

BAB IV HASIL YANG DIPEROLEH

4.1. Aktivasi CO₂ pada elektroda karbon

Untuk tahap ini telah dilakukan tinjauan pada kesan waktu aktivasi gas CO₂ pada sifat fisika dan elektrokimia elektroda karbon dari serbuk gergaji kayu karet. Diantara sifat fisik yang telah diuji adalah : nilai densiti, porositi, dan mikrostruktur sedangkan sifat elektrokimia yang telah diperoleh adalah nilai spesifik kapasitan elektroda karbon. Adapun pengujian yang dilakukan adalah :

- a) Pengujian berat, tebal dan diameter pelet sebelum karbonisasi, setelah karbonisasi dan setelah aktivasi.
- b) Pengujian luas permukaan menggunakan peralatan mikromeritik ASAP 2010, yang telah menghasilkan nilai luas permukaan BET, nilai volume pori, dan pola serapan gas.
- c) Pengujian struktur mikro elektroda karbon dengan FSEM, sehingga diketahui keberadaan pori mikro, meso dan makro serta batas antara butir partikel karbon.
- d) Pengujian EDX untuk mengetahui unsur unsur yang terkandung dalam elektroda karbon yang dihasilkan.
- e) Pengujian siklus voltametri tiga elektroda dalam larutan asam sulfat 1M untuk mengetahui sifat elektrokimia (spesifik kapasitan) elektroda karbon yang dihasilkan sehingga layak dipakai sebagai elektroda superkapasitor.

Hasil penelitian untuk tahap aktivasi CO₂ ini telah dirangkum dan dibuat dalam bentuk karya ilmiah dengan judul **Efek waktu aktivasi pada sifat fisika dan elektrokimia elektroda karbon superkapasitor tanpa perekat dari serbuk gergaji kayu karet** dan telah disampaikan pada *seminar nasional rekayasa dan teknologi* yang diadakan oleh Fakultas Teknologi Industri Universitas Bung Hatta pada tanggal 2 Agustus 2010, bertempat di pangeran beach hotel padang. Makalah lengkap, sertifikat dan dokumentasi dilampirkan.

4.2. Pembuatan Sel superkapasitor

Pembangunan sel superkapasitor dengan model koin telah dilaksanakan, adapun persiapan yang telah dilakukan adalah, pembuatan body superkapasitor menggunakan serifix resin, pembuatan

pengumpul arus dari stainless steel foil, pemisah serta penyangga dibuat dari Teflon (gambar persiapan pembangunan superkapasitor dilampirkan). Adapun pengukuran prestasi sel superkapasitor yang dilakukan menggunakan metoda

a) Impedant spektroskopi, untuk mengetahui nilai rentangan seri sel superkapasitor yang dihasilkan serta mengetahui nilai kapasitan spesifik sel.

b) Cas dan discas pada arus konstan, untuk mengetahui pola cas dan discas sel superkapasitor yang dihasilkan.

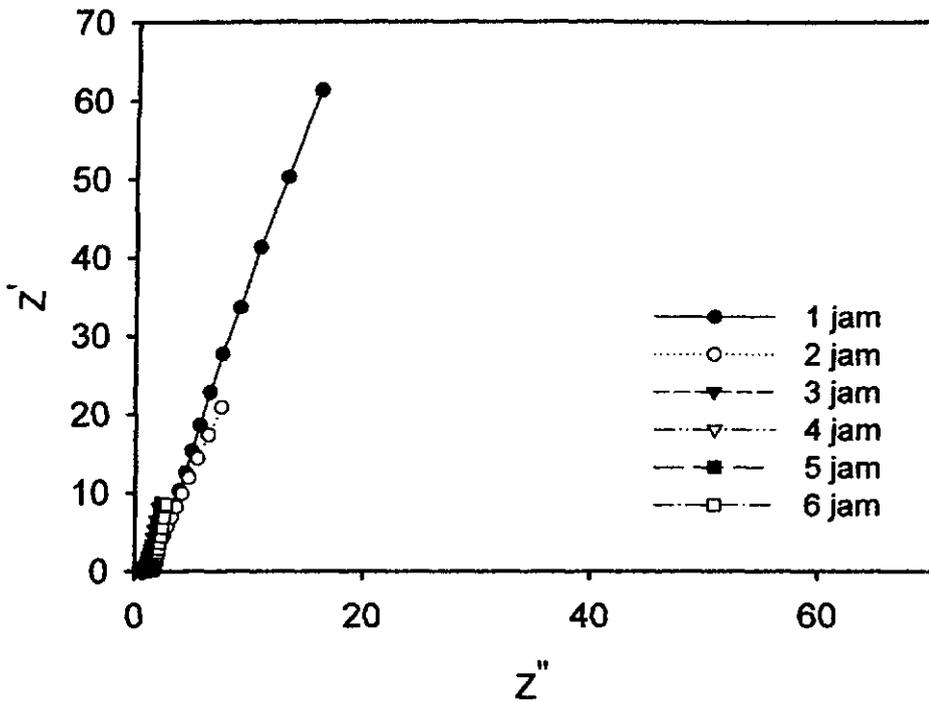
c) Siklus voltametri dua elektroda, untuk mengetahui nilai kapasitan sel yang dihasilkan.

Dari serangkaian pengukuran ini akan diketahui prestasi (Energi dan Daya) superkapasitor sebagai devais penyimpanan.

Pengukuran sel telah dilakukan (15, 16 dan 30 agustus 2010) menggunakan elektroda terbaik berdasarkan tinjauan suhu karbonisasi. Hasil untuk tahap ini telah diseminarkan pada *seminar nasional Pengembangan energi baru dan terbarukan yang ramah lingkungan* yang diadakan oleh jurusan fisika Universitas Pajajaran Bandung, pada tanggal 3 November 2010 di Bandung dengan judul **Kapasitan spesifik elektroda karbon superkapasitor tanpa perekat dari pra-karbonisasi serbuk gergaji kayu karet**. Makalah lengkap dan sertifikat dilampirkan pada lampiran 2.

Pembuatan sel superkapasitor juga telah dilakukan menggunakan elektroda yang diperoleh dari variasi waktu aktivasi. Kondisi optimum untuk setiap langkah, seperti yang telah dilaporkan sebelumnya diikuti untuk kajian ini. Lamanya aktivasi yaitu selama: 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 jam dengan cara aktivasi berulang setiap 2 jam untuk waktu aktivasi yang lebih besar dari 2 jam. Hasil lengkap pengukuran ditunjukkan pada data-data berikut. Pada gambar 4.1 ditunjukkan Nyquist plot untuk seluruh sel superkapasitor yang di bangun dari elektroda variasi waktu aktivasi dengan laju aliran gas CO₂ konstan pada 0,5 L/m. Dari gambar dapat diamati bahwa nilai Z'' semakin kecil seiring dengan bertambahnya waktu aktivasi. Pada waktu aktivasi 1 jam nilai Z'' sebesar 61.29 ohm, untuk aktivasi selama 2 jam nilai Z'' menjadi 20.9 ohm sedangkan bila waktu aktivasi menjadi 3 jam nilai Z'' sebesar 8.1 Ohm dan nilai ini mendekati konstan bila waktu aktivasi terus ditingkatkan mencapai 6 jam. Berdasarkan rumus $C_{sp} = -1/(2\pi f Z'' m)$ dapat ditentukan nilai kapasitan spesifik sel superkapasitor. Berdasarkan rumus diatas dapat diamati bahwa nilai kapasitan spesifik berbanding terbalik dengan nilai Z'' , semakin kecil nilai Z'' maka

akan semakin besar nilai kapasitan spesifik yang dihasilkan. Nilai kapasitan spesifik ditunjukkan pada tabel 4.1. Dari tabel 4.1 dapat diamati bahwa nilai kapasitan spesifik terus meningkat dengan bertambahnya waktu aktivasi dan mencapai keadaan optimum pada waktu aktivasi 5 jam dengan nilai kapasitan spesifik 52.59 F/g.



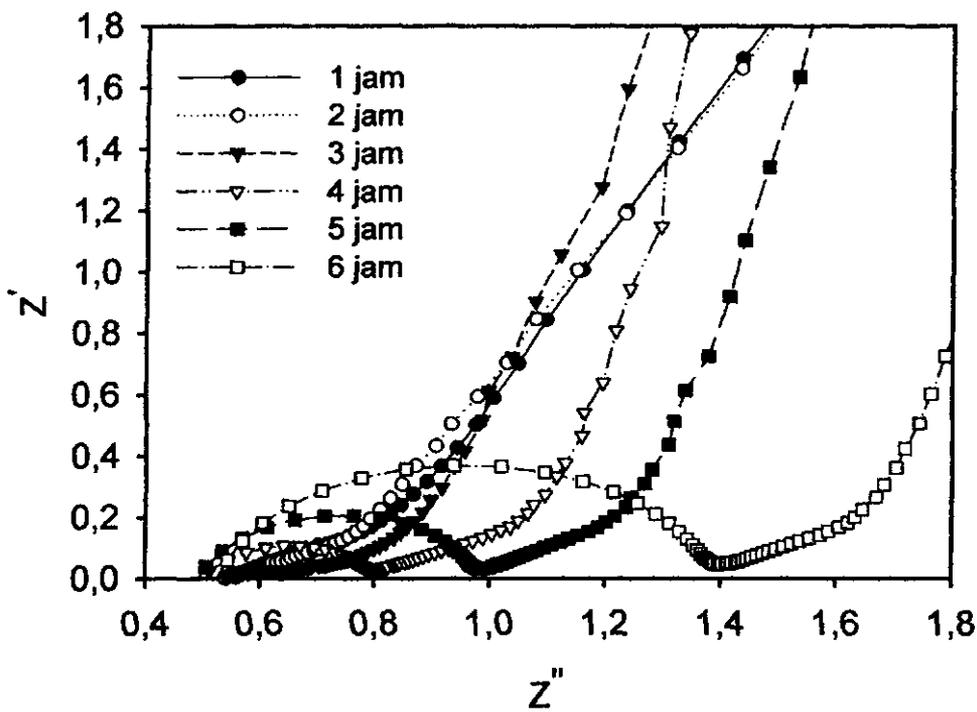
Gambar 4.1. Nyquist plot sel superkapasitor untuk variasi waktu aktivasi

Tabel 4.1. Perhitungan nilai kapasitan spesifik untuk pengukuran dengan metode impedan spektroskopi.

T_{ak}	$f(\text{Hz})$	π	2	$Z''(\text{Ohm})$	$m(\text{g})$	$C_{sp}(\text{F/g})$
1 jam	0,01	3,14	2	61,29	0,0576	4,510537
2 jam	0,01	3,14	2	20,9	0,0537	14,18795
3 jam	0,01	3,14	2	8,1	0,0458	42,92298
4 jam	0,01	3,14	2	8,07	0,0416	47,43222
5 jam	0,01	3,14	2	8,65	0,035	52,59642
6 jam	0,01	3,14	2	8,53	0,042	44,44696

Sedangkan pada gambar 4.2, yang merupakan perbesaran dari gambar 4.1 pada jangkauan frekwensi tinggi (40 kHz s/d 10 Hz). Dapat diamati bahwa terdapat dua macam model untuk Nyquist plot untuk keadaan ini. Pertama, pada waktu aktivasi 1 dan 2 jam kurva menunjukkan

keadaan terbagi menjadi dua bahagian yaitu bagian linier condong 45 derajat dan bahagian konstan linier yang lain. Kedua untuk waktu aktivasi 3 s/d 6 jam kurva yang ditunjukkan terdiri dari tiga bahagian yaitu, a setengah lingkaran, b garis miring 45 derajat dan c garis yang hampir linier tegak. Juga dapat diamati bahwa semakin meningkatnya waktu aktivasi bagian setengah lingkaran menjadi semakin besar. Perbedaan ini mungkin disebabkan oleh perubahan struktur elektroda karbon yang dihasilkan, dimana semakin tinggi waktu aktivasi elektroda karbon yang dihasilkan semakin poros sehingga dihasilkan model kurva yang sesuai dengan model Randel.



Gambar 4.2. Perbesaran gambar 4.1 untuk tinjauan pada frekuensi tinggi

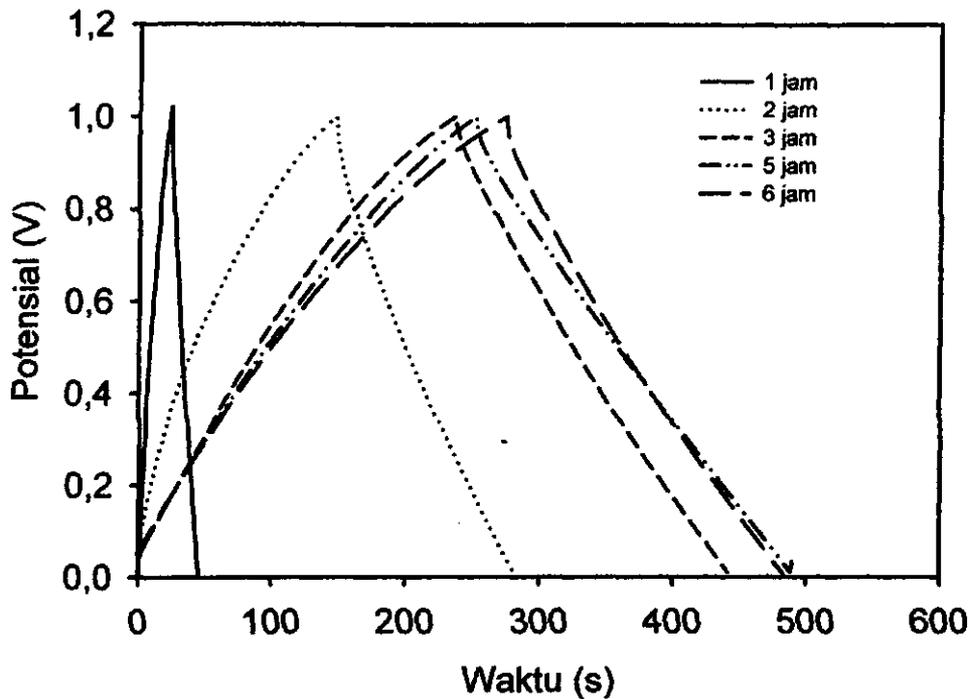
Dari gambar 4.2 dengan menggunakan Fiting setengah lingkaran dapat diperoleh nilai tahanan sel yang terdiri dari R_s , R_p dan E_{sr} , dimana masing-masing adalah : nilai tahanan elektrolit, tahanan antara muka elektrolit dan elektroda dan nilai tahanan seri sel.

Tabel 4.2. Nilai tahan sel untuk superkapasitor menggunakan elektroda karbon dengan variasi waktu aktivasi

Tak	Rs	Rp	Esr	fknew
1 jam	0,55	0,75	0,19	25,11
2 jam	0,53	0,67	0,13	10
3 jam	0,54	0,66	0,11	1,99
4 jam	0,49	0,8	0,3	1
5 jam	0,48	0,98	0,49	1
6 jam	0,52	1,38	0,85	0,79

Dari tabel 4.2 Ditunjukkan variasi nilai Rs, Rp, Esr dan f knew terhadap waktu aktivasi. Dapat diamati bahwa nilai Rs mendekati konstan yaitu sebesar 0,5 Ohm, hal ini bersesuaian karena elktolit yang digunakan dalam kajian ini adalah elektrolit yang sama yaitu H_2SO_4 1 M, sehingga wajar nilai tahan elektrolit konstan. Sedangkan nilai Rp semakin kecil seiring dengan meningkatnya waktu aktivasi dan mencapai nilai minimum pada saat aktivasi 3 jam yaitu sebesar 0,66 Ohm. Bila waktu aktivasi terus ditingkatkan terlihat nilai Rp semakin meningkat dan pada waktu aktivasi 6 jam nilai Rp sebesar 1.38 Ohm. Sedangkan untuk nilai Esr yang merupakan pengurangan nilai Rp terhadap Rs, sebanding dengan perubahan nilai Rp, dimana nilai Esr mencapai minimum pada waktu aktivasi 3 jam yaitu 0,11 Ohm dan maksimum saat aktivasi 6 jam yaitu 0,85 Ohm. Hal ini disebabkan oleh meningkatnya kemurnian bahan karbon dari aktivasi 1 s/d 3 jam dan semakin porosnya struktur karbon dari waktu aktivasi 3 s/d 6 jam.

Pada gambar 4.3 ditunjukkan kurva cas-discas pada arus konstan untuk sel superkapasitor dengan variasi waktu aktivasi. Secara umum bentuk kurva cas-discas untuk semua waktu aktivasi hampir mendekati simetri, hal ini menunjukkan keadaan kapasitif yang baik. Dapat juga diamati pada gambar bahwa semakin bertambah waktu aktivasi semakin meningkat waktu yang diperlukan sel superkapasitor untuk mengalami keadaan cas dan discas. Semakin lama waktu yang diperlukan sel superkapasitor untuk melakukan 1 kali discas maka semakin banyak muatan yang dapat disimpan oleh elektroda karbon. Dari gambar 4.3 dapat diamati bahwa untuk waktu aktivasi 5 jam mempunyai waktu discas terbesar. Hal ini akan sebanding dengan nilai kapasitan spesifik yang dapat dihasilkan.

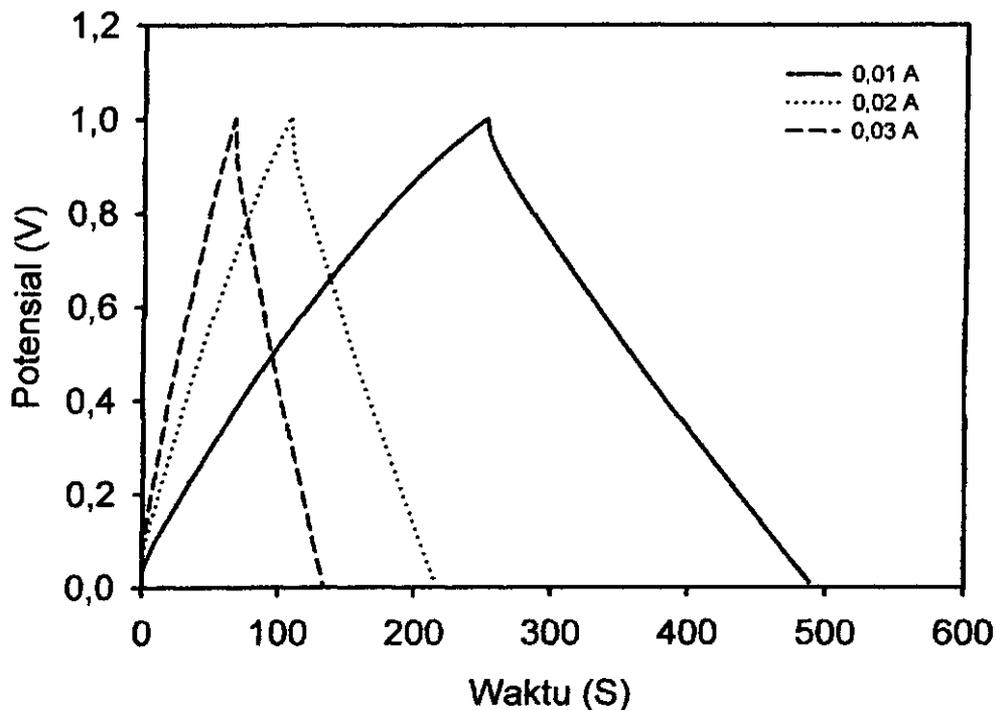


Gambar 4.3. Pengukuran cas-discas sel superkapasitor dengan variasi waktu aktivasi

Berdasarkan gambar 4.3 dapat ditentukan nilai kapasitan spesifik elektroda yang digunakan. Perhitungan ini dilakukan pada keadaan discas siklus kedua dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 4.3. Nilai kapasitan spesifik ditentukan berdasarkan rumus $C_{sp} = (t_2 - t_1)I / (V_1 - V_2)m$, dimana t_1 , t_2 , V_1 , V_2 , i dan m adalah waktu saat awal discas, waktu saat akhir discas, potensial saat awal discas, potensial saat akhir discas, rapat arus discas dan massa satu elektroda. Nilai kapasitan spesifik yang diperoleh dengan metoda ini mempunyai nilai yang hampir sama dengan yang diperoleh menggunakan metode impedan spektroskopi. Kedaan optimum dicapai pada saat waktu aktivasi 5 jam, dengan nilai kapasitan spesifik sebesar 69.16 F/g.

Tabel 4.3. Perhitungan nilai kapasitan spesifik menggunakan metode cas-discas pada arus konstan

T_{ak}	$t_1(s)$	$t_2(s)$	$v_1(V)$	$v_2(V)$	$i(A/cm^2)$	$m(g)$	$C_{sp}(F/g)$
1 jam	25,29	45,84	0,8973	0,0077	0,0098	0,0576	3,930254
2 jam	148,65	281,33	0,959	0,0095	0,0098	0,0537	25,5013
3 jam	237,56	441,65	0,979	0,0097	0,0098	0,0458	45,05304
5 jam	252,95	489,9	0,969	0,0097	0,0098	0,035	69,16085
6 jam	275,95	483,3	0,96	0,0059	0,0098	0,042	50,70922

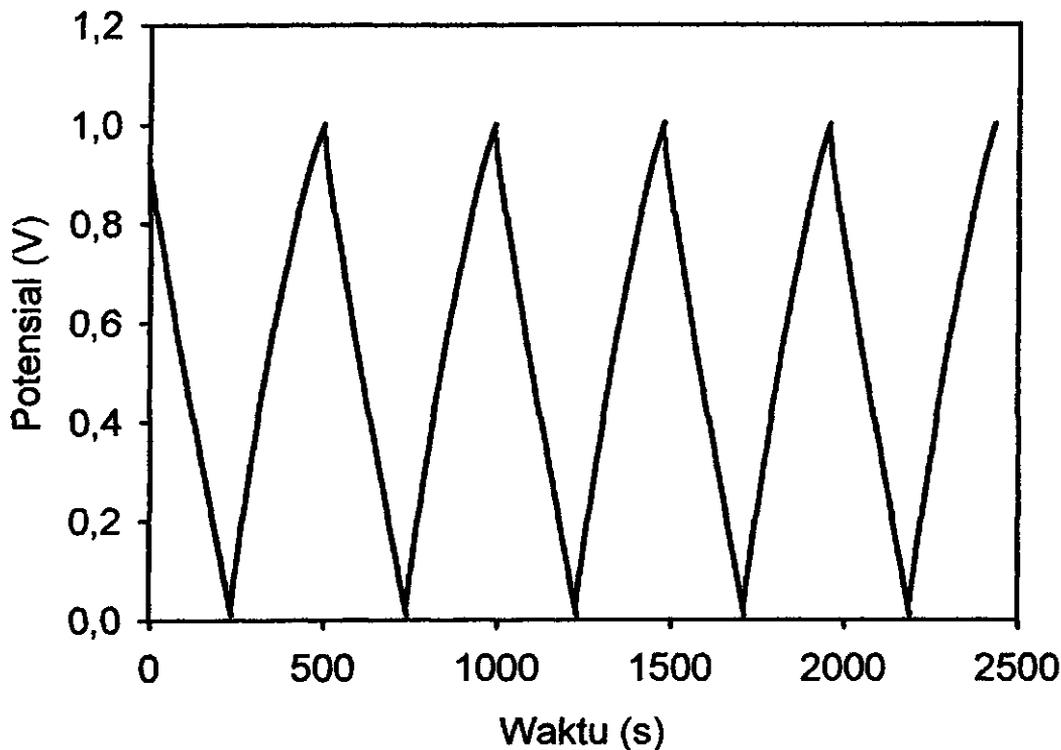


Gambar 4.4. Pengukuran cas-diskas untuk kondisi optimum (pada aktivasi 5 jam) dengan variasi rapat arus.

Untuk sel dengan kondisi optimum yaitu waktu aktivasi 5 jam, dilakukan peninjauan cas-diskas pada nilai rapat arus yang berbeda, yaitu 0,01, 0,02, dan 0,03 A/cm². Perhitungan nilai kapasitan spesifik untuk rapat arus yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.3. Dapat diamati bahwa semakin besar nilai rapat arus, maka nilai kapasitan spesifik yang dihasilkan semakin kecil.

Tabel 4.3. Perhitungan nilai kapasitan spesifik menggunakan metoda cas-diskas pada arus konstan untuk sel superkapasitor dengan waktu aktivasi 5 jam (kondisi optimum) dengan rapat arus yang berbeda

Idis(A/cm ²)	t1(s)	t2(s)	V1(V)	V2(V)	I(A/cm ²)	m(g)	Csp(F/g)
0,01	252,95	488,9	0,969	0,0097	0,0098	0,035	68,86897
0,02	109,23	215,59	0,938	0,0098	0,019	0,035	62,20457
0,03	67,74	133,3	0,915	0,0097	0,0293	0,035	60,6242



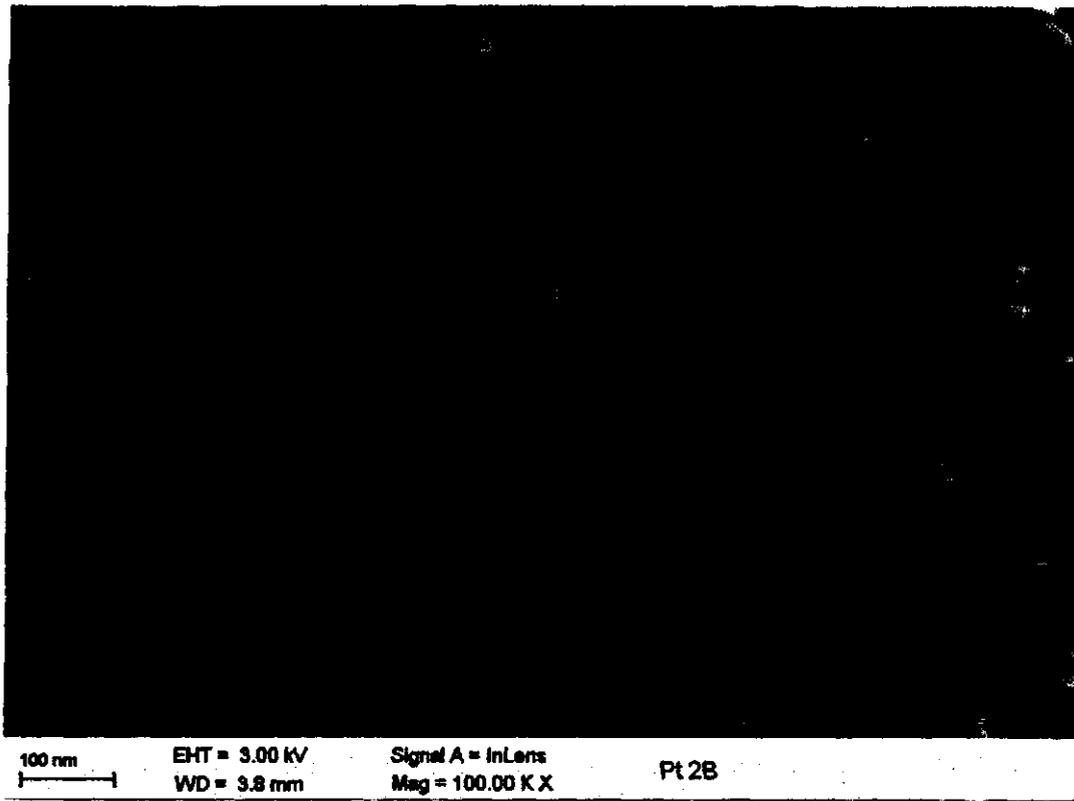
Gambar 4.5. Stabilitas cas-discas untuk sel superkapasitor dengan elektroda diaktivasi selama 5 jam dan rapat arus 0,01 A/cm².

Pada gambar 4.5 ditunjukkan keadaan cas-discas untuk superkapasitor yang diaktivasi selama lima jam dengan rapat arus 0,01 A/cm². Dari gambar dapat dilihat bahwa keadaan cas dan discas terlihat hampir simetri dan relative sama untuk 5 kali cas dan discas. Ini menunjukkan elektroda karbon yang dihasilkan cukup stabil dan mempunyai sifat kapasitif yang baik. Tetapi untuk pengujian lebih lanjut mungkin lebih baik dilakukan pengujian cas-discas yang lebih lama. Karena keterbatasan pemakaian alat hal ini belum bisa dilakukan.

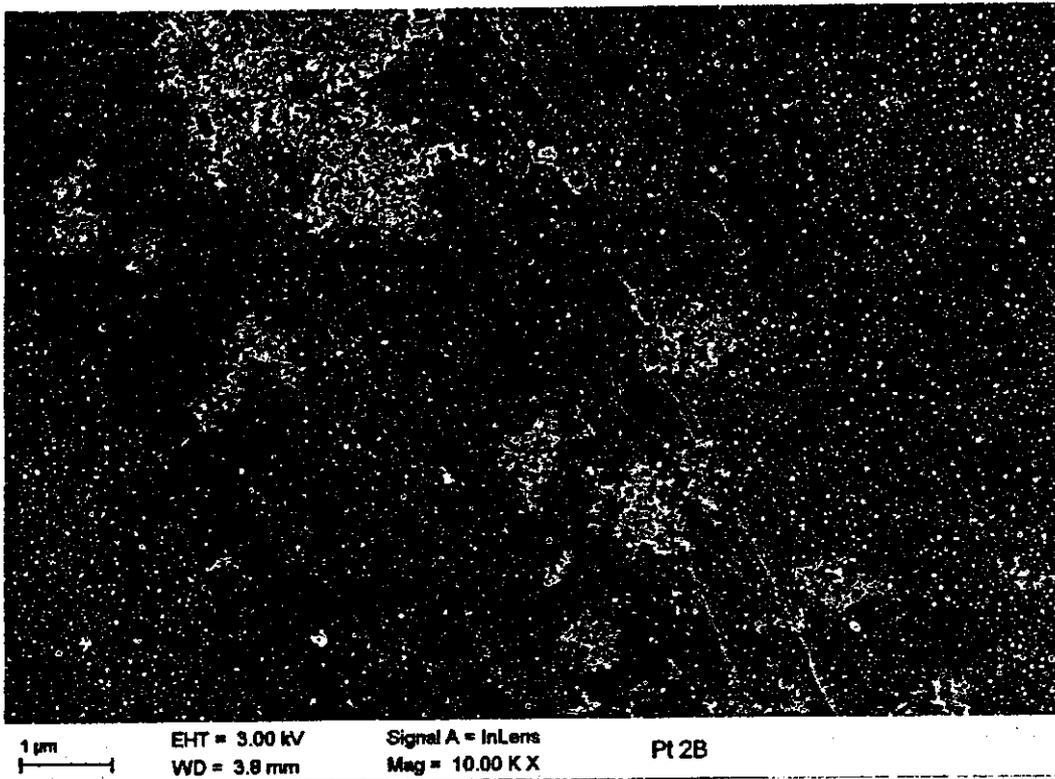
4.3. Penumbuhan nano-partikel Platinum

Penumbuhan nano-partikel Platinum sebagai interface antara pengumpul arus dan elektroda karbon telah berhasil dilakukan. Nano partikel platinum ditumbuhkan diatas permukaan pengumpul arus stanlees stel. Hasil pengukuran SEM mikrograf ditunjukkan pada gambar 4.5 dan 4.6. Dari gambar 4.5 dapat diamati bahwa nano-partikel platinum yang diperoleh berbentuk

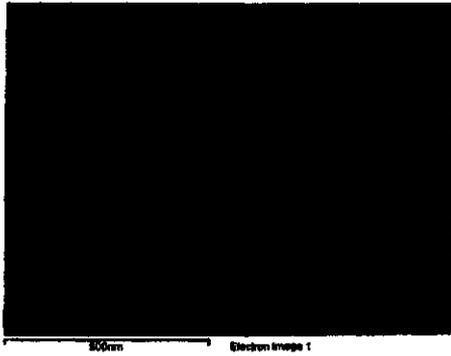
speris, tumbuh secara berkelompok dengan ukuran partikel lebih kurang sebesar 20 nm. Sedangkan pada gambar 4.6 diamati bahwa nano-partikel platinum dapat tumbuh secara merata pada seluruh permukaan stanlees steel. Pengukuran EDX juga telah dilakukan untuk membuktikan bahwa partikel yang dihasilkan adalah platinum. Hasil pengujian EDX ditunjukkan pada gambar 4.7.



Gambar 4.5. SEM mikrograf nano-partikel platinum diatas substrat stanlees steel dengan pembesaran 100K



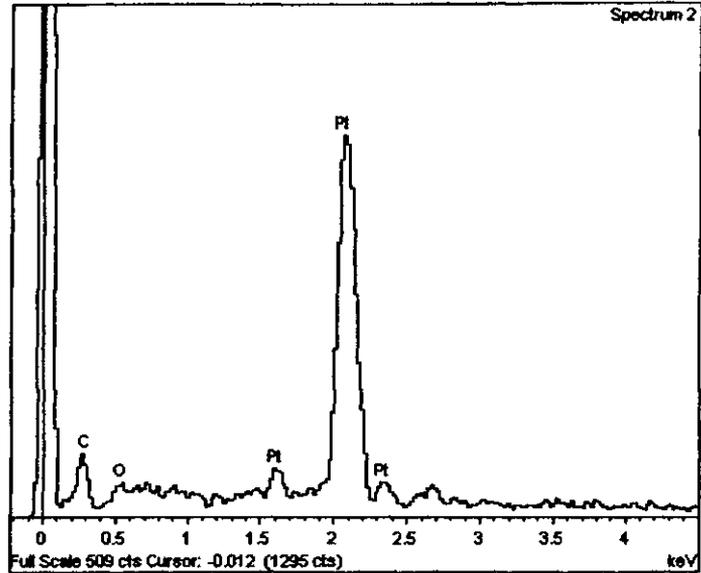
Gambar 4.6. SEM mikrograf nano-partikel platinum diatas substrat stanless steel dengan pembesaran 10K



Spectrum processing :
 Peaks possibly omitted : 5.421, 6.392, 7.490 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Pt Pt 1-Jun-1999 12:00 AM



Element	Weight%	Atomic%
C K	15.78	66.39
O K	4.07	12.85
Pt M	80.15	20.76
Totals	100.00	

Gambar 4.7. Hasil pengujian EDX

Pembuatan sel superkapasitor dengan penambahan interface nano partikel platinum telah dilakukan, tetapi karena keterbatasan penggunaan alat Solatron Electrochemical Interface yang ada di FST UKM Malaysia, pengujian sel ini baru dapat dilakukan pada awal januari 2011.