Studi Luas Permukaan Spesifik Zeolit Akibat Pengaruh Mikrostruktur dan Potensinya Sebagai Elektrode Superkapasitor

Jennifer Kapriati Pakpahan," Pulung Karo Karo dan Bambang Joko Suroto

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1 Gedung Meneng Bandar Lampung 35145 email: pakpahanjennifer@yahoo.co.id

ABSTRACT

The synthesis of zeolite based rice husk silica by using sol-gel method with heat treatment 450 °C, 550 °C, dan 650 °C has been investigated. This research was conducted to study the effect of particle size and pore size to specific surface area of zeolite. The characteristics of sample were observed byX-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), and specific surface area with Branauer Emmet Teller (BET). The research result showed that the structure was amorf with cristobalite, corundum, and delta-Al₂O₃ phase. The heat treatment of 450 °C showed the smallest particle size amounted to 16.322 μ m and the largest pore size amounted to 5.786 μ m with the highest specific surface area amounted to 216.250 m²/g, so it is potential to be used as a super capacitor electrode.

Keywords: Heat treatment, microstructure, spesific surface area, zeolite

PENDAHULUAN

Seiring berkembangnya zaman, kebutuhan manusia akan penggunaan energi listrik terus meningkat. Sebagai contoh adalah telepon genggam dan laptop, dimana membutuhkan penyimpanan energi listrik, yaitu baterai. Namun, baterai membutuhkan waktu yang cukup lama untuk menyimpan energi listrik ke dalam piranti tersebut (Hyeok, 2001). Untuk memenuhi kebutuhan itulah diperlukan perangkat penyimpanan energi yang mampu mengecas dengan waktu yang lebih singkat dengan penyimpanan energi yang lebih efisien, yaitu superkapasitor (Adhytiawan & Susanti, 2013).

Superkapasitor merupakan salah satu alat penyimpan energi listrik, yaitu waktu hidup yang lebih lama dan pengisian muatan dalam waktu 2-5 menit saja (Adhytiawan & Susanti, 2013), (Jayalaksmi, 2008). Superkapasitor memiliki komponen yang terdiri dari elektrode, elektrolit, pemisah (*separator*), dan pengumpul arus (*current collector*). Salah satu komponen yang memainkan peranan penting adalah elektrode. Umumnya material yang digunakan untuk pembuatan elektrode superkapasitor selain murah, juga memiliki potensi kerapatan energi yang tinggi dan aksesibilitas pori yang baik,yaitu karbon(Dietz & Nguyen, 2002).

Namun, dewasa ini banyak penelitian yang menggunakan bahan sintesis dengan memanipulasi struktur dan penggunaan zat tertentu agar diperoleh struktur berpori yang berkualitas baik selain karbon. Salah satunya adalah bahan zeolit yang dibentuk dari silika. Zeolit juga memiliki

^{*}Penulias korespondensi

harga terjangkau, luas permukaan spesifik yang besar, dan konduktivitas listrik yang kompetitif (Rianto *et al.*, 2012).

Mineral utama untuk membentuk kerangka zeolit adalah silika, disamping alumina. Silika dapat diperoleh dari hasil ekstraksi sekam padi. Telah banyak penelitian yang mengembangkan dan memanfaatkan silika dari sekam padi sebagai bahan untuk sintesis zeolit (Fuadi *et al.*, 2013). Menurut Sapei *et al.* (2012) bahwa kandungan silika dari sekam padi berkisar 18 - 22%, stabilistas termal yang tinggi mencapai 1.414 °C, dan kereaktifannya yang tinggi.

Pada penelitian ini, metode yang digunakan untuk memperoleh zeolit adalah metode sol-gel. Selanjutnya sekam diekstraksi dan dicampur dengan sodium aluminat yang menghasilkan sol zeolit. Kemudian dibuat menjadi gel lalu dikeringkan, digerus untuk menghasilkan serbuk zeolit dan dibentuk pelet, lalu diberi perlakuan termal 450 °C, 550 °C, dan 650 °C. Adapun tujuan penelitian untuk mengetahui besar luas permukaan spesifik zeolit akibat pengaruh perlakuan termal terhadap mikrostruktur. Zeolit akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat struktur fasa yang terbentuk, SEM untuk melihat mikrostruktur, dan BET untuk menentukan besar luas permukaan spesifik.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini terdiri atas serangkaian kegiatan yaitu ekstraksi silika sekam padi, sintesis zeolit, perlakuan termal, dan karakterisasi sampel. Sekam padi diperoleh dari limbah pembuangan penggilingan padi. Selanjutnya sekam padi diproses denganpencucian, perendaman, dan pengeringan dibawah sinar matahari.

Ekstraksi silika dilakukan dengan

teknik sol-gel yaitu merebus 50 g sekam padi dengan larutan 500 ml NaOH 5% selama 30 menit, didinginkan, disaring, dan di-aging selama 24 jam menghasilkam sol silika. Sementara sol aluminat diperoleh dari 5 g Al(OH)₃ yang terlarut ke dalam 50 ml NaOH 5% dengan kecepatan 500 rpm selama 2 jam. Sol aluminat dan sol silika diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 550 rpm. Campuran tersebut ditetesi HNO₃ 5% hingga diperoleh pH 7 menghasilkan gel zeolit. Kemudian diaduk dengan kecepatan 1000 rpm selama 7 jam dan di-aging selama 24 jam. Gel zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C, digerus, dan diayak menggunakan ayakan berukuran 100 tm menghasilkan serbuk zeolit. Serbuk dibentuk menjadi pelet dengan beban 5 ton untuk pengujian SEM. Selanjutnya diberi perlakuan termal 450°C, 550°C, dan 650 °C. Sementara zeolit untuk uji XRD dan BET dalam bentuk serbuk dengan perlakuan termal yang sama, waktu tahan 3 jam dengan kenaikan suhu 3° per menit. Untuk menentukan nilai luas permukaan spesifik dengan analisis BET menggunakan persamaan.

$$S_{tot} = \frac{V_m N}{M} A \tag{1}$$

dimana S_{tot} adalah luas permukaan total (m²/g), V_m adalah volume gas teradsorpsi (cm³/g), A adalah *cross sectional* (16,2×10⁻²⁰ m), N adalah Bilangan Avogadro (g/mol) dan M adalah berat molekul (g).

HASIL DAN DISKUSI

Struktur Fasa Zeolit

Dari hasil penelitian sampel suhu 550 °C yang telah diuji dicocokkan dengan PCPDFWIN versi 1.3 JCPSD-ICOD 1997, menunjukkan bahwa struktur berbentuk amorf. Struktur fasa yang terbentuk yaknicristobalite (PDF-39-1425) pada $2\theta = 21,48^{\circ}$ dengan bidang kisi (101), corundum (PDF-41-1478) pada $2\theta = 42,88^{\circ}$ dengan bidang kisi (113), dan delta-Al₂O₃ (PDF-46-1215) dengan bidang kisi (046) pada $2\theta = 66,92^{\circ}$ yang ditunjukkan pada Gambar 1.

Berdasakan Gambar 1, sampel didominasi senyawa aluminosilikat, yakni fasa SiO₂ dan Al₂O₃ yang mengindikasikan bahwa sampel sudah membentuk struktur penyusun zeolit namun belum bereaksi secara sempurna sehingga antara fasa Si dan Al terpisah pada sudut puncak tertentu. Hal tersebut juga yang mengakibatkan pada suhu 550 °C membentuk struktur amorf.

Pengaruh Perlakuan Termal Terhadap Mikrostuktur

Zeolit yang diberi perlakuan termal memepengaruhi mikrostruktur sampel yaitu ukuran pori dan ukuran partikel. Hasil mikrograf SEM zeolit pada perlakuan termal $450 \degree$ C - $650 \degree$ C ditunjukkan pada Gambar 2.

Pada perlakuan termal 450 °C (Gambar 2a) terlihat pori yang cukup besar dengan diberi tanda panah kuning, yakni bentuk dan ukuran partikel yang tidak seragam seperti bulat, lonjong, dan memanjang. Sementara perlakuan termal 550 °C (Gambar 2b) terlihat bahwa ukuran pori lebih mengecil dengan bentuk dan ukuran partikel yang lebih besar. Aglomerasi (penggumpalan) mulai terlihat pada sampel yang diberi lingkaran merah. Selanjutnya, perlakuan termal 650 °C (Gambar 2c) terlihat pori sudah mulai tertutup dengan pertumbuhan patikel baru oleh karena suhu semakin tinggi. Sehingga sampel dipenuhi butir-butir dan permukaan terlihat lebih memadat. Namun terlihat pada lingkaran merah sampel ini mengalami aglomerasi.

Ukuran partikel dan ukuran poridari hasil mikrograf SEM dapat dilihat pada Tabel 1, yakni semakin tinggi perlakuan termal maka semakin besar ukuran partikel sementara ukuran pori semakin menurun. Penelitian ini sesuai dengan penelitian Callister (2007).

Pengaruh Mikrostruktur Terhadap Luas Permukaan Spesifik

Ukuran pori dan partikel memengaruhi besar luas permukaan spesifik zeolit. Luas permukaan spesifik dilakukan dengan metode BET menggunakan Persamaan 1. Besar luas permukaan spesifik sampel akibat perlakuan termal ditunjukkan pada Gambar 3.

Berdasarkan Gambar 3, terlihat bahwa meningkatnya perlakuan termal menyebabkan luas permukaan spesifik cenderung menurun. Menurunnya luas permukaan spesifik dipengaruhi oleh ukuran pori dan partikel bahan yang disebabkan perlakuan termal seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. Perlakuan termal 450 °C, 550 °C, dan 650 °C menyebabkan ukuran pori semakin mengecil sementara ukuran pertikel semakin meningkat menyebabkan luas permukaan spesifik menurun. Hasil ini memperlihatkan bahwa zeolit merupakan material berpori, yakni didukung dengan hasil analisis XRD bahwa struktur berbentuk amorf sehingga memiliki luas permukaan spesifik >100 m^2/g . Penelitian ini sesuai dengan penelitian Yuliusman et al. (2010) dan Sadeli & Mutakin (2012).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh bahwa struktur berbentuk amorf dengan fasa *cristobalite, corundum,* dan delta-Al₂O₃. Perlakuan termal 450 °C, 550 °C, dan 650

22 J. K. Pakpahan et al.: Luas Permukaan Spesifik Zeolit Akibat Pengaruh Mikrostruktur



Gambar 1: Spektrum pola XRD temperatur 550 °C, C = cristobalite dan Cr=corundum.



Gambar 2: Hasil mikrograf SEM perlakuan temperatur berbeda.

Table 1. Thash pengukuran ukuran pon dan partikei.							
Temperatur (°C)	Ukuran pori (µm)	Ukuran partikel (μ m)					
450	5,786	16,322					
550	2,599	21,845					
650	1,480	22,349					

Tabel 1. F	Hasil	nengukuran	ukuran	nori	dan i	nartikel
1avei 1. 1	10511	pengukulan	unutan	pon	uan	partikei.



Gambar 3: Grafik hubungan perlakuan termal terhadap luas permukaan.

°C menyebabkan ukuran pori menurun dan ukuran partikel meningkat sehingga luas permukaan spesifik semakin menurun. Perolehan nilai luas permukaan spesifik 149,984 m²/g hingga 216,250 m²/g berpotensi digunakan sebagai elektrode superkapasitor.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada dosen pembimbing penelitian, Kepala Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi (P3GL) Bandung, Laboratorium Instrumentasi dan Analisis Teknik Kimia ITB Bandung, serta Badan Tenaga Nuklir (BATAN) Serpong sehingga terselesaikannya penelitian ini.

REFERENSI

Adhytiawan A. A & D. Susanti. 2013. Pengaruh variasi Waktu Tahan Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 2.No. 1. pp 45-50.

- Callister W. D. 2007. *Material Science and Engineering-An Introduction*. 7thed John Wiley & Sons. Inc: USA.
- Dietz S. D & Nguyen. 2002. Mesoporous Carbon Electrodes for Double Layer Capacitors. *Proceedingsof the 2002 NSF Design, Service and Manufacturing Grantees and Research Conference*. Tampa.
- Fuadi A. M., M. Musthofa, K. Harismah, Haryanto, & N. Hidayati. 2013. Pemakaian Microwave untuk Optimasi Pembuatan Zeolit Sintesis dari Abu Sekam Padi. Simposium Nasional Teknologi Terapan. ISSN 2339-028X. pp 1-5.
- Hyeok A. K. 2001. Electrochemical Properties of High-Power Supercapasitors Using Single-Walled Carbon Nanotubes Electrodes. *Andanced Functional Material*. Vol. 11. pp 387-392.
- Jayalakshmi M. 2008. Simple Capasitors to Supercapasitors. *International Journal Electrochemical Science*. Vol. 3. pp 1196-1217.
- Rianto L. B., S. Amalia, & S. N. Khalifah. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam

Titanium pada Zeolit Alam Malang terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Alchemy*. Vol. 2.No. 1. pp 58-67.

Sadeli Y. & Mutakin. 2012. Pengaruh Variasi Besar Butir Carbon Black terhadap Karakteristik Pelat Bipolar. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi*. Vol. 13.No. 1. pp 25-32.

Sapei L., A. Miryanti, & L. B. Widjaja. 2012.

Isolasi dan Karakterisas iSilika dari Sekam Padi dengan Perlakuan Awal Menggunakan Asam Klorida. *The 1st Symposium in Industrial Technology*. Vol. 2. pp A8-A15.

Yuliusman W., W. P.Yulianto, & P. S. Yuda. 2010. Preparasi Zeolit Alam Lampung dengan Larutan Hf, HCl dan Kalsinasi untuk Adsorpsi Gas CO. *Prosiding Seminar Rekayasa Kimia danProses*. pp 1411-4216.