Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida

SKRIPSI



JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS BRAWIJAYA MALANG 2018



Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana sains dalam bidang Kimia





JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS BRAWIJAYA MALANG 2018

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida

oleh:

AYU MASTURA 145090201111003

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji pada tanggal 20 Juli 2018 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr.rer.nat. Rachmat Triandi T., S.Si, M.Si

NIP. 19720717 2000031 002

rs. M. Misbah Khunur, M.Si.

TP: 19581 011986031003

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D

NIP. 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Ayu Mastura

NIM

: 145090201111003

Jurusan

: Kimia

Penulis skripsi berjudul:

Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida

Dengan ini menyatakan bahwa:

- 1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum diisi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
- 2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 10 Juli 2018 Yang menyatakan,

Ayu/Mastura

NIM.145090201111003

Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida

ABSTRAK

Sintesis grafena dibagi menjadi dua proses. Proses pertama adalah sintesis grafena oksida dengan cara pembuatan grafit oksida menggunakan metode Hummer dan dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi sehingga dapat terbentuk grafena oksida. Proses kedua adalah reduksi grafena oksida menggunakan logam pereduksi Al dan Zn. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efektivitas penggunaan logam pereduksi Al dan Zn dalam sintesis grafena dengan metode reduksi grafena oksida. Grafena yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan FTIR, XRD dan uji kelarutan menggunakan kloroform dan air. Hasil analisis FTIR menunjukkan grafena dengan kualitas terbaik hasil reduksi Al terbentuk pada variasi 0,45 mol (1,215 gram) dengan waktu pendiaman satu jam, sedangkan hasil reduksi Zn terbentuk pada variasi 0,45 mol (tiga gram) dengan waktu pendiaman satu jam. Hasil analisis XRD grafena hasil reduksi Al pada variasi 0,45 mol dengan waktu pendiaman dua jam menunjukkan puncak difraksi pada 20 23,3788 dengan nilai d-spacing 3,80195 Å. Hasil uji kelarutan menunjukkan bahwa grafit oksida larut dalam CHCl₃ 99% dan sedikit larut dalam air. Semua grafena hasil reduksi Al larut dalam CHCl₃ 99% dan tidak larut dalam air. Semua grafena hasil reduksi Zn cenderung memiliki kelarutan yang hampir sama di dalam CHCl₃ 99% dan air.

Kata kunci: grafena, grafena oksida, metode Hummer, reduksi grafena oksida, Al pereduksi, Zn pereduksi

Study of the Effect of Aluminium and Zinc as a Reducing Agent in Graphene Synthesis of Graphite with Graphene Oxide Reduction Method

ABSTRACT

The synthesis of graphene is divided into two processes. The first process is the synthesis of graphene oxide by the production graphite oxide using Hummer method and ultrasonication process. The second process is graphene oxide reduction by using reduction agent. This study aims to determine the effectiveness of Al and Zn as the reduction metals in graphene synthesis. The characterization of graphene formed from the research using FTIR, XRD, chloroform and water test solubility. The spectra of FTIR showed graphene with the best quality result from Al reduction formed at variation of 0.45 mol (1,215 grams) with one hour aging, while from Zn reduction formed at variation of 0.45 mol (three grams) with one hours aging. The XRD diffractrogram the best graphene from this research, showed a diffraction at 20 of 23.3788 with a d-spacing of 3.80195 Å. The solubility test showed that graphite oxide dissolves in CHCl₃ 99% and slightly soluble in water. The Al reduction product dissolves in CHCl₃ 99% and insoluble in water, while the Zn reduction product tend to have the same solubility both in CHCl₃ 99% and water.

Keywords: graphene, graphene oxide, Hummer method, graphene oxide reduction, Al Reductor, Zn Reductor

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan anugerah kelancaran dan kemudahan dalam penelitian serta penulisan skripsi dengan judul "Studi Pengaruh Aluminium dan Seng sebagai Agen Pereduksi dalam Sintesis Grafena dari Grafit dengan Metode Reduksi Grafena Oksida".

Penulisan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik karena adanya bantuan dan kerjasama dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terimakasih kepada:

- 1. Dr.rer.nat. Rachmat Triandi, T., S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing I dan Drs. Mohammad Misbah Khunur, M.Si. selaku dosen pembimbing II atas segala bimbingan, kesabaran, ilmu, arahan, perhatian, dan semangat selama pengerjaan penelitian hingga penulisan skripsi.
- 2. Dr.rer.nat. Rachmat Triandi, T., S.Si., M.Si. selaku Penasehat Akademik atas segala nasehat, pengarahan, dukungan, dan semangat yang diberikan kepada penulis.
- 3. Dr. Tutik Setianingsih, M.Si. selaku dosen peninjau seminar proposal dan kemajuan yang telah memberikan saran serta dukungannya.
- 4. Aprial Jastirbah selaku pranata Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia yang telah banyak membantu dalam proses penelitian di Laboratorium Kimia Anorganik.
- 5. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, staf pengajar, dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua fasilitas dan bantuan yang diberikan.
- 6. Kedua orang tua penulis yaitu Asrianik dan Kusmiyanto serta kakak penulis Tanti, Retno, dan Asep, atas doa, motivasi, nasehat dan segala hal yang diberikan kepada penulis.
- 7. Seluruh teman-teman kimia angkatan 2014, khususnya temanteman satu bimbingan bidang Anorganik Cinta, Nabilah, Vivi. Nadia, Andi, dan Tomi atas segala saran, dukungan, nasehat, dan segalanya yang telah diberikan kepada penulis.
- 8. Sahabat-sahabat dekat penulis, Cinta, Nabilah, Aldila, Inca, Ve, Citra, Feliya, Fanny, dan Irma atas segala doa dan bantuan yang diberikan kepada penulis.

- 9. Teman kos putri Vinolia yang selalu menghibur dan memberikan semangat kepada penulis.
- 10. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan skripsi ini.

Penulis mengharapkan masukan, kritik dan saran yang bersifat membangun untuk lebih melengkapi penulisan skripsi ini, karena penulis menyadari skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis juga berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan menambah wawasan bagi pembacanya.



Malang, 10 Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	V
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	X
DAFTAR GAMBAR	хi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.1 Latar Belakang 1.2 Perumusan Masalah 1.3 Batasan Masalah 1.4 Tujuan Penelitian 1.5 Manfaat Penelitian BAB II TINJAUAN PUSTAKA	2
1.3 Batasan Masalah	2 3 3 3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Grafena	5
2.2 Sintesis Grafena	5
2.3 Seng dan Aluminium Sebagai Agen Pereduksi	7
2.4 Karakterisasi Grafena	7
2.4.1 Analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer	
inframerah (FTIR)	7
2.4.2 Analisis menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD)	8
2.4.3 Uji kelarutan dengan pelarut CHCl ₃ dan H ₂ O	10
BAB III METODE PENELITIAN	13
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	13
3.3 Tahapan Penelitian	13
3.4 Prosedur Kerja Penelitian	13
3.4.1 Sintesis grafena oksida	13
3.4.2 Reduksi grafena oksida	14
3.4.3 Uji kelarutan dengan pelarut CHCl ₃ dan H ₂ O	14
3.5 Diagram Alir Penelitian	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Sintesis Grafena Oksida	19
4.2 Reduksi Grafena Oksida	21

4.3 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR	23
4.3.1 Karakterisasi FTIR grafit dan grafit oksida	23
4.3.2 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Al pereduksi	
dengan waktu pendiaman satu jam	24
4.3.3 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Zn pereduksi	
dengan waktu pendiaman satu jam	26
4.3.4 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Al pereduksi	
dengan waktu pendiaman dua jam	28
4.3.5 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Zn pereduksi	
dengan waktu pendiaman dua jam	30
4.3.6 Perbandingan FTIR grafena hasil reduksi Al dan Zn	32
4.4 Analisis Menggunakan Instrumen XRD	32
4.5 Uji Kelarutan dengan Pelarut CHCl ₃ dan H ₂ O	33
BAB V PENUTUP	37
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	38
LAMPIRAN & A A A A A A A A A A A A A A A A A A	41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Nilai kelarutan grafit oksida dan grafena dalam pelarut	ŧ		
CHCl ₃ dan H ₂ O	11		
Tabel 4.1: Nilai vibrasi pada grafit dan grafit oksida			
Tabel 4.2: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi			
Al dengan variasi mol dan waktu pendiaman satu jam	25		
Tabel 4.3 : Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi			
Zn dengan variasi mol dan waktu pendiaman satu jam	27		
Tabel 4.4: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi			
Al dengan variasi mol dan waktu pendiaman dua jam	28		
Tabel 4.5: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi			
Zn dengan variasi mol dan waktu pendiaman dua jam	31		
Tabel 4.6: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi dengan Zn			
dan Al dalam kloroform dan air suling	34		

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Struktur grafena dan struktur grafit yang terdiri	
dari lapisan grafena	5
Gambar 2.2: Skema sederhana pembuatan grafena dari grafit	6
Gambar 2.3: Reaksi grafit menjadi grafit oksida dan reduksi	
grafit oksida	7
Gambar 2.4: Spektrum IR grafit oksida dan grafena hasil reduks	i
menggunakan Zn	8
Gambar 2.5: Perbandingan hasil pengujian XRD grafit dan	
grafit oksida	9
Gambar 2.6: Perbandingan hasil pengujian XRD grafit oksida	
dan grafena	10
Gambar 4.1: Perubahan warna campuran	20
Gambar 4.2: Grafit oksida setelah dikeringkan pada suhu 100 °C	7
yang diletakkan dalam plastik klip	20
Gambar 4.3: a) grafit oksida sebelum diultrasonikasi, dan	
b) grafit oksida yang telah diultrasonikasi dan	
menjadi grafena oksida	21
Gambar 4.4: grafena hasil proses reduksi dengan a) Al, dan	
b) Zn	22
Gambar 4.5: Spektra FTIR grafit dan grafit oksida	23
Gambar 4.6: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil	
reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Al dengan waktu	
pendiaman satu jam	24
Gambar 4.7: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil	
reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Zn dengan waktu	
pendiaman satu jam	26
Gambar 4.8: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil	
reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Al dengan waktu	
pendiaman dua jam	28
Gambar 4.9: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil	
reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Zn dengan waktu	
pendiaman dua jam	30
Gambar 4.10: Spektrum FTIR grafena hasil reduksi Al dan Zn	32
Gambar 4.11: Difraktogram grafit dan grafena	32
Gambar 4.12: Hasil uji kelarutan grafit oksida dalam kloroform	

dan air suling	33
Gambar 4.13: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi Zn dan	
Al dalam air suling	35
Gambar 4.14: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi Zn dan	
Al dalam kloroform	36



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Data Hasil Penelitian	41
A.1 Karakterisasi FTIR	41
A.2 Karakterisasi XRD	48
Lampiran B. Dokumentasi Penelitian	50



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Teknologi di dunia ini terus mengalami perkembangan yang pesat. Adanya tuntutan dari konsumen yang semakin membutuhkan perangkat elektronik yang efisien, ringan dan tentunya dengan peforma yang tinggi, sehingga dibutuhkan perkembangan ilmu material untuk menemukan sebuah material baru. Salah satu tuntutan material tersebut adalah material yang dapat diaplikasikan pada rancangan perangkat elektronik yang futuristik dan setipis mungkin serta memiliki konduktivitas elektrik dan konduktivitas termal yang baik [1]. Salah satu material yang memenuhi karakter tersebut adalah grafena.

Grafena merupakan material dua dimensi homo atomik dari satu lapis grafit yang ditemukan pada tahun 2004 oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov [2]. Grafena memiliki susunan atom karbon (C) berkerangka heksagonal yang mirip sarang lebah dan membentuk satu lembaran setipis satu atom [3]. Saat ini grafena banyak diinvestigasi oleh para peneliti dari berbagai bidang karena keunggulan dan sifat unik yang dimilikinya. Meskipun sangat tipis, grafena memiliki daya tahan terhadap tekanan lebih besar daripada baja sehingga lebih kuat. Grafena telah diketahui memiliki konduktivitas elektrik dan termal yang tinggi pada arah tertentu, dengan nilai konduktivitas yang setara atau lebih baik dari logam lainnya. Dengan keunggulan sifat yang dimilikinya, grafena berpotensi besar untuk dikembangkan sebagai komponen perangkat elektronik [4].

Secara umum metode yang digunakan untuk menghasilkan grafena adalah metode silikon karbida (SiC), *Chemical Vapor Deposition* (CVD) dan *mechanical exfoliation* (scoctch tape) [5,6]. Setiap metode ini memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing. Pada metode silikon karbida (SiC), dihasilkan grafena dalam jumlah yang cukup banyak tetapi membutuhkan biaya yang relatif mahal [5]. Pada metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD), dihasilkan grafena dalam jumlah yang cukup banyak tetapi memiliki kualitas yang rendah. Selain itu metode CVD ini juga memerlukan biaya yang cukup besar karena menggunakan substrat SiO₂ sebagai media penumbuh grafena serta metode ini menggunakan alat penunjang yang berteknologi tinggi [6]. Sedangkan metode *mechanical exfoliation*

(scoctch tape) merupakan metode yang paling mudah digunakan serta dapat menghasilkan grafena dengan kemurnian dan kualitas yang tinggi akan tetapi grafena yang dihasilkan dari metode ini jumlahnya sedikit, sehingga metode ini tidak dapat digunakan dalam skala industri [6]. Sehingga dikembangkan suatu metode sintesis grafena yang dilakukan secara sederhana, dapat dilakukan dalam sekala besar serta memiliki biaya yang relatif murah. Metode ini adalah metode Hummer yang dimodifikasi menjadi metode reduksi grafena oksida [5].

Grafena dapat disintesis melalui pengelupasan grafit menjadi lembaran-lembaran tunggal grafena. Grafit dioksidasi menjadi oksida grafit menggunakan metode Hummer yang mengoksidasi grafit dengan cara mereaksikan grafit dengan kalium permanganat (KMnO₄) dan natrium nitrat (NaNO₃) dalam larutan asam sulfat (H₂SO₄). Lembaran-lembaran oksida grafit tersebut kemudian dikelupas (exfoliated) dalam air dengan bantuan gelombang ultrasonik hingga terbentuk oksida grafena. Konsentrasi oksigen dalam oksida grafena dapat direduksi hingga habis menghasilkan lapisan grafena [4]. Serbuk Zn digunakan sebagai agen pereduksi dalam sintesis grafena karena tidak berbahaya, tidak beracun, dan dapat bereaksi dalam kondisi asam maupun basa [5]. Selain Zn, agen pereduksi lain yang dapat digunakan adalah Al yang memiliki sifat hampir sama dengan Zn seperti tidak beracun dan dapat bereaksi dalam kondisi asam atau basa. Selain itu jika ditinjau dari nilai potensial reduksi standar, Al memiliki potensial reduksi yang jauh lebih negatif yaitu sebesar (Al³⁺/Al) -1,662 Volt dibandingkan dengan Zn yang memiliki potensial reduksi sebesar (Zn²⁺/Zn) -0.763 Volt [17].

Berdasarkan uraian yang telah dijabarkan, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis grafena dengan metode reduksi grafena oksida yang merupakan modifikasi metode Hummer menggunakan agen pereduksi Al dan agen pereduksi Zn. Penelitian ini akan mengkaji massa dan waktu reduksi optimum yang dibutuhkan oleh agen pereduksi Al dan agen pereduksi Zn dalam sintesis grafena.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang dapat dirumuskan pada penelitian ini yaitu:

- 1. Potensial reduksi Al jauh lebih negatif dibanding Zn, tetapi belum diketahui efektivitas logam Al dalam mereduksi grafena oksida.
- 2. Reaksi reduksi yang paling baik adalah apabila jumlah zat pereduksi sama dengan jumlah zat yang akan direduksi, tetapi

- belum diketahui mol optimum logam Al dan Zn yang dibutuhkan untuk mereduksi grafena oksida.
- 3. Belum diketahui waktu reaksi optimum reduksi grafena oksida menggunakan logam Zn dan Al.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini yaitu:

- 1. Grafena oksida yang digunakan merupakan hasil sintesis laboratorium dari grafit serbuk.
- 2. Metode yang digunakan dalam pembuatan grafena merupakan metode reduksi grafena oksida yang mengikuti literatur [5].
- 3. Tidak dilakukan variasi suhu dalam sintesis grafit oksida.
- 4. Tidak dilakukan variasi pengadukan dalam reduksi grafena oksida menggunakan logam Al dan Zn.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu:

- 1. Melakukan sintesis grafena menggunakan pereduksi Al dan Zn untuk mengetahui efektivitas penggunaan logam pereduksi.
- 2. Melakukan variasi mol pereduksi Al dan Zn untuk mengetahui massa optimum Al dan Zn pereduksi yang digunakan pada sintesis grafena.
- 3. Melakukan variasi waktu pendiaman campuran grafena oksida dan logam pereduksi dalam tahapan sintesis grafena untuk mengetahui waktu optimum.

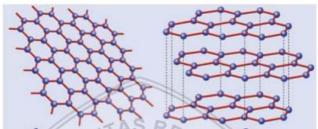
1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai logam pereduksi yang lebih efektif dalam mensintesis grafena dari grafit menggunakan modifikasi metode Hummer. Selain itu dapat mengaplikasikan hasil reduksi grafena oksida dalam kehidupan seperti sebagai semikonduktor.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Grafena

Grafena adalah alotrop yang terdiri dari satu lapisan atom hibridisasi sp_2 dan dikemas rapat dalam bentuk kisi kristal menyerupai sarang <u>lebah</u> [7–9].

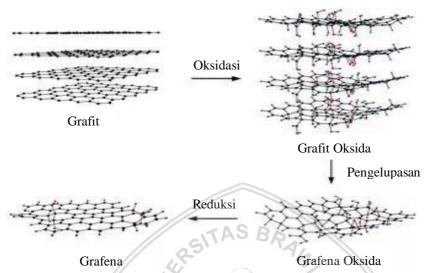


Gambar 2.1: (Kiri) Struktur grafena dan (Kanan) struktur grafit yang terdiri dari lapisan grafena [10].

Grafena memiliki sifat elektronik, mekanik, optik, dan termal yang sangat baik. Grafena dengan ketebalan satu atom karbon memiliki transparansi optik hingga 97.7%. Meskipun sangat tipis, kekuatan grafena melebihi baja. Ikatan kovalen antar karbon yang kuat menyebabkan grafena sulit untuk diregangkan. Grafena memiliki luas permukaan spesifik 2620 m² g⁻¹, modulus Young 1 TPa dan kekuatan intrinsik 130 GPa. Grafena memiliki konduktivitas elektronik yang sangat tinggi pada suhu kamar, dan mobilitas elektronnya adalah 2.0×10^5 cm² V⁻¹ s⁻¹. Selain itu grafena memiliki nilai konduktivitas termal yang sangat baik yaitu 4.84 x 10³ hingga 5.30 x 10³ W m⁻¹ K⁻¹, sedangkan pada tembaga nilai konduktivitas panas pada suhu ruang adalah 401 W m⁻¹ K⁻¹ sehingga dapat dikatakan nilai konduktivitas termal dari grafena 10 kali lipat lebih baik dari tembaga. Berdasarkan sifat tersebut grafena telah banyak diteliti untuk aplikasi dibidang elektronik, katalisis, gas sensor, konversi energi dan penyimpanan [7,8,11,12].

2.2 Sintesis Grafena

Grafena dapat disintesis melalui pengolahan grafit, menjadi lembaran-lembaran tunggal grafena [4]. Proses sintesis grafena yang sederhana dapat dilakukan dengan menggunakan modifikasi metode Hummer menjadi metode reduksi grafena oksida.



Gambar 2.2: Skema sederhana pembuatan grafena dari grafit. Gambar ini diambil dari literatur [13].

Gambar 2.2 mengilustrasikan pembuatan grafena dari grafit. Grafit dioksidasi menjadi oksida grafit (GO), kemudian lembaran-lembaran oksida grafit tersebut dikelupas dalam air hingga terbentuk oksida grafena. Oksigen dalam oksida grafena dapat direduksi hingga habis menyisakan grafena [4].

Reduksi grafena oksida dengan modifikasi metode Hummer diawali dengan pembentukan grafit oksida terlebih dahulu. Grafit oksida pertama kali didapatkan menggunakan metode Brodie dengan cara mengoksidasi grafit menggunakan campuran kalium klorat (KClO₃) dan asam nitrat (HNO₃) pada suhu 60 °C selama empat hari. Selanjutnya Staudenmaier mengembangkan metode Brodie dengan menambahkan sulfida pada pelarut oksidanya. Tetapi metode Staudenmaier membutuhkan waktu oksidasi yang lebih lama dan menghasilkan produk samping gas ClO₂ yang berbahaya dan dapat menimbulkan ledakan. Kemudian ditemukan metode Hummer untuk merubah grafit menjadi grafit oksida dengan cara mereaksikan grafit dengan kalium permanganat (KMnO₄) dan natrium nitrat (NaNO₃) dalam larutan asam sulfat (H₂SO₄). Metode Hummers dinilai lebih baik daripada dua metode sebelumnya karena pada saat proses

oksidasi tidak mengeluarkan gas ClO₂ sebagai produk yang berbahaya sebab penggunaan KClO₃ diganti dengan KMnO₄ [4,8].

Grafit oksida yang telah diperoleh dari metode Hummer kemudian akan mengelupas dalam air dan bila diberikan gelombang ultrasonik sehingga akan terbentuk grafena oksida dan kemudian akan direduksi oleh agen pereduksi seperti Zn. Reaksi reduksi berlangsung dalam kondisi diam agar proses reaksi reduksi berlangsung maksimal [6,14].

Gambar 2.3: Reaksi grafit menjadi grafit oksida dan reduksi grafit oksida. Gambar ini diambil dari literatur [5].

2.3 Seng dan Aluminium Sebagai Agen Pereduksi

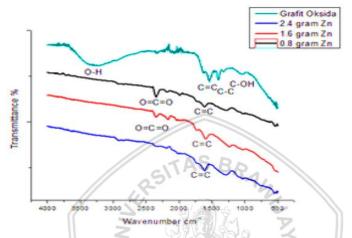
Logam seng, Zn, memiliki sifat fisika padatan, berwarna putih-kebiruan dengan titik leleh 419 °C, titik didih 907 °C, densitas pada suhu ruang 20 °C sebesar 7,14 g/cm³, dan potensial reduksi (Zn²+/Zn) sebesar -0,763 Volt. Seng digunakan sebagai agen pereduksi karena memiliki banyak keunggulan yaitu tidak berbahaya, tidak beracun, dan dapat bereaksi dalam kondisi asam maupun basa [5,15]. Logam aluminium, Al, memiliki sifat fisika padatan, berwarna putih-keabuan dengan titik leleh 660 °C, titik didih 2327 °C, densitas sebesar 2,7 g/cm³, dan potensial reduksi (Al³+/Al) sebesar -1,662 Volt. Aluminium digunakan sebagai agen pereduksi karena merupakan pereduksi yang kuat dan tidak beracun serta dapat bereaksi dalam suasana asam atau basa [16,17].

2.4 Karakterisasi Grafena

2.4.1 Analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer inframerah (FTIR)

Spekstrokopi infra merah merupakan salah satu teknik analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa kimia. Spektra infra merah dari suatu senyawa dapat memberikan gambaran struktur molekul senyawa tersebut. Apabila sinar infra merah

dilewatkan melalui cuplikan senyawa maka sejumlah frekuensi yang sebanding dengan frekuensi suatu sampel akan terserap yang mengakibatkan terjadinya transisi antara tingkat vibrasi tereksitasi, sedangkan frekuensi lainnya akan ditransmisikan atau diteruskan tanpa terserap [18,19].



Gambar 2.4: Spektrum IR grafit oksida dan grafena hasil reduksi menggunakan Zn. Gambar ini diambil dari literatur [6].

Gambar 2.4 menunjukkan adanya perbedaan antara spektra grafit oksida dan grafena yang telah direduksi menggunakan Zn. Pada spektra grafena tidak terlihat vibrasi gugus hidroksil yang mengindikasikan bahwa proses reduksi berjalan dengan baik. Selain itu penambahan Zn yang lebih banyak menunjukkan bahwa hanya ikatan C=C aromatik yang teridentifikasi, hal ini merupakan indikasi terbentuknya grafena.

2.4.2 Analisis menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD)

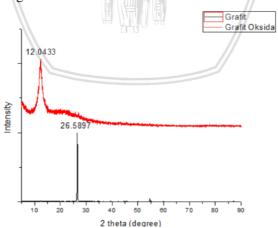
Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki energi antara 200 eV - 1 MeV dengan panjang gelombang 0,05 nm - 0,25 nm. XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal dan ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisis menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik, tetapi alat ini tidak dapat mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf [20].

Persamaan difraksi dikenal sebagai hukum Bragg yang dapat ditulis sebagai berikut.

$$n\lambda = ON + NP$$

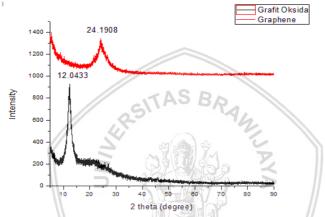
$$n\lambda = d\sin\theta + d\sin\theta = 2d\sin\theta$$
(2.1)

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak XRD hasil pengukuran dicocokkan menggunakan software celref yang disusun oleh Laugier and Bochu [20]. Grafena dapat dianalisis menggunakan XRD karena strukturnya yang teratur dan berulang, sehingga apabila dikenai sinar-X maka akan menghasilkan pembiasan dengan intensitas yang kuat membentuk satu puncak difraksi yang spesifik dari grafena.



Gambar 2.5: Perbandingan hasil pengujian XRD grafit dan grafit oksida. Gambar ini diambil dari literatur [6].

Gambar 2.5 mempelihatkan hasil XRD dari grafit dan grafit oksida. Pada pola XRD grafit menunjukkan puncak difraksi pada 20 26,5897 dengan nilai *d-spacing* 3,34968 Å sedangkan pada grafit oksida menunjukkan puncak difraksi pada 20 12,0433 dengan nilai *d-spacing* 7,342887 Å. Perubahan puncak difraksi 20 pada grafit menjadi grafit oksida mengindikasikan bahwa grafit telah teroksidasi dengan baik [6]. Peningkatan nilai d pada perubahan grafit menjadi grafit oksida disebabkan adanya oksida-oksida diantara lapisan di dalam grafit oksida.



Gambar 2.6: Perbandingan hasil pengujian XRD grafit oksida dan grafena. Gambar ini diambil dari literatur [6].

Gambar 2.6 mempelihatkan hasil XRD dari grafit oksida dan grafena. Pada pola XRD grafit oksida menunjukkan puncak difraksi pada 2θ 12,0433 dengan nilai *d-spacing* 7,342887 Å sedangkan pada grafena menunjukkan puncak difraksi pada 2θ 24,1908 dengan nilai *d-spacing* 3,676147 Å. Perubahan puncak difraksi 2θ pada grafit oksida menjadi grafena tanpa ada puncak lain yang terlihat mengindikasikan bahwa grafit oksida telah berubah menjadi lembaran grafena [6]. Penurunan nilai d pada perubahan grafit oksida menjadi grafena disebabkan oksida-oksida yang terdapat pada grafit oksida telah hilang karena adanya proses reduksi menggunakan Zn.

2.4.3 Uji kelarutan dengan pelarut CHCl₃ dan H₂O

Kloroform dengan rumus molekul $CHCl_3$ merupakan pelarut organik yang memiliki berat molekul 119,38~g/mol dan memiliki titik

didih serta titik leleh sebesar 61 °C dan -63,5 °C. CHCl₃ sangat sulit untuk larut dalam air [21].

Grafit oksida dengan bantuan gelombang ultrasonik dapat larut dalam air tetapi sedikit larut dalam CHCl3. Sedangkan grafena dengan bantuan gelombang ultrasonik dapat larut dalam air dan CHCl3 pada tingkatan yang hampir sama. Hal ini dapat dilihat dengan nilai kelarutan grafit oksida dalam air adalah 6,6 $\mu g/mL$ dan kelarutan grafit oksida dalam CHCl3 adalah 1,3 $\mu g/mL$. Sedangkan kelarutan grafena dalam air adalah 4,6 $\mu g/mL$ dan kelarutan grafena dalam CHCl3 adalah 4,74 $\mu g/mL$ [22]. Sehingga kelarutan dapat digunakan sebagai salah satu uji menentukan hasil sintesis grafena.

Tabel 2.1: Nilai kelarutan grafit oksida dan grafena dalam pelarut CHCl₃ dan H₂O

No.	Pelarut Nilai k		elarutan (μg/mL)	
INO.	relatut	Grafit oksida	Grafena	
1.	CHCl ₃	1,3	4,74	
2.	H ₂ O	6,6	4,6	

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Instrumen Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Maret – Mei 2018.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, timbangan mettler AE 50, pengaduk magnet, *stopwatch*, pH universal, sonikator, dan instrumentasi FTIR 8400S Shimadzu, *X-Ray Diffraction*.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk grafit (merck), $NaNO_3$, H_2SO_4 98% (p.a), $KMnO_4$, larutan H_2O_2 30% (p.a), Isopropanol (p.a), air suling, HCl 37% (p.a), serbuk Zn (merck), serbuk Al (merck), dan CHCl₃ 99%.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap meliputi:

- 1. Sintesis grafena oksida.
- 2. Reduksi grafena oksida
- 3. Analisis gugus fungsi menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR) serta karakterisasi grafena dengan XRD.
- 4. Uji kelarutan dengan pelarut CHCl₃.

3.4 Prosedur Kerja Penelitian

3.4.1 Sintesis grafena oksida

Serbuk grafit merupakan prekursor dari sintesis grafena oksida. Proses sintesis grafena oksida dimulai dengan pengadukan dua gram serbuk grafit dan empat gram NaNO3 dengan 98 mL H₂SO₄ 98% selama empat jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath* dengan suhu 0 °C. Setelah proses pengadukan berjalan selama satu jam, campuran tersebut ditambah dengan 8 g KMnO₄ sedikit demi sedikit dan secara bertahap larutan akan menjadi berwarna hijau kehitaman. Selanjutnya campuran diaduk pada suhu 35 °C selama 24 jam, proses ini membuat campuran berubah warna menjadi coklat muda dan lebih kental. Kemudian campuran ditambah dengan 200 mL air suling secara bertahap dan dilakukan pengadukan selama satu jam, campuran

akan menjadi coklat tua. Setelah campuran homogen, ditambah dengan 15 mL H_2O_2 30% secara bertahap hingga larutan menjadi homogen kembali.

Campuran yang terbentuk dipisahkan fasa padat dari fasa cairnya dengan cara dekantasi. Fasa padat yang diperoleh dicuci menggunakan 10 mL HCl 37% dan air suling hingga pH larutan hasil cucian sama dengan pH air suling. Ketika pH larutan telah sesuai, grafit oksida dikeringkan pada temperatur 110 °C selama 12 jam.

Proses ultrasonikasi dilakukan pada grafit oksida yang diperoleh agar terkelupas menjadi grafena oksida. Proses ini dimulai dengan pelarutan 300 mg grafit oksida dalam 30 mL air suling. Grafit oksida yang telah larut dalam air suling diberi gelombang ultrasonik selama 120 menit.

3.4.2 Reduksi grafena oksida

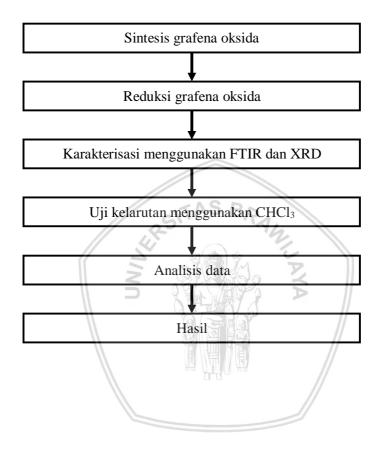
Grafena dihasilkan dengan cara mereduksi grafena oksida menggunakan agen pereduksi. Proses sintesis grafena dimulai dengan larutan grafena oksida hasil ultrasonikasi ditambah dengan 10 mL HCl 37%. Selanjutnya dilakukan penambahan serbuk Zn dan Al sebanyak 0,15; 0,3; dan 0,45 mol ke dalam larutan. Isopropanol sebanyak 15 mL ditambahkan pada reduksi menggunakan serbuk Al. Campuran didiamkan selama satu dan dua jam, dilakukan agar proses reduksi berlangsung maksimal. Setelah didiamkan, dilakukan proses pengadukan selama satu jam. Selanjutnya campuran ditambah dengan HCl 37% sebanyak 10 mL. Setelah itu dilakukan pencucian dengan air suling hingga pH larutan hasil cucian sama dengan pH air suling dan tidak ada lagi zat pereduksi. Grafena yang didapat dikeringkan pada suhu 110 °C selama dua jam.

3.4.3 Uji kelarutan dengan pelarut CHCl3 dan H2O

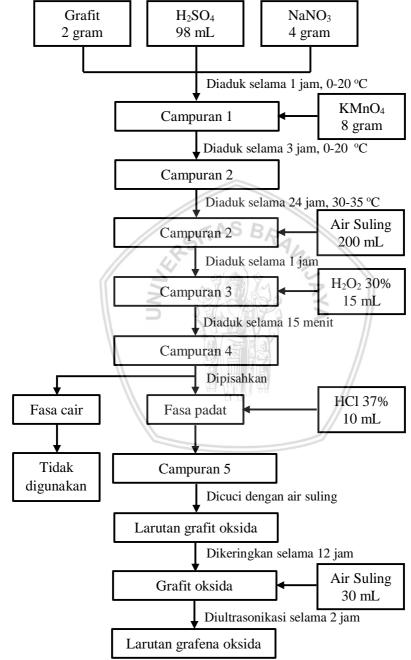
Grafit oksida dan grafena yang dihasilkan dari hasil reduksi menggunakan Zn serbuk dan Al serbuk, diuji kelarutannya dalam CHCl₃ 99% dan air. Proses ini dimulai dengan menimbang grafit oksida dan grafena sebanyak 10 mg kemudian masing-masing dilarutkan dalam 5 mL CHCl₃ 99% dan air suling. Setelah itu dilakukan proses ultrasonikasi selama satu jam dan diamati hasilnya.

3.5 Diagram Alir Penelitian

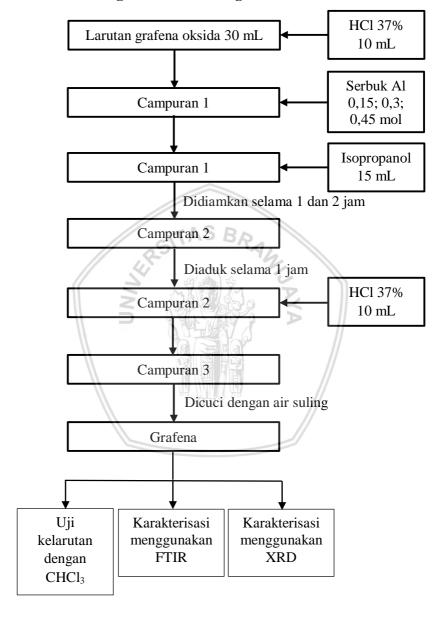
3.5.1 Tahapan penelitian



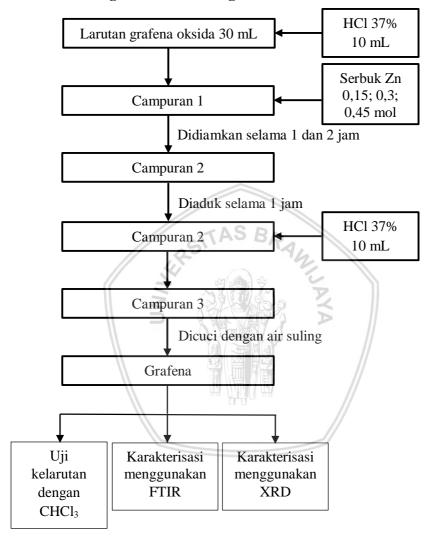
3.5.1.1 Sintesis grafena oksida



3.5.1.2 Reduksi grafena oksida dengan Al



3.5.1.3 Reduksi grafena oksida dengan Zn



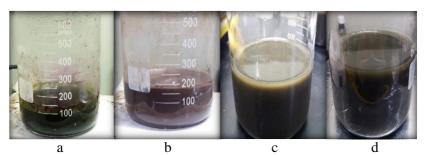
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Grafena Oksida

Sintesis grafena oksida dibagi menjadi dua proses. Proses yang pertama adalah sintesis grafit oksida menggunakan metode Hummer dan proses yang kedua adalah pengelupasan grafit oksida menjadi grafena oksida dengan cara ultrasonikasi grafit oksida. Sintesis grafit oksida diawali dengan melarutkan dua gram grafit dalam 98 mL H₂SO₄ 98%. Campuran menjadi berwarna hitam pekat. Asam sulfat digunakan sebagai pelarut yang memberikan suasana asam karena proses oksidasi grafit berlangsung dengan baik dalam suasana asam. Selanjutnya empat gram NaNO₃ ditambahkan ke dalam campuran dan dilakukan pengadukan pada suhu 0 °C di dalam icebath selama satu Campuran tidak mengalami perubahan warna. penambahan 8 g KMnO₄ campuran diaduk kembali selama tiga jam dan campuran berubah warna menjadi hijau kehitaman. Setelah diaduk selama 24 jam pada suhu 35 °C campuran berubah warna menjadi ungu kehitaman yang diduga sebagai tanda grafit telah teroksidasi. Reaksi oksidasi grafit menjadi grafit oksida diperkirakan berlangsung sebagai berikut:

$$\begin{array}{c|c} MnO_4^- + 8 \ H^+ + 5e^- \rightarrow Mn^{2+} + 4 \ H_2O & x2 \\ Grafit (G) + H_2O \rightarrow Grafit \ Oksida \ (GO) + 2 \ H^+ + 2e^- & x5 \\ \hline \hline 2 \ MnO_4^- + 6 \ H^+ + G \rightarrow 2 \ Mn^{2+} + GO + 3 \ H_2O \\ \hline 2 \ KMnO_4 + 3 \ H_2SO_4 + G \rightarrow 2 \ MnSO_4 + K_2SO_4 + GO + 3 H_2O \\ \hline \end{array}$$

Campuran yang terbentuk ditambah dengan 200 mL air suling dan 15 mL larutan H₂O₂ 30% agar reaksi oksidasi berhenti dan sisa KMnO₄ tereduksi, ditandai dengan perubahan warna menjadi coklat kehitaman. Fasa padat dan fasa cairnya dipisahkan dengan cara dekantasi. Fasa padat yang diperoleh dicuci menggunakan 10 mL HCl 37% dan air suling hingga pH larutan hasil cucian sama dengan pH air suling agar menghilangkan sisa ion SO₄²⁻ dan pengotor lainnya. Selanjutnya grafit oksida dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam dan diperoleh serbuk grafit oksida (Gambar 4.2).

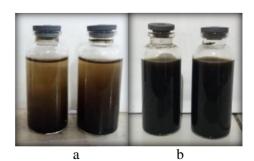


Gambar 4.1: Perubahan warna campuran a) setelah penambahan KMnO₄, b) setelah penambahan pada suhu 35 $^{\circ}$ C selama 24 jam, c) setelah penambahan air suling, d) setelah penambahan H₂O₂ 30%.



Gambar 4.2: Grafit oksida setelah dikeringkan pada suhu $100\,^{\circ}$ C yang diletakkan dalam plastik klip.

Grafit oksida yang telah terbentuk kemudian ditimbang sebanyak 300 mg dan dilarutkan dalam 30 mL air suling. Campuran berwarna coklat kehitaman dan tidak homogen serta terlihat grafit oksida cenderung masih mengendap (Gambar 4.3.a). Selanjutnya diberi gelombang ultrasonik selama 60 menit. Campuran menjadi homogen dan berwarna hitam (Gambar 4.3.b). Proses ultrasonikasi ini bertujuan agar grafit oksida dapat terkelupas menjadi grafena oksida dalam medium air suling. Sehingga perubahan warna campuran setelah ultrasonikasi menandakan grafit oksida telah terkelupas menjadi grafena oksida. Proses pengelupasan diawali dengan adanya gaya geser pada grafit oksida akibat interaksi dengan gelombang ultrasonik dan proses kavitasi yang dialami oleh medium yang berupa air. Proses kavitasi disebabkan karena adanya perbedaan tekanan pada saat proses ultrasonikasi sehingga menyebabkan inisiasi proses pengelupasan grafit oksida menjadi grafena oksida [23].



Gambar 4.3: a) grafit oksida sebelum diultrasonikasi, dan b) grafit oksida yang telah diultrasonikasi dan menjadi grafena oksida.

4.2 Reduksi Grafena Oksida

Grafena oksida hasil ultrasonikasi grafit oksida selanjutnya direduksi menggunakan Zn dan Al. Proses reduksi diawali dengan 10 mL HCl 37% ditambahkan pada larutan grafena oksida karena reaksi berlangsung dalam suasana asam. Campuran tetap berwarna hitam Setelah itu ditambahkan Zn merck atau Al merck dengan variasi mol 0,15; 0,3; dan 0,45 mol yang berfungsi sebagai agen pereduksi. Setelah penambahan Zn atau Al akan terbentuk gelembunggelembung gas saat terjadi reaksi reduksi. Pada Al merck yang digunakan mengandung 2% lemak yang melapisi Al, sehingga dibutuhkan bahan yang dapat melarutkan lemak. Pada penelitian ini digunakan isopropanol sebagai pelarut lemak karena isopropanol merupakan pelarut yang baik dalam melarutkan lemak selain itu aman bagi kesehatan [24]. Sehingga proses reduksi menggunakan Al ditambah dengan 15 mL isopropanol yang berfungsi untuk menghilangkan lemak yang melapisi serbuk Al. Selanjutnya pada masing-masing campuran dilakukan pendiaman dengan variasi waktu satu jam dan dua jam agar reaksi reduksi berlangsung lebih maksimal. Campuran dengan Zn pereduksi berwarna hitam dan campuran dengan Al pereduksi berwarna abu-abu kehitaman. Setelah itu campuran diaduk selama satu jam agar homogen. Setelah pengadukan campuran dicuci menggunakan 10 mL HCl 37% dan air suling hingga pH larutan hasil cucian sama dengan pH air suling agar menghilangkan sisa Zn dan Al serta pengotor lainnya. Hasil dari proses ini adalah grafena oksida yang telah tereduksi (rGO) atau disebut juga dengan grafena.

Selanjutnya grafena dikeringkan pada suhu 100 °C selama dua jam. Grafena yang didapat berwarna hitam.

Reaksi yang terjadi pada proses reduksi grafena oksida menggunakan Zn pereduksi diduga berlangsung sebagai berikut:

$$\begin{split} Zn_{(s)} + 2 &\; H_2O_{(l)} \longrightarrow Zn(OH)_{2(aq)} + H_2 \\ Zn(OH)_{2(aq)} \longrightarrow ZnO_{(aq)} + H_2O_{(l)} \end{split}$$

$$GO_{(aq)} + H_2 \longrightarrow rGO_{(s)} + O_{2(g)}$$

GO adalah grafena oksida dan rGO adalah grafena hasil reduksi. Proses reduksi dapat terjadi karena Zn yang ditambahkan bereaksi dengan H^+ sehingga menghasilkan ion H_2 yang dapat menginisiasi proses reduksi.

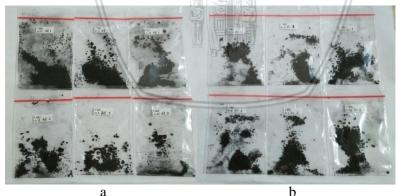
Reaksi yang terjadi pada proses reduksi grafena oksida menggunakan Al pereduksi diduga berlangsung sebagai berikut:

$$Al_{(s)} + 3 H_2O_{(1)} \rightarrow Al(OH)_{3(aq)} + 3/2 H_{2(aq)}$$

$$2~Al(OH)_{3(aq)} \rightarrow Al_2O_{3(aq)} + 3~H_2O_{(l)}$$

$$GO_{(aq)} + H_{2(aq)} {\longrightarrow} rGO_{(s)} + O_{2(g)}$$

GO adalah grafena oksida dan rGO adalah grafena hasil reduksi. Proses reduksi dapat terjadi karena Al yang ditambahkan bereaksi dengan H⁺ sehingga menghasilkan ion H₂ yang dapat menginisiasi proses reduksi.

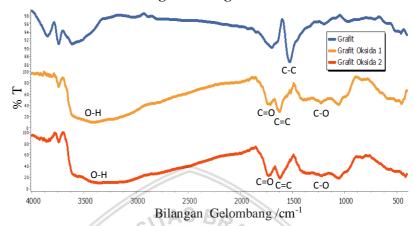


Gambar 4.4: grafena hasil proses reduksi dengan a) Al, dan b) Zn.

Gambar 4.4 menunjukkan grafena hasil reduksi menggunakan Al dan Zn. Secara visual tidak terlihat perbedaan diantara semua grafena yang didapatkan tetapi secara gravimetri grafena hasil reduksi dengan Al lebih ringan dibandingkan grafena hasil reduksi dengan Zn.

4.3 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

4.3.1 Karakterisasi FTIR grafit dan grafit oksida



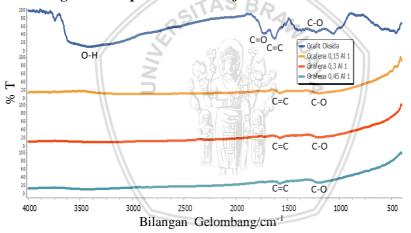
Gambar 4.5: Spektra FTIR grafit dan grafit oksida.

Gambar 4.5 menunjukkan spektrum FTIR grafit dan grafit oksida. Spektra grafit menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1528,28 cm⁻¹ serapan lemah yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-C siklik. Ikatan C-C tersebut menunjukkan karakteristik grafit yang berkerangka heksagonal dengan ikatan C-C hibridisasi sp₃. Spektra grafit oksida 1 menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3401,03 cm⁻¹ serapan kuat dan lebar yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1551,42 cm⁻¹ serapan sedang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-C dan bilangan gelombang 1626,64 cm⁻¹ serapan lemah diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafit oksida. Vibrasi pada bilangan gelombang 1740,43 cm⁻¹ serapan kuat diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafit oksida 2 menunjukkan serapanserapan pada daerah yang sama dengan grafit oksida 1. Serapan pada spektra yang menunjukkan ikatan O-H, C=O, dan C-O menandakan bahwa grafit telah teroksidasi menjadi grafit oksida. Tabel 4.1 menunjukkan vibrasi pada masing-masing bilangan gelombang.

Tabel 4.1: Nilai vibrasi pada grafit dan grafit oksida.

Bilangan Gelombang /cm ⁻¹			interpretaci	
Grafit	Grafit Oksida 1	Grafit Oksida 2	interpretasi	
1528,28	1551,42	ı	C-C siklik	
-	3401,03	3387,53	О-Н	
-	1626,64	1622,79	C=C aromatis	
-	1740,43	1725,01	C=O	
	1397,13	1366,27		
-	1223,55	1223,55	C-O	
	1057,68	1057,68		

4.3.2 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Al pereduksi dengan waktu pendiaman satu jam



Gambar 4.6: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Al dengan waktu pendiaman satu jam.

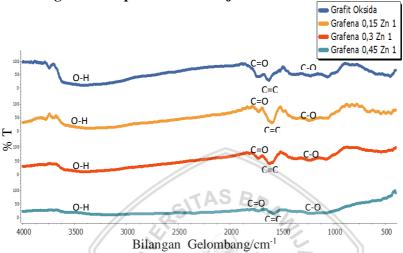
Gambar 4.6 menunjukkan spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi dengan variasi mol Al pada waktu pendiaman satu jam. Spektra grafit oksida menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3401,03 cm⁻¹ serapan kuat dan lebar yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1626,64 cm⁻¹ serapan lemah diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafit oksida. Vibrasi pada bilangan gelombang 1740,43 cm⁻¹ serapan kuat diidentifikasi

sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,15 mol Al pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1576,50 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatik dari grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1196,55 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,3 mol Al pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1576,50 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatik dari grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1198,47 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,45 mol Al pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1578,43 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatik dari grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1194,62 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Serapan dari vibrasi ikatan C-O pada grafena yang dihasilkan menandakan bahwa masih ada oksida berupa epoksi pada grafena, tetapi dengan tidak adanya vibrasi ikatan O-H dan C=O menunjukkan bahwa reduksi grafena oksida berlangsung dengan baik.

Tabel 4.2: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi Al dengan variasi mol dan waktu pendiaman satu jam.

,				
Grafit	rGO Al pere	interpretasi		
Oksida 1	0,15 mol	0,30 mol	0,45 mol	
3401,03	-	1	-	О-Н
1740,43	-	-	-	C=O
1626,64	1576,50	1576,50	1578,43	C=C
1397,13				
1223,55	1196,55	1198,47	1194,62	C-O
1057,68				

4.3.3 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Zn pereduksi dengan waktu pendiaman satu jam



Gambar 4.7: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Zn dengan waktu pendiaman satu jam.

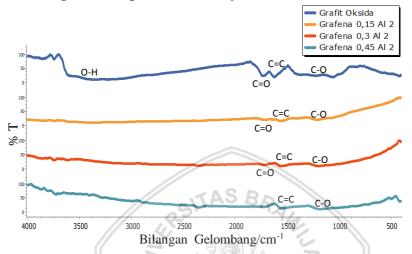
Gambar 4.7 menunjukkan spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi dengan variasi mol Zn pada waktu pendiaman satu jam. Spektra grafit oksida menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3401,03 cm⁻¹ serapan kuat dan lebar yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1626,64 cm⁻¹ serapan lemah diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafit oksida. Vibrasi pada bilangan gelombang 1740,43 cm⁻¹ serapan kuat diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,15 mol Zn pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3347.03 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1593,85 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1726,93 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai

vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,3 mol Zn pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3377,89 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1622,79 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1728,86 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,45 mol Zn pada waktu pendiaman satu jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3165,73 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1582,28 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1730,79 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Serapan dari vibrasi ikatan O-H, C=O, dan C-O pada grafena hasil reduksi Zn menandakan bahwa grafena belum tereduksi secara sempurna.

Tabel 4.3: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi Zn dengan variasi mol dan waktu pendiaman satu jam.

\\	Bilangan Gelombang /cm ⁻¹			
Grafit	rGO Zn pereduksi pendiaman satu jam			interpretasi
Oksida 1	0,15 mol	0,30 mol	0,45 mol	
3401,03	3347,03	3377,89	3165,73	О-Н
1740,43	1726,93	1728,86	1730,79	C=O
1626,64	1593,85	1622,79	1582,28	C=C
1397,13	1360,48	1375,91	1368,20	
1223,55	1238,98	1237,05	1210,05	C-O
1057,68	1065,40	1075,04	1071,18	

4.3.4 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Al pereduksi dengan waktu pendiaman dua jam



Gambar 4.8: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Al dengan waktu pendiaman dua jam.

Gambar 4.8 menunjukkan spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi dengan variasi mol Al pada waktu pendiaman dua jam. Spektra grafit oksida menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3387,53 cm⁻¹ serapan kuat dan lebar yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1622,79 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafit oksida. Vibrasi pada bilangan gelombang 1725.01 cm⁻¹ serapan kuat diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,15 mol Al pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1636,29 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatic dari grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1715,36 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan vibrasi pada bilangan gelombang 1211,98 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,3 mol Al pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi

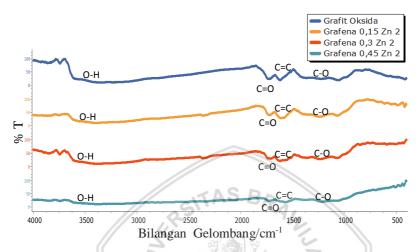
pada bilangan gelombang 1557,21 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatik grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1709,58 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan vibrasi pada bilangan gelombang 1194,62 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,45 mol Al pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1535,99 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C aromatik grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1173,40 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Pada spektra grafena hasil reduksi 0,15 mol Al dan 0,3 mol Al masih terdapat serapan ikatan C=O dan C-O sedangkan spektra grafena hasil reduksi 0,45 mol Al terdapat serapan C-O. Hal tersebut menunjukkan bahwa bertambahnya massa logam pereduksi maka hasil reduksi lebih baik dan lebih sedikit sisa oksida yang terkandung dalam grafena.

Tabel 4.4: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi Al dengan variasi mol dan waktu pendiaman dua jam.

Bilangan Gelombang /cm ⁻¹				
Grafit	rGO Al pereduksi pendiaman dua jam			interpretasi
Oksida 2	0,15 mol	0,30 mol	0,45 mol	
3387,53			- //	О-Н
1725,01	1715,36	1709,58	- //	C=O
1622,79	1636,29	1557,21	1535,99	C=C
1366,27				
1223,55	1211,98	1194,62	1173,40	C-O
1057,68				

BRAWIJAYA

4.3.5 Karekterisasi FTIR grafit oksida dan grafena Zn pereduksi dengan waktu pendiaman dua jam



Gambar 4.9: Spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi 0,15; 0,3; dan 0,45 mol Zn dengan waktu pendiaman dua jam.

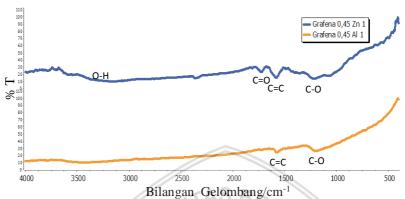
Gambar 4.9 menunjukkan spektrum FTIR grafit oksida dan grafena hasil reduksi dengan variasi mol Zn pada waktu pendiaman dua jam. Spektra grafit oksida menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3387,53 cm⁻¹ serapan kuat dan lebar yang diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1622,79 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafit oksida. Vibrasi pada bilangan gelombang 1725,01 cm⁻¹ serapan kuat diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,15 mol Zn pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3385,60 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1620,86 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1717,29 cm⁻ ¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O.

Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,3 mol Zn pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3391,39 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1622,79 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1709,58 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Spektra grafena hasil reduksi dengan 0,45 mol Zn pada waktu pendiaman dua jam menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3358,60 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan O-H. Vibrasi pada bilangan gelombang 1617,00 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=C menunjukkan ikatan aromatik pada grafena. Vibrasi pada bilangan gelombang 1725,01 cm⁻ ¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C=O dan bilangan gelombang daerah 1300-1000 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai vibrasi ikatan C-O. Serapan dari vibrasi ikatan O-H, C=O, dan C-O pada grafena hasil reduksi Zn menandakan bahwa grafena belum tereduksi secara sempurna.

Tabel 4.5: Nilai vibrasi grafit oksida dan grafena hasil pereduksi Zn dengan variasi mol dan waktu pendiaman dua jam.

\\	Bilangan Gel			
Grafit	rGO Zn pereduksi pendiaman dua jam			interpretasi
Oksida 2	0,15 mol	0,30 mol	0,45 mol	
3387,53	3385,60	3391,39	3358,60	О-Н
1725,01	1717,29	1709,58	1725,01	C=O
1622,79	1601,57	1620,86	1617,00	C=C
1366,27	1370,13	1366,27	1215,83	
1223,55	1235,12	1235,12	1213,83	C-O
1057,68	1069,25	1069,25	1076,90	

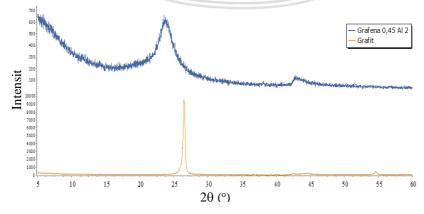
4.3.6 Perbandingan FTIR grafena hasil reduksi Al dan Zn



Gambar 4.10: Spektrum FTIR grafena hasil reduksi Al dan Zn.

Gambar 4.10 menunjukkan spektrum FTIR grafena terbaik dari hasil reduksi Al dan Zn. Spektra grafena 0,45 Zn 1 menunjukkan adanya vibrasi O-H, C=O, C=C, C-O, dan spektra grafena 0,45 Al 1 menunjukkan adanya vibrasi C=C, C-O. Tidak adanya vibrasi O-H dan C=O pada 0,45 Al 1 menunjukkan bahwa hasil reduksi Al lebih baik kualitasnya dibandingkan dengan grafena hasil reduksi Zn. Sehingga dapat disimpulkan bahwa Al pereduksi lebih efektif dibandingkan Zn pereduksi dalam sintesis grafena.

4.4 Analisis Menggunakan Instrumen XRD



Gambar 4.11: Difraktogram grafit dan grafena.

Sampel grafena yang dikarakterisasi dengan XRD merupakan grafena hasil reduksi dengan 0,45 mol Al pada waktu pendiaman dua jam. Pola XRD grafit menunjukkan difraksi pada 20 26,5107 dengan nilai *d-spacing* 3,36226 Å sedangkan pada grafena difraksi pada 20 23,3788 dengan nilai *d-spacing* 3,80195 Å. Berdasarkan perbandingan nilai 20 dan *d-spacing* sampel grafit merck dengan grafit penelitian sebelumnya [6] terlihat nilai yang hampir sama dan memiliki kemiripan difraktogram yang dihasilkan dengan munculnya satu difraksi didaerah yang sama (Gambar 2.5). Berdasarkan perbandingan nilai 20 dan *d-spacing* sampel grafena 0,45 Al 2 dengan grafena penelitian sebelumnya [6] terlihat nilai yang hampir sama dan memiliki kemiripan difraktogram yang dihasilkan (Gambar 2.6). Sehingga dapat dikatakan bahwa sintesis grafena telah berhasil dilakukan dan sampel grafena 0,45 Al 2 merupakan grafena dengan kualitas yang cukup baik.

4.5 Uji Kelarutan dengan Pelarut CHCl₃ dan H₂O

Grafit oksida sebanyak 10 mg dilarutkan masing-masing pada CHCl₃ 99% dan air suling sebanyak 5 mL. Grafit oksida larut dalam air suling sedangkan pada larutan CHCl₃ grafit oksida hanya sedikit larut (Gambar 4.12), hal ini sesuai dengan penelitian [22] yang mengatakan bahwa kelarutan grafit oksida dalam air lebih besar daripada kelarutan grafit oksida dalam CHCl₃. Selain itu apabila dilihat dari struktur grafit oksida, dengan adanya oksida-oksida pada grafit sifatnya cenderung polar sehingga akan larut dalam pelarut polar seperti air



Gambar 4.12: Hasil uji kelarutan grafit oksida dalam kloroform dan air suling.

Grafena hasil reduksi sebanyak 10 mg dilarutkan masing-masing pada larutan CHCl₃ 99% dan air suling sebanyak 5 mL. Grafena hasil reduksi Al larut dalam kloroform dan sedikit atau tidak larut dalam air (Tabel 4.6). Berdasarkan pengamatan hasil uji kelarutan telah sesuai apabila dilihat struktur grafena yang tersusun dari ikatan atom karbon sifatnya cenderung non polar akan larut dalam pelarut non polar seperti kloroform dan tidak larut dalam pelarut polar seperti air. Sedangkan pada grafena hasil reduksi Zn cenderung memiliki kelarutan yang hampir sama di dalam kloroform dan air (Tabel 4.6). Berdasarkan pengamatan hasil uji kelarutan diduga karena belum terbentuk grafena secara menyeluruh melainkan masih ada yang berbentuk grafena oksida sehingga perlu ditingkatkan kemampuan Zn dalam mereduksi grafena. Kemampuan Zn dalam mereduksi grafena oksida menjadi grafena dalam suasana asam dapat berlangsung dalam waktu yang cepat apabila diberi gelombang ultrasonik dalam prosesnya [25].

Tabel 4.6: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi dengan Zn dan Al dalam kloroform dan air suling. Simbol '-' artinya tidak larut dan semakin banyak '*' kelarutan semakin meningkat.

Kelarutan Grafena			Pelarut	
Kelarutan Gratena		CHCl ₃	H_2O	
Pendiaman satu jam	Zn (mol)	0,15	**	***
		0,3	*	**
		0,45	*	*
	Al (mol)	0,15	***	-
		0,3	****	-
		0,45	****	-
	Zn (mol)	0,15	***	**
Pendiaman dua jam		0,3	**	*
		0,45	*	***
	Al (mol)	0,15	***	*
		0,3	****	-
		0,45	****	-



Gambar 4.13: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi Zn dan Al dalam air suling.

Gambar 4.13 menunjukkan kelarutan grafena hasil reduksi dalam air suling setelah ultrasonikasi. Sampel a, b, c, g, h, dan i merupakan grafena hasil reduksi Zn dengan waktu pendiaman satu jam dan dua jam. Pada sampel d, e, f, j, k, dan l merupakan grafena hasil reduksi Al dengan waktu pendiaman satu jam dan dua jam. Terlihat bahwa grafena hasil reduksi Zn cenderung terlarut dalam air, sedangkan grafena hasil reduksi Al tidak larut dalam air. Grafena yang baik diduga adalah grafena yang tidak larut dalam air karena grafena bersifat non polar sehingga tidak larut dalam air yang bersifat polar. Berdasarkan perkiraan uji kelarutan grafena yang paling baik adalah grafena hasil reduksi Al. Grafena hasil reduksi Zn yang memiliki kualitas paling baik adalah sampel c yaitu grafena reduksi 0,45 mol Zn pada waktu pendiaman satu jam. Grafena hasil reduksi Al yang memiliki kualitas paling baik adalah sampel f yaitu grafena reduksi 0,45 mol Al pada waktu pendiaman satu jam.



Gambar 4.14: Hasil uji kelarutan grafena hasil reduksi Zn dan Al dalam kloroform.

Gambar 4.14 menunjukkan kelarutan grafena hasil reduksi dalam kloroform setelah ultrasonikasi. Sampel a, b, c, g, h, dan i merupakan grafena hasil reduksi Zn dengan waktu pendiaman satu jam dan dua jam. Sampel d, e, f, j, k, dan l merupakan grafena hasil reduksi Al dengan waktu pendiaman satu jam dan dua jam. Terlihat bahwa grafena hasil reduksi Zn cenderung sedikit larut dalam kloroform, sedangkan grafena hasil reduksi Al cenderung sangat larut dalam kloroform. Grafena yang baik diduga adalah grafena yang larut dalam kloroform karena grafena bersifat non polar sehingga larut dalam kloroform yang bersifat non polar. Berdasarkan perkiraan uji kelarutan grafena yang paling baik adalah grafena hasil reduksi Al. Grafena hasil reduksi Zn yang memiliki kualitas paling baik adalah sampel g yaitu grafena reduksi 0,15 mol Zn pada waktu pendiaman dua jam. Grafena hasil reduksi Al yang memiliki kualitas paling baik adalah sampel f yaitu grafena reduksi 0,45 mol Al pada waktu pendiaman satu jam.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

- 1. Logam Al lebih efektif mereduksi grafena oksida menjadi grafena dibandingkan logam Zn.
- 2. Belum didapatkan massa optimum logam pereduksi pada sintesis grafena, tetapi massa logam pereduksi yang menghasilkan grafena paling baik adalah penambahan Al 1,215 g (0,45 mol) dan penambahan Zn tiga gram (0,45 mol).
- 3. Waktu pendiaman optimum yang dibutuhkan pada penambahan Al dan Zn adalah satu jam.

5.2 Saran

Diharapkan pada penelitian selanjutnya:

- 1. Dilakukan variasi massa yang lebih besar agar diperoleh massa optimum.
- 2. Metode pencucian grafit oksida yang lebih efektif agar tidak menghabiskan waktu terlalu lama.

Dilakukan karakterisasi FTIR dengan massa sampel yang kuantitatif sehingga analisisnya lebih tepat.

BRAWIJAY

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. N. Azizah and D. Susanti, 2014, "Pengaruh Variasi Kadar Zn Dan Temperatur Hydrotermal Terhadap Struktur Dan Nilai Konduktivitas Elektrik Material Graphene," *J. Tek. ITS*, vol. 3, no. 2, pp. F209–F214.
- [2] K. S. Novoselov *et al.*, 2004, "Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films," *Science*, vol. 306, no. 5696, pp. 666–669.
- [3] M. S. Eluyemi *et al.*, 2016, "Synthesis and Characterization of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis Method," *Graphene*, vol. 05, no. 03, pp. 143–154.
- [4] N. Syakir, R. Nurlina, S. Anam, A. Aprilia, and S. Hidayat, 2015, "Kajian Pembuatan Oksida Grafit untuk Produksi Oksida Grafena dalam Jumlah Besar (Halaman 26 sd 29)," *J. Fis. Indones.*, vol. 19, no. 56.
- [5] I. Irdhawati and Y. Taufantri, 2016, "Sintesis dan Karakterisasi Grafena dengan Metode Reduksi Grafit Oksida Menggunakan Pereduksi Zn," J. Kim. Val., vol. 2, no. 1.
- [6] M. R. Ilhami and D. Susanti, 2014, "Pengaruh Massa Zn Dan Temperatur Hydrotermal Terhadap Struktur Dan Sifat Elektrik Material Graphene," J. Tek. ITS, vol. 3, no. 2, pp. F185–F190.
- [7] S. N. Alam, N. Sharma, and L. Kumar, 2017, "Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO)*," *Graphene*, vol. 06, no. 01, pp. 1–18.
- [8] J. Chen, B. Yao, C. Li, and G. Shi, 2013, "An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide," *Carbon*, vol. 64, pp. 225–229.

- [9] S. S. Shojaeenezhad, M. Farbod, and I. Kazeminezhad, 2017, "Effects of initial graphite particle size and shape on oxidation time in graphene oxide prepared by Hummers' method," J. Sci. Adv. Mater. Devices, vol. 2, no. 4, pp. 470– 475.
- [10] A. H. Castro Neto, F. Guinea, N. M. R. Peres, K. S. Novoselov, and A. K. Geim, 2009, "The electronic properties of graphene," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 81, no. 1, pp. 109–162.
- [11] N. I. Zaaba, K. L. Foo, U. Hashim, S. J. Tan, W.-W. Liu, and C. H. Voon, 2017, "Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent Influence," *Procedia Eng.*, vol. 184, pp. 469–477.
- [12] M. Sohail *et al.*, 2017, "Modified and improved Hummer's synthesis of graphene oxide for capacitors applications," *Mod. Electron. Mater.*, vol. 3, no. 3, pp. 110–116.
- [13] L. F. Cepeda, J. D. F. Oyervides, L. R. Marines, A. S. Galindo, and L. I. L. López, 2017, "Grafeno, el material del futuro Síntesis y propiedades,".
- [14] Z. Geng *et al.*, 2012, "A Green and Mild Approach of Synthesis of Highly-Conductive Graphene Film by Zn Reduction of Exfoliated Graphite Oxide," *Chin. J. Chem. Phys.*, vol. 25, no. 4, pp. 494–500.
- [15] F. Scientific, 1997, Material safety data sheet: Zinc, Granular and Mossy.
- [16] Sciencelab, 2013, **Material Safety Data Sheet: Aluminum MSDS.** Chemicals and Laboratory Equipment.
- [17] M. H. Jacobs, 1999, "Introduction to Aluminium as an Engineering Material," Eur. Alum. Assoc..
- [18] M. Fan, D. Dai, and B. Huang, 2012, "Fourier transform infrared spectroscopy for natural fibres," in *Fourier transform-materials analysis*, InTech.

- [19] R. M. Silverstein and F. X. Webster, 1998, Spectrometric Identification od Organic Compounds, 6th ed. New York: John Willey and Sonc Inc.
- [20] A. A. Sartono, 2006, "**Difraksi sinar-X (X-RD**)," Universitas Indonesia, Depok.
- [21] Sciencelab, 2013, **Material Safety Data Sheet Chloroform MSDS**. Chemicals and Laboratory Equipment.
- [22] D. Konios, M. M. Stylianakis, E. Stratakis, and E. Kymakis, 2014, "Dispersion behaviour of graphene oxide and reduced graphene oxide," J. Colloid Interface Sci., vol. 430, pp. 108– 112.
- [23] D. Marcano *et al.*, 2010, "Improved Synthesis of Graphene Oxide," *ACS Nano*, vol. 4, no. 8, pp. 4806–4814.
- [24] A.-G. Sicaire *et al.*, 2015, "Alternative Bio-Based Solvents for Extraction of Fat and Oils: Solubility Prediction, Global Yield, Extraction Kinetics, Chemical Composition and Cost of Manufacturing," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 16, no. 12, pp. 8430–8453.
- [25] X. Mei and J. Ouyang, 2011, "Ultrasonication-assisted ultrafast reduction of graphene oxide by zinc powder at room temperature," *Carbon*, vol. 49, no. 15, pp. 5389–5397.