

Reversibilitas Reaksi Elektrokimia pada Elektroda Superkapasitor Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi yang Dikalsinasi pada Suhu 450, 550, dan 650 °C

FATIA ULFAH*, SUPRIHATIN DAN POSMAN MANURUNG

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1 Gedung Meneng Bandar Lampung 35145

email:fatiaulfah8@gmail.com

ABSTRACT

Zeolite based silica rice husk has been prepared at temperature of 450, 550, and 650 °C. This research was conducted to study the effect of calcination temperature in forming of crystalline phases and standard electron rate constant (k_0). The zeolite K450 was formed quartz and bohmite phases, zeolite K550 and K650 was formed cristobalite, stishovite, gamma-alumina, and natrolite phases. Electrochemical reaction of zeolite K450, K550 and K650 are irreversible. Peak potential oxidation-reduction is between 240 mV and 390 mV. The higher value of calcination, the higher value of k_0 . The k_0 value of zeolite K450, K550, K650 at scan rate of 1 V/s are 29.658×10^{-8} ; 36.398×10^{-9} ; 77.110×10^{-9} cm/s respectively. Natrolite phase of zeolite K550 and K650 have changed zeolite charge be netral. Based on these result, value k_0 of zeolite K550 and K650 are going to be a reversible.

Keywords: Electrochemical, rice husk, supercapacitor, zeolite

PENDAHULUAN

Superkapasitor merupakan piranti elektronik dengan kapasitansi listrik yang tinggi (Burke, 2000). Superkapasitor memanfaatkan luas elektroda dan dielektrik elektrolisis yang tipis untuk menjangkau kapasitansi yang lebih besar dibandingkan dengan kapasitor konvensional (Conway, 1999). Mekanisme penyimpanan muatan dalam superkapasitor dapat terjadi secara non-*faradaic* ataupun *faradaic*. Penyimpanan muatan secara non-*faradaic* atau listrik statis terjadi karena tidak ada transfer muatan antara elektroda dan elektrolit. Penyimpanan muatan secara *faradaic* akan menghasilkan reaksi sistem secara reversibel, irreversibel, ataupun kuasi-reversibel yang

berhubungan dengan siklus hidup superkapasitor (Heinze, 1984).

Superkapasitor berkapasitansi dan berenergi tinggi dapat dijangkau menggunakan elektroda yang berbahan konduktif seperti *ruthenium oxide* (Miller & Simon, 2008). Dikarenakan keberadaan RuO_2 yang terbatas dan harga yang cukup mahal, maka dikembangkan material lain seperti zeolit. Zeolit merupakan mineral aluminasilikat berpori dengan luas permukaan yang besar (Barrer, 1979). Zeolit memiliki berbagai kemampuan dan sifat, seperti dapat menukar ion, memiliki kadar keasaman, dan stabilitas termal yang cukup tinggi (Muresan, 2011). Berdasarkan sifat dan kemampuannya inilah, zeolit berpotensi sebagai bahan elektroda superkapasitor (Zhong *et al.*, 2014).

*Penulias korespondensi

Zeolit dapat disintesis dari berbagai sumber silika, salah satunya sekam padi. Sekam padi memiliki kandungan silika sebesar 80-90% (Faizul *et al.*, 2013), luas permukaan spesifik sebesar 450 m²/g dan porositas sebesar 87% (Kumar *et al.*, 2012). Maka, silika sekam padi dapat dijadikan sebagai bahan elektroda superkapasitor.

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukanlah pembuatan zeolit dengan mensintesis silika dari sekam padi. Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X atau *X-Ray Diffraction* (XRD) simadzu 7000 untuk mendapatkan struktur kristal serta potensiostat e-corder 410 dengan metode voltametri siklik untuk mengetahui sifat reversibilitas sebagai bahan elektroda superkapasitor.

METODE PENELITIAN

Diagram alir penelitian ditunjukkan pada Gambar 1. Pembuatan zeolit dilakukan dengan mencampurkan sol silika (50 gram sekam padi + 5% NaOH) dengan larutan sodium aluminat (5 gram Al(OH)₃ + 5% NaOH) sehingga didapatkan sol zeolit. Sol zeolit tersebut ditetesi HNO₃ hingga pH larutan menjadi 7 dan berbentuk gel. Gel zeolit selanjutnya dipanaskan hingga menjadi padat dan digerus untuk mendapatkan bentuk serbuk. Serbuk tersebut dilakukan proses penekanan untuk mendapatkan bentuk pelet. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 450, 550, dan 650 °C.

HASIL DAN DISKUSI

Hasil difraktogram XRD zeolit K450, K550, dan K650 ditunjukkan Gambar 2. Difraktogram zeolit K450 menunjukkan struktur kristal alumina dengan molekul kimia (AlO(OH)) yang membentuk fasa alumina terhidrat (bohmit). Sesuai dengan penelitian

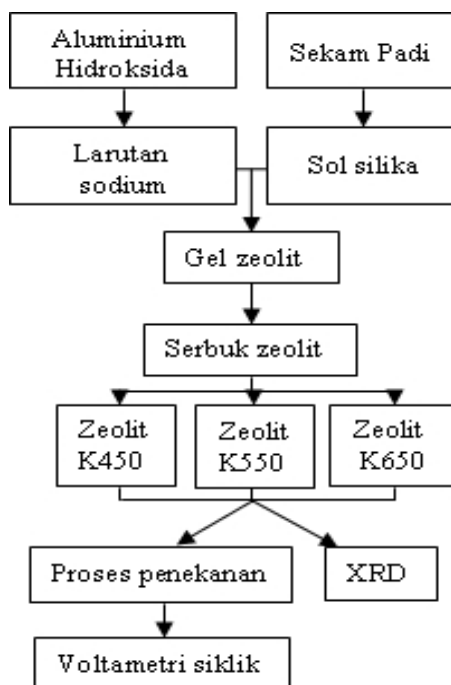
yang dilakukan oleh Bodisova *et al.* (2004) bahwa fasa bohmit akan bertransformasi menjadi fasa alumina anhidrat pada suhu di atas 500 °C.

Pembentukan fasa bohmit ini terbentuk pada $2\theta = 14,48^\circ$ (PDF 21-1307). Selain itu, pembentukan struktur kristal silika dengan fasa kuarsa terbentuk pada $2\theta = 28,23^\circ$ (PDF 30-1127). Walaupun fasa zeolit belum dapat terbentuk pada sampel K450, namun telah membentuk fasa aluminosilikat yang merupakan cikal dari pembentukan fasa zeolit.

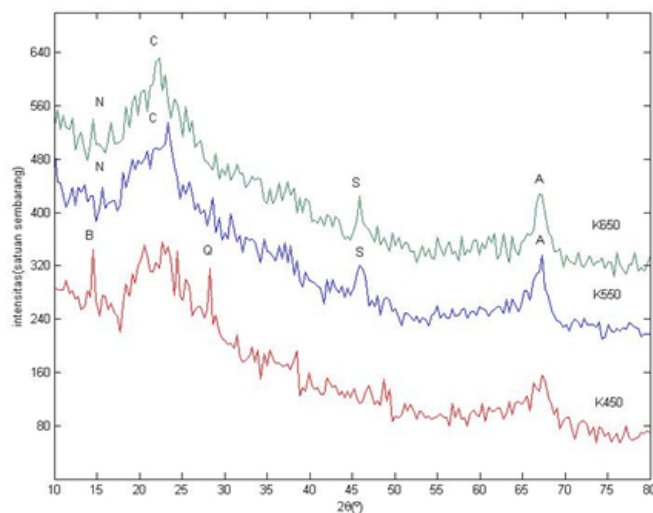
Pada zeolit K550 didapatkan struktur kristal silika dengan fasa kristobalit yang terbentuk pada $2\theta = 21,91^\circ$ (PDF 39-1425) dan fasa stasovite pada $2\theta = 45,81^\circ$ (PDF 15-0026). Fasa gamma-alumina pada struktur kristal alumina (Al₂O₃) terbentuk pada $2\theta = 67,24^\circ$ (PDF-46-1215). Munculnya fasa gamma-alumina pada suhu ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Al'mysheva *et al.* (2005) bahwa gamma-alumina terbentuk pada suhu di atas 450 °C. Fasa natrolit terbentuk di $2\theta = 15,02^\circ$ (PDF 45-1413) dengan intensitas yang kecil yang menunjukkan struktur mineral zeolit telah terbentuk.

Difraktogram XRD K650 didapatkan fasa kristobalit pada $2\theta = 21,76^\circ$ (PDF 39-1425); fasa stasovite pada $2\theta = 45,85^\circ$ (PDF 15-0026); fasa gamma-alumina pada $2\theta = 67,30^\circ$ (PDF 46-1215); dan fasa natrolit pada $2\theta = 15,04^\circ$ (PDF 45-1413). Kalsinasi sampel K650 belum dapat mengubah fasa yang terbentuk pada sampel K550, sehingga fasa-fasa yang terbentuk pada suhu ini masih terbentuk dengan sudut 2θ yang hampir sama.

Zeolit dengan kenaikan suhu kalsinasi yang menghasilkan kenaikan nilai potensial puncak anodik serta katodik ditunjukkan pada Tabel 1. Pengaruh besarnya laju pengulangan pada saat pengukuran juga akan



Gambar 1: Diagram alir penelitian.



Gambar 2: Difraktogram XRD sampel Zeolit dengan B: bohmit, Q: kuarsa, C: kristobalit, A: gamma-alumina, S: stashovite, dan N: natrolit dengan $\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$.

memberikan nilai potensial anodik dan katodik menjadi lebih besar, sehingga akan memperbesar ΔE_p masing-masing zeolit.

Hasil nilai k_0 ketiga zeolit dengan laju pengulasan 0,01; 0,05; 0,1; 0,5; dan 1 V/s ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan Tabel 2 didapatkan nilai k_0 dari ketiga zeolit yang berada di bawah nilai k_0 reaksi irreversibel. Sehingga sampel K450, K550, dan K650 dalam penelitian ini termasuk ke dalam reaksi yang irreversibel.

Ketiga zeolit yang diukur dengan variasi laju pengulasan menunjukkan bahwa seiring dengan naiknya suhu kalsinasi maka akan menghasilkan nilai k_0 yang semakin besar, yang menuju kepada reaksi reversibel.

Adapun hasil pembentukan fasa zeolit dengan nilai k_0 yang dihasilkan dari zeolit dapat dilihat pada Tabel 3. Tabel 3 menunjukkan bahwa fasa bohmit dan kuarsa dari zeolit K450 memiliki nilai k_0 yang lebih kecil dibandingkan dengan zeolit K550 dan K650. Kandungan hidrat (OH) alumina pada fasa bohmit K450 menjadikan nilai k_0 lebih rendah dibandingkan dengan zeolit K550 yang telah bertransformasi menjadi fasa alumina anhidrat dengan kehilangan kandungan OH. Pada zeolit K550 dan K650 sama-sama membentuk fasa kristobalit, natrolit, dan gamma-alumina, tetapi memiliki nilai k_0 yang berbeda. Nilai k_0 pada zeolit K650 menjangkau nilai yang lebih tinggi dibandingkan sampel K550.

Walaupun ketiga zeolit bersifat irreversibel, namun kecenderungan sampel berpotensi menjangkau sifat yang reversibel dengan dibuktikan nilai k_0 yang semakin tinggi seiring dengan perubahan fasa kristal yang diakibatkan oleh kenaikan suhu kalsinasi.

KESIMPULAN

Hasil uji XRD menunjukkan bahwa sampel zeolit K450 didapatkan fasa kuarsa dan bohmit, zeolit K550 dan K650 didapatkan berupa fasa kristobalit, gamma-alumina, dan natrolit. Natrolit merupakan fasa dari salah satu pembentuk zeolit. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin tinggi pula nilai k_0 yang dihasilkan. Reaksi elektrokimia dari ketiga sampel (K450, K550, dan K650) bersifat irreversibel yang dapat terlihat pada bentuk kurva dengan perbedaan nilai puncak oksidasi-reduksi sebesar 240-390 mV, dan nilai k_0 yang berada pada orde 10^{-9} . Pembentukan fasa natrolit ($\text{Al}_2\text{Na}_2\text{O}_{10}\text{Si}_3$) pada zeolit K550 dan K650 mengubah muatan zeolit menjadi netral yang berdampak kepada kecenderungan nilai k_0 yang mendekati nilai dan sifat yang reversibel.

REFERENSI

- Al'myasheva O.V., E. N. Korytkova, A. V. Maslov, & V. V. Gusarov. 2005. Preparation of Nanocrystalline Alumina under Hydrothermal Conditions. *Inorganic Material*. Vol. 41. No. 5. pp 460-467.
- Barrer R.M. 1979. *Chemical Nomenclature and Formulation of Compositions of Synthetic and Natural Zeolite*. Pergamon Press. London.
- Bodisova K., L. Pach, & V. Kovar. 2004. Influence of the Preferred Orientation of Boehmite Crystallites on α - Al_2O_3 Crystallization. *Ceramic Silikat*. Vol. 1. pp 34-39.
- Burke A. 2000. Ultracapacitors: Why, How, and Where is the Technology. *Journal of Power Sources*. Vol. 91. pp 37-50.
- Conway B.E. 1999. *Electrochemical Supercapacitors: Scientific Fundamentals and Techno-*

Tabel 1: Puncak potensial anodik dan katodik dari masing-masing Zeolit pada laju ulas 0,01; 0,05; 0,1; 0,5; dan 1 V/s.

Zeolit	Laju ulas (V/s)	E_{pa} (V)	E_{pc} (V)	ΔE_p (V)
K450	0,01	-0,046	-0,302	0,256
	0,05	-0,034	-0,306	0,272
	0,10	-0,024	-0,312	0,288
	0,50	0,006	-0,316	0,322
	1,00	0,030	-0,330	0,360
K550	0,01	0,010	-0,230	0,240
	0,05	0,030	-0,246	0,276
	0,10	0,040	-0,260	0,300
	0,50	0,060	-0,260	0,326
	1,00	0,090	-0,270	0,360
K650	0,01	0,000	-0,266	0,266
	0,05	0,012	-0,276	0,288
	0,10	0,020	-0,290	0,310
	0,50	0,060	-0,300	0,360
	1,00	0,080	-0,316	0,396

Tabel 2: Nilai k_0 pada reaksi Irreversibel dari Zeolit K450, K550, dan K650 pada laju pengulasan 0,01; 0,05; 0,1; 0,5 dan 1 V/s.

Laju ulas (V/s)	k_0 (10^{-9} cm/s)			Nilai k_0 (10^{-4} cm/s)
	K450	K550	K650	
0,01	0,05	0,45	2,49	0,35
0,05	2,04	3,10	9,17	0,78
0,10	5,93	7,30	16,25	1,11
0,50	13,26	16,48	43,14	2,48
1,00	29,66	36,40	77,11	3,50

Tabel 3: Fasa Zeolit dan Nilai k_0 yang dihasilkan pada suhu kalsinasi 450, 550, dan 650 °C.

Zeolit	Fasa yang terbentuk	k_0 pada laju ulas 1 V/s (10^{-8} cm/s)
K450	bohmit, kuarsa	2,96
K550	natrolit, kristobalit, stashovite, gamma- alumina	3,64
K650	natrolit, kristobalit, stashovite, gamma- alumina	7,71

- logical Applications*. Kluwer-Plenum. New York.
- Faizul C. P., C. Abdullah, & B. Fazlul. 2013. Review of Extraction of Silica from Agricultural Waste using Leaching Treatment. *Advance Material Research*. Vol. 626. pp 997-1000.
- Heinze J. 1984. Cyclic Voltammetry-"Electrochemical Spectroscopy". *Angewandte Chemie International Edition in English*. Vol. 23. No.11. pp 831-918.
- Kumar A., A. Mohanta, D. Kumar, & O. Parkash. 2012. Properties and Industrial Applications of Rice Husk: A review. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*. Vol. 2. Pp 86-90.
- Miller J. R., & P. Simon. 2008. Fundamental of Electrochemical Capacitor Design and Operation. *The Electrochemical Social Interface*. Vol. 1. pp 31-32.
- Muresan L. M. 2011. Zeolite-Modified Electrodes with Analytical Applications. *Journal of Pure Application Chemistry*. Vol. 83. No.2. pp 325-343.
- Zhong S., Z. Chuanxing, & C. Dapeng. 2014. Zeolitic Imidazolate Framework-Derived Nitrogen-Doped Porous Carbons as High Performance Supercapacitor Electrode Materials. *International Journal Carbon*. Vol.12. No. 64. pp 1-22.