

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Pemanfaatan GO dan rGO sebagai material maju yang berpotensi dalam mendegradasi limbah pewarna MB, dengan proses pembuatan GO dengan memodifikasi Metode Hummer's dan rGO melalui proses hidrotermal sangat menarik perhatian para peneliti [27]. Maka dari itu, pemahaman dasar teori dalam sintesis GO dan rGO, serta pengaplikasiannya, menjadi penting. Oleh karena itu, bab ini mencakup teori-teori yang mendasari penelitian, meliputi grafit, GO, rGO, sintesis GO dan rGO, limbah pewarna MB, fotokatalis, fotodegradasi, dan instrument sebagai alat karakterisasinya.

### 2.1 Grafit

Grafit adalah material yang ditemukan pada tahun 1564 di Borrowdale. Nama grafit diberikan pada tahun 1789 oleh Abraham Gottlob Werner, yang diambil dari bahasa Yunani yang artinya menulis [16]. Grafit juga disebut sebagai *allotrop* karbon, karena grafit terbentuk dari atom karbon dengan struktur yang berbeda [28].

Grafit merupakan material yang memiliki struktur kristal heksagonal 3 dimensi dengan ikatan antara karbon-karbonnya membentuk orbital atom trigonal yang saling berikatan kovalen dengan hibridisasi  $sp^2$  dengan warna kehitaman sebagaimana pada **Gambar II.1**. Hal tersebut terjadi, karena adanya tiga orbital yang secara efektif terlibat dengan orbital keempat yang menyebabkan terjadinya elektron bergerak bebas pada lapisan C [16]. Hal tersebut yang menyebabkan grafit bersifat konduktor [29]. Berikut sifat-sifat Grafit

1. Grafit memiliki titik didih yang tinggi sebesar  $4827^{\circ}\text{C}$ , karena adanya ikatan kovalen yang kuat sehingga memerlukan energi yang besar untuk memutuskan setiap ikatan tersebut [30],
2. Tidak larut dalam pelarut organik dan air, karena tidak mampu melakukan solvasi molekul grafit yang besar [31],
3. Grafit memiliki massa jenis kecil, karena memiliki kekosongan di antara lipatan strukturnya [32], dan
4. Konduktor listrik dan panas yang baik [29].

Grafit yang memiliki banyak manfaat di antaranya sebagai isi pensil, paduan bahan pelumas, paduan bahan konduktor listrik, dan bahan pembuat katup energi atom karena fleksibel. Dari sekian banyaknya manfaat ditambah harga material yang relatif murah mendorong para peneliti untuk terus mengembangkan proses pembuatan grafit agar dapat memberikan manfaat yang lebih [33].

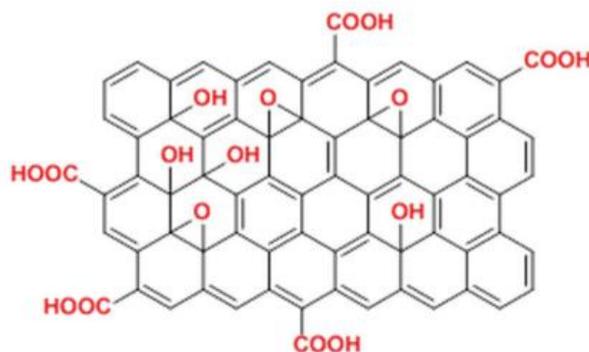
Metode yang dapat digunakan dalam pembuatan grafit sangat banyak dan yang paling umum digunakan adalah metode kalsinasi. Salah satu pengembangan dari grafit adalah grafena oksida dengan cara mensintesis grafit dengan metode Hummer's [34].



**Gambar II. 1** a) Lempeng grafit b) Serbuk grafit c) Hasil analisis SEM [42]

## 2.2 Grafena Oksida (GO)

Grafena oksida adalah karbon yang saling berikatan dan membentuk sebuah lapisan 2D [35]. Lapisan ini mempunyai ketebalan sebanding dengan ukuran atom karbon. GO adalah grafena yang teroksidasi sehingga mempunyai ikatan dengan gugus-gugus fungsional oksigen. GO bersifat hidrofilik, dan struktur kimia pada bagian basal dan tepi tepinya mengandung gugus-gugus fungsional oksigen, yaitu gugus hidroksil, karboksil, alkoksil, dan epoksil seperti pada **Gambar II. 2** [16]. Oleh karena itu, GO mengandung atom karbon hibrid  $sp^2$  dan  $sp^3$ , dan bersifat semikonduktor.



**Gambar II. 2** Struktur kimia GO [95]

Grafit oksida biasanya disintesis dari grafit bukan dari karbon aktif dengan metode dasar seperti Metode Staudenmaier, Brodir dan Hummer's. Metode Staudenmaier dan Brodie mengombinasikan kalium klorat dan asam nitrat sebagai oksidatornya, sedangkan Metode Hummer's menggunakan kombinasi kalium permanganat sebagai oksidatornya.

## 2.3 Sintesis Grafena Oksida

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode sintesis dengan menggunakan Metode Hummer's yang dimodifikasi. Metode tersebut terdiri dari dua tahap, yaitu proses oksidasi dan proses reduksi. Berikut penjelasan tentang metode sintesis GO.

### 2.3.1 Metode Hummer's

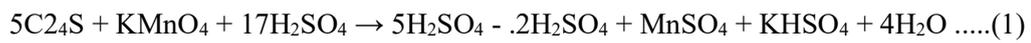
Sintesis GO terdiri dari dua tahap utama, yaitu proses oksidasi dan proses reduksi. Grafit oksida dihasilkan melalui reaksi dengan oksidan kuat seperti HCl atau H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Grafit oksida terdiri dari beberapa lapisan GO yang tersusun dari karbon, oksigen dan hidrogen. GO menggunakan Metode Hummer's yang pertama kali dicoba oleh Hummer dan Offeman pada tahun 1859. Dari penelitian tersebut GO diperoleh dengan menambahkan grafit pada oksidator kuat. Ketika GO bereaksi dengan baik, rasio karbon terhadap oksigen adalah 2,1 hingga 2,9. Metode Hummer's memberikan rasio karbon terhadap oksigen sebesar 2,25, yang menunjukkan bahwa grafit teroksidasi dengan baik [36]. Oleh karena itu, merupakan metode yang mudah dan dapat dilakukan dengan waktu yang singkat [37]. Tapi masih ada kekurangan dalam metode ini adalah:

1. Menghasilkan gas beracun seperti NO<sub>2</sub> dan N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, dan
2. Sisa ion Na<sup>+</sup> dan NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sulit dipindahkan dari air limbah proses sintesis dan pemurnian grafena oksida.

### 2.3.2 Metode Hummer's Modifikasi

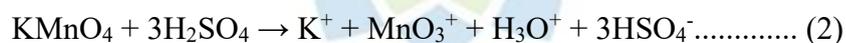
Proses modifikasi Hummer's dilakukan dengan menghilangkan penambahan NaNO<sub>3</sub> [16]. Asam sulfat bereaksi dengan grafit untuk menghasilkan produk yang

dikalsinasi. Interkalasi ini hanya terjadi dengan adanya zat pengoksidasi.  $\text{KMnO}_4$  bertindak sebagai oksidan dalam reaksi ini. Reaksi pencampuran asam sulfat,  $\text{KMnO}_4$ , dan grafit menghasilkan grafit bisulfat. Disebut grafit bisulfat karena setiap lapisan grafit mengandung ion bisulfat. Persamaan reaksi yang terjadi menurut N.E Sorokina ditunjukkan pada persamaan 1.



Selain juga, bahwa penambahan  $\text{KMnO}_4$  meningkatkan adhesi grafit dan asam sulfat, dan mendukung oksidasi grafit. Dua reaksi, pembentukan grafit bisulfat dan oksidasi, terjadi secara bersamaan. Kalium permanganat adalah zat pengoksidasi kuat, terutama di lingkungan asam. Sehingga dalam lapisan grafena sangat efektif untuk mengoksidasi grafit.

Spesies aktif yang bereaksi sebenarnya adalah heptoksida dimangan, seperti yang dapat dilihat dari Persamaan 2 dan 3. Heptoksida dimetal jauh lebih reaktif daripada tetraoksida nonlogam. Setelah langkah ini, bubuk grafit bahan awal menjadi grafit oksida.



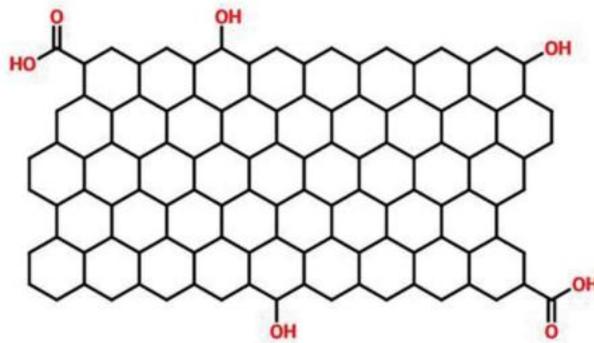
Setelah penambahan  $\text{KMnO}_4$  akan menyebabkan perubahan warna larutan dari hitam menjadi hitam kehijauan. Hasil dari reaksi tersebut adalah ion permanganat yang merupakan oksidator kuat yang akan mengoksidasi grafit sehingga dihasilkan grafit oksida. Selama proses oksidasi ini, beberapa gugus fungsi seperti gugus fenol, gugus epoksi, gugus keton, gugus karboksil, dan gugus karbonil terbentuk pada karbon. Grafit Oksida merupakan produk non stoikiometri yang terdiri dari karbon, oksigen, dan hidrogen.

Penambahan hidroksida peroksida menyebabkan sisa permanganat dan mangan dioksida menjadi larutan tidak berwarna. Warnanya berubah dari hitam kecokelatan menjadi kuning. Langkah ketiga adalah pembersihan dilakukan 1: 10 HCl. Tujuan pencucian adalah untuk menghilangkan ion logam. Pencucian air bertujuan untuk menaikkan pH. Sifat hidrofilik grafena sangat dipengaruhi oleh pH. Pada pH rendah, gugus karboksil menjadi terprotonasi seperti lembaran GO,

membuatnya kurang hidrofilik dan membentuk agregat. Pada pH tinggi, gugus karboksil terdeprotonasi, membuatnya sangat hidrofilik dan sangat larut dalam air. Oleh karena itu, pencucian dilakukan sampai pH 7. Sonikasi bertujuan untuk mendispersi pasta dalam air untuk menghilangkan karat grafit. Kemudian suspensi yang telah dipisahkan dengan disentrifugasi, tujuannya untuk menghilangkan grafit oksida yang tidak terkelupas dan menghasilkan endapan GO. Langkah terakhir adalah pengeringan untuk mendapatkan lembaran GO [9].

#### 2.4 Grafena Oksida Tereduksi (rGO)

Grafena oksida tereduksi adalah GO yang gugus fungsinya sudah tereduksi (berkurang). Ikatan yang sangat dominan terbentuk adalah ikatan kovalen antar atom karbon walaupun masih terdapat karbon yang berikatan dengan gugus fungsi karbonil dan sebagainya. Proses reduksi GO menjadi rGO menghilangkan kandungan oksigen pada GO dan memperkuat ikatan- $\pi$  atau ikatan kovalen yang berstruktur HCP (*Hexagonal Closed Pack*) sebagaimana pada **Gambar II. 3** [16].



**Gambar II. 3** Struktur kimia rGO

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis rGO dalam hal jumlah lapisan, luas, dan bentuknya. Sintesis rGO dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu reduksi kimia, termal, elektrokimia, hidrotermal, gelombang mikro, dan sinar gamma. Sedangkan untuk reduksi kimia, berbagai jenis bahan kimia telah digunakan untuk mengurangi gugus oksigen. Dalam banyak kasus, zat pereduksi kuat seperti *hydrazine monohydrate*, *hydroquinone*, *sodium borohydride*, dan *hydrohalic acid* telah digunakan sebagai zat pereduksi. Namun, bahan kimia ini dapat membahayakan lingkungan atau menjadi mahal jika digunakan dalam industri skala besar. Selain itu, lapisan grafena cenderung menggumpal dan

membentuk struktur grafit ketika bahan kimia kuat digunakan. Baru-baru ini, minat yang signifikan telah diarahkan untuk menggunakan logam (Fe, Al, Zn) sebagai agen reduksi GO. Meskipun demikian, partikel logam mungkin tetap menjadi pengotor dan memerlukan pengolahan lebih lanjut untuk menghilangkannya, sehingga memerlukan biaya yang lebih besar [38]. Maka dari itu, metode hidrotermal menjadi solusi terbaik dalam mensintesis rGO karena kemudahannya dan harganya yang relatif murah.

Metode hidrotermal adalah pendekatan yang menjanjikan dalam sintesis rGO dari GO, yang melibatkan reaksi kimia pada suhu dan tekanan tinggi di dalam *autoclave*, tanpa memerlukan bahan kimia berbahaya [39]. Teknik ini awalnya dikembangkan untuk pertumbuhan kristal mineral, tetapi kini banyak diterapkan dalam sintesis material nano, termasuk rGO [40]. Proses hidrotermal memberikan kontrol yang baik terhadap struktur dan ukuran material yang dihasilkan, serta memungkinkan penyesuaian parameter reaksi seperti suhu, tekanan, dan waktu [41]. Fleksibilitas ini sangat berguna untuk menghasilkan material dengan morfologi yang seragam dan kemurnian tinggi [42]. Selain itu, penggunaan air sebagai pelarut dalam proses hidrotermal menjadikannya lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan metode reduksi kimia konvensional yang sering menggunakan bahan berbahaya. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa variasi kondisi dalam proses hidrotermal dapat mempengaruhi sifat fisik rGO, termasuk ukuran partikel dan distribusi morfologi, yang sangat penting untuk aplikasi dalam bidang energi dan elektronik [39][41]. Dengan demikian, metode hidrotermal menjadi pilihan menarik dalam pengembangan material berbasis grafena yang lebih efisien dan berkelanjutan [40][42].

Perkembangan metode hidrotermal telah mengalami kemajuan yang pesat seiring meningkatnya kebutuhan akan material dengan karakteristik tertentu untuk berbagai aplikasi. Selain grafena, teknik ini juga digunakan untuk mensintesis berbagai material lain seperti oksida logam, perovskit, dan material berbasis karbon lainnya [43]. Proses hidrotermal memungkinkan sintesis material dengan kristalinitas tinggi serta dalam berbagai bentuk, termasuk nanorods, nanosheets, dan nanopartikel [44]. Keunggulan ini menjadikan metode hidrotermal sangat

menarik untuk menghasilkan material yang dapat diaplikasi dalam fotokatalis, superkapasitor, sensor, dan perangkat elektronik [40][45].

Dalam sintesis reduksi grafena oksida (rGO), metode hidrotermal terbukti efektif dalam menghasilkan rGO dengan derajat reduksi tinggi dan karakteristik material yang mendekati grafena murni [39]. Penggunaan agen pereduksi yang lebih ramah lingkungan, seperti asam askorbat atau etanol, telah dioptimalkan dalam proses ini, sehingga mengurangi dampak lingkungan dari sintesis tersebut [44]. Proses hidrotermal juga mengurangi risiko penggumpalan lapisan grafena yang sering terjadi pada metode reduksi kimia lainnya, meningkatkan kualitas produk akhir. Dengan kemampuan untuk menghasilkan material dalam skala besar dan dengan kualitas yang baik, metode hidrotermal menjadi pilihan menarik dalam industri material [45].

Dengan demikian, sintesis rGO melalui metode hidrotermal menawarkan berbagai keuntungan, seperti kontrol yang baik terhadap struktur dan komposisi material, penggunaan bahan kimia yang lebih ramah lingkungan, serta kemampuan untuk memproduksi material dalam skala besar dengan biaya yang relatif rendah menjadikan metode hidrotermal sebagai salah satu teknik yang paling menjanjikan dalam sintesis material berbasis grafena dan nanomaterial lainnya [46][47][48].

## 2.5 Perbedaan Grafit, GO, dan rGO

Grafit, Grafena Oksida (GO), dan Grafena Oksida Tereduksi (rGO) adalah material berbasis karbon dengan sifat fisik dan kimia yang berbeda. Grafit memiliki struktur berlapis dengan konduktivitas listrik tinggi, sedangkan GO, yang mengandung banyak gugus oksigen, bersifat hidrofilik dan memiliki konduktivitas listrik yang lebih rendah. Sementara itu, rGO, yang telah mengalami proses reduksi, memiliki konduktivitas listrik lebih tinggi dibandingkan GO, namun sifat hidrofiliknya menurun. Perbedaan ini mencerminkan potensi aplikasi unik masing-masing material dalam berbagai bidang, seperti energi, lingkungan, dan teknologi canggih [49]. Berikut merupakan perbedaan dari Grafit, GO, dan rGO yang ditunjukkan pada **Tabel II.1**.

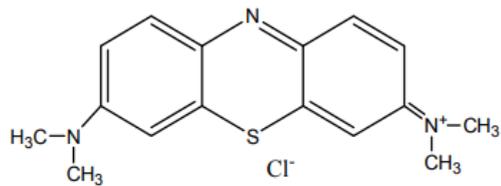
**Tabel II. 1** Perbedaan Grafit, GO, dan rGO

No	Aspek	Grafit	Grafena Oksida (GO)	Grafena Oksida Tereduksi (rGO)
1.	Struktur	Lapisan karbon 3D dengan ikatan <i>van der Waals</i>	Lapisan karbon 2D dengan gugus oksigen	Lapisan karbon 2D dengan sedikit gugus oksigen
2.	Gugus fungsi	Tidak ada	Epoksi, hidroksil, karbonil, dan karboksil	Gugus oksigen sebagian besar dihilangkan
3.	Konduktivitas listrik	Tinggi	Rendah (karena adanya gugus oksigen)	Tinggi (mendekati grafena)
4.	Sifat hidrofilik	Hidrofobik	Hidrofilik	Kurang hidrofilik
5.	Warna	Abu-abu hitam	Hitam kecoklatan	Hitam
6.	Stabilitas termal	Sangat tinggi	Lebih rendah karena gugus oksigen	Lebih tinggi dibandingkan GO
7.	Efisiensi transfer elektron	Rendah	Sedang	Tinggi (mendekati grafena)
8.	Kestabilan fotokatalis	Tinggi	Sedang (dapat terdegradasi selama reaksi)	Tinggi (lebih stabil dibandingkan GO)
9.	Interaksi dengan semikonduktor	Rendah	Tinggi (membentuk heterojunction dengan baik)	Tinggi
10.	Pengaruh gugus fungsi oksigen	Tidak ada	Meningkatkan transfer muatan dan adsorpsi polutan	Berkurang (lebih dekat ke grafena murni)

## 2.6 Limbah Metilena Biru (MB)

Metilena biru (MB), merupakan pewarna kationik yang paling sering digunakan sebagai zat warna pada industri tekstil karena harganya yang murah dan dapat menyebabkan masalah lingkungan perairan jika tidak ditangani dengan tepat [50].

Metilena biru dengan rumus molekul  $C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$  seperti pada **Gambar II. 4**. MB memiliki bentuk kristal berwarna hijau gelap apabila dimurnikan. Senyawa ini merupakan senyawa yang stabil dalam udara, tidak berbau, serta larut dalam klorofom, zat cair dan alkohol. MB akan berwarna biru tua ketika dilarutkan dalam air. Zat ini memiliki berat molekul senilai 319,85 g/mol [51].



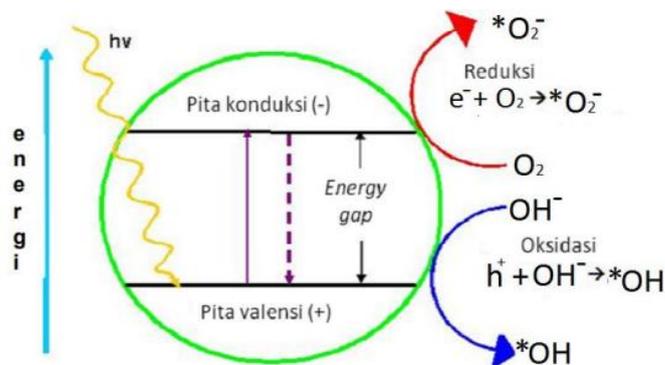
**Gambar II. 4** Struktur metilena biru

Pewarna ini tidak terlalu beracun bagi manusia, tetapi dapat menyebabkan iritasi mata, iritasi kulit, efek sistematis, termasuk perubahan darah. Selain itu paparan senyawa ini pada tingkat tertentu dapat menyebabkan muntah, mual, diare, pusing, keringat berlebih dan radang pencernaan [52].

## 2.7 Fotokatalisis

Fotokatalisis dirangkai dari dua buah kata, yakni foto dan katalis. Foto dapat didefinisikan sebagai suatu sinar, sedangkan katalis didefinisikan sebagai suatu zat yang mempercepat reaksi. Dapat diartikan bahwa fotokatalis adalah suatu proses untuk mempercepat reaksi yang berjalan karena adanya cahaya dengan menggunakan katalis. Menurut IUPAC, definisi fotokatalisis adalah suatu reaksi katalitik yang melibatkan absorpsi cahaya oleh material katalis. Dalam media air, senyawa organik dapat dioksidasi menjadi karbon dioksida dan air. Berarti proses tersebut dapat membersihkan air dari pencemar organik.

Aktivitas fotokatalis bergantung pada kemampuan katalis menghasilkan pasangan *electron-hole* di pita valensi. *Hole* berperan dalam oksidasi, sementara *electron-hole* mempercepat transfer elektron dan reaksi redoks. Mekanisme fotokatalis ditunjukkan pada **Gambar II. 5** [53].



**Gambar II. 5** Mekanisme fotokatalis [53]

Secara umum, mekanisme fotokatalis adalah pembentukan radikal OH<sup>-</sup> dan spesi superoksida anion dari oksigen. Ketika fotokatalis mengabsorpsi cahaya dengan Panjang gelombang tertentu, maka fotokatalis akan memperoleh energi. Energi tersebut akan digunakan untuk eksitasi elektron dari pita valensi (*valence band*) menuju pita konduksi (*conduction band*). Setelah elektron tereksitasi, akan dihasilkan suatu *hole* pada pita valensi. *Hole* akan memecah air dan membentuk suatu hidroksi radikal. Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan molekul organik dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen membentuk spesi anion superoksida. Anion superoksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecahan molekul organik membentuk produk. Siklus ini akan terus berulang sampai reaksi selesai [53].

## 2.8 Fotodegradasi

Fotodegradasi adalah proses penguraian senyawa organik menjadi lebih sederhana dengan bantuan energi foton dari sinar UV dengan bantuan fotokatalis yang berbahan semi konduktor [54]. Prinsip yang digunakan pada fotodegradasi adalah ketika dikenai energi foton akan terjadi loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi logam semikonduktor, yang mana loncatan tersebut menyebabkan adanya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan air (pelarut) membentuk radikal OH. Radikal memiliki sifat aktif sehingga mampu mengurai senyawa pengotor seperti senyawa organik [55].

Presentasi degradasi (D%) dapat dihitung dengan menggunakan konsep kinetik degradasi dengan persamaan 4.

$$D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} 100\% \dots\dots\dots (4)$$

Dimana C<sub>0</sub> merupakan konsentrasi awal dan C<sub>t</sub> adalah konsentrasi pada waktu t.

## 2.9 Instrumen

Untuk menghasilkan data yang akurat perlu adanya analisis yang lebih mendalam dengan bantuan instrumen. Instrumen adalah suatu perangkat yang harus memenuhi standar akademis agar dapat digunakan sebagai alat pengukur objek atau untuk mengumpulkan data terkait suatu variabel. Kualitas instrumen dianggap baik

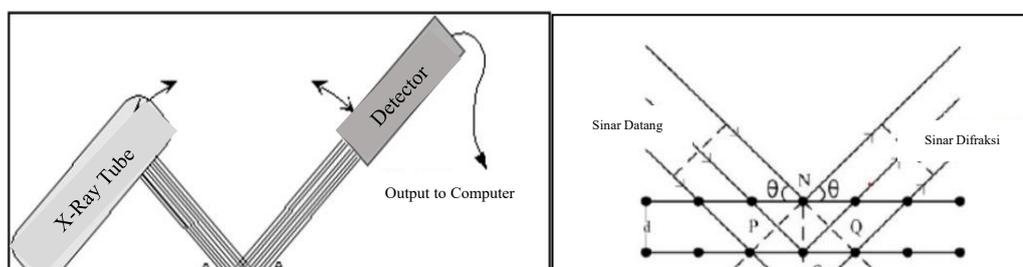
apabila memenuhi kriteria validitas dan reliabilitas, termasuk validitas isi, konstruk, dan empirik, serta reliabilitas konsistensi tanggapan dan konsistensi gabungan butir. Dengan kata lain, instrumen yang dapat diandalkan dan akurat harus dapat mengukur dengan tepat, mencakup aspek yang diinginkan, dan memberikan hasil yang konsisten ketika digunakan berulang kali [56]. Pada bagian ini instrumen yang digunakan adalah XRD, SEM, UV-DRS, dan UV-Vis.

### 2.8.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Difraksi sinar-X atau *X-ray diffraction* merupakan metode spektroskopi yang memanfaatkan sinar-X untuk mendeteksi keberadaan senyawa dalam suatu material dengan mengamati pola pembiasan cahaya akibat difraksi oleh sekumpulan atom dalam kisi kristal material tersebut, sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar II. 6**.



Proses analisis menggunakan XRD melibatkan penempatan bahan uji pada difraktometer sinar-X, di mana sinar-X dipancarkan ke sampel untuk mengidentifikasi struktur kristalinya. Prinsip dasar dari analisis XRD ini bergantung pada interaksi sinar-X dengan susunan atom-atom dalam bahan uji, yang membentuk bidang spesifik dalam kisi kristal. Ketika sinar-X mengenai bidang ini pada sudut tertentu, akan terjadi difraksi yang menghasilkan pola refleksi khas. Pola ini kemudian dianalisis untuk menentukan struktur kristal, fase material, ukuran kristalit, dan parameter kisi sampel yang diuji. Mekanisme dan hasil difraksi ini ditunjukkan pada **Gambar II. 7**.



**Gambar II. 7** Metode XRD [62]

Pada **Gambar II. 7**, Menjelaskan Metode XRD melibatkan penembakan sinar-X pada sampel padatan kristalin, yang kemudian diarahkan untuk difraksikan ke segala arah sesuai dengan prinsip Hukum *Bragg*.

Hukum Bragg merupakan prinsip dasar dalam teknik difraksi sinar-X yang menjelaskan bagaimana sinar-X berinteraksi dengan struktur kristal suatu material. Hukum ini ditemukan oleh William Henry Bragg dan William Lawrence Bragg pada tahun 1913. Dalam proses ini, detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang tetap untuk menangkap sinar-X yang terdifraksi oleh sampel. Sampel, baik berupa serbuk maupun padatan kristalin, memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, termasuk partikel-partikel kristal di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi ini memiliki sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X terjadi sesuai dengan prinsip Hukum *Bragg* pada persamaan 5 [57].

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (5)$$

dimana,

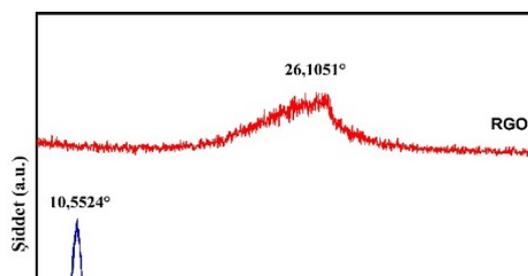
$n$  = orde difraksi (1,2,3, ...)

$\lambda$  = panjang sinar-X

$d$  = jarak kisi

$\theta$  = sudut difraksi

Analisis dengan instrumen XRD dapat digunakan dalam mengidentifikasi struktur kristal, fase kristal, parameter kisi, dan dimensi partikel. Contoh dari hasil XRD berupa difraktogram GO dan rGO pada **Gambar II. 8**.



### **Gambar II. 8** Difraktogram GO dan rGO

Berdasarkan **Gambar II. 8**, bahwa GO membentuk puncak pada  $10,5524^\circ$  dan untuk rGO sebesar  $26.105^\circ$ .

#### 2.8.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

*Scanning electron microscopy* adalah jenis mikroskop elektron yang dapat menghasilkan gambar permukaan suatu sampel dengan resolusi tinggi pada **Gambar II. 9**.

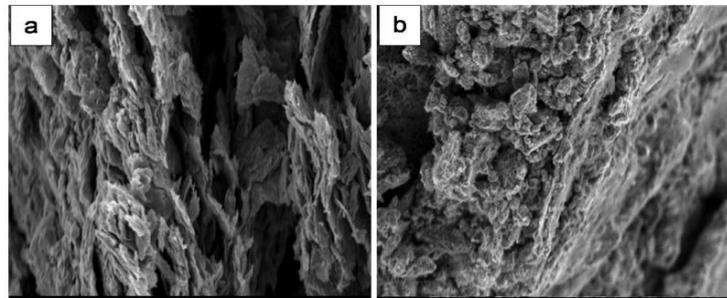


**Gambar II. 9** Instrumen SEM [97]

Cara kerja alat SEM melibatkan penggunaan hamburan balik elektron (*electron beam*) pada permukaan objek, diikuti dengan pendeteksian elektron yang muncul pada permukaan objek untuk mengambil gambar. Gambaran ini muncul dari hasil pendeteksian elektron berdasarkan elektron terdistribusi atau elektron sekunder. Elektron yang tersebar berasal dari bagian sampel yang lebih dalam dan karenanya dapat memberikan informasi tentang komposisi sampel, karena elektron

dengan massa yang lebih besar tersebar lebih banyak dan lebih terang pada gambar yang dihasilkan. Sebaliknya, elektron berasal dari permukaan sampel berdasarkan elektron sekunder dan energinya rendah, sekitar 5-50 Ev [58].

Hasil dari analisis SEM berupa gambar yang menunjukkan morfologi bahan uji secara mendetail. Gambar tersebut memberikan gambaran visual permukaan material, seperti bentuk, tekstur, dan ukuran dari partikel-partikel yang ada. Dengan teknologi pembesaran tinggi dan resolusi yang tajam, SEM mampu mengungkap struktur mikro bahan yang tidak dapat diamati melalui pengamatan langsung tanpa bantuan alat optik. Berikut pada **Gambar II.10** merupakan contoh hasil dari SEM.



**Gambar II. 10** Hasil analisis morfologi dengan SEM a) GO dan b) rGO

Berdasarkan Gambar II.10, menunjukkan bahwa GO dan rGO memiliki bentuk nanosheet dan morfologi GO yang teramati bahwa struktur lembaran tebal seperti serpihan yang canggung (susun tatap muka) dengan pori-pori dan tepi berkerut. Adanya gugus fungsi yang mengandung oksigen, misalnya hidroksil, karboksil di bagian tepi, dan gugus epoksida di bagian dalam, dapat merusak lapisan permukaan GO sehingga membuatnya lebih kasar dibandingkan rGO. Selain itu, interaksi antargugus fungsi ini juga dapat mempengaruhi sifat hidrofobitas dan stabilitas dispersi GO dalam pelarut tertentu. Perbedaan karakteristik antara GO dan rGO ini berperan penting dalam aplikasinya di berbagai bidang, seperti penyimpanan energi dan sensor berbasis nanomaterial [12].

### 2.8.3 *Ultraviolet Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS)*

*Ultraviolet diffuse reflectance spectroscopy* adalah instrumen spektroskopi yang digunakan untuk menganalisis material tidak transparan, seperti serbuk atau film tipis, dengan cara mengukur reflektansi cahaya ultraviolet dan tampak. Prinsip kerja UV-DRS melibatkan pengiriman cahaya ultraviolet ke sampel, di mana

sebagian cahaya diserap dan sebagian lainnya dipantulkan. Refleksi ini kemudian diukur untuk mendapatkan spektrum yang memberikan informasi tentang struktur elektronik dan sifat optik material. Fungsi dan pengaplikasian dari UV-DRS mencakup analisis kualitas material, penentuan struktur elektronik, serta karakterisasi GO dan rGO, termasuk analisis perubahan struktur akibat proses reduksi [59].

Sistem UV-DRS terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu sumber cahaya (biasanya lampu deuterium atau tungsten), monokromator untuk memisahkan cahaya menjadi panjang gelombang tertentu, detektor yang mengukur intensitas cahaya yang dipantulkan dari sampel, dan kompartemen sampel tempat analisis dilakukan seperti pada **Gambar II.11** [60]. Dalam konteks pengaplikasian, UV-DRS digunakan secara luas untuk menganalisis GO dan rGO dengan tujuan menentukan band gap energi yang berhubungan dengan kemampuan fotokatalitik material. Selain itu, teknik ini juga memungkinkan pemantauan perubahan sifat optik selama proses reduksi GO menjadi rGO, yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya [60][61].



**Gambar II. 11** Instrumen UV-DRS

Keuntungan menggunakan UV-DRS dalam analisis GO dan rGO antara lain adalah akurasi tinggi dalam memberikan data spektral yang detail tentang transisi elektronik, sifat non-destruktif yang tidak merusak sampel selama analisis, serta kemampuan untuk memberikan informasi tambahan tentang interaksi antara senyawa dan cahaya seperti nilai celah pita. Dengan demikian, UV-DRS menjadi alat penting dalam penelitian material baru, terutama dalam pengembangan

teknologi berbasis grafena untuk aplikasi energi terbarukan dan lingkungan [59][60].

#### 2.8.4 Spektrofotometri UV-Vis

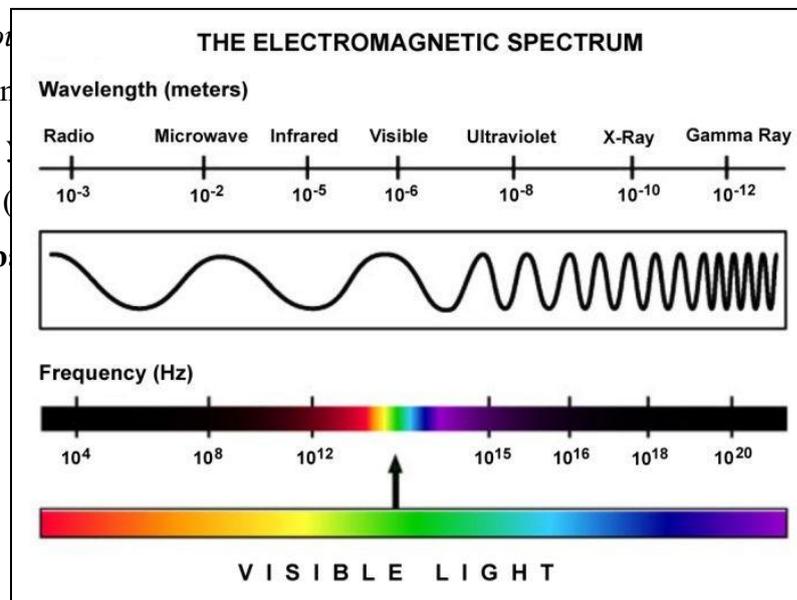
Spektrofotometri Ultraviolet-Visible (UV-Vis) merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan visible yang menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda, sumber cahaya UV dan sumber cahaya *visible*.

Spektrofotometri UV-Vis merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasari pada molekul selalu mengabsorpsi cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis) [62].

Prinsip spektrofotometer UV-Vis berdasarkan suatu berkas radiasi melewati sampel dan adanya intensitas sinar yang diteruskan. Intensitas atau kekuatan radiasi sinar sebanding dengan jumlah foton yang melalui satuan luas penampung per detik. Serapan dapat terjadi jika radiasi yang diberikan sama dengan energi yang dibutuhkan.

Setiap molekul mempunyai energi dengan memperhatikan jumlah komponen. Penyerapan energi dapat berupa energi translasional, vibrasional, rotasional dan elektronik. Energi tersebut mampu menyebabkan terjadinya transisi elektronik. Transisi elektronik akan meningkatkan energi molekuler dari keadaan rendah atau

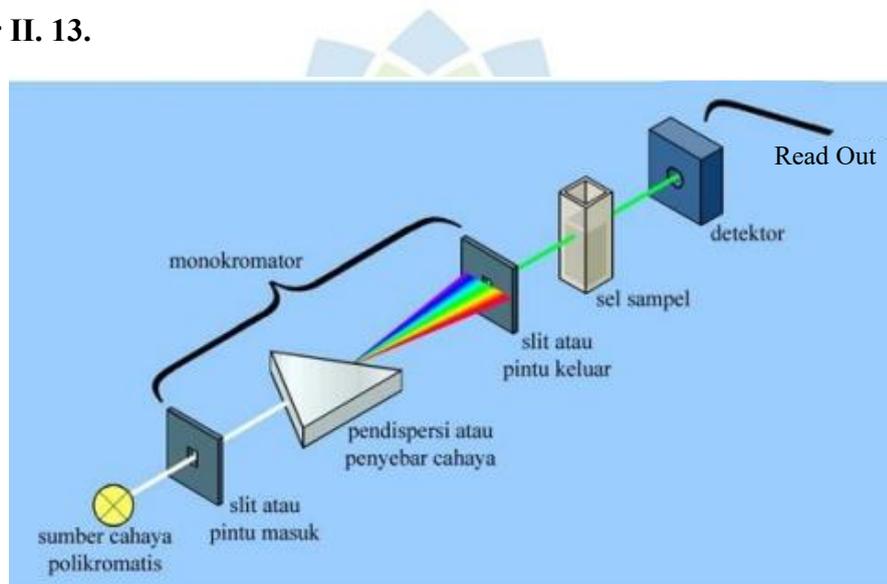
dasar (*ground state*) ke keadaan yang lebih tinggi. Spektrofotometri UV-Vis digunakan, terutama dalam daerah inframerah (IR) dan pada Gambar 2.8.4.



secara  
mik yang  
, daerah  
at dilihat

**Gambar II. 12** Panjang gelombang elektromagnetik [98]

Berikut merupakan komponen dan alur kerja dari spektrometri UV-Vis pada **Gambar II. 13**.



**Gambar II. 13** Alur kerja spektrometri UV-Vis

Pada **Gambar II. 13**, spektrofotometri UV-Vis digunakan untuk menganalisis konsentrasi senyawa dalam larutan dengan mengukur intensitas cahaya yang diserap pada panjang gelombang tertentu. Prosesnya dimulai dengan sumber cahaya polikromatis yang mengirimkan cahaya pada berbagai panjang gelombang. Cahaya ini melewati slit atau celah masuk untuk memastikan hanya berkas cahaya tertentu yang masuk ke monokromator. Monokromator, yang biasanya terdiri dari prisma atau kisi difraksi, akan menguraikan cahaya menjadi spektrum panjang gelombang yang berbeda, memungkinkan pemilihan panjang gelombang spesifik untuk analisis [63].

Setelah cahaya monokromatik terbentuk, berkas cahaya melewati slit atau celah keluar dan menuju sel sampel yang berisi larutan sampel. Ketika cahaya melewati larutan, sebagian energi akan diserap oleh molekul dalam sampel, sesuai dengan panjang gelombang cahaya yang sesuai dengan perbedaan tingkat energi molekul tersebut. Sisa cahaya yang tidak diserap diteruskan ke detektor yang mengukur intensitas cahaya keluar, menghasilkan data absorbansi yang kemudian dikalkulasi menggunakan hukum Lambert-Beer. Hukum ini menyatakan bahwa absorbansi larutan sebanding dengan konsentrasi senyawa yang ada di dalamnya, asalkan konsentrasi tidak terlalu tinggi untuk mencegah efek deviasi [63]. Hasil akhir dari spektrofotometri UV-Vis adalah spektrum absorbansi yang dapat dianalisis lebih lanjut untuk menentukan konsentrasi senyawa dalam sampel [63].

