

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT KARBON ZnO NANOSTRUKTUR MENGGUNAKAN METODE *DIP-COATING*

Wetya Fatma Kumala Sari¹, Erman Taer¹, Rika Taslim²

¹Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau
Kampus Bina Widya Pekanbaru, 28293, Indonesia

²Jurusan Teknik

Fakultas Sains Teknologi Universitas Islam Negeri Riau Sultan Syarif Kasim
Jl.H.R Soebrantas, 28293, Indonesia
wetyafatmakumalasari@yahoo.com

ABSTRACT

The performance of activated carbon monoliths from rubber wood has been enhanced by modifying the surface through the addition of Zinc Oxide (ZnO) by dip coating method with immersion 30 minutes. The sample activated by combination of physical-chemical activation were named as E F and Carbon sample that had been grown nanoparticle ZnO were name as EK F. The physical properties, density crystalline, surface morphology and content element of the sample have been tested and analyzed. Density of E F was obtained $0,379 \text{ g.cm}^{-3}$ and density value for sample EK F was obtained $0,390 \text{ g.cm}^{-3}$. The measurement of Scanning Electron Microscope (SEM) showed the nanoparticle ZnO, and measurement of Energy Dispersive X-Ray (EDX) determines the atomic percentage of the element zinc, i.e 5,80%. Measurement of X-Ray Diffraction (XRD) showed the peaks of composite carbon electrode occurred at 2θ of 22,880 and 44,480 due to presence of carbon structure with their crystal orientation of (002) and (001). Electrochemical properties for carbon electrode cell and composite electrode carbon with the addition zinc oxide (ZnO) were analyzed using cyclic voltammetry. For carbon electrode without nanoparticle ZnO has specific capacitance of $53,90 \text{ F.g}^{-1}$ and the specific capacitance for composite carbon electrode with immersing 30 minutes is $63,53 \text{ F.g}^{-1}$. The result of the overall study showed that the modification carbon electrode with addition of nanoparticle ZnO increased the values of specific capacitance electrode carbon for supercapacitor applications.

Keywords : Rubber Wood, Supercapacitor, Nanoparticle ZnO, Electrode Carbon Monoliths

ABSTRAK

Kinerja karbon aktif monolit dari kayu karet telah ditingkatkan dengan modifikasi permukaan melalui penambahan seng oksida (ZnO) menggunakan metode *Dip-Coating* dengan waktu perendaman selama 30 menit. Sampel karbon yang telah

diaktivasi secara kombinasi fisika-kimia diberi kode E F dan sampel karbon yang telah di tumbuhi nanopartikel ZnO di beri kode EK F. Sifat fisis meliputi nilai densitas, sifat kristalin, struktur morfologi sampel dan kandungan unsur telah di uji. Nilai densitas untuk sampel E F sebesar $0,379 \text{ g.cm}^{-3}$ dan nilai densitas untuk sampel EK F sebesar $0,390 \text{ g.cm}^{-3}$. Hasil uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) permukaan elektroda karbon komposit menunjukkan keberadaan nanopartikel ZnO dan dari hasil analisa energi dispersif sinar-X (EDX) persentase atomik unsur seng adalah 5,80 %. Pengujian difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan puncak difraksi terjadi pada 2θ pada sudut $22,88^\circ$ dan $44,48^\circ$ yang menggambarkan struktur amorf senyawa karbon dengan orientasi kristal (002) dan (001). Sifat elektrokimia untuk sel elektroda karbon dan elektroda komposit karbon dengan penambahan seng oksida (ZnO) dianalisis menggunakan metode siklik voltametri, untuk elektroda karbon yang belum ditumbuhi nanopartikel ZnO memiliki nilai kapasitansi spesifik $53,90 \text{ F.g}^{-1}$ dan untuk nilai kapasitansi spesifik elektroda komposit dengan waktu perendaman 30 menit $63,54 \text{ F.g}^{-1}$. Hasil penelitian secara keseluruhan menunjukkan bahwa modifikasi elektroda karbon dengan penambahan nanopartikel ZnO telah meningkatkan nilai kapasitansi spesifik elektroda karbon untuk aplikasi superkapasitor.

Kata Kunci : Kayu Karet, Superkapasitor, Nanopartikel ZnO, Elektroda Karbon Monolit

PENDAHULUAN

Nilai energi dan daya pada superkapasitor ditentukan oleh jenis elektroda yang digunakan. Secara umum ada dua mekanisme penyimpanan energi oleh elektroda yang digunakan dalam superkapasitor yaitu *Electrochemical Double-Layer Capacitor* (EDLC) yaitu kapasitor elektrokimia yang memiliki rapat energi yang lebih besar dari pada kapasitor biasa dan *Pseudo-capacitance* yang merupakan superkapasitor yang menyimpan energinya berdasarkan pada prinsip reduksi-oksidasi.

Penggunaan kedua mekanisme penyimpanan energi oleh elektroda ini dapat digunakan untuk mendapatkan nilai daya yang lebih tinggi dan meningkatkan energi untuk

sebuah piranti superkapasitor dengan cara menambahkan oksida logam pada karbon yang berpori. Beberapa oksida logam yang umum digunakan sebagai elektroda pada superkapasitor adalah seperti: Ruthenium Oksida (RuO_2), Mangan Oksida (MnO_2), Nikel Oksida (NiO) dan Kobalt Oksida (Co_3O_4) (C.D. Lokhande, et.al, 2011). Logam oksida lain yang juga dilaporkan dalam beberapa jurnal sebagai elektroda superkapasitor adalah Seng Oksida (ZnO), graphene-ZnO dan CNT-ZnO (Y.Zhang, et.al, 2009).

Seng oksida (ZnO) sebenarnya sudah sering digunakan sebagai elektroda aktif pada piranti solar sel, elektroda pada baterai dan dapat menghasilkan kerapatan energi yang tinggi yaitu 650 Wh/Kg (Jun Wang, et.al, 2011). ZnO telah banyak

digunakan dalam berbagai elektroda karena memiliki aktivitas kimia yang baik, ramah lingkungan dan mempunyai harga yang relatif lebih murah.

Pada penelitian ini, akan dibuat modifikasi permukaan makro pori karbon aktif dari potongan kayu karet dengan penumbuhan nanopartikel ZnO dan digunakan sebagai elektroda superkapasitor. Penumbuhan nanopartikel ZnO dilakukan menggunakan metode *Dip-Coating* dengan waktu perendaman selama 30 menit. *Dip-Coating* atau pelapisan dengan perendaman merupakan salah satu metode penumbuhan nanopartikel. Metode ini merupakan metode yang paling sederhana dalam penumbuhan nanopartikel dan relatif murah, dimana substrat direndam di dalam larutan inti (*precursor*). Kemudian dilanjutkan dengan proses pengeringan sehingga diperoleh lapisan tipis pada substrat. Penambahan nanopartikel ZnO pada permukaan elektroda karbon diharapkan dapat meningkatkan energy dan daya superkapasitor.

METODE PENELITIAN

Proses pembuatan dan karakterisasi nanopartikel ZnO pada elektroda karbon dari kayu karet dilakukan dengan metode *Dip-Coating*. Dalam penelitian ini dilakukan pengukuran sifat fisis elektroda karbon komposit yang meliputi densitas, morfologi permukaan, kandungan unsur dan struktur kristal dari elektroda karbon. Sedangkan pengukuran sifat elektrokimia elektroda karbon yang dibahas adalah kapasitansi spesifik

menggunakan metode Siklik Voltammogram (CV).

a. Persiapan Elektroda Karbon dan Penumbuhan nanopartikel ZnO

Kayu karet yang telah dicetak menggunakan hydraulic press dan dikarbonisasi menggunakan gas N₂ dengan suhu 700⁰C selama ±8-9 jam kemudian dilakukan pemolesan menggunakan kertas pasir konveks P1000 dan P1200 hingga mencapai diameter ±12 mm dan tebal ±0,5 mm. Elektroda karbon yang dibuat dari proses karbonisasi kemudian di aktivasi melalui aktivasi fisika menggunakan gas CO₂ dengan suhu 900⁰C selama 2 jam untuk meningkatkan luas permukaan elektroda karbon (Taer et.al., 2012). Proses aktivasi dilanjutkan dengan aktivasi kimia menggunakan 3M KOH dan larutan 25% HNO₃ dan diberi kode E F.

Modifikasi elektroda karbon dilakukan dengan penambahan nanopartikel ZnO pada permukaan karbon dengan metode *Dip-Coating*. Langkah pertama *Dip-Coating* yaitu perendaman dimana substrat karbon aktif direndam di dalam larutan inti (*precursor*). Larutan inti dibuat dengan konsentrasi 0,01 M zinc asetat murni (Zn(CH₃COO)₂) yang dilarutkan dengan ethanol dan diaduk secara terus menerus selama 60 menit dalam suhu ruang (A.A Umar et.al., 2012).

Elektroda karbon direndam di dalam larutan ZnO 0,01 M selama 30 menit, kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 110⁰C selama 24 jam.

Kerangka utama sel superkapasitor yang digunakan untuk pengukuran penelitian ini berbentuk persegi panjang yang terbuat dari bahan akrilik. Sel superkapasitor tersusun dari kerangka berbentuk persegi, teflon, pengumpul arus yang terbuat dari *stainless steel*, elektroda karbon dan separator (pemisah). Sebelum proses pengukuran elektroda karbon monolit terlebih dahulu direndam dalam larutan KOH selama 2 x 24 jam agar elektrolit dapat masuk secara merata ke dalam elektroda karbon monolit.

b. Pengukuran Sifat Fisis

Pengukuran densitas elektroda karbon dilakukan dengan mengukur diameter dan tebal elektroda karbon sebelum dan setelah ditumbuhi nanopartikel ZnO. Tampilan morfologi permukaan elektroda diukur menggunakan metode *Scanning Electron Microscope* (SEM), tahap awal pengukuran menggunakan alat seri SUPRA 55VP dan pengukuran kedua dilakukan menggunakan alat Hitachi S-3400N dan kandungan unsur dari elektroda karbon komposit diukur menggunakan metode Energi Dispersif Sinar-X (EDX) menggunakan alat JEOL-JSM 6360LA. Pola Difraksi Sinar-X (XRD) digunakan untuk menentukan sifat Kristal dari elektroda karbon menggunakan alat Philip X-Pert Pro PW 3060/10 dengan sumber sinar Cu k- α dan panjang gelombang 1,5418Å.

c. Pengukuran Sifat Elektrokimia

Pengukuran Siklik Voltammogram (CV) menggunakan alat Physics CV UR Rad-Er 5841

yang dikontrol dengan software cyclic voltammetry CVv6 dengan lebar potensial dari 0-1V menggunakan laju scan 1mV/s. Pengukuran ini bertujuan untuk mengetahui nilai kapasitansi spesifik dari elektroda karbon.

HASIL DAN PEMBAHASAN

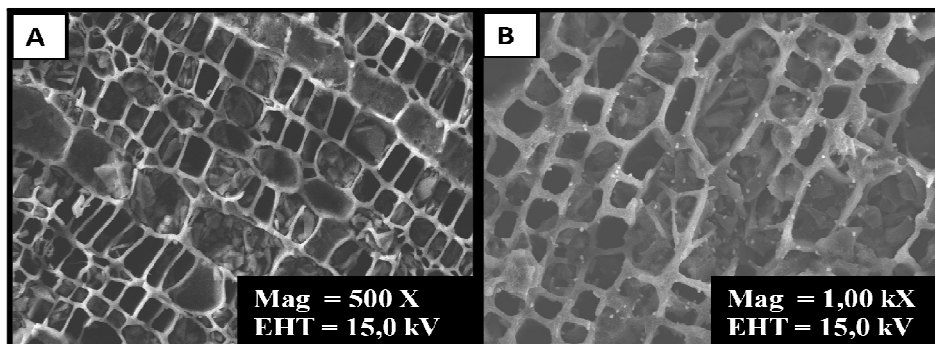
Hasil dan pembahasan dari penelitian yang dilakukan berupa karakterisasi dan pengukuran sifat fisis elektroda karbon yang meliputi densitas, tampilan morfologi permukaan menggunakan metode *Scanning Electron Microscope* (SEM), kandungan unsur menggunakan metode Energi Dispersif Sinar-X (EDX) dan sifat kristal menggunakan metode Difraksi Sinar-X (XRD). Sedangkan untuk sifat elektrokimia elektroda karbon menggunakan metode Siklik Voltammogram (CV).

a. Hasil Pengukuran Sifat Fisis

Hasil pengukuran densitas elektroda karbon dari kayu karet mengalami peningkatan setelah dilakukan penumbuhan nanopartikel ZnO. Nilai densitas elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO yang diberi kode E F adalah 0,0379 gr/cm³ sedangkan untuk densitas elektroda karbon komposit dengan nanopartikel ZnO yang diberi kode EK F sebesar 0,390 gr/cm³. Hal ini disebabkan oleh pertambahan massa dari elektroda karbon dengan nanopartikel ZnO. Pertambahan massa disebabkan karena adanya nanopartikel yang menempel pada permukaan elektroda karbon. Perbedaan nilai densitas dapat dilihat dari Tabel.1

Tabel 1. Nilai densitas elektroda karbon dan elektroda karbon komposit

No	Kode Sampel	Massa (gr)	Tebal (mm)	Diameter (mm)	Densitas (gr/cm ³)
1.	E F	0.0214	0.05	11,98	0.379
2.	EK F	0.0220	0.05	11,98	0.390



Gambar 1. Hasil SEM (A) permukaan elektroda karbon tanpa nano partikel ZnO dengan perbesaran 500 X (B) permukaan elektroda karbon setelah penumbuhan nanopartikel ZnO dengan perbesaran 1000 X

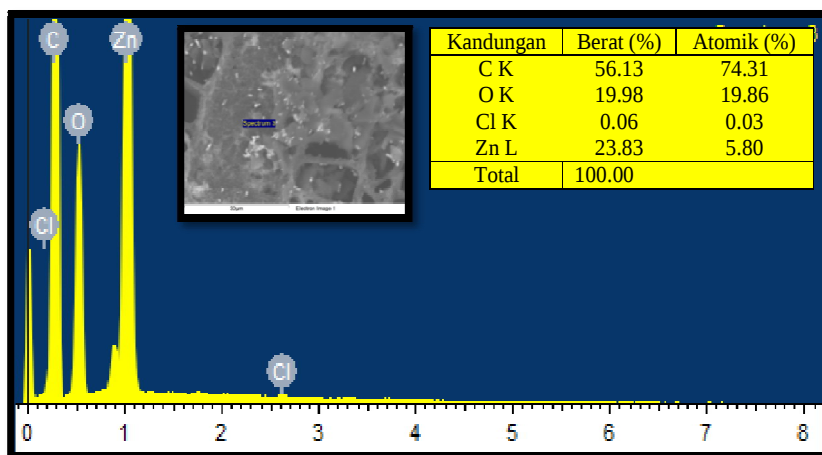
Hasil tinjauan *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada permukaan elektroda karbon dan elektroda karbon komposit dapat dilihat pada Gambar.1. Gambar 1 (A) menunjukkan tampilan morfologi permukaan elektroda karbon sebelum ditumbuhkan nanopartikel ZnO dengan aktivasi 3 M KOH dan larutan 25% HNO₃ dengan perbesaran 500 X yang memperlihatkan bentuk pori pada permukaan elektroda karbon. Secara pori yang dihasilkan berbentuk persegi panjang dengan ukuran yang berbeda-beda, bentuk pori ini memudahkan ion elektrolit mengalir masuk kedalam pori pada saat berlangsungnya proses charge-discharge sehingga mikroporinya dapat terisi serta menjamin adanya peningkatan nilai kapasitansi. Gambar

1 (B) menampilkan hasil SEM pada permukaan elektroda karbon komposit setelah dilakukan penumbuhan nanopartikel ZnO selama 30 menit dengan perbesaran 1000 X. Keberadaan nanopartikel dapat dilihat dengan adanya partikel-partikel halus berwarna putih pada permukaan elektroda karbon dimana pada Gambar 1 (A) tidak terlihat partikel-partikel halus berwarna putih.

Hubungan antara intensitas sinar-X dan sudut difraksi untuk elektroda karbon yang dikarakterisasi dengan metode difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 3. Gambar 3 menunjukkan difraktogram yang teramati untuk sampel elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO dan elektroda karbon komposit dengan nanopartikel ZnO yang menunjukkan

keberadaan dua puncak. Puncak pertama berada pada sudut $2\theta = 24,28^\circ$ dan puncak kedua berada pada sudut $2\theta = 44,06^\circ$ yang memiliki nilai hkl (002) dan (100) dengan struktur karbon adalah amorf. Hasil yang hampir sama juga dilaporkan dari penelitian sampel karbon dari ampas tebu (Manik, 2013). Hasil XRD untuk penumbuhan nanopartikel ZnO dengan waktu perendaman 30 menit ditunjukkan oleh grafik yang berwarna merah. Pola XRD yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan nilai parameter lebar (La) dan tinggi lapisan (Lc) dengan bantuan program *microcal origin*.

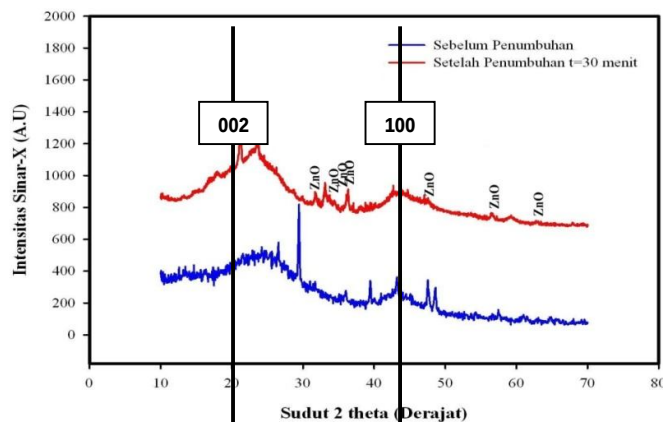
Data-data fitting yang diperoleh dari hasil fitting menggunakan program *microcal origin* ditampilkan dalam Tabel 2. Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa terjadi pergeseran sudut 2θ untuk bidang (002) dan bidang (100). Perubahan ini menghasilkan perubahan nilai $d(002)$ yang semakin meningkat dan nilai $d(100)$ semakin menurun. Data lain yang ditunjukkan pada tabel adalah nilai Lc dan La, dimana nilai Lc Meningkat setelah dilakukan ditumbuhkan nanopartikel ZnO. Sedangkan untuk nilai La, pada saat perendaman selama 30 menit menurun.



Gambar 2. Hasil pengujian EDX untuk elektroda karbon setelah ditumbuhi nano partikel ZnO dengan waktu perendaman selama 30 menit.

Tabel 2. Parameter kisi sampel berdasarkan hasil XRD

No	Kode Sampel	2θ (002) ($^\circ$)	2θ (100) ($^\circ$)	d (002) (nm)	d (100) (nm)	Lc (002) (nm)	La (100) (nm)
1.	Sebelum Penumbuhan	24.289	44.064	3.66	2.05	10.20	35.80
2.	Setelah Penumbuhan DC = 30 menit	22.888	44.489	3.88	2.03	13.82	31.25



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X

Tabel 3. Nilai kapasitansi untuk elektroda karbon

No	Sampel	S (V)	m rata-rata	Ic	Id	Csp (F/g)
1.	Sebelum penumbuhan	0,001	0,0182	0,000566	-0,000415	53,901
2.	Setelah penumbuhan Dc=30 menit	0,001	0,0211	0,000716	-0,000625	63,544

b. Hasil pengukuran sifat elektrokimia

Siklik voltamogram (CV) pada pengukuran sel superkapasitor digunakan untuk mempelajari stabilitas dan reversibilitas (kedapatbalikan) kapasitor listrik lapisan ganda. Besarnya nilai kapasitansi spesifik untuk elektroda karbon sebelum penumbuhan dan setelah penumbuhan dengan waktu perendaman 30 menit ditunjukkan pada Tabel 3.

KESIMPULAN

Elektroda karbon dari kayu karet tanpa nanopartikel ZnO diberi kode E F dan elektroda karbon dengan penambahan nanopartikel ZnO menggunakan metode dip coating dengan waktu perendaman

selama 30 menit telah berhasil dibuat dan diberi kode EK F untuk aplikasi superkapasitor.

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan mengenai sifat fisis yang dilakukan terhadap elektroda karbon dari kayu karet dapat dilihat nilai densitas elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO yang diberi kode E F adalah $0,0379 \text{ gr/cm}^3$ sedangkan untuk densitas elektroda karbon komposit dengan nanopartikel ZnO yang diberi kode EK F sebesar $0,390 \text{ gr/cm}^3$. Hasil SEM menunjukkan tampilan morfologi permukaan yang beragam. Pada permukaan sampel elektroda komposit dengan waktu perendaman 30 menit menunjukkan adanya partikel halus berwarna putih yang diduga merupakan nanopartikel ZnO yang pada elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO tidak terlihat

partikel halus berwarna putih. kurva Hasil analisa EDX untuk elektroda karbon yang telah dilakukan penumbuhan nanopartikel ZnO selama 30 menit dengan komposisi unsur C, O, Cl dan Zn yang masing-masing mempunyai persentase atomic sebesar 74,31 %, 19,86 %, 0,03 % dan 5,80 %. Berdasarkan pola difraksi sinar-X dapat diketahui bahwa elektroda karbon komposit dengan penambahan nanopartikel ZnO dengan waktu perendaman 30 menit mempunyai struktur amorf, lebar lapisan (La) dan tinggi lapisan (Lc) lebih besar dibandingkan elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO. Sedangkan untuk hasil pengukuran sifat elektrokimia elektroda karbon menggunakan Siklik Voltammogram (CV) nilai kapasitansi spesifik untuk elektroda karbon komposit dengan penambahan nanopartikel ZnO dengan waktu perendaman 30 menit adalah 63,54 F/g dan untuk elektroda karbon tanpa nanopartikel ZnO nilai kapasitansi spesifik adalah 53,90 F/g.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada DP2M DIKTI yang telah memberikan dukungan keuangan melalui Hibah Kerjasama Internasional dan *Scientific Publikasi Tahun 2013* dengan judul “*Composite of Biomass Based Activated Carbon Monolith and Nanomaterials Metal Oxide for Electrochemical Capacitor Application*” dengan peneliti utama Dr. Erman Taer, M.Si.

DAFTAR PUSTAKA

A.A Umar, M.Y.A Rahman, R.Taslim, M.M Salleh. 2011.

Dye-Sensitized Solar Cell Utilizing Quasi One-Dimensional of Highly Compact Vertical Array ZnO Nanorod. *Int.Electrochem. Sci.* 7:7253-7260.

C.D. Lokhande, D.P. Dubal, Oh-Sim Joo. 2011. Metal Oxide thin Film Based Supercapacitors. *Current Applied Physic* 11:255-270.

Jun Wang, Zan Gao, Zhanshuang Li, Bin Wang, Yanxia Yan, Qi Liu, Tom Mann, Milin Zhang, Zhaouhua Jiang. 2011. Green Synthesis of Graphene Nanosheets/ZnO Composite and Electrochemical Properties. *Journal of Solid State Chemistry*. 184:1421-1427.

Manik.S. T. 2013. Pembuatan karbon monolit dari ampas tebu dengan aktivasi kimia dan fisika untuk aplikasi superkapasitor. Skripsi Jurusan Fisika, Universitas Riau, Pekanbaru.

Taer. E. 2012. Elektroda Karbon Superkapasitor dari Biomassa, FMIPA, Universitas Riau.

Yong Zhang, Hui Feng, Xingbing Wu, Lizhen Wang, Aiqin Zhang, Tongchi Xia, Huichao Dong, Xiaofeng Li, Linsen Zhang. 2009. Progress of electrochemical capacitor electrode materials: A review. *ScienceDirect*. 34:4889-4899.