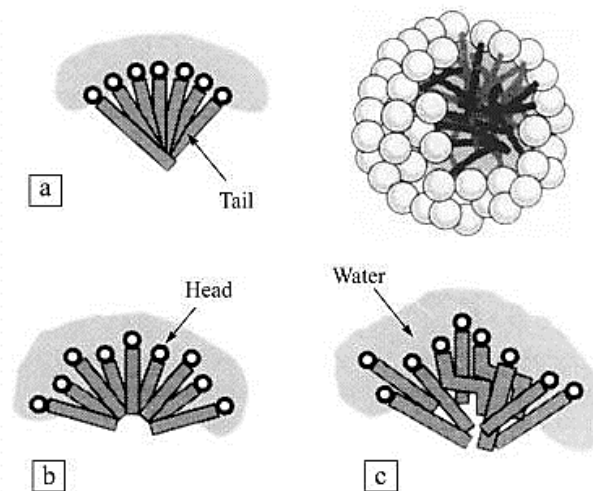
Gambar 7. Komposisi baterai ZnC (Khan, 2012).

Komponen-komponen dalam penyusun baterai merupakan unsur kimia yang dapat membahayakan dan mencemari lingkungan. Menurut Khan (2014), Komponen baterai kering adalah logam berat dan zat-zat kimia lain, maka berdasarkan Surat Keputusan Menteri Perindustrian Nomor 148 Tahun 1985, batu baterai kering dapat digolongkan ke dalam kategori bahan berbahaya dan beracun. Sehingga penggunaan karbon baterai sebagai bahan dasar sintesis *graphene* ini diharapkan dapat berperan dalam pemanfaatan kembali limbah baterai ZnC.

F. Surfaktan

Surfaktan berasal dari kata *surfactant* yang merupakan kependekan dari *surface active agent* yakni bahan yang bekerja secara aktif di permukaan. Sebuah molekul surfaktan terdiri dari dua bagian. Salah satu bagian bersifat *hydrophobic* (tidak larut dalam air) dan yang lainnya bersifat *hydrophilic* (larut dalam air). Molekul ini sangat aktif dalam permukaan antara udara dan air atau minyak dan air (Schramm, 2003).

Bagian dari surfaktan yang bersifat *hydrophilic* adalah bagian kepala (*head*) dan bagian yang bersifat *hydrophobic* adalah bagian ekor (*tail*). Bagian kepala tersusun dari bahan garam-garaman dan bagian ekor tersusun dari rantai *hydrocarbon*.



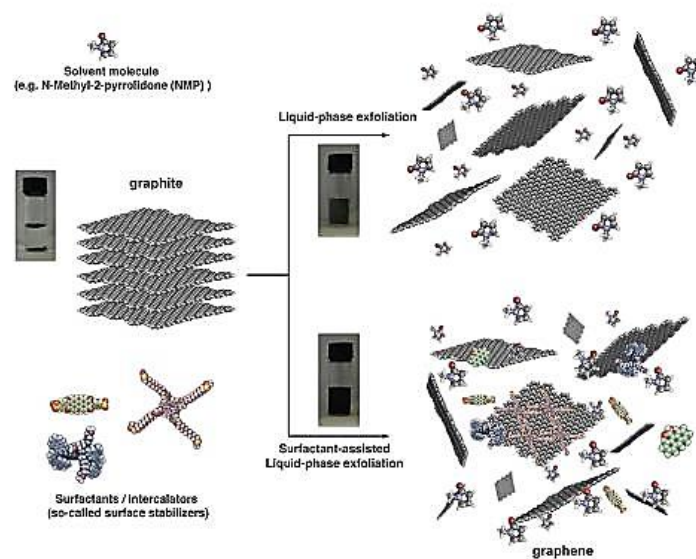
Gambar 8. Struktur Surfaktan (Schramm, 2003)

Bagian kepala surfaktan memiliki solubilitas yang tinggi di dalam air. Bagian tersebut pada umumnya tersusun dari grup hidrofilik (*hydrophilic group*) seperti sulfonat, sulfat, karboksilat, fosfat dan ammonium. Hidrofilik pada umumnya terbagi menjadi dua kelompok yakni bahan yang mengalami proses ionisasi di dalam air dan bahan yang tidak terionisasi. Berdasarkan sifat tersebut, surfaktan diklasifikasikan menjadi empat kelompok :

1. Surfaktan anionik, yaitu surfaktan yang grup hidrofiliknya bermuatan negatif
2. Surfaktan kationik, yaitu surfaktan yang grup hidrofiliknya bermuatan positif.
3. Surfaktan nonionik, yaitu surfaktan yang grup hidrofiliknya tidak bermuatan.
4. Surfaktan amfoterik, yaitu surfaktan yang pada rantai utamanya terdapat muatan positif dan muatan negatif.

Surfaktan dengan berbagai jenisnya merupakan bahan yang memiliki banyak fungsi. Fungsi-fungsi surfaktan itu antara lain sebagai bahan pemberi muatan (*charging agent*), bahan pembersih (*cleaning agent*), bahan pengemulsi (*emulsifying agent*), bahan pembuat busa (*foaming agent*) dan bahan pelapis (*coating agent*). Dari fungsi-fungsi surfaktan tersebut yang dapat digunakan untuk mensintesis *graphene* adalah fungsi pembersih (*cleaning agent*).

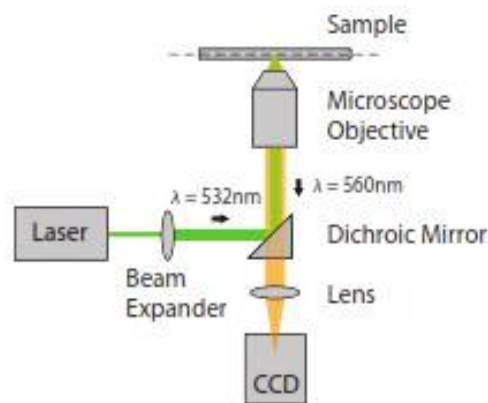
Sintesis *graphene* dengan menggunakan surfaktan berada dalam fase cair sehingga disebut dengan metode *liquid exfoliation* (LE). Cara kerja surfaktan dalam mensintesis *graphene* sama dengan cara kerja surfaktan sebagai pembersih pada saat mencuci pakaian. Sintesis *graphene*, di mana ekor molekul-molekul surfaktan masuk ke dalam lembaran-lembaran *graphite* sehingga akan memecah ikatan *van der Waals* antar lembaran *graphene*.



Gambar 9. Skematik peran surfaktan dalam sintesis material *graphene* (Eridia dkk., 2013).

G. Radiasi Sinar-X

Sinar-X ditemukan oleh Wilhelm Conrad Rontgen seorang berkebangsaan Jerman pada tahun 1896. Penemuannya diilhami dari hasil percobaan sebelumnya antara lain dari J.J Thomson mengenai tabung katoda dan Heinrich Hertz tentang fotolistrik. Kedua percobaan tersebut mengamati gerak elektron yang keluar dari katoda menuju ke anoda yang berada dalam tabung kaca yang hampa udara (Fouras dkk., 2009).



Gambar 10. Skematik kerja sinar-X (Fouras dkk., 2009).

Sinar-X diproduksi di dalam sebuah tabung sinar-X yang berisi dua logam elektroda di dalam suatu ruang vakum, seperti pada Gambar 10. Elektron diproduksi dengan memanaskan tungsten filamen katoda. Katoda dalam potensial negatif tinggi dan elektron dipercepat menuju anoda yang normalnya dalam potensial dasar. Elektron, yang memiliki kecepatan sangat tinggi, bertumbukan dengan *water-cooled* anoda. Energi yang hilang dari elektron karena tumbukan dengan logam anoda tersebut disebut sinar-X. Sinar-X memiliki rentang energi dari sekitar 200 eV hingga 1 MeV, dimana berada diantara sinar gamma dan radiasi ultraviolet dalam

spektrum elektromagnetik. Hal ini penting untuk menyadari bahwa tidak ada batasan-batasan tajam diantara perbedaan daerah dari spektrum elektromagnetik dan bahwa menempatkan batasan-batasan diantara daerah spektrum elektromagnetik adalah kesewenangan (Simpson dkk., 1998).

Salah satu metode pembuatan *graphene* yaitu metode LE dan ultrasonikasi untuk membantu melemahkan ikatan *van der Waals* di antara lembaran-lembaran *graphene*. Ultrasonikasi dilakukan dengan rentang frekuensi antara 25 kHz sampai 35 kHz. Di sisi lain, sinar-X memiliki energi dan frekuensi yang besar. Hal ini lah yang mendasari pemikiran untuk menggunakan sinar-X dalam mensintesis material *graphene* dengan memanfaatkan energi radiasi sinar-X.

H. Karakterisasi *Graphene Oxide*

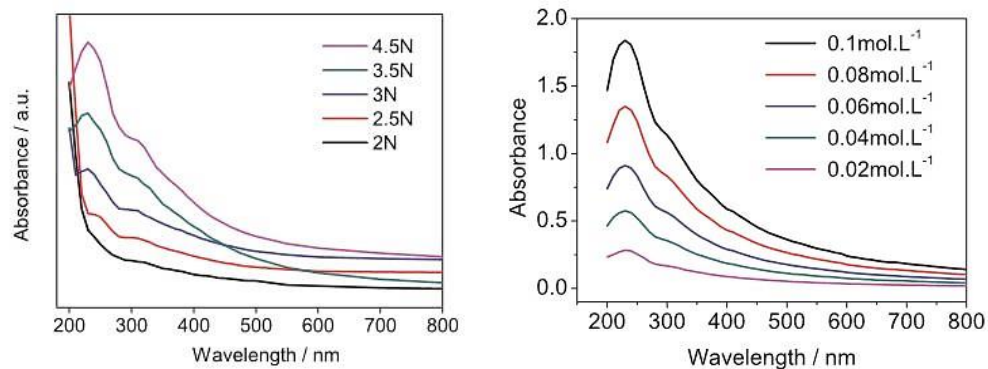
Karakterisasi *graphene* perlu dilakukan untuk mengetahui dan mengontrol sintesis *graphene* serta aplikasinya. Karakterisasi dilakukan dengan cara memvariasikan beberapa teknik berbeda seperti *transmission electron microscopy* (TEM) dan *scanning electron microscopy* (SEM), *atomic force microscopy* (AFM), *dynamic light scattering* (DLS), *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS), *powder X-ray diffractometry* (XRD), *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) dan spektroskopi UV–Vis. Teknik-teknik tersebut digunakan untuk penentuan berbagai macam parameter seperti ukuran partikel, bentuk, kristalinitas, pola geometri, ukuran pori dan luas permukaan. Selain itu, orientasi, apitan dan dispersi

dari nanopartikel dan nanotube pada material nanokomposit dapat ditentukan menggunakan teknik tersebut (El-Nour dkk., 2010).

Ukuran dan bentuk dari *graphene* diukur dengan instrumen analisis seperti TEM, SEM atau AFM. Karakteristik menggunakan *particle size analyzer* (PSA) digunakan untuk menentukan ukuran rata-rata perak. PSA menggunakan metode *dynamic light scattering* (DLS) yang memanfaatkan hamburan inframerah. Hamburan inframerah ditembakkan oleh alat ke sampel sehingga sampel akan bereaksi menghasilkan gerak Brown (gerak acak dari partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat dari benturan dengan molekul-molekul yang ada dalam zat cair) (Ristian, 2013).

1. Spektroskopi UV-Vis

Salah satu metode untuk mengkarakterisasi *graphene* adalah dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Karakteristik *graphene* dapat dianalisis dengan mengamati hasil panjang gelombang dari puncak-puncak absorbansi yang ditunjukkan oleh hasil UV-Vis. Karakterisasi *graphene* menggunakan UV-Vis ini telah banyak dilakukan. Lai dkk., (2012), berhasil mensintesis *graphene* dengan metode rGO yang dimodifikasi dengan metode *Hummers* menggunakan perbandingan massa KMnO_4 . Hasil uji UV-Vis dari sampel ditampilkan dalam Gambar 11.



Gambar 11. Hasil karakterisasi UV-Vis (a) spektrum absorpsi GO dengan variasi konsentrasi GO, (b) spektrum absorpsi GO dengan variasi KMnO_4 (Lai dkk., 2012).

Spektroskopi UV-Vis menyediakan mekanisme untuk memantau bagaimana material berubah seiring waktu. Ketika *graphene* beragregat, partikel logam akan berpasangan secara elektrik, sistem pasangan ini memiliki SPR (*Surface Plasmon Resonance*) berbeda dibanding partikel individu. Untuk kasus multi agregat, resonansi plasmon akan bergeser ke panjang gelombang yang lebih besar dari partikel individu dan agregasi dapat diamati sebagai peningkatan intensitas di wilayah spektrum merah/inframerah (Oldenburg, 2014).

2. *Forier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)*

Spektrofotometer FTIR merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa, khususnya senyawa organik, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan melihat bentuk spektrumnya yaitu dengan melihat puncak-puncak spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Sedangkan analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan

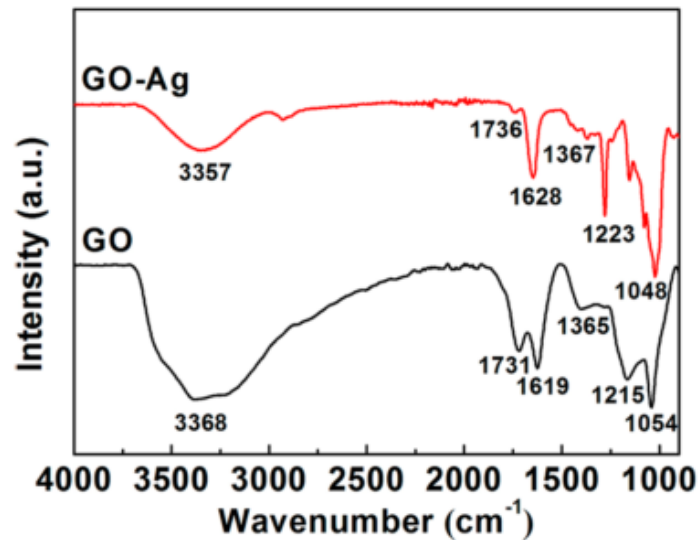
menggunakan senyawa standar yang dibuat spektumnya pada berbagai variasi konsentrasinya.

Bila radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*). Sebagian radiasi sinar inframerah tersebut diserap (diadsorpsi) oleh molekul dan sebagian lagi diteruskan (transmisikan) melalui molekul tersebut. Pengabsorpsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer inframerah yang memplot jumlah radiasi inframerah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi (atau panjang gelombang) radiasi. Plot tersebut adalah spektrum inframerah yang memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul (Kristianingrum, 2014).

Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2,5 μm sampai 25 μm . Adapun frekuensi IR, memiliki rentang dari 400 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} . Pada alat spektrofotometer IR, satuan bilangan gelombang merupakan satuan yang umum digunakan. Bilangan gelombang adalah jumlah gelombang per 1 cm, yang merupakan kebalikan panjang gelombang. Nilai bilangan gelombang berbanding terbalik terhadap frekuensi atau energinya.

Informasi absorpsi inframerah pada umumnya diberikan dalam bentuk spektrum dengan panjang gelombang (nm) atau bilangan

gelombang (cm^{-1}) sebagai absis x dan intensitas absorpsi atau persen transmitan sebagai ordinat y.



Gambar 12. Spektrum FTIR GO dan GO-Ag *nanocomposite* (Shao dkk., 2015)

Dalam kasus GO, puncak intensitas yang tinggi berpusat pada 3416 cm^{-1} sesuai dengan kelompok gugus O-H dan puncak 1728 cm^{-1} sesuai dengan vibrasi regangan (stretching) dari gugus karboksilat C=O. Puncak pada 1621 cm^{-1} dikaitkan dengan vibrasi skeletal dari ikatan C=C aromatik atau ikatan hidrogen intramolekuler. Puncak lain berada pada 1365 , 1215 dan 1045 cm^{-1} sesuai dengan deformasi C-O-H, regangan C-H (kelompok epoksi) dan vibrasi regangan C-O (masing-masing kelompok elkoksi). Oleh karena itu, hal ini membuktikan adanya kelimpahan gugus hidroksil dan kelompok oksigen di permukaan GO (Shao dkk., 2015).

3. X-Ray Diffraction (XRD)

Hamburan sinar-X dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembak dengan elektron-elektron dengan kecepatan tinggi dalam tabung vakum. Suatu kristal dapat digunakan untuk mendifraksi berkas sinar-X dikarenakan orde dari panjang gelombang sinar-X hampir sama atau lebih kecil daripada orde jarak antara atom dalam suatu kristal (Zulianingsih, 2012).

Karakterisasi menggunakan metode difraksi merupakan metode analisis yang penting untuk menganalisis suatu kristal. Karakterisasi XRD dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal menggunakan sinar-X. Metode ini juga dapat digunakan untuk menentukan jenis struktur, ukuran butir dan konstanta kisi. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang diantara 400-800 nm (Smallman dan Bishop, 1999).

Komponen utama XRD terdiri dari tabung katoda (tempat terbentuknya sinar-X), sampel *holder* dan detektor. XRD memberikan data-data difraksi dan kuantisasi intensitas difraksi pada sudut-sudut dari suatu bahan. Data yang diperoleh dari XRD berupa intensitas sinar-X yang terdifraksi dan sudut-sudut 2θ . Tiap pola yang muncul pada pola XRD mewakili suatu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Widyawati, 2012).

Bentuk keluaran XRD adalah difraktometernya yang dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis

yang terekam per menit, sinkron dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Pola difraktometer yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Mahmood dkk., 2014).

Karakterisasi XRD salah satunya adalah untuk mengetahui *d-spacing* dari suatu material. Ilhami dan Diah (2014) melakukan sintesis *graphene* yang dimulai dengan pembuatan prekursor *graphene oxide*. *Graphene oxide* diperoleh dengan menggunakan proses pendispersian *graphite oxide* pada air dengan menggunakan proses ultrasonikasi. Pengelupasan ini dapat terjadi karena adanya gelombang ultrasonik. Gelombang ultrasonik merupakan salah satu dari gelombang mekanik dengan *range* frekuensi lebih dari 20.000 Hz sehingga proses pengelupasan dari *graphite oxide* menjadi *graphene oxide* dilakukan secara mekanik.

Jarak antar (*d-spacing*) lapisan pada *graphite oxide* lebih besar dikarenakan adanya penambahan molekul air dan oksigen, sehingga

mempermudah terjadinya proses pengelupasan pada *graphite oxide* yang menyebabkan terbentuknya *graphene oxide* (Shen dkk., 2010).

Penelitian lain juga dilakukan oleh Junaidi dan Susanti (2004) pada rGO hasil proses *hydrothermal* 12 jam terbentuk *peak* $2\theta \sim 24^\circ$ disertai dengan pelebaran *d-spacing* berkisar $\sim 3,7 \text{ \AA}$, lebih besar dari *d-spacing* grafit $3,35275 \text{ \AA}$. Hal ini mengidentifikasi bahwa terjadi pengelupasan lapisan grafit.

4. Scanning Electron Microscopy (SEM)

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

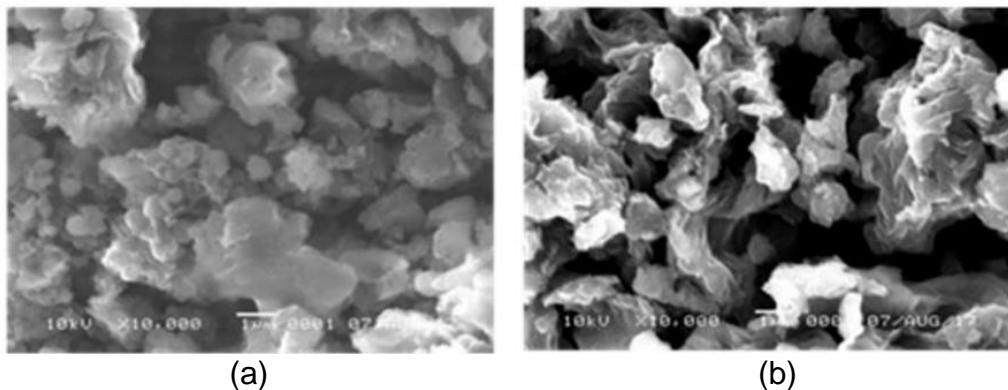
SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron untuk analisis permukaan materi dengan cara yang menghasilkan berbagai gambar dari proses tumbukan elektron dengan energi yang tinggi terhadap permukaan suatu sampel dan kemudian mengidentifikasi sinyal-sinyal hamburan elektron dari permukaan. Sinyal yang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

SEM mampu menghasilkan gambar dengan resolusi yang sangat tinggi (Egerton, 2005).

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

Morfologi sampel GO dan rGO pada pembesaran 10.000x ditunjukkan pada Gambar 13. Gambar (a) morfologi GO masih berbentuk serpihan yang cukup solid dan belum sepenuhnya dikelupas menjadi lembaran tipis. Seiring dengan proses sintesis yang sedang berlangsung, yaitu sonikasi dan reduksi *microwave*. Tahapan ini dilakukan untuk mendapatkan rGO sebagai produk akhir yang memiliki struktur serpihan lapis tipis dan transparan, karena pengelupasan lapisan tebal *graphite* selama proses

sintesis menjadi salah satu parameter keberhasilan proses sintesis rGO. Ketika diamati dengan SEM, pada Gambar (b) kita dapat melihat bahwa sampel rGO dari *microwave* mengalami pengelupasan, dimana sampel terlihat lebih transparan dibandingkan dengan GO (Setiadji dkk., 2018).



Gambar 13. Hasil Karakterisasi SEM dengan perbesaran 10.000x (a) GO (b) rGO (Setiadji dkk., 2018).

5. Energi Band Gap *Graphene Oxide*

Graphene adalah lapisan tunggal atom karbon yang tersusun rapat menjadi kisi dua dimensi membentuk cincin heksagonal. *Graphene* banyak menjadi perhatian khusus mengenai sifat elektronik dan mekanik yang unik melalui pengelupasan *graphite* dengan metode exfoliation (Geim dan Novoselov, 2007; Geim, 2009; Novoselov dkk., 2005; Neto dkk., 2009). Selain itu sifat kimia dan fisika yang khusus dari *graphene* membuat banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk sebagai penyimpan energi (Chien dkk., 2015; Grande dkk., 2012; Zhang dkk., 2013), biosensor (Pumera, 2011; Pumera dkk., 2010; Shao dkk., 2017) dan elektroda konduktor transparan (Becerril dkk., 2008; Khrapach dkk., 2012; Eda dkk., 2008; Wang dkk., 2008). Namun karena *graphene* memiliki celah pita,

aplikasinya dalam perangkat elektronik dan optoelektronik, seperti transistor efek medan dan sel surya, memerlukan pembukaan dan mengontrol celah pita (Partoens dan Peeters, 2006; Liu dan Shen 2009), oleh karena itu upaya yang signifikan telah dilakukan untuk mengembangkan metode yang mudah dan tepat. Sebagai contoh Zhang dkk., (2009) melakukan penelitian dengan celah pita hingga 0,25 eV menggunakan *graphene*. Chang dkk., (2013) melaporkan peningkatan celah pita dari 0 menjadi 0,60 eV dengan doping *graphene* menggunakan atom Boron dan Nitrogen. Huang dkk., (2012) secara teoritis memperkirakan peningkatan celah pita dari 0,11 menjadi 3,0 eV dengan cara bertahap dengan mengubah *graphene* menjadi *graphene oxide*, karena penggabungan oksigen ke dalam *graphene* dari 6,25 menjadi 50%.

GO adalah bentuk *graphene* yang teroksidasi secara kimia, yang mengandung cincin aromatik (Karbon sp^2) dan atom C dengan ikatan tunggal (karbon sp^3) (Dimiev dan Tour, 2010; Dreyer dkk., 2010). GO juga mengandung beberapa gugus fungsi yang mengandung oksigen di bidang dan tepi basalnya. Gugus fungsi yang mungkin termasuk hidroksil, epoksida, karbonil dan karboksil. Karena konsentrasinya yang tinggi gugus fungsi ini merusak simetri material dan dengan demikian membuat GO menjadi isolator listrik, dengan celah pita hingga 3,6 eV (Nourbakhsh dkk., 2010; Mkhoyan dkk., 2009; Wang dkk., 2013). Dengan reduksi termal, GO dapat direduksi menjadi rGO (Pei dan Cheng 2012; Gomez-Navarro dkk., 2010; Kazemzadeh dkk., 2015). Meskipun beberapa gugus fungsi dapat

dipertahankan, rGO menjadi semikonduktif karena mengembalikan struktur planar (Wang dkk., 2019). Mobilitas pembawa (elektron dan hole) dari rGO bisa lebih tinggi dari $100 \text{ cm}^{-2} \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ karena delokalisasi elektron 2D (Bhaumik dkk., 2017; Feng dkk., 2013; Wang dkk., 2018). Mobilitas ini dua kali lipat lebih tinggi dari pada semikonduktor organik ($<1 \text{ cm}^{-1} \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$). Meskipun semikonduktor organik biayanya rendah dan fleksibel, tetapi terbatas pada mobilitas pembawa listriknya yang rendah dan celah pita yang tinggi, dari 2,5 hingga 4,0 eV (Coropceanu dkk., 2007; Podzorov dkk., 2004).

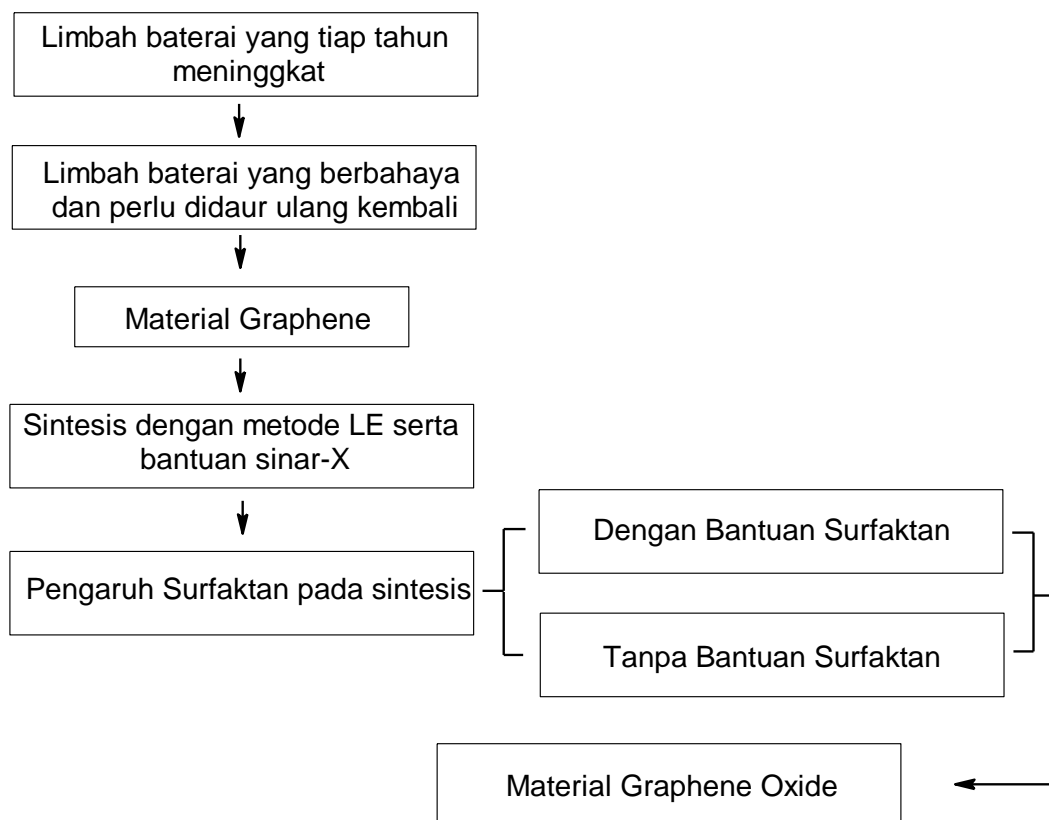
I. Kerangka Pikir dan Hipotesis

1. Kerangka Pikir

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis GO dari limbah karbon baterai ZnC menggunakan kombinasi metode LE dan radiasi sinar-X, mampu menentukan waktu optimum pada sintesis GO dengan metode radiasi sinar-X menggunakan surfaktan dan tanpa surfaktan berdasarkan hasil uji UV-Vis. Mengetahui karakterisasi GO menggunakan FTIR, XRD dan SEM, serta mengetahui sifat konduktivitas GO berdasarkan hasil uji UV-Vis DRS. Metode LE menggunakan surfaktan *sodium alkylbenzene sulfonate*.

Sintesis GO diawali dengan menghaluskan sampel karbon baterai yang kemudian ditembakkan dengan sinar-X. Sampel dimasukkan kedalam *aquabidest* dan dicampurkan dengan surfaktan dan tanpa surfaktan. Sinar-x dan surfaktan bekerja melemahkan ikatan *van der Waals* antar lembaran

graphene pada graphite sampel karbon baterai, yang kemudian teroksidasi menjadi GO. Sampel GO dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, XRD, SEM dan UV-DRS. Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk melihat serapan panjang gelombang yang dihasilkan dan dibandingkan dengan literatur. Karakterisasi FTIR untuk melihat gugus-gugus fungsi pada sampel GO. XRD untuk melihat bentuk kristal. SEM untuk melihat morfologi dari sampel GO dan UV-DRS untuk menentukan nilai celah pita sampel GO. Tahap akhir yaitu untuk menganalisis hasil karakterisasi yang telah dilakukan.



Gambar 14. Kerangka Pikir

2. Hipotesis

Kombinasi metode sinar-X dan *liquid-exfoliation* sangat efektif untuk mensintesis material *graphene oxide* dari limbah karbon baterai dan material *graphene oxide* memiliki sifat konduktivitas sebagai material superkonduktor.