

TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
HIDROTHERMAL TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT
KAPASITIF CARBON NANOTUBE (CNT) DENGAN
PREKURSOR FERROCENE UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

**WARDHANA RESTU DIPAKUSUMA
NRP. 0251164000081**

**Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



TUGAS AKHIR – TL184834

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
HIDROTERMAL TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT
KAPASITIF CARBON NANOTUBE (CNT) DENGAN
PREKURSOR FERROCENE UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

WARDHANA RESTU DIPAKUSUMA
NRP. 0251164000081

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184834

**ANALYSIS EFFECT OF HYDROTHERMAL
TEMPERATURE VARIATIONS TO STRUCTURE AND
CAPACITY PROPERTIES OF CARBON NANOTUBES
(CNT) WITH FERROCENE PRECURSOR FOR
SUPERCAPACITOR APPLICATION**

**WARDHANA RESTU DIPAKUSUMA
NRP. 0251164000081**

Supervisors

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.

Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

**MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology and System Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**

(This page is intentionally blank)

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
HIDROTERMAL TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT
KAPASITIF CARBON NANOTUBE (CNT) DENGAN
PREKURSOR FERROCENE UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**



TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

WARDHANA RESTU DIPAKUSUMA
NRP 02511640000081

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph. D. ..... (Pembimbing I)
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. ..... (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISIS PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
HIDROTERMAL TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT
KAPASITIF *CARBON NANOTUBE* (CNT) DENGAN
PREKURSOR *FERROCENE* UNTUK APLIKASI
SUPERKAPASITOR**

Nama : Wardhana Restu Dipakusuma
NRP : 0251164000081
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Pembimbing I : Diah Susanti S.T., M. T., Ph. D.
Pembimbing II : Haniffudin Nurdiansah, ST., MT

Abstrak

Carbon nanotubes (CNT) merupakan material yang sangat banyak sekali diaplikasikan di bidang elektronik karena memiliki sifat kelistrikan yang sangat baik. Namun proses sintesis pada material ini secara umum masih menggunakan energi yang besar, maka dari itu digunakan metode hidrotermal yang lebih sedikit membutuhkan energi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisa pengaruh temperatur hidrotermal terhadap struktur dan sifat kapasitif. Dalam penelitian ini variasi yang digunakan yaitu 120°C, 140°C, 160°C dan 180°C. Senyawa yang terbentuk berdasar pengujian X-Rays Diffraction (XRD) adalah CNT, nanopartikel FeS dan Fe₃C. Pengujian Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) menunjukkan gugus reaksi oksidasi yaitu O-H, C-O dan C=O. Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM) menunjukkan morfologi permukaan dari CNT dengan ciri khas seperti helaian benang yang panjang tidak beraturan. Pengujian Cyclic Voltammetry (CV) dan Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) menunjukkan bahwa material CNT belum maksimal dalam proses pengisian – pengosongan. Hal ini disebabkan masih ada senyawa FeS dan Fe₃C yang bersifat resistif.

Kata kunci : CNT, Hidrotermal, Temperatur.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALYSIS EFFECT OF HYDROTHERMAL
TEMPERATURE VARIATIONS TO STRUCTURE AND
CAPACITY PROPERTIES OF CARBON NANOTUBES
(CNT) WITH FERROCENE PRECURSOR FOR
SUPERCAPACITOR APPLICATION**

Name : Wardhana Restu Dipakusuma
NRP : 0251164000081
Department : Materials and Metallurgical Engineering
Supervisor : Diah Susanti S.T., M.T., Ph. D.
Co - Supervisor : Haniffudin Nurdiansah, ST., MT

Abstract

Carbon nanotubes (CNT) is a material that is very much applied in the electronics field because it has excellent electrical properties. However, the synthesis process of this material still uses a large amount of energy, therefore a hydrothermal method that requires less energy is used. The purpose of this study is to analyze the hydrothermal temperature on the structure and capacitive properties. In this study the variations used are 120°C, 140°C, 160°C and 180°C. The compounds formed based on X-Ray Diffraction (XRD) testing are CNT, FeS and Fe₃C nanoparticles. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) test shows that the oxidation reaction group is O-H, C-O and C=O. The Scanning Electron Microscopy (SEM) test shows the surface morphology of CNT with characteristics such as strands of irregular length of thread. Cyclic Voltammetry (CV) and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) tests showed that the CNT material was not optimal in the filling-emptying process. This is because there is still a mixture of FeS and Fe₃C which is resistive.

Keyword : CNT, Hydrothermal, Temperature.

(This page is intentionally blank)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat limpahan rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan judul “ **Analisis Pengaruh Variasi Temperatur Hidrotermal terhadap Struktur dan Sifat Kapasitif Carbon Nanotubes (CNT) dengan Prekursor Ferrocene untuk Aplikasi Superkapasitor** “ .

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan ini tidak dapat diselesaikan secara optimal dan tepat waktu. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak – pihak antara lain :

1. Bapak Sigit Tri Wicaksono S.Si, M.Si. Ph.D. selaku kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
2. Ibu Diah Susanti S. T., M. T., Ph. D. selaku dosen pembimbing yang telah membimbing dan memberi banyak ilmu pengetahuan dalam menyelesaikan Tugas Akhir.
3. Bapak Haniffudin Nurdiansah S. T., M. T. selaku dosen pembimbing yang telah membimbing dan memberi banyak ilmu pengetahuan dalam menyelesaikan Tugas Akhir.
4. Bapak Fakhreza Abdul S. T., M. T. selaku dosen wali yang memberikan bimbingan dari awal perkuliahan.

Surabaya, 24 Januari 2020
Penulis

Wardhana Restu Dipakusuma

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nanomaterial.....	5
2.2 Prekursor.....	6
2.3 <i>Carbon nanotubes</i> (CNT)	7
2.4 Sifat <i>Carbon nanotubes</i> (CNT).....	9
2.5 Sintesis <i>Carbon nanotubes</i> (CNT)	11
2.6 Pengaruh Temperatur pada Pertumbuhan CNT	14
2.7 Superkapasitor	16
2.8 Penelitian Sebelumnya.....	22
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan Penelitian	31
3.2 Alat Penelitian.....	31
3.3 Diagram Alir	32
3.4 Metode Penelitian	36
3.5 Proses Pengujian	36
3.6 Rancangan Penelitian	42
BAB 4 ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Pengujian <i>X – Rays Diffraction</i> (XRD).....	45

4.2 Hasil pengujian <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	47
4.3 Hasil uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	49
4.4 Hasil <i>Cyclic Voltametry</i> (CV) dan <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i> (EIS)	53
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	57
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN	65
UCAPAN TERIMA KASIH	83
BIODATA PENULIS	85

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Perkembangan teknologi dari tahun ke tahun (a), Perbandingan ukuran nanomaterial dengan material lain (b).....	5
Gambar 2.2	Klasifikasi nanomaterial berdasar dimensi	6
Gambar 2.3	(a) Struktur molekul ferrocene dan (b) Struktur 3D ferrocene	6
Gambar 2.4	Struktur material CNT	8
Gambar 2.5	Struktur material CNT dinding tunggal (kiri) dan dinding ganda (kanan)	8
Gambar 2.6	Skema Sintesis CNT menggunakan metode CVD	12
Gambar 2.7	Proses dekomposisi kamper menjadi nanomaterial	13
Gambar 2.8	Grafik pengaruh penambahan temperatur terhadap struktur CNT	15
Gambar 2.9	Hasil uji SEM pengaruh temperatur terhadap struktur CNT	16
Gambar 2.10	Plot beberapa alat penyimpanan energi	17
Gambar 2.11	Skema Kerja Superkapasitor EDLC	18
Gambar 2.12	Skema kerja <i>charge-discharge</i>	19
Gambar 2.13	Kurva <i>Cyclic Voltammetry</i>	20
Gambar 2.14	Hasil pengujian XRD	23
Gambar 2.15	Hasil pengujian FTIR	24
Gambar 2.16	Hasil pengujian SEM (a) dan TEM (b).....	24
Gambar 2.17	Hasil pengujian TEM dengan perbesaran 20.000x (a), 60.000x (b) , 120.000x (c)	25
Gambar 2.18	Hasil pengujian EDX.....	26
Gambar 2.19	Hasil pengujian DLS	27
Gambar 2.20	Hasil pengujian SEM (a) CNT yang murni, (b)CNT hasil sintesis	27
Gambar 2.21	Hasil uji SEM (a) dan TEM (b) pada sintesis CNT dengan temperatur 850 °C	28
Gambar 3.1	Diagram Alir Sintesis CNT	33

Gambar 3.2	Diagram alir pembuatan elektroda.....	35
Gambar 3.3	Alat Uji <i>X-Rays Diffraction</i> (XRD).....	37
Gambar 3.4	Alat Uji <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	38
Gambar 3.5	Alat <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	39
Gambar 3.6	Alat uji <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV)	41
Gambar 4.1	Hasil XRD sintesis CNT variasi a)180°C, b)160°C, c)140°C , d)120°C dan e) <i>ferrocene</i>	45
Gambar 4.2	Hasil XRD CNT a)180°C, b)160°C, c)140°C dan d)120°C interval $2\theta = 22^\circ - 27^\circ$	46
Gambar 4.3	Hasil pengujian FTIR dengan variasi a)180°C, b)160°C, c)140°C, d)120°C dan e) <i>ferrocene</i>	49
Gambar 4.4	Hasil SEM <i>ferrocene</i> perbesaran 5000x	50
Gambar 4.5	Hasil SEM material CNT perbesaran 10000x a)120°C, b)140°C, c)160°C dan d)180°C	51
Gambar 4.6	a) Elektroda nikel foam perbesaran 100x, b) Elektroda nikel foam - CNT, perbesaran 100x, Elektroda nikel foam-CNT perbesaran 3000x.....	52
Gambar 4.7	Kurva <i>cyclic voltammetry</i> (CV) a)nikel foam, b)CNT 120°C, c)CNT 140°C, d) CNT 160°C dan e) CNT 180°C	54
Gambar 4.8	Bentuk plot Nyquist pada CNT 180 °C.....	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbedaan sifat pada alotrofi carbon nanomaterial.....	10
Tabel 2.2	Perbandingan beberapa sifat material	11
Tabel 2.3	Nilai spesifik kapasitansi penelitian sebelumnya tentang CNT.....	22
Tabel 2.4	Penelitian sebelumnya tentang sintesis CNT	30
Tabel 4.1	Jenis Gugus Ikatan Pada Sampel CNT.....	48

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Hidrokarbon merupakan senyawa yang paling sederhana dari karbon, sesuai namanya senyawa ini tersusun dari hidrogen dan karbon sebagai penyusun utama. Sampai saat ini, telah dikenal lebih dari 2 juta senyawa hidrokarbon. Seiring dengan perkembangan zaman, senyawa hidrokarbon ini terus dikembangkan untuk dasar sintesis material berskala nano yang pastinya memiliki sifat yang lebih baik seperti *carbon nanotube* (CNT), graphene, dll. Pada sintesa CNT hidrokarbon memiliki peranan yang sebagai bahan utama untuk pembentukan material berskala nanometer.

Sejak penemuan pertama material CNT pada 1991, material ini banyak mendapat perhatian dari berbagai peneliti. Material ini sangat sering diaplikasikan dalam bidang energi, nanoteknologi, elektronik, optik, kesehatan, lingkungan dan bioteknologi. Penggunaan material CNT pada alat-alat elektronik banyak menjadi perhatian karena memiliki keunggulan dibandingkan material lain dan juga memiliki ukuran yang sangat kecil dengan skala nanometer dengan diameter tabungnya mencapai 1-2 nm. Pada bidang elektronik, sangat sering material diaplikasikan untuk superkapasitor yang berguna untuk penyimpanan muatan listrik dan untuk aplikasi ini sangat diperlukan nilai kapasitansi yang besar juga. Pada material CNT memiliki nilai kapasitansi yang besar karena jarak pisah antar elektroda berskala nanometer dan memiliki luas permukaan yang besar sehingga muatan dalam jumlah besar dapat diberikan pada elektroda dan hanya membutuhkan beda potensial yang kecil (Najma, 2012).

Metode sintesis CNT yang banyak digunakan oleh peneliti *Arc discharge*, *Chemical Vapor Deposition*, pirolisis dan hirotermal temperatur tinggi. Pada metode hidrotermal bisa digunakan temperatur rendah tergantung jenis katalis, pada penggunaan jenis katalis berbasis logam harus menggunakan

temperatur yang tinggi juga untuk mencapai titik leleh katalis. Pada metode hidrotermal dengan temperatur rendah bisa digunakan katalis dalam bentuk larutan seperti etanol dan NaOH karena titik didih nya yang relatif rendah (Murali, 2018) sebagai katalis untuk aktivasi karbon dan terjadi proses dekomposisi.

Tingginya temperatur pada proses sintesis menggambarkan bahwa energi yang digunakan pada proses sintesis sangat besar. Pada penelitian ini lebih difokuskan pada temperatur hidrotermal dan digunakan temperatur yang lebih rendah tetapi struktur CNT tetap didapatkan dan diharapkan memiliki sifat kapasitif yang baik sehingga bisa digunakan untuk aplikasi superkapasitor.

1.2 Rumusan masalah

Berdasarkan penjelasan diatas, maka dapat diambil rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh temperatur hidrotermal terhadap struktur CNT?
2. Bagaimana pengaruh temperatur hidrotermal terhadap sifat kapasitif material CNT?

1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis permasalahan dalam penelitian ini, terdapat batasan masalah sebagai berikut:

1. Pengotor pada bahan yang digunakan diabaikan
2. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh
3. Pengaruh tekanan dan kelembapan udara diabaikan
4. Fluktuatif temperatur pada furnace dianggap konstan

1.4 Tujuan Penelitian

Dari rumusan masalah diatas, didapat tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal terhadap struktur CNT
2. Menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal terhadap sifat kapasitif material CNT

1.5 Manfaat penelitian

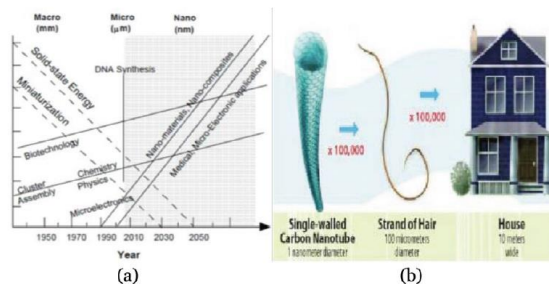
Penelitian kali ini mempunyai manfaat untuk memberikan referensi bagaimana pengaruh temperatur hidrotermal pada sintesis material sebagai bentuk pengembangan terhadap hasil morfologi material dan dapat diaplikasikan sebagai superkapasitor.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

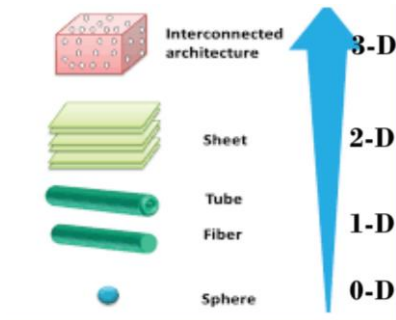
2.1 Nanomaterial

Nanomaterial merupakan dasar dari nanosains dan nanoteknologi. Pengembangan terhadap material berskala nano telah menarik minat besar di dunia dalam beberapa tahun terakhir seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 a. Titik balik dari banyaknya penelitian di bidang nanomaterial karena ditemukannya material nanotube pada tahun 1991. Nanomaterial sendiri merupakan suatu material yang memiliki ukuran partikel dengan ukuran antara 1 dan 100 nm. Material berskala nano jauh lebih kecil 100.000 kali jika dibandingkan dengan rambut manusia seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 b. Karena ukuran partikelnya berskala nano, material ini memiliki sifat-sifat yang sangat menarik dibanding material pada umumnya dan sering diaplikasikan untuk energi alternatif, elektronik, katalis, biomedis, baterai, pengolahan air dan penguatan material.



Gambar 2.1 Perkembangan teknologi dari tahun ke tahun (a) ,
Perbandingan ukuran nanomaterial dengan material lain (b)
(Ghassan dkk, 2019)

Nanomaterial memiliki jenis yang beragam dan material ini umumnya diklasifikasikan dari jenis dimensinya mulai dari 0D, 1D, 2D hingga 3D yang dijelaskan pada Gambar 2.2 (Ghassan dkk, 2019).

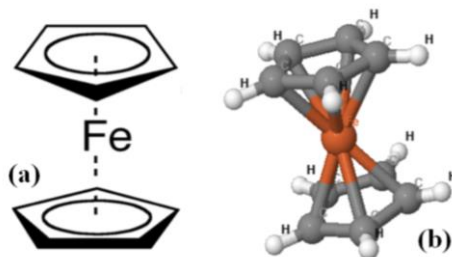


Gambar 2.2 Klasifikasi nanomaterial berdasar dimensi (Ghassan dkk, 2019)

2.2 Prekursor

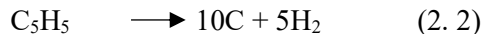
Prekursor merupakan material utama untuk suatu proses kimia. Dalam penelitian berbasis *carbon nanocomposite* digunakan material berbasis hidrokarbon sebagai sumber karbon.

Ferrocene ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$) merupakan senyawa organologam yang terdiri dari dua cincin siklopentadienil yang diikat oleh atom besi seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.3. Struktur ini juga dikenal sebagai senyawa sandwich dan sedang digunakan untuk alternatif untuk menghasilkan CNT yang layak karena kemampuannya untuk melayani sebagai prekursor dan katalis sintesis.



Gambar 2.3 (a) Struktur molekul ferrocene dan (b) Struktur 3D ferrocene (Visconti dkk, 2017)

Ferrocene memiliki titik leleh 173 °C dan titik didih 249 °C, hal ini yang memungkinkan dekomposisi karbon terjadi terjadi pada temperatur yang relatif rendah (Osorio, 2013). Pada material *Ferrocene* akan terdekomposisi secara sempurna ketika dipanaskan diatas temperatur 500°C. Ketika dipanaskan dibawah 400°C, *Ferrocene* tidak terdekomposisi sehingga tidak didapatkan karbon berskala nano karena energi yang digunakan untuk memutus ikatan antara atom Fe dengan karbon masih kurang dan proses dekomposisi karbon belum bisa terjadi. Perubahan dekomposisi dimulai ketika *Ferrocene* dipanaskan diatas 400 °C akan menghasilkan nanopartikel C₅H₅ dan nanopartikel Fe seperti yang dijelaskan pada Persamaan 2.1, seiring dengan temperatur yang diberikan secara terus-menerus akan terbentuk C₅H₅ dan nanopartikel Fe juga dari prekursor *ferrocene*.

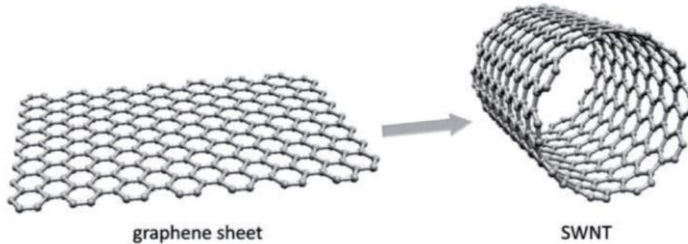


Pada kondisi temperatur mencapai 550 °C karbon mulai terdekomposisi sempurna dan Fe nanopartikel akan menjadi tempat awal inisiasi pembentukan lembaran grafit yang menutupi nano partikel atau membentuk tabung C seperti Persamaan 2.2 dan ketika reaksi bereaksi akan terjadi pemanjangan (Zhu dkk, 2014).

2.3 *Carbon nanotubes* (CNT)

Konsep pengembangan *carbon nanotubes* (CNT) sebenarnya sudah ada pada tahun 1950 -1970 an, dan pada tahun 1991 material CNT ditemukan. Material ini memiliki sifat yang unik dan sangat menjanjikan untuk perkembangan teknologi karena memiliki struktur yang terdiri dari satu lembar grafit yang digulung menjadi sebuah tabung seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Setiap nanotube memiliki molekul tunggal yang terdiri dari jutaan atom dimana panjang molekulnya jauh lebih besar bahkan ribuan kali lebih besar dibanding diameternya, pada

umumnya memiliki diameter satuan hingga puluhan nanometer dan panjang yang mencapai ratusan mikron (Callister, 2014).



Gambar 2.4 Struktur material CNT (Saleh dkk, 2019)

Berdasarkan jumlah dindingnya material CNT memiliki jenis *Single-walled Carbon Nanotubes* (SWCNT) dan *Multi-walled Carbon Nanotubes* (MWCNT), kedua jenis ini hanya dibedakan dari banyaknya jumlah lapisan dinding pada struktur material dengan diameter beberapa nanometer hingga puluhan nanometer dan dengan panjang naik hingga puluhan mikron seperti yang digambarkan pada Gambar 2.5 (Han dkk, 2019).



Gambar 2.5 Struktur material CNT dinding tunggal (kiri) dan dinding ganda (kanan) (Razali dkk, 2016)

2.4 Sifat *Carbon nanotubes* (CNT)

Material *carbon nanotubes* (CNT) memiliki beberapa sifat yang sangat menarik yang membuat material ini sering digunakan untuk aplikasi tertentu.

1. Sifat Kelistrikan

Dalam hal kelistrikan material CNT banyak sekali memiliki keunggulan dibanding material yang lain, material ini juga bersifat seperti metal atau semikonduktor. Secara umum material CNT memiliki nilai kerapatan arus sebesar 4×10^9 A/cm² atau 1000 kali lebih besar dibandingkan dengan material lain seperti tembaga sehingga seringkali diaplikasikan sebagai bahan dasar material elektronik (Khan dkk, 2016).

2. Sifat Termal

Material CNT selain memiliki keunggulan yang sangat jauh di bidang kelistrikan juga memiliki sifat yang sangat baik di bidang termal karena memiliki nilai konduktivitas termal $3500 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ pada temperatur kamar atau hampir 10 kali lebih besar dibanding tembaga yang hanya memiliki nilai konduktivitas $385 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Material ini juga memiliki kestabilan yang luar biasa pada pengaruh termal dimana material CNT sangat stabil hingga temperatur 2800 °C pada kondisi vakum dan 750 °C di udara terbuka (Khan dkk, 2016).

3. Sifat mekanik

CNT merupakan salah satu material kuat dan kaku tetapi relatif ulet, untuk jenis material CNT berdinging tunggal memiliki kekuatan tarik sekitar 13 -53 GPa lebih besar dibanding serat karbon yang memiliki kekuatan tarik 2 – 6 GPa (Callister, 2014).

Untuk perbandingan sifat mekanik dari CNT jika dibandingkan dengan alotrop karbon yang lainnya dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 2.1 Perbedaan sifat pada alotropi *carbon nanomaterial* (Wu dkk, 2011)

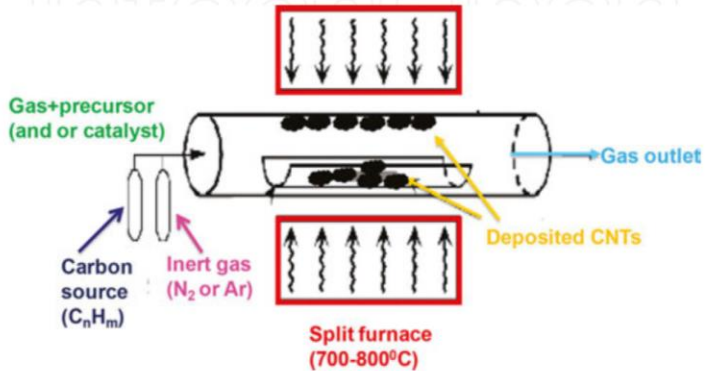
Alotropi karbon	Grafit	Intan	Fullerene	Carbon Nanotube	Grafena
Bentuk hibridasi	sp ²	sp ³	sp ²	sp ²	sp ²
Struktur kristal	Heksagonal	oktahedra 1	tetragonal	ikosahedral	heksagonal
Dimensi	3	3	0	1	2
Luas area spesifik (m²g⁻¹)	10-20	20-160	80-90	1300	1500
Massa jenis (g cm⁻³)	2,09 – 2,33	3,5 – 3,53	1,72	>1	>1
Sifat Optik	Uniaxial	Isotropik	non linear	tergantungan struktur	transmitan optik
Konduktivitas Termal (W m K⁻¹)	1500-2000	900-2320	0,4	3500	4840-5300
Kekerasan	Tinggi	Sangat tinggi	Tinggi	Tinggi	Tertinggi
Keuletan	Fleksibel tidak elastis	-	elastis	Fleksibel elastis	Fleksibel elastis
Sifat Kelistrikan	Konduktor	Insulator, Semikonduktor	Insulator	Metalik, Semikonduktor	Semimetalik, semikonduktor
Konduktivitas Listrik (Scm⁻¹)	2-3 x 10 ⁴	-	10 ⁻¹⁰	tergantungan struktur	2000

Tabel 2.2 Perbandingan beberapa sifat material (Khan dkk, 2016)

Serat	Diameter (μm)	Densitas (g/cm^3)	Kekuatan Tarik (GPa)	Modulus (GPa)
Karbon	7	1,66	2,4 - 3,1	120 – 170
Kaca	7	2,5	3,4 - 4,6	90
Aramid	12	1,44	2,8	70 -170
Boron	100 - 140	2,5	3,5	400
Quartz	9	2,2	3,4	70
Serat SiC	10 -20	2,3	2,8	190
<i>SiC whiskers</i>	0,002	2,3	6,9	
CNTs	0,001 - 0,1	~1,33	~50	~1.000

2.5 Sintesis *Carbon nanotubes* (CNT)

Proses sintesis CNT sudah ditemukan dan dikembangkan setelah penemuan pertama material CNT oleh lijima pada tahun 1991, metode yang digunakan secara umum saat ini untuk proses sintesis CNT adalah deposisi uap secara kimia pada suatu material substrate untuk mendepositkan material CNT setelah itu diambil sebuk hitam yang menempel seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.6 , menembakan busur (elektron), laser ablasi, obor plasma dan elektrolisis dengan larutan (Han dkk, 2019). Selain metode diatas sebenarnya masih ada metode lain yang digunakan dalam sintesis CNT yaitu metode *hydrothermal carbonization* (HTC) yang menggunakan temperature rendah untuk dekomposisi senyawa hidrokarbon menjadi suatu material CNT dengan bantuan senyawa kimia biasanya asam kuat maupun basa kuat sebagai karbon aktifasinya (Murali dkk, 2018).



Gambar 2.6 Skema Sintesis CNT menggunakan metode CVD
(Khan dkk, 2016)

Pada proses sintesis CNT dengan temperatur yang tinggi pastinya akan membutuhkan biaya yang cukup besar. Oleh karena itu, saat ini banyak penelitian yang meneliti bagaimana proses sintesis material CNT dengan biaya produksi yang lebih kecil dibanding metode yang sudah ada. Penelitian tersebut menggunakan temperatur rendah dalam proses dekomposisi karbon atau biasa disebut metode hidrotermal, metode ini banyak memiliki keuntungan dibanding metode lain yaitu dalam hal keramahan lingkungan, sederhana dan cepat. Dalam proses sintesis material CNT dengan temperatur rendah atau hidrotermal masih banyak mengalami permasalahan karena secara umum senyawa hidrokarbon akan terdekomposisi atau terjadi reaksi kimia pada temperature yang tinggi dan secara normal senyawa hidrokarbon akan terdekomposisi sempurna pada temperature diatas 500°C , sedangkan pada proses hidrotermal temperatur pemanasannya jauh dibawah temperature umum terdekomposisinya suatu senyawa hidrokarbon biasanya sekitar 200°C untuk proses sintesis material CNT. Pada kondisi tersebut yang secara tidak langsung proses dekomposisi karbon tidak akan terjadi. Oleh karena itu pada proses hidrotermal banyak sekali penambahan larutan kimia yang memiliki peranan tersendiri terutama sebagai karbon aktivasi

untuk membuka pori – pori karbon agar lebih mudah terdekomposisi menjadi nanopartikel karbon dan mempercepat proses karbonisasi pada material CNT. Pada proses sintesis CNT dengan metode hidrotermal akan dihasilkan 3 produk utama yang secara umum terbentuk yaitu padatan, larutan dan gas (Wang dkk, 2018).

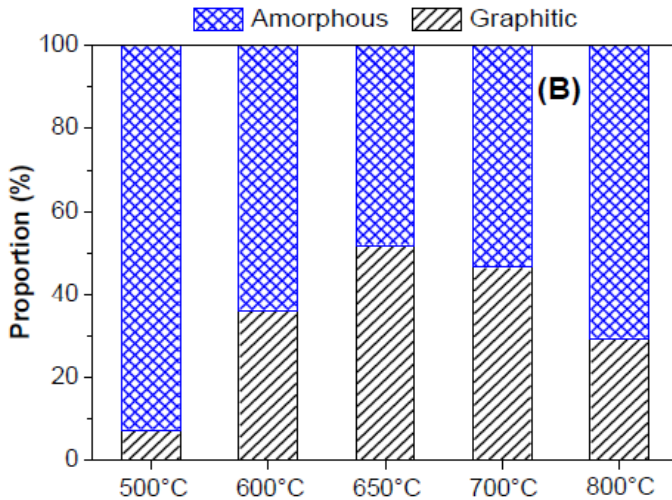


Gambar 2.7 Proses dekomposisi kamper menjadi nanomaterial (Gaddam dkk, 2015)

Dalam proses karbonisasi akan terjadi proses dekomposisi karbon dimana pada kondisi normal senyawa hidrokarbon akan terdekomposisi secara keseluruhan pada pemanasan diatas temperatur 500°C (Zhu dkk, 2014). Pada metode karbonisasi dengan hidrotermal tidak akan mencapai temperatur dekomposisi, sehingga perlu ditambahkan senyawa-senyawa yang dapat mempercepat proses dekomposisi senyawa karbon. Proses pembentukan karbon nanomaterial dari pemanasan hidrokarbon hingga terbentuk serbuk hitam dan dilanjutkan proses karakterisasi material dijelaskan pada Gambar 2.7. Penambahan larutan basa kuat atau asam kuat merupakan hal yang paling umum, dimana pori-pori karbon akan terbuka sehingga daya serap karbon menjadi lebih tinggi dan reaksi karbonisasi bisa terjadi lebih cepat dibandingkan tidak menggunakan senyawa kimia sebagai aktivasi karbon dan juga yang paling umum dalam sintesis CNT yaitu adanya katalis berupa Fe/Mo/Ni yang nantinya sebagai tempat inisiasi pertumbuhan awal dari material CNT yang kemudian terus tumbuh memanjang hingga ukuran yang bervariasi (Alfian, 2018).

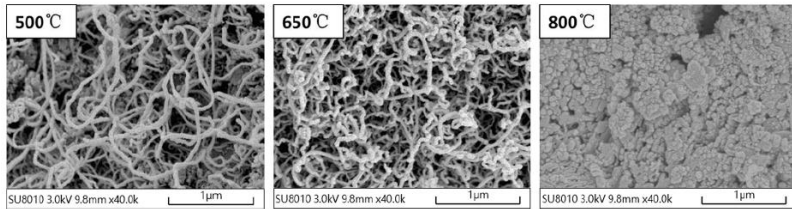
2.6 Pengaruh Temperatur terhadap Pertumbuhan CNT

Temperatur sangat berpengaruh terhadap laju dekomposisi suatu senyawa hidrokarbon terdekomposisi menjadi material CNT. Pada umumnya, semakin tinggi temperature maka semakin banyak tabung nano yang terbentuk. Pada umumnya karbon dibedakan menjadi dua jenis yaitu karbon amorf dan grafit. Struktur dari CNT sendiri secara umum merupakan grafit yang kristalin. Pada temperature rendah senyawa hidrokarbon sudah mulai terdekomposisi menjadi CNT amorf dan semakin tinggi temperatur tingkat kristalinasnya akan semakin meningkat. Dalam penelitian sebelumnya tentang pengaruh temperature terhadap pertumbuhan pernah dilakukan pada temperature 500°C – 800°C untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap pembentukan CNT . Pada Gambar 2.8 menunjukkan perbandingan temperature yang digunakan dalam sintesis material CNT dengan berbagai variasi bahwa semakin tinggi temperature maka grafik berupa kristalin atau kandungan grafit semakin banyak karena senyawa idrokarbon yang digunakan sebagai prekursor utama akan terdekomposisi secara terus – menerus hingga mencapai suatu batas tertntu , tetapi semua itu hanya terjadi sebelum temperature maksimum karena sudah sampai pada batas jumlah maksimum senyawa hidrokarbon yang terdekomposisi sehingga tidak ada karbon sisa lagi untuk terdekomposisi yang mengalami pertumbuhan CNT maka CNT yang terbentuk akan mengalami peningkatan ukuran karena dekompoisisi yang terus terjadi dan ketika melebihi temperature maksimum pertumbuhan CNT sudah berhenti dan grafit CNT berdekomposisi menjadi karbon amorf (He dkk, 2019).



Gambar 2.8 Grafik pengaruh penambahan temperature terhadap struktur CNT (He dkk, 2019)

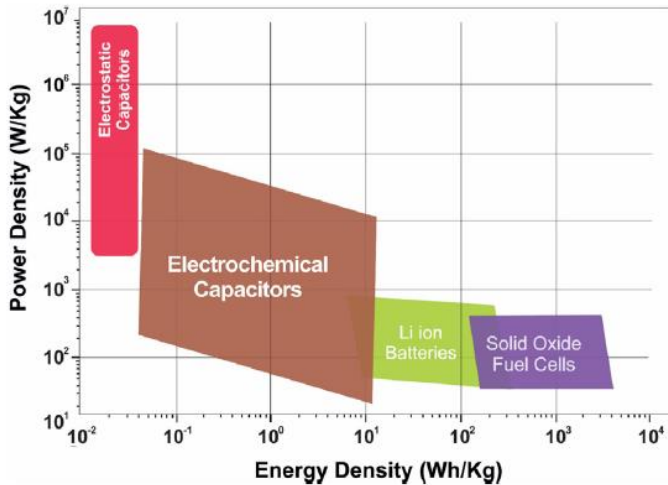
Pada Gambar 2.9 menunjukkan hasil pengujian SEM, dimana semakin banyak grafit seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.8 yang terbentuk maka semakin banyak tabung nano yang terbentuk karena dekomposisi senyawa hidrokarbon telah sempurna seluruhnya menjadi material CNT dimana kondisi tersebut hanya terbentuk saat mencapai temperatur maksimum dari proses pembentukan CNT, setelah melewati batas maksimum struktur CNT yang ditandai dengan banyaknya helaiian yang tidak beraturan seperti rambut sudah tidak terlihat dan terbentuk morfologi permukaan baru yang menjelaskan morfologi karbon amorf yang tidak memiliki stuktur berpola (He dkk, 2019).



Gambar 2.9 Hasil Uji SEM Pengaruh Temperatur terhadap Struktur CNT (He dkk, 2019)

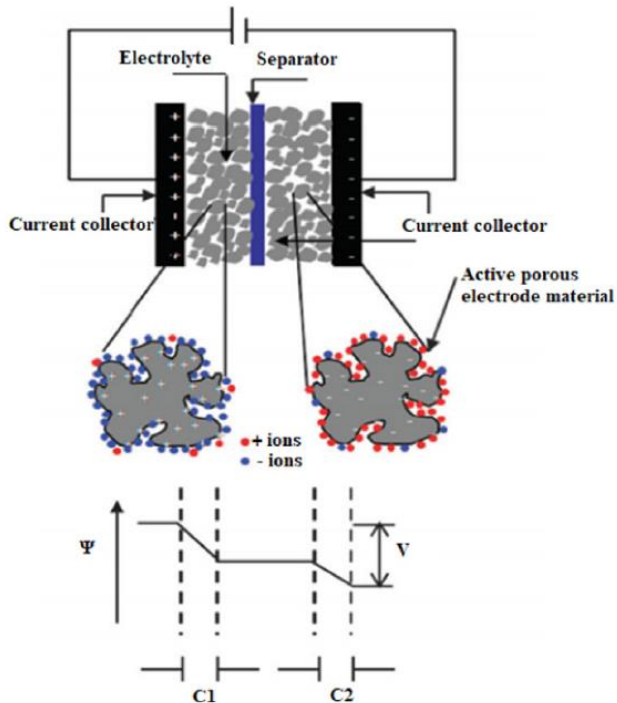
2.7 Superkapasitor

Pesatnya perkembangan teknologi elektronika dan kendaraan energi alternatif membuat kebutuhan akan perangkat penyimpanan energi elektrokimia canggih dengan kemampuan daya tinggi semakin meningkat dimana kondisi tersebut mendukung untuk terus dilakukan pengembangan terhadap material penyimpanan energi. Pada Gambar 2.10 digambarkan plotting dari alat penyimpanan energi berdasar energi dan daya yang dibutuhkan sehingga dari plotting daerah tersebut dapat menentukan suatu material yang digunakan sebagai bahan elektroda termasuk kategori yang mana. Kebutuhan ini sangat mengarah kepada pemanfaat superkapasitor yang memiliki kemampuan menyimpan energi (kapasitansi) yang sangat tinggi menurut hasil penelitian dari Becker pada 1957 sebagai alternatif alat penyimpanan energi di masa depan. Pada awal tahun 1990, Departemen Energi Amerika Serikat (DOE) melakukan penelitian untuk pengembangan baterai dan superkapasitor dalam hal bahan elektroda, komposit hibridasi dan elektrolit yang sesuai untuk meningkatkan kinerja dan mengurangi biaya (Yu dkk, 2013).



Gambar 2.10 Plot beberapa alat penyimpanan energi (Raza dkk, 2018)

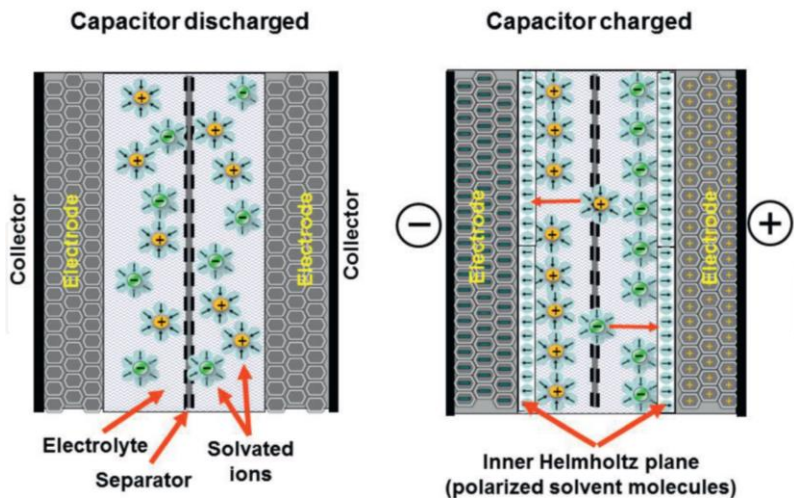
Supekapasitor memiliki kepadatan daya sekitar sepuluh kali lebih tinggi ($5 - 20 \text{ kW kg}^{-1}$) dan siklus hidup yang jauh lebih lama (> 104 siklus) tetapi kepadatan energi lebih rendah ($3-40 \text{ Wh kg}^{-1}$) dibanding baterai Li-ion yang menarik untuk penyaringan riak pada arus bolak-balik (AC), kendaraan hibrida dan memenuhi kebutuhan daya puncak dalam penyimpanan jaringan listrik. Superkapasitor sendiri terdiri dari pemisah berpori yang diapit di antara dua elektroda yang identik dan direndam dalam elektrolit cair. Superkpasitor menyimpan muatan karena adanya pergerakan ion elektrolit ke permukaan elektroda. Namun, penyimpanan energi hanya permukaan menyebabkan kepadatan energi yang relatif rendah, yang telah dilakukan pengembangan bahan aktif dengan luas permukaan yang sangat tinggi ($500-2000 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) untuk superkasitor sebagai contohnya yang sekarang banyak dikembeangkan yaitu karbon aktif, tabung karbon nano, grafena dan oksida logam berskala nano (Drummond dkk, 2019).



Gambar 2.11 Skema kerja superkapasitor EDLC (Raza dkk, 2018)

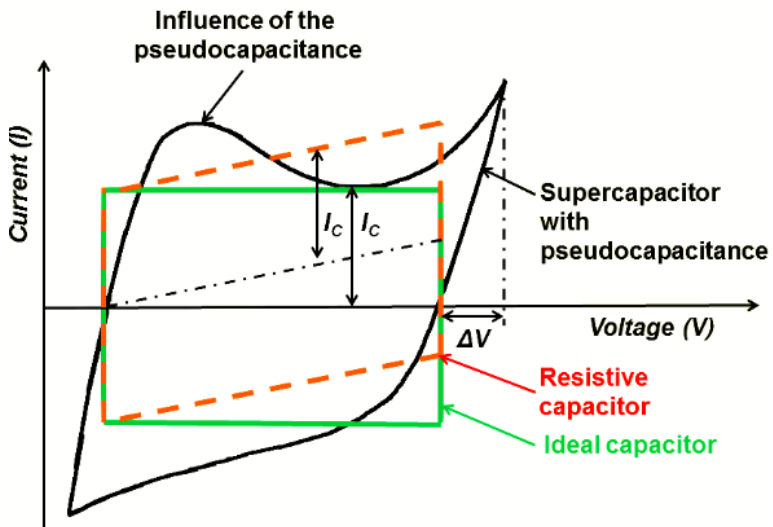
Superkapasitor dibagi menjadi 3 jenis sesuai mekanisme kerjanya yaitu *Electrochemical Double Layer Capacitor* (EDLC) yang menggunakan muatan listrik murni yang menumpuk pada permukaan elektroda, *Pseudo-capacitor* (PC) berkembang dari rekasi redoks permukaan yang cepat dan dapat dibalik, dan kapasitor hibrid yang mengambil mekanisme keduanya (Raza dkk, 2018). Pada Gambar 2.11 dijelaskan sistematika mekanisme kerja dari superkapasitor jenis EDLC dimana digunakan elektrolit untuk menghantarkan ion ke elektroda yang nantinya dialiri energi listrik dan terjadi proses pengisian dari material elektroda.

Pada Gambar 2.12 menunjukkan proses *charge* (pengisian) dalam pembentukan lapisan ganda listrik dan *discharge* (pengosongan). Pada proses pengisian, elektron bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif dan dalam elektrolit, kation bergerak menuju elektroda negatif sementara anion bergerak menuju elektroda positif. Selama pengosongan proses sebaliknya terjadi. Dalam kapasitor elektrokimia tidak ada transfer muatan di antarmuka elektroda/elektrolit dan tidak ada pertukaran ion yang terjadi antara elektroda dan elektrolit. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi elektrolit tetap konstan selama proses pengisian dan pengosongan karena pada proses pengisian ion – ion dari elektrolit hanya menempel pada permukaan elektroda dan ketika proses pengosongan ion – ion tersebut kembali untuk dilepaskan di elektrolit yang digunakan. Dengan cara seperti ini, energi dapat tersimpan secara terus menerus dalam antarmuka lapisan ganda superkapasitor yang digunakan sebagai bahan penyimpanan energi (Wang dkk, 2012).



Gambar 2.12 Skema kerja *charge-discharge* (Sudhakar, 2019)

Berbagai tipe superkapasitor dapat dilihat dari jenis kurva *cyclic voltammetry* (CV) nya. Gambar 2.13 menunjukkan berbagai tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor. Pada umumnya urva *cyclic voltammetry* berbentuk rectangular dan tergantung jenis material yang digunakan. Dari Gambar tersebut dapat dilihat bahwa superkapasitor mempunyai beberapa tipe. Yang pertama adalah superkapasitor ideal (warna hijau). Superkapasitor ideal menunjukkan pola charging discharging yang sama, sehingga mempunyai bentuk yang *rectangular*, atau persegi yang menandakan bahwa *charge – discharge* berlangsung dalam waktu yang sama.



Gambar 2.13 Kurva *cyclic voltammetry* (Elzbieta Frackowiak, 2001)

Yang kedua adalah jenis kapasitor resistif (warna merah). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV yang

rectangular, namun miring keatas, yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan pertambahan nilai voltase. Yang terakhir adalah jenis pseudo-kapasitor (warna hitam). Ciri khas dari jenis kapasitor ini adalah adanya hump (gundukan), yang menandakan terjadinya reaksi, baik oksidasi maupun reduksi. PC biasanya mempunyai kapasitansi yang lebih tinggi, karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi. Pada superkapasitor, kualitas dari superkapasitor itu sendiri sangat dipengaruhi oleh nilai kapasitansi spesifik suatu material yang digunakan karena luasan daerah kurva nya akan menjadi lebih besar ketika digunakan material yang benar – benar bisa melakukan proses pengisian dan pengosongan secara efisien, dimana semakin tinggi nilainya maka semakin baik dalam penyimpanan energi.

Pada superkapasitor dibutuhkan material elektroda yang memiliki konduktivitas listrik yang tinggi sehingga proses perpindahan elektron pada proses *charge - discharge* berjalan efisien, berbeda ketika kondisi material elektroda yang digunakan bersifat isolator dimana akan mempengaruhi proses *charge - discharge* pada proses superkapasitor karena elektroda hanya bisa menerima listrik yang diberikan tetapi tidak bisa memberikan listrik ketika proses *discharge* karena resistivitas listrik yang tinggi sehingga akan terjadi ekspansi volume pada superkapasitor dan ketika terjadi terus – menerus akan merusak superkapasitor. Efisiensi kerja dari superkapasitor bisa dilihat dari kurva *cyclic voltammetry* seperti pada Gambar 2.13, dimana hasil yang efektif akan memiliki kurva *charge - discharge* yang sama membentuk pola kurva simetris (Wang dkk, 2017).

Beberapa penelitian tentang superkapasitor dijelaskan pada Tabel 2. 3 berikut.

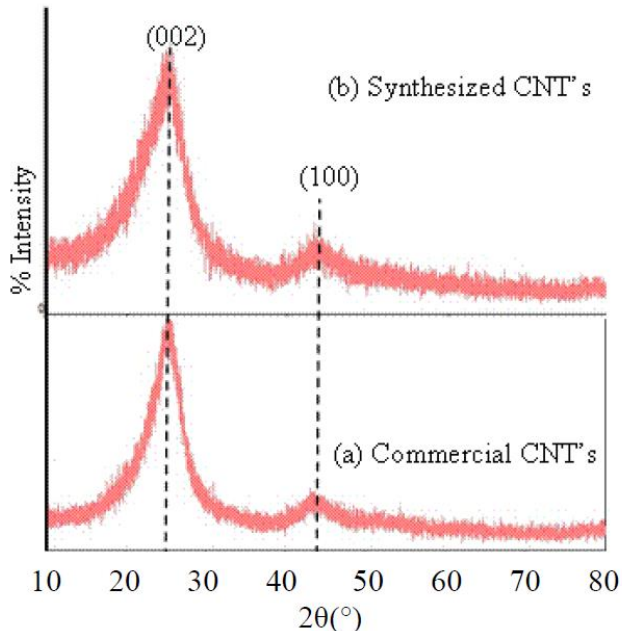
Tabel 2.3 Nilai spesifik kapasitansi penelitian sebelumnya tentang CNT

Material	Kapasitansi spesifik (F / g)	Peneliti
CNT didepositkan pada alumina	121,5	Wen dkk, 2006
rGO/CNT	400,5	Xu dkk, 2019
NiCo ₂ S ₄ /NCNT	226,7	Luan dkk, 2018
VS ₄ /CNT	330	Wang dkk, 2019

2.8 Penelitian Sebelumnya

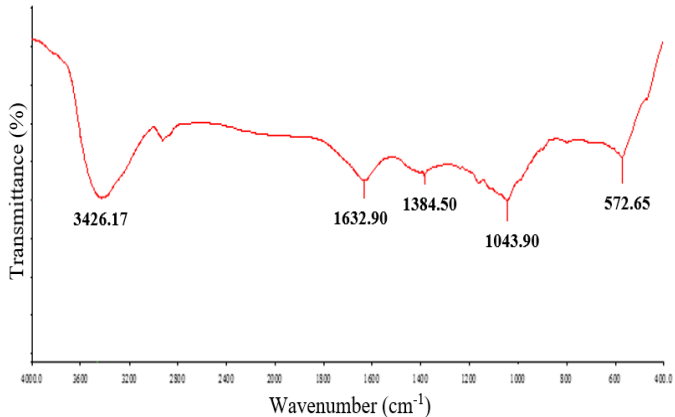
Sudah pernah dilakukan penelitian tentang sintesis material CNT dengan metode hidrotermal oleh Razali dkk (2018) dengan menggunakan prekursor utama yaitu 2g ferrocene dan 4g sulfur yang dilarutkan pada 100ml NaOH 10M yang mengandung 70ml etanol dan 30ml aquades . Setelah itu dilakukan proses hidrotermal selama 24 jam dengan temperatur pemanasan 200 °C dan didinginkan pada temperatur kamar. Proses hidrotermal belum mendapatkan serbuk CNT dimana harus dilakukan pencucian dengan HCl untuk menghilangkan katalis berupa metal oksida yang terbentuk dan dilanjutkan penambahan larutan hingga pH netral dengan aquades dan dikeringkan hingga didapatkan serbuk hitam CNT.

Pada penelitian ini dilakukan beberapa pengujian karakterisasi seperti XRD, FTIR, Raman, SEM dan TEM. Dimana pada penelitian ini berhasil untuk melakukan sintesis material CNT dengan metode hidrotermal.



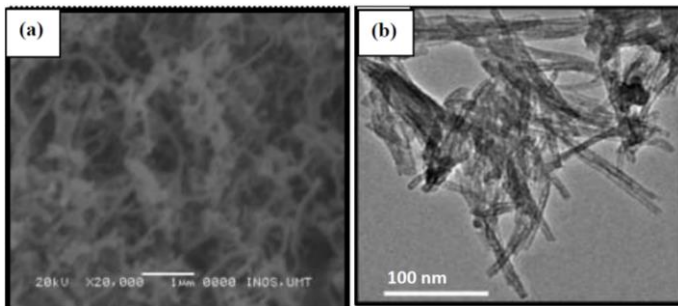
Gambar 2.14 Hasil pengujian XRD (Razali dkk, 2018)

Pada hasil XRD seperti pada Gambar 2. 14 yang didapat dari hasil penelitian memiliki kemiripan dengan CNT komersial dimana muncul 2 puncak 2 pada 25,07 ° dan 43,19 ° , pada penelitian ini hasil dikaitkan dengan bidang (002) dan (100) grafit karena sifat intrinsik yang hampir sama dimana XRD tersebut merupakan CNT yang murni dimana hanya terdiri dari 2 intensitas tertinggi dari karbon yang identik.



Gambar 2.15 Hasil pengujian FTIR (Razali dkk, 2018)

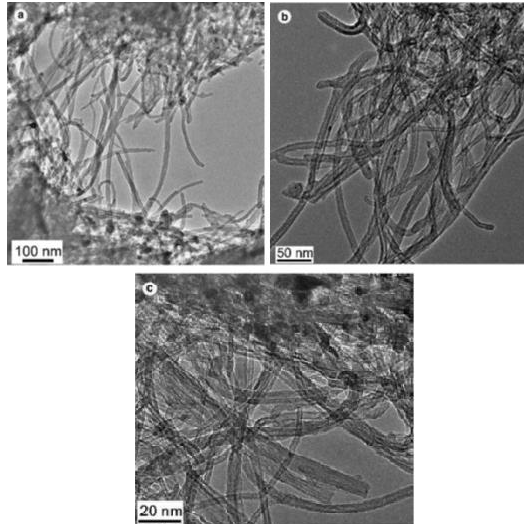
Dari Gambar 2.15 menunjukkan hasil pengujian FTIR yang menjelaskan gugus fungsi yang terbentuk dari material CNT seperti 3426,17 (O – H) yang merupakan gugus fungsi alkohol. Untuk grafik yang terpenting pada sintesis CNT yaitu pada 1632,90 dan 1384,50 yang merupakan gugus hasil oksidasi yaitu C = O dan C – O. Gugus Fungsi tersebut terjadi pada proses hidrotermal yang ditandai dengan gugus fungsi yang mengandung alkohol karena terjadi pada kondisi alkoholik.



Gambar 2.16 Hasil pengujian SEM (a) dan TEM (b) (Razali dkk, 2018)

Pada Gambar 2.16 a merupakan hasil morfologi dari CNT dengan pengujian SEM, dimana hampir seluruh struktur CNT seperti memiliki morfologi seperti rambut keriting dan seluruhnya tidak ada yang tumbuh secara lurus karena terjadi pemanjangan dipermukaan katalis. Pengamatan lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan TEM seperti pada Gambar 2.16 b terlihat lebih jelas rambut memanjang dan terlihat seperti berongga yang menunjukkan struktur CNT.

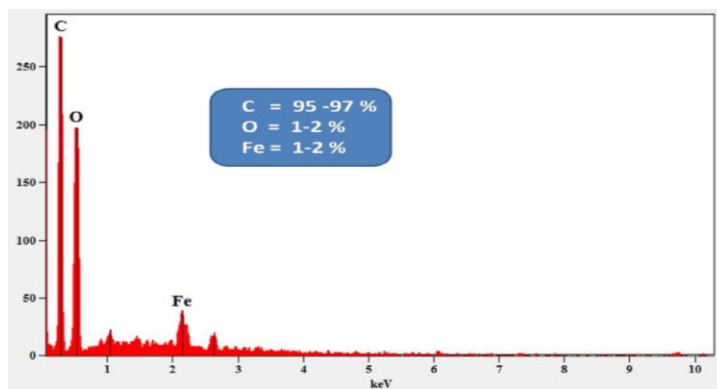
Selain itu, juga pernah dilakukan penelitian tentang sintesis hidrotermal oleh Wang dkk (2005) dimana hanya berbeda jenis prekursor dan temperatur hidrotermal. Pada penelitian ini digunakan prekursor 2g PEG dan 7 g NaOH yang dilarutkan dengan 80ml etanol dan 10ml aquades dilanjutkan stirrer hingga larutan menjadi homogen. Setelah itu dilanjutkan proses dihidrotermal pada temperatur 160 °C selama 20 jam dilanjutkan pencucian hingga pH netral dengan aquades dan dikeringkan untuk mendapatkan serbuk hitam CNT.



Gambar 2.17 Hasil pengujian TEM dengan perbesaran 20.000x (a), 60.000x (b), 120.000x (c) (Wang dkk, 2005)

Gambar 2.17 merupakan gambar dari pengujian TEM yang digunakan untuk mengetahui struktur dari material CNT yang memiliki ciri khas seperti benang atau rambut yang tumbuh memanjang

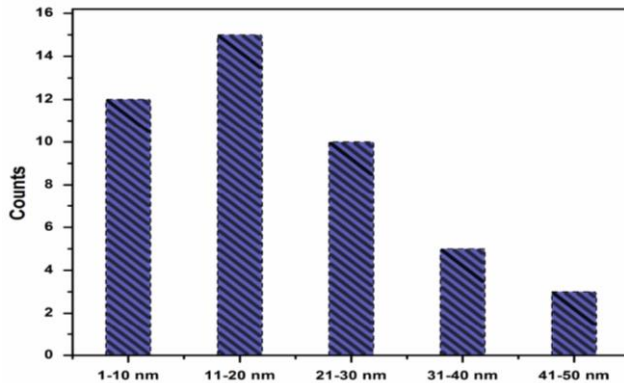
Dalam penelitian Jagadish dkk (2018) dilakukan proses sintesis dengan prekursor utama 1,5g serbuk *polystyrene* yang dilarutkan dengan 30ml diklorometana. Hasil campuran diambil sebanyak 8 ml dan ditambahkan larutan 0,2% NaOH dan 0,25 g FeCl_3 . Setelah larutan homogen dilakukan proses hidrotermal dengan temperatur 180 °C dengan waktu 48 jam dan selanjutnya dilakukan pencucian dengan HCl 1M dan aquades hingga pH netral. Pada tahapan terakhir dilakukan proses pengeringan dengan pemanasan 400 °C selama 2 jam dengan bantuan gas helium untuk menjaga kondisi di furnace vakum. Dalam penelitian ini juga dilakukan pengujian seperti penelitian yang lain yaitu dengan pengujian CRD, Raman , EDX, DLS dan SEM. Pada Gambar 2.17 didapatkan hasil pengujian TEM yang menggambarkan adanya tabung nanokarbon dalam berbagai perbesaran.



Gambar 2.18 Hasil pengujian EDX (Jagadish dkk, 2018)

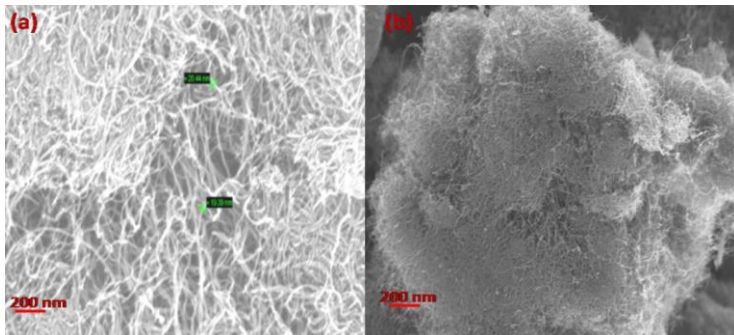
Dari hasil pengujian EDX seperti Gambar 2.18 didapatkan komposisi unsur dari material CNT hasil sintesis yang mengandung hampir seluruhnya berupa karbon (95 – 97 %)

karena sudah dilakukan proses pemurnian dari material CNT sehingga sangat baik .



Gambar 2.19 Hasil pengujian DLS (Jagadish dkk, 2018)

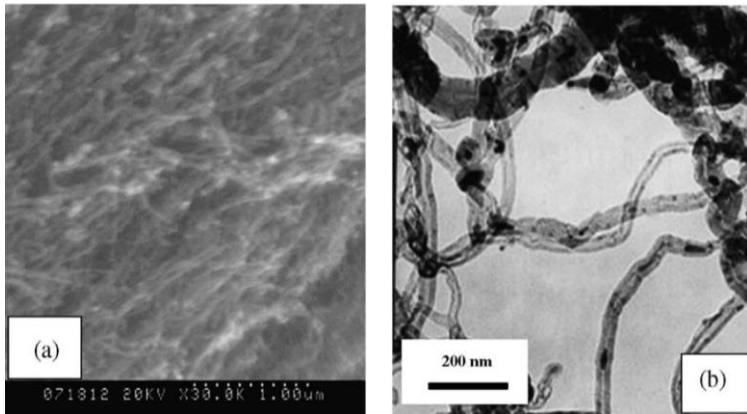
Dari hasil pengujian DLS seperti Gambar 2.19 didapatkan juga hasil persebaran ukuran dari material hasil sintesis yang sebagian besar tabung nano yang didapat berukuran 11-20 nm.



Gambar 2.20 Hasil pengujian SEM (a) CNT yang dimurnikan ,
(b) CNT hasil sintesis (Jagadish dkk, 2018)

Dalam penelitian Charinpanitkul dkk (2009) telah berhasil dilakukan sintesis material *carbon nanomaterial* menggunakan

prekursor *Naphthalene* dan *Ferrocene* (perbandingan 1 : 1) dengan metode pirolisis dengan pemanasan pada furnace pada temperatur 850 °C – 1050 °C. Pada hasil penelitian berhasil didapat material CNT yang dibuktikan dengan hasil pengujian SEM dan TEM material hasil sintesis. Pada Gambar 2.20 didapatkan struktur di permukaan dari CNT yang memiliki kemiripan dengan penelitian yang lainnya yaitu ada kumpulan tabung yang terlihat seperti rambut tidak beraturan.

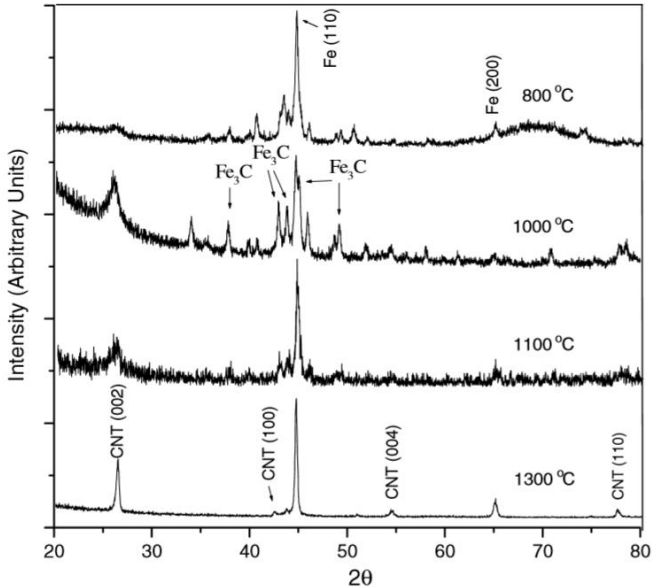


Gambar 2.21 Hasil uji SEM (a) dan TEM (b) pada sintesis CNT dengan temperatur 850 °C (Charinpanitkul, 2009)

Selain itu, penelitian dengan prekursor utama *Naphthalene* dengan *Ferrocene* juga pernah dilakukan oleh Puengjinda, dkk (2009) . Pada penelitian ini digunakan metode pirolisis dengan variasi perbandingan komposisi *Ferrocene* terhadap *Naphthalene* (1 : 1 , 1 : 2 dan 1 : 5) dan didapatkan tabung nano karbon yang ditunjukkan pada Gambar 2.21 yang sesuai dengan hasil – hasil penelitian yang lainnya dan memiliki ukuran tabung dengan dimensi nanometer.

Dalam penelitian Lakoski dkk, 2006 telah berhasil disintesis material CNT dengan prekursor ferrocene dengan proses dekomposisi uap kimia. Dari penelitian tersebut dihasilkan

perubahan temperatur yang digunakan sangat berpengaruh terhadap CNT yang terbentuk dimana semakin tinggi maka CNT yang dihasilkan semakin banyak dan Fe semakin sedikit dalam bentuk Fe_3C seperti hasil XRD Gambar 2.22.



Gambar 2.22 Hasil Pengujian XRD (Laskoski dkk, 2016)

Pada hasil XRD seperti pada Gambar 2. 22 yang didapat dari hasil penelitian dengan menggunakan prekursor utama ferrocene dimana dihasilkan 3 kandungan utama yang utama dari intensitas yang didapat yaoti CNT, Fe_3C dan nanopartikel Fe. Dari gambar tersebut terjadi proses pembentukan CNT seiring dengan pertambahan temperature yang digunakan karena pada kondisi temperature yang tidak terlalu tinggi hidrokarbon belum sepenuhnya menjadi CNT dan seiring bertambahnya temperature dijelaskan bahwa CNT yang terbentuk semakin kristalin dari yang sebelumnya tidak ada.

Berikut merupakan beberapa penelitian tentang sintesis CNT yang pernah dilakukan dan bisa dilihat pada tabel berikut :

Tabel 2.4 Penelitian sebelumnya tentang sintesis CNT

Prekursor	Metode Sintesis	Peneliti
<i>Ferrocene</i>	Hidrotermal dengan temperatur 200°C	Razali dkk, 2018
<i>Polyethylene Glicol (PEG)</i>	Hidrotermal dengan temperatur 160°C	Wang dkk, 2005
<i>Polystyrene - dicloromethane</i>	Hidrotermal dengan temperatur 180°C	Jagadish dkk, 2018
<i>Naphthalene – Ferrocene</i>	Pirolisis dengan temperatur 850°C – 1050°C	Charinpanitkul dkk, 2009
<i>Naphthalene – Ferrocene</i>	Pirolisis dengan temperatur 850°C – 1050°C	Puengjinda dkk, 2009
<i>Ferrocene</i>	Pirolisis dengan temperatur 550°C	Zhu dkk, 2014
<i>Butadiynyl - ferrocene</i>	Pirolisis dengan temperatur 800°C – 1300°C	Laskoski dkk, 2006

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Dalam penelitian ini digunakan beberapa bahan sebagai berikut :

1. Serbuk *Ferrocene* 98 % ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$)
2. Serbuk Sulfur
3. Larutan Etanol 96 % ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
4. Serbuk Natrium Hidroksida (NaOH)
5. Larutan Asam Klorida 37 % (HCl)
6. Aquades (H_2O)
7. Larutan Na_2SO_4 sebagai elektrolit

3.2 Alat Penelitian

Dalam penelitian ini digunakan alat sebagai berikut :

1. Neraca Analitik (Digital)
Alat ini berfungsi untuk mengukur massa/berat suatu benda padatan.
2. *Hot Plate Stirrer* dengan *Magnetic Spin Bar*
Alat ini berfungsi untuk menghomogenkan suatu larutan dengan menggunakan putaran medan magnet untuk memutar *spin bar*.
3. *Furnace*
Alat ini berfungsi untuk proses pemanasan pada reaksi hidrotermal dan sebagai pengering.
4. Autoclave
Alat ini berfungsi sebagai wadah larutan pada reaksi hidrotermal.
5. Sarung Tangan dan Masker
Alat ini berfungsi untuk melindungi dari gas dan bahan kimia berbahaya selama proses sintesis.
6. Gelas Ukur
Alat ini berfungsi untuk mengukur volume cairan.
7. Glass Beaker
Alat ini berfungsi untuk tempat aktivitas kimia.

8. Instrumen Karakterisasi Material

a. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Alat ini berfungsi untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam sampel serta struktur dan ukuran kristalnya.

b. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Alat ini berfungsi untuk menganalisis morfologi yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek.

c. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Alat ini berfungsi untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam sampel.

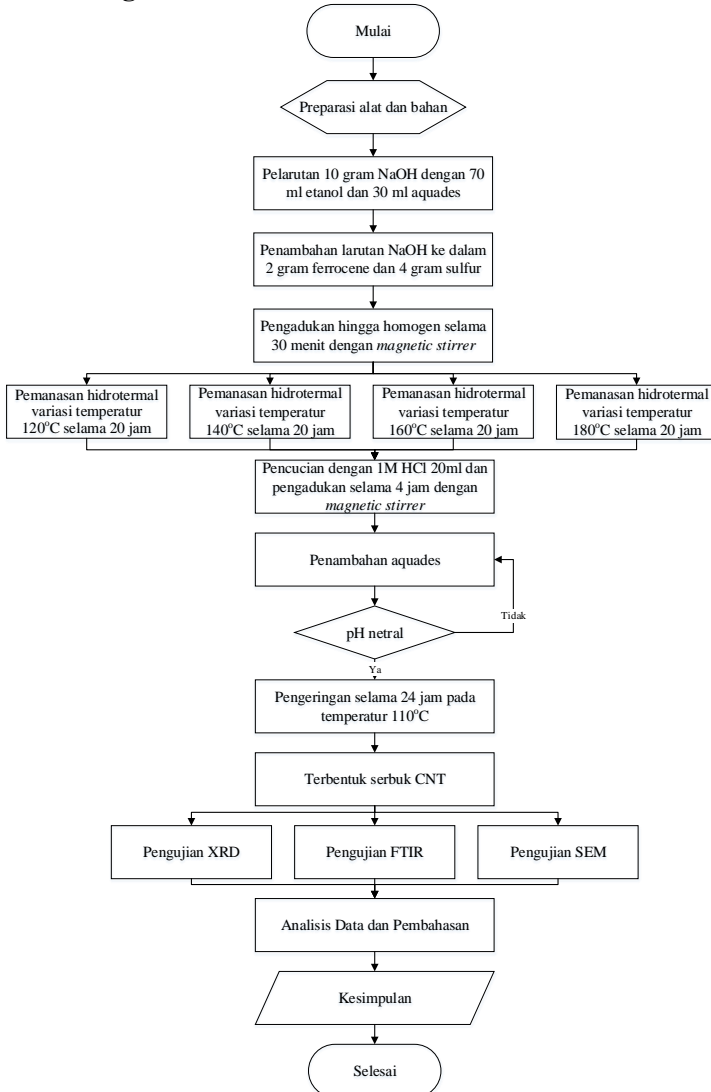
d. *Cyclic Voltammetry (CV)*

Alat ini berfungsi untuk mengetahui nilai kapasitansi dari hasil percobaan.

3.3 Diagram Alir

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang dimulai dari sintesis material CNT dan dilanjutkan pada pembuatan elektroda. Tahapan tersebut dapat dilihat dan dijelaskan pada subbab selanjutnya.

3.3.1 Diagram Alir Sintesis Serbuk CNT



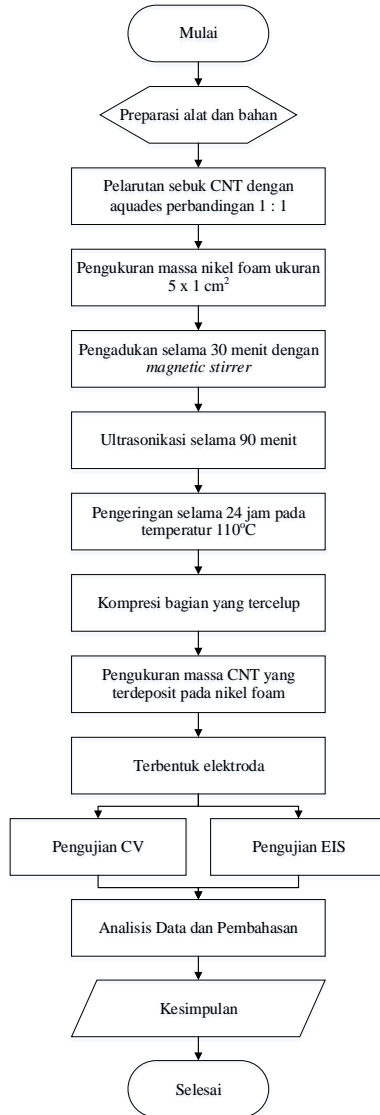
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis CNT

Pada Gambar 3.1 dijelaskan diagram alir dari sintesis material CNT dengan *hydrothermal carbonization* (CNT). Dimulai dari proses preparasi material yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Ferrocene* ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$) sebagai prekursor utama dan katalis dalam pembentukan material CNT. Selain itu, serbuk belerang juga digunakan untuk mengikat Fe dalam *Ferrocene* menjadi FeS dan digunakan larutan NaOH sebagai karbon aktivasi untuk mempercepat terjadinya dekomposisi pada karbon. Setelah itu dilakukan ditambahkan etanol sebagai sumber karbon dan pelarut dalam sintesis dan aquades sebagai pelarut. Dilakukan proses pengadukan hingga homogen dengan *magnetic stirrer* dengan waktu 30 menit.

Setelah proses preparasi atau pengadukan sampel hingga benar – benar homogen dilakukan proses hidrotermal dengan dimasukkan larutan ke dalam autoclave 50 ml sebagai wadah dan dimasukkan ke dalam furnace. Setelah masuk ke dalam furnace temperatur diatur sesuai dengan variasi yang sudah ditentukan yaitu 120°C, 140°C, 160°C dan 180°C dan ditahan selama 20 jam.

Selanjutnya dilakukan proses pencucian untuk menghilangkan kontaminasi dengan penambahan larutan HCl 1M 20ml dan dilanjutkan pengadukan dengan kecepatan 600 rpm dan temperature 65°C untuk menguapkan kontaminan. Selanjutnya ditambahkan aquades secukupnya hingga mencapai pH netral (7 – 9) dan dikeringkan pada oven dengan temperatur 110°C selama 24 jam. Setelah didapatkan serbuk CNT dilakukan pengujian untuk mengetahui struktur dari material CNT hasil sintesis dan dilakukan pengujian dilanjutkan dengan analisis data dan pembahasan.

3.3.2 Diagram Alir Pembuatan Elektroda



Gambar 3.2 Diagram Alir Pembuatan Elektroda

Pada Gambar 3.2, serbuk CNT dilarutkan dengan aquades dengan perbandingan 1 : 1 . Selanjutnya dicelupkan *Nickel Foam* ukuran 5x1 cm² yang sudah diukur massanya ke dalam larutan CNT dan dilanjutkan proses stirring agar serbuk terdeposit pada *Nickel Foam* dan dilanjutkan ultrasonikasi untuk memudahkan serbuk untuk masuk pada pori – pori *Nickel Foam* . Setelah itu , dilakukan proses pengeringan dengan temperatur 110 °C selama 12 jam dan setelah kering dilakukan proses *pressing* dan ditimbang lagi *Nickel Foam* yang sudah terdeposit CNT untuk mengetahui massa CNT yang terdeposit. Setelah didapatkan elektroda dilakukan pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dengan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1M.

3.4 Metode Penelitian

Metode yang dilakukan pada perancangan penelitian ini adalah:

1. Studi Literatur
Metode ini mengacu pada buku-buku, jurnal serta penelitian serupa tentang carbon nanotubes (CNT) dengan metode hidrotermal yang meneliti tentang sintesis dan karakterisasi material.
2. Diskusi
Pada tahapan ini dilakukan diskusi untuk menambah wawasan tentang topik yang diambil dengan pihak -pihak yang terkait dengan penelitian yang akan diambil.
3. Experimental
Pada tahapan ini dilakukan percobaan dan pengujian langsung sesuai dengan prosedur dan metode yang ada seperti sintesis hidrotermal, pengujian XRD, pengujian FTIR dan pengujian SEM.

3.5 Proses Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa proses karakterisasi material untuk mendukung penelitian ini. Macam – macam pengujian yang dilakukan dijelaskan pada subbab selanjutnya.

3.5.1 Pengujian X – Rays Diffraction (XRD)

Pengujian XRD berfungsi untuk mengetahui komposisi unsur dan senyawa yang terbentuk pada sampel CNT dengan pengaplikasian potensial dan waktu yang berbeda. XRD memanfaatkan radiasi x-ray yang ditembakkan oleh x-ray source ke arah sampel yang kemudian terpantul ke x-ray detector dan direkam dalam bentuk grafik hubungan intensitas terhadap 2θ . Kemudian intensitas tertinggi (*peak*) akan digunakan untuk mengetahui unsur yang terkandung di lapisan oksida yang terbentuk dengan menggunakan aplikasi tertentu. Pada Gambar 3.3 merupakan alat yang digunakan dalam pengujian.



Gambar 3.3 Alat uji X-Rays Diffraction (XRD)

3.5.2 Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Alat uji FTIR digunakan untuk melakukan analisa kualitatif yaitu untuk mengetahui ikatan kimia (gugus fungsi) yang dapat ditentukan dari spektra vibrasi yang dihasilkan oleh suatu senyawa pada panjang gelombang tertentu. Selain itu digunakan juga untuk analisa kuantitatif yaitu melakukan. Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi infrared diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh detector. Vibrasi dapat terjadi karena energi yang berasal dari sinar infrared tidak cukup kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi ataupun eksitasi elektron pada molekul senyawa yang ditembak dimana besarnya energi vibrasi tiap atom atau molekul berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram. Pada Gambar 3.4 merupakan alat yang digunakan dalam pengujian.



Gambar 3.4 Alat uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

3.5.3 Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pengujian SEM bertujuan untuk mendapatkan morfologi permukaan dan penampang melintang dari sampel CNT dengan variasi temperatur hidrotermal yang berbeda. Cara kerja mesin SEM adalah menembakkan elektron dengan energi tinggi ke sampel, pantulan dari elektron yang ditembakkan akan memberikan informasi visual dari morfologi permukaan sampel. Gambar 3.5 merupakan alat yang digunakan dalam pengujian SEM yang digunakan pada penelitian ini.



Gambar 3.5 Alat uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

3.5.4 Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

Pengujian CV adalah suatu pengujian untuk analisis kualitatif dan kuantitatif yang dapat memberikan informasi pada proses karakterisasi yang terjadi di dalam sel elektrokimia. Uji ini menunjukkan plot respon arus terhadap tegangan yang diberikan pada elektroda (CNT yang terdeposit pada *Nickel Foam*). Prinsip kerja dari alat CV yaitu dengan menggunakan 3 elektroda yaitu *reference electrode* untuk mengukur beda potensial, *work electrode* dan *counter electrode*. Pada pengujian ini, respon arus

diukur sebagai fungsi potensial (voltase) dimana pemberian potensial dilakukan secara bolak-balik sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat teramati.

Pada penelitian ini, pengujian cyclic voltammetry dengan alat yang digunakan seperti Gambar 3.6 untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda *nickel foam* – CNT. Pengujian ini dilakukan dengan mendepositkan CNT ke dalam *nickel foam*. Pengujian ini menggunakan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1M untuk elektroda *nickel foam* – CNT. Nilai potensial yang digunakan adalah antara 0-0.8V untuk menyesuaikan rentang potensial kerja kapasitor. Instrumen yang digunakan adalah CORR TEST, dengan counter electrode grafit dan reference electrode Ag/AgCl.

Pada pengujian ini hasil yang didapat adalah grafik cyclic voltammetry dan untuk menghitung besarnya kapasitansi spesifik digunakan Persamaan 3.1 Di samping itu, data dari CV menggambarkan sifat kapasitif elektrokimia dari elektroda kerjanya.

$$C = \frac{\int i dV}{2 w \gamma \Delta E} \quad (3.1)$$

Dimana,

- C = Kapasitansi Spesifik (F/gram)
- I = Arus (Ampere)
- W = Massa Elektroda Grafena (gram)
- γ = Scan Rate (mV/s)
- ΔE = Potential Window (Volt)

Dari hasil pengujian CV juga dapat diketahui nilai Densitas Energi (E) dan Densitas Power (P) dengan menggunakan Persamaan 3.2 dan Persamaan 3.3.

$$E = 0,5 \times C \times \Delta V^2 \quad (3.2)$$

$$P = \frac{V}{t} \quad (3.3)$$

Dimana,

E = Densitas Energi (Wh/kg)

C = Kapasitansi (Farad/gram)

ΔV = Potential Window (Volt)

P = Densitas Power (W/kg)

t = Waktu discharge (sekon)



Gambar 3.6 Alat uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

3.5.5 *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Pengujian EIS adalah metode untuk menganalisis suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah (5-10 mV) dari rentang frekuensi yang sangat lebar. Pada prinsipnya, EIS digunakan untuk menentukan parameter kinetika elektrokimia berkaitan dengan unsur-unsur listrik seperti tahanan R, kapasitansi C dan induksi L.

Tahanan listrik dalam EIS dinyatakan dengan impedansi (Z) yaitu ukuran kemampuan suatu rangkaian dalam menahan aliran arus listrik. Dalam impedansi, sinyal potensial dan arus AC berada dalam fase berbeda dan nilainya dipengaruhi oleh frekuensi.

Hasil dari pengujian EIS berupa tiga gambar kurva yaitu plot Nyquist, plot bode $|Z|$ dan plot bode $[C]$. EIS diukur melalui potensial AC yang dialirkan pada sel elektrokimia untuk mengetahui besar arus yang mengalir dalam sistem. Tahanan listrik dalam EIS dinyatakan dengan impedansi (Z) yaitu ukuran kemampuan suatu rangkaian dalam menahan aliran arus listrik. Dalam impedansi, sinyal potensial dan arus AC berada dalam fase berbeda dan nilainya dipengaruhi oleh frekuensi.

Pengujian EIS menggunakan jenis elektroda referensi, elektroda kerja dan elektroda uji. Pada pengujian EIS menggunakan alat pada Gambar 3.6 seperti pengujian CV dan larutan yang digunakan sama. Untuk mencari nilai kapasitansi dalam pengujian EIS menggunakan persamaan 3.4 seperti berikut.

$$C = \frac{1}{2\pi f Z''} \quad (3.4)$$

Dimana:

- C = Kapasitansi (F)
- π = 3.14
- f = Frekuensi (Hz)
- Z'' = Impadansi Imajiner (Ω)

3.6 Rancangan Penelitian

Untuk mempermudah jalannya penelitian maka dibuat tabel rancangan pengujian yang akan dilakukan dalam penelitian ini sebagai berikut:

Tabel 3.1 Rancangan Pengujian

Sampel	Uji XRD	Uji FTIR	Uji SEM	Uji CV	Uji EIS
<i>Ferrocene</i>	√	√	√		
CNT 120 °C	√	√	√		
CNT 140 °C	√	√	√		
CNT 160 °C	√	√	√		
CNT 180 °C	√	√	√		
Elektroda 120 °C				√	
Elektroda 140 °C				√	
Elektroda 160 °C				√	
Elektroda 180 °C			√	√	√
Nikel Foam			√	√	

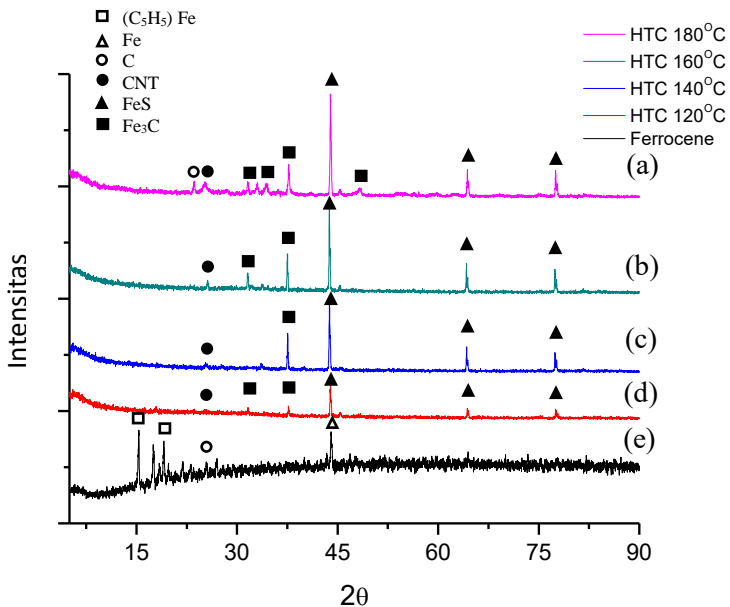
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 4 ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian X – Rays Diffraction (XRD)

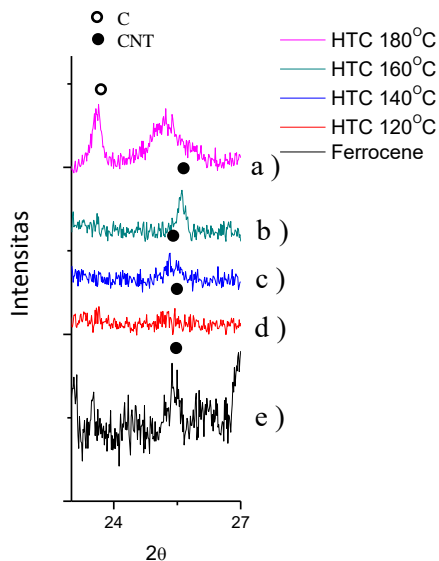
4.2 Hasil Pengujian X – Rays Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan pada sampel CNT dengan variasi temperature hidrotermal 120 °C , 140 °C, 160 °C dan 180 °C. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi dari material CNT hasil sintesis dengan indikasi puncak dari peak hasil XRD dan bisa mengetahui struktur dari material tersebut apakah termasuk kristalin, semikristalin atau amorf. Pengamatan difraksi sinar X dilakukan pada sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dengan panjang gelombang $\text{Cu} - \text{K}\alpha$ 1,54060Å.



Gambar 4.1 Hasil uji XRD sintesis CNT variasi a) 180 °C , b) 160 °C, c) 140 °C, d) 120 °C dan e) *Ferrocene*

Berdasarkan Gambar 4.1 hasil yang didapatkan dari uji XRD menunjukkan intensitas beberapa intensitas peak dari sampel. Peak tertinggi muncul pada $2\theta = 43^\circ$ dimana peak tersebut menunjukan nanopartikel FeS dari hasil dekomposisi prekursor Ferrocene. Peak 34° dan 37° menunjukkan adanya Fe_3C yang terbentuk akibat proses dekomposisi material CNT dengan prekursor Ferrocene. Peak 26° yang menunjukkan adanya karbon CNT dan semakin meningkat temperature intensitas akan semakin tinggi dilihat dari pola grafik nya. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya tentang sintesis material CNT dengan prekursor utama Ferrocene dimana adanya peak – peak tersebut karena partikel Fe masih ada pada material CNT sebagai katalis utama.



Gambar 4.2 Hasil uji XRD CNT a) 180 °C , b) 160 °C, c) 140 °C dan d) 120 °C interval $2\theta = 22^\circ - 27^\circ$

Pada Gambar 4.2 terlihat peningkatan intensitas peak CNT karena semakin tinggi temperature variasi. Dari hasil XRD

menunjukkan adanya perubahan pola grafik pada $2\theta = 25^\circ - 26^\circ$ yang semakin tinggi yang menunjukkan struktur semi kristalin yang menunjukkan struktur material CNT dan terdekomposisinya sebagian Fe_3C menjadi CNT seiring dengan penambahan temperatur. Tingkat kristalinitas juga akan berpengaruh dari jumlah karbon yang terdekomposisi menjadi CNT karena semakin tinggi pola intensitasnya semakin tinggi sempit karena perubahan temperature yang semakin tinggi karena dekomposisi dari prekursor.

4.3 Hasil Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Pengujian FTIR dilakukan pada sampel CNT dengan variasi temperature hidrotermal 120°C , 140°C , 160°C dan 180°C . Pengujian ini digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada proses hidrotermal dari prekursor utama yaitu *ferrocene* yang ditandai dengan perubahan struktur FTIR antara material utama *ferrocene* dengan material CNT. Pengujian ini dilakukan menggunakan mesin Nicolet IS10 dengan range Panjang gelombang $399 - 4000\text{ cm}^{-1}$.

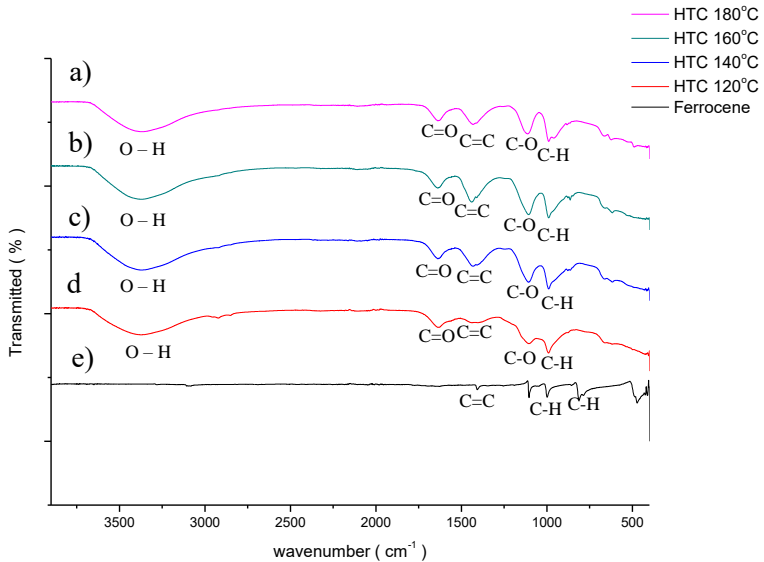
Gambar 4.3 menunjukkan data grafik FTIR dari prekursor utama yang digunakan yaitu *ferrocene* yang merupakan suatu senyawa hidrokarbon yang memiliki gugus fungsi C-H. Setelah dilakukan proses hidrotermal pada temperatur variasi yang digunakan terdapat perubahan gugus fungsi dengan terbentuknya gugus fungsi baru yang merupakan gugus fungsi utama material CNT dari reaksi oksidasi pada proses hidrotermal yang terjadi yaitu gugus fungsi O-H dengan bilangan gelombang $3370,5\text{ cm}^{-1}$, gugus C=O dengan bilangan gelombang $1636,66\text{ cm}^{-1}$ dan gugus C-O dengan bilangan gelombang $1112,24\text{ cm}^{-1}$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Hal ini disebabkan pada reaksi hidrotermal pada sintesis CNT akan terbentuk pada kondisi lingkungan alkohol dan proses dekomposisi meningkat seiring dengan penambahan Sodium Hidroksida (NaOH) karena karbon dari prekursor yang teraktifasi. Dengan pemberian temperatur akan

merubah gugus fungsi dari hidrokarbon yang sebelumnya hanya memiliki C-H dan setelah itu terdekomposisi menjadi material CNT dengan gugus fungsi yang baru . Hasil dari gugus fungsi yang dihasilkan dari sintesis material CNT dengan hidrotermal sudah sesuai dengan penelitian sebelumnya seperti pada Gambar 2.15.

Hasil dari kurva FTIR tersebut diketahui jenis gugus fungsinya yang telah disesuaikan dengan tabel FTIR standar seperti pada tabel 4.1 berikut

Tabel 4.1 Jenis Gugus Ikatan Pada Sampel CNT (Widyastuti dkk, 2018)

Range Wavenumber (cm^{-1})	Jenis Ikatan
3200 – 3600	O-H
1690 – 1760	C=O
1400 – 1600	C=C
1585 – 1600	C-C
1000 – 1320	C-O
650 – 1000	C-H

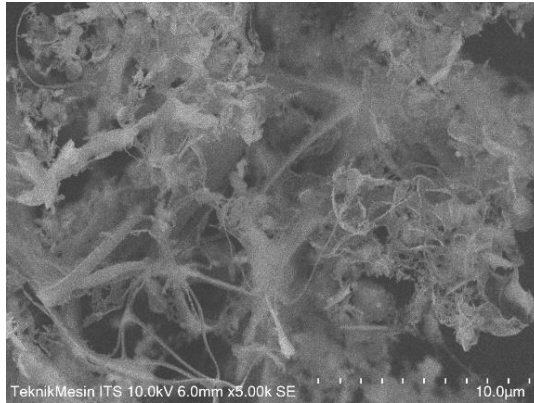


Gambar 4.3 Hasil pengujian FTIR dengan variasi a) 180 °C , b) 160 °C, c) 140 °C, d) 120 °C dan e) ferrocene

Dari hasil yang didapat pada Gambar 4.3 semua variasi 120 °C, 140 °C, 160 °C dan 180 °C memiliki gugus fungsi yang identik dimana memiliki gugus fungsi baru yaitu O-H (3200 – 3500), C=O (1690 – 1760), C-O (1000 – 1320) dan C-H (650 – 1000) yang merupakan gugus baru dari hasil hidrotermal. Dengan adanya gugus fungsi utama yang terbentuk pada semua variasi menunjukkan bahwa reaksi hidrotermal ditandai dengan adanya proses oksidasi pada ikatan CNT.

4.4 Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari permukaan material CNT hasil sintesis hidrotermal dengan perbesaran tertentu.

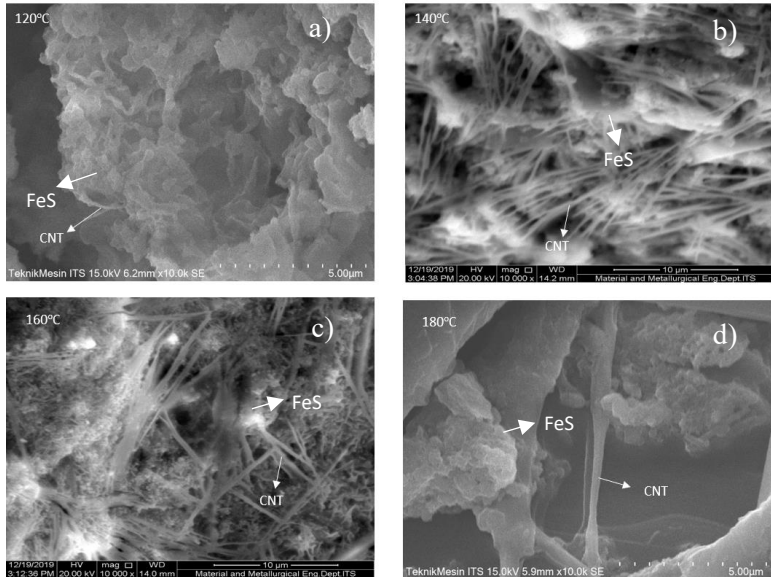


Gambar 4.4 Hasil uji SEM *ferrocene* perbesaran 5000x

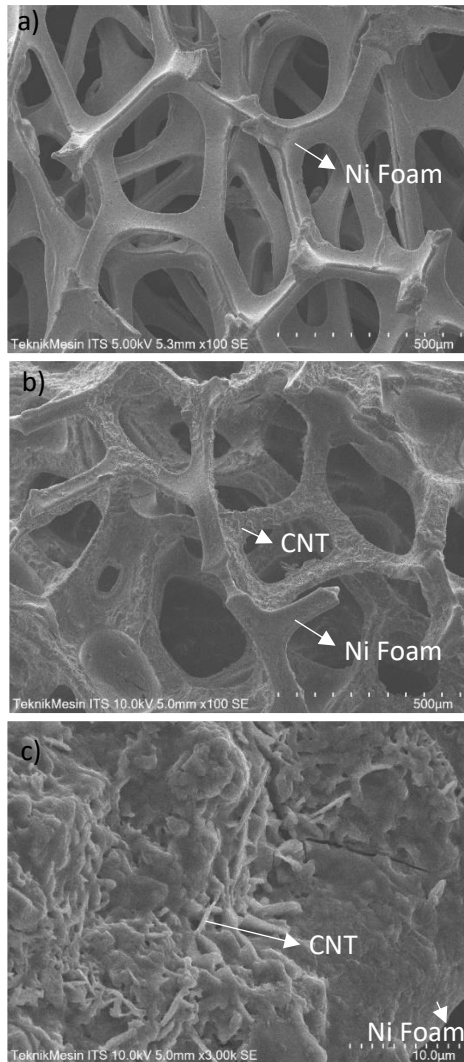
Pada Gambar 4.4 menunjukkan struktur morfologi dari ferrocene yang tidak beraturan dan sangat tipis dan tidak beraturan yang dilihat dengan perbesaran 5000x. Material ini yang nantinya akan didekomposisi menjadi material CNT dengan metode hidrotermal sehingga partikel dari ferrocene akan terdekomposisi menjadi nanopartikel.

Pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa struktur morfologi dari material hasil sintesis dengan perbesaran hingga 10000x. Dari hasil pengujian menunjukkan terbentuk *Carbon Nanotubes* (CNT) pada semua variasi. Pertumbuhan CNT yang tidak bisa dikontrol yang tumbuh pada permukaan katalis FeS yang terbentuk akan membentuk struktur khas dari CNT seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.16 yang berbentuk panjang menyerupai helaian rambut dimana hal ini terjadi karena dekomposisi karbon. Reaksi yang terjadi seperti yang dijelaskan pada persamaan 2.1 dan 2.2. Perubahan temperatur sangat berpengaruh dalam pembentukan CNT terutama dalam ukuran tabung nano material, hal ini bisa dilihat hasil pengujian SEM gambar 4.7 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur hidrotermal semakin banyak CNT yang terbentuk. Jumlah CNT meningkat pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C hingga 160 °C, tetapi pada temperatur 180 °C

energi yang diberikan sudah melebihi batas maksimum sehingga diameter CNT membesar sama seperti yang dijelaskan pada gambar 2.9 . Pada hasil penelitian didapatkan ukuran CNT dengan kisaran diameter sebesar 10 nm – 250 nm dengan panjang hingga puluhan mikro. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya material CNT.



Gambar 4.5 Hasil uji SEM material CNT perbesaran 10000x a) 120 °C, b) 140 °C, c) 160 °C dan d) 180 °C



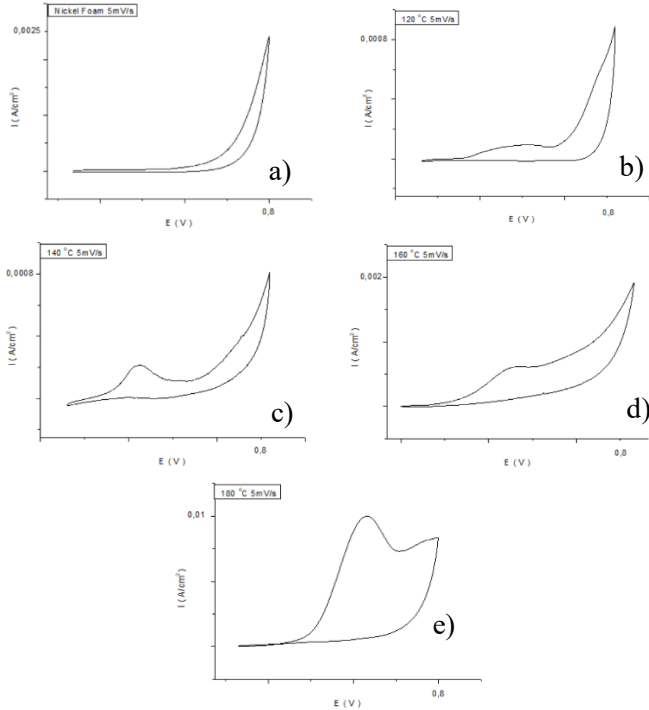
Gambar 4.6 a) Elektroda nikel foam perbesaran 100x , b) Elektroda nikel foam – CNT , perbesaran 100x , Elektroda nikel foam – CNT perbesaran 3000x

Pada Gambar 4.7 a) menunjukkan morfologi dari nikel foam yang merupakan pengumpul arus pada elektroda, terlihat berbentuk seperti *network* dan berongga (*sponge*). Kemudian nikel foam dicelupkan pada larutan CNT sehingga CNT terdeposit pada permukaan nikel foam. Pada gambar 4. 7 b) dan c) menunjukkan morfologi permukaan nikel foam yang sudah terdeposit dengan CNT.

4.5 Hasil Pengujian *Cyclic Voltametry* (CV) dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Pengujian *Cyclic Voltammometry* digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda EDLC yang terbuat dari material CNT. Pengujian ini dilakukan dengan didepositkan material CNT pada *Nickel Foam* yang bertindak sebagai *current collector*. Setelah itu dilakukan proses pengujian dengan voltase 0 – 0,8 V dengan scan rate 5mV/s. Sedangkan pengujian EIS digunakan untuk mengetahui karakteristik suatu elektroda terhadap arus AC dengan alat yang digunakan sama seperti pengujian CV.

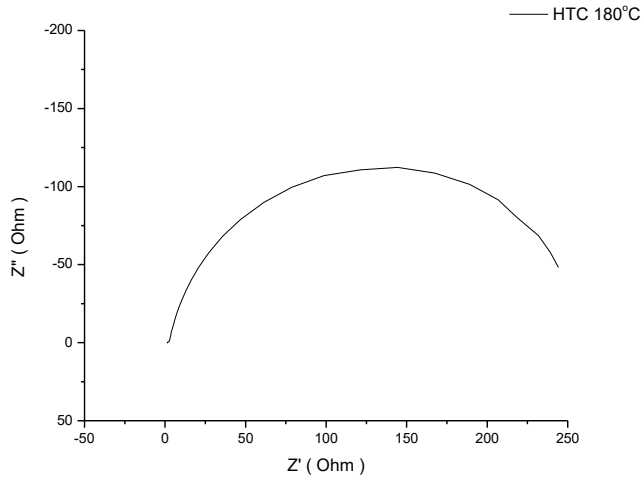
Sampel *nickel foam* murni sebelum didepositkan CNT yang digunakan memiliki kurva CV seperti pada gambar 4.7 a) dimana pada rentang positif tidak menunjukkan adanya hump sama sekali karena tidak ada reaksi redoks Ni dalam larutan Na_2SO_4 . Pada kondisi tersebut tidak terdapat kondisi pseudocapacitance yang ditandai dengan adanya hump sehingga luasannya kecil yang nantinya sangat berpengaruh terhadap nilai kapasitansi dari elektroda tersebut. Pada kondisi belum ada penambahan karbon aktif dipermukaan nikel foam membuat elektroda tidak dapat menyimpan energi secara baik bisa dilihat dari bentuk kurva *cyclic voltammetry* yang tidak membentuk rectangular yang menandakan bahwa *nickel foam* tidak merupakan material superkapasitor.



Gambar 4.7 Kurva *cyclic voltammetry* (CV) a) nikel foam, b) CNT 120 °C, c) CNT 140 °C, d) CNT 160 °C dan e) CNT 180°C

Sudah dilakukan pengujian *cyclic voltammetry* dengan menggunakan *nickel foam* yang didepositkan material CNT. Pada pengujian didapatkan hasil kurva seperti pada Gambar 4.7 b – d yang menggambarkan perubahan ukuran kurva. Pada hasil pengujian *cyclic voltammetry* menunjukkan bahwa material elektroda mampu menyimpan (*charge*) energi dengan baik dilihat pada luasan daerah kurva *cyclic voltammetry* yang terbentuk , tetapi pada waktu pengosongan (*discharge*) tidak bisa secara maksimal karena dilihat dari kurva yang terbentuk pada pengosongan tidak membentuk cerminan dari kurva pada waktu mengisi dan terlihat seperti garis lurus. Dibandingkan dengan

Gambar 2.13 menunjukkan perbedaan pola *discharge* yang berbeda sehingga tidak bisa dikatakan sebagai superkapasitor.



Gambar 4.8 Bentuk plot Nyquist pada CNT 180 °C

Dari pengujian EIS seperti Gambar 4.12 menunjukkan Plot Nyquist yang menjelaskan hubungan antara impedansi real (Z_{real}) dan impedansi imajiner (Z_{im}). Pada plot Nyquist menunjukkan bentuk kurva setengah lingkaran yang menunjukkan resistivitas tinggi. Hal ini disebabkan karena material CNT yang didepositkan masih belum murni karena masih ada Nanopartikel FeS dan Fe_3C yang terbentuk. Adanya partikel senyawa FeS dan Fe_3C ini membuat konduktivitas rendah sehingga sangat mempengaruhi transportasi elektron yang nantinya mengakibatkan laju reaksi kimia menjadi sangat lamban dan membuat kemampuan reaksinya sangat rendah. Selain itu, adanya partikel senyawa FeS dan Fe_3C mengakibatkan adanya ekspansi volume selama proses *charge – discharge*. Masalah seperti ini akan menyebabkan kerusakan elektroda ketika terjadi secara terus - menerus sehingga kapasitas penyimpanan menjadi rendah. Kondisi seperti ini terjadi karena

nanopartikel FeS dan Fe₃C merupakan salah satu senyawa keramik yang memiliki ikatan kovalen, dimana material ini memiliki konduktivitas listrik yang rendah dan bersifat sebagai isolator.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang didapat dari penelitian ini ada sebagai berikut :

1. Hasil pengujian XRD menunjukkan material hasil sintesis terdiri dari senyawa CNT, nanopartikel FeS dan Fe₃C. Semakin tinggi temperatur berpengaruh terhadap puncak intensitas hasil pengujian XRD dimana semakin tinggi temperatur semakin kristalin. Pengujian FTIR menunjukkan gugus fungsi baru O – H, C = O dan C – O yang menandakan semua variasi sudah terjadi reaksi pembentukan CNT dengan hidrotermal. Dari pengujian SEM ditunjukkan morfologi permukaan seperti rambut memanjang yang tidak beraturan. Pada temperatur 120 °C CNT belum terlihat karena temperatur masih kurang untuk dekomposisi , setelah itu meningkat pada temperature 140 °C – 160 °C. Setelah itu, mengalami peningkatan ukuran pada 180 °C karena energi yang terlalu tinggi. Pada temperatur maksimum didapatkan CNT dengan diameter tabung 10 -200 nm.
2. Hasil pengujian CV menunjukkan sifat kapasitif material hasil sintesis. Dari hasil yang didapatkan material hasil sintesis belum bisa diaplikasikan menjadi superkapasitor karena masih adanya nanopartikel FeS dan Fe₃C yang akan mempengaruhi proses *charge – discharge* dimana material hanya bisa menyimpan energi tetapi dalam hal pengosongan kurang maksimal.

5.2 Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya yaitu :

1. Untuk sintesis material CNT lebih dimurnikan lagi sehingga tidak ada pengotor dari katalis FeS dan Fe₃C yang membuat konduktivitas listrik rendah.

-
2. Menggunakan alat sesuai bahan yang digunakan sehingga kemungkinan ada pengotor berkurang.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfian. 2018. “ Sintesis Dan Karakterisasi Carbon Nanotube (CNT) Dari Kulit Durian Dengan Menggunakan Metode Chemical Vapour Deposition (CVD) “. **Skripsi S1** Jurusan Fisika UIN Alauddin Makassar
- Andrews, R. J., Smith, C. F., dan Alexander, A. J. 2006. “ Mechanism of Carbon Nanotube Growth from Camphor and Camphor Analogs by Chemical Vapor Deposition “. **Carbon**, 44, 341-347.
- Annamalia, K. C., Shrikiran, A., Mundkur, S. C., dan Varma, C. 2012. “ Acute Naphthalene Toxicity Presenting with Metabolic Acidosis : A Rare Complication “. **Journal of Acute Disease**, 75-76.
- Burchell, T. D. 1999. **Carbon Material for Advanced Technology**. UK : Elsevier Science Ltd.
- Callister, W. D., dan Rethwisch, D. G. 2014. **Materials Science and Engineering : An Introduction 9th Edition**. United States : John Wiley & Sons, Inc.
- Charinpanitkul, T., Nano, N., Puengjinda, P., Klanwan, J., Akrapattangkul, N., dan Tanthapanichakoon, W. 2009. “ Naphthalene As An Alternative Carbon Source for Pyrolytic Synthesis of Carbon Nanostructures “. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, 86, 386-390.
- Chen, Y., Mu, R., Yang, M., Fang, L., Wu, Y., Wu, K., Liu, Y., dan Gong, J. 2016. “ Catalytic Hydrothermal Liquefaction For Bio-Oil Production Over Cnts Supported Metal Catalysts “. **Chemical Engineering Science**, 161, 299-307.
- Devendiran, M., Kumar, K. K., dan Narayanan, S. S. 2017. “ Fabrication of A Novel Ferrocene/Thionin Bimediator Modified Electrode for The Electrochemical Determination of Dopamine and Hydrogen Peroxide “. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, 802, 78-88.

-
- Drummond, R., Huang, C., Grant, P. S., dan Duncan, S. R. 2019. “ Overcoming Diffusion Limitations in Supercapacitors Using Layered Electrodes “. **Journal of Power Sources**, 433, 1-10.
- Evingur, G. A., dan Pekcan, O. 2016. “ Optical, Mechanical, and Electrical Properties of Polymer Composites Doped by Multiwalled Carbon Nanotubes “. **Carbon Nanotubes - Current Progress of their Polymer Composites**.
- Gaddam, R. R., Kantheti, S., Narayan, R., dan Raju, K. V. S. N. 2015. “ Recent Developments of Camphor Based Carbon Nanomaterial : Their Latent Applications and Future Prospects “. **Nano-Structures & Nano-Objects**, 3, 1-8.
- Ghassan, A. A., Mijan, N. A., dan Taufiq-Yap, Y. H. 2019. “ Nanomaterials: An Overview of Nanorods Synthesis and Optimization ”. **Nanorods - An Overview from Synthesis to Emerging Device Applications**.
- Han, T., Nag, A., Mukhopadhyay, S. C., dan Xu, Y. 2019. “ Carbon Nanotubes and Its Gas-Sensing Applications: A Review “. **Sensors and Actuators**, 291, 107-143.
- He, L., Liao, G., Hu, S., Jiang, L., Han, H., Li, H., Ren, Q., Mostafa, M. E., Hu, X., Wang, Y., Su, S., dan Xiang, J. 2019. “ Effect of Temperature on Multiple Competitive Processes for Co-Production of Carbon Nanotubes and Hydrogen During Catalytic Reforming of Toluene “. **Journal of Fuel**, 264, 1-7).
- Jagadish, K., Srikantaswamy, S., Abhilash, M.R., Nayan, M.B., Rajendraprasad, S., dan Akshata. 2018. “ Hydrothermal Synthesis of Multiwall Carbon Nanotubes using Polystyrene: Purification and Characterization “. **International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology**, Vol. 6 Issue II, 2085-2089.
- Khan, W., Sharma, R., dan Saini, P. 2016. “ Carbon Nanotube-Based Polymer Composites: Synthesis, Properties and Applications “. **Carbon Nanotubes - Current Progress of their Polymer Composites**.
-

-
- Kumar, M., dan Ando, Y. 2003. “ A Simple Method of Producing Aligned Carbon Nanotubes from An Unconventional Precursor – Camphor “. **Chemical Physics Letters**, 374, 521-526.
- Laskoski, M., Keller, T. M., dan Qadri, S. D. 2006. “ Solid Phase Synthesis of Multi – walled Carbon Nanotubes from Butadiynyl – Ferrocene Containing Compounds “. **Carbon**, 45, 443-448.
- Lee, S.H., Kim, H. R., Lee, H., Lee, J., Lee, C. H., Lee, J., Park, J., dan Lee, K. H. 2018. “ Synthesis Mechanism of Carbon Nanotube Fibers Using Reactor Design Principles “. **Chemical Engineering Science**, 192, 655-664.
- Lin, X. D., Rong, T. S., Zhu, J., dan Ko, T. “ An Observation of Microstructure of Eutectic Cementite. **5th Asia – Pasific Elctron Microscopy Conference**.
- Luan, Y., Zhang, H., Yang, F., Yan, J., Zhu, K., Ye, K., Wang, G., Cheng, K., dan Cao, D. 2018. “ Rational Design of NiCo₂S₄ nanoparticles @ N – doped CNT for Hybrid Supercapacitors “. **Applied Surface Science**, Vol. 447, 165-172
- Murali, S., dan Perumal, S. 2018. “ Synthesis of Nanotubes Under Carbon Environment at Low Temperatur Using Hydrothermal Method “. **Optik**, 162, 81-85.
- Osorio, A. G. dan Bergmann, C. P. 2013. “ Effect of surface area of substrates aiming the optimization of carbon nanotube production from ferrocene “. **Applied Surface Science**, 264, 794-800.
- Puengjinda, P., Nano, N., Tanthapanichakoon, W., dan Charinpanitkul, T. 2009. “ Selective Synthesis of Carbon Nanotubes and Nanocapsules using Naphthalene Pyrolysis Assisted with Ferrocene “. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, 15, 375-380.
- Rabti, A., Raouafi, N., dan Merkoci, A. 2016. “ Bio (Sensing) Devices Based on Ferrocene – Functionalized Graphene and Carbon Nanotubes “. **Carbon**, 108, 481-514.
-

-
- Razali, M. H., Ahmad, A., Azaman, M. A., dan Amin, K. A. M. 2016. " Physicochemical Properties of Carbon Nanotubes (CNT's) Synthesized at Low Temperatur using Simple Hydrothermal Method ". **International Journal of Applied Chemistry**, Vol. 12 No.3, 273-280.
- Saleh, H. M., dan Koller, M. 2019. " Introductory Chapter: Carbon Nanotubes ". **Carbon Nanotubes**.
- Sun, X., Cai, M., Chen, L., Qiu, Z., Wang, J., dan Chen, W. 2018. " The Porous Carbon Nanotube-Cellulose Papers as Current Collector and Electrode for Lithium Ion Battery and Supercapacitor Applications ". **Carbon Nanotubes - Recent Progress**.
- Utomo, P. B., Susanti, D., dan Nurdiansah, H. 2019. " Analisis Pengaruh Penambahan Green Reduktor Aluminium pada Proses Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO) terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor ". **Skripsi S1** Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
- Wang, G., dan Wang, L. 2019. " Hydrothermal Synthesis of Hierarchical Flowerlike A-CNTs/SnO₂ Architectures With Enhanced Photocatalytic Activity ". **Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures**, Vol. 27, No. 1, 10-13.
- Wang, Q., Zhang, W., Guo, C., Liu, Y., Wang, C., dan Guo, Z. 2017. " In Situ Construction of 3D Interconnected FeS@Fe₃C@ Graphitic Carbon Networks for High-Performance Sodium-Ion Batteries ". **Advanced Functional Materials**, 1703390, 1-8.
- Wang, T., Zhai, Y., Zhu, Y., Li, C., dan Zheng, G. 2018. " A Review of The Hydrothermal Carbonization of Biomass Waste for Hydrochar Formation: Process Conditions, Fundamentals, and Physicochemical Properties ". **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, 90, 223-247.
-

-
- Wang, W., Huang, J. Y., Wang, D. Z., dan Ren, Z. F. 2004. “ Low-Temperatur Hydrothermal Synthesis of Multiwall Carbon Nanotubes “. **Carbon**, 43, 1317-1339.
- Wang, X., Zhang, Y., Zheng, J., Liu, X., dan Meng C. 2019. “ Hydrothermal synthesis of VS₄/CNT Composite with Petal – shape Structures Performing A High Specific Capacity in A Large Potential Range for High – Performance Symmetric Supercapacitors” . **Journal of Colloid and Interface Science**, 554, 191-201.
- Wen, S., Mi, J., Joo, O. S., Mho, S. 2006. “ EDLC characteristic with High Specific Capacitance of The CNT Electrode Grown on Nanoporous Alumina Templates. **Current Applied Physics**, Vol. 6, 1012 -1015.
- Xu, T., Yang, D., Fan, Z., Li, X., Liu, Y., Guo, C., Ming, Z., dan Yu, Z. Z. 2019. “ Reduced Graphene Oxide / Carbon Nanotubes Hybrid Fibers with Narrowly Distributed Mesopores for Flexible Supercapacitors with High Volumetric Capacitances and Satisfactory Durability “. **Carbon**, 152, 134-143.
- Yao, C., Wei, B., dan Tong, Y. 2016. “ Carbon Nanotubes Supported Conducting Polymer Electrode for Supercapacitor “. **Carbon Nanotubes - Current Progress of their Polymer Composites**.
- Zhang, R., Huang, K., Wang, D., Hussain, N., Zhang, A., Wei, H., Ou, G., Zhao, W., Zhang, C., dan Wu, H. 2019. “ Ultrafine Fe/Fe₃C Nanoparticles on Nitrogen – doped Mesoporous Carbon by Low – Temperature Synthesis for Highly Efficient Oxygen Reduction “. **Electrochimica Acta**, 313, 255-260.
- Zhou, Y., Zhou, X., Ge, C., Zhou, W., Zhu, Y., dan Xu, B. 2019. “ Branched Carbon Nanotube/Carbon Nanofiber Composite for Supercapacitor Electrodes “. **Materials Letters**, 246, 174-177.
- Zhu, H. L., Bai, Y. J., Cui, H. Z., dan Liu, L. 2014. “ Facile Synthesis of Carbon Nanotubes Via Low Temperatur
-

Pyrolysis of Ferrocene “. **Journal of Crystal Growth**,
404, 44-47.

LAMPIRAN

Lampiran 1 : JCPDS XRD

a. Carbon (JCPDS 00-041-1487)

Name and formula

Reference code:	00-041-1487
Mineral name:	Graphite-2H
Compound name:	Carbon
Common name:	C.I. Pigment Black 10, plumbago, cliftonite
Empirical formula:	C
Chemical formula:	C

Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63/mmc
Space group number:	194
a (Å):	2.4704
b (Å):	2.4704
c (Å):	6.7244
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Calculated density (g/cm ³):	2.24
Measured density (g/cm ³):	2.16
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	35.54
Z:	4.00
RIR:	7.78

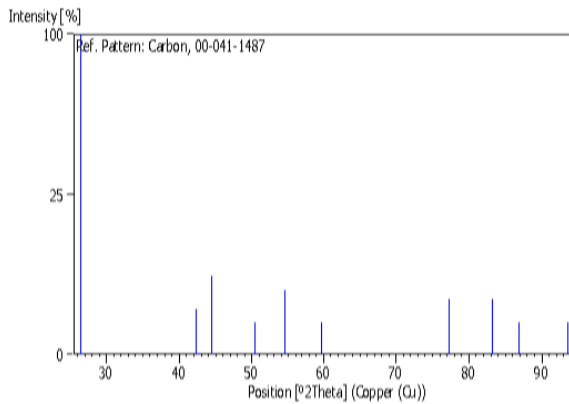
Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Common Phase Educational pattern Forensic Inorganic Mineral Pigment/Dye
-----------	---

Peak list

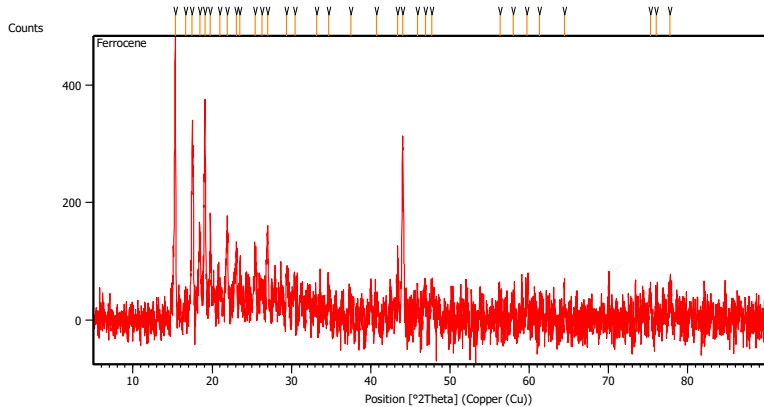
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	3.37560	26.382	100.0
2	1	0	0	2.13860	42.224	2.0
3	1	0	1	2.03900	44.393	6.0
4	1	0	2	1.80740	50.452	1.0
5	0	0	4	1.68110	54.544	4.0
6	1	0	3	1.54780	59.692	1.0
7	1	1	0	1.23410	77.244	3.0
8	1	1	2	1.16040	83.184	3.0
9	0	0	6	1.12080	86.830	1.0
10	2	0	1	1.05670	93.600	1.0

Stick Pattern



Lampiran 2 : Hasil uji XRD

a. Ferrocene

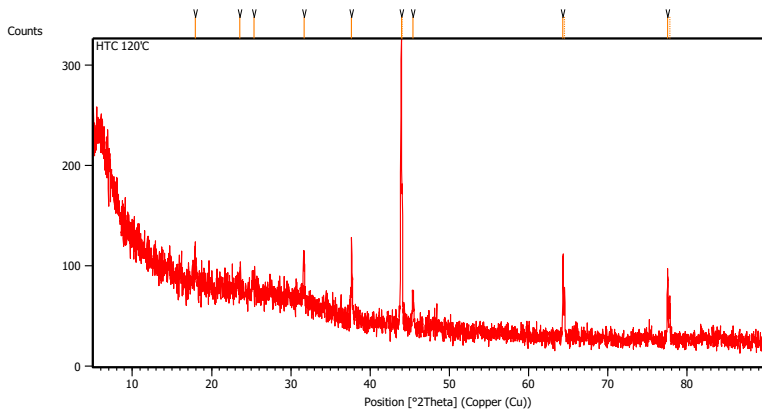


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
15.3596	486.78	0.1004	5.76891	100.00
16.6225	28.77	0.4015	5.33335	5.91
17.4668	290.80	0.2007	5.07740	59.74
18.4820	136.81	0.2007	4.80073	28.10
19.0813	363.52	0.0836	4.65127	74.68
19.7546	149.93	0.1338	4.49425	30.80
20.9711	54.08	0.4684	4.23621	11.11
21.9216	151.34	0.2007	4.05463	31.09
23.0683	119.33	0.1338	3.85561	24.51
23.5042	84.78	0.2007	3.78508	17.42
25.4574	94.51	0.2676	3.49894	19.42
26.3000	50.37	0.4684	3.38872	10.35
26.9804	146.27	0.2342	3.30479	30.05
29.3826	80.43	0.1673	3.03984	16.52
30.4225	53.54	0.4015	2.93826	11.00

33.1538	24.46	0.4684	2.70218	5.02
34.6914	39.42	0.2676	2.58586	8.10
37.4704	17.59	0.4015	2.40022	3.61
40.7621	19.89	0.2676	2.21367	4.08
43.3897	60.44	0.2676	2.08551	12.42
44.0258	311.44	0.0836	2.05685	63.98
45.9220	44.57	0.2007	1.97623	9.16
46.8906	48.71	0.3346	1.93764	10.01
47.6890	43.49	0.4015	1.90705	8.93
56.2889	27.35	0.3346	1.63439	5.62
57.9737	30.96	0.5353	1.59084	6.36
59.6906	28.64	0.4684	1.54912	5.88
61.2840	18.80	0.4684	1.51261	3.86
64.4441	50.53	0.5353	1.44586	10.38
75.2808	34.75	0.4015	1.26237	7.14
76.0007	34.25	0.2676	1.25220	7.04
77.7691	47.76	0.2676	1.22809	9.81

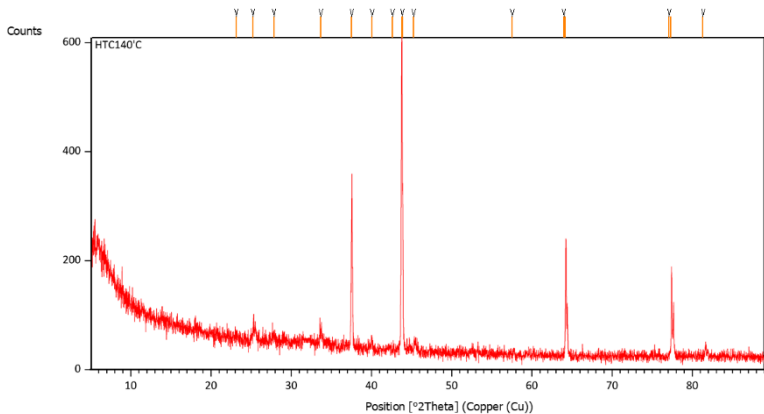
b. HTC 120°C



Peak List: (Bookmark 3)

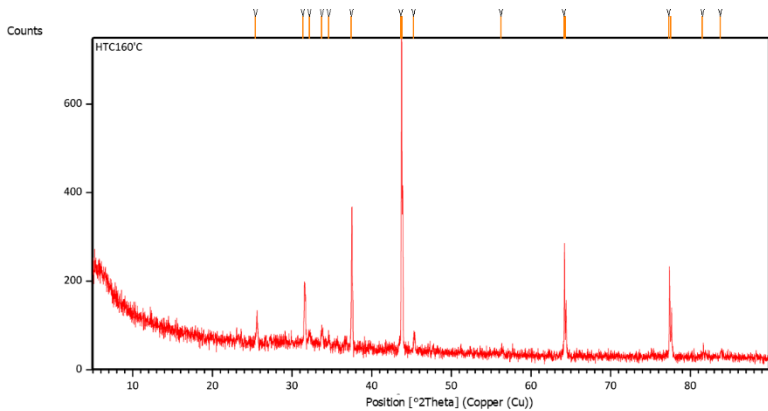
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
17.9656	25.44	0.1673	4.93753	8.89
23.5537	6.96	0.8029	3.77724	2.43
25.3152	8.56	0.8029	3.51826	2.99
31.6425	44.22	0.1338	2.82770	15.45
37.6615	82.16	0.0669	2.38848	28.70
43.9394	286.25	0.1428	2.05898	100.00
44.0653	127.57	0.0612	2.05849	44.56
45.3950	29.40	0.2040	1.99629	10.27
64.3237	82.93	0.1224	1.44708	28.97
64.5218	49.15	0.1020	1.44670	17.17
77.4968	53.72	0.1224	1.23070	18.77
77.7766	33.19	0.1224	1.23002	11.60

c. HTC 140 $^{\circ}\text{C}$



Peak List: (Bookmark 3)

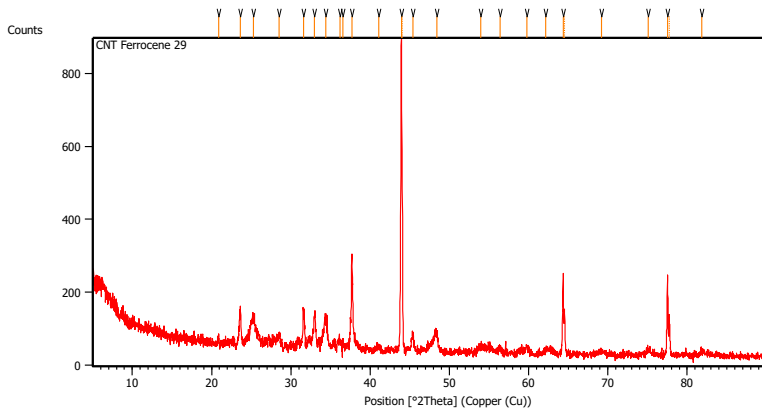
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
23.0713	6.99	0.6691	3.85511	1.22
25.1172	42.68	0.2007	3.54555	7.43
27.8212	10.92	0.5353	3.20679	1.90
33.6550	21.46	0.2676	2.66307	3.74
37.5441	293.70	0.0669	2.39568	51.15
40.0476	19.94	0.2676	2.25150	3.47
42.6879	10.66	0.2007	2.11816	1.86
43.7836	574.25	0.1224	2.06595	100.00
43.9203	270.44	0.0612	2.06495	47.09
45.4116	16.06	0.2448	1.99560	2.80
57.7709	10.51	0.2448	1.59462	1.83
64.2399	217.05	0.0816	1.44876	37.80
64.4164	95.00	0.0816	1.44881	16.54
77.4269	153.40	0.1428	1.23164	26.71
77.6577	92.27	0.0612	1.23161	16.07
81.6643	19.97	0.1224	1.17811	3.48

d. HTC 160 $^{\circ}\text{C}$ 

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4485	83.87	0.1004	3.50014	11.80
31.5659	145.22	0.1004	2.83439	20.43
32.1775	28.77	0.2676	2.78190	4.05
33.7779	35.12	0.2007	2.65367	4.94
34.6006	23.40	0.1673	2.59243	3.29
37.5022	322.74	0.1004	2.39825	45.40
43.7550	710.87	0.0816	2.06723	100.00
43.8915	349.66	0.0612	2.06624	49.19
45.3348	35.99	0.2448	1.99880	5.06
56.3565	11.44	0.4080	1.63124	1.61
64.2081	232.85	0.1020	1.44941	32.76
64.3959	120.64	0.1020	1.44922	16.97
77.4067	196.77	0.0816	1.23191	27.68
77.6504	107.62	0.0816	1.23170	15.14
81.6533	21.84	0.1632	1.17824	3.07
83.8421	10.82	0.4896	1.15296	1.52

e. HTC 180°C

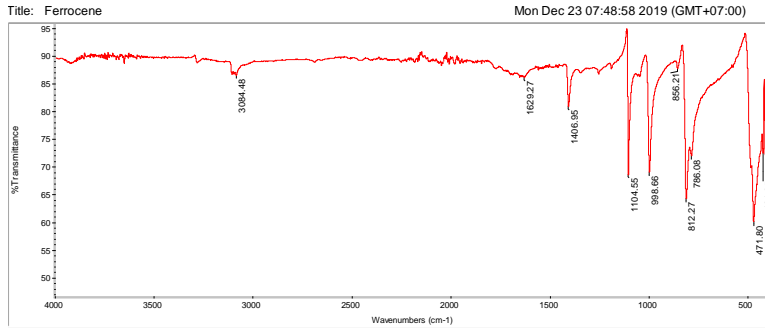


 Peak List: (Bookmark 3)

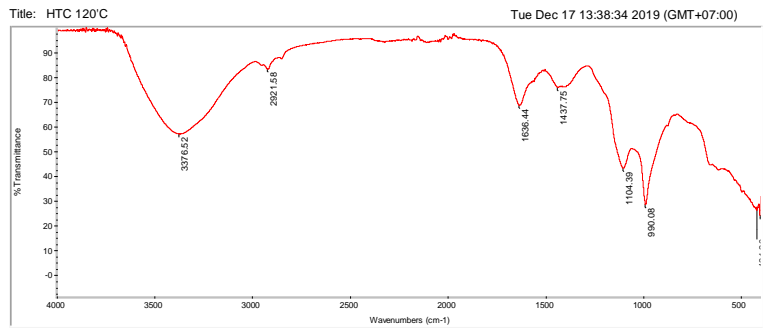
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.9125	18.25	0.1338	4.24794	2.12
23.6236	92.06	0.2007	3.76622	10.71
25.2920	64.24	0.5353	3.52145	7.48
28.5411	24.30	0.4015	3.12752	2.83
31.6032	99.87	0.2007	2.83113	11.62
32.9907	77.87	0.1673	2.71517	9.06
34.3717	77.00	0.3346	2.60917	8.96
36.2121	17.66	0.3346	2.48068	2.05
36.5629	16.28	0.0669	2.45768	1.90
37.6833	253.44	0.0836	2.38714	29.50
41.1235	8.98	0.5353	2.19505	1.05
43.9369	859.22	0.1224	2.05909	100.00
44.0650	414.42	0.0612	2.05851	48.23
45.3965	48.85	0.1632	1.99623	5.69
48.4363	51.23	0.3264	1.87781	5.96
53.9399	15.53	0.9792	1.69848	1.81
56.3676	10.34	0.4896	1.63095	1.20
59.7564	22.74	0.4896	1.54630	2.65
62.1605	13.18	0.8160	1.49214	1.53
64.3512	224.00	0.0816	1.44653	26.07
64.5108	122.65	0.1020	1.44692	14.27
69.2011	8.16	0.9792	1.35651	0.95
75.1008	14.08	0.4896	1.26391	1.64
77.5006	213.90	0.1428	1.23065	24.89
77.7266	110.69	0.1224	1.23069	12.88
81.8553	14.00	0.3264	1.17584	1.63

Lampiran 3 : Hasil uji FTIR

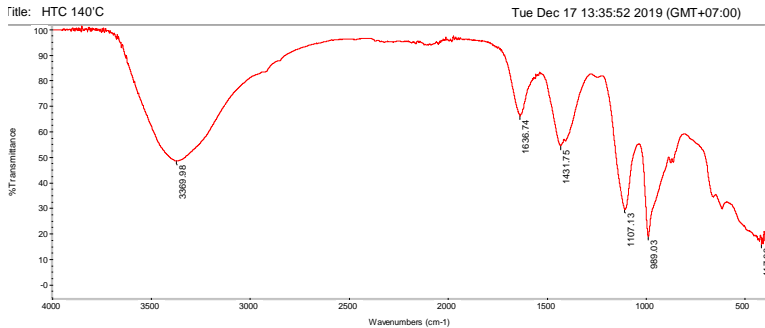
a. Ferrocene

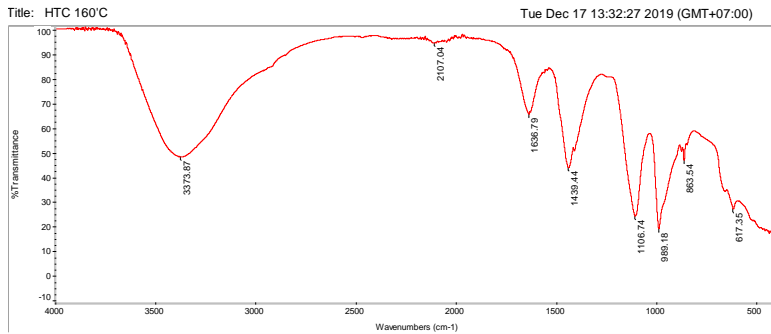
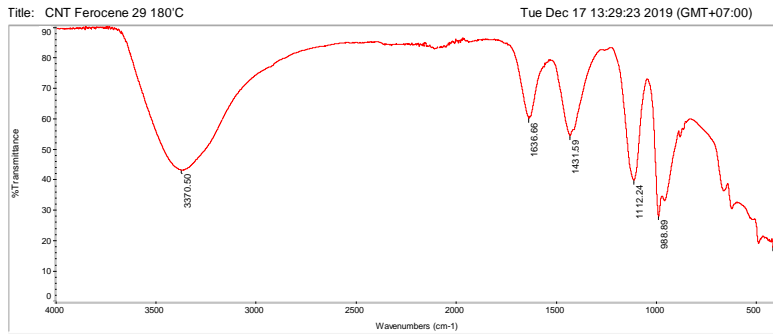


b. HTC 120°C



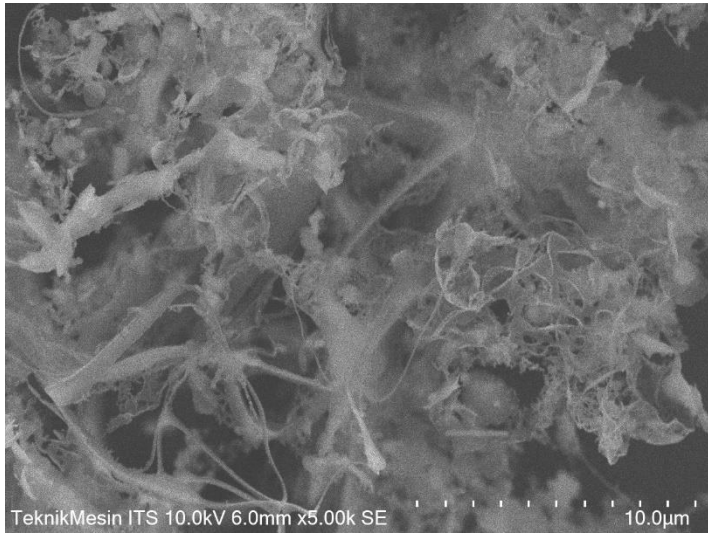
c. HTC 140°C



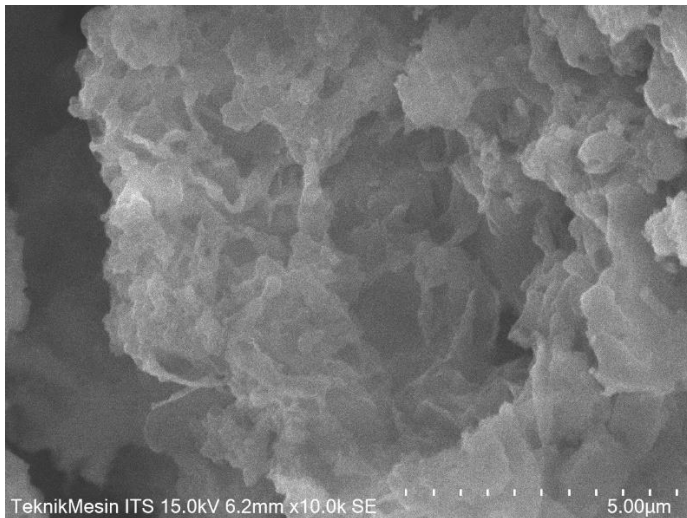
d. HTC 160°C**e. HTC 180°C**

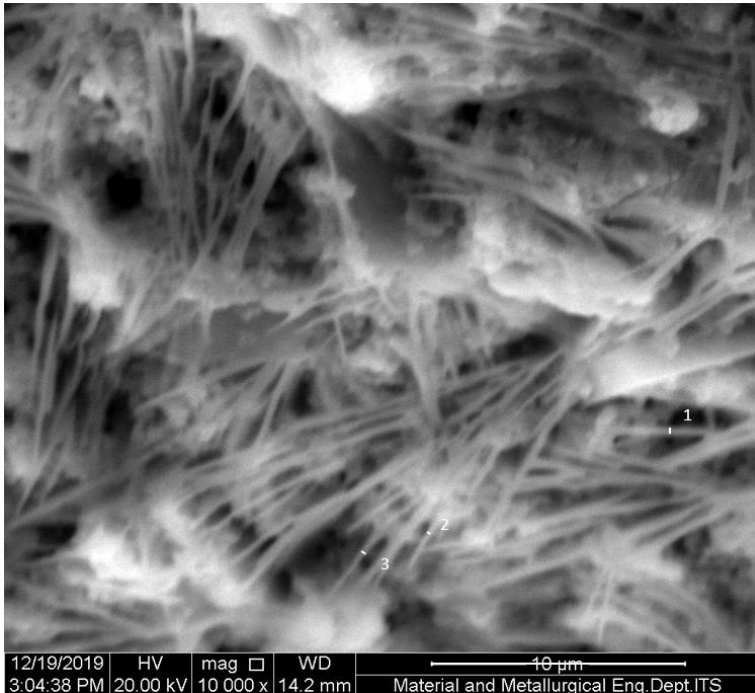
Lampiran 4 : Hasil uji SEM

a. Ferrocene



b. HTC 120°C



c. HTC 140°C


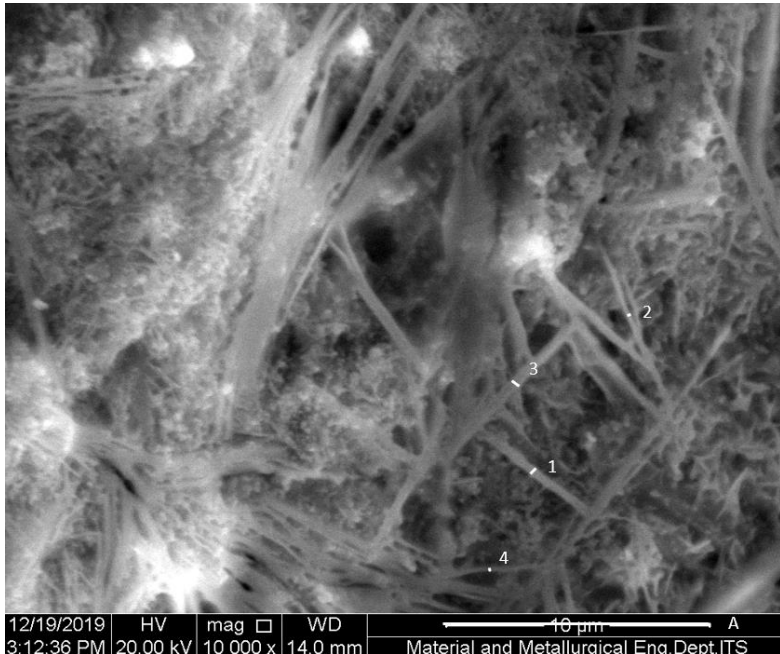
$$A = 5,57$$

$$1. 0,14, 0,14/5,57 \times 10 \text{ mikro meter} = 251 \text{ nm}$$

$$2. 0,07, 0,08 / 5,57 \times 10 \text{ mikro meter} = 125 \text{ nm}$$

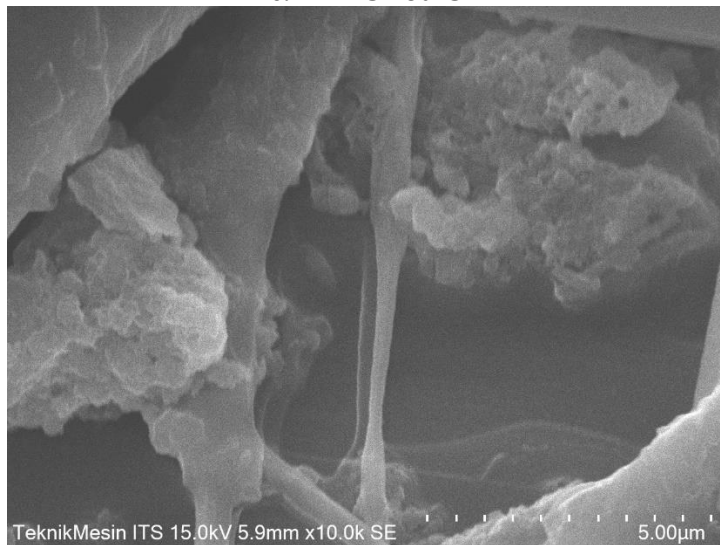
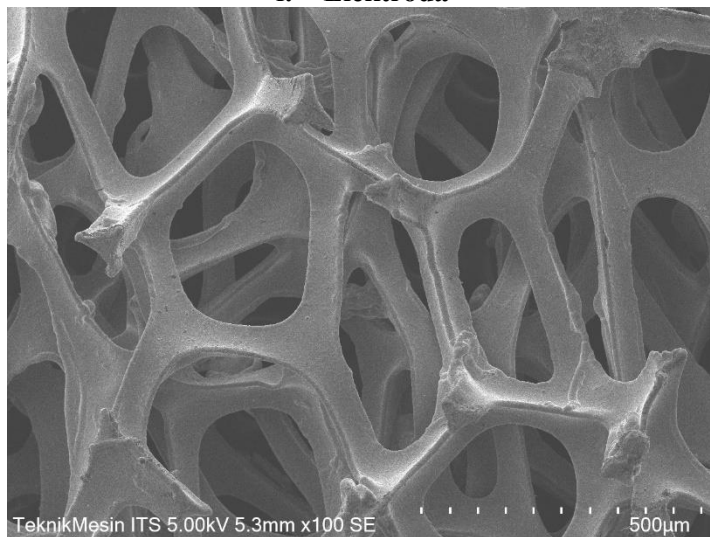
$$3. 0,1, 0,16/5,57 \times 10 \text{ mikro meter} = 179 \text{ nm}$$

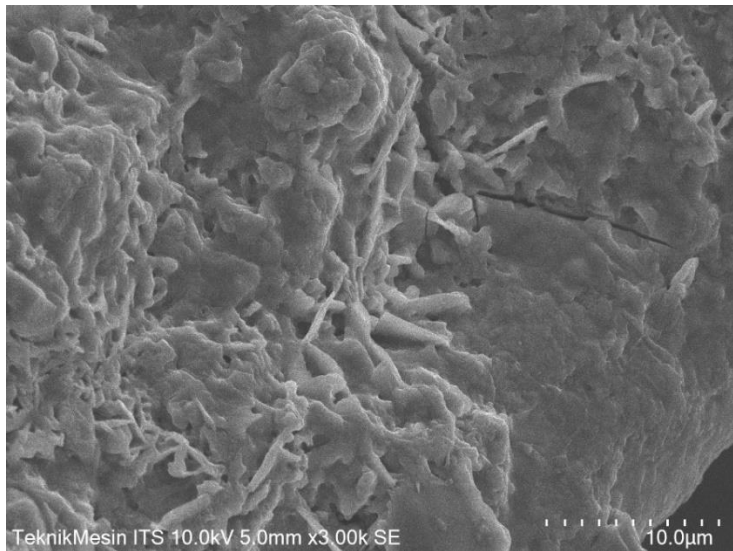
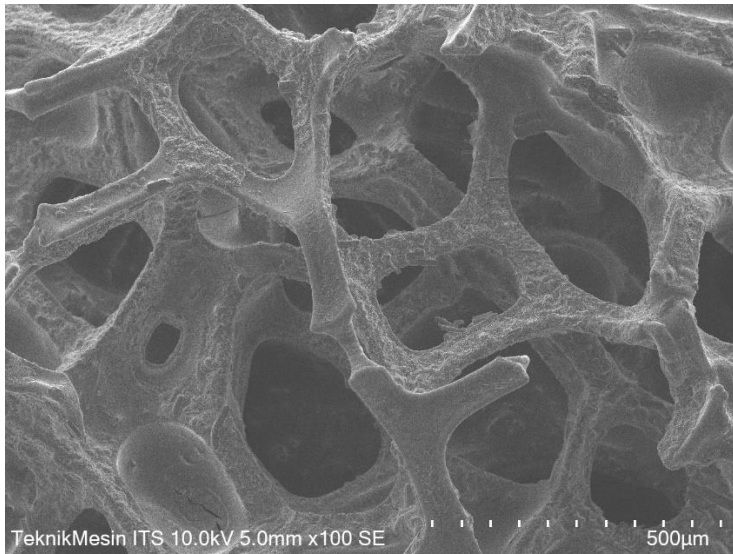
d. HTC 160°C

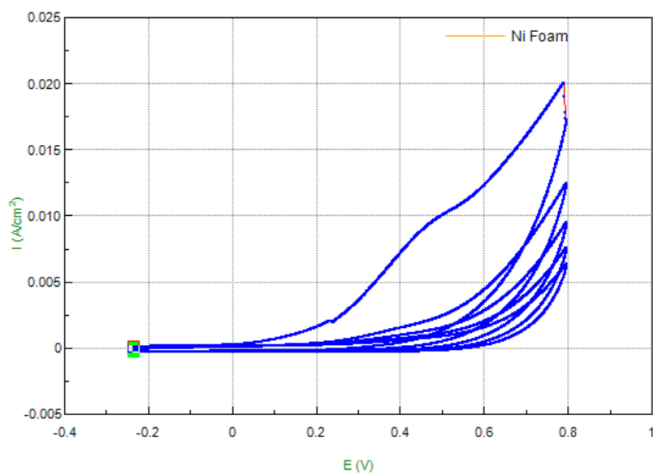
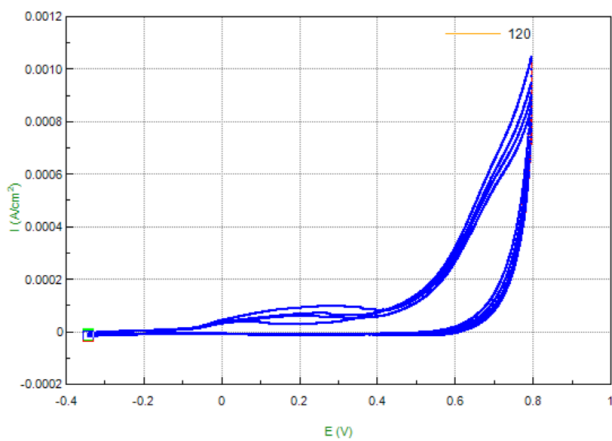


A = 5,59

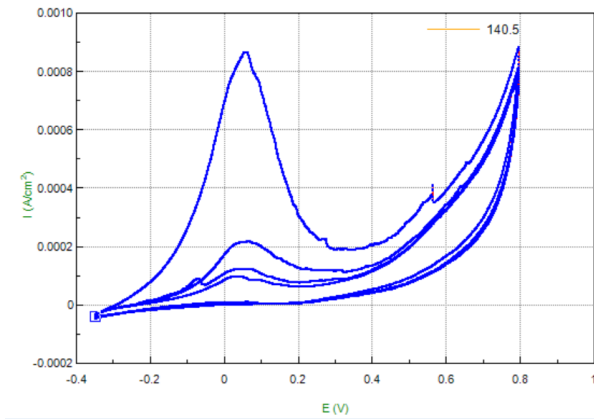
1. $0,12, 0,12/5,59 \times 10$ mikro meter = 215 nm
2. $0,08, 0,08 /5,59 \times 10$ mikro meter = 143 nm
3. $0,16, 0,16/5,59 \times 10$ mikro meter = 286 nm
4. $0,01, 0,01/5,59 \times 10$ mikro meter = 17,88 nm

e. HTC 180°C**f. Elektroda**

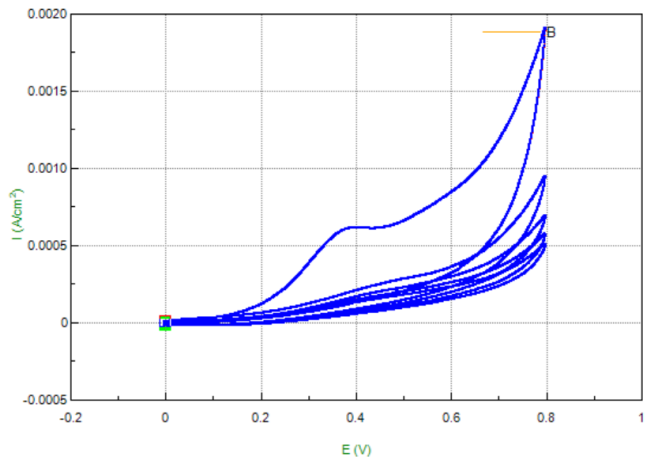


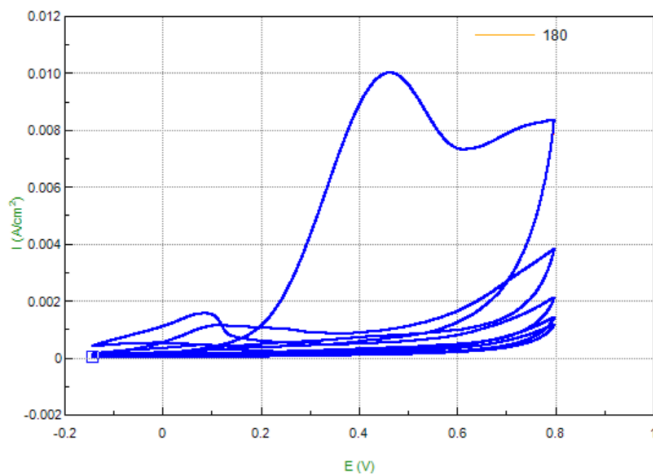
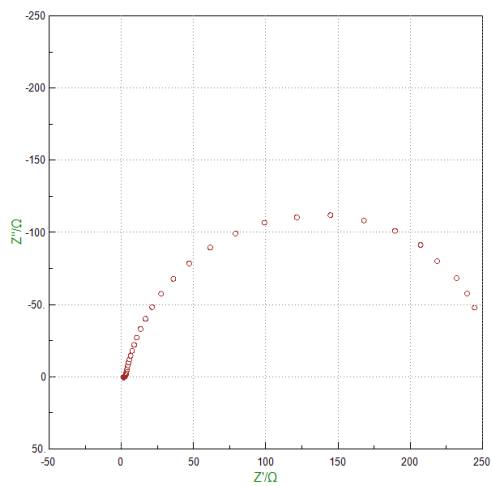
Lampiran 5 : Hasil uji CV**a. Nickel Foam****b. HTC 120°C**

c. HTC 140°C



d. HTC 160°C



e. HTC 180°C**Lampiran 6 : Hasil uji EIS****a. HTC 180°C**

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis sehingga Tugas Akhir dan studi dapat di selesaikan. Oleh sebab itu, ijinkan penulis mengucapkan untaian terima kasih kepada :

1. Ibu, Bapak dan seluruh keluarga tercinta atas segala doa, dukungan berupa moril dan materiil yang telah diberikan selama ini.
2. Seluruh Dosen Departemen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
3. Seluruh Karyawan Departemen Teknik Material.
4. Seluruh teman saya MT18 yang saya banggakan.
5. Departemen Kesejahteraan Mahasiswa HMMT FTI – ITS 17/18 KONSEN yang banyak memberikan banyak pelajaran dalam dunia perkuliahan.
6. Departemen Kesejahteraan Mahasiswa HMMT FTI – ITS 18/19 RAPI yang saya cintai dan banggakan.
7. Serta seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis lahir di Magetan, 12 Februari 1998 dengan orang tua bernama Gatot Mudjianto dan Rr. Bintiaturun. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Hobi penulis adalah bermain futsal. Penulis pernah menuntut ilmu di TK Aisyah 1 Magetan (2002 – 2004), SD Negeri Magetan 3 (2004 – 2010), SMP Negeri 1 Magetan (2010 – 2013), SMA Negeri 1 Magetan (2013 – 2016) dan Perguruan Tinggi di Departemen Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya (2016 – Sekarang). Selama perkuliahan penulis aktif dalam kegiatan kemahasiswaan di Departemen Kesejahteraan Mahasiswa HMMT FTI – ITS sebagai staff pada kepengurusan 2017/2018 dan Kepala Biro Finansial pada kepengurusan 2018/2019. Penulis juga aktif sebagai Asisten Laboratorium Kimia Material 2017 – 2019. Penulis juga memiliki pengalaman industri dalam melaksanakan kerja praktik di Departemen *Central Maintenance* PT. Vale Indonesia Tbk. Sorowako, Sulawesi Selatan. Saat ini, penulis tinggal di Jalan Basuki Rahmat No. 18 B Magetan, Jawa Timur. Penulis bisa dihubungi melalui email wardhana.restu47@gmail.com atau nomor *handphone* 089681267188.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)