

**PREPARASI DAN SINTESIS *GRAPHENE OXIDE* DENGAN METODE
LIQUID SONICATION EXFOLIATION DAN *RANDOM COLLISION*
MARBLES SHAKING DENGAN BAHAN DASAR *GRAPHITE* LIMBAH
BATERAI *ZINC-CARBON* BERDASARKAN UJI SPEKTROFOTOMETER
UV-VIS**

SKRIPSI

Diajukan Kepada
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Disusun oleh

RHYKO IRAWAN WISNUWIJAYA

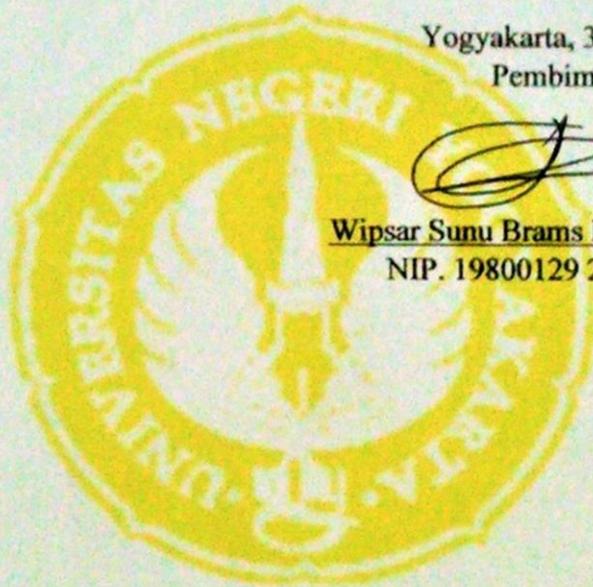
13306141046

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
2017**

PERSETUJUAN

Skripsi yang berjudul “Preparasi dan Sintesis *Graphene Oxide* dengan Metode *Liquid Sonication Exfoliation* dan *Random Collision Marbles Shaking* dengan Bahan Dasar *Graphite* Limbah Baterai *Zinc-Carbon* Berdasarkan Uji Spektrofotometer UV-Vis” yang disusun oleh Rhyko Irawan Wisnuwijaya, NIM 13306141046 ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diujikan.

Yogyakarta, 3 Juli 2017
Pembimbing

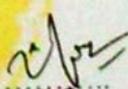
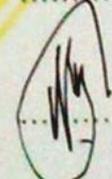



Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Ph. D.
NIP. 19800129 200501 1 003

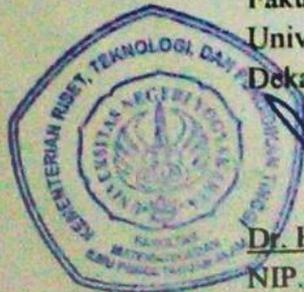
PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul "Preparasi dan Sintesis *Graphene Oxide* dengan Metode *Liquid Sonication Exfoliation* dan *Random Collision Marbles Shaking* dengan Bahan Dasar *Graphite* Limbah Baterai *Zinc-Carbon* Berdasarkan Uji Spektrofotometer UV-Vis" yang disusun oleh Rhyko Irawan Wisnuwijaya, NIM. 13306141046 ini telah dipertahankan di depan Dewan Penguji pada tanggal 11 Juli 2017 dan dinyatakan lulus.

DEWAN PENGUJI

No	Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
1	<u>W.S. Brams Dwandaru, Ph.D</u> NIP. 198001292005011003	Ketua Penguji		16-07-2017
2	<u>Laila Katriani, M.Si</u> NIP. 198504152012122001	Sekretaris Penguji		26-07-2017
3	<u>Nur Kadarisman, M.Si</u> NIP. 196402051991011001	Penguji Utama		21-07-2017

Yogyakarta, 31 Juli 2017
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Yogyakarta
Dekan



Dr. Hartono
NIP. 19620329 198702 1 002

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini

Nama : Rhyko Irawan Wisnuwijaya
NIM : 13306141046
Program Studi : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Preparasi dan Sintesis *Graphene Oxide* dengan Metode *Liquid Sonication Exfoliation* dan *Random Collision Marbles Shaking* dengan Bahan Dasar *Graphite* Limbah Baterai *Zinc-Carbon* Berdasarkan Uji Spektrofotometer UV-Vis

menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang telah lazim.

Tanda tangan dosen penguji yang tertera dalam halaman pengesahan adalah asli. Jika tidak asli, saya siap menerima sanksi ditunda yudisium pada periode selanjutnya.

Yogyakarta, 3 Juli 2017

Yang menyatakan,



Rhyko Irawan Wisnuwijaya
NIM. 13306141046

MOTTO

Keberhasilan adalah kemampuan untuk melewati dan mengatasi satu kegagalan ke kegagalan berikutnya tanpa kehilangan semangat (Winston Churchill).

Kegagalan juga terkadang menyenangkan, membuat kita hidup dengan kepercayaan bahwa cobaan itu berguna untuk menempa diri sendiri (Jiraiya).

Motivasi menuju kesuksesan bisa muncul dari siapapun, darimanapun, dan kapanpun (Rhyko irawan W, 2017).

PERSEMBAHAN

Karya ini kupersembahkan untuk

Bapak dan Ibuku yang selalu memberikan dukungan, semangat, cinta, serta doa yang sebegitu banyaknya

**PREPARASI DAN SINTESIS GRAPHENE OXIDE DENGAN METODE
LIQUID SONICATION EXFOLIATION DAN RANDOM COLLISION
MARBLES SHAKING DENGAN BAHAN DASAR GRAPHITE LIMBAH
BATERAI ZINC-CARBON BERDASARKAN UJI SPEKTROFOTOMETER
UV-VIS**

Oleh
Rhyko Irawan Wisnuwijaya
13306141046

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis GO dengan metode LSE dan metode RCMS dengan bahan dasar batang karbon limbah baterai Zn-C, mengetahui hasil sintesis GO dengan metode LSE dan metode RCMS berdasarkan hasil uji spektrofotometer UV-Vis, mengetahui pengaruh sonikasi langsung pada metode LSE, dan mengetahui pengaruh penggunaan kelereng pada metode RCMS.

Penelitian ini diawali dengan mengambil bahan serbuk graphite yang berasal dari batang karbon pada baterai Zn-C. Pada metode LSE digunakan variasi massa 0,4 gr; 0,6 gr; 0,8 gr; 1,0 gr; 1,2 gr; dan 1,4 gr yang dilarutkan dengan aquades sebanyak 100 ml melalui pencampuran dengan blender selama 3 menit. Larutan LSE kemudian di sonikasi dengan frekuensi 30 KHz selama 6 jam. Uji karakterisasi yang dilakukan pada sampel LSE sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan SEM-EDX. Pada metode RCMS digunakan variasi jumlah kelereng pada 1, 3, 5, 7, dan 9 butir yang dimasukkan kedalam termos. Metode ini menggunakan serbuk graphite dan deterjen dengan massa masing-masing 0,6 gr yang dilarutkan dengan aquades 100 ml didalam termos berkapasitas 750 ml. Proses pengocokan (*shaking*) dilakukan selama 1 menit dengan pola pengocokan *random*. Uji karakterisasi pada metode ini menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk masing-masing variasi jumlah kelereng.

Telah dihasilkan GO dengan metode LSE dan RCMS berdasarkan hasil uji UV-Vis yang ditandai dengan puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang GO yang mengindikasikan terjadinya eksfoliasi pada sampel. Hasil sintesis GO yang dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis pada metode LSE diperoleh hasil terbaik pada variasi 1,0 gr dengan absorbansi tertinggi 3,742 pada panjang gelombang 227,5 nm. Untuk metode RCMS diperoleh hasil terbaik pada variasi 3 kelereng dengan absorbansi tertinggi 4,198 pada panjang gelombang 230,5 nm. Sonikasi langsung pada metode LSE dapat menggeser puncak absorbansi ke kanan (*red-shift*) karena terjadi eksfoliasi pada lapisan *graphite* oleh gelombang ultrasonik dengan adanya batas massa maksimum yang dapat dieksfoliasi. Variasi jumlah kelereng pada metode RCMS menyebabkan eksfoliasi pada lapisan *graphite* yang optimal pada jumlah 3 butir yang ditandai dengan nilai absorbansi tertinggi, dan eksfoliasi yang kurang optimal pada variasi 7 butir yang ditandai dengan nilai absorbansi terendah yang dapat disebabkan oleh semakin sempitnya ruang gerak untuk kelereng.

Kata Kunci : GO, baterai Zn-C, *liquid sonication exfoliation*, *random collision marbles shaking*, sonikasi, deterjen, kelereng.

UV-VISIBLE OPTICAL ABSORBANCE STUDY OF GRAPHENE OXIDE SYNTHESIZED FROM ZINC CARBON BATTERY WASTE VIA LIQUID SONICATION EXFOLIATION AND RANDOM COLLISION MARBLES SHAKING METHOD

By
Rhyko Irawan Wisnuwijaya
13306141046

ABSTRACT

The objectives of this study are synthesizing GO from Zn-C battery waste via LSE and RCMS method, to know the result of GO Synthesizing via LSE and RCMS method using UV-Vis Spectrophotometer, determine the effect of sonication on LSE method, and determine the effect of marbles variation on RCMS method.

This research is begin by obtaining the graphite material from carbon rod inside the Zn-C battery waste. Mass variation are used on the LSE method, they are (in grams) 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, and 1.4 that will be mixed with 100 ml of aquadest using blending for 3 minutes. The solution obtained are sonicated with a frequency of 30 KHz for 6 hours. UV-Vis Spectrophotometry and SEM-EDX are used to characterizing the LSE solution. Quantity of marbles variation are used on the RCMS method, they are 1, 3, 5, 7, and 9. The mass of graphite powder used for this method is 0.6 gram, that will be mix with 0.6 gram of detergent and 100 ml of aquadest in the 750 ml thermos by random shaking for 1 minutes. The UV-Vis spectrophotometry is used to characterizing the LSE method.

The result of this research shows that GO has been obtained via LSE and RCMS method based on UV-Vis Characterization that shows the absorbance peak on the GO wavelength range that indicates the sample exfoliation . The best GO obtained via LSE method is showed on 1.0 gram mass variation with 3,742 absorbance and 227,5 nm of wavelength. The best GO obtained via RCMS method is showed on 3 marbles quantities variation by 4,198 absorbance and 230,5 nm of wavelength. The sonication effect on LSE method is showed by the absorbance red shifting to the GO wavelength range caused by ultrasonic wave exfoliaiton on grapihite layer with maximum mass limit. The effect of marbles quantities on RCMS method is graphite layer exfoliation which shows the optimal exfoliation on 3 marbles, showed by the maximum absorbance peak, and the not optimal exfoliation on 7 marbles, showed by the minimum absorbance peak.

Keyword : GO, Zn-C battery, liquid sonication exfoliation, random collision marbles shaking, sonication, detergent, marbles.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT karena berkat Rahmat dan Karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini. Shalawat serta salam semoga senantiasa terlimpah curahkan kepada Nabi Muhammad SAW, kepada keluarganya, para sahabatnya, hingga kepada umatnya hingga akhir zaman, amin.

Penulisan skripsi ini diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana pada Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta. Judul yang penulis ajukan adalah “ Preparasi dan Sintesis *Graphene Oxide* dengan Metode *Liquid Sonication Exfoliation* dan *Random Collision Marbles Shaking* dengan Bahan Dasar *Graphite* Limbah Baterai *Zinc-Carbon* Berdasarkan Uji Spektrofotometer Uv-Vis”.

Dalam penyusunan dan penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan , bimbingan serta dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu dalam kesempatan ini penulis dengan senang hati menyampaikan terima kasih kepada yang terhormat:

1. Dr. Hartono, selaku Dekan FMIPA UNY atas pemberian fasilitas dan bantuannya untuk memperlancar administrasi tugas akhir.
2. Yusman Wiyatmo, M.Si., selaku Ketua Jurusan Pendidikan Fisika FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta yang telah memberikan izin dalam pelaksanaan penelitian skripsi.
3. Nur Kadarisman, M.Si., selaku Ketua Program Studi Fisika Universitas Negeri Yogyakarta serta sebagai Penasehat Akademik, yang telah memberikan izin dan memberikan bimbingan dan arahan dalam pelaksanaan skripsi ini.

4. Bapak Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Ph.D, selaku Dosen Pembimbing yang telah meluangkan banyak waktu untuk membimbing, saran, masukan, arahan, memberi petunjuk dan diskusi yang tiada henti sehingga skripsi ini berhasil terselesaikan dengan baik.
5. Mas Haris, selaku laboran fisika lantai II yang telah memberi pinjaman alat dan membantu dalam pelaksanaan penelitian.
6. Kelompok Bimbingan Nano 2013 (Widya, Sunarso, Nana, Puput, Silma, Lilis, Mas Coyo, Buky, Andri, Irna, Fitri, Rinda) yang telah memberikan dukungan dan semangat dalam penyelesaian skripsi ini.
7. Teman-teman Fisika E 2013 yang selalu memberi motivasi dan dukungan.
8. Teman-teman UKMF Kelompok Sekrup UNY yang telah memberikan semangat yang luar biasa.
9. Seluruh pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung

Kami berharap tulisan ini dapat memberikan inspirasi bagi para pembaca. Jika terdapat kesalahan dalam penulisan karya ini, kami mohon maaf yang sebesar-besarnya. Atas perhatiannya kami sampaikan terima kasih.

Yogyakarta, 3 Juli 2017

Penulis

Rhyko Irawan Wisnuwijaya

DAFTAR ISI

PERSETUJUAN	ii
PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
PERSEMBAHAN	vi
ABSTRAK	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Identifikasi Masalah	2
C. Batasan Masalah	3
D. Rumusan Masalah	3
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat Penelitian	4
BAB II	5
KAJIAN PUSTAKA	5
A. Deskripsi Teori	5
1. Nanosains dan Nanoteknologi	5
2. Material Graphene	6
3. Metode Preparasi dan Sintesis GO	8
4. Sonikasi/Ultrasonikasi	12
5. <i>Tweeter Piezoelectric</i>	13
6. Bahan Sintesis Graphene Oxide	15
7. Spektrofotometer UV-Vis	19

8. Scanning Electron Microscope (SEM)	25
9. Energy Dispersive Spectrometry (EDS)	26
B. Kerangka Berpikir	28
BAB III	30
METODE PENELITIAN	30
A. Tempat dan Waktu Penelitian	30
1. Tempat Penelitian.....	30
2. Waktu Penelitian	30
B. Variabel Penelitian.....	30
1. Variabel Bebas	30
2. Variabel Kontrol.....	31
3. Variabel Terikat	31
C. Jenis Penelitian	31
D. Alat dan bahan	32
1. Alat.....	32
2. Bahan.....	32
E. Langkah kerja	33
1. Metode LSE.....	33
2. Metode RCMS	35
F. Teknik Pengumpulan Data	35
1. Uji Karakterisasi UV-Vis.....	35
2. Uji Karakterisasi SEM-EDX.....	36
G. Teknik Analisa Data.....	36
1. Uji Karakterisasi UV-Vis.....	36
2. Uji Karakterisasi SEM-EDX.....	36
H. Diagram Alir	38
BAB IV	39
HASIL DAN PEMBAHASAN	39
A. Sintesis GO dengan metode LSE	39
B. Pengujian Sampel LSE Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.....	41
C. Pengujian Sampel LSE Menggunakan SEM-EDX	46

D. Sintesis GO dengan metode RCMS	50
E. Pengujian Sampel RCMS Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis .	51
BAB V.....	57
PENUTUP.....	57
A. Kesimpulan	57
B. Saran	58
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN.....	62
1. Dokumentasi Pengambilan Data	62
2. Hasil uji UV-Vis	64
3. Hasil Uji SEM-EDX	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur graphene kisi sarang lebah (Geim, 2007: 1).....	6
Gambar 2. Struktur GO yang termasuk pada cincin benzene.....	7
Gambar 3. Struktur material graphite (Saito, 1996: 63).....	8
Gambar 4. Teknik LPE dengan sonikasi dan surfaktan	11
Gambar 5. <i>Piezoelectric</i>	14
Gambar 6. Struktur baterai Zn-C.....	15
Gambar 7. Gambaran sifat <i>Hydrophile</i> dan <i>hydrophobe</i>	16
Gambar 8. prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis	20
Gambar 9. Grafik hasil UV-Vis GO (Saxena, 2011: 4).....	21
Gambar 10. Grafik hasil UV-Vis RGO dan GO (Nanoinnova)	22
Gambar 11. Grafik hasil UV-Vis GO (Javed, 2015: 6).....	23
Gambar 12. Grafik GO dan RGO (Choi, 2010: 3).	23
Gambar 13. Grafik UV-Vis (a) GO , (b) graphene dalam air (Zhu, 2012: 4)	24
Gambar 14. Spektrum absorpsi UV-Vis dengan metode LE dan elektrolisis (Murat, dkk. 2011).	25
Gambar 15. Skema dasar SEM (smallman,2000:157)	26
Gambar 16. hamburan dari elektron yang jatuh pada lembaran tipis (Smallman. 2000:155).....	27
Gambar 17. Baterai Zn-C	33
Gambar 18. Batang karbon baterai Zn-C.....	33
Gambar 19. Penggilingan batang karbon baterai Zn-C	34
Gambar 20. Pemplenderan serbuk graphite dengan aquades	34
Gambar 21. Kelereng yang digunakan pada metode RCMS.....	35

Gambar 22. Diagram alir	38
Gambar 23. Perbandingan larutan sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi. a) larutan <i>graphite</i> sebelum sonikasi. b) larutan <i>graphite</i> setelah sonikasi.	39
Gambar 24. Foto sampel sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi pada preparat menggunakan mikroskop cahaya <i>dinolite</i> pada perbesaran 521x. a) sampel sebelum perlakuan sonikasi. b) sampel sesudah perlakuan sonikasi.	40
Gambar 25. Grafik hasil uji UV-Vis larutan <i>graphite</i> sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi dengan variasi massa. a) massa 0,4 gr; b) massa 0,6 gr; c) massa 0,8 gr; d) massa 1,0 gr; e) massa 1,2 gr; f) massa 1,4 gr.	42
Gambar 26. Grafik perbandingan hasil uji UV-Vis setelah perlakuan sonikasi masing-masing variasi massa.....	45
Gambar 27. Grafik hubungan absorbansi dan massa pada larutan tersonikasi dengan acuan massa 1,0 gr.	46
Gambar 28. Hasil uji SEM-EDX untuk sampel LSE. a) sampel LSE sebelum sonikasi dengan perbesaran 1000x , b) sampel LSE sebelum sonikasi dengan perbesaran 5000x, c) sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 1000x, d) sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 5000x.	47
Gambar 29. Hasil uji SEM-EDX sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 5000x.	48
Gambar 30. Grafik hasil uji karakterisasi SEM-EDX yang menunjukkan kandungan unsur dalam sampel.	49
Gambar 31. Hasil <i>shaking</i> dengan variasi jumlah kelereng. a) 1 butir kelereng, b) 5 butir kelereng, c) 9 butir kelereng.....	51
Gambar 32. Hasil karakterisasi UV-Vis sampel RCMS dengan variasi jumlah kelereng.....	52
Gambar 33. Grafik penambahan nilai absorbansi berdasarkan pengaruh variasi jumlah kelereng.....	54
Gambar 34. Grafik hubungan jumlah variasi kelereng dengan penambahan puncak absorbansi	55

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Tabel komposisi deterjen dari beberapa negara	19
---	----

DAFTAR LAMPIRAN

1. Dokumentasi Pengambilan Data	61
2. Hasil Uji UV-Vis.....	63
3. Hasil Uji SEM-EDX.....	68

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Penggunaan baterai merupakan suatu kebutuhan yang tidak dapat dihindari. Seiring dengan perkembangan zaman, berbagai jenis baterai telah dikembangkan sesuai dengan kebutuhan masyarakat akan suatu hal yang praktis dan berdaya guna besar. Salah satu pengembangan dari baterai sendiri yaitu baterai *dry cell* atau sering juga dikenal dengan baterai *Zinc-Carbon* (Zn-C). Jenis baterai ini merupakan jenis baterai yang hanya dapat digunakan sekali pakai saja (*non-rechargeable*). Hal inilah yang menyebabkan banyaknya limbah bekas dari jenis baterai ini ketimbang dengan baterai Li-On yang dapat diisi ulang (*rechargeable*). Limbah dari baterai Zn-C sendiri hanya dibuang begitu saja oleh masyarakat tanpa adanya pengolahan kembali. Limbah baterai ini memiliki kandungan yang berbahaya dan tidak dapat terurai sehingga akan menjadi polutan bagi lingkungan.

Baterai mengandung berbagai macam logam berat seperti merkuri, mangan, timbal, nikel, lithium dan kadmium. Jika baterai ini dibuang sembarangan maka logam berat yang terkandung di dalamnya akan mencemari air tanah penduduk dan membahayakan kesehatan. Di beberapa negara maju, daur ulang baterai dilakukan dengan sangat serius. Sebagai contoh beberapa negara di Eropa barat melakukan daur ulang baterai khusus dalam pemulihan logam bernilai tinggi. Di Indonesia sendiri telah memiliki beberapa tempat penampungan limbah baterai sementara (Bararah, 2011).

Daur ulang (*recycle*) dari limbah baterai ini sangatlah dibutuhkan, karena semakin lama maka akan semakin banyak tumpukan limbah baterai yang tertimbun dan akan semakin membahayakan lingkungan. Di dalam baterai, khususnya baterai Zn-C terdapat batang karbon yang dapat diolah kembali menjadi bahan yang lebih berdaya guna tinggi. Batang karbon ini dapat diolah menjadi *graphene oxide* (GO), sebuah material berdaya guna tinggi dalam pembuatan barang-barang yang lebih berkualitas, khususnya untuk pembuatan barang elektronik.

Salah satu metode pengolahan karbon menjadi GO , yaitu dengan metode *liquid sonication exfoliation* (LSE) yang menghasilkan GO dalam bentuk larutan. Dalam penelitian ini juga dilakukan pengembangan metode baru untuk sintesis GO yaitu metode *random collision marbles shaking* (RCMS) yang berbasis larutan.

B. Identifikasi Masalah

Sesuai dengan latar belakang di atas, maka dapat diidentifikasi beberapa permasalahan sebagai berikut:

1. Permasalahan limbah baterai Zn-C yang mencemari lingkungan.
2. Pentingnya pengembangan bahan GO yang memiliki daya guna tinggi bagi kebutuhan manusia masa kini.
3. Pentingnya pengembangan metode sintesis baru untuk GO secara mudah, murah, dan dapat dilakukan dalam jumlah besar.

C. Batasan Masalah

Penelitian ini difokuskan pada sintesis GO menggunakan bahan dasar batang karbon pada baterai Zn-C. Hal ini dilakukan karena peneliti merasa limbah dari baterai Zn-C ini masih sering dijumpai di lingkungan sekitar, khususnya di lingkungan rumah (pemukiman) dan tidak adanya penanganan khusus untuk jenis limbah ini. Selain itu untuk membatasi komposisi batang karbon di dalam baterai Zn-C, peneliti memutuskan untuk menggunakan limbah baterai Zn-C dengan merek ABC. Metode sintesis dan preparasi GO yang digunakan merupakan metode LSE dan pengembangan metode baru dalam sintesis GO, yaitu metode RCMS. Metode RCMS menggunakan bantuan deterjen dengan kandungan surfaktan 19%. Untuk menentukan tingkat keberhasilan dalam preparasi dan sintesis GO digunakan uji UV-Vis.

D. Rumusan Masalah

Dari batasan masalah yang telah diidentifikasi, maka perumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana cara mensintesis GO dengan metode LSE dan RCMS?
2. Bagaimanakah hasil sintesis GO dengan metode LSE dan RCMS?
3. Bagaimanakah pengaruh sonikasi langsung yang dilakukan pada metode LSE?
4. Bagaimana pengaruh penggunaan kelereng pada metode RCMS?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Melakukan sintesis GO dengan metode LSE dan metode RCMS dengan bahan dasar batang karbon limbah baterai Zn-C
2. Mengetahui hasil sintesis GO dengan metode LSE dan metode RCMS berdasarkan hasil uji spektrofotometer UV-Vis.
3. Mengetahui pengaruh sonikasi langsung pada metode LSE.
4. Mengetahui pengaruh penggunaan kelereng pada metode RCMS.

F. Manfaat Penelitian

Beberapa manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Dapat ikut berperan dalam kegiatan daur ulang limbah berbahaya menjadi material yang berdaya guna tinggi.
2. Tersedianya bahan yang bermanfaat yang berasal dari limbah.
3. Ikut serta dalam pengembangan metode preparasi dan sintesis GO.

BAB II KAJIAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori

1. Nanosains dan Nanoteknologi

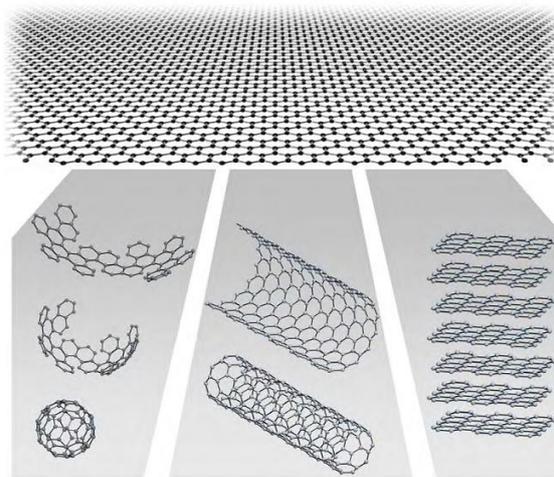
Nanosains dan nanoteknologi merupakan ilmu yang telah berkembang sejak dekade ini karena meningkatnya metode sintesis dan karakterisasi dari nanomaterial. Nanoteknologi berhubungan dengan sintesis, karakterisasi, pengembangan, dan penelitian struktur material pada ukuran nano ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Sifat fisis dan kimiawi dari nanomaterial dapat berbeda secara signifikan jika dibandingkan dengan material pada ukuran besar (*bulk*) dengan komposisi yang sama (Rao, 2006: 13).

Bidang ilmu nanoteknologi dipandang sebagai cara yang dapat memberi perubahan besar terhadap peradaban manusia di abad ke-21. Sifat elektronik, sifat magnetik, sifat optik, dan reaktivitas katalitik baru akan dijumpai dalam material berukuran skala nano. Sifat baru ini tidak dijumpai pada material berukuran lebih besar dari 100 nanometer. Salah satu alasan utama yang menentukan perubahan sifat ini, yaitu meningkatnya luas permukaan material ukuran nanometer (Budianto, 2015: 9).

2. Material Graphene

a. Graphene

Graphene adalah susunan lapisan tunggal dari atom karbon yang tersusun dalam bentuk dua dimensi (2D) dengan kisi berbentuk sarang lebah, dan merupakan bahan dasar dalam susunan material *graphite*. Untuk bentuk dimensi lainnya yaitu dikemas dalam bentuk 0D *fullerens*, dalam 1D *nanotube* dan dalam bentuk 3D *graphite*.

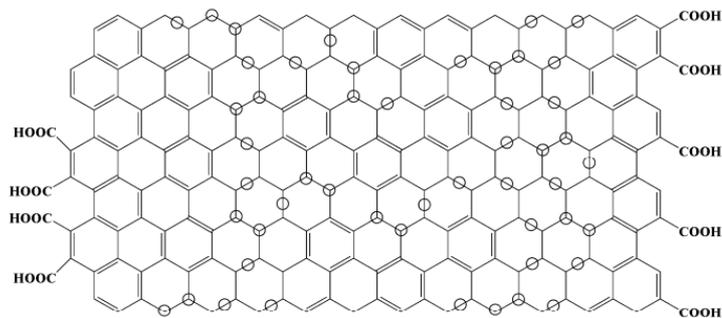


Gambar 1. Struktur graphene kisi sarang lebah (Geim, 2007: 1).

Keistimewaan graphene antara lain mobilitas elektron yang tinggi ($200.000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$), efek Quantum Hall pada suhu ruangan, transparansi optik yang baik (97.7%), luas permukaan spesifik (2630 m^2), modulus elastis 0,25 TPa, konduktivitas termal yang sangat baik ($5.000 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$), dan kekuatan sebesar 42 N m^{-1} . Keistimewaan dari *graphene* yang menjadikan material ini sangat diminati untuk pembuatan barang-barang yang lebih berkualitas, sebagai contoh untuk pembuatan barang elektronik (Brownson, 2014: 19).

b. Graphene-oxide (GO)

Graphene-oxide (GO) merupakan modifikasi preparasi *graphene* secara kimiawi dengan oksidasi dan eksfoliasi yang disertai dengan modifikasi oksidatif dari bidang basal. GO tersusun oleh lapisan tunggal yang berisikan oksigen yang tinggi dari pada *graphene*, dengan perbandingan atom C/O kurang dari 3,0 dan mendekati 2,0. Bagaimanapun juga, bentuk ini sering direduksi secara kimiawi ataupun elektrokimia sebelum digunakan (Elseveir, 2013: 4).



Gambar 2. Struktur GO yang termasuk pada cincin benzene (Li, 2014: 140)

c. Graphite

Graphite memiliki struktur lapisan yang terdiri atas cincin atom karbon yang beranggotakan 6 atom yang mirip benzene yang terkondensasi tanpa atom hidrogen. Jarak karbon-karbon dalam lapisan adalah 142 pm dan ikatannya memiliki karakter ikatan rangkap, analog dengan senyawa aromatik. Karena jarak antar lapisan adalah 335 pm dan lapis-lapis tersebut diikat oleh ikatan yang relatif lemah yakni gaya *Van der waals*, lapisan-lapisan ini dengan mudah akan saling menggelincir bila dikenai gaya. Hal inilah yang

merupakan asal mula sifat lubrikasi *graphite*. Berbagai molekul seperti logam alkali, halogen, halida logam, dan senyawa organik dapat menginterkalasi lapisan *graphite* dan membentuk senyawa interkalasi. *Graphite* memiliki sifat semi-logam, konduktivitasnya $10^{-3} \Omega\text{cm}$ paralel dengan lapisan dan hantarnya sekitar 100 kali lebih kecil dalam arah gerak lurus lapisan.



Gambar 3. Struktur material *graphite* (Saito, 1996: 63)

3. Metode Preparasi dan Sintesis GO

a. *Mechanical Exfoliation (ME)*

Metode ME dipandang sebagai salah satu metode yang paling populer dan sukses untuk sintesis lapisan tunggal atau beberapa lapisan *graphene*. Metode ini dikenal juga sebagai “metode plester”. Metode ini dianggap mudah karena dilakukan hanya dengan mengelupas lapisan *graphite* menggunakan gaya adesi pada plester. Jumlah lapisan *graphene* yang terbentuk dapat diperkecil dengan menambah pengulangan pada pengelupasan plester. Lapisan *graphite* yang tertinggal pada plester masih mengandung beberapa

lapisan kristal *graphene* dan sangat sulit serta memakan banyak waktu untuk memisahkan lapisan *graphene* menjadi lapis tunggal. Namun metode ini dipandang cocok untuk mengetahui sifat fisis *graphene* karena mudah, murah dan menghasilkan lembaran *graphene* dengan kualitas tinggi.

b. Chemical Exfoliation (CE)

Salah satu metode lain yang umum digunakan untuk sintesis *graphene* dengan kualitas baik dan murah adalah metode CE. Hal ini termasuk dengan penggunaan suara ultrasonik pada larutan dan tahap interkalasi. Pada metode ini penggunaan suara ultrasonik dibantu juga dengan larutan air-surfaktan sebagai pelarut *graphite*. Metode CE telah dikenal luas karena metode ini memungkinkan dilakukan tanpa zat tambahan dalam pelarut organik yang mempunyai afinitas tinggi untuk *graphite* dimana ultrasonik digunakan untuk memberikan energi pada pembelahan lapisan *graphene*. Keberhasilan penggunaan ultrasonik dipengaruhi oleh pemilihan pelarut dan surfaktan yang diiringi dengan frekuensi, amplitudo dan waktu sonikasi.

c. Reduksi GO (RGO)

Metode ini merupakan metode populer yang lainnya dalam sintesis *graphene* yang berbentuk larutan melewati fase GO. GO diproduksi melalui *graphite oxide* yang mana dapat di sintesis dengan

banyak cara. Sebagai contoh metode *Hummers* yang menggunakan perendaman *graphite* didalan larutan asam sulfat dan pottasium permanganate untuk menghasilkan *graphite oxide*. Pengadukan dan sonikasi pada *graphite oxide* dilakukan untuk memperoleh GO lapis tunggal. Hal ini mengindikasikan bahwa kelompok fungsi GO merupakan hidrofilik sehingga memungkinkan terjadinya dispersi dalam larutan air. Kemudian GO secara kimiawi, termal, atau elektrokimia direduksi menghasilkan *graphene*.

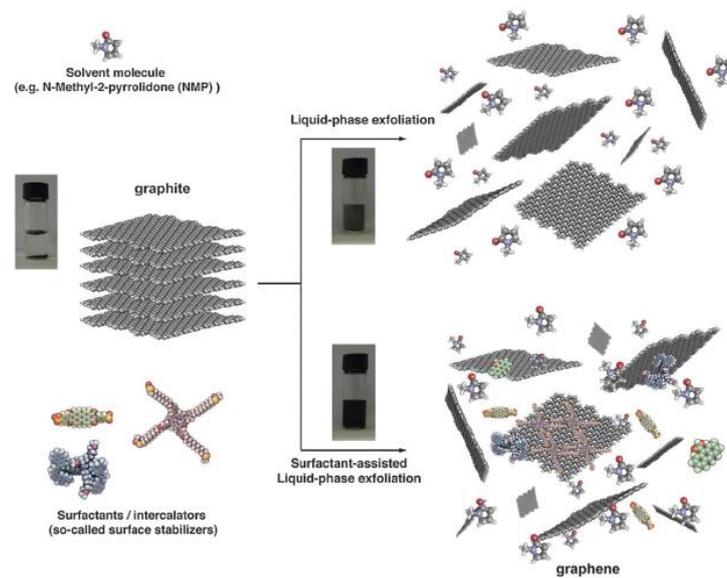
d. *Chemical Vapor Deposition (CVD)*

Salah satu metode pembuatan *graphene* yang menarik adalah CVD. Metode ini terlihat cocok untuk aplikasi dalam eletrokimia dengan mengacu pada keseragaman lembaran *graphene* dengan kristal berkualitas tinggi dan luas permukaan yang lebar sehingga memungkinkan untuk pembuatan dalam jumlah besar. Ditambah lagi, metode CVD *graphene* menghasilkan bentuk zat padat yang dapat diolah untuk digunakan pada tujuan tertentu (Brownson, 2014: 6-13).

e. *Liquid Phase Exfoliation (LPE)*

Graphite dapat dieksfoliasi dengan baik dalam bentuk larutan menggunakan suara ultrasonik untuk memecahkan lapisan-lapisan *graphite*. LPE pada dasarnya terjadi pada tiga tahap : 1) dispersi *graphite* pada pelarut , 2) eksfoliasi , dan 3) pemurnian. Metode LPE

dibagi menjadi 2 jenis, yaitu metode LPE dengan dan tanpa bantuan surfaktan. Metode LPE dengan surfaktan menjelaskan bahwa pengelupasan *graphene* dapat diproduksi oleh eksfoliasi dari surfaktan pada *graphite* melalui dispersi kimiawi, dilanjutkan dengan ultrasonikasi pada larutan organik. Sedangkan metode LPE tanpa surfaktan menjelaskan bahwa pada proses sonikasi, terdapat gaya pengikisan dan kavitasi yang menyebabkan kemunculan dan pemecahan gelembung berukuran mikrometer yang mengakibatkan eksfoliasi pada material yang berukuran besar (*bulk*). Proses sonikasi langsung tanpa bantuan surfaktan pada larutan *graphite* dapat disebut juga dengan metode *liquid sonication exfoliation* (LSE) (Ciesielski, 2013: 5).



Gambar 4. Teknik LPE dengan sonikasi langsung (LSE) dan penggunaan bantuan dari surfaktan (Ciesielski, 2013: 5).

4. Sonikasi/Ultrasonikasi

Sejak karakteristik yang luar biasa dari *graphite* diketahui, beberapa metode untuk preparasi telah dikembangkan. Disamping produksi kimia *graphene* dari *graphene oxide* dengan banyak proses, yang mana dibutuhkan reduktor dan oksidator yang sangat kuat. Ditambah lagi, *graphene* yang terbuat dari kondisi kimia ini sering mengandung banyak perbedaan setelah hasil reduksi dibandingkan dengan *graphene* yang diperoleh dengan metode lain. Bagaimanapun juga, sonikasi terbukti menjadi alternatif untuk membuat *graphene* dengan kualitas tinggi, tetapi pada umumnya pembuatan *graphene* adalah sebuah langkah mudah. Untuk memberikan sebuah contoh: *graphite* ditambahkan kedalam campuran asam organik yang ditambahkan air, alkohol dan air, lalu campuran akan dikenai gelombang ultrasonik. Asam bekerja sebagai “*molecular wedge*” yang akan memisahkan lembaran *graphene* dari induknya *graphite*. Dengan proses mudah ini, *graphene* kualitas tinggi yang terdispersi dalam air tercipta. (An et al, 2010)

Penggunaan gelombang ultrasonik berdasarkan rentangnya yang luas ini dibagi menjadi dua bagian. Bagian pertama adalah suara beramplitudo rendah (frekuensi lebih tinggi). Gelombang beramplitudo rendah ini secara umum digunakan untuk analisis pengukuran kecepatan dan koefisien penyerapan gelombang pada rentang 2 hingga 10 KHz. Bagian kedua adalah gelombang berenergi tinggi dan terletak pada frekuensi 20 hingga 100 KHz. Gelombang ini dapat digunakan untuk

pembersihan, pembentukan plastik, dan modifikasi bahan-bahan organik maupun anorganik (Rani, 2015).

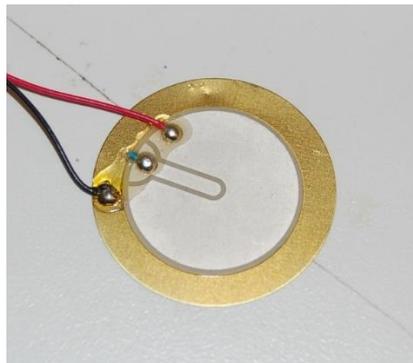
Ultrasonik dengan frekuensi 20-100 kHz diketahui mempunyai efek signifikan dalam mempercepat berbagai proses kimia dan fisika (Leong *et al.*, 2011). Efek penggunaan ultrasonik dalam proses pembersihan (*cleaning*), ekstraksi atau pemurnian suatu senyawa adalah waktu proses lebih singkat dan peningkatan kualitas produk (Chemat *et al.*, 2011; John, 2002). Gelombang ultrasonik kekuatan tinggi diketahui mampu merusak atau mengikis dinding sel atau permukaan bahan padat (John, 2002). Pada reaktor ultrasonik, gelombang ultrasonik digunakan untuk menimbulkan efek kavitasi akustik; yaitu pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung dalam medium cairan. Ketika gelembung kavitasi pecah di dekat atau pada permukaan padat maka permukaan padat akan memberikan resistensi terhadap aliran cairan. Hal ini menyebabkan cairan mikrojet mengarah ke permukaan padat dengan kecepatan mendekati 400 km/h (Suslick, 1995). Dampak dari mikrojet ini sangat kuat, antara lain dapat mengupas (*peeling*) permukaan, mengikis, atau memecah dinding sel (Vilkhu, 2008; Baig, 2010).

5. *Tweeter Piezoelectric*

Piezoelectric berasal dari bahasa Yunani yaitu *piezo* yang artinya tekanan dan *electric* yang artinya listrik. *Piezoelectric* pertama kali ditemukan pada tahun 1880 oleh dua orang bersaudara Pieze Curie dan

Jacques Curie. *Piezoelectric* baru dapat diaplikasikan untuk alat-alat industri pada tahun 1950 setelah melalui proses yang panjang (www.academica.edu).

Piezoelectric merupakan fenomena listrik yang dihasilkan dari material padat dan kristal yang ditekan dan ditarik. Proses reversible dalam bahan menunjukkan efek *piezoelectric* langsung (*direct piezoelectric effect*) yaitu menghasilkan tegangan listrik akibat adanya tekanan mekanik. Efek *piezoelectric* terbalik (*converse piezoelectric effect*) yaitu menghasilkan tekanan akibat adanya tegangan listrik sehingga menyebabkan terjadi perubahan dimensi.



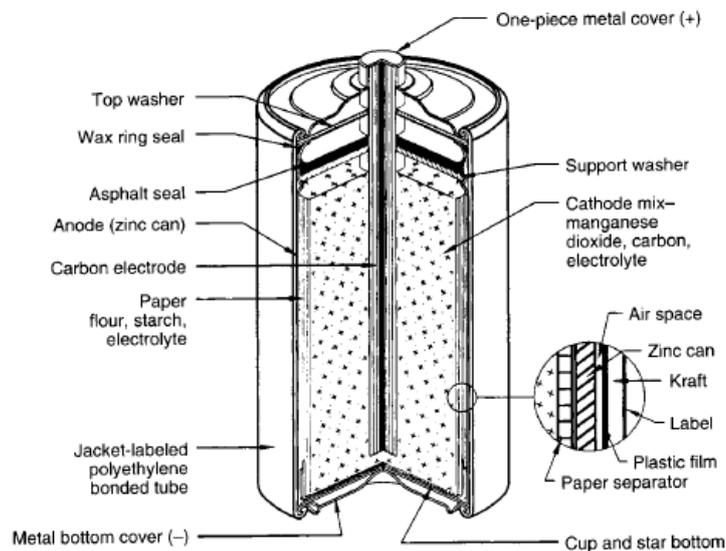
Gambar 5. *Piezoelectric*

Tweeter piezoelectric dapat menghasilkan gelombang suara ultrasonik dengan frekuensi di atas 20 kHz, ketika sebuah sinyal listrik diberikan pada benda tersebut. Kelebihan yang dimiliki oleh *tweeter piezoelectric* ini dapat diaplikasikan sebagai sumber gelombang suara ultrasonik pada sebuah rangkaian alat ultrasonikasi sederhana (Suwarno, 2009).

6. Bahan Sintesis Graphene Oxide

a. Batang Karbon Baterai Zinc Carbon (Zn-C)

Baterai Zn-C telah dikenal lebih dari berabad-abad yang lalu. Ada 2 jenis baterai Zn-C yang dikenal baik dipasaran yaitu *Leclanché* dan *zinc chloride*. Kedua jenis baterai ini banyak digunakan pada peralatan-peralatan elektronik portabel diseluruh dunia karena harganya yang murah dan ukurannya yang praktis.



Gambar 6. Struktur baterai Zn-C

Batang karbon pada baterai Zn-C berbentuk silinder yang dimasukkan pada campuran bobbin dan berfungsi sebagai kolektor arus. Batang karbon dibuat dengan memadatkan karbon, *graphite*, dan bahan pengikat, kemudian dibentuk dengan ekstrusi (pembuatan bahan dengan penampang tetap) dan pemanasan. Batang karbon ini dirancang untuk memiliki hambatan yang kecil (Linden, 2001: 198).

b. Surfaktan

Surfaktan (*Surfactants* ‘*Surface active agents*’) adalah senyawa organik dengan setidaknya 1 kelompok *lyophilic* (‘*solvent-loving*’) dan 1 kelompok *lyophobic* (‘*solvent-fearing*’) di dalam molekul. Ketika surfaktan secara umum digunakan dalam air atau sebuah larutan, kemudian muncul istilah *hydrophilic* dan *hydrophobic*. Dalam istilah sederhananya, sebuah surfaktan mengandung setidaknya 1 gugus non-polar dan 1 gugus polar (atau ionik) dan di digambarkan seperti pada gambar 7.



Gambar 7. Gambaran sifat *Hydrophile* dan *hydrophobe* (Richard, 2006: 1-2)

Surfaktan dibagi menjadi empat bagian penting dan digunakan secara meluas pada hampir semua sektor industri modern. Jenis-jenis surfaktan tersebut adalah surfaktan anionik, surfaktan kationik, surfaktan nonionik dan surfaktan amfoterik (Porter, 2000)

Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatannya dibagi menjadi empat golongan, yaitu (Suparno, 2012):

1. Surfaktan anionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu anion (negatif). Contohnya adalah garam alkana sulfonat, garam olefin sulfonat, garam sulfonat asam lemak rantai panjang.
2. Surfaktan kationik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation (positif). Contohnya adalah garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimetil ammonium dan garam alkil dimetil benzil ammonium.
3. Surfaktan non-ionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya tidak bermuatan. Contohnya ester gliserin asam lemak, ester sorbitan asam lemak, ester sukrosa asam lemak, polietilena alkil amina, glukamina, alkil poliglukosida, mono alkanol amina, dialkanol amina, dan alkil amina oksida.
4. Surfaktan amfoter yaitu surfaktan yang bagian alkilnya mempunyai muatan positif dan negatif. Contohnya surfaktan yang mengandung asam amino, betain, dan fosfobetain.

Fungsi surfaktan sebagai bahan pembersih terkandung dalam deterjen. Deterjen adalah surfaktan anionik dengan gugus alkil (umumnya C9–C15) atau garam dari sulfonat atau sulfat berantai panjang dari natrium ($\text{RSO}_3^- \text{Na}^+$ dan $\text{ROSO}_3^- \text{Na}^+$) yang berasal dari minyak nabati atau minyak bumi.

Jenis surfaktan yang biasa terkandung dalam deterjen diantaranya adalah *alkyl benzene sulfonate* (ABS), *linear*

alkylbenzene sulfonate (LAS), dan lain-lain. ABS adalah surfaktan yang mampu menghasilkan busa. ABS termasuk surfaktan jenis keras, molekulnya sulit diuraikan oleh mikroorganisme sehingga limbahnya menimbulkan buih tetap di air (masih aktif) dan menyebabkan pencemaran air. *Linear alkylbenzene sulfonate* (LAS) adalah jenis surfaktan yang ramah lingkungan. LAS adalah agen pembersih utama yang digunakan dalam sebagian besar deterjen dengan konsentrasi (20-25)% (Ardiyati, 2014).

Penggunaan molekul organik seperti surfaktan, dapat meningkatkan eksfoliasi *graphite* menjadi *graphene*, terutama ketika sebuah molekul memilih energi adsorpsi yang tinggi pada bidang basal *graphene*, dan terutama menjadi lebih tinggi daripada salah satu pelarut molekul yang berinteraksi dengan *graphene*. Penggunaan surfaktan dapat juga menstabilkan *graphene* tereksfoliasi didalam air dan pelarut organik, dimana ζ (zeta) merupakan potensial dari surfaktan terlapisi *nano-graphene* dengan kendali konsentrasi terdispersi (Ciesielski, 2013: 6).

Tabel 1. Tabel komposisi deterjen dari beberapa negara

Ingredients	Composition (%)			
	United States, Canada, Australia	South America, Middle East, Africa	Europe	Japan
Surfactants	8–20	17–32	8–20	19–25
Foam boosters	0–2		0–3	
Foam depressants			0.3–5	1–4
Builders				
Sodium triphosphate	25–35	20–30	20–35	0–15
Mixed or nonphosphate	15–30	25–30	20–45	0–20
Sodium carbonate	0–50	0–60		5–20
Antiredeposition agents	0.1–0.9	0.2–1	0.4–1.5	1–2
Anticorrosion agents	5–10	5–12	5–9	5–15
Optical brighteners	0.1–0.75	0.08–0.5	0.1–0.75	0.1–0.8
Bleach			15–30	0–5
Enzymes			0–0.75	0–0.5
Water	6–20	6–13	4–20	5–10
Fillers	20–45	10–35	5–45	30–45

(J.Farn, 2006: 49)

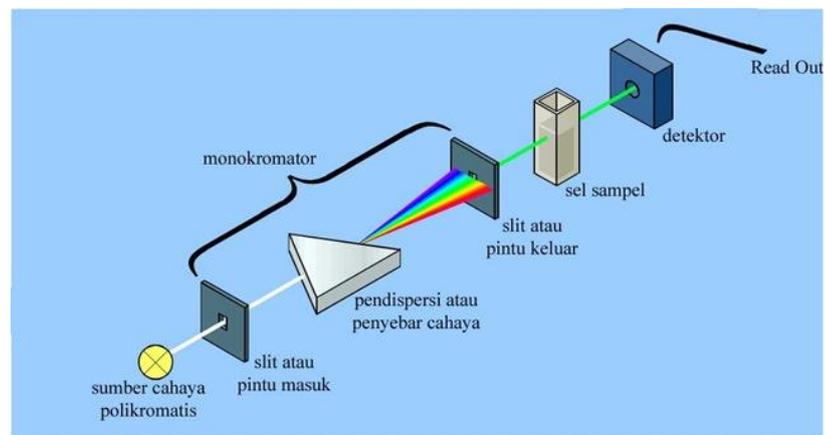
7. Spektrofotometer UV-Vis

a. Prinsip Kerja

Spektroskopi UV-Vis mempelajari tentang transisi elektronik dari molekul yang menyerap cahaya pada daerah UV dan tampak dari spektrum elektromagnetik. Spektroskopi UV- Vis digunakan untuk mengukur absorbansi atau transmisi pada padatan atau larutan yang transparan. Prinsip kerja dari alat ini yaitu sebuah sinar akan ditembakkan ke sampel yang diuji. Sinar yang menembus (melewati) sampel akan ditangkap oleh detektor. Rentang panjang gelombang yang digunakan pada spektrometer UV-VIS yaitu 200-800 nm. Sinar yang tidak diteruskan menembus sampel diserap oleh beberapa molekul dalam sampel mengindikasikan struktur dan ikatan kimiawi

yang akan diwujudkan dalam bentuk puncak pada panjang gelombang tertentu. (Sharma, 2015: 40)

Radiasi UV-Vis yang diabsorpsi oleh bahan akan mengakibatkan terjadinya transisi elektronik. Elektron-elektron dari orbital dasar akan tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi. Apabila radiasi atau cahaya putih dilewatkan pada suatu material, maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap (absorpsi) secara selektif dan radiasi lainnya akan diteruskan (transmisi). Diagram sederhana spektrometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 8 (Efelina, 2015). Hasil dari karakterisasi menggunakan UV-Vis adalah grafik hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang.

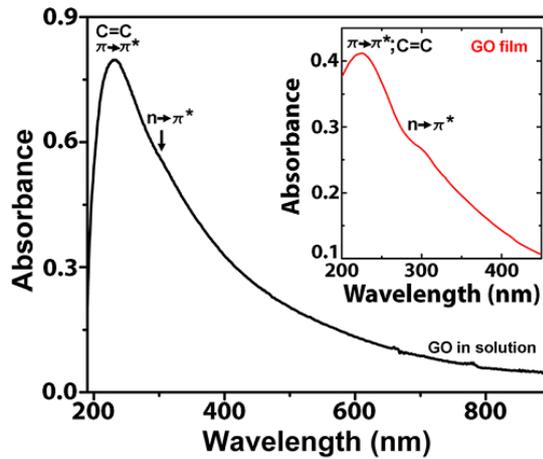


Gambar 8. prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis

b. Data Uji Karakterisasi GO dengan Spektrofotometer UV-Vis

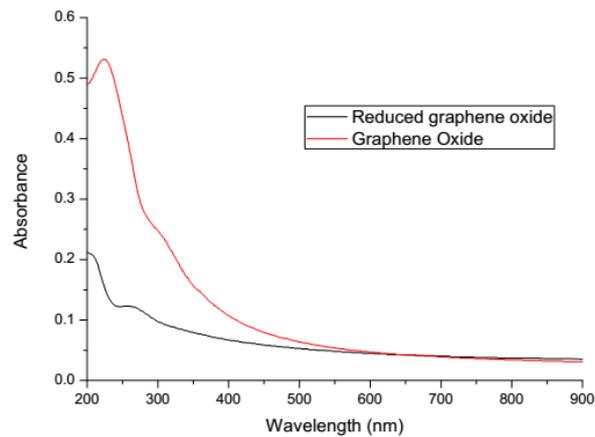
Sintesis graphene yang dikarakterisasi dengan UV-Vis absorption spectroscopy. UV-Vis-NIR menunjukkan spektrum GO yang tercampur dengan air tercatat transisi dari keadaan ground (*ground state*) ke keadaan lebih tinggi (*excited states*) dari

chromophores didalam sampel. Spektrum yang diperoleh dengan karakteristik puncak absorbansi yang tajam pada panjang gelombang 233 nm dan tepi melebar pada ~290 – 305 nm. Puncak absorbansi pada ~233 nm telah ditandai sebagai transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari ikatan C = C. Grafik dapat dilihat pada gambar 9 (Saxena, 2011: 4).



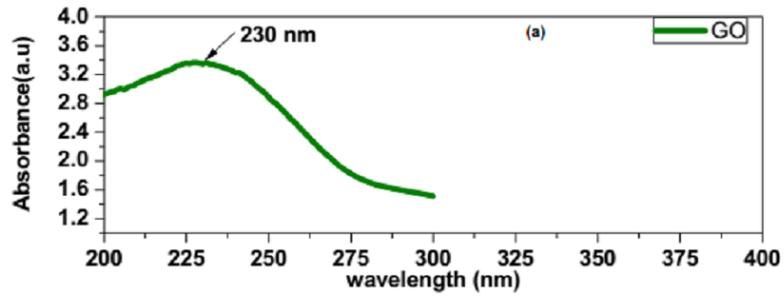
Gambar 9. Grafik hasil UV-Vis GO (Saxena, 2011: 4).

UV-VIS spectra dari GO pada gambar 10 menunjukkan sebuah puncak maksimum pada sekitar 223 nm, sesuai dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ untuk ikatan aromatik C – C. Puncak absorpsi untuk GO yang sudah tereduksi berada pada 270 nm (Nanoinnova).



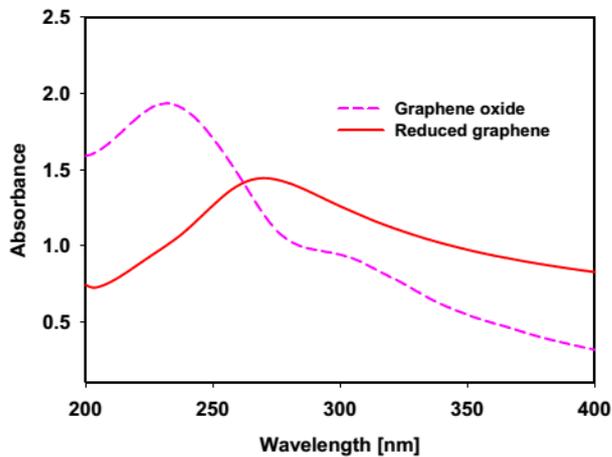
Gambar 10. Grafik hasil UV-Vis RGO dan GO (Nanoinnova)

Spektroskopi UV-Vis digunakan dalam mempelajari derajat oksidasi untuk GO dan sampel fungsional GO. λ_{\max} dari spektrum UV-Vis digunakan untuk mengetahui derajat residual konjugasi dalam GO murni dan fungsional. Sebuah λ_{\max} yang lebih tinggi dalam spektrum mengindikasikan bahwa sedikit energi yang telah digunakan untuk transisi elektronik yang merupakan indikasi dari pemulihan konjugasi. Spektrum menunjukkan bahwa puncak absorpsi dari GO pada 230 nm. Transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari C – C, ikatan C = C ada dalam daerah hibrid sp^2 dari GO yang merupakan penyebab utama munculnya puncak ini (Javed, 2015: 6).



Gambar 11. Grafik hasil UV-Vis GO (Javed, 2015: 6).

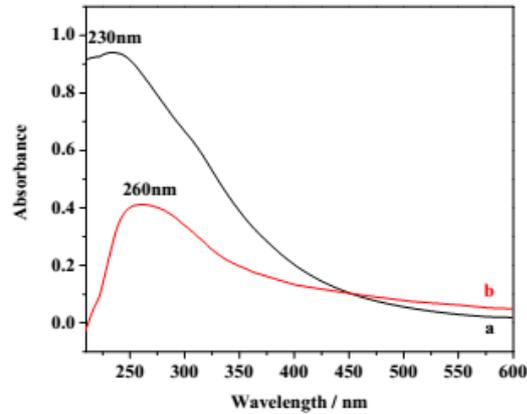
Puncak absorbansi GO pada 230 nm bergeser menjadi 270 nm, menandakan adanya konjugasi elektronik didalam lembaran *graphene* tereduksi yang dibangkitkan pada reduksi GO (Choi, 2010: 3).



Gambar 12. Grafik GO dan RGO (Choi, 2010: 3).

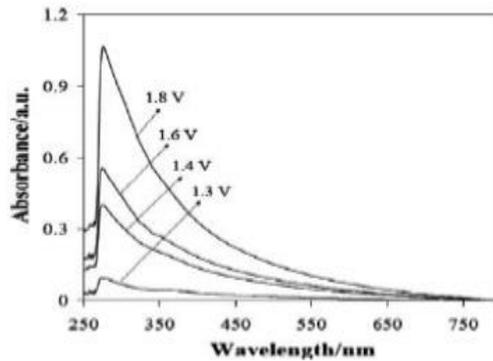
Sintesis *graphene* tereduksi dapat diketahui dengan spektroskopi UV-Vis. Spektrum UV-Vis dari GO dalam air menunjukkan sebuah puncak absorbansi pada 230 nm. Setelah direduksi dengan AA, puncak *graphene* tereduksi menjadi pada 260

nm. Absorpsi *graphene* tereduksi yang berubah dari 230 nm menjadi 260 nm, mengindikasikan bahwa konjugasi elektronik didalam lembaran *graphene* kembali setelah reaksi (Zhu, 2012: 4).



Gambar 13. Grafik UV-Vis (a) GO , (b) graphene dalam air (Zhu, 2012: 4)

Hasil mengkarakterisasi menggunakan spektrometer UV-Vis yang dilakukan Murat (2011) dalam mensintesis material *graphene* menggunakan metode LE yang dikombinasikan dengan metode elektrolisis dalam dapat dilihat pada Gambar 14. Puncak diamati pada panjang gelombang antara 250 nm sampai 350 nm yang merupakan karakter dari *graphene* atau *graphene oxide* (Murat, dkk. 2011).



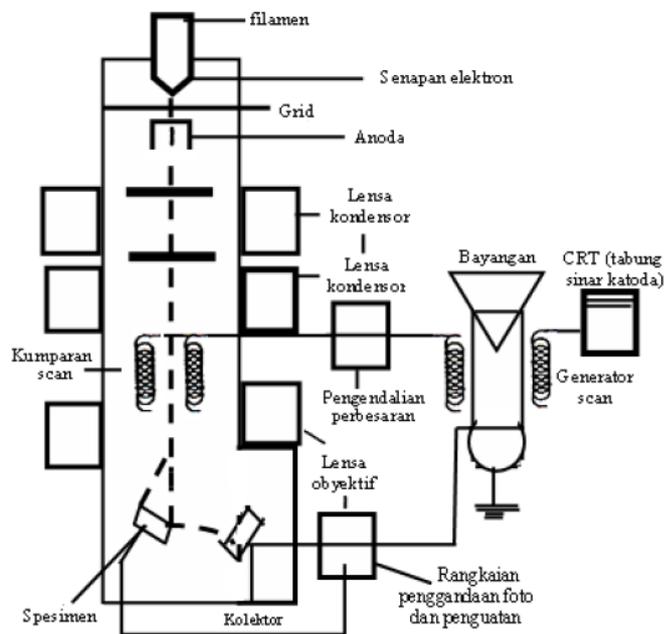
Gambar 14. Spektrum absorpsi UV-Vis dengan metode LE dan elektrolisis (Murat, dkk. 2011).

8. Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan bahan. Karakteristik bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butir, cacat struktural, dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasil yang diperoleh berupa scanning electron macrograph yang menyajikan bentuk tiga dimensi berupa gambar atau foto.

Prinsip kerja dari SEM berupa suatu sumber elektron dari filamen yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Tungsten biasanya digunakan pada electron gun karena memiliki titik lebur tertinggi dan tekanan uap terendah dari semua logam, sehingga memungkinkan dipanaskan untuk emisi elektron. Berkas elektron difokuskan oleh satu atau dua lensa kondensor ke titik yang diameternya sekitar 0,4 nm sampai 5 nm. Permukaan bahan yang dikenai berkas elektron akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Scanning pada permukaan bahan yang dikehendaki dapat

dilakukan dengan mengatur *scanning generator* dan *scanning coils*. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan spesimen ditangkap oleh detektor SE (*Secondary Electron*) yang kemudian diolah dan diperkuat oleh amplifier dan kemudian divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT). Skema dasar SEM disajikan pada gambar.

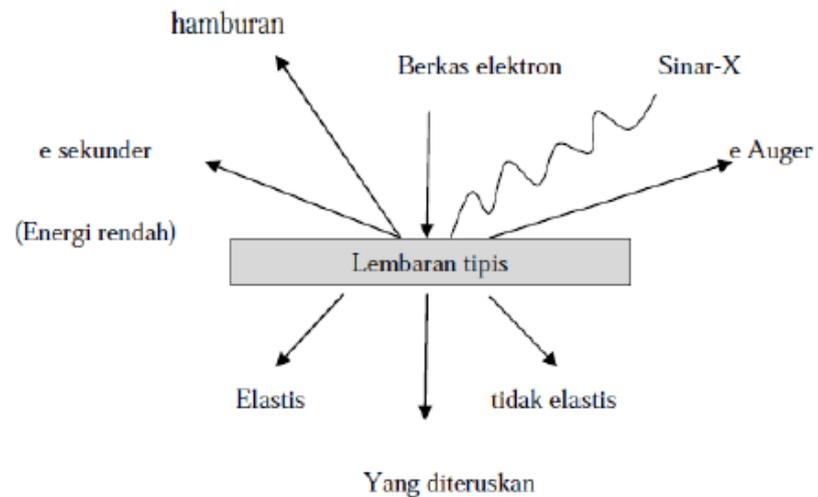


Gambar 15. Skema dasar SEM (smallman,2000:157)

9. Energy Dispersive Spectrometry (EDS)

EDS digunakan untuk menentukan komposisi kimia suatu bahan. EDS bekerja sebagai fitur yang terintegrasi dengan SEM dan tidak dapat bekerja tanpa SEM. Prinsip kerja dari EDS adalah menangkap dan mengolah sinyal fluoresensi sinar-X yang keluar apabila berkas elektron mengenai daerah tertentu pada bahan. Sinar-X tersebut dapat dideteksi

dengan detektor zat padat yang dapat menghasilkan pulsa intensitas sebanding dengan panjang gelombang sinar-X.



Gambar 16. hamburan dari elektron yang jatuh pada lembaran tipis (Smallman. 2000:155)

Gambar memperlihatkan mengenai hamburan elektron-elektron apabila mengenai spesimen. Interaksi antara elektron dengan atom pada sampel akan menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X, dan elektron auger yang kesemuanya bisa digunakan untuk mengkarakterisasi material (Smallman, 2000: 156).

Elektron sekunder adalah elektron yang dipancarkan dari permukaan kulit atom terluar yang dihasilkan dari interaksi berkas elektron jatuh dengan padatan sehingga mengakibatkan terjadinya loncatan elektron yang terikat lemah dari pita konduksi. Elektron auger adalah elektron dari kulit orbit terluar yang dikeluarkan dari atom ketika elektron tersebut menyerap energi yang dilepaskan oleh elektron lain yang jatuh ke tingkat energi yang lebih rendah.

Apabila berkas elektron mengenai sampel padat, maka sebagian berkas yang jatuh tersebut akan dihamburkan kembali dan sebagian lagi akan menembus sampel. Untuk sampel yang tipis maka sebagian besar elektron akan diteruskan, beberapa elektron akan dihamburkan secara elastis tanpa kehilangan energi dan sebagian lagi akan dihamburkan secara tak elastis. Teknik ini juga dapat dimanfaatkan untuk mengamati unsur-unsur pada daerah kecil permukaan bahan secara kualitatif dan semi kuantitatif. Hal ini karena masing-masing unsur menyebar pada panjang gelombang spesifik.

B. Kerangka Berpikir

Limbah baterai Zn-C masih sering dijumpai mengotori lingkungan walaupun minat penggunaan jenis baterai ini telah sangat berkurang. Didalam baterai Zn-C terdapat batang karbon yang tersusun oleh *graphite* dan dapat digunakan untuk membuat material GO. Pembuatan material ini dapat dilakukan dengan berbagai metode. Salah satunya menggunakan metode LSE yang mana pada penelitian ini akan diketahui pengaruh dari perlakuan sonikasi pada larutan serbuk *graphite*. Selain itu, dilakukan juga penelitian sintesis GO dengan metode baru yaitu metode RCMS menggunakan variasi jumlah kelereng dibantu dengan penggunaan surfaktan dalam deterjen konvensional.

Sintesis GO dengan metode LSE dilakukan menggunakan serbuk *graphite* dengan variasi 0,4 gr; 0,6 gr; 0,8 gr; 1,0 gr; 1,2 gr; dan 1,4 gr yang dilarutkan kedalam aquades sebanyak 100 ml. Pencampuran menggunakan

pemblenderan selama 3 menit. Kemudian dilakukan sonikasi pada masing-masing larutan *graphite* selama 6 jam pada frekuensi 30 KHz. Sintesis GO dengan metode RCMS menggunakan serbuk *graphite* dan deterjen dengan masing-masing massa 0,6 gr yang dilarutkan pada aquades sebanyak 100 ml. Pencampuran dilakukan dalam termos dengan variasi jumlah kelereng 1, 3, 5, 7, dan 9 butir dengan diameter kelereng 1,65 cm. Kemudian dilakukan pengocokan dengan termos berkapasitas 750 ml selama 1 menit. Uji karakterisasi untuk metode LSE menggunakan uji spektrofotometer UV-Vis dan SEM-EDX. Sedangkan pada metode RCMS menggunakan uji spektrofotometer UV-Vis.

BAB III METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Tempat Penelitian

- a. Sintesis GO dilaksanakan di laboratorium Koloid lantai 2 Jurusan Pendidikan Fisika Universitas Negeri Yogyakarta.
- b. Pengujian bahan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilaksanakan di laboratorium Kimia Analitik lantai 2 Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Negeri Yogyakarta.
- c. Pengujian bahan menggunakan SEM-EDX yang dilaksanakan di LPPT Universitas Gadjah Mada.

2. Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada 5 Mei 2016 sampai 22 Mei 2017.

B. Variabel Penelitian

1. Variabel Bebas

a. Metode LSE

Variabel bebas yang digunakan pada metode LSE adalah massa serbuk graphite dari baterai Zn-C.

b. Metode RCMS

Variabel bebas yang digunakan pada metode RCMS adalah jumlah kelereng dengan diameter 1,65 cm yang dimasukkan ke dalam termos berkapasitas 750 ml.

2. Variabel Kontrol

a. Metode LSE

Variabel kontrol yang digunakan pada metode LSE adalah volume aquades, waktu pemblenderan, frekuensi dan lama sonikasi.

b. Metode RCMS

Variabel kontrol yang digunakan pada metode RCMS adalah volume aquades, massa serbuk *graphite*, dan massa deterjen.

3. Variabel Terikat

Variabel terikat untuk metode RCMS adalah puncak absorbansi hasil uji UV-Vis. Sedangkan untuk metode LSE variabel terikatnya adalah puncak absorbansi hasil uji UV-Vis dan gambar morfologi hasil uji SEM-EDX.

C. Jenis Penelitian

Jenis Penelitian yang dilakukan untuk sintesis GO dengan metode LSE dan RCMS adalah eksperimen.

D. Alat dan bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. blender (1 set),
- b. gelas beker 100 ml (4 buah),
- c. gelas ukur (1 buah),
- d. neraca digital (1 buah),
- e. botol sampel (20 botol),
- f. kaca preparat (10 buah),
- g. oven (1 buah),
- h. *tweeter piezoelectric* (6 buah),
- i. AFG sebagai pembangkit sinyal frekuensi (1 buah),
- j. amplifier sebagai penguat sinyal dari AFG (1 buah),
- k. termos air ukuran 750 mL (1 buah),
- l. kelereng dengan diameter 1,65 cm (10 butir),
- m. alat penggiling (1 buah).

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. aquades (5 liter),
- b. batang *graphite* dari limbah baterai Zn-C (20 buah),
- c. deterjen.

E. Langkah kerja

1. Metode LSE

- a. Mempersiapkan alat dan bahan.
- b. Membuka baterai Zn-C, dan mengambil batang karbon yang berada ditengah-tengah baterai Zn-C.



Gambar 17. Baterai Zn-C



Gambar 18. Batang karbon baterai Zn-C

- c. Menghaluskan batang karbon sampai menjadi butiran-butiran halus.



Gambar 19. Penggilingan batang karbon baterai Zn-C

- d. Menimbang serbuk karbon dengan variasi massa 0,2 gr ; 0,4 gr ; 0,6 gr ; 0,8 gr ; dan 1,0 gr.
- e. Mencampurkan masing-masing variasi massa dengan aquades sebanyak 100 ml menggunakan blender dengan kecepatan rotasi ± 12.000 rpm selama 3 menit.



Gambar 20. Pemplenderan serbuk graphite dengan aquades

- f. Melakukan sonikasi dengan frekuensi 30 kHz selama 6 jam pada masing-masing larutan karbon.
- g. Mendinginkan selama semalam larutan tersonikasi.

2. Metode RCMS

- a. Menimbang massa serbuk karbon dan surfaktan masing-masing sebanyak 0,6 gr.
- b. Mencampur karbon dan surfaktan dengan aquades sebanyak 100 ml ke dalam termos.
- c. Memasukkan kelereng berdiameter 1,65 cm dengan variasi jumlah 1, 3, 5, 7, dan 9.



Gambar 21. Kelereng yang digunakan pada metode RCMS

- d. Menutup rapat termos dan melakukan *shaking* secara *random*.
- e. Mendinginkan hasil *shaking* selama semalam hingga terjadi endapan.

F. Teknik Pengumpulan Data

1. Uji Karakterisasi UV-Vis

Sampel yang sudah didiamkan selama semalam akan muncul endapan. Larutan yang terpisah dengan endapan sampel yang diuji dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang serapan dan puncak absorbansi. Rentang panjang gelombang yang digunakan untuk uji UV-Vis berkisar pada 200-800

nm. Rentang panjang gelombang ini dipilih karena pengujian sampel menggunakan sinar UV yang berada pada rentang 200-400 nm dan sinar tampak (*Visible*) pada rentang 400-800 nm.

2. Uji Karakterisasi SEM-EDX

Sampel yang sudah mengendap di oven sampai diperoleh serbuk. Hasil serbuk di karakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur dalam sampel.

G. Teknik Analisa Data

1. Uji Karakterisasi UV-Vis

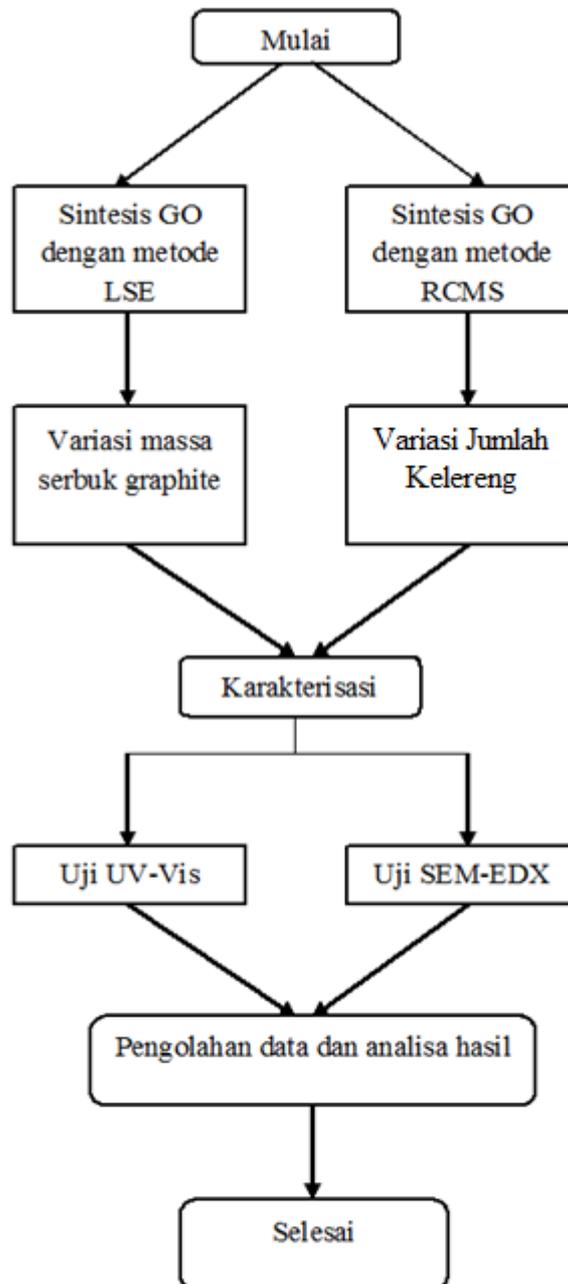
Hasil karakterisasi UV-Vis sampel sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi dengan metode LSE dibandingkan pada masing-masing variasi massa. Kemudian dilakukan perbandingan hasil sonikasi untuk masing-masing massa pada satu grafik. Hasil karakterisasi UV-Vis sampel dengan metode RCMS dibandingkan pada masing-masing variasi jumlah kelereng. Hasil karakterisasi masing-masing metode kemudian dibandingkan dengan rentang panjang gelombang untuk GO.

2. Uji Karakterisasi SEM-EDX

Hasil karakterisasi dengan SEM-EDX akan diperoleh hasil berupa gambar morfologi pada sampel. Jumlah lapisan pada GO lebih sedikit daripada ketika masih berbentuk graphite. Hasil pengujian

karakterisasi SEM-EDX berupa tabel persentase massa dan unsur yang terkandung dalam larutan hasil sintesis material GO.

H. Diagram Alir



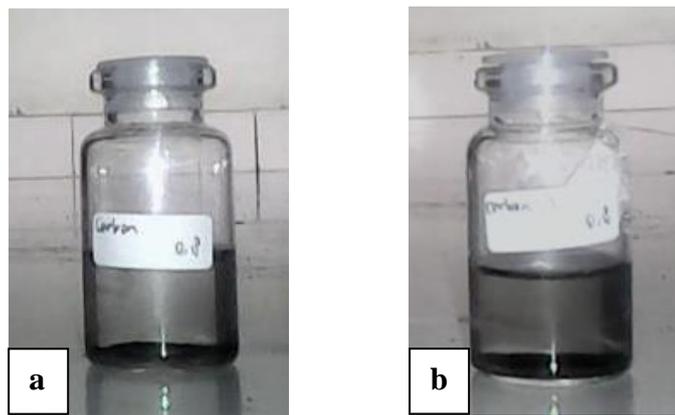
Gambar 22. Diagram alir

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis GO menggunakan 2 metode, yaitu LSE dan RCMS. Sintesis GO dengan metode LSE menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 30 KHz tanpa bantuan deterjen dengan variasi massa serbuk *graphite*: 0,4 gr; 0,6 gr; 0,8 gr; 1,0 gr; 1,2 gr; dan 1,4 gr. Sedangkan untuk metode RCMS menggunakan serbuk *graphite* dan deterjen dengan massa masing-masing 0,6 gr. Dalam proses *shaking* digunakan variasi jumlah kelereng berdiameter 1,65 cm dengan variasi 1, 3, 5, 7, dan 9 butir.

A. Sintesis GO dengan metode LSE

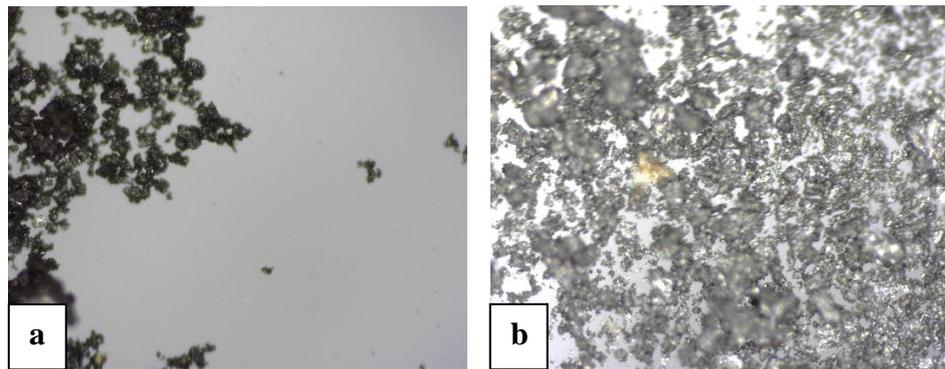
Sampel hasil pencampuran diberikan perlakuan sonikasi dengan frekuensi 30 KHz. Kemudian kedua sampel sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi dibandingkan. Hasil larutan sebelum dan sesudah sonikasi dapat dilihat pada Gambar 23.



Gambar 23. Perbandingan larutan sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi. a) larutan *graphite* sebelum sonikasi. b) larutan *graphite* setelah sonikasi.

Berdasarkan Gambar 23, perlakuan sonikasi menyebabkan larutan pada Gambar 23.b menjadi lebih keruh dibandingkan dengan larutan sebelum dilakukan perlakuan pada Gambar 23.a. Pengkeruhan larutan *graphite* disebabkan oleh semakin banyaknya lapisan *graphite* pada larutan karena eksfoliasi oleh gelombang ultrasonik.

Perbedaan hasil sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi juga dapat dilihat menggunakan mikroskop cahaya *Dinolite*. Pengambilan foto menggunakan mikroskop cahaya *Dinolite* menggunakan perbesaran 521x. Pemilihan perbesaran ini dilandasi oleh tingkat kejelasan foto yang paling baik. Hasil gambar dari mikroskop cahaya *dinolite* dapat dilihat pada Gambar 24.



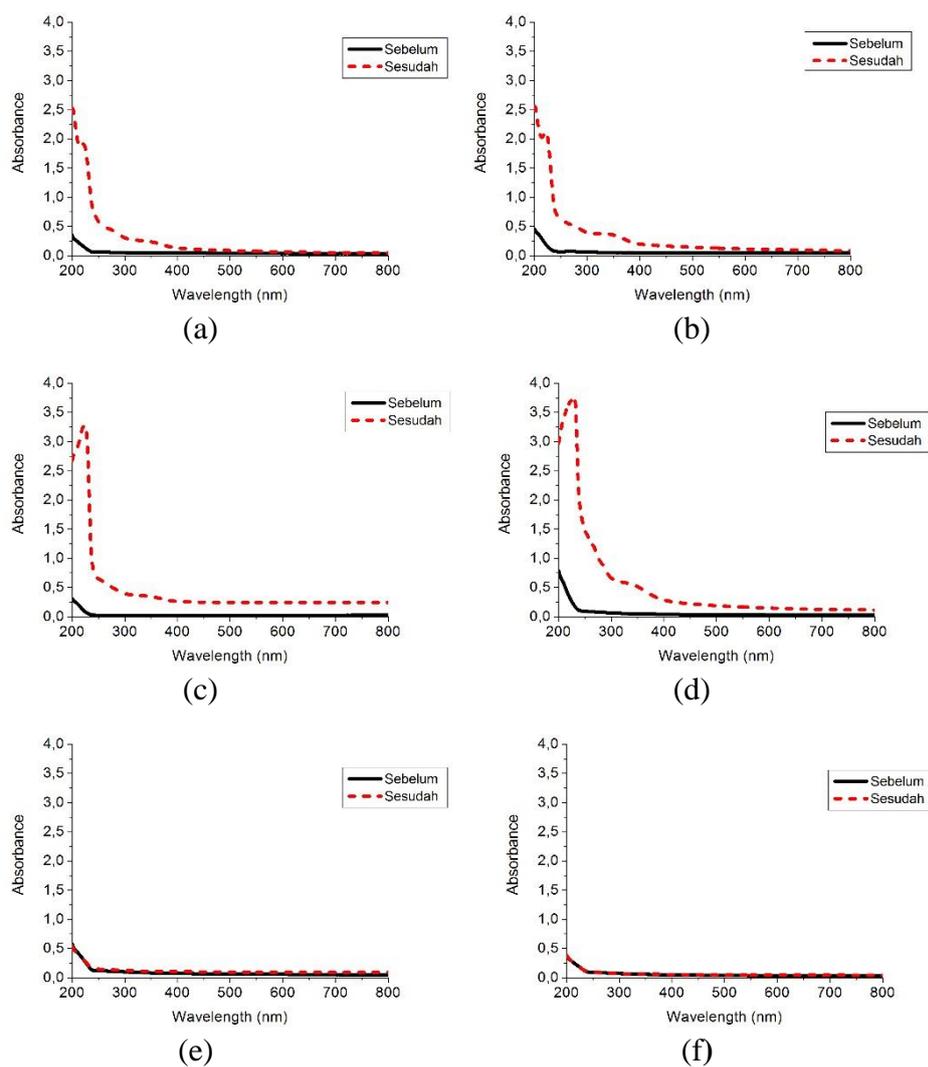
Gambar 24. Foto sampel sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi pada preparat menggunakan mikroskop cahaya *dinolite* pada perbesaran 521x. a) sampel sebelum perlakuan sonikasi. b) sampel sesudah perlakuan sonikasi.

Perbedaan perlakuan sonikasi berdasarkan foto dengan mikroskop cahaya *dinolite* terdapat pada berkas cahaya yang dipantulkan oleh sampel. Pada Gambar 24.a tidak banyak cahaya dari mikroskop yang dipantulkan oleh sampel. Sedangkan pada Gambar 24.b, intensitas cahaya yang

dipantulkan oleh sampel terlihat lebih banyak. Pantulan cahaya yang lebih banyak pada Gambar 24.b dapat disebabkan oleh banyaknya jumlah partikel kecil dan tipis di preparat, sehingga luas permukaan yang memantulkan cahaya lebih banyak ketimbang dengan sampel sebelum perlakuan sonikasi.

B. Pengujian Sampel LSE Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Pengujian sampel larutan graphite menggunakan spektrofotometer UV-Vis bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang dan puncak absorbansi dari larutan tersebut. Hasil karakterisasi ini akan berbentuk grafik hubungan panjang gelombang dan absorbansi yang kemudian akan dicocokkan dengan literatur berdasarkan penelitian-penelitian tentang GO yang menyebutkan bahwa puncak absorbansi untuk rentang panjang gelombang GO berada pada 223-270 nm.



Gambar 25. Grafik hasil uji UV-Vis larutan graphite sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi dengan variasi massa. a) massa 0,4 gr; b) massa 0,6 gr; c) massa 0,8 gr; d) massa 1,0 gr; e) massa 1,2 gr; f) massa 1,4 gr.

Gambar 25 menunjukkan hasil karakterisasi sampel larutan dengan variasi massa (0,4 gr; 0,6 gr; 0,8 gr; 1,0 gr; 1,2 gr; dan 1,4 gr) sebelum dan sesudah perlakuan sonikasi ditampilkan dalam bentuk grafik hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang (nm). Rentang panjang gelombang menggunakan rentang dari 200 sampai 800 nm.

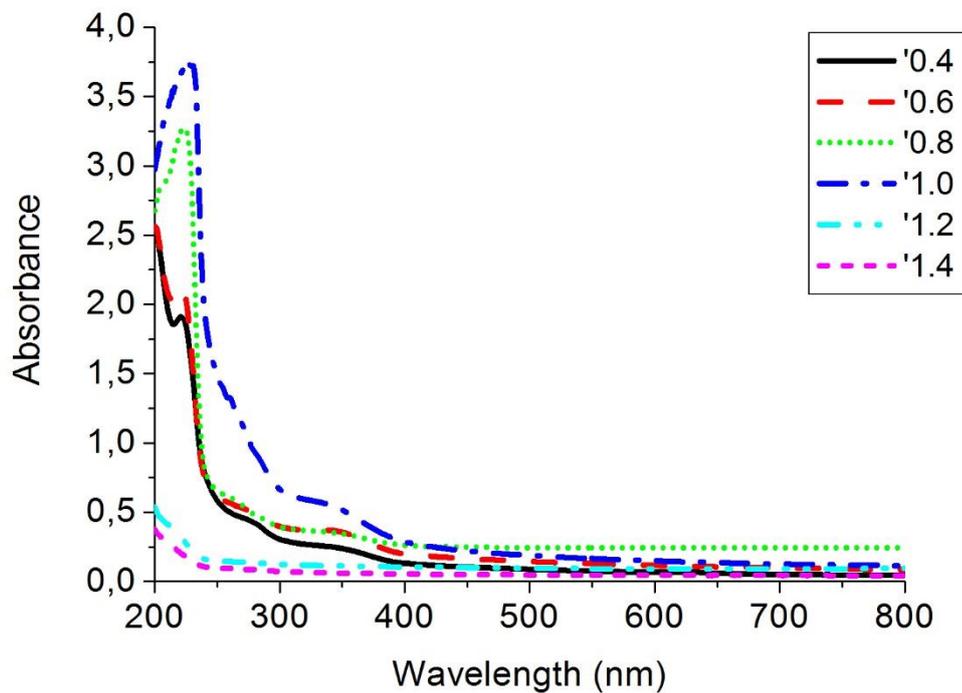
Pada masing-masing grafik dapat dilihat bahwa larutan sebelum perlakuan sonikasi tidak terdapat kemunculan puncak absorbansi. Hal ini mengindikasikan bahwa pencampuran serbuk graphite dengan pembレンダーan pada kecepatan ± 12000 rpm selama 3 menit tidak mampu untuk mengeksfoliasi lapisan tebal graphite menjadi beberapa lapis saja. Setelah dilakukan perlakuan sonikasi, terdapat pergeseran ke kanan (*red shift*) untuk beberapa sampel. Pengaruh dari gelombang ultrasonik pada proses sonikasi mengakibatkan terlepasnya lapisan tebal pada *graphite* yang diikat oleh gaya *Van der Waals* yang kemudian menyebar ke seluruh bagian sampel. Penyebaran lapisan *graphite* yang tereksfoliasi inilah yang mengabsorpsi sinar yang dipancarkan pada spektrofotometer UV-Vis sehingga menyebabkan munculnya puncak absorbansi pada karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis.

Grafik pada gambar 25.a dan gambar 25.b menunjukkan terjadinya *red shift* (pergeseran merah) setelah dilakukan perlakuan sonikasi yang berada pada panjang gelombang yang sama yaitu 221 nm dengan nilai puncak absorbansi yang berbeda. Untuk absorbansi pada massa 0,4 gr diperoleh hasil 1,91 dan untuk absorbansi pada 0,6 gr diperoleh nilai 2,122. Posisi panjang gelombang untuk kedua variasi massa ini mendekati nilai dari rentang panjang gelombang untuk GO, namun masih belum memenuhi rentang tersebut sehingga belum dapat dikategorikan sebagai GO.

Grafik pada gambar 25.c dan 25.d juga menunjukkan terjadinya *red shift* setelah dilakukan perlakuan sonikasi. Posisi panjang gelombang untuk

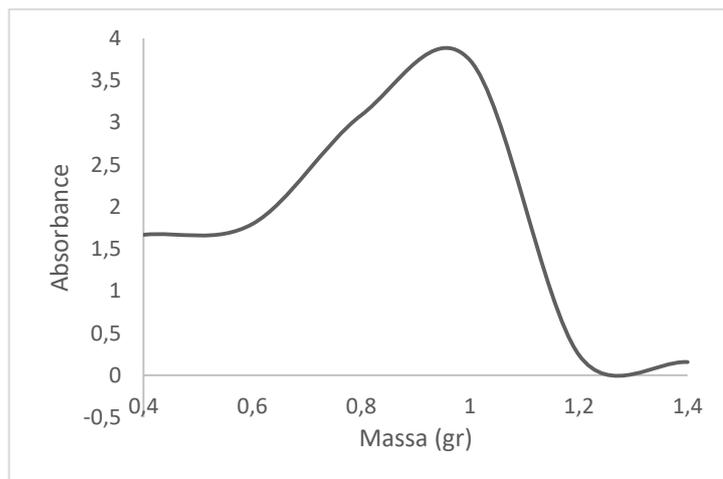
variasi massa 0,8 gr berada pada 224 nm dan puncak absorbansi pada 3,261. Sedangkan pada variasi massa 1,0 gr terjadi *red shift* pada posisi panjang gelombang 227,5 nm dengan puncak absorbansi pada 3,742. Peningkatan nilai absorbansi ini dapat diakibatkan oleh semakin banyaknya massa bahan untuk dieksfoliasi, sehingga semakin banyak pula hasil eksfoliasi dari gelombang ultrasonik. Dengan semakin banyaknya hasil eksfoliasi, maka berkas sinar dari spektrofotometer UV-Vis juga semakin banyak yang diserap oleh lapisan graphite yang tereksfoliasi. Kedua variasi massa ini telah mencapai rentang panjang gelombang GO, sehingga dapat dikatakan bahwa variasi massa 0,8 gr dan 1,0 gr merupakan GO.

Grafik pada gambar 25.e dan gambar 25.f tidak menunjukkan adanya *red shift*. Kedua hasil karakterisasi pada sampel 1,2 gr dan 1,4 gr setelah perlakuan sonikasi tidak jauh berbeda dengan hasil karakterisasi sebelum perlakuan sonikasi. Hal ini dapat disebabkan karena terlalu banyaknya massa yang digunakan pada pembuatan sampel yang mengakibatkan proses eksfoliasi oleh gelombang ultrasonik tidak dapat berjalan dengan sempurna. Dengan demikian dapat disimpulkan juga bahwa ada batasan massa maksimal yang dapat dieksfoliasi oleh alat sonikasi dalam penelitian ini. Hal ini dapat terlihat jelas jika grafik hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk larutan setelah perlakuan sonikasi dibandingkan pada Gambar 26.



Gambar 26. Grafik perbandingan hasil uji UV-Vis setelah perlakuan sonikasi masing-masing variasi massa.

Dapat diamati pada Gambar 26 grafik perbandingan hasil uji UV-Vis setelah perlakuan sonikasi tersebut bahwa puncak absorbansi mulai dari variasi massa 0,4 gr mengalami peningkatan paling tinggi hingga variasi massa 1,0 gr. Sedangkan pada massa 1,2 gr mengalami penurunan drastis. Jika dibuat grafik absorbansi dengan dengan titik acuan puncak absorbansi variasi massa 1,0 gr dapat semakin terlihat pola puncak absorbansi dari variasi terendah hingga variasi tertinggi.



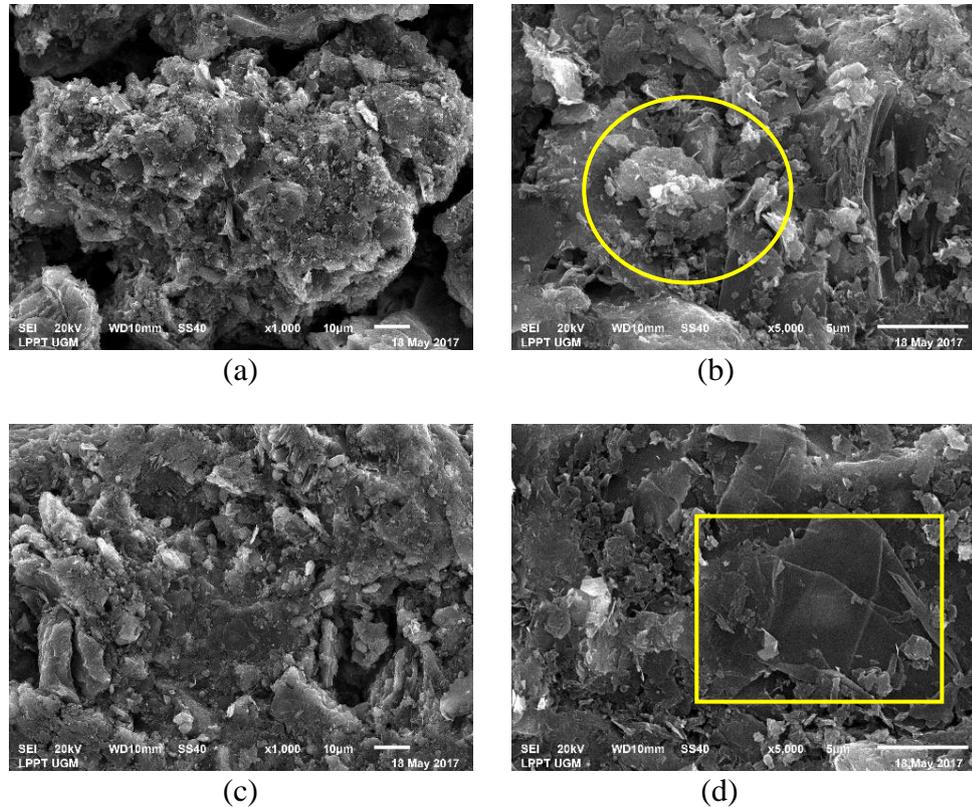
Gambar 27. Grafik hubungan absorbansi dan massa pada larutan tersonikasi dengan acuan massa 1,0 gr.

Grafik pada Gambar 27 menunjukkan hubungan antara absorbansi dengan variasi massa. Pada grafik ini terlihat bahwa pada variasi 0,4 gr mengalami kenaikan absorbansi dengan titik puncak pada variasi 1,0 gr.. Titik puncak ini menunjukkan bahwa pada massa 1,0 gr terdapat banyak lapisan *graphite* yang tereksfoliasi sempurna oleh proses sonikasi. Hal ini dapat disimpulkan bahwa menggunakan metode LSE hasil GO yang paling efektif berada pada variasi massa *graphite* 1,0 gr untuk aquades sebanyak 100 ml.

C. Pengujian Sampel LSE Menggunakan SEM-EDX

Pengujian sampel LSE menggunakan uji SEM-EDX menghasilkan gambar struktur morfologi permukaan dan kandungan unsur dari sampel LSE. Sampel LSE yang dikarakterisasi merupakan sampel LSE sebelum perlakuan sonikasi dan sesudah perlakuan sonikasi. Hasil SEM diperoleh

gambar struktur morfologi untuk masing-masing sampel pada perbesaran tertentu. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada gambar berikut.

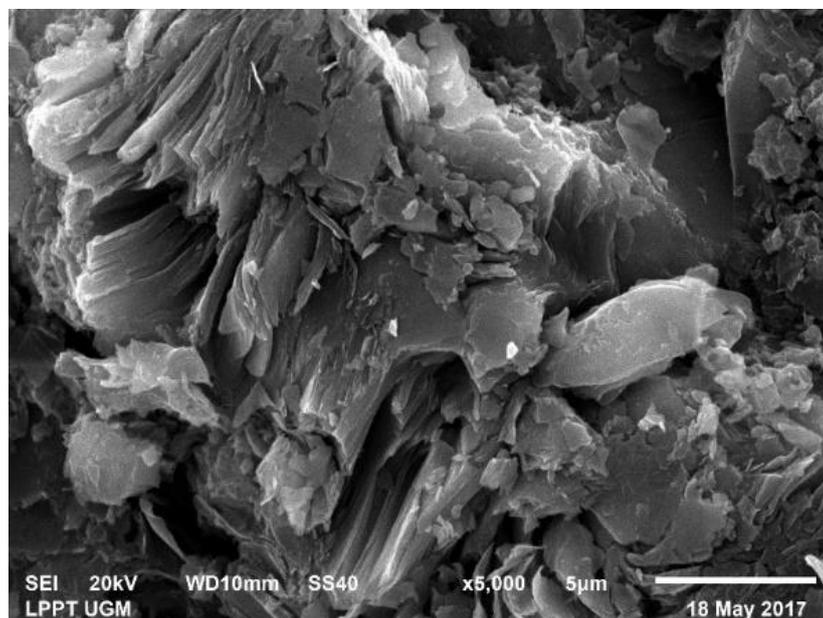


Gambar 28. Hasil uji SEM-EDX untuk sampel LSE. a) sampel LSE sebelum sonikasi dengan perbesaran 1000x , b) sampel LSE sebelum sonikasi dengan perbesaran 5000x, c) sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 1000x, d) sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 5000x.

Gambar 28 merupakan gambar morfologi permukaan dari sampel LSE pada variasi massa 1,0 gr sebelum dan sesudah sonikasi pada perbesaran 1000x dan 5000x. Morfologi permukaan pada pada Gambar 28.a cenderung masih terlihat berlapis-lapis dengan bentuk bongkahan. Pada gambar 28.b dapat dilihat pada daerah dengan lingkaran kuning bahwa tumpukan lapisan masih banyak. Gambar 28.c menunjukkan morfologi permukaan sampel yang mengalami beberapa pecahan. Pada gambar 28.d

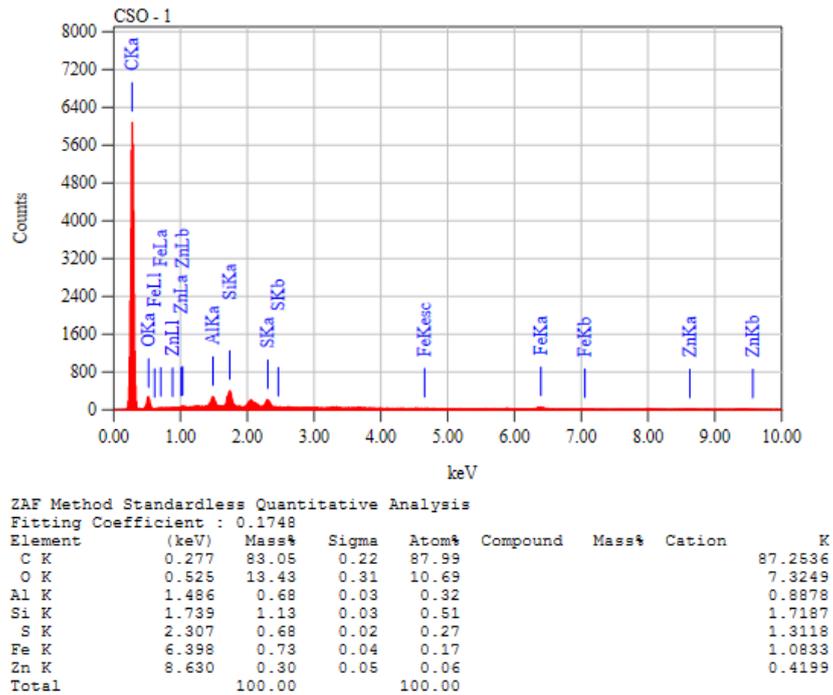
menunjukkan adanya daerah permukaan yang ditandai dengan persegi berwarna kuning yang menunjukkan adanya transparansi lapisan. Hal ini mengindikasikan bahwa morfologi lapisan tersebut merupakan lapisan yang tipis karena dapat dilihat dengan jelas lapisan yang ada dibaliknya. Transparansi pada hasil SEM ini menunjukkan sifat karakteristik dari GO, sehingga hal ini menunjukkan bahwa sampel setelah dilakukan sonikasi merupakan GO.

Pengaruh sonikasi yang dilakukan pada metode LSE menyebabkan lapisan-lapisan *graphene* yang diikat oleh gaya *Van der Waals* pada *graphite* menjadi renggang atau bahkan cenderung lepas antar satu lapisan dengan lapisan yang lainnya. Hal ini dapat dilihat pada hasil SEM-EDX untuk sampel LSE setelah sonikasi pada perbesaran 5000x dengan posisi titik perbesaran yang berbeda dengan gambar 28.d.



Gambar 29. Hasil uji SEM-EDX sampel LSE setelah sonikasi dengan perbesaran 5000x.

Dapat kita lihat dari Gambar 29 bahwa lapisan-lapisan *graphene* cenderung melebar, seakan-akan memisahkan diri dengan lapisan yang lainnya. Pada gambar tersebut masih terlihat banyak lapisan namun pada masing-masing lapisan sudah terdapat jarak yang signifikan.



Gambar 30. Grafik hasil uji karakterisasi SEM-EDX yang menunjukkan kandungan unsur dalam sampel.

Uji SEM-EDX juga memungkinkan untuk mengetahui kandungan unsur dalam bahan yang dikarakterisasi. Berdasarkan hasil EDX pada Gambar 30 untuk sampel LSE setelah sonikasi dapat diamati bahwa unsur karbon (C) memiliki persentase massa yang paling besar yaitu 83,05% dengan persentase atom 87,99% . Diikuti oleh persentase massa oksigen (O) pada 13,43% dengan persentase atom 10,69%. Ada juga beberapa unsur

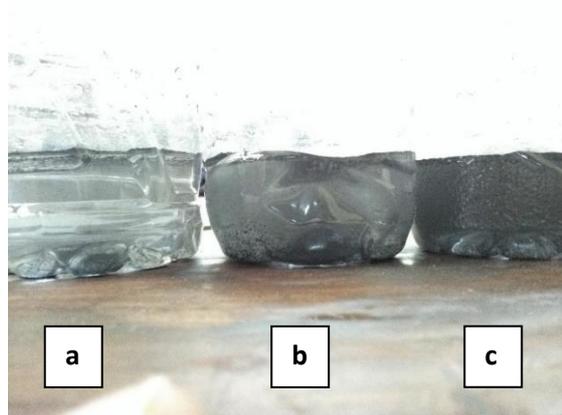
penyusun yang lainnya dengan persentase massa dan persentase atom yang kurang dari 1%. Berdasarkan persentase susunan atom mayoritas dapat diamati bahwa hal ini bersesuaian dengan susunan atom pada GO, yang mana atom karbon menunjukkan unsur utama penyusun bahan, dan atom oksigen yang menunjukkan bahan dalam bentuk oksidanya. Unsur karbon dan oksigen inilah yang menandakan bahwa bahan tersebut merupakan GO.

D. Sintesis GO dengan metode RCMS

Metode RCMS merupakan metode menggunakan kelereng dan surfaktan yang berasal dari deterjen untuk mengeksfoliasi lapisan-lapisan *graphene* yang bertumpuk-tumpuk pada larutan *graphite*. Jumlah kelereng yang digunakan pada metode RCMS ini divariasi menjadi 1,3,5,7, dan 9 butir. Untuk serbuk *graphite* dan deterjen yang digunakan dengan massa masing-masing 0,6 gr.

Pencampuran yang dilakukan pada metode RCMS dengan mencampur 0,6 gr *graphite*, 0,6 gr deterjen (kandungan surfaktan 19%) ke dalam aquades sebanyak 100 ml menggunakan termos ukuran 750 ml. Penggunaan aquades sebanyak 100 ml bertujuan untuk memberikan ruang gerak bagi larutan dan juga kelereng pada proses pencampuran. Dalam proses pencampuran ini menggunakan kelereng sebagai eksfoliator tambahan selain deterjen. Teknik pencampuran dilakukan dengan pengocokan (*shaking*) pada termos dalam rentang waktu 1 menit dengan gerakan acak (*random*). Kandungan surfaktan yang ada dalam deterjen akan

melemahkan ikatan *Van der Waals* pada lapisan *graphene* yang bertumpuk-tumpuk. Kemudian kelereng dalam termos berperan sebagai eksfoliator tambahan untuk seketika menghancurkan gaya ikatan tersebut. Sehingga dapat diperoleh lapisan-lapisan tipis *graphite* Pencampuran Hasil *shaking* secara kasat mata dapat dilihat pada gambar berikut.



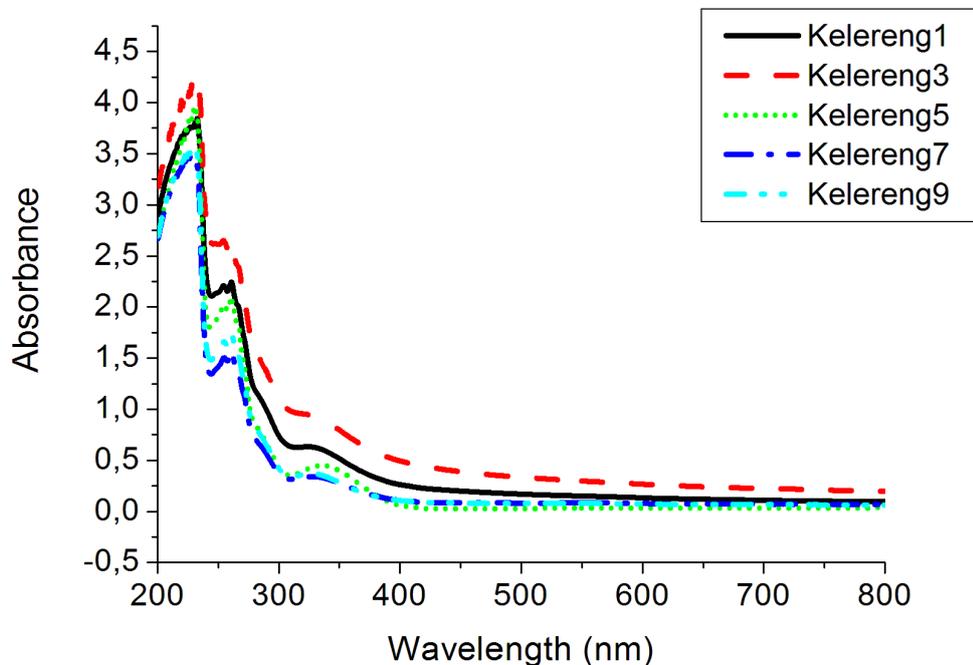
Gambar 31. Hasil *shaking* dengan variasi jumlah kelereng. a) 1 butir kelereng, b) 5 butir kelereng, c) 9 butir kelereng.

Berdasarkan gambar terlihat perbedaan kepekatan pada masing-masing variasi kelereng. Kepekatan tersebut dipengaruhi oleh jumlah kelereng yang digunakan. Jumlah kelereng yang sedikit akan berbeda dengan jumlah kelereng yang banyak dalam tingkat kepekatan. Hal ini dapat disimpulkan bahwa semakin banyak jumlah kelereng yang digunakan, maka akan semakin banyak partikel serbuk *graphite* yang tersebar dalam sampel.

E. Pengujian Sampel RCMS Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Hasil karakterisasi sampel RCMS menggunakan spektrofotometer UV-Vis menghasilkan grafik hubungan absorbansi dan panjang gelombang (nm). Grafik tersebut dapat digunakan sebagai indikator larutan sampel

RCMS memenuhi kriteria GO atau tidak. Hasil karakterisasi sampel RCMS adalah sebagai berikut.



Gambar 32. Hasil karakterisasi UV-Vis sampel RCMS dengan variasi jumlah kelereng.

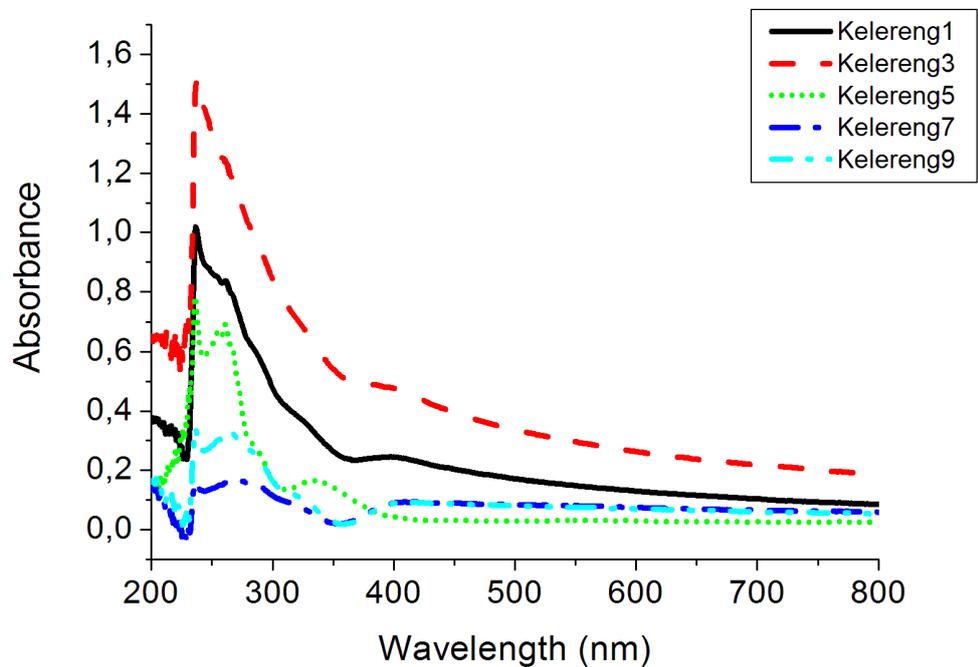
Hasil karakterisasi UV-Vis sampel dengan metode RCMS pada Gambar 32 menunjukkan bentuk grafik yang cenderung sama. Posisi panjang gelombang masing-masing variasi jumlah kelereng berada pada posisi sekitar 230 nm yang mana termasuk pada rentang panjang gelombang untuk GO 223-270 nm.

Hasil karakterisasi UV-Vis sampel metode RCMS dengan variasi jumlah kelereng menunjukkan pengaruh penggunaan jumlah kelereng pada nilai absorbansi maksimum untuk masing-masing variasi. Pada penggunaan 1 butir kelereng diperoleh absorbansi 3,85 pada panjang gelombang 232,5

nm. Penambahan jumlah variasi kelereng menjadi 3 butir mengakibatkan absorbansi naik menjadi 4,198 pada panjang gelombang 230,5 nm. Penambahan nilai absorbansi ini menunjukkan bahwa terjadi eksfoliasi lapisan *graphite* yang optimal, sehingga menghasilkan lapisan *graphite* tereksfoliasi yang lebih banyak. Namun, pada variasi 5 butir kelereng terjadi penurunan absorbansi yaitu pada puncak absorbansi 3,961 dengan panjang gelombang pada 231,5 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa proses eksfoliasi tidak berjalan dengan optimal yang dapat disebabkan oleh kondisi ruang gerak bagi kelereng yang semakin sempit karena semakin banyak kelereng yang dimasukkan kedalam termos sehingga hasil dari eksfoliasi tidak sebanyak pada variasi 3 butir kelereng. Pengaruh dari semakin sedikitnya ruang gerak untuk kelereng terlihat pada variasi 7 butir kelereng yang kembali mengalami penurunan absorbansi menjadi 3,492 dengan panjang gelombang 230 nm. Hal yang berbeda terjadi pada variasi 9 butir kelereng, yang mana mengalami sedikit kenaikan absorbansi menjadi 3,56 dengan panjang gelombang 230 nm.

Data panjang gelombang hasil karakterisasi UV-Vis untuk masing-masing variasi jumlah kelereng tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Namun jika dilihat pada nilai puncak absorbansi menunjukkan perbedaan yang cukup signifikan. Hal ini dapat disimpulkan bahwa penggunaan deterjen dengan massa yang sama dengan serbuk *graphite* yaitu sebanyak 0,6 gr cukup untuk memunculkan puncak absorbansi pada rentang GO yaitu 223-270 nm. Pengaruh dari variasi jumlah kelereng yang

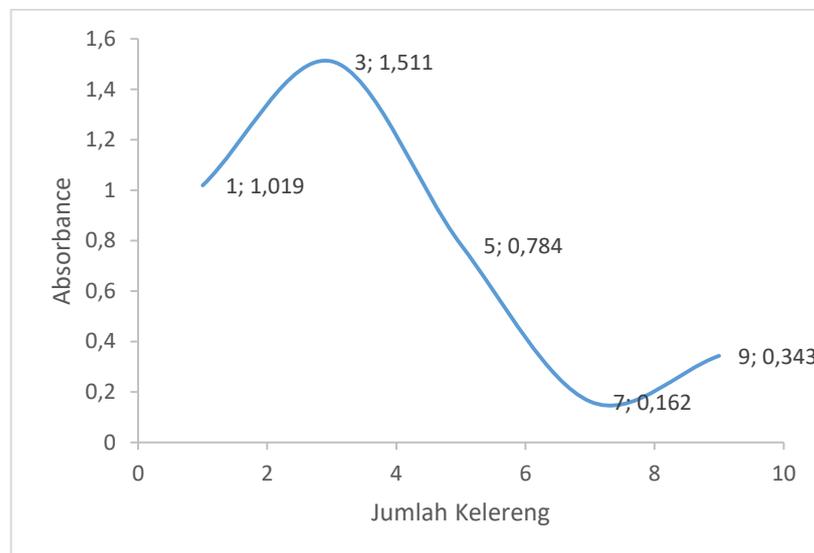
digunakan berada pada nilai puncak absorbansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi uji UV-Vis. Hal ini dapat semakin terlihat jelas apabila dilakukan pengurangan hasil uji UV-Vis dari metode RCMS dengan hasil uji UV-Vis dari deterjen dengan serbuk *graphite* tanpa menggunakan kelereng sehingga diperoleh grafik penambahan nilai absorbansi berdasarkan pengaruh variasi jumlah kelereng pada gambar 33.



Gambar 33. Grafik penambahan nilai absorbansi berdasarkan pengaruh variasi jumlah kelereng.

Pada Gambar 33 dapat dilihat bentuk grafik yang sedikit berbeda dari grafik pada Gambar 32. Gambar 33 menunjukkan posisi panjang gelombang yang relatif sama untuk masing-masing sampel. Pada variasi 1 butir kelereng menunjukkan posisi panjang gelombang pada 236,5 nm dan absorbansi 1,019. Variasi 3 butir kelereng menunjukkan posisi panjang

gelombang pada 237,5 nm dan absorbansi 1,511. Variasi 5 butir kelereng menunjukkan posisi panjang gelombang pada 236 nm dan absorbansi 0,784. Variasi 7 butir kelereng menunjukkan posisi panjang gelombang pada 237 nm dan absorbansi 0,162. Variasi 9 butir kelereng menunjukkan posisi panjang gelombang pada 236,5 nm dan absorbansi 0,343. Berdasarkan hasil absorbansi yang cenderung menunjukkan perbedaan yang signifikan, maka dapat di buat grafik untuk mengetahui hubungan absorbansi dengan variasi jumlah kelereng pada Gambar 34.



Gambar 34. Grafik hubungan jumlah variasi kelereng dengan penambahan puncak absorbansi

Grafik pada Gambar 34 menunjukkan hubungan jumlah variasi kelereng dengan nilai puncak absorbansi. Pada penggunaan 1 butir kelereng mengalami peningkatan nilai absorbansi hingga penggunaan 3 butir kelereng. Kenaikan absorbansi mengindikasikan bahwa eksfoliasi graphite oleh kelereng masih optimal. Namun, terjadi penurunan nilai absorbansi

ketika memasuki variasi 5 dan 7 butir kelereng. Penurunan ini mengindikasikan bahwa eksfoliasi yang dilakukan kelereng mengalami penurunan kinerja yang mungkin dapat disebabkan oleh sempitnya ruang gerak untuk jumlah kelereng yang semakin banyak. Dengan diperolehnya nilai absorbansi maksimum pada variasi 3 butir kelereng, maka dapat diambil kesimpulan bahwa eksfoliasi yang paling optimal pada metode RCMS adalah variasi 3 butir kelereng, dan eksfoliasi yang tidak optimal terjadi pada variasi 7 butir kelereng dikarenakan sempitnya ruang gerak kelereng.

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan

1. Telah dihasilkan GO dengan metode LSE dan RCMS berdasarkan hasil uji UV-Vis yang ditandai dengan puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang GO yang mengindikasikan terjadinya eksfoliasi pada sampel.
2. Hasil sintesis GO yang dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis pada metode LSE diperoleh hasil terbaik pada variasi 1,0 gr dengan absorbansi tertinggi 3,742 pada panjang gelombang 227,5 nm. Untuk metode RCMS diperoleh hasil terbaik pada variasi 3 kelereng dengan absorbansi tertinggi 4,198 pada panjang gelombang 230,5 nm.
3. Sonikasi langsung pada metode LSE dapat menggeser puncak absorbansi ke kanan (*red-shift*) karena terjadi eksfoliasi pada lapisan *graphite* oleh gelombang ultrasonik dengan adanya batas massa maksimum yang dapat dieksfoliasi.
4. Variasi jumlah kelereng pada metode RCMS menyebabkan eksfoliasi pada lapisan *graphite* yang optimal pada jumlah 3 butir yang ditandai dengan nilai absorbansi tertinggi, dan eksfoliasi yang kurang optimal pada variasi 7 butir yang ditandai dengan nilai absorbansi terendah yang dapat disebabkan oleh semakin sempitnya ruang gerak untuk kelereng.

B. Saran

1. Untuk penelitian selanjutnya pada metode LSE dapat dilakukan pengembangan alat sonikasi sehingga gelombang ultrasonik dapat menyebar lebih merata.
2. Untuk penelitian selanjutnya, sebaiknya dilakukan pengembangan untuk alat pengocokan pada metode RCMS.
3. Penggunaan surfaktan pada metode RCMS dapat dilakukan homogenisasi ukuran partikelnya dengan serbuk *graphite*.

DAFTAR PUSTAKA

- An, X.; Simmons, T.; Shah, R.; Wolfe, C.; Lewis, K. M.; Washington, M.; Nayak, S. K.; Talapatra, S.; Kar, S. (2010): *Stable Aqueous Dispersions of Noncovalently Functionalized Graphene from Graphite and their Multifunctional High-Performance Applications*. Nano Letters 10/2010. pp. 4295-4301.
- Ardiyati, Tiara. 2014. *Kolokium Pengaruh Jenis Surfaktan Terhadap Perilaku Penurunan Suhu Emulsi Minyak dan Air*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Baig, S., Farooq, R. and Rehman, F. (2010). *Sonochemistry and Its Industrial Applications*. World Applied Sciences Journal 10 (8): 936 – 944
- Brownson, Dale A. C.(2014).*The Handbook of Graphene electrochemistry*.Manchester:Springer.
- Budianto. 2015. *Pengaruh Penambahan Nanopartikel Perak Pada Setiap Sel Elemen Basah (ACCU) Terhadap Tegangan Keluaran Elemen Basah (ACCU)*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Chemat F., Z. Huma, and M. K. Khan. 2011. *Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction*. Ultrasonics Sonochemistry.18: 813–835
- Choi, Eun-Young.2010.*Noncovalent Functionalization of Graphene with End-Functional Polymers*.Daejeon:The Royal Society of Chemistry.
- Ciesielski Artur, samori Paolo.(2013).*Graphene via Sonication assisted liquid-phase exfoliation*.-:RSC Publishing.
- Efelina Vita. 2015. *Kajian Pengaruh Konsentrasi Urea Dalam Sifat Optik Nanofiber Graphene Oxide/PVA (Polyvinyl Alcohol) yang Difabrikasi Menggunakan Teknik Electrospinning*. Yogyakarta: UGM.
- Elsevier.(2013).*All in the graphene family- A recommended nomenclature for two-dimensional carbon materials*.-:Elsevier.
- Geim A.K, Novoselov.2007.*The Rise of Graphene*.Manchester:University of Manchester.
- J.Farn, Richard.(2006).*Chemistry and Technology of Surfactant*.Oxford:Blackwell Publishing Ltd

- Javed, Safina Irham & Hussain, Zakir.(2015). *Covalently Functionalized Graphene Oxide – cahraacterization and Its Electrochemical Performance*.Islamabad:National University of Sciences & Technology (NUST)
- John, F. (2002). *Ultrasonic Cleaning :Fundamental Theory and Application*. Unpublished article.
- Li, Jianchang.(2014).*Preparation of Graphene Oxide and Its Daerivatives and Their Application in Bio-Tribiological Systems*.Shanghai:Lubricants
- Linden, David. Reddy, Thomas B. 2002. *Handbook of Batteries 3rd Edition*. USA: The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Nanoinova Technologies SL.*Reduced Graphene Oxide Characterization Sheet* diakses dari <http://www.nanoinnova.com/uploads/features/7652871.pdf> pada 4 Mei 2016
- Rani. 2015. <http://dokumen/Tinjauan/Pustaka/Document.html#> diunduh pada tanggal 10 Januari 2016
- Rao, C.N.R . 2006. *Materials Science at the Nanoscale (Nanomaterials Handbook)*. USA: CRC Press.
- Saito, Taro.(1996).*Kimia Anorganik terjemahan Ismunandar*.Tokyo:Iwanami Shoten.
- Saxena, Sumit.(2011). *Investigation of structural and electronic properties of graphene oxide*.Newark,New Jersey:AIP Publishing LLC
- Sharma, Vandana dkk. *Graphene Synthesis via Exfoliation of Graphite by Ultrasonication*. Ambala: IJETI
- Smallman, R..E & Bishop, J.R. (2000). *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga.
- Suparno. 2012. *Dinamika Partikel Koloid*. Yogyakarta: UNY Press.
- Suwarno, Edi. 2009. *Kolokium Rancang Bangun Rangkaian Pemancar (Transmitter) dan Penerima (Receiver) Gelombang Ultrasonik*. Yogyakarta: FMIPA UNY.

Suslick, S. (1995). *Applications of Ultrasound to Materials Chemistry*. *MRS Bulletin* : 29-34.

Vilkhu K., R. Mawson, L. Simons, and D. Bates. (2008) *Applications and Opportunities for Ultrasound Assisted Extraction in The Food Industry – A Review*. ScienceDirect : Innovative Food Science and Emerging Technologies 9 : 161 -169

Zhu, Xu & Liu Qin.2012.*Reduction of Graphene Oxide Via Ascorbic Acid and Its Application for Simultaneous Detection of Dopamine and Ascorbic Acid*.Guangshou:Departement of Chemistry and Environment.

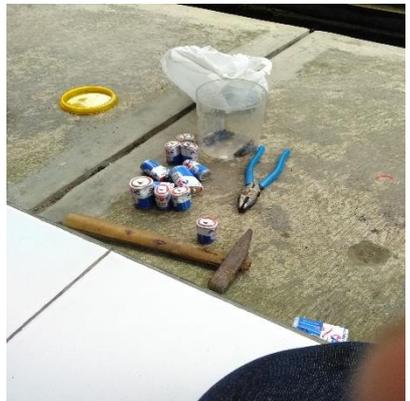
www.academica.edu. Diakses tanggal 04 januari 2017

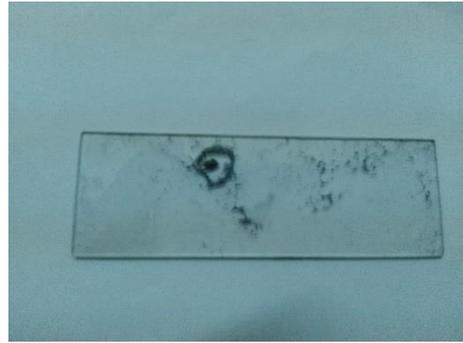
Bararah, Vera F. Banyak yang tidak tahu bahaya buang baterai bekas. Jakarta: DetikHealth
<https://health.detik.com/read/2011/03/17/134452/1594162/775/banyak-yang-tidak-tahu-bahaya-buang-baterai-bekas> diakses tanggal 22 Desember 2017.

<http://dokumen.tips/download/link/audio-frekuensi-generator>

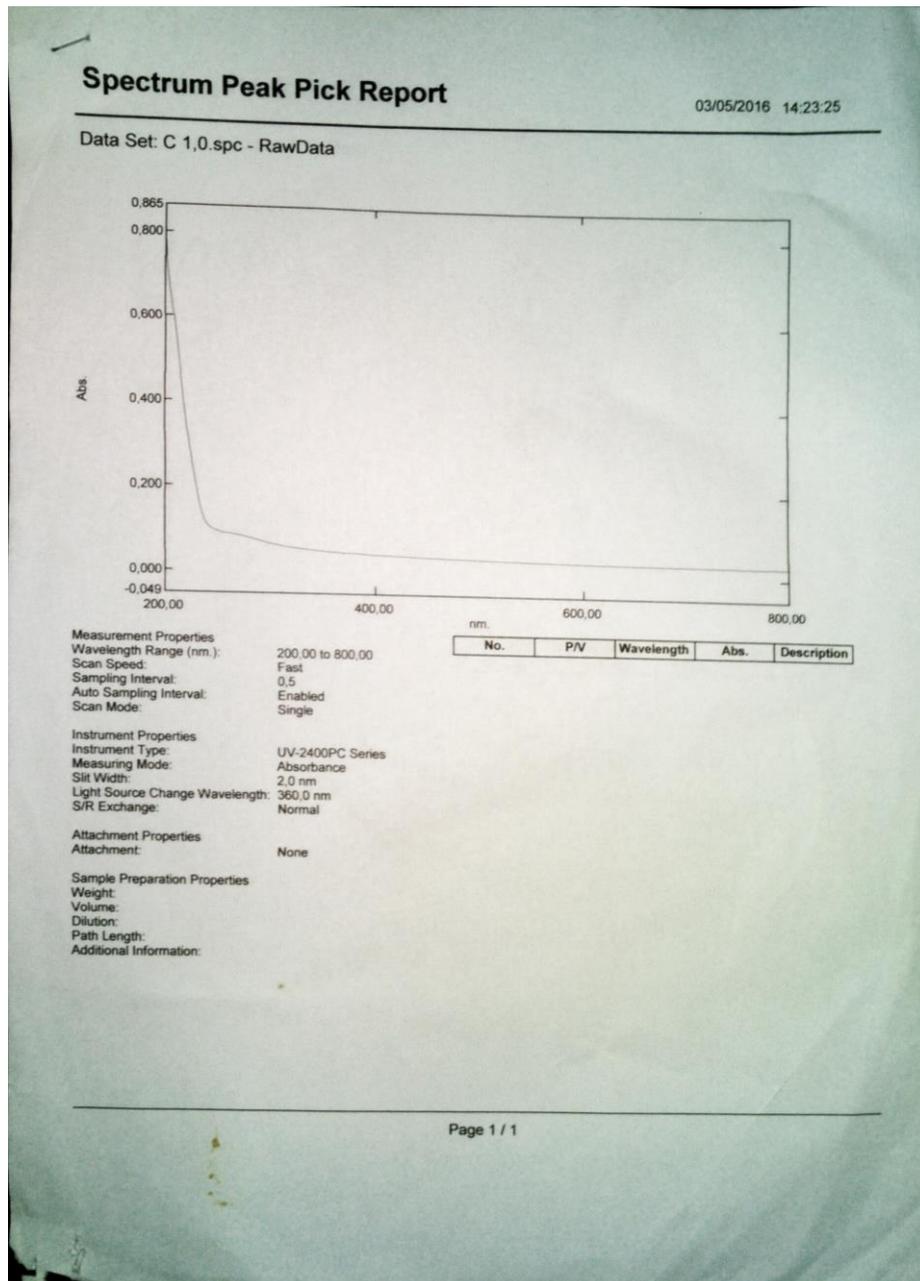
LAMPIRAN

1. Dokumentasi Pengambilan Data





2. Hasil uji UV-Vis

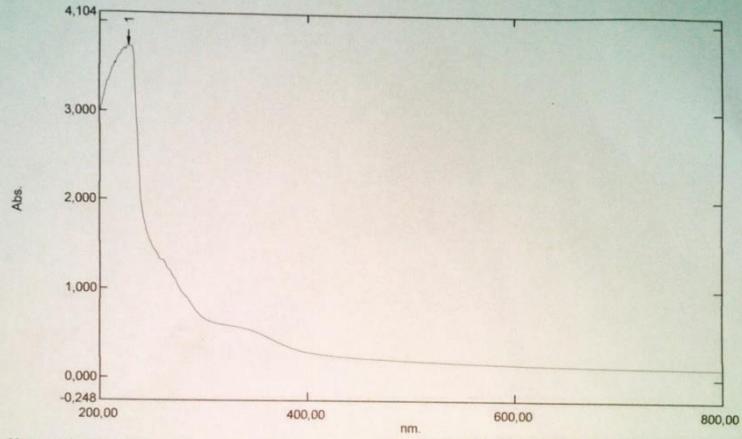


Sonikaw

Spectrum Peak Pick Report

03/05/2016 14:41:03

Data Set: CSO 1,0.spc - RawData



Measurement Properties
Wavelength Range (nm.): 200,00 to 800,00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 0,5
Auto Sampling Interval: Enabled
Scan Mode: Single

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	227,50	3,742	

Instrument Properties
Instrument Type: UV-2400PC Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 2,0 nm
Light Source Change Wavelength: 360,0 nm
S/R Exchange: Normal

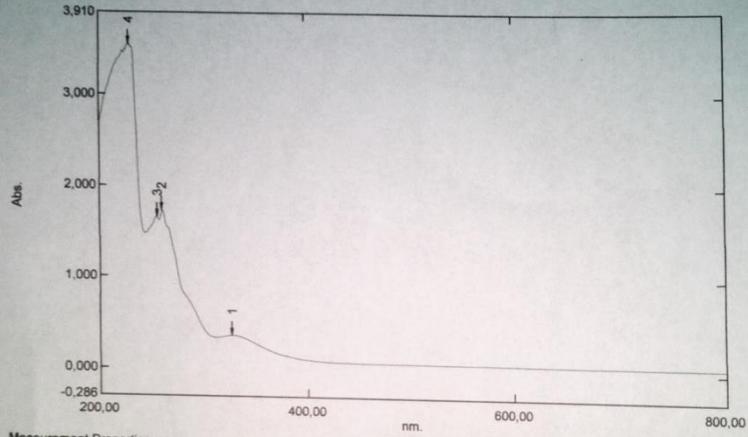
Attachment Properties
Attachment: None

Sample Preparation Properties
Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:

Spectrum Peak Pick Report

08/11/2016 10:37:00

Data Set: 9 S-SM.spc - RawData



Measurement Properties
Wavelength Range (nm.): 200,00 to 800,00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 0,5
Auto Sampling Interval: Enabled
Scan Mode: Single

Instrument Properties
Instrument Type: UV-2400PC Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 2,0 nm
Light Source Change Wavelength: 360,0 nm
S/R Exchange: Normal

Attachment Properties
Attachment: None

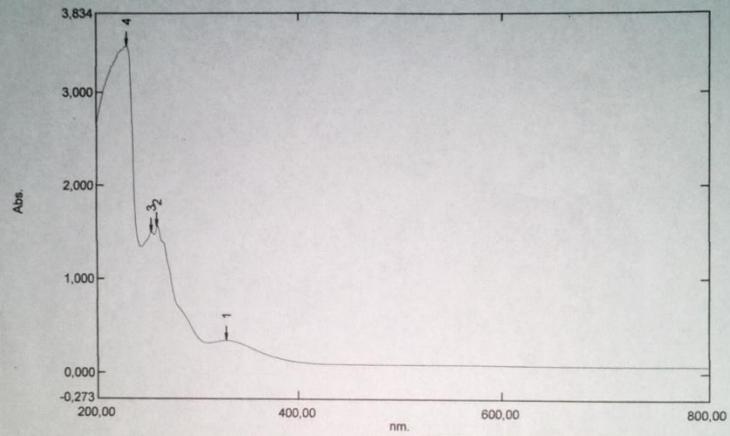
Sample Preparation Properties
Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:

No.	PV	Wavelength	Abs.	Description
1	●	327,00	0,371	
2	●	260,50	1,732	
3	●	255,00	1,661	
4	●	228,50	3,560	

Spectrum Peak Pick Report

08/11/2016 10:34:54

Data Set: 7 S-SM.spc - RawData



Measurement Properties
 Wavelength Range (nm.): 200.00 to 800.00
 Scan Speed: Fast
 Sampling Interval: 0.5
 Auto Sampling Interval: Enabled
 Scan Mode: Single

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	328.50	0.341	
2	●	260.50	1.566	
3	●	254.50	1.505	
4	●	230.00	3.492	

Instrument Properties
 Instrument Type: UV-2400PC Series
 Measuring Mode: Absorbance
 Slit Width: 2.0 nm
 Light Source Change Wavelength: 360.0 nm
 S/R Exchange: Normal

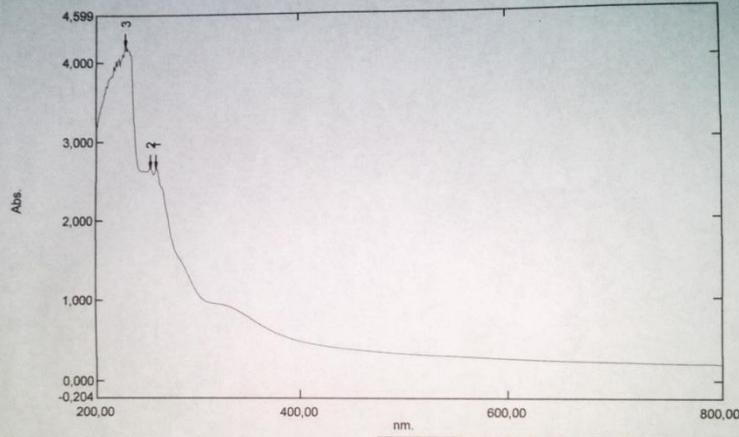
Attachment Properties
 Attachment: None

Sample Preparation Properties
 Weight:
 Volume:
 Dilution:
 Path Length:
 Additional Information:

Spectrum Peak Pick Report

08/11/2016 10:31:51

Data Set: 3 S-SM.spc - RawData



Measurement Properties
Wavelength Range (nm.): 200,00 to 800,00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 0,5
Auto Sampling Interval: Enabled
Scan Mode: Single

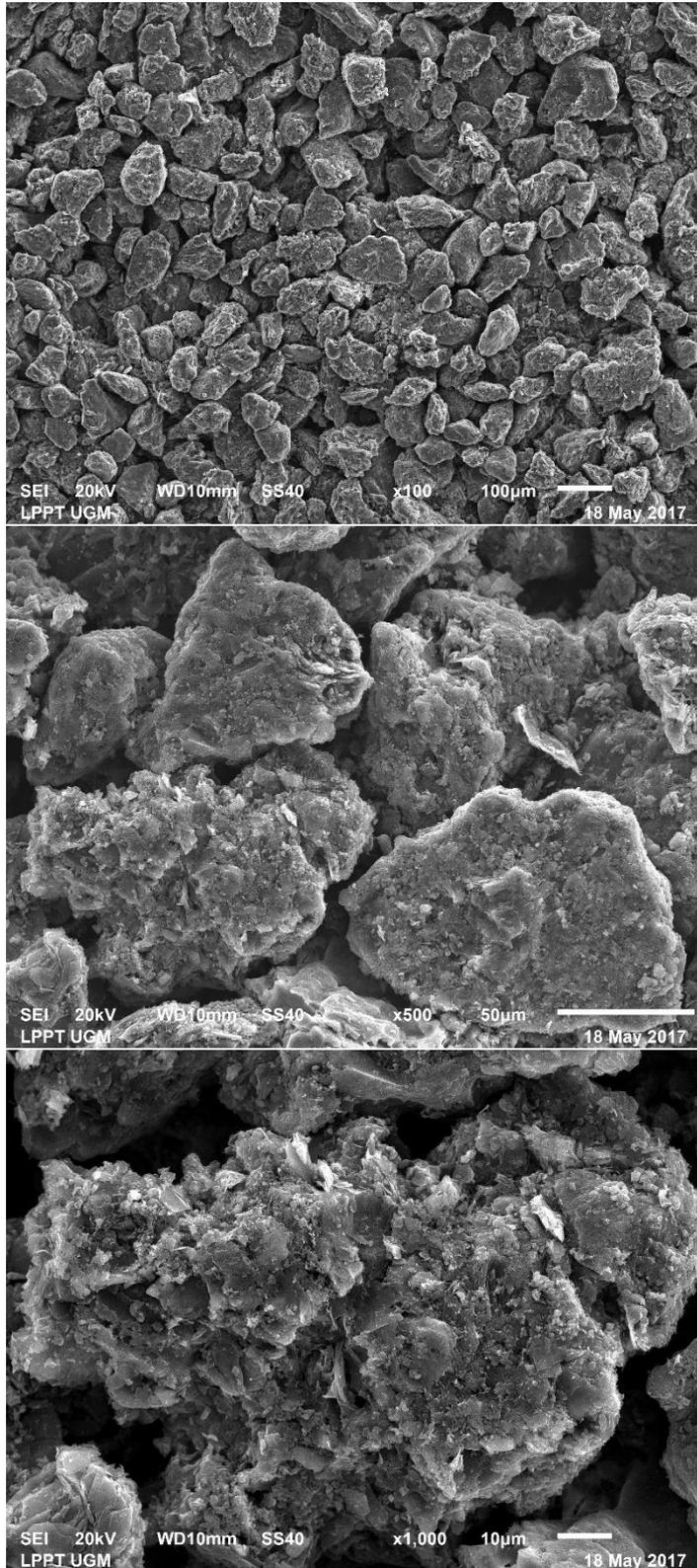
Instrument Properties
Instrument Type: UV-2400PC Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 2,0 nm
Light Source Change Wavelength: 360,0 nm
S/R Exchange: Normal

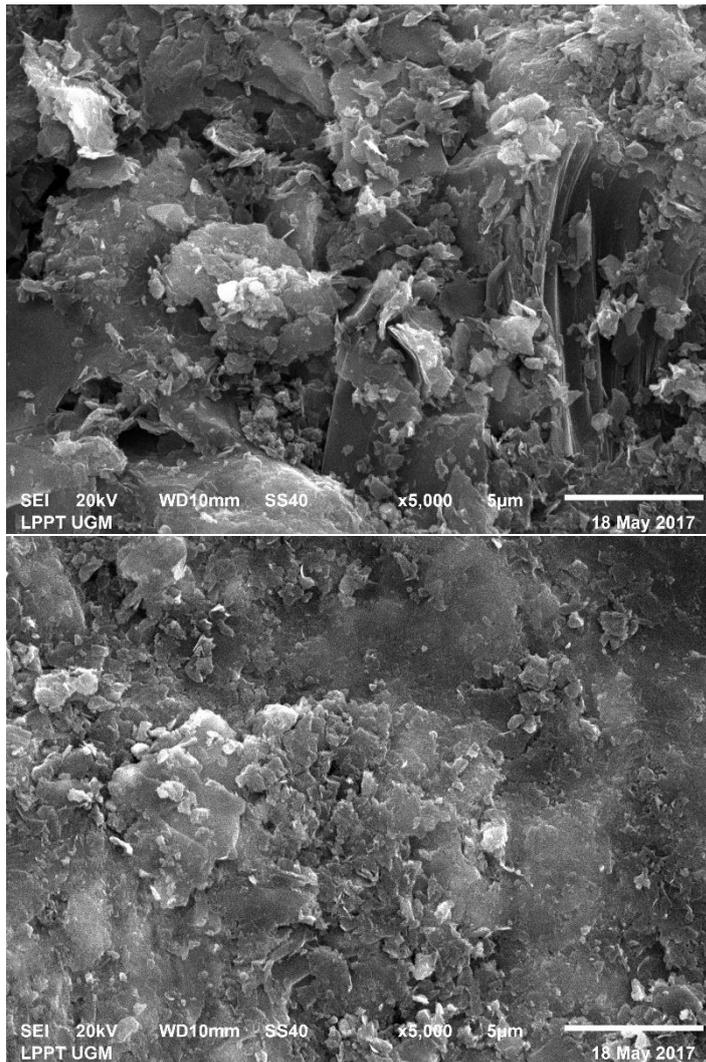
Attachment Properties
Attachment: None

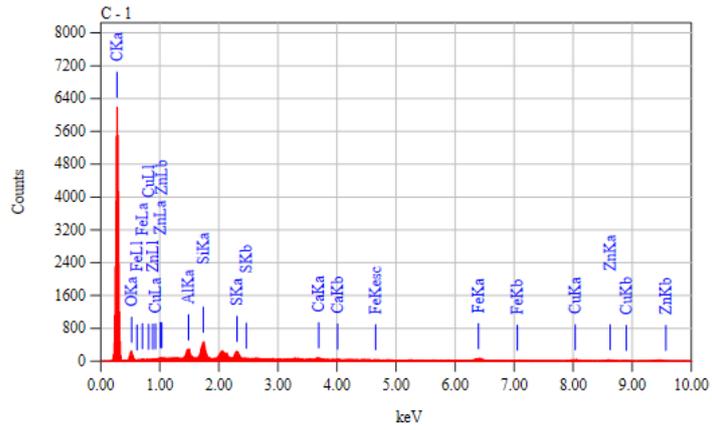
Sample Preparation Properties
Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	260,50	2,647	
2	●	254,00	2,652	
3	●	228,50	4,198	

3. Hasil Uji SEM-EDX

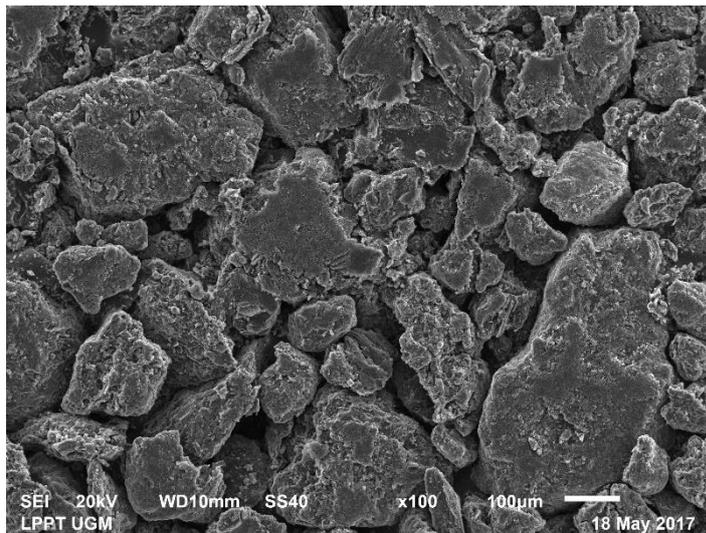


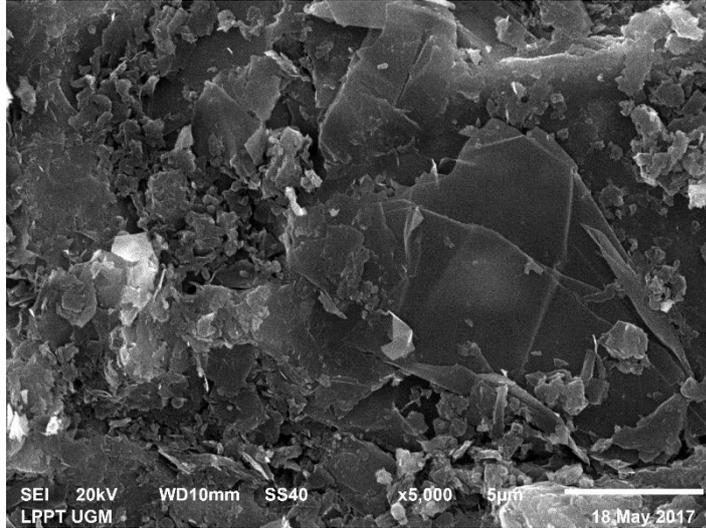
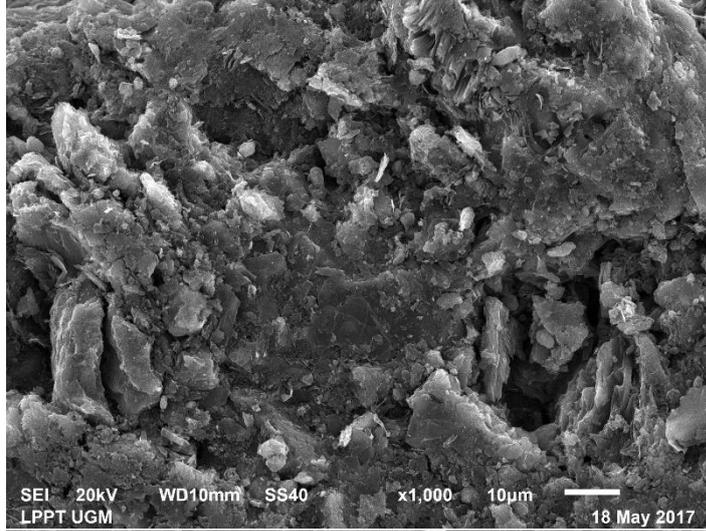
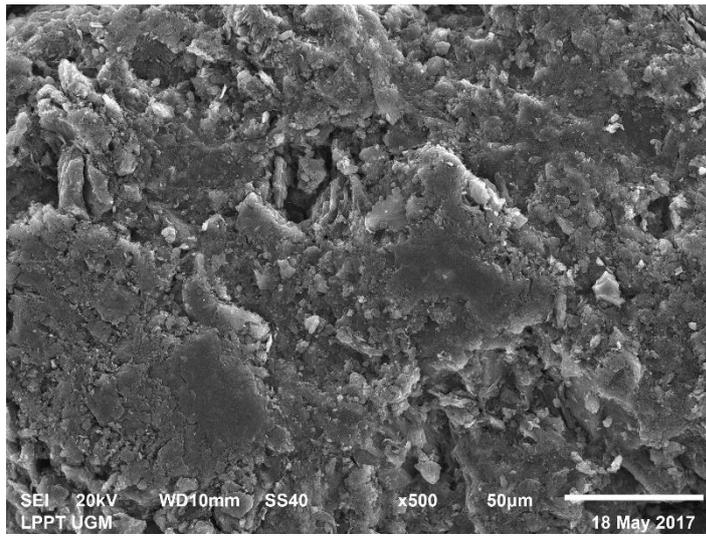


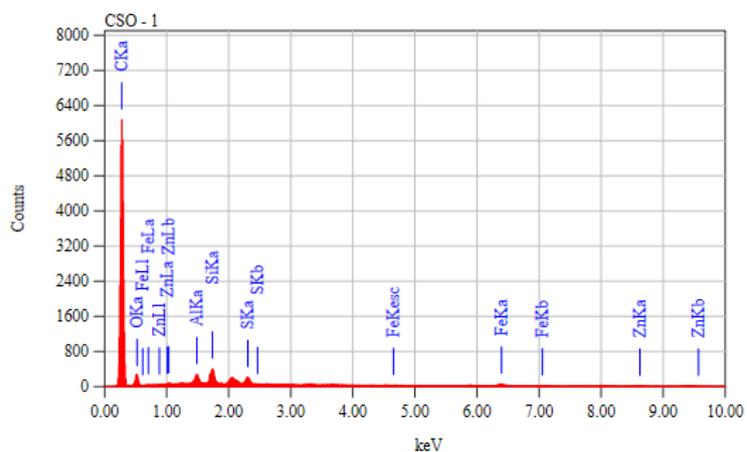
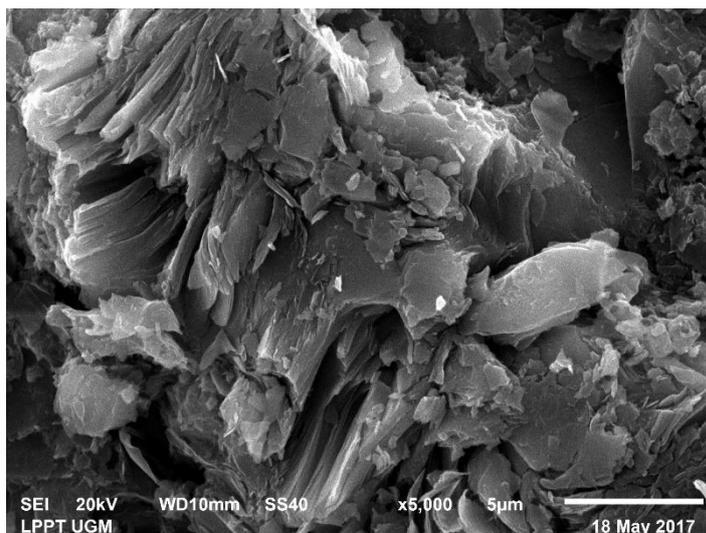


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.1753

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	83.46	0.22	89.22				85.4225
O	0.525	11.20	0.23	8.99				6.2026
Al	1.486	0.74	0.03	0.35				0.3543
Si	1.739	1.24	0.03	0.57				1.3237
S	2.307	0.75	0.02	0.30				1.4762
Ca	3.690	0.23	0.02	0.07				0.4475
Fe	6.398	0.88	0.04	0.20				1.3656
Cu	8.040	0.90	0.06	0.18				1.3044
Zn	8.630	0.60	0.06	0.12				0.8625
Total		100.00		100.00				







ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1748

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	83.05	0.22	87.99				87.2536
O	0.525	13.43	0.31	10.69				7.3249
Al	1.486	0.68	0.03	0.32				0.8878
Si	1.739	1.13	0.03	0.51				1.7187
S	2.307	0.68	0.02	0.27				1.3118
Fe	6.398	0.73	0.04	0.17				1.0833
Zn	8.630	0.30	0.05	0.06				0.4199
Total		100.00		100.00				