BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

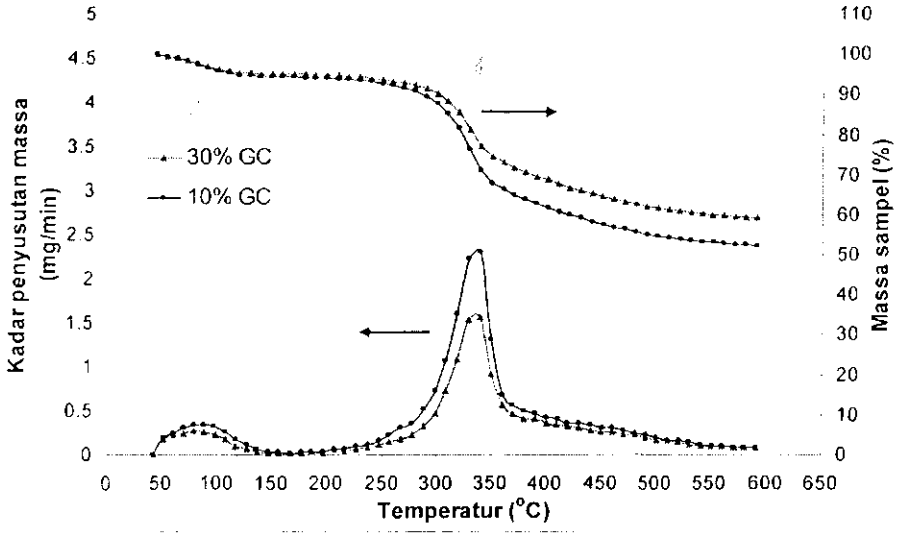
4.1. Analisis Termogravimetry dan Derivative Thermogravimetry (TG/DTG)

Perubahan massa dan laju penyusutan massa sampel campuran STKS dan GPC diperlihatkan pada gambar 4.1. Analisa TG merupakan salah satu jenis analisa termal dalam menentukan perubahan massa sebagai fungsi dari temperatur yang menunjukan bahwa semua kedua sampel mengalami dekomposisi multi tahap. Penyusutan massa pertama terjadi pada temperatur di sekitar 90-100°C yang kemungkinan besar merupakan penguapan air yang juga ditemui pada produk karbon dari kopi [18] dan ampas tebu [19] . Selanjutnya pada temperatur sekitar 200°C terjadi proses penguraian hemiselulosa dan selulosa yang diikuti oleh pengurangan massa lignin dan akhirnya penyusutan massa terbesar terjadi pada sekitar temperatur 340°C sehingga sampel berkurang sebesar 50%.

Penyusutan massa terbesar terjadi disekitar temperatur 340°C yang merupakan pelepasan material meruap (*volatile matter*) dari sampel. Peningkatan persentase massa GPC dalam sampel menyebabkan penyusutan massa semakin kecil. Massa sampel yang banyak meruap adalah massa yang berasal dari STKS karena penyusutan massa GPC hanya kecil sekali yaitu sekitar 0,1 mg/°C [20]. Analisa DTG merupakan analisa laju penyusutan massa sebagi fungsi dari temperatur. Bersesuaian dengan hasil analisa TG, maka pada analisa DTG, laju penyusutan massa maksimum terjadi pada temperatur antara 339,56 dan 339,26°C dengan laju penyusutan massa terbesar

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

sebesar 2,3 dan 1,56 mg per menit untuk masing-masing persentase GPC 10% dan 30%.

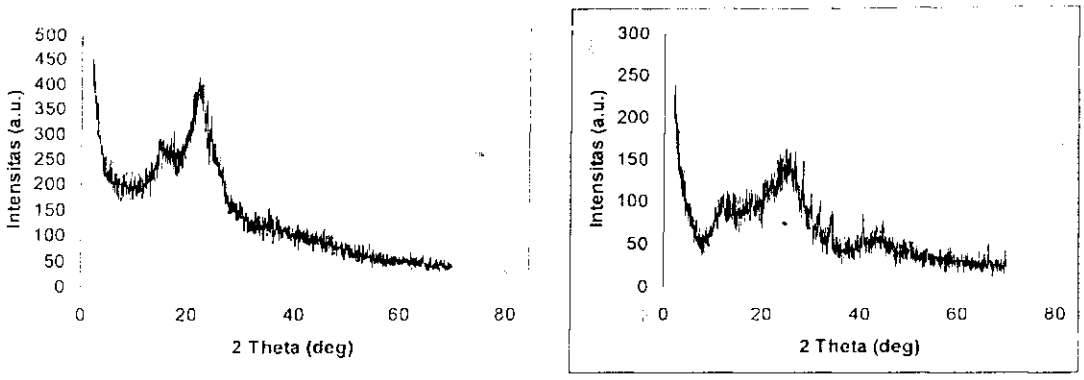


Gambar 4.1. Kurva TG/DTG terhadap sampel.

4.2. Difraksi Sinar-X

Pola difraksi sinar-X sebelum dan setelah dilakukan aktivasi dengan CO_2 untuk sampel dengan persentase GPC 10% ditunjukan pada gambar 4.2, sedangkan gambar 4.3. adalah pola difraksi sinar-X untuk sampel dengan persentase GPC 30%. Informasi dari pola difraksi menunjukan bahwa pada sampel sebelum dilakukan aktivasi hanya ada satu puncak yaitu puncak 002. Puncak 002 ini berada pada sudut 2θ sekitar 20-30°, yang mengindikasikan terjadinya koherensi domain kecil lapisan-lapisan *graphene*. Gambaran difraksi sinar-X ini juga menyatakan bahwa sampel yang digunakan memiliki struktur turbostratik (*turbostratic structure*) [21].

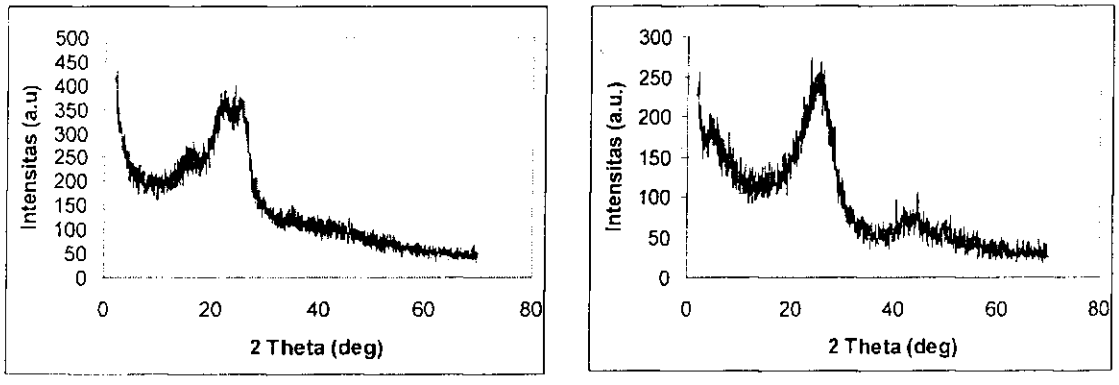
Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/



(a) (b)

Gambar 4.2. Pola difraksi sinar-X untuk persentase GPC 10%
(a). sebelum dan (b). setelah aktivasi CO_2

Dari gambar juga diperoleh bahwa setelah dilakukan aktivasi muncul puncak yang baru disekitar 44° baik pada sampel dengan persentase GPC 10% maupun 30% dan juga terjadi pergeseran puncak 002 sebesar sekitar 1°. Puncak baru ini merupakan puncak dengan orientasi 10 yang merupakan gabungan dari dua puncak yang berhimpitan yaitu 100 dan 101. Puncak 10 ini mengindikasikan adanya struktur yang menyerupai sarang lebah (*honeycomb structures*) yang dibentuk oleh karbon hibrida sp^2 [22].



(a) (b)

Gambar 4.3. Pola difraksi sinar-X untuk persentase GPC 30%
(a). sebelum dan (b). setelah aktivasi CO_2

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Beberapa parameter seperti jarak antar bidang d terutama untuk puncak 002, *stack height* (L_c) dan *stack diameter* (L_a) dapat diestimasi dari puncak-puncak yang muncul pada pola difraksi sinar-X. Jarak antar bidang d atau jarak Bragg dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Bragg.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \qquad (4\text{-}1)$$

dengan λ adalah panjang gelombang yang digunakan 1,5406 Å dan θ adalah sudut difraksi, sedangkan stack height dan stack diameter dapat dihitung dari intensitas difraksi dengan menggunakan persamaan Scherer yang diberikan oleh persamaan :

$$L_{c,a} = \frac{K\lambda}{\beta_{c,a}\cos\theta} \qquad (4\text{-}2)$$

dengan β adalah lebar setengah tinggi (*full witdh at half maximum*), K adalah factor acuan (*shape factor*) yang nilainya sama dengan 0,9 untuk L_c dan 1,84 untuk L_a. Pada bahan karbon, parameter L_c dan L_a berhubungan dengan puncak difraksi masing-masing 002 dan 10 [23].

Tabel 4.1. Parameter kristalit elektroda karbon setelah aktivasi CO_2.

Persentase GPC	Puncak	Sudut (2θ)	β	Jarak Bragg d_{002}	Parameter Kristalit (Å)	
					L_c	L_a
10	002	26,48	0,1683	3,3633	8,3643	
	10	44,44	0,0706	2,0329		43.3725
30	002	26,4	0,0970	3,3733	14,6821	
	10	44,32	0,0756	2,0422		40,4867

Dari puncak (002) dan (10) pada gambar 4.2 dan 4.3 di atas dan dengan menggunakan persamaan (4-1) dan (4-2) maka parameter-parameter kristalit dapat

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

ditentukan seperti pada tabel 4.1. Dari tabel 4.1 di atas diperoleh bahwa peningkatan persentase GPC dalam sampel menyebabkan jarak Bragg meningkat baik pada puncak (002) maupun (10), sedangkan parameter kristalit: *stack height* L_c menurun dan *stack diameter* L_a meningkat terhadap kenaikan persentase GPC. Nilai-nilai parameter kristalit yang diperoleh pada penelitian ini berbeda dengan hasil yang diperoleh oleh Coutinho *et al* [21] yang mengunakan kayu akasia jenis *Eucalyptus salina* dimana nilai yang diperoleh oleh Cautinho et al lebih rendah 3 kali.

4.3. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

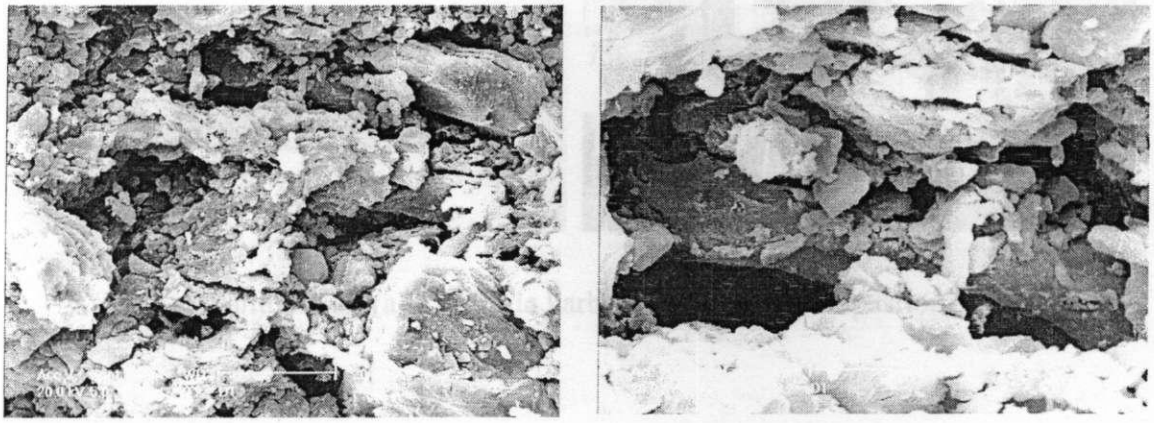
Morfologi mikro hasil SEM ditunjukan pada gambar 4.4 dan 4.5 untuk sampel dengan persentase GPC masing-masing sebesar 10% dan 30%. Dari gambar-gambar ini terlihat bahwa kedua sampel adalah bersifat porous (berpori) yang ditandai dengan terdapatnya lubang-lubang yang kecil dan halus.

(a) (b)

Gambar 4.4. SEM image dengan persentase GPC 10%, pembesaran 1000x (a) dan 3500x (b)

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Performan yang baik dari sebuah superkapasitor salah satunya ditentukan oleh distribusi pori yang terdapat pada elektroda, baik *micropores* (diameter pori <2 nm) maupun *mesopores* (2 nm < diameter pori < 50 nm). *Micropores* menentukan aturan charging dan juga sebagai penentu dari nilai kapasitansi, sedangkan *mesopores* yang menentukan tingginya rapat daya (*high power density*) [21]. Pada gambar SEM image ini tidak kelihatan ukuran pori dalam skala nanometer tetapi yang terlihat adalah dalam skala mikrometer, hal ini disebabkan karena keterbatasan dari SEM itu sendiri.



(a) (b)

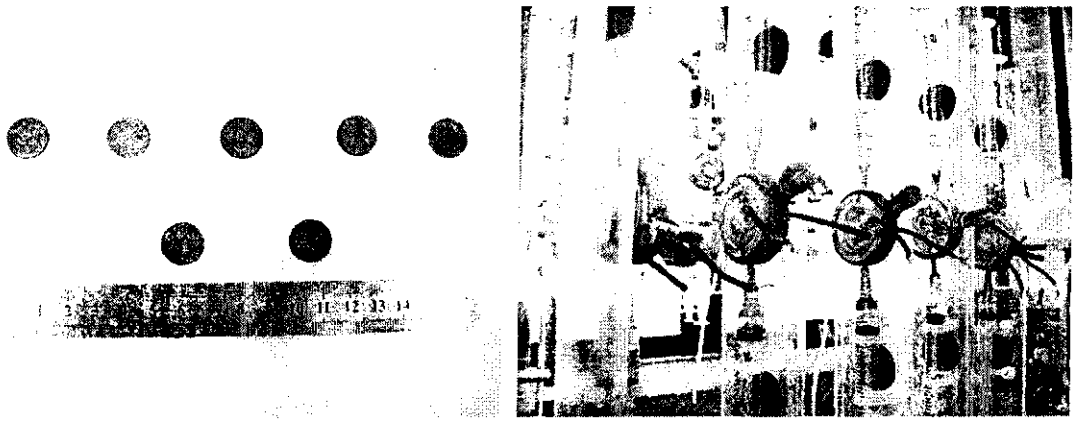
Gambar 4.5. SEM image dengan persentase GPC 30%, pembesaran 1000x dan 3500x

4.4. Spektroskopi Impedansi dan Galvanostatik.

Dalam penelitian ini, uji impedansi dan galvanostatik dilakukan terhadap sel suprkapasitor. Fabrikasi sel superkapasitor dengan skema seperti yang ditunjukan pada gambar 3.1 dengan ketebalan dan diameter elektroda karbon masing-masing adalah 0.75 mm dan 15,5 mm, pengumpul arus dalam hal ini adalah steinless stell

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

316L dengan ketebalan 0,5 mm dan sebagai pemisah (*separator*) menggunakan teflon dengan ketebalan 0,2 mm sedangkan larutan elektrolit digunakan asam sulfat (H_2SO_4) 1 M. Sel superkapasitor selanjutnya dikemas sedemikian rupa sehingga memudahkan untuk dilakukan uji impedansi dan galvanostatik dengan menggunakan resin seperti yang ditunjukan pada gambar 4.6 di bawah ini.

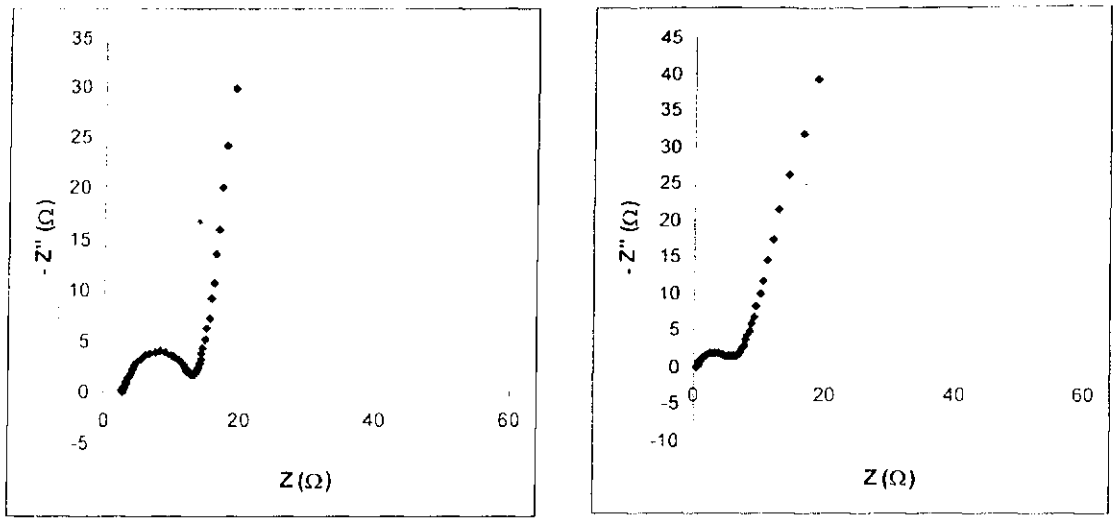


(a) (b)

Gambar 4.6. (a) Elektroda karbon. (b). Sel superkapasitor

Hasil dari spektroskopi impedansi ditunjukan pada gambar 4.7. Pola yang terbentuk adalah pola setengah lingkaran (*semi circle*) atau disebut juga dengan pola Nyquist. Gambar 4.7.a. merupakan pola Nyquist dari sel no. 1 dan (b) adalah sel no. 2 dengan persentase GPC 10%. Sapuan frekuensi dalam penelitian ini adalah dari 100 kHz hingga 0.01 Hz. Pola Nyquist yang diperoleh dalam penelitian ini hampir sama dengan hasil yang diperoleh oleh Portet *et al* (2004) dengan menggunakan pengumpul arus dari aluminium [24].

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/



(a) (b)

Gambar 4.7. Pola Nyquist dari sel superkapasitor. (a). sel no. 1 dan (b). sel no.2 dengan persentase GPC 10%.

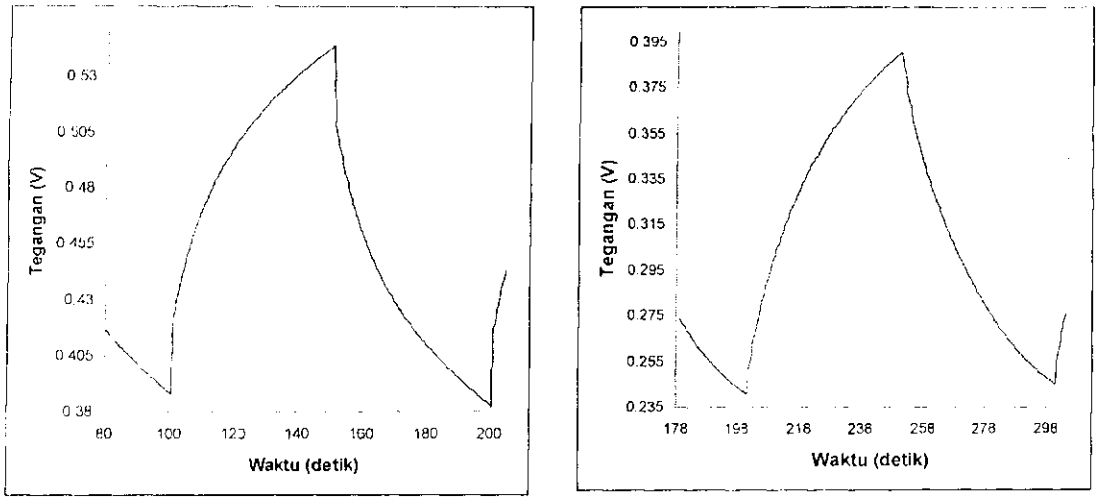
Dari gambar 4.7, pola Nyquist yang terbentuk antara sel no. 1 dan no. 2 dengan persentase GPC 10% menunjukan pola yang hampir serupa walaupun setengah lingkaran yang terbentuk pada sel no. 1 memiliki diameter yang lebih besar dibandingkan dengan sel no. 2. Pola setengah lingkaran terjadi pada daerah frekuensi tinggi dan daerah ekor terjadi pada daerah frekuensi rendah.

Bagian ekor berhubungan dengan nilai kapasitif dari elektroda karbon dan bagian setengah lingkaran berhubungan dengan struktur pori dari elektroda karbon sedangkan diameter dari setengah ingkaran berhubungan dengan polarisasi hambatan (*polarization resistance*) [25]. Dari pola Nyquist, nilai kapasitansi spesifik dari elektroda karbon dapat dihitung dengan menggunakan :

$$C = \frac{-1}{2\pi f Z'' m} \qquad (4\text{-}3)$$

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

dengan f adalah frekuensi (0,01 Hz), Z" adalah impedansi bagian imajiner dan m adalah massa aktif elektroda karbon.



(a) (b)

Gambar 4.8. Profil galvanostatik charge-discharge (a). sel no. 1 dan (b). sel no. 2 dengan persentase GPC 10%

Gambar 4.8. menunjukan profil dari galvanostatik charge-discharge sebagai fungsi dari waktu dari sel no. 1 dan sel no. 2 dengan menggunakan arus 0,2 mA. Pola galvanostatik charge-discharge antara kedua sel superkapasitor di atas menunjukan pola yang sama seperti yang dihasilkan oleh Jisha *et al* dengan bahan asal karbon kulit kopi [22].

Nilai kapasitansi sel superkapasitor dalam penelitian ini tidak menggunakan formulasi (4-3) di atas dengan menggunakan data dari Nyquist plot tetapi nilai kapasitansi sel superkapasitor ditentukan dengan menggunakan data dari profil galvanostatik charge-discharge pada gambar 4.8 dengan menggunakan persamaan :

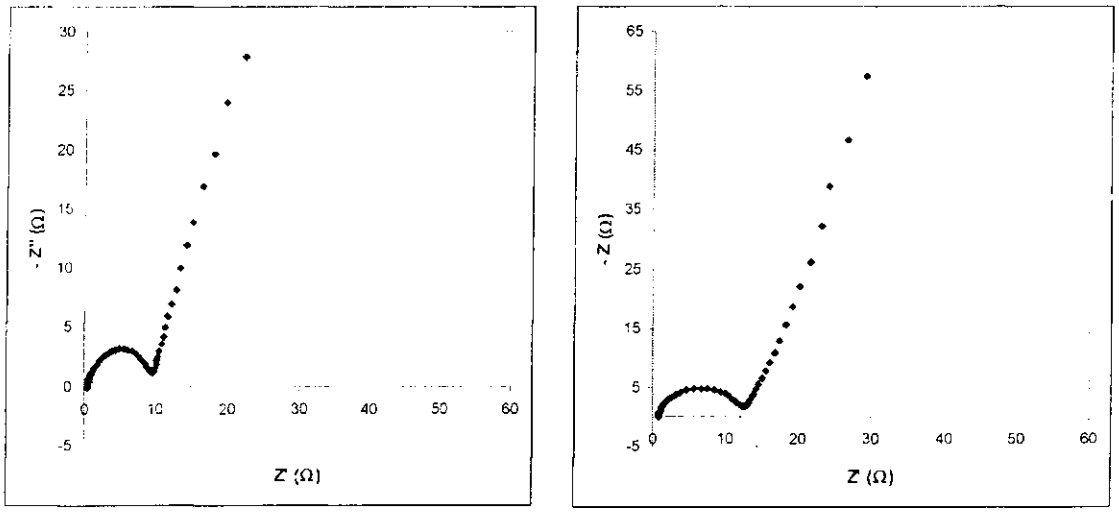
Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

$$C = \frac{I}{dV/dt} \tag{4-4}$$

dengan C adalah kapasitansi, I adalah arus dan dV/dt adalah kemiringan dari profil galvanostatik charge-discharge. Dalam sistem yang simetri dimana berat aktif elektroda karbon adalah sama maka kapasitansi spesifik dapat dihitung dengan menggunakan :

$$C_{sp} = \frac{2C}{m} \tag{4-5}$$

dengan m adalah berat elektoda karbon.



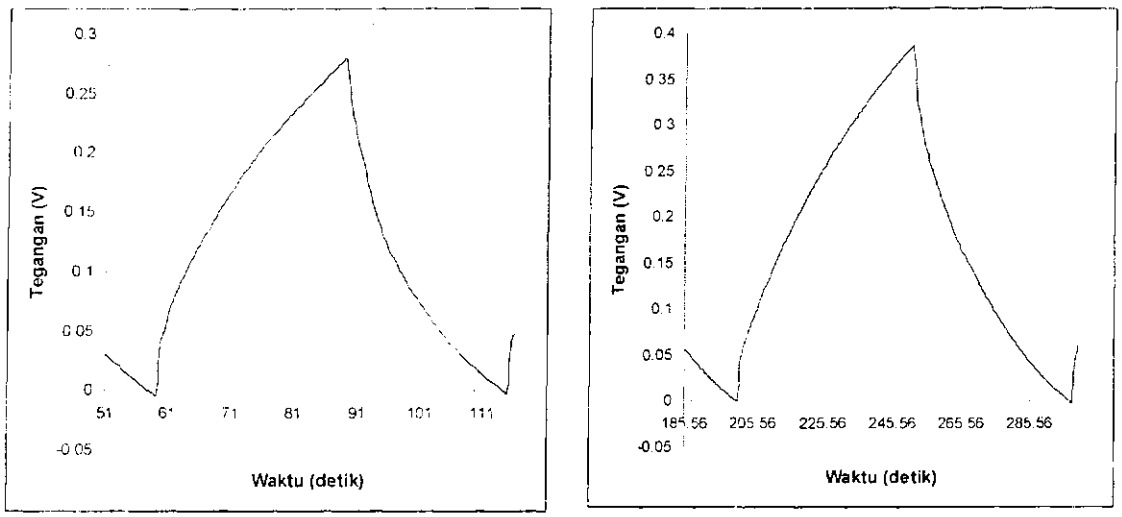
(a) (b)

Gambar 4.9. Pola Nyquist sel superkapasitor dengan persentase GPC 30%, (a). sel no. 3 dan (b). sel no. 4.

Gambar 4.9 menunjukan pola Nyquist superkapasitor untuk sel no.3 dan sel no.4 dengan persentase GPC sebanyak 30%. Pola setengan lingkaran yang dibentuk oleh sel no. 4 memiliki diameter yang lebih besar dari sel no. 3 juga ekor yang dimiliki oleh sel no. 4 juga lebih panjang.

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Pola galvanostatik charge-discharge dari sel superkapasitor dengan persentase GPC 30% ditunjukan pada gambar 4.10 dengan (a) adalah sel no. 3 sedangkan (b) adalah sel no. 4. Arus pengukuran yang digunakan pada sel no. 3 dan sel no. 4 adalah 0,98 mA.



(a) (b)

Gambar 4.10. Profil galvanostatik charge-discharge (a). sel no. 3 dan (b). sel no. 4 dengan persentase GPC 30%

Hasil perhitungan nilai kapasitansi untuk sel no. 1 dan sel no. 2 dengan persentase GPC sebanyak 10% berturut-turut adalah 0,9173 F/g dan 0,884 F/g, sedangkan untuk persentase GPC 30 yang ditunjukan oleh sel no. 3 dan sel no. 4 berturut-turut adalah 1,1936 F/g dan 1.5419 F/g. Nilai spesifik kapasitansi yang diperoleh ini jauh lebih kecil dari hasil yang diperoleh oleh peneliti lain [19, 22, 24]. Kecilnya nilai spesifik kapasitansi ini kemungkinan disebabkan oleh larutan asam sulfat sebagai larutan elektrolit yang tidak dapat menutupi semua pori-pori pada

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

elektroda-elektroda karbon baik pori yang mikro (*microporous*) maupun pori yang meso (*mesoporous*). Juga dapat disebabkan oleh nilai BET yang kecil dari elektroda-elektroda karbon (dalam penelitian tidak dilakukan karakterisasi BET).

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/