

Pengaruh Variasi Temperatur Hidrotermal terhadap Struktur dan Sifat Kapasitif *Carbon Nanotube* (CNT) dengan Prekursor *Ferrocene* untuk Aplikasi Superkapasitor

Haniffudin Nurdiansah, Wardhana Restu Dipakusuma, Diah Susanti
Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: haniffudin@mat-eng.its.ac.id

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 helai benang yang panjang tidak beraturan. Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) 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, Ferrocene, Superkapasitor

I. PENDAHULUAN

Nanomaterial merupakan dasar dari nanosains dan nanoteknologi. Pengembangan terhadap material berskala nano telah menarik minat besar di dunia dalam beberapa tahun terakhir. Nanomaterial sendiri merupakan suatu material yang memiliki ukuran partikel dengan ukuran antara 1 dan 100 nanometer. Material berskala nano jauh lebih kecil 100.000 kali jika dibandingkan dengan rambut manusia. 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 [1].

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. 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 [2]. 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 [3].

Prekursor merupakan material utama untuk suatu proses kimia. Dalam penelitian berbasis *carbon nanocomposite* digunakan material berbasis hidrokarbon sebagai sumber karbon. *Ferrocene* (Fe(C₅H₅)₂) merupakan senyawa organologam yang terdiri dari dua cincin siklopentadienil yang diikat oleh atom besi. 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 [4]. Proses sintesis CNT sudah ditemukan dan dikembangkan setelah penemuan pertama material CNT oleh Iijima pada tahun 1991, metode yang digunakan secara umum saat ini untuk proses sintesis CNT adalah deposisi uap secara kimia pada suatu material substrat, menembakan busur (elektron), laser ablasi, obor plasma dan elektrolisis dengan larutan [5]. 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 aktivasinya [6]. Pada proses sintesis CNT dengan metode hidrotermal akan dihasilkan 3 produk utama yang secara umum terbentuk yaitu padatan, larutan dan gas [7].

Pesatnya perkembangan teknologi elektronik dan kendaraan energi alternatif membuat kebutuhan akan perangkat penyimpanan energi elektrokimia canggih dengan kemampuan daya tinggi semakin meningkat. Kondisi tersebut mendukung untuk terus dilakukan pengembangan terhadap material penyimpanan energi. Kebutuhan ini sangat mengarah kepada pemanfaat superkapasitor yang memiliki kemampuan menyimpan energi (kapasitansi) yang sangat tinggi [8].

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.

Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya penulis berasumsi bahwa temperatur sangat berpengaruh terhadap pembentukan CNT. Oleh karena itu, pada penelitian ini diteliti pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap struktur dan sifat kapasitif *carbon nanotube* (CNT) dengan prekursor *ferrocene* untuk aplikasi superkapasitor.

II. METODE PENELITIAN

A. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah prekursor utama *ferrocene* 98% ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$) diperoleh dari Aldrich Chemistry, serbuk belerang dari SAP Chemical, serbuk NaOH dari SAP Chemical, larutan etanol dari SAP Chemical, HCl 37% dari SAP Chemical dan Na_2SO_4 dari SAP Chemical.

B. Sintesis CNT dengan Hydrothermal Carbonization (HTC)

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 aktif 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.

C. Pembentukan elektroda CNT

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 Na_2SO_4 1M.

D. 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 2 θ . Kemudian intensitas tertinggi (*peak*) akan digunakan untuk mengetahui unsur yang terkandung di lapisan oksida yang terbentuk dengan menggunakan aplikasi tertentu.

E. 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. 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.

F. 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.

G. Cyclic Voltammetry (CV)

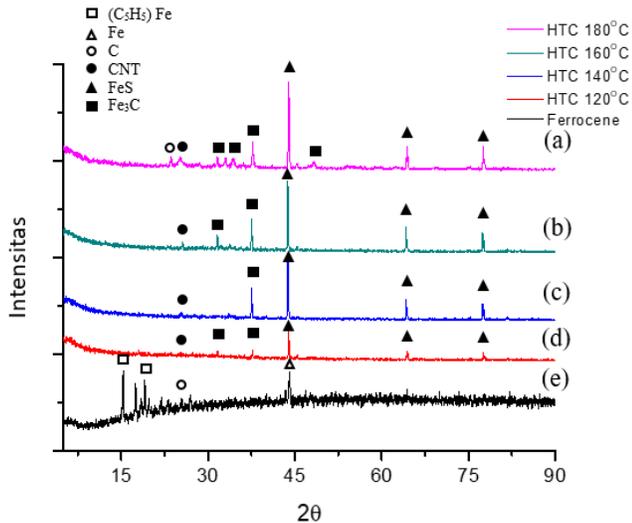
Pengujian CV adalah suatu pengujian untuk analisis kualitatif dan kuantitatif yang dapat memberikan informasi pada proses karakterisasi yang terjadi di dalam sel elektrokimia. Uji ini menunjukkan plot respon arus terhadap tegangan yang diberikan pada elektroda (CNT terdeposit pada *Nickel Foam*). Prinsip 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 proses pembuatan elektroda, 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 Na_2SO_4 1M.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

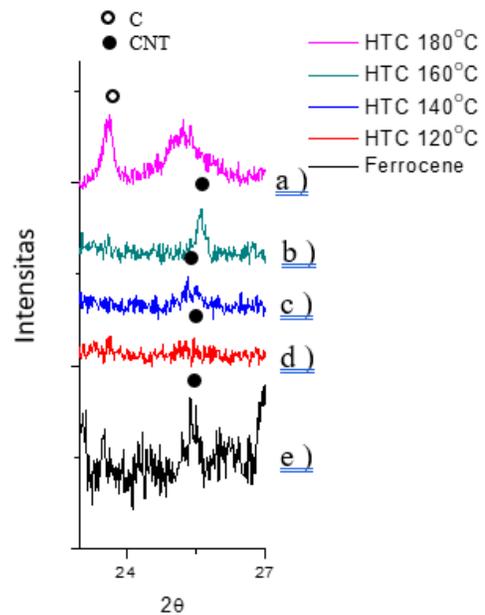
A. Hasil Uji XRD



Gambar 1. Hasil uji XRD a) HTC 180°C, b) 160°C, c) 140°C, d) 120°C dan e) ferrocene

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.

Berdasarkan Gambar 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 [9]. Peak 26° yang menunjukkan adanya karbon CNT dan semakin meningkat temperature intensitas akan semakin tinggi dilihat dari pola grafiknya. 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 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 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 terdekomposisi nya 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 intensitas nya semakin tinggi sempit karena perubahan temperature yang semakin tinggi karena dekomposisi dari prekursor.

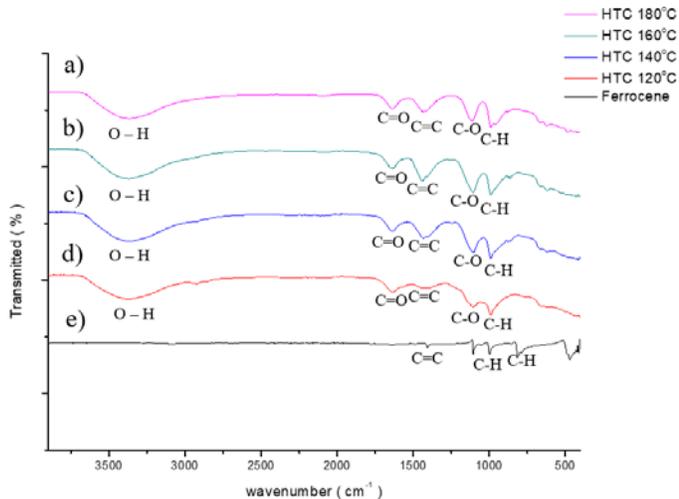
B. Hasil Uji FTIR

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 cm^{-1} .

Analisis FTIR dilakukan untuk menentukan grup fungsi produk yang diperoleh dan untuk memahami lebih dalam apa yang terjadi selama proses sintesis dengan metode hidrotermal. Tabel spektra FTIR CNT ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Peak Spektra CNT

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



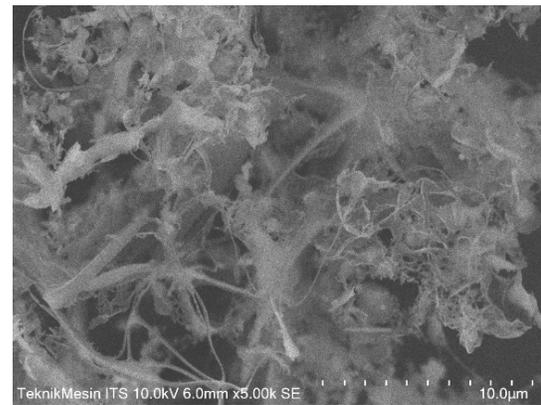
Gambar 3 Hasil FTIR XRD a) HTC 180°C, b) 160°C, c) 140°C, d) 120°C dan e) ferrocene

Gambar 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 2. 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 teraktivasi [10]. 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.

Dari hasil yang didapat pada Gambar 3 semua variasi $120\text{ }^\circ\text{C}$, $140\text{ }^\circ\text{C}$, $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan $180\text{ }^\circ\text{C}$ 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.

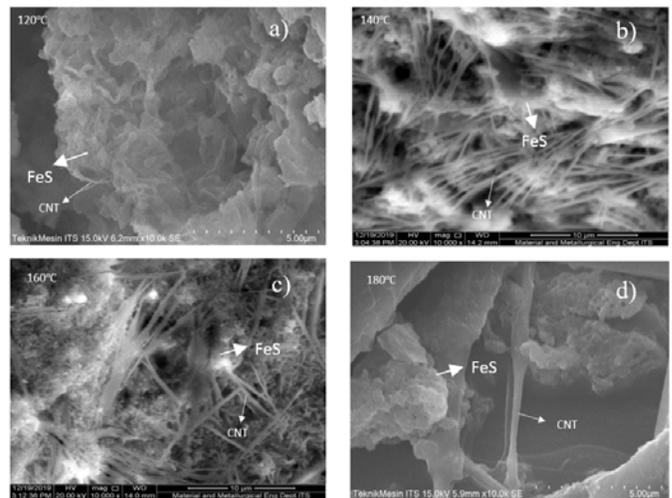
C. Hasil Uji SEM

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



Gambar 4 Hasil uji SEM *ferrocene* perbesaran 5000x

Pada Gambar 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.

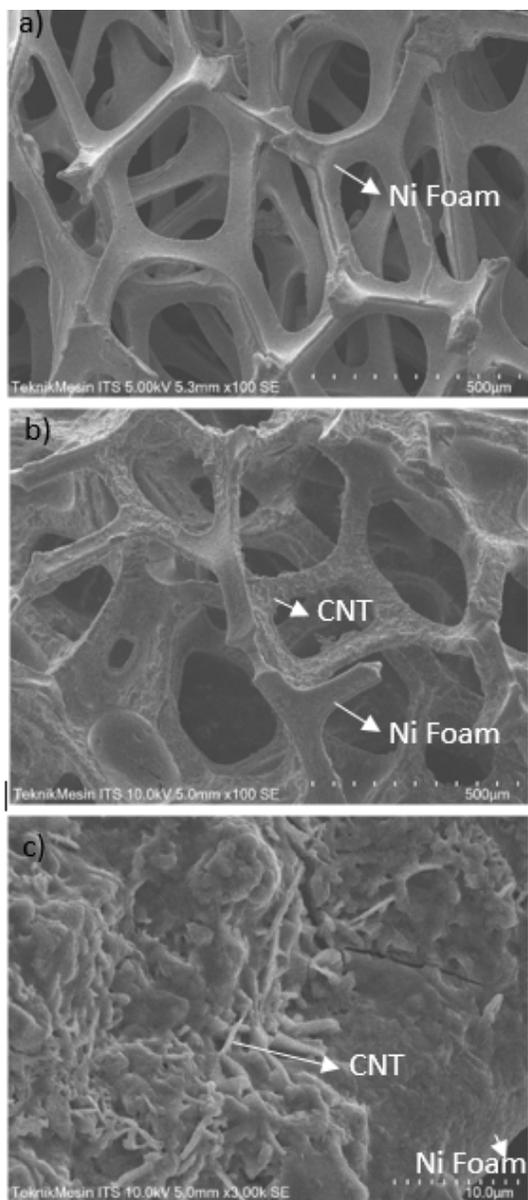


Gambar 5. Hasil uji SEM material CNT perbesaran 10000x a) $120\text{ }^\circ\text{C}$, b) $140\text{ }^\circ\text{C}$, c) $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan d) $180\text{ }^\circ\text{C}$

Pada Gambar 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 berbentuk panjang menyerupai helaian rambut dimana hal ini terjadi karena dekomposisi karbon [11]. Perubahan temperatur sangat berpengaruh dalam pembentukan CNT terutama dalam ukuran tabung nano material, hal ini bisa dilihat hasil pengujian SEM Gambar 5. menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur hidrotermal semakin banyak CNT yang terbentuk. Jumlah CNT meningkat pada variasi temperatur hidrotermal $140\text{ }^\circ\text{C}$ hingga $160\text{ }^\circ\text{C}$, tetapi pada temperatur $180\text{ }^\circ\text{C}$ energi yang diberikan sudah melebihi batas maksimum sehingga diameter CNT membesar. Pada hasil penelitian didapatkan ukuran CNT dengan kisaran diameter sebesar $10\text{ nm} - 250\text{ nm}$

dengan panjang hingga puluhan mikro. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya material CNT [12].

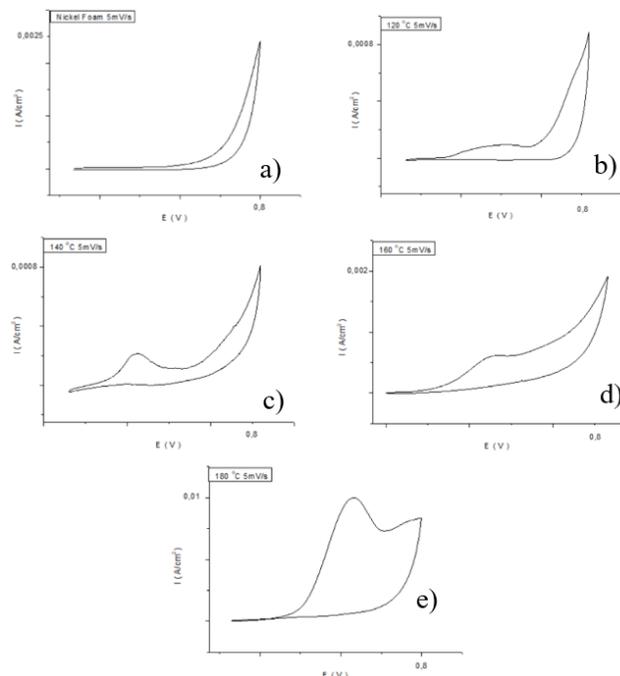
Setelah CNT terbentuk, maka langkah selanjutnya adalah membuat elektroda CNT untuk pengujian Cyclic Voltammetry. Elektroda yang digunakan adalah Nickel Foam. Nickel Foam berfungsi sebagai tempat deposisi dan substrat sebagai tempat tumbuhnya CNT.



Gambar 6. a) Elektroda nikel foam perbesaran 100x , b) Elektroda nikel foam – CNT , perbesaran 100x , Elektroda nikel foam – CNT perbesaran 3000x

Pada Gambar 6. 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 6. b) dan c) menunjukkan morfologi permukaan nikel foam yang sudah terdeposit dengan CNT.

D. Hasil Uji CV



Gambar 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

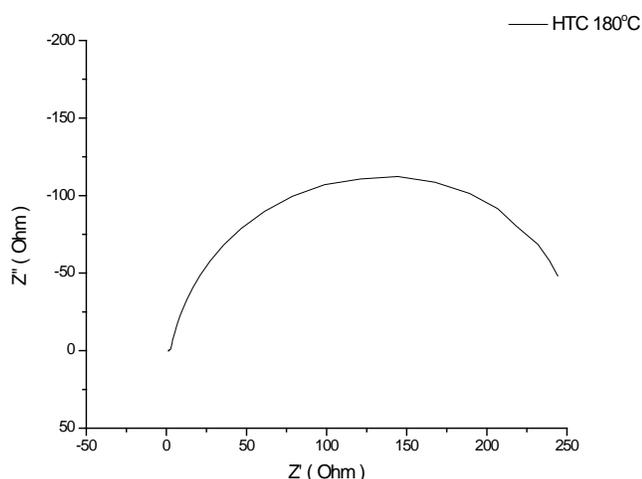
Pengujian Cyclic Voltammetry digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda EDLC yang terbuat dari material CNT. Pengujian ini dilakukan dengan didesitikan material CNT pada *Nickel Foam* yang bertindak sebagai *current collector*. Setelah itu dilakukan proses pengujian dengan voltase 0 – 0,8 V dengan scan rate 5mV/s.

Pengujian cyclic voltammetry dengan menggunakan *nickel foam* yang didesitikan material CNT. Pengujian CV untuk pure Nickel Foam (gambar 7.a) menghasilkan kurva berupa resistif, yang menunjukkan tidak adanya pengaruh baik dari material karbon ataupun material metal oksida ataupun dari larutan. Pada pengujian didapatkan hasil kurva seperti Gambar 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.

Adanya peak oksidasi juga menunjukkan masih adanya pengaruh impurities terhadap sifat kapasitif dari superkapasitor berbasis CNT yang dihasilkan. Jika material nya adalah murni CNT, maka seharusnya didapatkan kurva berbentuk *rectangular*, yang menunjukkan karakteristik *Electric Double Layer Capacitor* dan material karbon. Identifikasi XRD menunjukkan masih adanya peak Fe dari Ferrocene, yang mengakibatkan reaksi redoks terjadi, sehingga memunculkan peak oksidasi pada hasil kurva CV.

Fenomena ini disebabkan karena material CNT yang didesitikan masih belum murni karena masih ada Nanopartikel FeS dan Fe₃C yang terbentuk. Adanya partikel senyawa FeS dan Fe₃C ini membuat konduktivitas rendah

sehingga sangat mempengaruhi transportasi elektron yang nantinya mengakibatkan laju reaksi kimia menjadi sangat lambat dan membuat kemampuan reaksinya sangat rendah. Selain itu, adanya partikel senyawa FeS dan Fe₃C 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.



Gambar 8 Bentuk plot Nyquist pada CNT 180 °C

Dari pengujian EIS seperti Gambar 8 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 Fe₃C yang terbentuk.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa:

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.
3. CNT bisa disintesis pada temperatur yang rendah dengan metode sederhana dan murah yaitu dengan menggunakan metode hidrotermal, dan memiliki potensi yang besar untuk diaplikasikan sebagai superkapasitor
4. Perlu dilakukan proses purifikasi terhadap CNT yang dihasilkan sehingga bisa dihasilkan CNT yang memiliki nilai impurities rendah dan sifat kapasitif yang lebih baik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya dan Laboratorium Kimia Material Departemen Teknik Material yang telah memberikan dukungan dalam menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] 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*.
- [2] Saleh, H. M., dan Koller, M. 2019. “ Introductory Chapter: Carbon Nanotubes ”. *Carbon Nanotubes*.
- [3] 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.
- [4] 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.
- [5] 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*.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] 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.
- [10] 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.
- [11] 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
- [12] 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 Temperatur on Multiple Competitive Processes for Co-Production of Carbon Nanotubes and Hydrogen During Catalytic Reforming of Toluene ”. *Journal of Fuel*, 264, 1-7.