

Analisa Sifat Kapasitif Kapasitor Elektrokimia WO₃ Hasil Sintesa Sol Gel dengan Variasi Temperatur Kalsinasi

Luhur Prandika dan Diah Susanti

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

E-mail: santiche@mat-eng.its.ac.id

Abstrak—Kapasitor elektrokimia merupakan salah satu jenis kapasitor yang memiliki densitas energi yang tinggi dan densitas daya yang tinggi. WO₃ dikenal sebagai material semikonduktor yang mempunyai kemampuan untuk menyimpan energi listrik namun masih jarang diaplikasikan untuk kapasitor elektrokimia. Tujuan dari penelitian ini adalah membuat dan menganalisa sifat kapasitif kapasitor elektrokimia dari material tungsten trioksida (WO₃). WO₃ dapat disintesa menggunakan prekursor tungsten (VI) heksaklorida (WCl₆) dan etanol (C₂H₅OH) dengan metode sol-gel, dilanjutkan dengan pelapisan gel WO₃ pada substrat grafit dengan menggunakan alat spin coating. Sampel lalu dipanaskan dengan variasi temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C selama waktu tahan 1 jam. Kemudian dikarakterisasi menggunakan uji SEM, XRD dan BET. Pengukuran kapasitansi kapasitor menggunakan uji cyclic voltametri. Dari hasil XRD diketahui struktur kristal WO₃ temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C adalah monoklinik. Dari hasil SEM didapatkan ukuran partikel yang semakin besar seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji BET didapatkan luas permukaan aktif WO₃ akan semakin kecil seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji CV dihasilkan nilai kapasitif terbesar terdapat pada WO₃ temperatur kalsinasi 300°C pada scan rate 2 mV/s yaitu sebesar 121,46 F/gr atau 242,92 mF/cm².

Kata Kunci—Kapasitor Elektrokimia, Tungsten Trioksida (WO₃), Sol-gel, Kalsinasi, Cyclic Voltametri (CV).

I. PENDAHULUAN

MELIHAT perkembangan jaman yang sangat pesat, kebutuhan listrik pun terus meningkat. Energi listrik sekarang menjadi kebutuhan pokok bagi manusia dalam segala sektor, baik industri, rumah tangga dan lain sebagainya. Namun dikarenakan harga bahan bakar minyak yang terus meningkat, tarif dasar listrik pun semakin tinggi. Oleh karena itu kita harus sadar akan adanya penghematan penggunaan listrik, salah satunya dengan menggunakan alat-alat elektronik yang efisien dan hemat energi.

Kapasitor dan baterai adalah alat penyimpanan energi listrik yang biasanya digunakan pada alat elektronik seperti yang diaplikasikan pada laptop, kamera, ponsel dan mainan anak-anak. Namun ada beberapa kelemahan pada kedua alat penyimpanan 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 yang mendorong para ilmuwan dan ahli teknologi untuk mengembangkan superkapasitor yang dapat mengatasi perbedaan kinerja kritis antara baterai dan kapasitor.

Kapasitor elektrokimia merupakan salah satu jenis superkapasitor yang memiliki keunggulan yaitu densitas daya yang lebih tinggi daripada baterai dan densitas energi yang ribuan kali lebih tinggi daripada kapasitor konvensional [1].

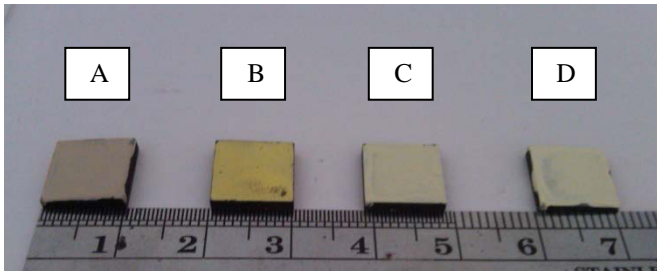
Sifat kapasitif suatu kapasitor dipengaruhi oleh struktur materialnya penyusunnya. Sedangkan struktur material tergantung pada metode sintesa, temperatur, tekanan operasi, bahan baku (prekursor) dan substrat yang digunakan. Oleh karena itu diperlukan suatu material yang mampu direkayasa menjadi kapasitor elektrokimia yang mampu menyimpan energi listrik secara optimal dengan waktu singkat [2].

Tungsten trioksida (WO₃) dikenal sebagai material semikonduktor yang dapat diaplikasikan sebagai material sensor gas, alat elektrokromik, fotokatalis, dan alat penyimpan memori [3]. Beberapa riset ilmiah menunjukkan bahwa material WO₃ memiliki kemampuan untuk menyimpan energi listrik dikarenakan memiliki aspek rasio struktur dan *surface* area yang besar. Namun masih sedikit penelitian tentang material WO₃ yang bisa diaplikasikan sebagai kapasitor elektrokimia.

Penelitian ini bertujuan melakukan pembuatan kapasitor elektrokimia dari material Tungsten trioksida (WO₃) hasil sol gel dan variasi temperatur kalsinasi dengan menggunakan pengujian *cyclic voltametry* pada temperatur 300°C, 350°C, 400°C, dan 450°C.

II. METODOLOGI

Proses pembuatan tungsten trioksida (WO₃) untuk material kapasitor elektrokimia diawali dengan pembentukan prekursor, yakni bahan dasar yang nantinya akan mengalami proses pembentukan sol dan gel WO₃. Proses diawali dengan pelarutkan 7 gram tungsten (VI) heksaklorida dengan 100 ml etanol (C₂H₅OH) absolute, sehingga terbentuk larutan berwarna kuning keputihan yang kemudian akan berubah menjadi biru saat penambahan 10 ml ammonium hidroksida (NH₄OH) 0.5M. Larutan kemudian diaduk menggunakan *hot-plate stirrer* dengan kecepatan konstan 2000 rpm selama 24 jam pada temperatur 0°C.



Gambar 1. Hasil pelapisan material WO_3 di atas substrat grafit setelah proses kalsinasi dengan variasi temperatur : (a) $300^\circ C$ (b) $350^\circ C$ (c) $400^\circ C$ dan (d) $450^\circ C$.



Gambar 2. sampel WO_3 untuk pengujian CV.

Selama proses 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 (H_2O) untuk menghilangkan kandungan Cl yang tidak diperlukan yang masih terdapat pada larutan. Pencucian tersebut dilakukan sampai tidak ada endapan putih $AgCl$ ketika dititirasi dengan 3 tetes 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 [4].

Setelah terbentuk gel WO_3 , kemudian gel dilapiskan pada substrat grafit dengan cara gel WO_3 di teteskan secara menyeluruh pada substrat grafit pada saat grafit di letakkan diatas *spin coater* lalu diputar dengan kecepatan 2000 rpm selama 2 menit. Lalu sebagian gel WO_3 dikalsinasi dengan variasi temperatur $300^\circ C$, $350^\circ C$, $400^\circ C$, dan $450^\circ C$ untuk dilakukan uji BET, dikarenakan BET membutuhkan sample dalam bentuk serbuk.

Substrat grafit yang terlapisi gel, lalu dikalsinasi dalam *muffle furnace* dengan variasi temperatur $300^\circ C$, $350^\circ C$, $400^\circ C$, dan $450^\circ C$ dengan waktu tahan selama 1 jam. Gambar 1 berikut menunjukkan gambar makro WO_3 yang telah dikalsinasi dan dilapiskan pada substrat grafit.

Gambar 1 dapat terlihat perbedaan warna yang terjadi. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, maka semakin terang warna lapisan pada substrat grafit. Untuk mengetahui karakteristik dan sifat dari kapasitor berbahan WO_3 , maka diperlukan adanya analisa dikarenakan terdapat variasi temperatur kalsinasi. Uji XRD dengan alat *X'pert Pro PANalytical* dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan apakah telah terbentuk WO_3 . Uji SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran, morfologi permukaan, dan bentuk partikel. Dan Uji BET dilakukan untuk mengukur luas permukaan aktif dari WO_3 hasil sintesa sol gel yang terbentuk

Setelah WO_3 yang terbentuk dikarakterisasi, langkah selanjutnya adalah preparasi *sample chip* kapasitor untuk kemudian di uji *cyclic voltametri* (CV). Uji CV dilakukan untuk mengetahui nilai kapasitansi yang dapat disimpan oleh kapasitor elektrokimia WO_3 .

Preparasi *sample chip* kapasitor WO_3 dengan cara kawat tembaga yang telah dikikir ujungnya direkatkan pada balik substrat grafit yang tidak terlapisi WO_3 dengan menggunakan lem epoksi. Lalu dilapisi lem silikon untuk mengisolasi bagian grafit yang tidak boleh terekspos, sehingga hanya lapisan WO_3 saja yang di uji untuk bertindak sebagai elektroda kerja pada saat pengujian CV. Gambar 2 adalah gambar kapasitor yang siap di uji CV.

Setelah di lakukan uji CV sample kemudian di uji XRD dan SEM sekali lagi untuk melihat perbedaan yang terjadi

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Uji XRD menggunakan X'pert Pro PANalytical

Grafik hasil pengujian XRD digunakan untuk menganalisa tahapan perubahan struktur kristal setelah mengalami proses kalsinasi. Grafik tersebut menunjukkan efek dari temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal WO_3 .

Grafik XRD selanjutnya dicocokkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*) yang berisi data struktur kristal berbagai jenis material. Grafik hasil pengujian XRD menunjukan bahwa struktur kristal WO_3 yang terbentuk pada temperatur kalsinasi $300^\circ C$, $350^\circ C$, $400^\circ C$, $450^\circ C$ adalah monoklinik (kartu JCPDS no. 83-0950).

Gambar 3 menunjukkan pola XRD dari WO_3 pada temperatur kalsinasi $300^\circ C$, $350^\circ C$, $400^\circ C$ dan $450^\circ C$ dengan puncak-puncak difraksi yang tertinggi yang sesuai dengan struktur WO_3 monoklinik [5]. Puncak-puncak yang tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 23.117^\circ$, 23.583° , dan 24.367° (JCPDS card no. 83-0950) yang menunjukkan bidang (002), (020) dan (200). Temperatur kalsinasi yang di berikan pada WO_3 menyebabkan bentuk kristalnya menjadi monoklinik [6].

Material WO_3 bersifat polimorfi sehingga memiliki beberapa bentuk struktur kristal, antara lain monoklinik, heksagonal dan orthorombik. Struktur kristal orthorombik dan monoklinik bersifat stabil sedangkan struktur kristal heksagonal bersifat metastabil.

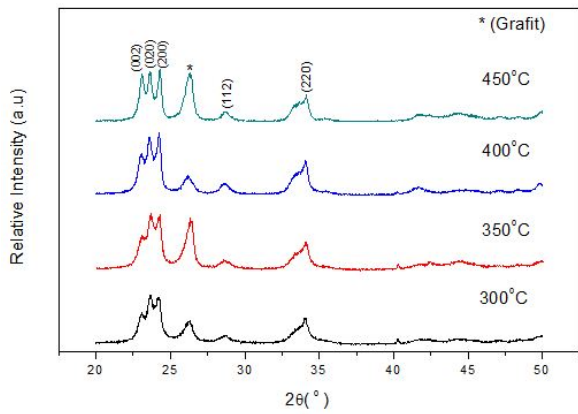
Pada keempat grafik diatas juga muncul puncak-puncak yang tinggi pada sudut $2\theta = 26,661^\circ$ (JCPDS card no. 75-2078) yang merupakan pola difraksi dari substrat grafit dengan bidang (111).

Dari data hasil pengujian XRD juga dapat ditentukan ukuran kristal WO_3 yaitu dengan menggunakan persamaan Scherrer pada persamaan (1) dan (2) [7].

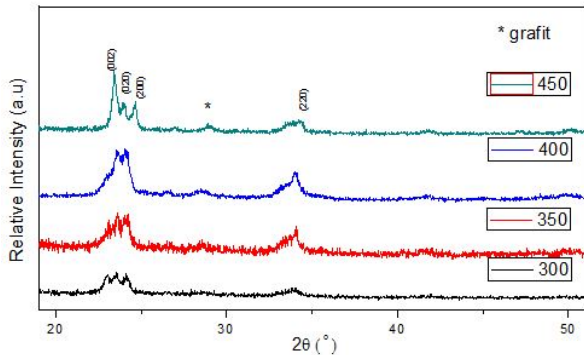
$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

$$B^2 = (B_{material})^2 - (B_{standart})^2 \quad (2)$$

Dimana λ (1,54060) adalah panjang gelombang radiasi (\AA), B di tunjukkan pada persamaan 4.2 adalah *Full Width at Half Maximum* (rad) $B_{material}$ adalah radian dari material, $B_{standart}$ adalah radian dari standar yang di gunakan yaitu Si dan θ adalah sudut Bragg ($^\circ$).



Gambar. 3. Pola XRD dari WO₃ setelah proses kalsinasi pada temperatur 300°C, 350°C, 400°C, 450°C.



Gambar. 4. Pola XRD dari WO₃ pengujian CV pada temperatur 300°C, 350°C, 400°C, 450°C.

Tabel 1 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi pada WO₃ maka semakin besar ukuran kristal WO₃ yang diperoleh. WO₃ pada temperatur kalsinasi 300 °C memiliki ukuran kristal paling kecil yaitu 355,91 Å, sedangkan WO₃ pada temperatur kalsinasi 450 °C memiliki ukuran kristal paling besar yaitu 1212,98 Å.

Selain itu gambar 3 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin sempit dan tinggi intensitas puncak-puncaknya. Hal ini menunjukkan bahwa kristalinitas WO₃ semakin meningkat seiring kenaikan temperatur kalsinasi.

Setelah diuji CV kapasitor WO₃ kemudian diuji XRD untuk dibandingkan dengan sebelum diuji CV, apabila tidak terjadi perubahan struktur kristal maka WO₃ baik apabila diaplikasikan menjadi kapasitor elektrokimia.

Gambar 4 menunjukkan pola XRD dari WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C dengan puncak-puncak difraksi yang tertinggi yang sesuai dengan struktur WO₃ monoklinik. Puncak-puncak yang tertinggi terdapat pada sudut 2θ = 23.119°, 23.586°, dan 24.380° (JCPDS card no. 43-1035) yang menunjukkan bidang (002), (020) dan (200).

Namun intensitasnya menurun dibandingkan saat sebelum dilakukan pengujian potensiostat dikarenakan masih terdapat larutan elektrolit yang menempel pada lapisan WO₃. Namun tidak terdapat perubahan struktur kristal WO₃ yaitu struktur kristal monoklinik hal ini menunjukkan bahwa WO₃ baik menjadi kapasitor elektrokimia, dikarenakan untuk kapasitor elektrokimia yang baik harus mempunyai struktur kristal yang baik.

Tabel 1.

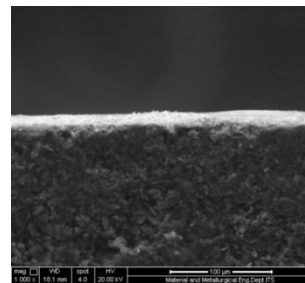
Ukuran kristal WO₃ dari berbagai temperatur kalsinasi dihitung pada puncak tertinggi

T (°C)	B(rad)	θ(°)	Cos θ	D (Å)
300	0,00398	11,80	0,9789	355,91
350	0,00278	11,81	0,9788	485,13
400	0,00247	12,14	0,9776	574,37
450	0,00117	11,83	0,9787	1212,98

Tabel 2.

Ukuran kristal WO₃ dari berbagai temperatur kalsinasi dihitung pada puncak tertinggi setelah pengujian potensiostat

T (°C)	B(rad)	θ(°)	Cos θ	D (Å)
300	0,00518	11,77	0,9789	273,42
350	0,00459	11,80	0,9788	308,78
400	0,00399	12,11	0,9777	355,20
450	0,00339	11,49	0,9799	417,21



Gambar. 5. Hasil Foto SEM cross section lapisan WO₃ diatas substrat grafit pada temperatur kalsinasi 300 °C dengan perbesaran 1000x.

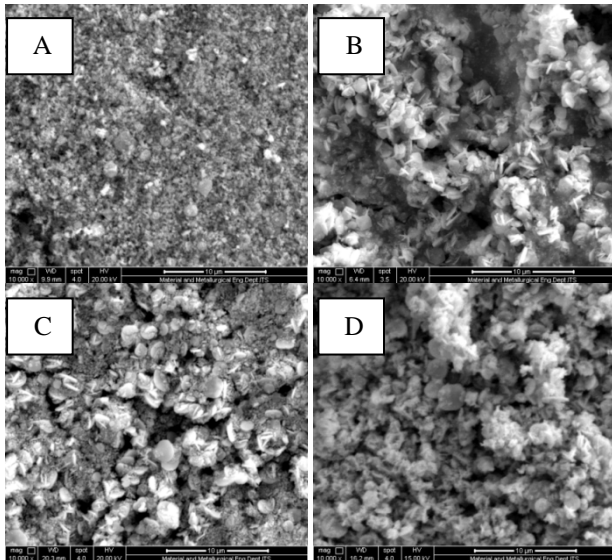
Tabel 2 menunjukkan ukuran kristal WO₃ setelah pengujian menggunakan potensiostat. WO₃ pada temperatur kalsinasi 300 °C memiliki ukuran kristal paling kecil yaitu 273,42 Å, sedangkan WO₃ pada temperatur kalsinasi 450 °C memiliki ukuran kristal paling besar yaitu 417,21 Å. dapat ditarik kesimpulan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi pada WO₃ maka semakin besar ukuran kristal WO₃ yang diperoleh [6].

B. Hasil Uji SEM menggunakan FEI S-50

SEM (Scanning Electron Microscope) digunakan untuk meneliti morfologi suatu material. Gambar 5 berikut adalah hasil foto SEM cross section tungsten trioksida pada temperatur kalsinasi 300°C dengan perbesaran 1000x yang menunjukkan bahwa ketebalan lapisan WO₃ (warna putih) pada substrat grafit (warna hitam) adalah sebesar 11.67 – 15.44 μm.

Gambar 6 merupakan hasil SEM dengan perbesaran 10.000x yang menunjukkan persebaran dari silinder – silinder pipih dari WO₃ pada substrat grafit. Dapat dilihat bahwa arah tumbuh dari WO₃ beraneka ragam hal itu mendukung hasil XRD pada sub-bab sebelumnya mengenai arah tumbuh Kristal.

Tabel 3 berikut ini menunjukkan kisaran ukuran butir sampel WO₃ hasil variasi temperatur kalsinasi. Semakin tinggi temperatur kalsinasi yang di berikan pada WO₃, maka semakin besar ukuran butir WO₃.

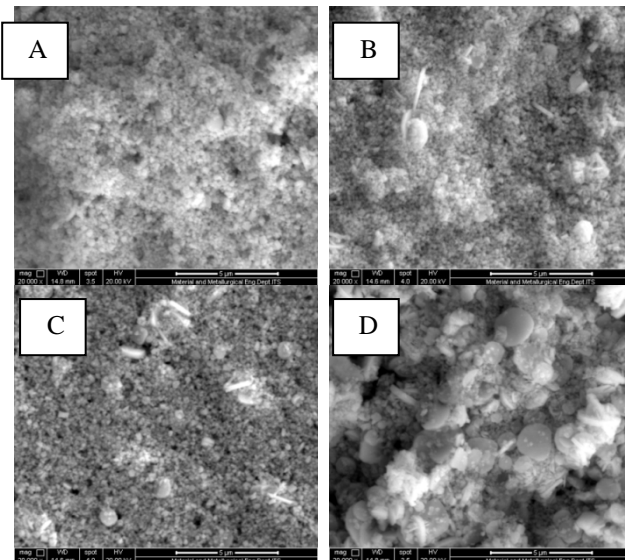


Gambar. 6. Hasil Foto SEM perbesaran 10.000x dari material WO₃ setelah temperatur kalsinasi (a) 300°C, (b) 350°C, (c) 400°C, dan (d) 450°C.

Tabel 3.

Ukuran butir WO₃ dengan Variasi Temperatur Kalsinasi

No	Temperatur Kalsinasi (°C)	Ukuran butir (µm)
1	300	0,06 – 1,21
2	350	0,11 – 1,23
3	400	0,14 – 2,03
4	450	0,18 – 2,47



Gambar. 7. Hasil Foto SEM perbesaran 20.000x dari material WO₃ setelah temperatur kalsinasi (a) 300°C, (b) 350°C, (c) 400°C dan (d) 450°C.

Tabel 4.

Ukuran butir WO₃ dengan Variasi Temperatur Kalsinasi setelah pengujian potensiostat

No	Temperatur Kalsinasi (°C)	Ukuran butir (µm)
1	300	0,10 – 0,92
2	350	0,14 – 1,23
3	400	0,17 – 1,27
4	450	0,18 – 1,79

Tabel 5.

Luas permukaan aktif material WO₃

Temperatur kalsinasi	300°C	350°C	400°C	450°C
Luas permukaan aktif (m ² /g)	35,733	15,396	10,377	6,612

Gambar 7 menunjukkan hasil uji SEM perbesaran 20.000x dari sampel WO₃ setelah pengujian menggunakan potensiostat dengan variasi temperatur 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C. Butir WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C berbentuk hampir menyerupai lingkaran dengan ukuran yang kecil dan beberapa partikel dengan ukuran yang lebih besar dengan persebaran yang merata.

Tabel 4 berikut ini menunjukkan kisaran ukuran butir sampel WO₃ hasil variasi temperatur kalsinasi setelah pengujian menggunakan potensiostat. Ukuran butir WO₃ masih dalam *range* ukuran butir pada saat sebelum dilakukan pengujian potensiostat.

Dari data tersebut dapat disimpulkan bahwa temperatur kalsinasi meningkatkan ukuran butir dan kekasaran butir. Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran dan kekasaran butir. Perubahan ukuran butir hasil kalsinasi disebabkan oleh transformasi fase, pembentukan kembali butir dan pertumbuhan kristal [8].

C. Hasil Uji BET menggunakan Quantachrome Autosorb iQ

Pengujian BET dilakukan menggunakan alat Quantachrome autosorb iQ, dengan memberikan pemanasan pada temperatur hingga 300°C pada sampel WO₃ yang dilakukan sebagai langkah penguapan sisa-sisa kandungan air dan kandungan *volatil* lainnya yang mungkin masih terdapat pada sampel. Langkah ini merupakan langkah preparasi sampel sebelum proses pengujian dilakukan. Langkah preparasi berhenti dengan dimasukkannya gas helium ke dalam tabung sampel WO₃, guna mencegahnya bereaksi dengan oksigen atau unsur lain yang berada di udara lingkungan. Nitrogen digunakan dalam pengujian, sebagai sarana dalam memperoleh ukuran luas permukaan yang dimiliki oleh sampel tungsten trioksida. Hasil pengujian yang diperoleh adalah ukuran luas permukaan dari serbuk WO₃ berdasarkan jumlah gas nitrogen yang dapat diserap (dalam satuan m²/gr).

Dari tabel 4 dapat diketahui bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin kecil luas permukaan aktif dari serbuk WO₃. WO₃ pada temperatur kalsinasi 300 °C memiliki luas permukaan aktif yang paling besar yaitu 35,733m²/g, sedangkan WO₃ pada temperatur kalsinasi 450 °C memiliki luas permukaan aktif yang paling kecil yaitu 6,612m²/g. Hal ini dikarenakan WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C, masih mengandung hidrat yang mempengaruhi morfologi dan luas permukaannya. Luas permukaan aktif dihitung berdasarkan jumlah gas nitrogen yang dapat diserap. Semakin kecil ukuran partikel maka semakin banyak gas nitrogen yang diserap sehingga semakin besar luas permukaan aktifnya.

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 [9].

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].

Luas permukaan aktif mempengaruhi sifat kapasitif dari suatu material. Semakin besar luas permukaan aktifnya, maka dapat diperkirakan semakin baik sifat kapasitansinya. Sehingga berdasarkan luas permukaan aktifnya, kapasitor elektrokimia WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C memiliki sifat kapasitif yang paling baik

D. Hasil Uji CV (Par Ametek Versa Stat 4)

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

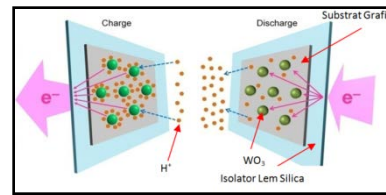
Gambar 8 menunjukkan skema reaksi faraday (*charging – discharging*) yang terjadi pada saat pengujian CV. Pada saat *charging* terjadi reaksi oksidasi yaitu : $W^{+6}O_3 + H^+ + e^{-} \rightarrow W^{+5}OOOH$, sedangkan saat *discharging* terjadi reaksi reduksi yaitu : $W^{+5}OOOH \rightarrow W^{+6}O_3 + H^+ + e^{-}$. Penyimpanan muatan (*charging*) dilakukan dengan reaksi oksidasi W dari nilai 0 sampai menjadi +6, sedangkan pelepasan muatan (*discharging*) dilakukan dengan oksidasi dari bilangan reduksi W dari nilai +6 sampai menjadi +5. Penyimpanan dan pelepasan muatan listrik meliputi penyimpanan dan pelepasan elektron. Nilai kapasitif elektrokimia dipengaruhi oleh beberapa hal, yaitu struktur dan ukuran kristal, ukuran partikel, morfologi permukaan, *electronic conductivity*, dan kandungan air pada Kristal [2].

Gambar 9 menunjukkan hasil uji CV dari kapasitor elektrokimia WO₃ pada temperatur kalsinasi 300 °C, 350 °C, 400 °C dan 450 °C. Setiap sampel diberi variasi *scan rate* 5 mV/s, 10 mV/s, dan 25 mV/s.

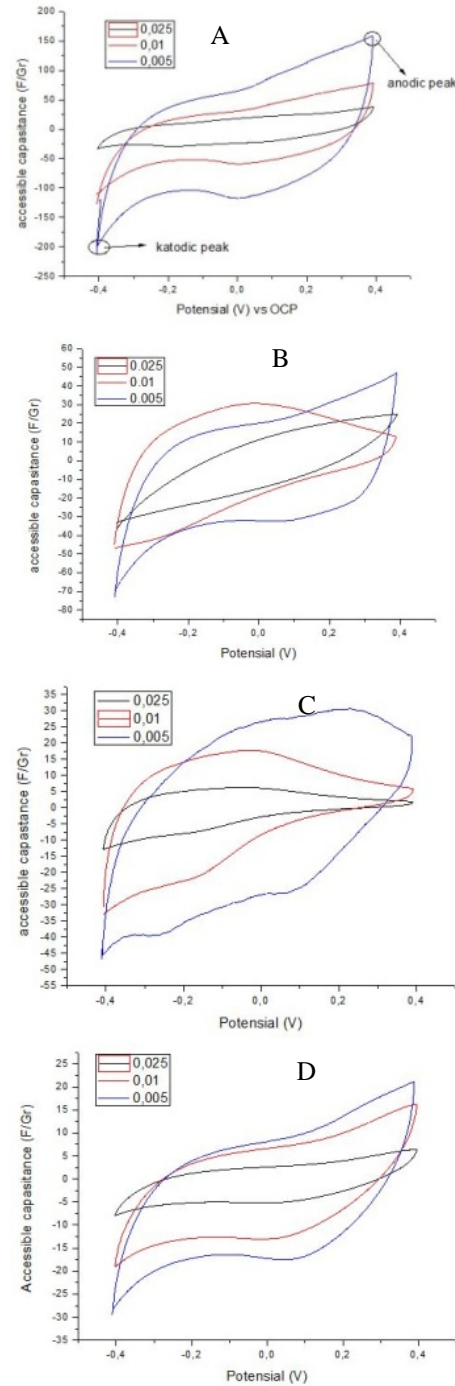
sehingga diperoleh nilai kapasitansi kapasitor elektrokimia WO₃ di setiap variasi temperatur kalsinasi dan variasi *scan rate* seperti yang disajikan pada Tabel 5 dan Tabel 6.

WO₃ pada temperatur kalsinasi 300°C *scan rate* 5 mV/s memiliki kapasitansi paling tinggi yaitu sebesar 121,46 F/gr atau 242,92 mF/cm², sedangkan WO₃ pada temperatur kalsinasi 450°C *scan rate* 25 mV/s memiliki kapasitansi paling kecil yaitu sebesar 15,23 F/gr.

Pada temperatur yang sama, semakin kecil *scan rate* maka 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 celah-celah sempit, pori-pori kecil pada thin film WO₃, dan sebagainya. Muatan yang tersimpan dan yang dapat diberikan semakin besar sehingga nilai kapasitansinya semakin besar. Hal ini berkebalikan pada *scan rate* yang tinggi [10].



Gambar. 8. Skema pengisian dan pelepasan elektron secara reaksi Faraday.



Gambar. 9. Hasil Cyclic Voltammetry KAPASITOR ELEKTROKIMIA WO₃ pada temperatur kalsinasi (a) 300°C, (b) 350°C, (c) 400°C, dan (d) 450°C dengan variasi scan rate pada H₂SO₄ 1 M.

Tabel 5.
Kapasitansi Kapasitor Elektrokimia WO₃ (F/gr)

Scan rate (mV/s)	Kapasitansi (F/gr)			
	300°C	350°C	400°C	450°C
5	121,46	37,85	34,01	16,74
10	59,31	31,70	17,91	12,07
25	26,70	14,47	6,26	4,76

Tabel 6.
Kapasitansi Kapasitor Elektrokimia WO₃ (mF/Cm²)

Scan rate (mV/s)	Kapasitansi (mF/Cm ²)			
	300°C	350°C	400°C	450°C
5	242,92	87,06	71,42	53,57
10	118,62	72,91	37,61	38,62
25	53,40	33,28	13,15	15,23

IV. KESIMPULAN

Kapasitor elektrokimia dapat dibuat dari material WO₃ dengan grafit sebagai substrat. Material WO₃ dapat disintesa dari tungsten(VI) heksaklorida (WCl₆) dan etanol(C₂H₅OH) dengan metode sol-gel, dilanjutkan dengan pelapisan gel WO₃ pada substrat grafit. Sampel dipanaskan dengan variasi temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C selama waktu tahan 1 jam.

Berdasarkan hasil XRD diketahui struktur kristal WO₃ temperatur kalsinasi 300°C, 350°C, 400°C dan 450°C adalah monoklinik intensitas kristal menurun setelah pengujian CV. Partikel-partikel WO₃ berbentuk lembaran tipis dengan ukuran semakin besar seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Luas permukaan aktif WO₃ semakin kecil dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Dari uji cyclic voltametry dihasilkan nilai kapasitif terbesar terdapat pada kapasitor elektrokimia WO₃ temperatur kalsinasi 300°C pada scan rate 5mV/s yaitu sebesar 121,46 F/gr atau 242,92 mF/cm². Hal ini dapat disimpulkan bahwa Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin tinggi ukuran kristal yang diikuti oleh naiknya ukuran butir berakibat pada menurunkan luas permukaan aktifnya sehingga berpengaruh pada turunnya nilai kapasitansi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] K.H., Chang, C.C, Hu, C.M., Huang, Y.L., Liu, C.I., Chang, "Microwave - assisted hydrothermal synthesis of crystalline WO₃ - WO₃.0.5H₂O mixture for pseudocapacitors of the asymmetric type". *Journal of Power Sources* 196 (2011) : 2387 – 2392.
- [2] 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)*
- [3] R.H., Acuna, F.P., Delgado, M.A., Albiter, J.L., Romero, dan R.M., Sanchez, "Synthesis and characterization of WO₃ nanostructure prepared by an aged-hydrothermal method". *Materials Characterization* 60 (2009) 932 – 937.
- [4] S., Sakka, "Handbook of Sol-gel Science and Technology : Processing Characterization and Applications". *New York Boston Dordrecht London Moscow: Kluwer Academic Publishers. (1980)*
- [5] J.H., Ham, A., Phunruangrat, S., Thongtem, dan J.S., lee, 2010 "Hydrothermal Synthesis of Monoclinic WO₃ Nanoplates and Nanorods Used as an Electrocatalyst for Hydrogen Evolution Reactions From Water". *Chemical Engineering Journal* 165 (2010) 365-369.
- [6] J., Yu, L., Qi, B., Cheng, X., Zhao, "Effect of Calcinations Temperatures on Microstructures and Photocatalytic Activity of Tungsten Trioxide Hollow Microspheres". *Journal of Hazardous Materials* (2008)
- [7] B.D. Cullity, "Element of X-RAY DIFFRACTION" . *Reading Massachusetts Menlo park California London Amsterdam Don Mills Ontario Sydney : Addison-wesley Publishing Company,inc. (1977)*
- [8] A.T., Widiatoro, dan D., Susanti, "Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Sifat Kapasitif Kapasitor Elektrokimia Tungsten Trioksida (WO₃) Hasil Sintesa Sol Gel". *Skripsi S1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi. (2013)*
- [9] A., Zamroni, dan D., Susanti, 2011. "Pengaruh Variasi Temperatur Post Hydrothermal Terhadap Property Kapasitif Kapasitor Elektrokimia Dari Material Tungsten Trioksida (WO₃) Hasil Proses Sol Gel". *Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi.*
- [10] R., Narendra, dan D., Susanti, 2012. "Kapasitor Elektrokimia dari Material Tungsten Trioksida (WO₃) dengan Metode Sol Gel dan Proses Kalsinasi". *Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi.*