PENGARUH pH DAN KONSENTRASI PERMANGANAT TERHADAP KARAKTERISTIK KOMPOSIT NANOPARTIKEL MnO₂ HASIL REAKSI KMnO₄ DAN KARBON TEMPURUNG KEMIRI (*Aleurites moluccana*) TERAKTIVASI H₃PO₄

CITRA ICHSANI AMALIA MAKKARAKA

H031 18 1302



DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023

PENGARUH pH DAN KONSENTRASI PERMANGANAT TERHADAP KARAKTERISTIK KOMPOSIT NANOPARTIKEL MnO₂ HASIL REAKSI KMnO₄ DAN KARBON TEMPURUNG KEMIRI (Aleurites moluccana) TERAKTIVASI H₃PO₄

Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

Oleh

CITRA ICHSANI AMALIA MAKKARAKA

H031 18 1302



MAKASSAR

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH pH DAN KONSENTRASI PERMANGANAT TERHADAP KARAKTERISTIK KOMPOSIT NANOPARTIKEL MnO₂ HASIL REAKSI KMnO₄ DAN KARBON TEMPURUNG KEMIRI (Aleurites moluccana) TERAKTIVASI H₃PO₄

Disusun dan diajukan oleh

CITRA ICHSANI AMALIA MAKKARAKA

H031 18 1302

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana Program Studi

Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Hasanuddin

Pada 11 Januari 2023

dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

Menyetujui,

Pembimbing Utama

Pembimbing Pertama

Dr. Sqi. Muhammad Zakir, M.Si.

NIP. 19701103 199903 1 001

Dr. St. Fauziah, M.Si.

NIP. 19720202 199903 2 002

Ketua Program Studi

Dr. St Fauziah, M.Si.

NIP.19720202 199903 2 00202

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Citra Ichsani Amalia Makkaraka

NIM : H031181302

ProgramStudi : Kimia

Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul "Pengaruh pH dan Konsentrasi KMnO₄ Terhadap Karakteristik Komposit Nanopartikel MnO₂ Hasil Reaksi KMnO₄ dan Karbon Tempurung Kemiri Teraktivasi H₃PO₄" adalah karya saya sendiri dan tidak melanggar hak cipta pihak lain. Apabila dikemudian hari terbukti bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah hasil karya orang lain yang saya pergunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 11 Januari 2023

Yang Menyatakan,

PRAKATA

Bismillahirrahmanirrahim...

Segala puji syukur hanya kepada Allah SWT. atas berkat hidayah dan rahmat-Nya selama ini hingga akhirnya penulis dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul "Pengaruh pH dan Konsentrasi KMnO₄ Terhadap Karakteristik Komposit Nanopartikel MnO₂ Hasil Reaksi KMnO₄ dan Karbon Tempurung Kemiri Teraktivasi H₃PO₄". Sholawat serta salam semoga tetap tercurah kepada junjungan *Nabiyullah* Muhammad SAW., selaku suri tauladan dan *rahmatan lil'alamin*. Berbagai kendala dan tantangan yang dialami penulis, namun berkat doa, motivasi dan dukungan dari berbagai pihak hingga akhirnya skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada orang tua terkasih, Ibunda Ratna Syam dan Ayahanda Burhan Makkaraka yang telah mendidik dan membesarkan penulis, terima kasih atas semua kasih sayang, dukungan, motivasi, dan doa yang telah diberikan kepada penulis selama ini. Tak lupa, saudara/i penulis (Triana Eka Lestari, Chandra Makkaraka, Azwaluddin Makkaraka, Ayu Maharani, Dinda Darapati) yang telah mensupport dan memotivasi penulis dalam mengerjakan penelitian dan skripsi ini.

Penulis juga mengucapkan banyak terima kasih kepada Bapak Dr. Sci. Muhammad Zakir, M.Si. dan Ibu Dr. St. Fauziah, M.Si. selaku dosen pembimbing yang selama ini telah banyak meluangkan waktu, tenaga, pikiran, dan ilmunya dalam mengarahkan penulis hingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Tak lupa, penulis ucapkan terima kasih kepada Ibu Prof. Dr. Nunuk Hariani, MS. dan Ibu Dr. Seniwati Dali, S.Si, M.Si. selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan kritik, saran dan masukan yang membangun kepada penulis.

Segenap hati yang tulus dan penuh hormat juga penulis huturkan banyak terima kasih kepada :

- Ibu Dr. St. Fauziah, M.Si selaku Ketua Departemen Prodi Kimia Universitas Hasanuddin dan Ibu Dr. Nur Umriani Permatasari, M.Si. selaku sekretaris Departemen Kimia, seluruh dosen-dosen dan staf pegawai prodi Kimia, FMIPA Universitas Hasanuddin.
- Seluruh Dosen Departemen Kimia yang telah membagi ilmunya kepada penulis.
- 3. Seluruh analis dan staf Departemen Kimia FMIPA Unhas, Pak Sugeng, Bu Tini, Pak Iqbal, Kak Linda, Kak Hana, Kak Fiby, Bu Anti, Kak Akbar, Kak Rahma, Kak Tenri, dan Pak Chaerul, yang telah banyak membantu penulis selama melakukan penelitian.
- 4. Rekan Tim Nano, **Jumita, Maya, dan Defa** sumber ide dan drama selama penelitian. Terima kasih atas bantuan dan kerjasamanya dalam proses penelitian.
- 5. Anak-anak Dwianto Family, Kanda Agung, Athala, Rika, Febry, Jumita, dan Fadlia. Terima kasih telah menjadi teman, keluarga, serta tempat keluh kesah selama menjalani kehidupan kampus.
- Teman-teman H18RIDISASI 2018 dan MIPA 2018. Terima kasih telah menjadi wadah berteman, bersosialisasi, mencariilmu, pengalaman, dan keluarga penulis selama menjadi mahasiswa.
- 7. Terima kasih kepada **Kak Safira dan Kak Elva** yang selalu membantu dari awal penelitian hingga selesai.
- Rekan-rekan KKN Enrekang 1 Lala, Nadia, Isti, Yus, Ryan, Angga, Aris,
 Eko yang selalu memberi motivasi dan semangat kepada saya selama meneliti.

9. Bapak/ibu pembimbing PKL Laboratorium Forensik Polri Cab. Makassar:

Pak Gede, Ibu Hasura, Pak Budi, Pak Usman, Kak Diah dan semua

personil Bidang Laboratorium Forensik Polda Sulses terima kasih atas

ilmu dan pengalaman selama kami magang.

10. **Semua pihak** yang tidak sempat disebutkan namanya yang telah terlibat

baik secara langsung maupun tidak langsung dan telah memberikan

bantuan, dukungan, motivasi, serta doa kepada penulis.

11. Kepada diri saya sendiri, yang telah sabar, pantang menyerah, dan selalu

semangat hingga dapat menyelesaikan tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari kata

sempurna dan tidak luput dari segala macam kekurangan, maka dari itu penulis

sangat menghargai apabila ada kritik dan saran, demi penyempurnaan skripsi dan

pengembangan ilmu pengetahuan, serta penelitian kedepannya. Semoga skripsi ini,

dapat memberikan manfaat bagi orang-orang yang berkepentingan. Aamiin.

Makassar, Januari 2022

Penulis

ABSTRAK

Komposit Nanopartikel MnO₂ telah disintesis dengan menggunakan bahan dasar berupa KMnO₄ dan karbon aktif dari tempurung kemiri (KATK) yang diaktivasi menggunakan H₃PO₄ sebagai reduktor untuk mereduksi KMnO₄ menjadi MnO₂. MnO₂ yang dihasilkan sebagian akan terdeposisi pada permukaan karbon aktif dan sebagian terdispersi ke dalam larutan membentuk sistem koloid. Proses pembentukan komposit nanopartikel MnO₂ dipengaruhi oleh beberapa faktor, sehingga pembuatan nanopartikel dalam penelitian ini dilakukan dalam berbagai variasi diantaranya konsentasi dan pH. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan sifat kimia dari karbon aktif yang diaktivasi menggunakan H₃PO₄ dengan metode titrasi boehm, menentukan konsentrasi KMnO4 dan kondisi pH optimum dalam sintesis komposit nanopartikel MnO₂ serta menganalisis karakteristik dari komposit nanopartikel MnO₂ yang dianalisis menggunakan XRD (X-ray dan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa aktivasi menggunakan H₃PO₄ meningkatkan sifat asam dari karbon, dimana kadar asam total dari karbon tempurung kemiri (KTK) dan (KATK) berturut-turut 5,2162 dan 12,9240 meg/gram. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan bahwa kondisi optimum dalam sintesis komposit nanopartikel MnO₂ adalah dengan menggunakan konsentrasi KMnO₄ 0,0040 M pada pH 10 karena dihasilkan absorbansi tertinggi yaitu 2,559. Karakterisasi menggunakan FTIR terdapat puncak serapan pada 562 cm⁻¹ dan 520 cm⁻¹ merupakan vibrasi regangan ikatan Mn-O. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan MnO₂ masuk pada permukaan karbon yang ditunjukkan adanya puncak baru pada 20 sekitar 37,15° dan 65,67° dan diperoreh ukuran partikel dari komposit nanopartikel MnO₂ sebesar 8,4762 nm.

Kata kunci: Komposit nanopartikel MnO₂, Konsentrasi KMnO₄, pH, Tempurung Kemiri, Reduksi.

ABSTRACT

MnO₂ nanoparticle composites have been synthesized using basic materials in the form of KMnO₄ and activated carbon from candlenut shells (KATK) which are activated using H₃PO₄ as a reducing agent to reduce KMnO₄ to MnO₂. The resulting MnO₂ will be partially deposited on the surface of the activated carbon and partially dispersed into the solution to form a colloidal system. The process of forming MnO₂ nanoparticle composites is influenced by several factors, so the manufacture of nanoparticles in this study was carried out in various variations including concentration and pH. This study aims to determine the chemical properties of activated carbon which is activated using H₃PO₄ by the Boehm titration method, determine the concentration of KMnO₄ and optimum pH conditions in the synthesis of MnO₂ nanoparticle composites, and analyze the characteristics of the MnO₂ nanoparticle composite which were analyzed using XRD (X-ray Diffraction) and FTIR. The results showed that activation using H₃PO₄ increased the acidity of the carbon, where the total acid content of candlenut shell carbon (KTK) and (KATK) was 5.2162 and 12.9240 meq/gram, respectively. The results of the analysis using UV-Vis spectrophotometer showed that the optimum condition in the synthesis of MnO₂ nanoparticle composites was using 0.0040 M KMnO₄ concentration at pH 10 because the highest absorbance was 2.559. Characterization using FTIR showed that the absorption peaks at 562 cm-1 and 520 cm-1 were strain vibrations of the Mn-O bond. Characterization using XRD showed that MnO2 entered the carbon surface which was indicated by a new peak at 2θ around 37.15° and 65.67° and the particle size of the MnO₂ nanoparticle composite was 8.4762 nm.

Keywords: MnO₂ nanoparticle composite, KMnO₄ concentration, pH, Candlenut shell, Reduction.

DAFTAR ISI

I	Halaman
PRAKATA	v
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
DAFTAR SIMBOL	XV
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Maksud danTujuan Penelitian	6
1.3.1 Maksud Penelitian	6
1.3.2 Tujuan Penelitian	6
1.4 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Nanopartikel	7
2.2 Karbon Aktif	8
2.3 Tempurung Kemiri Sebagai Karbon Aktif	13
2.4 Nanopartikel MnO ₂ /AC	16
2.5 Karakterisasi Nanopartikel (XRD dan UV-Vis)	19
BAB III METODE PENELITIAN	22
3.1 Bahan Penelitian	22

3.2 Alat Penelitian
3.3 Waktu Dan Tempat Penelitian
3.4 Prosedur Penelitian
3.4.1 Pembuatan Larutan Pereaksi
3.5 Pembuatan Karbon Aktif Tempurung Kemiri
3.6 Sintesis Komposit Nanopartikel MnO ₂
3.6.1 Pengaruh Konsentrasi KMnO ₄
3.6.2 Pengaruh pH
3.6.3 Sintesis Nanopartikel MnO ₂ Pada Konsentrasi dan pH optimum
3.7 Titrasi Boehm
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Preparasi Sampel Tempurung Kemiri
4.2 Karbonisasi
4.3 Aktivasi Karbon
4.4 Sintesis Komposit Nanopartikel MnO ₂
4.4.1 Pengaruh Konsentrasi KMnO ₄
4.4.2 Pengaruh pH
4.5 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR
4.6 Karakterisasi dengan Metode Titrasi Boehm
4.7 Data XRD
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan
5.2 Saran
DAFTAR PUSTAKA
I AMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gai	mbar h	alaman
1.	Sintesis karbon dengan metode karbonisasi	11
2.	Mekanisme pengaktifan karbon dengan larutan H ₃ PO ₄	12
3.	Tempurung kemiri	15
4.	Mikrofotogram menggunakan SEM pada permukaan arang dan arang aktif tempurung kemiri (Perbesaran 5000x).	16
5.	Struktur dari α-MnO2 dan β-MnO2	17
6.	Pola XRD Karbon dan MnO ₂ /AC	20
7.	Spektrum serapan dari larutan MnO ₄ dan filtrat hasil ruduksi KMnO ₄	21
8.	Spektrum FTIR nanopartikel MnO ₂ /AC	21
9.	Sampel tempurung kemiri yang telah bersih	28
10.	Karbon tempurung kemirin (KTK) Ukuran 150 Mesh	29
11.	Karbon aktif tempurung kemiri (KATK)	30
12.	Spektrum serapan UV-Vis dari KMnO ₄ dan koloid MnO ₂ yang disentesis serta A (Akuades), B (larutan KMnO ₄), dan C (koloid MnO ₂) ketika ditembakkan sinar laser	30
13.	Ilustrasi pembentukan komposit nanopartikel MnO ₂	32
14.	Spektrum UV-Vis filtrat hasil reduksi KMnO ₄ oleh KATK pada variasi konsentrasi	33
15.	Fraksi [MnO ₄] dalam larutan (%) variasi konsentrasi	35
16.	Kadar MnO ₂ pada variasi konsentrasi	37
17.	Spektrum UV-Vis filtrat hasil reduksi KMnO ₄ oleh KATK pada variasi pH	38
18.	Fraksi [MnO ₄ -] dalam larutan (%) variasi konsentrasi	39

19.	Spektrum UV-Vis filtrat hasil reduksi KMnO ₄ oleh KATK pada pH 12	41
20.	Kadar koloid MnO ₂ pada variasi pH	41
21.	Spektrum FTIR karbon tempurung kemiri (KTK); karbon aktif tempurung kemiri (KATK); dan Komposit MnO ₂ (MnO ₂ /AC)	43
22.	Grafik perbandingan gugus-gugus fungsi dari KTK, KATK, dan MnO_2/AC .	44
23.	Mekanisme reduksi MnO ₄ menjadi MnO ₂	46
24.	Pola didraksi XRD KATK dan MnO ₂ /AC	47

DAFTAR TABEL

Tal	bel hal	laman
1.	Persyaratan karbon aktif menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) No.06-3730-1995	13
2.	Komponen kimia tempurung kemiri	15
3.	Data UV-Vis filtrat hasil reduksi larutan KMnO ₄ oleh KATK pada variasi konsentrasi	35
4.	Data UV-Vis filtrat hasil reduksi larutan KMnO ₄ oleh KATK pada variasi pH	40
5.	Perbandingan bilangan gelombang pita serapan KTK, KATK, dan MnO ₂ /AC	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lar	Lampiran hala	
1.	Diagram alir penelitian.	55
2.	Bagan kerja	56
3.	Perhitungan pembuatan larutan pereaksi	60
4.	Dokumentasi penelitian	62
5.	Hasil karakterisasi FTIR KTK, KATK, dan MnO ₂ /AC	65
6.	Hasil Karkterisasi UV-Vis	68
7.	Perhitungan sisa [MnO ₄] dalam larutan dan kadar MnO ₂ variasi konsentrasi.	78
8.	Perhitungan sisa $[MnO_4^-]$ dalam larutan dan kadar MnO_2 variasi pH	82
9.	Hasil karakterisasi XRD.	88
10.	Hasil perhitungan gugus fungsional asam dan basa pada titrasi boehm	89

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Simbol/ singkatan arti

AC Activited Carbon

FTIR Fourier Transform Infrared

F/g Farad per gram

JCPDS International Center for Difraction Data

KTK Karbon Tempurung Kemiri

KATK Karbon Aktif Tempurung Kemiri

M Molar

nm Nanometer

N Normalitas

UV-Vis Ultra Violet Visible

XRD X-Ray Diffraction

BABI

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoscience merupakan ilmu yang mempelajari fenomena khususnya pada benda yang berukuran 1 sampai 100 nm. Nanoteknologi adalah istilah umum yang merujuk pada teknik dan metode untuk mempelajari, mendesain, dan fabrikasi alat pada tingkatan atom maupum molekul. Nanopartikel merupakan pengembangan dari nanoteknologi yang unik dan dapat diaplikasikan secara luas dalam berbagai bidang kehidupan, seperti sebagai elektroda superkapasitor elektrokimia, katalis, sensor, dan adsorben. Peran nanopartikel begitu penting dalam pengembangan ilmu pengetahuan maupun teknologi (Amin dkk., 2019).

Kajian sains nanopartikel pada dekade terakhir ini telah menjadi kajian yang intensif dilakukan. Kajian sains nanopartikel pada logam Golongan VIIB juga telah dilakukan, khususnya Mangan (Mn) dan Teknesium (Tc) dikarenakan harganya murah, toksisitas yang rendah, dan kelimpahannya di alam cukup banyak sehingga sangat efektif untuk digunakan sebagai elektroda pada superkapasitor. Reduksi TcO₄ untuk menghasilkan koloid TcO₂.nH₂O melalui proses yang melibatkan reaksi bimolekuler TcO₄ dengan elektron terhidrasi diikuti oleh reaksi disproposional berturut-turut Tc (VI) dan Tc (V) menjadi Tc (IV). Pada larutan asam, TcO₄ direduksi oleh H⁺ untuk menghasilkan spesies polimerik Tc (IV). Spesies Tc (IV) terlarut yang diusulkan sebagai spesies Tc (IV) polimer terbentuk ketika larutan TcO₄ pada pH 1,8. Pada pH 2,7 koloid teknesium (IV) oksida terbentuk selain spesies polimer Tc (IV). Pada pH 4,1 hanya koloid TcO₂.nH₂O yang terbentuk. Seiring dengan meningkatnya pH larutan, menunjukan bahwa spesies polimer Tc (IV) adalah prekursor koloid

TcO₂,nH₂O. Kajian mekanisme pembentukan nanopartikel MnO₂ juga perlu dilakukan sehingga diharapkan memberikan kontribusi baru dalam perkembangan sains nanopartikel (Sekine dkk. 2004; Zakir dkk. 2005). Pembentukan nanopartikel MnO₂ dikaitkan dengan pembentukan TcO₂ (Mn dan Tc berada pada golongan yang sama pada tabel periodik yaitu golongan VII B). Pada penelitian ini, nanopartikel MnO₂ disintesis menggunakan bahan dasar berupa KMnO₄ dan karbon aktif dari tempurung kemiri yang diaktivasi menggunakan H₃PO₄ sebagai reduktor untuk mereduksi KMnO₄ menjadi MnO₂ (Zhang dkk., 2012).

Menurut Zakir dkk. (2013), dan Nursiti dkk. (2018), salah satu cara untuk meningkatkan nilai KS (kapasitansi spesifik) adalah dengan memanfaatkan efek pseoudokapasitansi yang tergantung pada sifat fungsional permukaan karbon dan adanya spesies elektroaktif seperti logam transisi: Ru, Ir, W, Mo, Mn, Ni, Co; nitrida, dan senyawa polimer penghantar (*conducting polymers*) yang "ditanam (*deposited*)" pada permukaan karbon.

Nanopartikel MnO₂ yang dikompositkan bersama dengan karbon aktif akan menghasilkan elektroda superkapasitor yang memiliki kapasitas dan konduktivitas yang tinggi. Penelitian yang dilakukan oleh Zhang dkk. (2012), mendeposisikan nanopartikel MnO₂ bersama dengan karbon aktif menghasilkan elektroda superkapasitor yang memiliki kapasitas spesifik sebesar 201 F/g. Penelitian yang dilakukan oleh Wang dkk. (2015), mensintesis komposit MnO₂/karbon aktif untuk superkapasitor diperoleh kapasitas sebesar 332.6 F/g. Penelitian yang dilakukan oleh Nursiti dkk. (2018), mensintesis MnO₂/C yang memiliki kapasitas 48 F tiap satu gram dibandingkan dengan kapasitor komersil yang kapasitasnya hanya 100 mF tiap 30 gram massa total kapasitor. Hal ini menunjukan bahwa superkapasitor dengan material nanokomposit MnO₂/C yang disintesis jauh lebih unggul dibanding kapasitor komersil.

Tempurung kemiri dipilih sebagai bahan baku dari karbon aktif karena bahan ini sangat mudah untuk didapatkan, harganya relatif murah dan juga sebagai upaya pengelolaan terhadap limbah. Tempurung kemiri dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif karena tersusun dari selulosa, holoselulosa, lignin dan komponen anorganik. Berdasarkan kandungan senyawa kimia tempurung kemiri yaitu, holoselulosa 49,22%, pentosa 14,55% dan lignin 54,68% maka tempurung kemiri sangat baik untuk dimanfaatkan sebagai material awal pembuatan karbon aktif (Lempang dkk., 2009; Bonelli, 2001).

Pembuatan karbon aktif melalui beberapa tahap diantaranya tahap karbonisasi dan aktivasi. Bahan baku karbon aktif dikarbonisasi untuk menghilangkan zat pengotor pada permukaan karbon sehingga pori-pori terbuka. Pada saat korbonisasi, luas permukaan telah terbuka tetapi masih terdapat pengotor yang menutupi pori, sehingga perlu dilakukan aktivasi dengan cara perendaman menggunakan asam fosfat untuk mengaktifkan karbon dengan mengangkat residu-residu yang menutupi permukaan pori sehingga dihasilkan karbon dengan luas permukaan yang lebih besar (Manocha, 2003). Faujiah (2012), membuat karbon aktif dari limbah padat dari industri agar-agar menggunakan tiga aktivator yaitu H₃PO₄, KOH dan ZnCl₂. Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa aktivator terbaik adalah H₃PO₄ karena asam ini berperan sebagai katalis untuk meningkatkan laju reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa dan hemiselulosa, hidrolisis, dehidrasi dan kondensasi disertai dengan reaksi pengikatan silang antara asam fosfat dan biopolimer lignoselulosa (Osvaldo dan Faisal, 2012). Menurut Safii dan Mitarlis (2013), penggunaan asam sebagai aktivator dapat memperbaiki pori di dalam struktur karbon yang dapat meningkatkan nilai kapasitansi dari karbon aktif.

Sejak tahun 2014, aplikasi karbon aktif biomassa limbah pertanian sebagai energy storage material baik dalam baterei maupun kapasitor juga telah dilakukan, misalnya KASP (karbon akrif sekam padi) (Alif dkk., 2014). Kendala utama yang dihadapi dalam preparasi KASP sebagai bahan penyimpan energi (energy storage material) adalah ketervariasian ukuran pori yang diperoleh mulai dari mikropori (<2 nm), mesopori (2-50 nm) dan makropori (>50 nm). Transport ion elektrolit dalam KASP dengan karakteristik pori demikian akan sangat lambat sehingga akan membatasi pembentukan electric double layer (lapisan ganda listrik), yang pada akhirnya akan menurunkan daya muat/kapasitansi elektroda untuk aplikasi superkapasitor (Chen, dkk. 2015). Nanopartikel MnO2 dapat memberikan efek pseudo-kapasitif yang akan meningkatkan kapasitansi melalui reaksi redoks proton atau kation dengan elektrolit dalam sistem kapasitor (Chen dkk., 2018; Yao dkk., 2019). Oleh hal itu, pada penelitian ini nanopartikel MnO₂ akan dikompositkan pada KATK dengan prekursor KMnO₄. Mangan oksida (nanopartikel MnO₂) merupakan salah satu senyawa pseudo-kapasitif yang dapat meningkatkan kapasitansi superkapasitor secara revolusioner.

Sintesis komposit nanopartikel MnO₂ sangat dipengaruhi oleh pH maupun konsentrasi KMnO₄ yang digunakan. Kondisi pH dan konsentrasi KMnO₄ pada sintesis nanopartikel MnO₂ sangat mempengaruhi kristalinitas yang terbentuk. Penelitian yang dilakukan oleh Putri dan Nurhidayanti (2017), telah berhasil mensintesis MnO₂ dari KMnO₄ pada suasana basa dan asam. Hasil yang didapatkan pada suasana asam cenderung memiliki derajat kristalinitas rendah, sedangkan pada suasana basa cenderung *amorf* dengan luas permukaan yang lebih luas dibandingkan suasana asam. Penelitian yang dilakukan oleh Fitriani (2017), mensintesis nanopartikel MnO₂/karbon aktif dengan memvariasikan konsentrasi

KMnO₄ diperoleh hasil semakin tinggi konsentrasi KMnO₄ yang digunakan maka semakin banyak MnO₂ yang dihasilkan.

Berdasarkan latar belakang di atas maka dilakukan penelitian tentang pengaruh pH dan konsentrasi KMnO₄ terhadap karakteristik komposit nanopartikel MnO₂ hasil reaksi KMnO₄ dan karbon tempurung kemiri teraktivasi H₃PO₄, untuk mengetahui kondisi pH optimum dan bagaimana pengaruh konsentrasi terhadap proses pembentukan komposit nanopartikel MnO₂. Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini yaitu, *Fourier Transformed Infrared* (FTIR) dan titrasi Boehm untuk analisis gugus fungsi, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui keberadaan MnO₂ pada permukaan karbon aktif dan ukuran partikelnya, dan UV-Vis untuk mengetahui keberadaan MnO₂ yang kemungkinan besar terdispersi dalam larutan membentuk sistem koloid.

1.2 Rumusan Masalah

- 1. Bagaimana pengaruh aktivator H_3PO_4 terhadap sifat kimia karbon aktif terpurung kemiri?
- 2. Bagaimana pengaruh pH dan konsentrasi KMnO₄ terhadap proses reduksi pembentukan komposit nanopartikel MnO₂?
- 3. Bagaimana karakteristik komposit nanopartikel MnO₂ hasil reduksi dari KMnO₄ oleh karbon aktif tempurung kemiri ?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud dari penilitian ini adalah mensintesis komposit nanopartikel MnO₂ hasil reaksi KMnO₄ dan karbon tempurung kemiri teraktivasi H₃PO₄ dan menentukan pH dan konsentrasi KMnO₄ optimum dalam proses reduksi pembuatan komposit nanopartikel MnO₂.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- 1. menentukan pengaruh aktivator H_3PO_4 terhadap sifat kimia karbon aktif terpurung kemiri.
- 2. menentukan pengaruh pH dan konsentrasi KMnO₄ terhadap proses reduksi pembentukan komposit nanopartikel MnO₂.
- 3. menganalisis karakteristik komposit nanopartikel MnO_2 hasil reduksi dari $KMnO_4$ oleh karbon aktif tempurung kemiri.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi pembuatan komposit nanopartikel MnO_2 dan memberikan data mengenai pengaruh pH dan konsentrasi terhadap proses pembentukan komposit nanopartikel MnO_2 serta pengaruh aktivator H_3PO_4 terhadap sifat kimia karbon aktif tempurung kemiri.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel

Semakin berkembangnya zaman dan teknologi saat ini mengakibatkan kebutuhan akan penelitian dan pengembangan dalam segala bidang semakin meningkat pesat, terutama dalam bidang material. Hal yang mendasarkan kemajuan teknologi ini adalah semakin dibutuhkannya material baru guna menunjang bidang industri yang lain. Material yang berpotensi dikembangkan ialah nanopartikel. Nanopartikel didefisinikan sebagai partikel yang berukuran 1-100 nm. Nanopartikel menjadi kajian yang baik, karena nanopartikel mempunyai sifat-sifat yang benar-benar baru atau lebih baik bedasarkan karakteristik spesifik (ukuran, morfologi, fasa) jika dibandingkan dengan partikel bulk yang lebih besar (Ariningsih, 2016).

Nanopartikel merupakan bagian dari nanoteknologi yang paling banyak dikembangkan. Saat ini, nanopartikel menjadi penelitian yang sangat berkembang dengan pengaplikasiannya yang luas baik dalam bidang elektronik, lingkungan, dan biomedis. Penelitian nanopartikel dari logam merupakan salah satu jenis nanopartikel yang paling banyak dikembangkan. Berdasarkan jumlah logam penyusunnya, nanopartikel dapat dibedakan menjadi nanopartikel bimetal (tersusun atas dua logam), nanopartikel trimetal (tersusun dari tiga logam), dan nanopartikel multi metal (tersusun lebih dari tiga logam). Nanopartikel pada umumnya memiliki sifat yang berbeda tergantung dari ukurannya. Berbagai sifat nanopartikel tersebut dapat dimodifikasi melalui pengontrolan ukuran partikel, komposisi kimia, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel (Prasetiowati dkk., 2018).

Hampir semua material dapat dibuat dalam bentuk nanokristal dan nanopartikel, untuk menghasilkan sifat lebih unggul, yang bergantung pada pemrosesan, manipulasi dan komposisinya (wianto dkk., 2010). Kenyataan bahwa atom dan molekul yang terdapat dalam material yang berskala nano dapat bekerja secara terpisah yang menarik perhatian berbagai disiplin ilmu lain seperti kimia, biologi, fisika, elektronik, ilmu material, dan teknik untuk bergabung dan memberikan kontribusi untuk mempelajari dan mengembangkan berbagai aplikasi nanomaterial. Menurut Pal dkk. (2011), berikut beberapa contoh penerapan teknologi nano dalam berbagai bidang:

- 1. Nanomedisinal, contohnya nano *drugs/delivery drug* (suatu cara untuk mengirim obat-obatan ke dalam bagian tubuh yang sakit secara efektif dan efisien), peralatan medis, dan rekayasa jaringan.
- 2. Militer dan energi, contohnya biosensor, senjata, dan perbaikan sensorik.
- 3. Produksi dan penyimpanan energi, contohnya *Hydrogen fuell cell*, elektroda superkapasitor.
- 4. Ilmu bahan, contohnya pengembangan material yang lebih ringan dan lebih kuat menggunakan komposit.
- 5. Makanan, air, dan lingkungan, contohnya filter pemurnian air, udara, dan bahan bakar, *remedy methods* (pengembangan metode-metode perbaikan dalam bidang-bidang tersebut)
- 6. Peralatan, contohnya tunneling microscopy.

2.3 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah karbon yang sudah diaktifkan dengan zat aktivator sehingga pori-porinya terbuka. Karbon aktif berbentuk amorf disusun oleh atom-atom karbon yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi yang heksagonal.

Hidrokarbon yang hilang pada permukaan tersebut maka permukaan karbon menjadi lebih luas (Surest dkk., 2008). Ikatan yang terbentuk pada karbon aktif akan memiliki luas permukaan berkisar antara 300 m²/g hingga 3500 m²/g. Ukuran dari luas permukaan karbon aktif berkaitan dengan struktur pori karbon aktif. Selama ini di pasaran lebih dikenal karbon aktif dari tempurung kelapa, namun sebenarnya karbon aktif dapat dibuat dari berbagai bahan organik maupun non organik, selama bahan tersebut mengandung unsur karbon (C), seperti sekam padi, ampas tebu, tongkol jagung, dan tempurung kemiri (Tarayana, 2002).

Karbon aktif merupakan material berpori dengan kandungan karbon 87 % - 97 % dan sisanya berupa hidrogen, oksigen, sulfur, dan material lain. (Austin, 2006). Karbon aktif memiliki bentuk karbon mikrokristalin dan nongraphitic. Analisis sinar-X dari karbon aktif menunjukkan struktur yang jauh lebih teratur daripada grafit, hanya memiliki beberapa lapis kristalit dengan ketebalan kurang dari 10 nm (Smisek dan Cerny, 1970). Karbon aktif dapat dibedakan dari karbon biasa berdasarkan sifat pada permukaannya. Permukaan pada karbon masih ditutupi oleh deposit hidrokarbon yang menghambat keaktifannya, sedangkan pada karbon aktif permukaannya relatif telah bebas dari deposit dan mampu mengadsorpsi karena permukaannya luas dan pori-porinya telah terbuka (Lempang dkk., 2013).

Karbon berpori potensial untuk digunakan sebagai material elektroda superkapasitor karena memiliki potensi kerapatan energi yang tinggi, aksesibilitas pori yang baik, dan biaya pembuatan yang relatif murah. Untuk meningkatkan kapasitansi energi dari superkapasitor dapat dilakukan dengan menyiapkan material karbon berpori yang memiliki fraksi mesopori dan luas permukaan yang tinggi. Karbon berpori dapat dibuat dengan cara karbonisasi bahan alami seperti

batu bara, tempurung kelapa, tongkol jagung, kayu, bambu, limbah kertas. Sebab itu, banyak penelitian yang menggunakan bahan sintetis memanipulasi struktur pori dengan penggunaan zat tertentu agar diperoleh karbon berpori yang berkualitas yang nantinya digunakan sebagai elektroda material superkapasitor. Berdasarkan klasifikasi IUPAC, pori dibagi menjadi 3 jenis yaitu mikropori (<2 nm), mesopori (2-50 nm) dan makropori (>50 nm) (Ariyanto dkk., 2012).

Industri pembuatan karbon aktif di Indonesia telah mengalami kemajuan yang cukup pesat. Hal tersebut disebabkan oleh semakin meningkatnya permintaan pasar, baik dalam negeri maupun untuk diekspor ke luar negeri. Peningkatan kebutuhan akan karbon aktif ini diakibatkan oleh semakin banyaknya aplikasi karbon aktif untuk industri dan berbagai peralatan bantu manusia. Karbon aktif dapat dipergunakan untuk berbagai industri, antara lain yaitu industri obat-obatan, makanan, minuman, pengolahan air (penjernihan air), dan lain-lain. Hampir 70% produk karbon aktif digunakan untuk pemurnian dalam sektor minyak kelapa, farmasi, dan kimia (Sulaiman dkk., 2017).

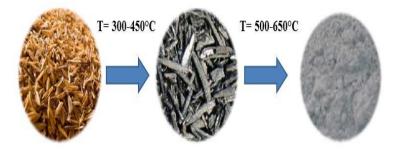
Dewasa ini, proses sintesis partikel karbon dengan ukuran rentang 0,10 – 1 μm dari berbagai sumber karbon telah banyak dilakukan. Beberapa sumber karbon yang banyak digunakan oleh para peneliti diantaranya gula, glukosa, siklodekstrin, fruktosa, selulosa, sukrosa, amilopektin, tepung, molekul organik, dan limbah biomassa (monosakarida, heksosa, dan pentosa) yang memiliki kelimpahan tinggi, ramah lingkungan, dan kualitas produk yang baik. Pada dasarnya, sintesis partikel karbon dapat dilakukan dengan cara mendegradasi sumber karbon pada suhu tinggi. Secara umum, sintesis partikel karbon aktif dapat dilakukan dengan empat tahap, yaitu: pemilihan bahan dasar, dehidrasi, karbonisasi, dan aktivasi (Rahman dkk., 2015).

1. Pemilihan bahan dasar

Berbagai macam bahan dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam permbuatan karbon aktif selama bahan tersebut mengandung unsur karbon. Selain mengandung unsur karbon, kriteria lain yang harus dimiliki bahan dasar karbon aktif yaitu unsur anorganik yang rendah, memiliki daya tahan yang baik, dan mudah untuk diaktivasi (Marsh dan Reinoso, 2006).

2. Karbonisasi

Karbonisasi biasa disebut sebagai pirolisis yang memecah senyawa kompleks menjadi senyawa yang lebih sederhana dengan pembakaran tidak sempurna dari bahan-bahan organik menggunakan alat pembakaran. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan zat-zat yang mudah menguap yang menutupi pori-pori karbon aktif (Sembiring dan Sinaga, 2003). Proses sintesis karbon dengan metode karbonisasi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Sintesis karbon dengan metode karbonisasi (Rahman dkk., 2015).

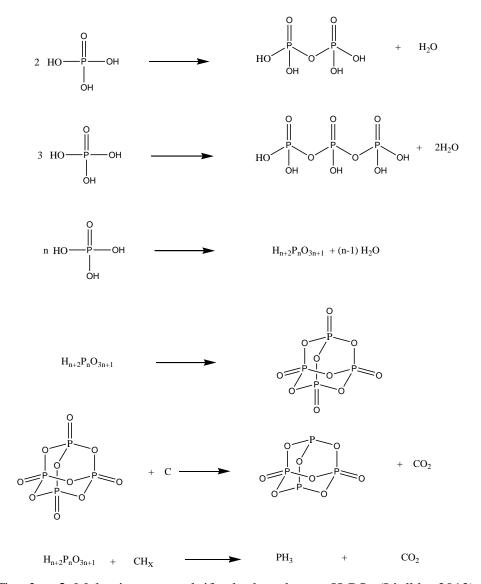
3. Dehidrasi

Dehidrasi adalah proses yang bertujuan untuk menyempurnakan proses karbonisasi, pada proses ini terjadi penghilangan kadar air dalam bahan dasar. Dehidrasi dapat dilakukan dengan cara menjemur bahan dasar dibawah sinar matahari langsung atau memanaskannya dalam oven (Luziana, 2018). Proses Sintesis karbon dengan metode dehidrasi dapat dilihat pada reaksi berikut.

$$(C_6H_{10}O_5)n \longrightarrow 6n C + 5n H_2O$$

4. Aktivasi

Aktivasi merupakan proses yang bertujuan untuk memperbesar pori yang telah dibersihkan dari dari zat-zat yang mudah menguap yang menutupi pori-pori karbon aktif. Proses ini akan memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga karbon aktif akan mengalami perubahan sifat, baik fisika maupun kimia yaitu luas permukaannya bertambah besar (Budiono dkk, 2010). Mekanisme aktivasi karbon dengan larutan H₃PO₄ bisa dilihat pada Gambar 2 (Li dkk., 2012).



Gambar 2. Mekanisme pengaktifan karbon dengan H₃PO₄ (Li dkk., 2012).

Aktivasi secara kimia pada prinsipnya adalah penambahan senyawa kimia tertentu pada karbon aktif sebelum dipanaskan contohnya seperti H₃PO₄, ZnCl₂, KOH, H₂SO₄, dan NaOH (Meisrilestari dkk., 2013). Pada penelitian ini senyawa kimia yang digunakan sebagai bahan aktivator yaitu H₃PO₄. Aktivator H₃PO₄ dipilih pada penelitian ini karena senyawa ini memiliki stabilitas termal dan karakter kovalen yang tinggi, selain itu aktivasi karbon dengan aktivator H₃PO₄ akan menyebabkan pori-pori permukaan karbon akan menjadi lebih banyak dan teratur (Ezo dkk., 2021).

Karakteristik karbon aktif yang dihasilkan harus memenuhi SNI, kecuali kadar abu. Tingkat keaktifan karbon cukup tinggi, hal ini terlihat dari daya serap iodnya sebesar 28,9 % (Husin, 2003). Persyaratan karbon aktif menurut SNI dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Persyaratan karbon aktif menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) No.06-3730-1995

	o. Uraian	Persyaratan	
No.		Butiran	Serbuk
1	Kadar senyawa volatil (%)	Maks 15	Maks 25
2	Kadar air (%)	Maks 4,5	Maks 15
3	Kadar abu (%)	Maks 2,5	Maks 10
4	Bagian tak mengarang	0	0
5	Daya serap terhadap I ₂ (mg/g)	Min 750	Min 750
6	Karbon aktif murni (%)	Min 80	Min 60
7	Daya serap terhadap benzene (%)	Min 25	-
8	Daya serap terhadap metilen biru (mg/g)	Min 60	Min 120
9	Bobot jenis curah (g/mL)	0,45-0,55	0,3-0,35
10	Lolos mesh	-	Min 90

2.4 Kemiri Sebagai Sumber Karbon Aktif

Aleurites moluccana (L.) Willd., atau lebih dikenal dengan nama kemiri, merupakan salah satu pohon serbaguna yang dibudidayakan secara luas. Kemiri

telah lama ditanam di Indonesia, baik untuk tujuan komersial untuk menunjang kehidupan masyarakat sehari-hari maupun subsisten (untuk kebutuhan sendiri). Biji kemiri dapat digunakan sebagai bahan media penerangan, masakan dan obat-obatan, sedangkan batangnya dapat digunakan untuk kayu (Krisnawati dkk., 2011). Tanaman kemiri memiliki kelebihan yaitu tidak banyak membutuhkan syarat tumbuh dan dapat tumbuh di daerah beriklim kering dan beriklim basah. Tanaman kemiri yang pada awalnya tumbuh secara alami kemudian ditanam oleh masyarakat khususnya di daerah pedesaan (Rosman dan Djauhariya, 2008). Menurut Krisnawati dkk (2011), tanaman kemiri dapat diklasifisikan sebagai berikut:

Kingdom : Plantae

Divisi : Spermatophyta

Subdivisi : Angiospermae

Kelas : Dicotyledoneae

Ordo : Archichlamydae

Familia : Euphorbiaceae

Genus : Aleurites

Spesies : Aleurites moluccana

Karbon aktif dapat dibuat dari tempurung kemiri yang ada saat ini masih berupa limbah. Tempurung kemiri memang merupakan limbah organik yang dapat diuraikan namun dengan teksturnya yang cukup keras membutuhkan waktu yang lama untuk menguraikannya secara alamiah. Berdasarkan hal tersebut, maka tempurung kemiri dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif. Tempurung kemiri dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Tempurung kemiri (Krisnawati dkk., 2011).

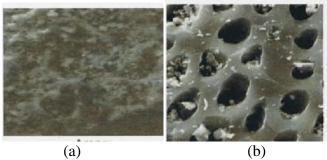
Pengolahan tempurung kemiri sebagai karbon aktif adalah salah satu cara mudah untuk menambah nilai ekonomis dan menghasilkan produk yang aman dan ramah lingkungan. Karbon aktif dibuat dengan proses karbonisasi suhu tinggi di dalam furnace. Karbon hasil karbonisasi tersebut kemudian diaktifkan dengan asam kuat. Kualitas karbon aktif tergantung pada proses karbonisasi dan proses aktivasi (Sulaiman dkk., 2017). Komponen kimia tempurung kemiri dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Komponen kimia tempurung kemiri (Lempang dkk., 2011).

No.	Komponen	Kadar (%)
1	Haloselulosa	49,22
2	Pentosa	14,55
3	Lignin	54,46
4	Ekstraktif:	
	 Kelarutan dalam air dingin 	1,96
	 Kelarutan dalam air panas 	6,18
	- Kelarutan dalam alkohol-benzen 1:2	2,69
5	Kelarutan dalam NaOH 1%	17,14
	Abu	8,73

Tabel 2. Menunjukan bahwa kandungan lignin dari tempurung kemiri lebih tinggi dari pada selulosa dan hemiselulosa. Lignin tersebut berperan sebagai penyusun utama dinding sel sehingga menyebabkan struktur tempurung kemiri menjadi kaku dan keras. Sifat struktur tersebut disebabkan karena selulosa dan

hemiselulosa pada tempurung kemiri berikatan dengan lignin sehingga menutupi terbentuknya pori-pori pada tempurung (Lempang dkk., 2009). Oleh karena itu untuk membuat karbon aktif diperlukan suatu perlakuan yang dapat memutuskan ikatan lignin dengan selulosa dan hemiselulosa yaitu dengan perendaman dengan senyawa kimia sebagai aktivator. Pemisahan lignin dengan selulosa dan hemiselulosa dapat membentuk pori-pori yang sudah bersih dari zat pengotor sehingga dapat digunakan sebagai karbon aktif (Handayani, 2010). Perbandingan morfologi permukaan karbon dengan karbon aktif tempurung kemiri dapat dilihat pada Gambar 4.

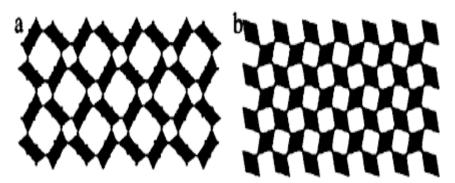


Gambar 4. Mikrofotogram menggunakan SEM pada permukaan karbon (a) dan (b) karbon aktif tempurung kemiri Perbesaran 5000x (Lempang dkk., 2013).

2.3 Nanopartikel MnO₂/AC

Mangan (IV) oksida adalah senyawa anorganik dengan rumus MnO_2 . Bentuknya padatan warna coklat atau kehitaman ini terjadi secara alami sebagai mineral *pyrolusite*, yang merupakan bijih utama. Mangan oksida (MnO_2) adalah representasi terbaik dari kelas material yang mengandung banyak unsur kimia dan sangat menarik karena kaya akan ikatan kovalen Mn serta berbagai polimorfi struktur kristal, seperti β -, α -, δ -, $dan \gamma$ - MnO_2 (Feng, 2014).

Setiap material oksida mangan ini terdiri atas suatu struktur tunnel yang banyak digunakan sebagai katalis yang selektif, penukar ion, dan penukar molekul (Saridewi dkk., 2015). Diantara semua TMO (Transition metal Oxides), seperti IrO₂, NiO, Ni(OH)₂, CoO_x, Co₃O₄, SnO₂, V₂O₅, dan MoO₂. α-MnO₂ adalah salah satu dari bahan yang paling menarik dan disukai untuk katalitik, magnetis dan kapasitor elektrokimia karena biayanya yang rendah, berlimpah di bumi, tidak beracun, jangkauan potensial yang luas dan lingkungan kompatibilitas. Kinerja elektrokimia α-MnO₂ berdasarkan ukuran kristal, sifat fisik, struktur kristal dan karakteristik morfologi. Sifat elektrokatalis dari MnO₂ salah satunya tergantung oleh struktur kristal dan nilai teoretis dari kapasitansi spesifik untuk aplikasi penyimpanan energi nanopartikel mangan dioksida adalah 1370 F/g (Sivakumar dan Prabu, 2021). Menurut Cao dkk. (2012), Kemampuan elektrokatalis dari MnO₂ dengan struktur polimorfi berbeda memiliki kemampuan semakin meningkat dari β - $< \lambda$ - $< \gamma$ - $< \alpha$. α -MnO₂ membentuk terowongan (2x2) dan (1x1) dengan ukuran sebesar 4,6 Å. Oleh karena itu, α-MnO₂ merupakan struktur kristalinitas yang sangat berpotensi menghasilkan densitas arus tertinggi dibandingkan struktur lainnya. Sebaliknya, kristalinitas amorf akan menyebabkan partikelnya tersusun atas beragam terowongan yang menciptakan hambatan yang tinggi dan menyulitkan difusi kation anion (Huang dkk, 2015). Struktur dari α-MnO₂ dan β-MnO₂ yang tersusun atas rantai ganda MnO₆ oktahedral dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. (a) Struktur dari α -MnO₂ tersusun atas rantai ganda MnO₆ oktahedral. (b) β -MnO₂ tersusun atas rantai tunggal MnO₆ oktahedral (Permana, 2016).

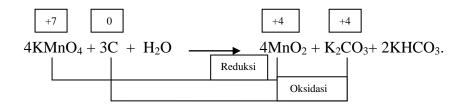
Sifat elektrokimia dan pengisian mekanisme Superkapasitor Elektrokimia (ES) sangat tergantung pada jenis bahan elektroda yang digunakan. Umumnya, bahan elektroda untuk aplikasi ES diklasifikasikan menjadi tiga kategori, yaitu: (1) bahan karbon dengan permukaan spesifik yang luas, misalnya: karbon aktif, nanotube karbon dan graphene, (2) polimer konduktif, misalnya: polipirol, polianilin dan polythiophene dan (3) oksida logam transisi seperti RuO₂, MnO₂, NiO, Co₃O₄, IrO₂, SnO₂, V₂O₅, dan MoO₂ (Nursiti dkk., 2018).

Ruthenium dioksida (RuO₂) memiliki kapasitansi spesifik (SC) yang sangat tinggi, namun harganya mahal, kelimpahan rendah dan toksisitas yang membatasi komersialisasi dari ES. Sedangkan IrO₂ atau elektroda CoOx, memiliki nilai kapasitansi yang menarik namun biayanya tinggi. Di sisi lain, NiO, Ni(OH)₂, MnO₂ membutuhkan biaya yang lebih rendah, namun NiO dan Ni(OH)₂ tidak dapat digunakan pada tegangan diatas 0,6 V (Beguin dkk., 2014). Oleh karena itu, oksida mangan adalah elektroda yang tepat untuk desain superkapasitor karena mudah didapat, biaya rendah, toksisitas rendah dan mempunyai rentang tegangan yang lebar (Nursiti dkk., 2018). MnO₂ memiliki fitur konduktivitas elektrik yang rendah. Oleh karena itu, untuk memperbaiki konduktivitas elektrik α-MnO₂ dikompositkan dengan serbuk karbon (Putrid an Nurhidayanti, 2017).

Nanopartikel MnO₂ dapat dideposisi secara langsung melalui reduksi KMnO₄ menggunakan karbon aktif itu sendiri sebagai reduktor. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa deposisi MnO₂ pada permukaan elektroda kapasitor, baik yang terbuat dari polimer atau karbon ternyata memberikan efek pseudokapasitif yang cukup baik (Zhang dkk., 2012: Meng dkk., 2013).

Proses deposisi MnO₂ didasarkan pada reaksi yang terjadi antara karbon dengan KMnO₄. Pada reaksi ini terjadi reduksi KMnO₄ oleh karbon menjadi

MnO₂ (Zhang dkk., 2012). MnO₂ yang dihasilkan sebagian akan terdeposisi pada permukaan karbon aktif yang ditandai dengan perubahan warna karbon dari hitam menjadi hitam kecoklatan dan sebagian terdispersi ke dalam larutan membentuk sistem koloid yang ditandai dengan perubahan warna larutan dari ungu (warna KMnO₄) menjadi kuning hingga kuning kecoklatan (Moon dkk., 2014; Jaganyi dkk., 2013). Menurut Zhang dkk., (2012) mekanisme pembentukan MnO₂ dapat diasumsikan sebagai berikut.



2.6 Karakterisasi Nanopartikel (XRD, UV-Vis, dan FTIR)

Metode penentuan struktur kristal material dengan analisis XRD ini berdasarkan pada hukum Bragg. Hukum Bragg menyatakan bahwa jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X. Sinar yang dibiaskan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Puncak yang didapat dari data pengukuran akan dicocokan dengan standar JCPDS (Irvina dkk., 2009).

Karakterisasi pada karbon aktif menggunakan XRD untuk mengetahui keberadaan MnO₂ pada permukaan karbon aktif serta ukuran partikelnya. Ukuran kristal (nm) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (1) (Sandi dan Astuti, 2014):

$$D = \frac{K \lambda}{B \cos \theta} \tag{1}$$

Dimana:

 $\lambda = 0.15406$ nm (panjang gelombang radiasi Cu atau Ca);

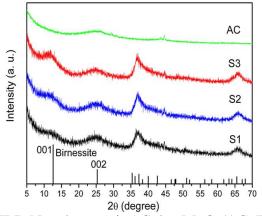
B = lebar setengah puncak maksimum (rad);

K = Konstanta material = 0.9;

 θ = sudut difraksi;

D = ukuran kristal (nm).

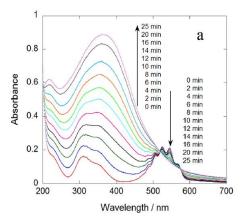
Difraktogram untuk sampel karbon sebelum deposisi MnO₂ menunjukkan adanya satu puncak lebar pada 2θ 20,81° yang merupakan karakteristik dari struktur amorf karbon aktif dan kandungan silikanya. Sedangkan sampel karbon setelah deposisi MnO₂ terbentuk 2 puncak baru pada 2θ sekitar 37° dan 65° yang mengindikasikan adanya MnO₂ (Zhang dkk., 2012). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan pola difraksi yang sangat berbeda antara karbon aktif sebelum dan sesudah deposisi MnO₂ dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Pola XRD Nanokomposit AC dan MnO₂/AC (Zhang dkk., 2012).

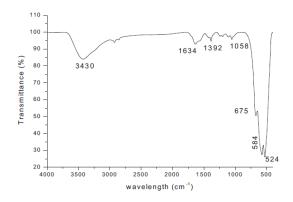
Karakterisasi nanopartikel menggunakan instrument UV-Vis diperlukan untuk mengkonfirmasi terbentuknya nanopartikel yang kemungkinan terdispirsi dalam larutan, stabilitas nanopartikel, memprediksi ukuran dan bentuk serta jumlah nanopartikel berdasarkan nilai absorbansi dan panjang gelombang maksimum sampel yang diperoleh (Das dkk., 2009). Sebelum terjadi reduksi menjadi MnO₂ masih berupa larutan KMnO₄ dengan karakteristik serapan pada panjang gelombang 525 nm, 545 nm, 317 nm, dan 310 nm. Setelah terjadi reduksi

menjadi MnO₂ puncak-puncak khas KMnO₄ baik pada panjang gelombang 525 nm dan 310 nm tidak kelihatan lagi pada kurva UV-Vis. Gambar spektrum hasil UV-Vis dari larutan MnO₄ dan filtrat hasil ruduksi KMnO₄ dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum serapan dari larutan MnO₄ dan filtrat hasil ruduksi KMnO₄ (Okitsu dkk., 2016).

Analisis spektroskopi inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang berperan dalam proses reduksi logam pada sintesis nanopartikel. Spektrum Fourier Transmission Inframerah (FT-IR) dari nanopartikel MnO₂, pita serapan oksida logam biasanya berada di bawah 1000 cm⁻¹ yang menghasilkan getaran antar atom. Puncak tajam serapan 524 cm⁻¹, 584 cm⁻¹ dan 675 cm⁻¹ disebabkan oleh mode getaran ikatan Mn-O. Spektrum FTIR dari nanopartikel MnO₂/AC dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum FTIR nanopartikel MnO₂/AC (Sivakumar dan Prabu,2021).