

Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Sifat Kapasitif Kapasitor Elektrokimia Tungsten Trioksida (WO_3) Hasil Sintesa Sol Gel

Augus Tino Tri Widyantoro dan Diah Susanti
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Kampus ITS, Keputih, Surabaya 60111
E-mail: santiche@mat-eng.its.ac.id

Abstrak—Kapasitor elektrokimia mampu menjembatani kinerja kritis antara kapasitor konvensional dan baterai. Densitas energi kapasitor elektrokimia ratusan kali lebih besar daripada kapasitor konvensional sedangkan densitas dayanya ribuan kali lebih besar daripada baterai. Penelitian ini bertujuan untuk mempersiapkan material WO_3 sebagai kapasitor elektrokimia. Material tungsten trioksida (WO_3) dapat disintesa dari tungsten(VI) heksaklorida (WCl_6) dengan metode sol-gel dan kalsinasi. WO_3 hasil sintesa tersebut dilapiskan pada substrat grafit kemudian dikalsinasi dengan variasi temperatur 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C selama waktu tahan 1 jam. Dari hasil uji XRD diketahui struktur kristal WO_3 temperatur kalsinasi 300°C adalah orthorombik sedangkan WO_3 temperatur kalsinasi 400°C, 500°C dan 600°C adalah monoklinik. Dari hasil uji SEM didapatkan ukuran partikel yang semakin besar seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji BET didapatkan luas permukaan aktif WO_3 yang semakin kecil seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji CV dihasilkan nilai kapasitif terbesar terdapat pada WO_3 temperatur kalsinasi 300°C scan rate 2 mV/s yaitu sebesar 5991 mF/gr. Hal ini diperkuat dari hasil uji EIS yang menunjukkan bahwa WO_3 temperatur kalsinasi 300°C memiliki nilai impedansi paling kecil sehingga sifat kapasitifnya paling baik.

Kata Kunci—Kapasitor Elektrokimia, Tungsten Trioksida (WO_3), Sol-gel, Kalsinasi, Cyclic Voltametri (CV), electrochemical impedance spectroscopy (EIS).

I. PENDAHULUAN

Dari tahun ke tahun kebutuhan energi listrik terus meningkat. Energi listrik menjadi kebutuhan pokok manusia di segala sektor, baik dalam sektor industri, telekomunikasi maupun transportasi. Namun di tengah harga bahan bakar minyak yang terus melonjak, tarif listrik pun semakin tinggi. Oleh karena itu harus dilakukan penghematan energi listrik, salah satunya dengan menggunakan alat-alat elektronik yang efisien dan hemat energi.

Baterai dan kapasitor adalah alat penyimpan energi listrik yang biasanya digunakan pada peralatan elektronika seperti laptop, kamera, ponsel dan mainan anak-anak. Namun ada beberapa kelemahan pada kedua alat penyimpan energi tersebut. Baterai memiliki densitas energi yang tinggi namun densitas dayanya rendah. Sebaliknya, kapasitor memiliki densitas daya yang tinggi namun densitas energinya rendah.

Hal tersebut telah mendorong para ilmuwan dan ahli teknologi untuk mengembangkan superkapasitor (kapasitor elektrokimia) yang dapat mengatasi perbedaan kinerja kritis antara baterai dan kapasitor. Keunggulan Kapasitor elektrokimia adalah densitas daya yang lebih tinggi daripada

baterai dan densitas energi yang ribuan kali lebih tinggi daripada kapasitor konvensional [1].

Berdasarkan mekanisme penyimpanan muatan, kapasitor elektrokimia dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu *electric double layer capacitor* (EDLC) dari material karbon aktif dan *pseudocapacitor* dari metal oksida. RuOx sebagai material *pseudocapacitor* mampu memiliki kapasitansi hingga 768 F/gr. Namun, kemampuan *discharge* powernya rendah dan biaya pembuatannya relatif mahal [2].

Sifat kapasitif suatu kapasitor dipengaruhi oleh struktur materialnya. Sedangkan struktur material tergantung pada beberapa hal, antara lain: metode sintesa yang digunakan, temperatur, tekanan operasi, bahan baku (prekursor) dan substrat yang digunakan. Oleh karena itu diperlukan suatu material yang mampu direkayasa menjadi kapasitor elektrokimia yang dapat menyimpan energi listrik secara optimal dalam waktu singkat [3].

Tungsten trioksida (WO_3) dikenal sebagai material semikonduktor yang dapat diaplikasikan sebagai material sensor gas, alat elektrokromik, fotokatalis, dan alat penyimpan memori [4]. Selain itu beberapa riset ilmiah menunjukkan bahwa material WO_3 memiliki kemampuan untuk menyimpan energi listrik dikarenakan memiliki bilangan oksidasi lebih dari satu dan luas permukaan aktif yang relatif besar. Namun masih sedikit penelitian tentang material WO_3 yang diaplikasikan sebagai kapasitor elektrokimia.

II. METODOLOGI PENELITIAN

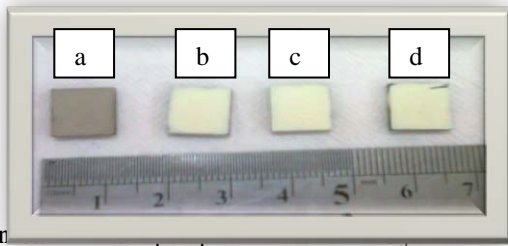
Proses pembuatan WO_3 untuk material kapasitor elektrokimia diawali dengan dilarutkannya 7 gram tungsten (VI) heksaklorida dengan 100ml ethanol (C_2H_5OH) 96%, sehingga terbentuk larutan berwarna kuning dan kemudian menjadi biru saat penambahan 10ml ammonium hidroksida (NH_4OH) 0.5M. Larutan kemudian diaduk menggunakan *hot-plate stirrer* dengan kecepatan konstan selama 24 jam pada temperatur es.

Selama pengadukan, terjadi proses pembentukan prekursor dengan ikatan alkil sebagai penyusunnya. Unsur logam yang telah berikatan dengan alkohol dan membentuk ikatan alkil inilah yang akan menjadi prekursor dalam pembentukan material WO_3 . Endapan kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kandungan Cl^- yang masih terdapat pada larutan. Pencucian tersebut dilakukan sampai tidak ada endapan putih $AgCl$ ketika dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0.5M. Larutan kemudian di-*centrifuge* selama 1 jam pada

kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan larutan dengan endapan. Endapan kemudian dipeptisasi menggunakan 5 tetes ammonium hidroksida (NH_4OH) 0.5M dan 50 μL surfaktan (Triton X-100). Penambahan NH_4OH bertujuan untuk mendispersi kembali endapan dan memperkecil ukuran partikel, sedangkan penambahan surfaktan bertujuan untuk menurunkan tegangan permukaan.

Setelah terbentuk gel WO_3 , sebagian gel langsung dikalsinasi dengan temperatur 300°C, 400°C, 500°C, 600°C selama waktu tahanan 1 jam untuk dilakukan uji BET. Sebagian gel lainnya dilapiskan di atas permukaan substrat grafit yang memiliki luas penampang 1 cm^2 . Cara melapiskannya yaitu dengan meletakkan grafit diatas *spin coater* kemudian ditetesi gel WO_3 secara menyeluruh lalu diputar dengan kecepatan 2000 rpm selama 2 menit.

Substrat grafit yang telah terlapi gel WO_3 lalu dimasukkan kedalam *furnace muffle* untuk dikalsinasi dengan variasi temperatur 300°C, 400°C, 500°C, 600°C dengan waktu tahanan selama 1 jam. Gambar 1 berikut menunjukkan sampel WO_3 yang dilapiskan pada substrat grafit setelah proses kalsinasi.



Gambar 1 Substrat grafit setelah proses kalsinasi dengan variasi temperatur : (a) 300°C (b) 400°C (c) 500°C dan (d) 600°C

Gambar diatas menunjukkan bahwa pemberian variasi temperatur kalsinasi selama 1 jam memiliki pengaruh terhadap perubahan warna lapisan WO_3 . WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C berwarna coklat sedangkan pada temperatur kalsinasi 400°C, 500°C dan 600°C berwarna kuning. Dengan demikian semakin tinggi temperatur kalsinasi, maka semakin terang warna lapisan WO_3 pada substrat. Perbedaan warna ini disebabkan adanya perubahan struktur kristal dari orthorombik menjadi monoklinik.

Untuk mengetahui lebih lanjut tentang sifat kapasitor elektrokimia dari material WO_3 , maka diperlukan adanya analisa mengenai akibat perbedaan pemberian variasi temperatur kalsinasi. Uji XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Uji SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan bentuk partikel. Sedangkan uji BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dari partikel WO_3 yang terbentuk.

Setelah dikarakterisasi dengan berbagai pengujian langkah selanjutnya dibuat chip kapasitor untuk uji CV dan EIS. Uji CV digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari kapasitor elektrokimia WO_3 sedangkan EIS digunakan untuk mengetahui fenomena impedansi yang terjadi ketika proses penyimpanan muatan [5].

Sampel dihubungkan pada kawat tembaga dengan direkatkan menggunakan lem epoksi. Lalu dilapisi lem silikon untuk mengisolasi bagian-bagian yang tidak boleh terekspos

sehingga hanya lapisan WO_3 yang bertindak sebagai elektroda kerja. Kapasitor siap uji dapat dilihat pada gambar 2 dibawah ini.

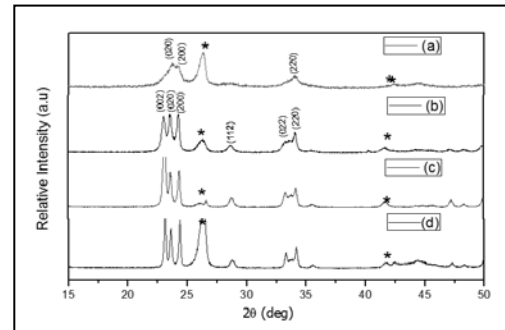


Gambar 2 Sampel WO_3 untuk pengujian CV dan EIS

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis XRD

Grafik hasil pengujian XRD digunakan untuk menganalisa tahapan perubahan struktur kristal setelah mengalami proses kalsinasi. Grafik tersebut menunjukkan efek temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal WO_3 . Grafik XRD dicocokkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*) yang berisi data struktur kristal berbagai jenis material.



Gambar 3 Pola XRD dari WO_3 setelah proses kalsinasi pada temperatur: (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C, dan (d) 600°C

Gambar 3(a) diatas menunjukkan pola XRD dari WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C dengan puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan struktur WO_3 orthorombik. Puncak-puncak yang tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 23.485^\circ, 24.229^\circ, \text{ dan } 33.996^\circ$ (kartu JCPDS no. 71-0131) yang menunjukkan bidang (020), (200) dan (220).

Sedangkan gambar 3(b), 3(c) dan 3(d) menunjukkan pola XRD dari WO_3 pada temperatur kalsinasi 400°C, 500°C dan 600°C dengan puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan struktur WO_3 monoklinik. Puncak-puncak yang tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 23.117^\circ, 23.583^\circ, \text{ dan } 24.367^\circ$ (JCPDS card no. 83-0950) yang menunjukkan bidang (002), (020) dan (200).

Pada keempat grafik diatas juga muncul puncak-puncak yang tinggi pada sudut $2\theta = 26,661^\circ \text{ dan } 77.697^\circ$ (JCPDS card no. 75-2078) yang merupakan pola difraksi dari substrat grafit dengan bidang (111) dan (110).

Grafik WO_3 temperatur kalsinasi 300 °C nampak memiliki puncak yang lebih lebar dengan intensitas yang lebih rendah daripada grafik WO_3 temperatur 400°C , 500 °C dan 600 °C. Hal ini menunjukkan bahwa struktur WO_3 Pada temperatur kalsinasi 300 °C masih bersifat semikristalin. Hal ini

disebabkan WO_3 temperatur kalsinasi $300\text{ }^\circ\text{C}$ masih mengandung air kristal.

Ukuran kristal dari hasil pengujian XRD dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer. Didapatkan ukuran kristal seperti yang disajikan pada tabel 1 di bawah ini yang menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran kristal WO_3 yang diperoleh.

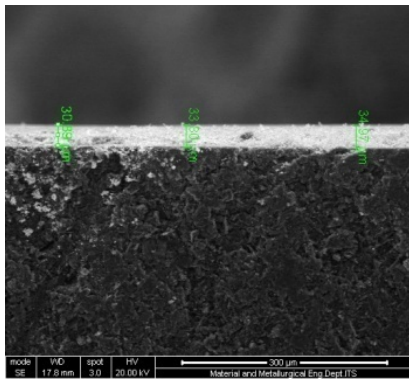
Tabel 1 Ukuran kristal WO_3 variasi temperatur kalsinasi

T ($^\circ\text{C}$)	$\lambda(\text{\AA})$	B(rad)	$\theta(^\circ)$	Cos θ	D (\AA)
300	1.54056	0.00467	11.91855	0.978	303.4374
400	1.54056	0.004087	11.7734	0.978	346.5378
500	1.54056	0.003211	17.06495	0.955	451.6846
600	1.54056	0.002628	11.565	0.979	538.5222

Temperatur kalsinasi menyebabkan terjadinya perubahan struktur kristal dari orthorombik pada temperatur 300°C menjadi monoklinik pada temperatur 400°C . Hal ini dikarenakan adanya penghilangan struktur air $WO_3 \cdot H_2O$ pada sampel dan terjadi transformasi fase dari $WO_3 \cdot H_2O$ menjadi WO_3 . Selain itu kalsinasi memperbesar volume kristal sehingga semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran kristal WO_3 [6].

3.2 Analisis SEM

Uji SEM digunakan untuk meneliti morfologi permukaan suatu material. Gambar 4 berikut adalah hasil foto SEM *cross section* tungsten trioksida pada temperatur kalsinasi 400°C dengan perbesaran 500x yang menunjukkan bahwa ketebalan lapisan WO_3 (warna putih) pada substrat grafit (warna hitam) adalah sebesar $30.89 - 34.97\text{ }\mu\text{m}$.

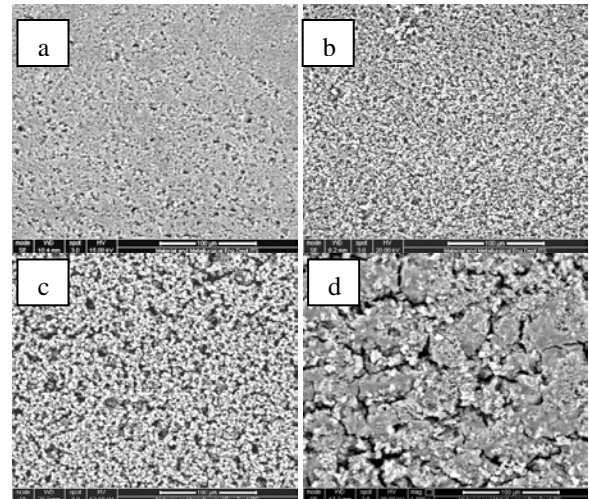


Gambar 4 Hasil Foto SEM cross section lapisan WO_3 diatas substrat grafit temperatur kalsinasi $400\text{ }^\circ\text{C}$ dengan 500x

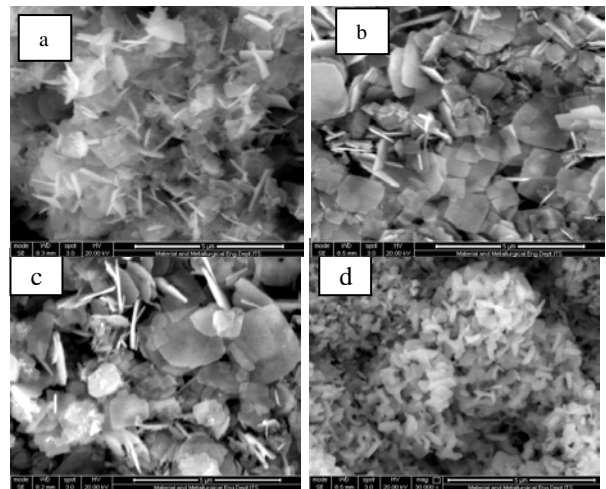
Gambar 5 dibawah ini menunjukkan bahwa WO_3 temperatur kalsinasi 300°C , 400°C dan 500°C memiliki persebaran butir yang lebih merata. Sedangkan WO_3 temperatur kalsinasi 600°C memiliki persebaran butir yang tidak merata dan terjadi penggumpalan. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, kekasaran butir semakin meningkat.

Sedangkan gambar 6 menunjukkan bahwa butir WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C berbentuk serpih tipis dan kecil. Butir WO_3 pada temperatur kalsinasi 400°C dan 500°C berbentuk pipih segi empat hingga segi tak beraturan. Sedangkan pada temperatur kalsinasi 600°C butir WO_3

nampak terjadi penggumpalan dengan ukuran butir yang lebih kecil



Gambar 5 Hasil Foto SEM perbesaran 1.000x dari material WO_3 setelah temperatur kalsinasi (a) $300\text{ }^\circ\text{C}$, (b) $400\text{ }^\circ\text{C}$, (c) $500\text{ }^\circ\text{C}$, dan (d) $600\text{ }^\circ\text{C}$



Gambar 6 Hasil Foto SEM perbesaran 30.000x dari material WO_3 setelah temperatur kalsinasi (a) $300\text{ }^\circ\text{C}$, (b) $400\text{ }^\circ\text{C}$, (c) $500\text{ }^\circ\text{C}$ dan (d) $600\text{ }^\circ\text{C}$

Tabel 2 berikut ini menunjukkan ukuran butir sampel WO_3 hasil variasi temperatur kalsinasi. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, maka semakin besar ukuran butir WO_3 , kecuali ukuran butir pada temperatur kalsinasi 600°C yang semakin kecil karena terjadi penggumpalan.

Tabel 2 Ukuran butir WO_3 Variasi Temperatur Kalsinasi

No	Temperatur Kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	Ukuran
1	300	1.237-1.643
2	400	1.272-2.079
3	500	1.334-2.121
4	600	448.5-850.5

Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran dan kekasaran butir. Perubahan bentuk dan ukuran butir hasil kalsinasi disebabkan oleh transformasi fase, pembentukan kembali butir dan pertumbuhan kristal [6].

3.3 Analisa BET

Pengujian BET dilakukan menggunakan alat Quantachrome autosorb iQ. Hasil pengujian yang diperoleh adalah luas permukaan dari serbuk WO₃ berdasarkan jumlah gas nitrogen yang dapat diserap (dalam satuan m²/gr).

Tabel 3 merupakan luas permukaan aktif material WO₃ pada variasi temperatur kalsinasi 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C hasil pengujian BET.

Tabel 3 Luas permukaan aktif material WO₃

Temperatur kalsinasi	300°C	400°C	500°C	600°C
Luas permukaan aktif (m ² /g)	21,03	6,45	6,00	5,90

Tabel 3 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin kecil luas permukaan aktif dari serbuk WO₃. Hal ini dikarenakan WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C masih mengandung hidrat yang mempengaruhi morfologi dan luas permukaannya.

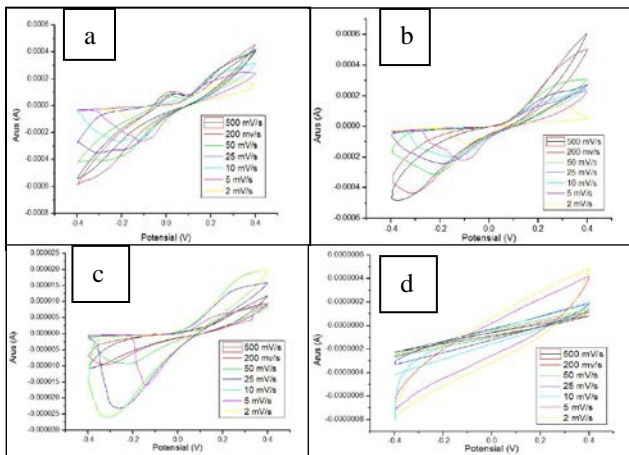
Hasil uji BET menunjukkan perbedaan pengaruh perlakuan pemanasan terhadap WO₃. Peningkatan temperatur pemanasan akan menyebabkan luas permukaannya semakin kecil, begitu juga dengan penurunan temperatur pemanasan akan menyebabkan luas permukaannya semakin besar dikarenakan sampel masih mengandung kristal air sehingga menambah luas permukaan aktifnya [7]

Temperatur kalsinasi dapat mempengaruhi struktur pori dan luas permukaan sampel. Penambahan temperatur kalsinasi menyebabkan pembentukan mesopores yang lebih banyak dan meningkatkan volume pori sehingga luas permukaan relatif semakin kecil [6].

3.4 Analisis Cyclic Voltametry (CV)

Pengujian CV bertujuan untuk mengetahui nilai kapasitansi elektrokimia dari lapisan tipis WO₃ yang diaplikasikan pada kapasitor elektrokimia. Pengujian CV menggunakan alat potensiostat VersaStat 4. Data-data yang diperoleh dari pengujian CV berupa kurva arus(A)-Potential (V).

Gambar 7 di bawah ini adalah hasil uji CV dari kapasitor elektrokimia WO₃ pada temperatur kalsinasi 300 °C, 400 °C, 500 °C dan 600 °C. Setiap sampel diberi variasi *scan rate* 2 mV/s, 5 mV/s, 10 mV/s, 25 mV/s, 50 mV/s, 200mV/s dan 500 mV/s.



Gambar 7 Hasil Cyclic Voltammetry kapasitor elektrokimia WO₃ pada temperatur kalsinasi (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 600

Kapasitansi dapat dihitung dari data hasil pengujian cyclic voltametry berupa kurva arus (A)-potensial (volt), Sehingga diperoleh nilai kapasitansi kapasitor elektrokimia WO₃ di setiap variasi temperatur kalsinasi dan variasi *scan rate* seperti yang disajikan pada Tabel 4.5 berikut.

Tabel 4 Kapasitansi Kapasitor Elektrokimia WO₃ (mF/gr)

Scan rate (mV/s)	Kapasitansi (mF/gr)			
	300 °C	400 °C	500 °C	600 °C
500	28	37	0.95	0.01
200	98	122	2.89	0.03
50	444	462	14	0.16
25	1134	744	64	0.56
10	2385	1477	186	1.60
5	3816	2892	151	8.24
2	5991	3460	936	28.04

WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C *scan rate* 2 mV/s memiliki kapasitansi paling tinggi yaitu sebesar 5991 mF/gr, sedangkan WO₃ pada temperatur kalsinasi 600°C *scan rate* 500 mV/s memiliki kapasitansi paling kecil yaitu sebesar 0.01 mF/gr

Pada temperatur yang sama, semakin kecil *scan rate* semakin besar nilai kapasitansinya. Hal ini terjadi karena pada *scan rate* yang rendah, proton dan elektron mempunyai cukup waktu untuk menyisip pada daerah yang sulit dijangkau misalnya pada pori-pori kecil a thin film WO₃, dan sebagainya. Muatan yang tersimpan dan yang diberikan semakin besar sehingga nilai kapasitansi semakin besar [8].

WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C memiliki kemampuan yang paling baik untuk menjadi material kapasitor elektrokimia. Hal ini dikarenakan WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C memiliki struktur kristal orthorombik yang cenderung lebih stabil, masih mengandung air kristal, morfologi permukaan yang lebih halus, dan luas permukaan aktif yang paling tinggi sehingga semakin besar kemungkinan terjadi transfer muatan pada permukaan WO₃.

3.5 Analisis Electrochemical Impedance Spectroscopy

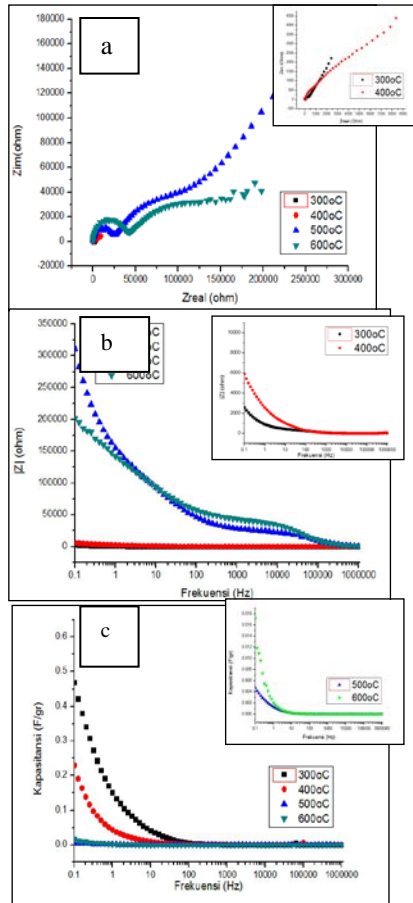
Pengujian EIS bertujuan untuk menganalisa lebih lanjut sifat kapasitif dari suatu material. Sama halnya dengan uji CV, pengujian EIS juga menggunakan alat potensiostat VersaStat 4. Dari hasil pengujian ini didapatkan data utama berupa plot nyquist, plot bode |Z| dan plot bode |C|.

3.5.1 Hasil EIS dari WO₃ variasi temperatur kalsinasi 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C

Gambar 9(a) berikut adalah plot nyquist dari WO₃ variasi temperatur kalsinasi 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C. Plot nyquist menjelaskan hubungan antara impedansi real (Zreal) dan impedansi imajiner (Zim) pada frekuensi tertentu dimana impedansi real diletakkan pada sumbu-x dan impedansi

imaginer pada sumbu y. Semakin tegak grafik yang dihasilkan maka semakin baik sifat kapasitif yang diperoleh [9].

Gambar 8(a) menunjukkan bahwa WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC (inset) memiliki grafik yang lebih tegak dibandingkan grafik temperatur kalsinasi 400^oC, 500^oC dan 600^oC. Hal ini menandakan bahwa kapasitor elektrokimia WO₃ pada temperatur kalsinasi 300^oC memiliki sifat kapasitif yang paling tinggi.



Gambar 8 Hasil uji EIS berupa (a) plot nyquist (b) plot bode |Z| dan (c) plot bode kapastansi dari WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC, 400^oC, 500^oC dan 600^oC

Dari plot bode IZI gambar 8(b), dapat diketahui bahwa semakin tinggi frekuensi yang diaplikasikan, maka impedansi semakin kecil. Hal ini dikarenakan pada frekuensi tinggi, arus dapat mengalir dengan cepat tanpa terhalang oleh hambatan pada material. Dari plot bode IZI juga dapat diketahui WO₃ pada temperatur kalsinasi 300^oC memiliki impedansi paling kecil dibandingkan yang lainnya sehingga nilai kapasitifnya paling besar.

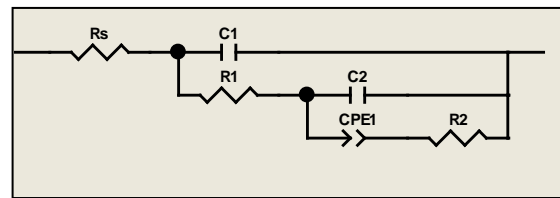
Gambar 8(c) diatas menunjukkan plot bode kapasitansi yang merupakan grafik frekuensi terhadap kapasitansi dari WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC, 400^oC, 500^oC dan 600^oC potensial DC 0 volt. Nilai kapasitansi dihitung dari harga impedansi imajiner (Zim) dengan menggunakan persamaan $C = (2\pi f Z'')^{-1}$ [9].

Dari gambar 10(c) terlihat jelas bahwa pada frekuensi rendah, WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC memiliki nilai

kapasitansi paling tinggi, disusul oleh WO₃ temperatur kalsinasi 400^oC, 500^oC, dan 600^oC. Namun pada frekuensi tinggi, harga kapasitansi relatif sama untuk setiap variasi temperatur kalsinasi. Kapasitansi WO₃ nampak mengalami penurunan seiring dengan penambahan frekuensi. Hal ini sesuai dengan tren penurunan ketika penambahan scan rate pada pengujian CV.

3.5.3 Penentuan Mekanisme Kapasitif Material WO₃ dengan Menggunakan Equivalent Circuit

Untuk mengetahui mekanisme kapasitif suatu material, parameter-parameter elektrokimia dalam EIS dapat dijelaskan dalam bentuk rangkaian listrik yang disebut *equivalent circuit*. Grafik dari uji EIS diekspor ke software Zview. Selanjutnya dilakukan *equivalent circuit* untuk menentukan jenis-jenis impedansi yang terjadi pada saat kapasitor elektrokimia bekerja. Caranya adalah dengan memilih jenis elemen sirkuit yang cocok dengan sistem [10]. Setelah dilakukan fitting maka akan didapatkan *equivalent circuit* seperti pada gambar 9 data *equivalent circuit* pada tabel 5.



Gambar 9 Equivalent circuit dari plot Nyquist dari WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC pada software Zview

Tabel 5 Data Hasil Equivalent Circuit

Potensial DC (volt)	Rs (ohm)	C1 (F/cm ²)	R1 (ohm)	C2 ((F/cm ²)	CPE1-T (olun ⁻¹ cm ²)	CPE1-P	R2 (ohm)
-0.4	886.9	1.7E-10	21416	3.7E-8	6.4E-6	0.428	24092
-0.2	1093	1.8E-10	18814	1.8E-8	5.1E-6	0.293	3942
0	1005	1.7E-10	23405	1.7E-8	4.1E-6	0.305	9.7E-6
0.2	273.9	1.7E-10	23125	1.9E-8	4.7E-6	0.305	9.7E-6
0.4	341.7	1.5E-10	18895	2.4E-8	1.0E-5	0.287	5000

Rs merupakan hambatan yang disebabkan oleh larutan yang terjadi antara elektroda *reference* dan elektroda kerja. C1 adalah kapasitansi yang muncul pada permukaan terluar lapisan WO₃, R1 adalah hambatan yang disebabkan oleh transfer muatan dari elektrolit ke elektroda kerja. C2 adalah kapasitansi yang terdapat di lapisan dalam WO₃. CPE1 adalah elemen yang menunjukkan frekuensi tergantung pada kapasitansi sedangkan R2 adalah hambatan yang berada di dalam CPE1.

Equivalent circuit pada gambar 12 dapat digunakan untuk menjelaskan mekanisme kapasitansi kapasitor elektrokimia WO₃ temperatur kalsinasi 300^oC. Pada awalnya terdapat hambatan larutan sebesar Rs yang terjadi ketika arus listrik melewati larutan H₂SO₄ menuju permukaan WO₃. Pada frekuensi tinggi terdapat kapasitansi sebesar C1 yang terjadi pada permukaan luar WO₃. Pada frekuensi medium terdapat hambatan R1 dan kapasitansi sebesar C2 yang terjadi pada permukaan dalam WO₃. Pada frekuensi rendah terdapat

kapasitansi yang disebut *constant phase element* (CPE) dan hambatan sebesar R_2 . Elemen CPE inilah yang paling menentukan kapasitansi kapasitor WO_3 . Semakin besar nilai CPE maka semakin besar nilai kapasitansinya.

IV. KESIMPULAN

Material tungsten trioksida (WO_3) untuk aplikasi kapasitor elektrokimia dapat disintesa dari tungsten (VI) heksaklorida (WCl_6) dengan metode sol-gel dan kalsinasi. WO_3 hasil sintesa tersebut dilapiskan pada substrat grafit kemudian dikalsinasi dengan variasi temperatur 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C selama waktu tahan 1 jam.

Berdasarkan hasil XRD diketahui struktur kristal WO_3 temperatur kalsinasi 300°C adalah orthorombik sedangkan struktur kristal WO_3 temperatur kalsinasi 400°C, 500°C dan 600°C adalah monoklinik. Partikel-partikel WO_3 berbentuk lembaran tipis dengan ukuran semakin besar seiring kenaikan temperature kalsinasi. Luas permukaan aktif WO_3 semakin kecil dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji *cyclic voltametry* dihasilkan nilai kapasitif terbesar terdapat pada kapasitor elektrokimia WO_3 temperatur kalsinasi 300°C pada *scan rate* 2mV/s yaitu sebesar 5991 mF/gr. Hal ini diperkuat oleh hasil uji *Electrochemical impedance spectroscopy* yang menunjukkan bahwa WO_3 temperatur kalsinasi 300°C memiliki nilai impedansi paling kecil dan nilai kapasitif paling besar. Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin kecil nilai kapasitansinya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] K. Chang, C. Hu, C. Huang, Y. Liu and C. Chang. *Microwave-assisted hydrothermal synthesis of crystalline $WO_3WO_3 \cdot 0.5H_2O$ mixture for pseudocapacitor of the asymmetric type*. Journal of Power Sources 196(2011) : 2387 – 2392.
- [2] S. Yue-feng, W. Feng, B. li-ying and Y. Zhao-hui. *RuO₂ Activated Carbon Composites as a Positive electrode in an Alkaline electrochemical Capacitor*. New carbon Material,(2007), volume 22(1): 53-58.
- [3] D.A. Novianto dan D. Susanti. *Aplikasi Nano Partikel Tungsten Trioksida Menggunakan Metode Sol-Gel dan Proses Kalsinasi Sebagai Kapasitor Elektrokimia* .Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi(2012)
- [4] R.H. Acuna, F.P Delgado, M.A. Albiter, J.L. Romero, R.M Sanchez. *Synthesi and Characterization of WO_3 nanostructures prepared by an eged-hydrotermal method*. Material Characterization 60 (2009), 932-937.
- [5] J. Segalini, B. Daffos, P.L. Taberna, Y. Gogotsi and P. Simon. *Qualitative Electrochemical impedance Spectroscopy Study of Ion transport into Sub-nanometer carbon Pores in electrochemical Double Layer Capacitor Electrode*. Journal Electrochimica Acta 55 (2010), 7489-7494.
- [6] J. Yu, L. Qi, B. Cheng, X. Zhao. *Effect of Calcination Temperatures on Microstructures and Photocatalytic Activity of Tungsten Trioxide Hollow Microspheres*. Journal of Hazardous Materials 160 (2008), 631-628
- [7] A. Zamroni, dan D. Susanti. *Pengaruh Variasi Temperatur Post Hydrothermal Terhadap Property Kapasitif Kapasitor Elektrokimia Dari Material Tungsten Trioksida (WO_3) Hasil Proses Sol Gel*. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi(2012).
- [8] R. Narendra dan D. Susanti."Kapasitor Elektrokimia dari Material Tungsten Trioksida (WO_3) dengan Metode Sol Gel dan Proses Kalsinasi". Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi(2012).
- [9] F. Lufrano, P. Staiti and M. Minutoli. *Evaluation of Nafion based Double layer capasitor by Electrochemical Impedance spectroscopy*. Journal of power Sources 124 (2003), 314-320.
- [10] J.M. McIntyre, H.Q. Pham. *Electrochemical Impedance spectroscopy; a Tool for Organic Coating Optimization*. Progress in Organic Coatings 27 (1996) 201-207.