

DOI: doi.org/10.21009/03.1201.FA35

STUDI DIFRAKTOMETER SINAR-X KOMPOSIT KARBON AKTIF-ZNO SEBAGAI APLIKASI SUPERKAPASITOR

Novia Ryan Ramadhan¹⁾, Anggara Budi Susila¹⁾, Didik Aryanto^{2, a)}¹Program Studi Fisika, FMIPA Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka No.01, Rawamangun 13220, Indonesia²Pusat Riset Material Maju Badan Riset dan Inovasi Nasional, Kawasan PUSPITEK, Gedung 440-442, Tangerang Selatan 15314, IndonesiaEmail: ^{a)}didikpt@gmail.com

Abstrak

Kebutuhan energi yang terus meningkat dari tahun ke tahun mendorong terciptanya beberapa solusi alternatif dalam memecahkan masalah krisis energi. Oleh karena itu dibutuhkan penyimpanan energi yang efisien untuk mencapai efektivitas penggunaan energi listrik, salah satunya yaitu superkapasitor. Terdapat 2 jenis superkapasitor berdasarkan mekanisme penyimpanannya, yaitu *Electrochemical Double-Layer Capacitor* (EDLC) yang menggunakan bahan elektroaktif berbasis karbon, dan *Pseudocapacitor* yang menggunakan bahan elektroaktif berbasis logam oksida. Dalam upaya mengoptimalkan performa superkapasitor, dilakukan pengembangan jenis kapasitor gabungan antara EDLC dengan *Pseudocapacitor*. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis dan karakterisasi komposit ZnO-karbon aktif (CA) sebagai aplikasi superkapasitor. Komposit ZnO-CA disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan 3 variasi suhu yaitu 100°C, 110°C dan 120°C selama 4 jam, lalu dilanjutkan dengan proses anil pada suhu 400°C selama 4 jam. *Zinc nitrate tetrahydrate* [Zn(NO₃)₂·4H₂O] digunakan sebagai prekursor Zn dan dicampurkan dengan karbon aktif menggunakan metode sonifikasi dengan konsentrasi 0.8 mol. Dari hasil karakterisasi difraksi sinar-x (XRD) dapat disimpulkan bahwa terdapat struktur kristal ZnO dengan bentuk hexagonal wurtzite, dan pengolahan data dilanjutkan menggunakan metode *rietveld refinement* supaya menghasilkan data yang lebih baik.

Kata-kata kunci: Superkapasitor, Seng Oksida, Karbon Aktif, Difraksi Sinar-X.

Abstract

The need for energy which continues to increase from year to year encourages the creation of several alternative solutions in solving the problem of the energy crisis. Therefore, efficient energy storage is needed to achieve the effectiveness of using electrical energy, one of which is supercapacitors. There are 2 types of supercapacitors based on their energy storage mechanism, namely *Electrochemical Double-Layer Capacitor* (EDLC) which uses carbon-based electroactive materials, and *Pseudocapacitor* which uses metal oxide-based electroactive materials. In an effort to optimize supercapacitor performance, a combination of EDLC and pseudocapacitor has been developed. In this research, synthesis and characterization of ZnO-activated carbon (CA) composites as supercapacitor applications have been carried out. ZnO-CA was synthesized using the hydrothermal method with 3 temperature variations, namely 100°C, 110°C and 120°C for 4 hours, then followed by annealing at 400°C for 4 hours. *Zinc nitrate tetrahydrate* [Zn(NO₃)₂·4H₂O] was used as Zn precursor and mixed with activated carbon using the sonification method at a concentration of 0.8 mol. From the results of x-ray diffraction (XRD)

characterization, it can be concluded that there is a ZnO crystal structure with a hexagonal wurtzite shape, and data processing is continued using the rietveld refinement method to produce better data.

Keywords: Supercapacitor, Zinc Oxide, Activated Carbon, X-Ray Diffraction.

PENDAHULUAN

Kebutuhan energi di Indonesia terus mengalami peningkatan seiring dengan aktivitas ekonomi pada sektor rumah tangga, industri, komersial, dan transportasi. Kebutuhan energi yang terus meningkat setiap tahunnya mendorong beberapa solusi energi alternatif dalam memecahkan masalah krisis energi nasional. Dibutuhkan penyimpanan energi yang efisien untuk mencapai efektivitas penggunaan energi listrik. Salah satu media penyimpanan energi yang memiliki rapat energi dan rapat daya yang besar adalah superkapasitor.

Superkapasitor memiliki aplikasi yang sangat luas, seperti sumber daya tambahan pada peralatan listrik dari perangkat seluler hingga kendaraan listrik. Superkapasitor menjanjikan kapasitas penyimpanan energi yang besar karena kepadatan daya yang tinggi, kepadatan energi yang tinggi, dan siklus hidup yang panjang. Meskipun baterai dianggap efektif untuk dijadikan sumber daya bagi alat yang membutuhkan voltase rendah, baterai masih memiliki kelemahan dimana baterai akan mengalami voltage drop jika frekuensi pemakaiannya terlalu sering [1]. Baterai menyimpan energi dengan menggunakan reaksi kimia sedangkan superkapasitor melalui proses pemisahan muatan listrik secara fisika [2].

Berdasarkan mekanisme penyimpanannya, superkapasitor terbagi menjadi 2 yaitu Electrochemical Double-Layer Capacitor (EDLC) adalah superkapasitor yang menggunakan bahan elektroaktif berbasis karbon seperti karbon aktif, karbon nanotube, grafena oksida, grafena oksida tereduksi, dan lain-lain dimana mekanisme penyimpanan energi pada EDLC melalui akumulasi muatan pada antarmuka elektroda-elektrolit sehingga menghasilkan stabilitas jangka panjang dan pengisian daya yang cepat, namun pada superkapasitor jenis EDLC ini memiliki kepadatan energi yang rendah dan aksesibilitas ionic yang terbatas. Jenis lain selain EDLC yaitu Pseudocapacitor yang merupakan superkapasitor dengan bahan elektroaktif berbasis oksida logam seperti Ruthenium Oksida (RuO_2) [3], Mangan Oksida (MnO_2) [4], Kobalt Oksida (Co_2O_4), Seng Oksida (ZnO), dan lain-lain. Mekanisme menyimpan muatan pada pseudocapacitor didasarkan pada prinsip reduksi-oksidasi pada permukaan elektroda, memiliki kapasitas spesifik yang tinggi dan kepadatan energi yang tinggi. Berdasarkan kelebihan dan kekurangan yang telah disebutkan, maka dikembangkan jenis superkapasitor gabungan antara EDLC dengan pseudocapacitor.

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis dan karakterisasi komposit ZnO-karbon aktif (CA) sebagai aplikasi superkapasitor. *Zinc nitrate tetrahydrate* [$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] digunakan sebagai prekursor Zn dan dicampurkan dengan karbon aktif menggunakan metode sonifikasi dengan konsentrasi 0.8 mol, lalu di sintesis menggunakan metode hidrotermal dengan 3 variasi suhu yang berbeda yaitu 100°C , 110°C , dan 120°C selama 4 jam. Hidrotermal merupakan salah satu metode yang digunakan untuk proses penggabungan dua material atau lebih secara in-situ. Salah satu faktor yang mempengaruhi hasil dari proses hidrotermal adalah suhu [5]. Terdapat beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, dimana dalam penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa suhu memiliki peranan dalam pembentukan kristal ZnO, khususnya ukuran.

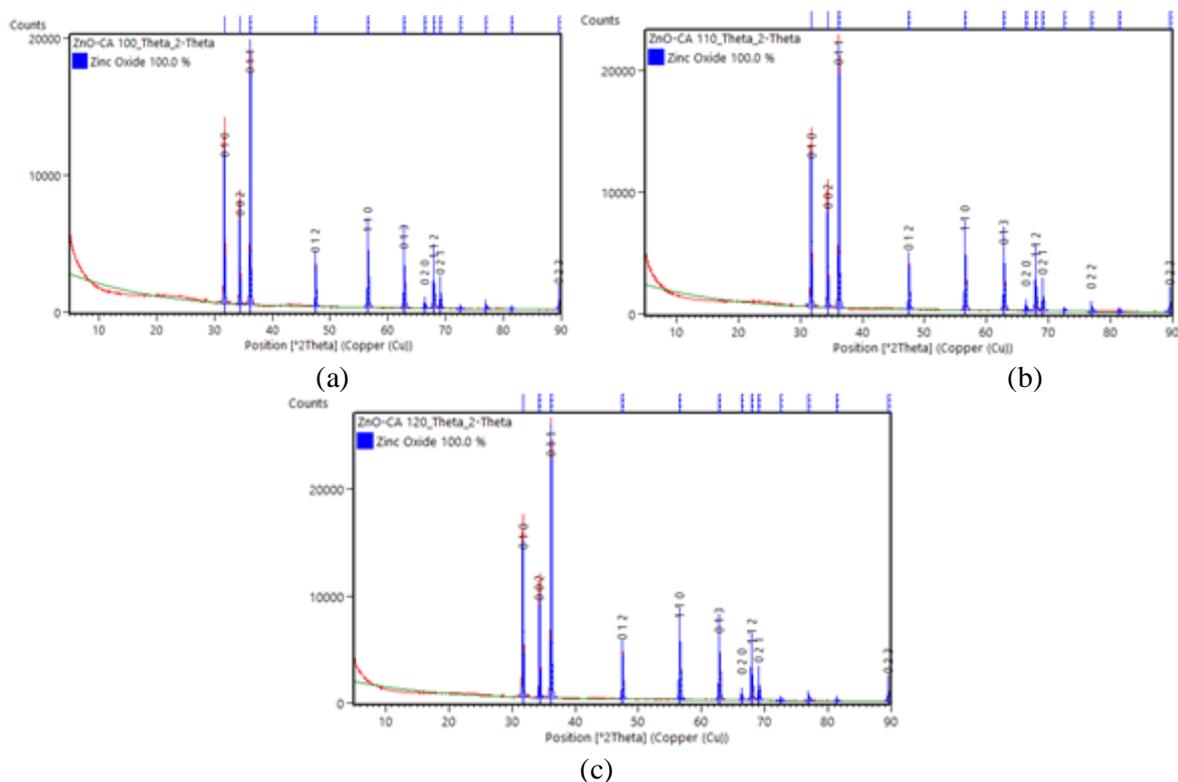
METODOLOGI

Sintesis ZnO-karbon aktif dilakukan dengan metode hidrotermal dengan 3 variasi suhu yang berbeda. Prekursor Zn disiapkan dengan melarutkan 1.254912gr *Zinc Nitrate Tetrahydrate* [$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] dengan 60ml air deionisasi yang telah dicampurkan dengan 0.6729gr *Hexamethylene Tetramine* (HMT). Lalu selanjutnya menambahkan 0.3138gr karbon aktif atau *activated carbon* (CA) menggunakan metode sonikasi selama 5 menit supaya keduanya menjadi homogen. Setelah itu memasukkan larutan yang telah di sonikasi ke dalam teflon dan autoclave untuk dimasukkan kedalam furnace. Sintesis hidrotermal dilakukan di dalam *vacuum furnace* dengan melakukan pengulangan sebanyak 3 kali pada 3 suhu sintesis yang berbeda, yaitu 100°C , 110°C , dan

120°C masing-masing selama 4 jam. Setelah itu sampel di filter menggunakan *vacuum pump*. Sampel yang telah di filtrasi selanjutnya dikeringkan kembali di dalam vacuum furnace dengan suhu 150°C dengan tujuan untuk menghilangkan kadar air yang terkandung pada sampel. Selanjutnya, sampel yang telah dikeringkan kembali diproses dengan perlakuan panas atau anil pada suhu 400°C selama 4 jam. Untuk mengetahui pola difraksi dilakukan karakterisasi dengan metode difraksi sinar-x (XRD) pada sudut 2θ dari 0° - 90° . Pola difraksi yang terbentuk dianalisis menggunakan Highscore Plus dengan metode *Rietveld refinement* untuk menganalisis parameter struktur kristal dari masing-masing sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian yang telah dilakukan, hasil karakterisasi XRD pada komposit ZnO-CA yang disintesis dengan variasi suhu hidrotermal 100°C, 110°C, dan 120°C berupa pola difraksi dengan puncak tertentu. Pola difraksi yang dihasilkan dari ketiga sampel tersebut dianalisis lebih lanjut secara kualitatif menggunakan software Highscore Plus yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa kristal yang terbentuk pada sampel. berdasarkan hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa ketiga sampel membentuk satu fasa (*single phase*) yang didominasi oleh Zinc Oxide dengan nomor referensi ICSD 98-015-5780 untuk seluruh sampel. Hasil tersebut secara tidak langsung menunjukkan bahwa karbon aktif terdistribusi secara sempurna, yang dibuktikan dengan tidak adanya puncak baru serta fasa senyawa lain pada pola difraksi, berikut merupakan pola difraksi yang dihasilkan dari ketiga sampel:



GAMBAR 1. Pola difraksi (a) ZnO-CA 100°C, (b) ZnO-CA 110°C, dan (c) ZnO-CA 120°C menggunakan software Highscore Plus

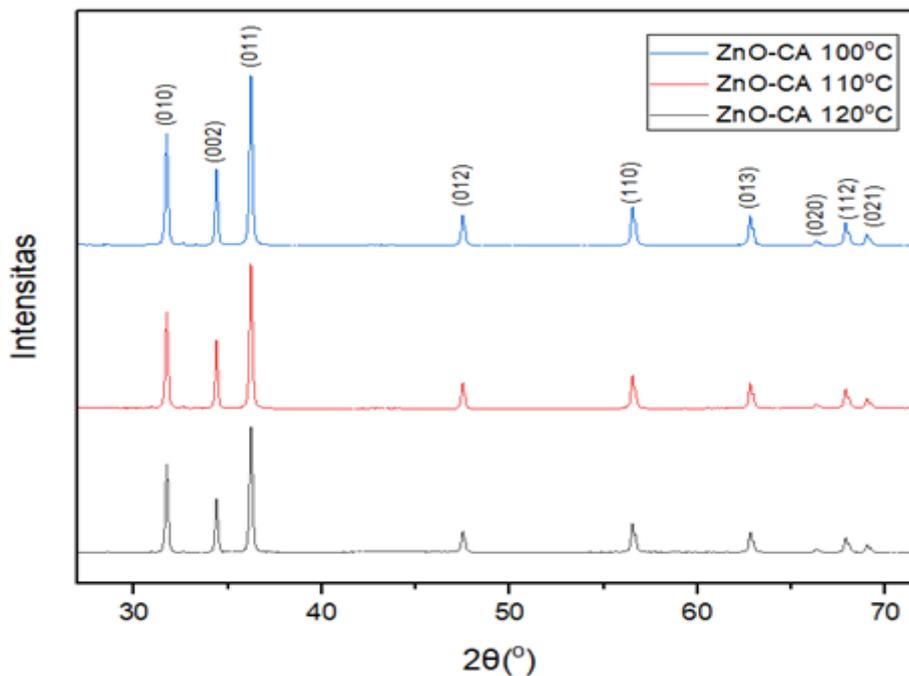
Gambar diatas merupakan pola difraksi sinar X dari komposit ZnO-CA pada variasi suhu hidrotermal 100°C, 110°C, dan 120°C dengan *annealing* 400°C selama 4 jam. Terlihat 3 puncak dominan yang menunjukkan puncak ZnO yaitu (010), (002), dan (011) yang masing-masing muncul pada sudut 31.7° , 34.3° , dan 36.1° . Ketiga puncak tersebut membentuk struktur kristal hexagonal wurtzite, dimana struktur tersebut merupakan kondisi stabil dari ZnO [6]. Analisis kuantitatif juga dilakukan menggunakan software Highscore Plus dengan metode *Rietveld refinement* untuk

menganalisis parameter struktur kristal pada komposit ZnO-CA. berikut merupakan data yang dihasilkan dari proses pengolahan data dengan metode *Rietveld refinement*.

TABEL 1. Parameter struktur kristal komposit ZnO-CA 100°C, ZnO-CA 110°C, dan ZnO-CA 120°C

ZnO-CA 100°C				ZnO-CA 110°C				ZnO-CA 120°C			
2θ (°)	H K L	Int	Fasa	2θ (°)	H K L	Int	Fasa	2θ (°)	H K L	Int	Fasa
31.711	0 1 0	9616.1	Zinc Oxide	31.707	0 1 0	10949.27	Zinc Oxide	31.707	0 1 0	12442.2	Zinc Oxide
34.364	0 0 2	5332.08		34.363	0 0 2	6827.25		34.360	0 0 2	7584.6	
36.196	0 1 1	15965.41		36.193	0 1 1	18875.06		36.192	0 1 1	21404.97	
47.480	0 1 2	2782.44		47.478	0 1 2	3486.24		47.475	0 1 2	3977.89	
56.534	1 1 0	4326.21		56.530	1 1 0	5159.75		56.529	1 1 0	6051.98	
62.796	0 1 3	3102.68		62.793	0 1 3	4050.08		62.790	0 1 3	4709.89	
66.314	0 2 0	515.39		66.309	0 2 0	621.24		66.307	0 2 0	739.84	
67.885	1 1 2	2466.65		67.881	1 1 2	3079.5		67.879	1 1 2	3649.14	
69.024	0 2 1	1294.96		69.019	0 2 1	1577.61		69.017	0 2 1	1883.07	

Berdasarkan data pada TABEL 1, dapat dilihat bahwa nilai intensitas tertinggi berada pada bidang hkl (011), serta terlihat pula puncak yang tumbuh berada pada posisi 2θ yang hampir sama atau dapat dikatakan tidak mengalami pergeseran yang drastis. Hal tersebut secara tidak langsung juga menunjukkan bahwa ketiga sampel masih berada pada kondisi stabil meskipun disintesis dengan suhu yang berbeda. GAMBAR 2 berikut merupakan gambaran dari pola difraksi pada ketiga sampel yang hanya mengalami sedikit pergeseran posisi.



GAMBAR 2. Pergeseran puncak yang terbentuk pada pola difraksi masing-masing sampel

Berdasarkan data yang dihasilkan dari uji karakterisasi dengan metode difraksi sinar-x dapat disimpulkan bahwa perbedaan suhu pada proses sintesis ketiga sampel tersebut tidak membuat posisi puncak pada pola difraksi menjadi bergeser, melainkan hanya mengalami kenaikan pada nilai intensitas dari masing-masing puncak. Hal tersebut terjadi karena variasi suhu sintesis serta suhu anil yang digunakan berada di daerah pada saat ZnO stabil, dibuktikan juga dengan struktur kristal yang terbentuk yaitu hexagonal wurtzite. Selain mengetahui posisi serta intensitas, dapat diketahui juga

ukuran kristal dari masing masing sampel. Ukuran kristal dapat diketahui dengan menghitung menggunakan persamaan Debye Scherrer, yaitu sebagai berikut:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

Dimana D adalah ukuran kristal atau crystallite size (nm), k adalah konstanta faktor bentuk kristal (umumnya digunakan nilai 0,9), λ adalah panjang gelombang sinar-X, β adalah lebar setengah puncak atau Full Width at Half Maximum (FWHM) yang telah dikoreksi dengan faktor instrument (radian), dan θ adalah sudut pola difraksi [7]. Hubungan antara ukuran kristal dengan nilai FWHM adalah berbanding terbalik, dimana nilai FWHM yang kecil akan menghasilkan ukuran kristal yang besar, begitupun sebaliknya [8]. Dengan menghitung menggunakan persamaan Debye Scherrer, maka didapatkan data ukuran kristal sebagai berikut:

TABEL 2. Ukuran kristal

Sampel	FWHM	Ukuran kristal (nm)
ZnO-CA 100°C	0.1362	122.7
ZnO-CA 110°C	0.1287	129.8
ZnO-CA 120°C	0.136	122.9

Nilai intensitas XRD dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas bahan. Sehingga semakin tinggi intensitasnya, semakin kristalin bahan tersebut. Saat suatu bahan berstruktur kristalin, maka susunan atomnya akan lebih teratur dan rapi. Hal tersebut mempengaruhi sifat bahan itu sendiri, termasuk sifat listriknya. Saat susunan atom menjadi lebih rapi, elektron akan lebih cepat mengalir dalam bahan tersebut dan membuat bahan memiliki sifat konduktifitas yang lebih baik [9]. Dari data ukuran kristal yang dihasilkan dapat ditarik kesimpulan bawa diantara ketiga sampel, sampel ZnO-CA yang disintesis dengan suhu 110°C memiliki ukuran kristal yang lebih besar diantara 2 sampel lainnya

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, komposit ZnO-CA yang di sintesis menggunakan metode hidrotermal dengan 3 variasi suhu berbeda yaitu 100°C, 110°C, dan 120°C, ketiganya memiliki struktur kristal *hexagonal wurtzite* dan terdiri dari satu fasa (single phase) dan fasa yang terbentuk didominasi oleh ZnO (*zinc oxide*). Hal tersebut secara tidak langsung menjelaskan bahwa CA (karbon aktif) terdistribusi secara sempurna. Perbedaan suhu yang dipakai pada saat sintesis tidak terlalu berpengaruh terhadap ukuran kristal, terbukti dari hasil perhitungan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer dimana ZnO-CA 100°C dan ZnO-CA 120°C memiliki ukuran kristal 122.7 dan 122.9nm sedangkan ZnO-CA 110°C memiliki ukuran kristal 129.8nm. Dari hasil penelitian ini, variasi suhu pada proses hidrotermal berbanding lurus terhadap nilai intensitas pada puncak dari pola difraksi yang terbentuk. Nilai intensitas XRD juga dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas bahan, semakin tinggi intensitasnya maka semakin kristalin bahan tersebut, dan dapat dikatakan susunan atomnya lebih teratur dan rapi. Hal tersebut dapat mempengaruhi sifat listrik dari komposit yang terbentuk, saat susunan atom menjadi lebih rapi maka elektron akan lebih cepat mengalir dan membuat bahan memiliki sifat konduktifitas yang lebih baik.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Anggara Budi Susila, M.Si dan Didik Aryanto, M.Si yang telah membimbing dan memberi arahan dalam penelitian ini, serta fasilitas pendukung dari Pusat Riset Material Maju, Badan Riset dan Inovasi Nasional. Mohon maaf apabila terdapat kekurangan dan kesalahan dalam penulisan jurnal ini. Semoga jurnal penelitian ini dapat berguna dan bermanfaat bagi pembaca.

REFERENSI

- [1] F. I. Pasaribu, S. A. Lubis, S. I. P. Alam, "Superkapasitor Sebagai Penyimpan Energi Menggunakan Bahan Graphene," *RELE (Rekayasa Elektr. dan Energi) Jurnal Teknik Elektro*, vol. 2, no. 2, pp. 65-72, 2020, doi: 10.30596/rele.v2i2.4419.
- [2] O. N. Tetra, "Superkapasitor Berbahan Dasar Karbon Aktif Dan Larutan Ionik Sebagai Elektrolit," *J. Zarah*, vol. 6, no. 1, pp. 39-46, 2018, doi: 10.31629/zarah.v6i1.293.
- [3] W. Wang *et al.*, "Hydrous ruthenium oxide nanoparticles anchored to graphene and carbon nanotube hybrid foam for supercapacitors," *Scientific Report*, vol. 4, no. 1, pp. 9-14, 2014, doi: 10.1038/srep0445.
- [4] Nursiti *et al.*, "Elektrosintesis Nanokomposit α -MnO₂/C dan Fabrikasinya untuk Aplikasi Superkapasitor," *Jurnal Chemurgy*, vol. 2, no. 1, pp. 6-11, 2018, doi: 10.30872/cmg.v2i1.1631.
- [5] Sunaina *et al.*, "Effect of hydrothermal temperature on structural, optical and electrochemical properties of α -MnO₂ nanostructures for supercapacitor application," *Chemical Physics Letters*, vol. 777, p. 138742, 2021, doi: 10.1016/j.cplett.2021.138742.
- [6] W. Purno Aji *et al.*, "Pengaruh Suhu Tumbuh Terhadap Struktur Kristal Lapisan Tipis ZnO 0.02 mol," *Seminar Nasional Fisika Universitas Negeri Jakarta*, vol. 2, pp. 33-36, 2013, [Daring], Tersedia pada: http://sipeg.unj.ac.id/repository/upload/artikel/Pengaruh_Suhu_Tumbuh_Terhadap_Struktur_Kristal.pdf
- [7] S. D. Yudanto *et al.*, "Sintesis dan Karakterisasi MgB₂ dengan Penambahan Nano-SiC melalui Metode Reaksi Padat," *Indones. J. Appl. Physics*, vol. 12, no. 1, p. 108, 2022, doi: 10.13057/ijap.v12i1.49136.
- [8] B. Astuti *et al.*, "Structure, morphology, and optical properties of ZnO:Mg thin film prepared by sol-gel spin coating method," *J. Ilm. Pendidik. Fis. Al-Biruni*, vol. 10, no. 2, pp. 241-250, 2021, doi: 10.24042/jipfalbiruni.v10i2.7239.
- [9] D. Susanti, R. F. Suwandana, "Analisis Pengaruh Massa Reduktor Zinc terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene," *Jurnal Teknik ITS*, vol. 4, no. 1, pp. 95-100, 2015.