

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pemanfaatan sumber energi dalam bidang industri dan teknologi telah mengalami peningkatan. Salah satu sumber energi yang ada yaitu energi fosil, tidak cukup untuk memenuhi kebutuhan energi yang semakin besar (Guo dkk., 2018). Teknologi bidang industri khususnya kendaraan listrik menjadi solusi untuk mengurangi penggunaan energi fosil (Aziz dkk., 2020). Kendaraan listrik didukung penuh oleh pemerintah dengan menerbitkan Perpres No. 55/2019 tentang percepatan program kendaraan berbasis Listrik bidang transportasi. Kendaraan listrik mengandalkan energi yang tersimpan dalam baterai. Penggunaan baterai memiliki kelemahan diantaranya usia baterai yang terbatas dan pengisian daya relatif lama sekitar 4-6 jam untuk daya tempuh 160 km (Aziz dkk., 2020; Wirabrata., 2019). Alternatif penyimpan energi terbaru sel yaitu superkapasitor (International EC., 2011). Superkapasitor merupakan solusi dari penggunaan energi tak terbarukan yang semakin menipis (Labanni dkk., 2015).

Superkapasitor atau kapasitor elektrokimia merupakan teknologi baru yang dikembangkan dari kapasitor konvensional untuk menghasilkan sistem penyimpanan energi yang lebih baik. Superkapasitor memiliki densitas energi, daya yang tinggi (Zhang dkk., 2009), memiliki jumlah siklus >100000 siklus (Meng dkk., 2018), mampu menyimpan energi besar, sederhana, memiliki konstruksi yang mudah (Ariyanto dkk., 2012), waktu pengisian yang pendek, aman dan mempunyai rapat daya yang tinggi yaitu 10-100 kali lebih besar dari baterai dan kapasitor (Fitriana, 2014). Salah satu faktor yang mempengaruhi kinerja superkapasitor adalah penggunaan elektroda. Bahan elektroda yang banyak digunakan adalah karbon aktif dari sampah biomassa yang dikarbonisasi dan diaktivasi menghasilkan karbon aktif (Hendriansyah dkk., 2018).

Karbon aktif sebagai bahan elektroda superkapasitor dibuat melalui dua tahap yaitu karbonisasi dan aktivasi (Guo dkk., 2018). Proses karbonisasi atau pirolisis merupakan proses pengarangan bahan baku dengan menggunakan suhu yang berkisar 300-800°C sesuai dengan bahan baku yang digunakan (Agustina dkk., 2011). Aktivasi dilakukan untuk meningkatkan porositas karbon dalam kategori mikropori, mesopori dan makropori (Apriani dkk., 2013; Rahayu dan Adhitiyawarman, 2014).

Aktivasi karbon dapat dilakukan melalui dua metode yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia (Rahayu dan Adhitiyawarman, 2014; Salamah, 2008). Menurut Hartanto dan Ratnawati (2010), aktivasi fisik merupakan proses yang melibatkan pemutusan rantai karbon dari senyawa organik dengan bantuan suhu tinggi. Sementara itu, aktivasi kimia menggunakan bahan kimia sebagai aktivator, seperti asam fosfat (H_3PO_4), asam nitrat (HNO_3), kalium hidroksida (KOH), seng klorida ($ZnCl_2$) atau bahan kimia lainnya yang memiliki efek pendehidrasi kuat (Suhendra dan Gunawan, 2010; Apriani dkk., 2013). Salah satu aktivator kimia yang sering digunakan adalah kalium hidroksida

(KOH), yang diketahui efektif dalam menghasilkan karbon aktif dengan struktur pori yang berkembang. KOH merupakan basa kuat yang tidak hanya mampu bereaksi dengan karbon untuk membentuk pori mikro dan meso, tetapi juga efektif dalam menghilangkan zat pengotor sehingga menghasilkan karbon aktif berkualitas tinggi (Apriani dkk., 2013). Penelitian Sudibandriyo dan Lydia (2011) menunjukkan bahwa aplikasi KOH sebagai aktivator dapat menghasilkan karbon aktif dengan luas permukaan mencapai 938,2 m²/g. Sejalan dengan penelitian Wen dkk., (2009), bahwa karbon aktif memiliki kapasitansi 160 F/g dan 225 F/g dengan menggunakan aktivator KOH dalam elektrolit encer. Hasil penelitian Arlofa (2016) menunjukkan konsentrasi KOH yang optimal pada aktivasi karbon yaitu 25% yang menghasilkan efisiensi adsorpsi 89,21%.

Karbon aktif dengan ukuran pori kurang dari 100 nm memiliki luas permukaan yang besar sehingga memiliki nilai kapasitansi yang cukup baik sebagai material penyimpan energi (Rosi dkk., 2013). Selain itu, karbon aktif memiliki konduktivitas yang baik dan kerapatan energi yang tinggi (Tetra dkk., 2018). Material biomassa dari bahan alam yang sangat ekonomis dan belum dimanfaatkan dengan baik dapat dijadikan karbon aktif (Lempang dan Syafii, 2012). Pembuatan karbon aktif dari limbah biomassa telah banyak dilakukan antar lain tempurung kelapa (Rosi dkk., 2013), ampas tebu (Labanni dkk., 2015) dan tempurung kemiri (Hendra dan Darmawan, 2019).

Pemanfaatan tempurung kemiri belum maksimal karena limbah ini digunakan hanya sebagai bahan bakar, bahan baku pembuatan arang dan banyak menjadi sampah biomassa. Solusi untuk mengurangi limbah dari tempurung kemiri adalah pemanfaatannya sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif (Prabarini, 2013). Tempurung kemiri berpotensi sebagai bahan pembuatan karbon aktif karena bernilai ekonomis serta mudah diperoleh dari limbah biomassa (Lempang dan Syafii, 2012), mengandung hemiselulosa 28,77% dan lignin selulosa 36,02%. Lignin selulosa mengandung kadar karbon terikat yang sangat tinggi sehingga berpotensi sebagai prekursor karbon aktif (Darmawan dkk., 2016).

Kemampuan karbon aktif dari biomassa sebagai elektroda superkapasitor bergantung pada nilai kapasitansi spesifiknya. Semakin luas permukaan karbon aktif maka kapasitansi spesifik akan semakin besar pula (Rosi dkk., 2013). Karbon aktif menghasilkan porositas dari mikropori, mesopori hingga makropori yang berpengaruh pada proses pengisian muatan. Karakter karbon aktif yang tidak teratur perlu dimodifikasi agar menghasilkan luas permukaan besar dan nilai kapasitansi spesifik lebih tinggi (Minson dkk., 2019).

Luas permukaan yang baik memberikan nilai kapasitansi tinggi jika semua pori dapat diakses oleh ion dan material karbon tersebut mempunyai tingkat kebasaan yang baik (Frackowiak, 2006). Peningkatan kapasitansi spesifik dapat dilakukan dengan memanfaatkan efek pseudokapasitansi yang bergantung pada sifat fungsional permukaan karbon dengan spesies elektroaktif yang disisipkan (terdeposisi) pada permukaan karbon aktif (Frackowiak dan Beguin, 2001; Zakir, 2013). Kapasitansi spesifik tidak hanya bergantung pada luas permukaan spesifik tetapi juga ditentukan oleh distribusi ukuran pori terutama pada rentang mesopori. Peningkatan kapasitansi

spesifik superkapasitor yang lebih besar dapat dilakukan melalui penambahan nanopartikel logam oksida transisi pada superkapasitor (Doloksaribu, 2019).

Teknologi nanopartikel dikembangkan melalui metode fisika maupun metode kimia menghasilkan partikel nano ukuran 1-100 nm. Metode fisika dilakukan dengan memecah padatan logam menjadi partikel nano sedangkan metode kimia menggunakan prekursor molekular atau ionik (Abdullah dkk., 2008). Susanti (2014) berhasil mensintesis kristal nanopartikel Fe_3O_4 berukuran kurang dari 50 nm menggunakan metode sonokimia yang dipengaruhi oleh variabel suhu. Ukuran partikel nano meningkatkan konduktivitas listrik sehingga kapasitas penyimpanan akan semakin tinggi (Rosi dkk., 2013). Besi (Fe), Mangan (Mn) dan beberapa logam lainnya yang merupakan logam transisi, dapat dikembangkan menjadi partikel nano.

Logam oksida transisi telah dimanfaatkan sebagai bahan yang menjanjikan untuk pembuatan superkapasitor. Bahan oksida logam transisi antara lain adalah ruthenium dioksida (RuO_2), nikel oksida (NiO), iridium dioksida (IrO_2), molibdenum dioksida (MoO_2), titanium dioksida (TiO_2) dan mangan dioksida (MnO_2) (Fitriana, 2014). Patake dkk (2009) telah melakukan elektrodposisi rutenium oksida (RuO_2) dengan menghasilkan kapasitansi sebesar 650 F/g. Logam tersebut langka dan mahal menjadi kendala dalam proses pembuatan superkapasitor, maka perlu alternatif bahan superkapasitor yang lebih ekonomis dengan kemampuan yang sama (Fitriana, 2014).

Mangan dioksida adalah bahan yang baik untuk superkapasitor karena senyawa ini memiliki kapasitansi tinggi, relatif murah, berlimpah secara alami di bumi, tidak beracun, memiliki jangkauan potensial yang luas dan ramah lingkungan (Tompsett dkk., 2014). Kelemahan utama dari MnO_2 adalah konduktivitasnya yang buruk, sehingga sangat membatasi pemanfaatan MnO_2 . Sintesis MnO_2 dapat dilakukan melalui proses reduksi larutan kalium permanganat (KMnO_4) dengan karbon aktif yang bertindak sebagai agen pereduksi (Zhang dkk., 2012). Pemanfaatan MnO_2 pada superkapasitor dapat menghasilkan kapasitansi yang relatif konstan dengan kapasitansi spesifik 135 F/g (Prabunathan dkk., 2014), sehingga peningkatan nilai kapasitansi spesifik akan meningkatkan kemampuan superkapasitor tersebut.

Deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif dinilai efektif karena dapat menghasilkan elektroda superkapasitor yang memiliki konduktivitas yang tinggi dan meningkatkan nilai kapasitansi spesifik (Wang dkk., 2015; Harsojo dkk., 2003). Hasil penelitian Zhang dkk. (2012) menunjukkan bahwa deposisi MnO_2 pada permukaan karbon aktif komersial mampu meningkatkan nilai kapasitansi spesifik menjadi 163,3 F/g, lebih tinggi dibandingkan dengan karbon aktif komersial tanpa MnO_2 , yaitu 84,3 F/g. proses deposisi MnO_2 sangat dipengaruhi oleh massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH dan suhu. Penelitian oleh Yani (2017) berhasil mendeposisi nanopartikel MnO_2 /karbon aktif dengan berbagai variasi konsentrasi KMnO_4 . Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi KMnO_4 berbanding lurus dengan jumlah MnO_2 yang terbentuk. Sebaliknya, Maharani dkk. (2018) meneliti pengaruh suhu terhadap stabilitas nanopartikel dan menemukan bahwa kenaikan suhu meningkatkan energi kinetik nanopartikel. Akibatnya, tumbukan antar nanopartikel menjadi lebih sering, yang menyebabkan pembentukan nanopartikel

berukuran lebih besar karena adanya gaya Van der Waals. Penelitian yang dilakukan oleh Putri dan Nurhidayanti (2017) menunjukkan keberhasilan sintesis MnO_2 dari KMnO_4 dalam kondisi basa maupun asam.

Penelitian ini bertujuan untuk mendeposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif yang dihasilkan dari tempurung kemiri. Proses aktivasi karbon aktif dilakukan menggunakan aktivator KOH untuk meningkatkan luas permukaan spesifik. Karbon aktif dikenal memiliki konduktivitas listrik yang baik, namun kapasitansinya relatif rendah. Untuk mengatasi keterbatasan ini, modifikasi dilakukan melalui deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif tempurung kemiri, dengan tujuan meningkatkan konduktivitas sekaligus kapasitansi material. Hasil deposisi nanopartikel MnO_2 diharapkan dapat berfungsi sebagai elektroda superkapasitor. Untuk mencapai hasil yang optimal, parameter seperti konsentrasi, pH, dan suhu selama proses deposisi akan dioptimalkan. Material yang dihasilkan akan dikarakterisasi menggunakan berbagai metode analisis, antara lain: Spektrofotometer UV-VIS untuk mengidentifikasi sifat optik nanopartikel, FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) untuk menganalisis gugus fungsi, XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk menentukan struktur kristal dan ukuran kristal, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengamati morfologi permukaan, EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk analisis komposisi unsur, BET (*Brunauer Emmett Teller*) untuk mengukur luas permukaan dan BJH (*Barrett-Joyner-Halenda*) untuk menentukan distribusi ukuran pori. Selain itu, kapasitansi spesifik hasil deposisi MnO_2 pada permukaan karbon aktif akan diuji menggunakan metode voltametri siklik, guna mengevaluasi potensi material tersebut sebagai bahan elektroda superkapasitor.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh aktivator KOH terhadap sifat fisik dan kimia karbon aktif tempurung kemiri?
2. Bagaimana pengaruh massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH, dan suhu terhadap proses deposisi MnO_2 pada karbon aktif tempurung kemiri?
3. Bagaimana hasil pengukuran nilai kapasitansi spesifik KTK, KATK dan KATK+ MnO_2 dengan metode *cyclic voltammetry*?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh aktivator KOH terhadap sifat fisik dan kimia karbon aktif tempurung kemiri;
2. Mengintegrasikan pengaruh massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH, dan suhu optimum yang memberi hasil yang baik pada pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 ;
3. pengukuran nilai kapasitansi spesifik KTK, KATK dan KATK+ MnO_2 dengan metode *cyclic voltammetry*.

1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai:

1. Informasi tentang pengembangan ilmu pengetahuan, terutama sebagai solusi dari krisis energi dan penyimpanan energi dimasa akan datang
2. Media sosialisasi kepada masyarakat tentang pemanfaatan biomassa sebagai energi terbarukan
3. Bahan informasi tentang deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif untuk diaplikasikan lebih lanjut sebagai bahan elektroda superkapasitor

BAB II

KARAKTERISASI DEPOSISI NANOPARTIKEL MnO₂ PADA PERMUKAAN KARBON AKTIF TEMPURUNG KEMIRI (*Aleurites Moluccana*) MENGGUNAKAN AKTIVATOR KOH

2.1. Abstrak

Elektroda merupakan salah satu bagian dari superkapasitor yang dapat dibuat dari karbon aktif. Karbon aktif tempurung kemiri (KATK) dapat dibuat melalui proses karbonisasi dan aktivasi menggunakan KOH 25%. Reaksi KMnO₄ dengan karbon aktif menghasilkan nanopartikel MnO₂ dengan nilai kapasitansi yang lebih baik sebagai bahan elektroda superkapasitor. Penelitian ini menganalisis pengaruh karbonisasi, aktivator KOH dan deposisi nanopartikel MnO₂ pada permukaan karbon aktif tempurung kemiri. Deposisi nanopartikel MnO₂ pada permukaan KATK bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan spesifik dan kapasitansi spesifik MnO₂/KATK, sehingga dapat digunakan sebagai superkapasitor. Nanopartikel MnO₂ terbentuk 54,44% melalui reduksi KMnO₄. Didukung oleh beberapa karakterisasi yaitu UV-VIS, titrasi Boehm, XRD, dan SEM-EDS. Pembentukan nanopartikel MnO₂ pada permukaan KATK lebih lanjut dapat diaplikasikan sebagai bahan elektroda superkapasitor.

2.2. Pendahuluan

Tempurung kemiri dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku karbon (Lempan dan Hermin, 2013). Tempurung kemiri mengandung komponen kimia berupa hemiselulosa sebesar 28,77% dan lignin selulosa sebesar 36,02%. Lignin selulosa mengandung karbon yang tinggi sehingga dapat menghasilkan karbon yang berpotensi sebagai prekursor karbon aktif (Zakir dkk, 2018).

Pembuatan karbon aktif dapat dilakukan melalui dua metode aktivasi, yaitu aktivasi fisika dan kimia (Darmawan dkk, 2016). Aktivasi fisika bergantung pada peningkatan suhu (Dwijayanti dkk, 2020). Sedangkan aktivasi kimia menggunakan aktivator seperti asam fosfat (H₃PO₄), asam nitrat (HNO₃), kalium hidroksida (KOH), seng klorida (ZnCl₂) atau bahan kimia lain yang memiliki efek dehidrasi padat (Hartanto dan Ratnawati, 2010; Marsh dan Francisco, 2006). KOH merupakan aktivator yang bereaksi baik dengan karbon dan menghilangkan pengotor sehingga menghasilkan karbon aktif dengan luas permukaan yang tinggi (Apriani dkk, 2013). Karbon aktif dapat mencapai kapasitansi sebesar 160 F/g dan kapasitansi sebesar 225 F/g dengan menggunakan KOH dalam larutan elektrolit (Wen dkk, 2009).

Peningkatan kapasitansi spesifik dapat dicapai dengan memanfaatkan efek pseudo-kapasitansi pada permukaan karbon. Selain itu, pemanfaatan material elektroaktif yang diendapkan pada permukaan karbon aktif juga memainkan peran penting dalam peningkatan (Frackowiak, 2006). Pada superkapasitor, peningkatan luas permukaan spesifik dan konduktivitas karbon aktif melibatkan penggabungan nanopartikel oksida logam transisi (Zhang dkk, 2012). Elektrodposisi rutenium oksida (RuO₂) telah dilakukan untuk mencapai kapasitansi tertinggi dibandingkan

dengan oksida logam transisi lainnya, yaitu 650 F/g (Yang dkk, 2011). Oksida logam transisi RuO_2 diklasifikasikan sebagai oksida logam transisi yang membutuhkan langkah demi langkah, beracun, dan mahal. Oksida logam lainnya, seperti mangan dioksida (MnO_2), diperlukan, dan lebih murah serta memiliki kemampuan yang sama dengan oksida logam transisi lainnya (Ariyanto dkk, 2012). Karbon aktivator telah lama menjadi material penyerap yang populer karena luas permukaannya yang tinggi, struktur berpori, dan sifat penyerapan yang serbaguna (Wiśniewski dkk 2015). Karbon aktivator umumnya digunakan dalam berbagai aplikasi, seperti pengolahan air, katalisis, dan penyimpanan energi. Salah satu bidang yang menarik adalah interaksi antara karbon aktif dan permanganat (MnO_4^-) dalam larutan (Wang dkk, 2023). Interaksi tersebut akan menghasilkan nanopartikel MnO_2 yang akan meningkatkan kinerja karbon aktif tempurung kemiri (KATK) terutama pada aplikasinya sebagai bahan elektroda atau adsorben.

MnO_2 menghasilkan nilai kapasitansi spesifik yang tinggi tetapi memiliki nilai konduktivitas yang rendah, sehingga diperlukan karbon aktif untuk mendukung konduktivitasnya yang tinggi (Zhang dkk, 2012). MnO_2 dapat disintesis dengan mereduksi kalium permanganat (KMnO_4) menggunakan karbon aktif sebagai reduktor. Pemanfaatan MnO_2 dalam superkapasitor dapat menghasilkan kapasitansi spesifik sebesar 135 F/g (Prabunathan dkk, 2014).

Penelitian dilakukan aktivasi dan deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif Tempurung kemiri untuk selanjutnya diaplikasikan sebagai bahan elektroda superkapasitor. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh aktivator KOH terhadap sifat fisika dan kimia karbon aktif tempurung kemiri, serta mengintegrasikan pengaruh massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH, dan suhu optimum yang memberi hasil yang baik pada pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 . yang dianalisis dengan titrasi Boehm dan dikarakterisasi dengan UV-VIS, XRD, dan SEM-EDS.

2.3. Metode Penelitian

2.3.1. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu tempurung kemiri, KOH (*E-Merck*), KMnO_4 , Na_2CO_3 , NaHCO_3 , NaOH, HCl 37%, akuades, HNO_3 6 N, NH_4OH 25%, Na_2SO_4 1 M, KOH 1 M, indikator metil merah, indikator fenofalein, kawat tembaga, kawat platina, elektroda Ag/AgCl, elektroda Pt, parafin, parafilm, kertas saring *Whatman* No. 42 dan kertas pH universal (*E-Merck*).

2.3.2. Alat Penelitian

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu alat gelas laboratorium, tanur (Nobertherm), *hot plate*, ayakan ukuran 150 mesh, desikator, labu semprot, cawan porselin, mortar porselin, lumpang, pompa vakum, solder uap, pipet volume, oven (tipe SPNISOSFD), pengaduk magnetik (CERAMAG Midi), neraca analitik (Shimadzu AW220), FTIR (Shimadzu IR Prestige21),

spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-2600), XRD, SEM EDS (JEOL JSM 6510LA), BET, BJH dan peralatan *Cyclic Voltammetry* (Potentiostats EA161).

2.3.3. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret 2022 sampai agustus 2024 di Laboratorium Kimia Fisika Universitas Hasanuddin, Laboratorium Teknik Kimia PNUP, Laboratorium Kimia Terpadu Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Laboratorium Mikrostruktur Fakultas Teknik UMI dan Laboratorium Teknik Pertambangan Universitas Hasanuddin.

2.4. Prosedur Penelitian

2.4.1. Preparasi sampel

Sampel tempurung kemiri diambil dari hasil buangan produksi rumahan tempurung kemiri di kecamatan Simbuang, kabupaten Tana Toraja. Tempurung kemiri direndam selama 1 hari agar partikel pengotor dan daging buah yang tersisa pada tempurung mudah dibersihkan, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari.

2.4.2. Karbonisasi tempurung kemiri

Tempurung kemiri sebanyak 100 gram dimasukkan ke dalam cawan porselin untuk dikarbonisasi pada suhu 700°C, selama 3 jam. Arang hasil karbonisasi didinginkan kemudian dihaluskan dengan menggunakan kurs porselin lalu diayak dengan ukuran 150 mesh. Hasil karbon tempurung kemiri disimpan dalam desikator (Fitriya, 2021).

2.4.3. Aktivasi Karbon Tempurung Kemiri

Karbon tempurung kemiri diaktivasi menggunakan KOH 25%. Karbon ditambahkan larutan KOH 25% dengan perbandingan 5 : 1 (volume KOH : massa karbon). Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu 85°C. Campuran dalam gelas kimia ditutup dengan menggunakan aluminium foil dan didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, campuran disaring menggunakan corong Buchner dengan kertas saring *Whatman* No. 42, serta pencucian dengan akuades hingga pH netral. Karbon yang telah disaring dimasukkan ke dalam oven selama 1 jam pada suhu 110°C. Setelah kering, karbon dipirolisis pada suhu 900°C selama 45 menit. Karbon hasil aktivasi dimasukkan ke dalam corong *Buchner* dengan kertas saring *whatman* No. 42 untuk dicuci dengan akuades hingga pH netral. Karbon aktif tempurung kemiri dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam dan diinginkan dalam desikator (Yang dkk, 2011).

2.4.4. Pengaruh Massa Karbon Aktif Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

Sebanyak 0,05; 0,1; 0,15; 0,2 dan 0,25 gram KATK masing-masing dimasukkan ke dalam 100 mL KMnO_4 0,0032 M kemudian campuran diaduk dengan *magnetik stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 100°C selama 25 menit. Campuran disaring. Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-700 nm untuk mengetahui jenis spesi yang masih terdapat dalam larutan.

2.4.5. Pengaruh Konsentrasi KMnO_4 Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

Sebanyak 0,1 gram KATK dimasukkan ke dalam 6 gelas kimia yang masing-masing berisi 100 mL KMnO_4 0,0008 M; 0,0016 M; 0,0024 M; 0,0032 M; 0,004 M dan 0,0048 M, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 100°C selama 9 menit. kemudian disaring. Residu dicuci beberapa kali dengan akuabides dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam. Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-700 nm untuk mengetahui jenis spesi yang masih terdapat dalam larutan (Zhang dkk., 2012).

2.4.6. Pengaruh Suhu Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

KATK ditimbang sebanyak 0,1 gram kemudian dimasukkan ke dalam 5 gelas kimia yang masing-masing berisi 100 mL KMnO_4 0,0032 M. Setiap campuran dalam gelas kimia diaduk dengan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu masing-masing 75, 80, 85, 95 dan 100°C selama 9 menit kemudian didinginkan. Campuran disaring sehingga dihasilkan filtrat dan residu. Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-700 nm untuk mengetahui jenis spesi yang masih terdapat dalam larutan (Wang dkk., 2003).

2.4.7. Pengaruh pH Terhadap Pembentukan koloid Nanopartikel MnO_2 pada Permukaan KATK

Sebanyak 0,1 gram KATK dimasukkan ke dalam 2 gelas kimia yang berbeda. Gelas kimia pertama ditambahkan 20 mL NaOH 0,05 N sedangkan gelas kimia kedua ditambahkan 20 mL HCl 0,05 N. kemudian, masing-masing gelas kimia ditambahkan 100 mL KMnO_4 0,0032 M. Setelah itu, campuran diaduk dengan *magnetik stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 95°C selama 25 menit, disimpan selama 12 jam. Campuran kemudian disaring. Filtrat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-700 nm untuk mengetahui jenis spesi yang masih terdapat dalam larutan (Abulizi dkk., 2014).

2.4.8. Penentuan Kadar Gugus Fungsional Asam dan Basa Total dengan Metode Titrasi Boehm

Karbon aktif ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam 4 buah gelas kimia yang telah berisi larutan Na_2CO_3 0,05 N, NaHCO_3 0,05 N, NaOH 0,05 N (untuk penentuan gugus fungsional asam) dan HCl 0,05 N (untuk penentuan gugus fungsional basa) masing-masing sebanyak 25 mL, kemudian campuran didiamkan selama 24 jam. Kemudian campuran tersebut disaring. Filtrat yang telah dipisahkan, masing-masing dipipet sebanyak 5 mL dari larutan Na_2CO_3 , NaHCO_3 dan NaOH , kemudian ditambahkan HCl 0,05 N berlebih, lalu ditirasi balik dengan menggunakan larutan NaOH 0,05 N. Filtrat HCl dipipet sebanyak 10 mL dan ditambahkan NaOH 0,05 N berlebih, kemudian dititrasi balik dengan menggunakan HCl 0,05 N.

Analisis kadar gugus fungsional asam dan basa total dapat menggunakan rumus pada persamaan (1-4) (Goertzen dkk., 2010):

$n_{\text{carboxylic}}$

$$= \frac{\left[V_{\text{NaHCO}_3} N_{\text{NaHCO}_3} - (N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}) \right] \frac{V_p}{V_s}}{w} \quad (1)$$

n_{lactonic}

$$= \frac{\left[V_{\text{Na}_2\text{CO}_3} N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} - (N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}) \right] \frac{V_p}{V_s}}{w} - n_{\text{carboxylic}} \quad (2)$$

n_{phenolic}

$$= \frac{\left[V_{\text{NaOH}} N_{\text{NaOH}} - (N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}) \right] \frac{V_p}{V_s}}{w} - n_{\text{carboxylic}} - n_{\text{lactonic}} \quad (3)$$

$n_{\text{total base}}$

$$= \frac{\left[V_{\text{HCl}} N_{\text{HCl}} - (N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} - N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}}) \right] \frac{V_p}{V_s}}{w} \quad (4)$$

2.4.9. Pembuatan Elektroda

Badan elektroda dibuat dengan cara menyambungkan kawat tembaga dan kawat platina menggunakan solder uap. Kemudian dimasukkan ke dalam pipet yang selanjutnya direkatkan dengan parafilm. Karbon aktif Tempurung Kemiri sebelum dan sesudah disisipkan MnO_2 dicampur dengan lilin paraffin dengan perbandingan 1:1 diaduk sampai homogen menggunakan spatula dalam cawan petri. Pasta karbon yang telah jadi dimasukkan ke dalam badan elektroda dengan cara ditekan menggunakan spatula agar memadat dan merata (Vytras dkk., 2009).

2.4.10. Penentuan Kapasitansi Spesifik dengan Metode Cyclic Voltammetry

Elektroda karbon diukur kapasitansi spesifiknya dengan menggunakan metode *cyclic voltammetry*. Pengukuran ini menggunakan alat Potensiostats EA161 dengan sistem tiga elektroda yaitu elektroda Pt, elektroda Ag/AgCl dan elektroda karbon. Pengukuran kapasitansi spesifik dari elektroda karbon dilakukan dengan nilai *scanrate* 50 mV/s menggunakan larutan elektrolit Na₂SO₄ 1 M sehingga diperoleh data voltammogram, kemudian dihitung nilai kapasitansi spesifik menggunakan rumus pada persamaan (5) (Himmaty dan Endarko, 2013).

$$C_s = \frac{I_c - I_d}{v \times m}$$

(5)

Keterangan: C_s adalah kapasitansi spesifik (F/g), I_c adalah arus charge (A), I_d adalah arus discharge (A), v adalah *scan rate* (V/s) dan m adalah massa karbon (g)

2.5. Hasil dan Pembahasan

Limbah biomassa tempurung kemiri dapat dimanfaatkan sebagai bahan elektroda superkapasitor. Proses tersebut meliputi karbonisasi, aktivasi, deposisi nanopartikel MnO₂ dan pembuatan elektroda. Karbon Tempurung Kemiri (KTK) diperoleh melalui karbonisasi dan aktivasi menggunakan KOH menghasilkan karbon aktif tempurung kemiri (KATK). Peningkatan kapasitansi spesifik dilakukan dengan mencampurkan KATK dan kalium permanganat (KMnO₄). Reaksi tersebut merupakan proses redoks membentuk nanopartikel MnO₂ yang terdeposisi pada permukaan KATK. Dilakukan karakterisasi UV-Vis, FTIR, XRD, SEM EDS, BET, untuk menganalisis pembentukan nanopartikel MnO₂ pada permukaan KATK. Hasil deposisi lebih lanjut dijadikan elektroda dan mengukur nilai kapasitansi spesifik menggunakan metode siklik voltametri.

2.5.1. Preparasi Sampel

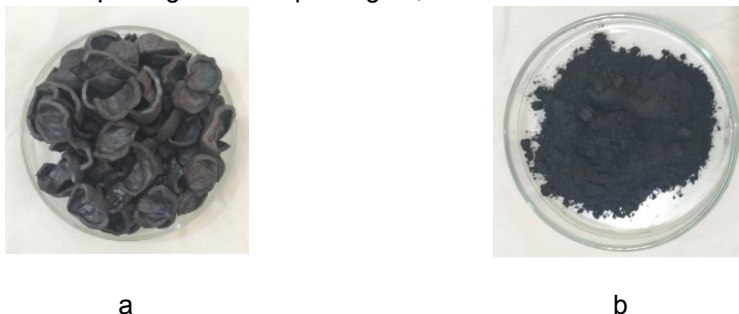
Sampel tempurung kemiri hasil produksi rumahan dikumpulkan dan direndam selama 24 jam untuk mempermudah pembersihan dari tanah dan sisa daging buah yang melekat. Tempurung kemiri yang bersih dikeringkan dibawah sinar matahari untuk menghilangkan kandungan air. Hasil preparasi tempurung kemiri dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Tempurung Kemiri Sebelum (a) dan Sesudah Preparasi (b)

2.5.2. Karbonisasi Tempurung Kemiri

Karbonisasi tempurung kemiri merupakan proses pembakaran pada suhu tinggi (700°C) selama 3 jam sehingga diperoleh arang tempurung kemiri yang memiliki struktur pori dengan luas permukaan yang tinggi. Hal tersebut sejalan dengan hasil penelitian Fitriyia (2021), bahwa suhu 700°C merupakan suhu optimum dengan kadar karbon tetap sebesar 39,89% yang paling tinggi. Karbonisasi terjadi dekomposisi bahan dasar karbon dan melepaskan komponen volatil pada tempurung kemiri. Suhu dan waktu yang tinggi mendukung proses pirolisis seluruh senyawa organik dalam tempurung kemiri seperti lignin, hemiselulosa dan selulosa.



Gambar 2. Karbon Tempurung Kemiri Sebelum (a) dan Sesudah Dihaluskan (b)

Arang hasil karbonisasi didinginkan kemudian dihaluskan dengan menggunakan kurs porselin dan diayak dengan ukuran 150 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil. Ukuran partikel tempurung kemiri yang kecil meningkatkan luas permukaan karbon tempurung kemiri tersebut. Hal ini sejalan dengan penelitian Imelda dkk (2019), bahwa semakin kecil ukuran karbon maka permukaan semakin luas. Tempurung kemiri memiliki luas permukaan yang dapat ditingkatkan lebih lanjut melalui proses aktivasi.

2.5.3. Aktivasi Karbon Aktif Tempurung Kemiri

Aktivasi merupakan proses yang digunakan untuk meningkatkan jumlah dan ukuran pori-pori karbon sehingga memiliki luas permukaan karbon yang signifikan. Menurut Hartanto dan Ratnawati (2010) aktivasi dilakukan untuk membersihkan permukaan karbon dari residu agar porositas karbon meningkat. Aktivasi karbon dapat dilakukan melalui dua metode yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi kimia menggunakan KOH 25% sebagai aktivator. KOH merupakan aktivator yang dapat bereaksi dengan karbon dan merupakan basa kuat sehingga mudah

menghilangkan zat-zat pengotor dalam karbon untuk menghasilkan permukaan karbon aktif yang tinggi (Apriani dkk., 2013). Aktivasi karbon dilakukan penambahan larutan KOH 25% pada karbon tempurung kemiri dengan perbandingan 5:1 (volume KOH : massa KTK). Campuran diaduk selama 1 jam pada suhu 85°C dan didiamkan selama 24 jam. Perlakuan tersebut untuk memaksimalkan proses kontak antara karbon dengan aktivator sehingga luas permukaan dan ukuran pori karbon menjadi lebih besar dan bersih dari berbagai residu. Terbentuknya pori yang baik dapat meningkatkan kualitas karbon aktif tersebut. Hasil penelitian Rosi dkk (2013) menjelaskan bahwa semakin banyak pori yang terbentuk, maka semakin banyak ruang yang tersedia sebagai penyimpanan muatan listrik berupa ion-ion elektrolit pada permukaan karbon aktif.



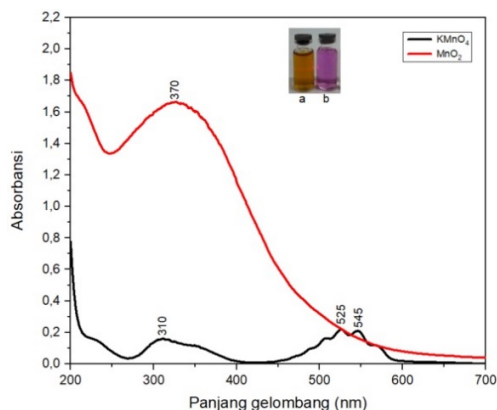
Gambar 3. Karbon Aktif Tempurung Kemiri

Peningkatan luas permukaan dan struktur pori setelah aktivasi lebih lanjut didukung karakterisasi SEM yang menghasilkan luar permukaan tinggi dan rongga yang lebih bersih setelah diaktivasi. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Nurfitri dkk (2019) menunjukkan aktivator KOH dapat menghilangkan zat pengotor dalam karbon sehingga menghasilkan volume pori dan luas permukaan yang tinggi. Luas permukaan yang lebih besar memungkinkan proses deposisi nanopartikel MnO_2 dapat terdistribusi merata pada permukaan karbon aktif tersebut.

2.5.4. Sintesis Nanopartikel MnO_2

Reduksi KMnO_4 menjadi nanopartikel MnO_2 diperoleh lewat reaksi dengan karbon aktif tempurung kemiri. Uji positif terbentuknya nanopartikel MnO_2 sejalan dengan hasil penelitian Yani dkk (2017) yaitu perubahan warna ungu (KMnO_4) menjadi kuning kecoklatan pada $\text{KATK} + \text{MnO}_2$. Karbon aktif tempurung kemiri dalam campuran tersebut berfungsi sebagai reduktor dalam pembentukan nanopartikel MnO_2 (Zhang dkk., 2021).

Adapun spektrum UV-Vis larutan KMnO_4 dan nanopartikel MnO_2 dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Spektrum UV-Vis KMnO₄ dan Koloid Nanopartikel MnO₂; dan Uji Efek Tyndall (a) Koloid Nanopartikel MnO₂, (b) Larutan KMnO₄

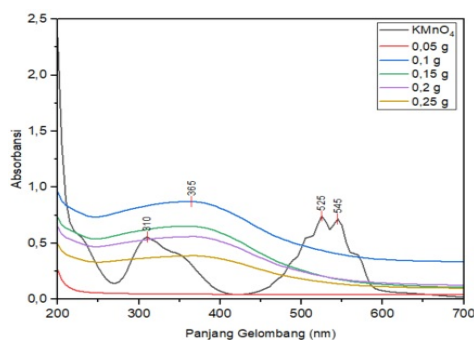
Larutan KMnO₄ memiliki karakteristik spektrum terdapat puncak serapan maksimum pada panjang gelombang 310 nm, 525 nm dan 545 nm yang bersesuaian dengan hasil penelitian Yani dkk (2017). Daerah panjang gelombang 310 nm terjadi transfer muatan dari ligan oksigen (O²⁻) ke orbital kosong mangan (Mn⁺⁷) dalam molekul KMnO₄. Proses tersebut menghasilkan absorpsi cahaya pada daerah visible yaitu warna ungu seperti pada Gambar 4(a), pada panjang gelombang 525 nm dan 545 nm mencerminkan penyerapan warna hijau yang memiliki warna komplementer warna ungu yang merupakan ciri khas larutan KMnO₄. Larutan koloid MnO₂ menyerap cahaya UV pada panjang gelombang 370 nm, MnO₂ dalam bentuk nanopartikel memiliki spektrum meluas tanpa puncak tajam yang menjadi ciri khas dari nanopartikel MnO₂ menghasilkan warna kekuningan.

Pembentukan koloid nanopartikel MnO₂ hasil reaksi KATK dengan KMnO₄ menunjukkan sifat koloid melalui pengamatan hamburan cahaya atau efek Tyndall seperti pada Gambar 4 (a dan b). Koloid akan menghamburkan cahaya akibat adanya partikel koloid (Gambar 4a) jika diberi pancaran sinar yang mengkonfirmasi sifat koloid nanopartikel MnO₂ (Zhang dkk., 2021). Gambar 4b (larutan KMnO₄) tidak menghasilkan hamburan cahaya atau efek Tyndall karena ukuran partikel pada larutan KMnO₄ terlalu kecil dibandingkan koloid MnO₂, sehingga tidak terbentuk hamburan cahaya. Hamburan cahaya tersebut menjelaskan bahwa campuran larutan KMnO₄+KATK menghasilkan koloid nanopartikel MnO₂. Analisis lebih lanjut mengenai pembentukan nanopartikel MnO₂ pada permukaan karbon aktif dapat dipengaruhi beberapa faktor yaitu massa karbon aktif, konsentrasi KMnO₄, pH dan suhu.

2.5.5. Pengaruh Massa Karbon Aktif Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO₂

Pembentukan nanopartikel MnO₂ dilakukan dengan menggunakan variasi massa karbon aktif tempurung kemiri (KATK) yaitu 0,25; 0,2; 0,15; 0,1; dan 0,05 dengan konsentrasi KMnO₄ 0,0032 M. Dilakukan variasi massa untuk mendapatkan

massa optimum pembentukan nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif tempurung kemiri. Hasil pengukuran UV-VIS pengaruh massa karbon aktif pada pembentukan nanopartikel MnO_2 dapat dilihat pada Gambar 5;



Gambar 5. Spektrum Pengaruh Massa KATK Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

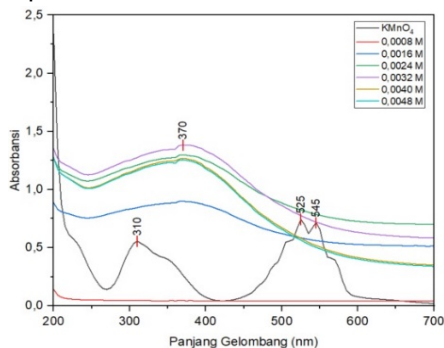
Spektrum UV-VIS menunjukkan terjadi perubahan signifikan akibat penambahan massa KATK yang menyebabkan penurunan intensitas pada puncak 525 dan 545 nm. Hal tersebut menandakan KMnO_4 tereduksi menjadi MnO_2 di daerah panjang gelombang 300-400 nm. Mn^{+7} pada KMnO_4 direduksi menjadi Mn^{+4} dalam MnO_2 yang tidak memiliki serapan di daerah visible. Keberadaan nanopartikel MnO_2 ditunjukkan pada panjang gelombang 365 nm dengan absorbansi tertinggi menggunakan massa karbon 0,1 gram. Hal tersebut bersesuaian dengan hasil penelitian Zhang dkk (2012) bahwa nanopartikel MnO_2 memiliki karakteristik panjang gelombang sekitar 300-400 nm.

Berdasarkan Gambar 5, massa karbon aktif sebesar 0,1 gram menjadi yang paling optimal untuk pembentukan nanopartikel MnO_2 . Hal ini terlihat dari absorbansi yang lebih tinggi pada panjang gelombang 365 nm, yang merupakan ciri khas nanopartikel MnO_2 . Massa karbon aktif yang lebih kecil, seperti 0,05 gram, tidak cukup mendukung pembentukan nanopartikel secara maksimal karena jumlah karbon aktifnya terlalu sedikit. Sebaliknya, massa yang lebih besar, seperti 0,15 gram atau lebih, cenderung menurunkan absorbansi berdasarkan hasil UV-VIS. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh aglomerasi partikel atau ketidakseimbangan antara jumlah karbon aktif dan ion mangan (Mn^{2+}), sehingga pembentukan nanopartikel menjadi kurang efisien. Oleh karena itu, massa 0,1 gram menghasilkan kondisi terbaik untuk mendukung proses pertumbuhan nanopartikel MnO_2 .

2.5.6. Pengaruh Konsentrasi KMnO_4 Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

Konsentrasi KMnO_4 merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 yang maksimal (Dessiea dkk., 2020). Pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi KMnO_4 yaitu 0,0016; 0,0024; 0,0032; dan 0,004 M dengan massa

KATK 0,1 g. Variasi konsentrasi memberikan data mengenai konsentrasi optimum pada pembentukan nanopartikel MnO_2 .



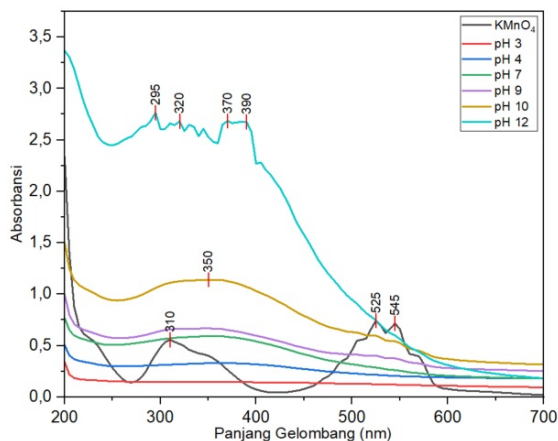
Gambar 6. Spektrum pengaruh konsentrasi KMnO_4 terhadap pembentukan koloid nanopartikel MnO_2

Gambar 6 menunjukkan peningkatan persentase pembentukan koloid seiring dengan meningkatnya konsentrasi KMnO_4 . Konsentrasi optimum pembentukan nanopartikel MnO_2 diperoleh pada konsentrasi 0,0032 M. Hal ini ditunjukkan oleh absorbansi yang tinggi pada panjang gelombang 370 nm menunjukkan transisi elektronik yang khas untuk MnO_2 , yang mengindikasikan keberadaan nanopartikel MnO_2 .

Konsentrasi yang lebih rendah, seperti 0,0008 M dan 0,0016 M, menghasilkan absorbansi yang lebih rendah, mengindikasikan jumlah ion MnO_4^- yang tidak mencukupi untuk mendukung pembentukan nanopartikel secara efisien. Nanopartikel yang terbentuk mungkin memiliki ukuran yang lebih besar atau distribusi ukuran yang tidak seragam akibat absorbansi yang lebih kecil. Sementara itu, konsentrasi yang lebih tinggi, seperti 0,004 M dan 0,0048 M, meskipun menghasilkan absorbansi yang lebih besar, dapat menyebabkan aglomerasi partikel atau pembentukan partikel yang lebih besar, sehingga koloid menjadi kurang stabil. Oleh karena itu, konsentrasi 0,0032 M memberikan keseimbangan terbaik antara jumlah ion MnO_4^- dan pembentukan partikel yang stabil

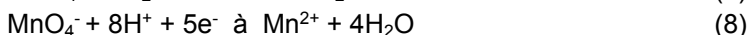
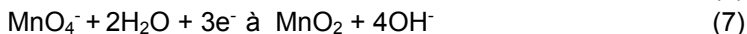
2.5.7. Pengaruh pH Terhadap Pembentukan Koloid Nanopartikel MnO_2

Pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 dengan variasi pH untuk mendapatkan pH optimum pada pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 . Proses deposisi MnO_2 dilakukan pada variasi pH 3; 4; 7; 9; 10 dan 12 dengan massa KATK 0,1 g dan konsentrasi KMnO_4 0,0032 M. Pengaruh pH pada pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum pengaruh variasi pH terhadap pembentukan nanopartikel MnO_2

Gambar 7 variasi pH menghasilkan absorbansi tertinggi pada pH 10 (basa) sebagai pH optimum pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 . pH rendah (suasana asam) menghasilkan kadar koloid MnO_2 rendah, karena yang terbentuk adalah Mn^{2+} . Hal tersebut didukung penelitian yang dilakukan oleh Zhang dkk (2012) bahwa pada pH rendah produk utama yang terbentuk adalah Mn^{2+} . Kadar MnO_2 pada pH rendah kemungkinan terbentuk dari Mn^{2+} yang teroksidasi membentuk MnO_2 . Hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh Liu dkk (2021) bahwa ketika KMnO_4 berada dalam suasana asam lemah maka Mn^{2+} yang dihasilkan akan teroksidasi menjadi MnO_2 .



Kenaikan pH pada kondisi basa kuat (pH 12) menurunkan kadar koloid nanopartikel MnO_2 yang terbentuk. Pada pH basa, terjadi penurunan bilangan oksidasi dari Mn^{+7} menjadi Mn^{+6} , sehingga yang terbentuk adalah manganate (MnO_4^{2-}). Hal ini disebabkan oleh kondisi basa yang mendukung stabilitas MnO_4^{2-} dalam larutan, sesuai dengan reaksi redoks berikut:

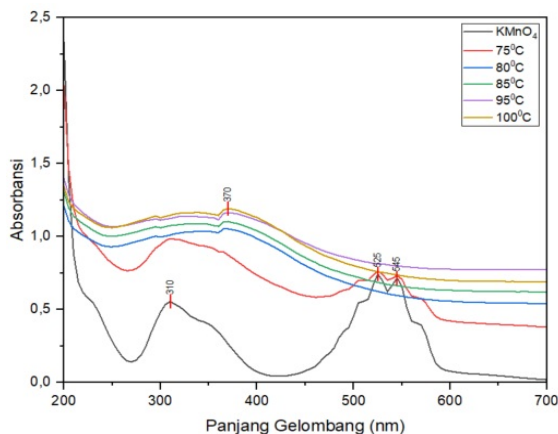


Panjang gelombang yang dihasilkan tidak memiliki ciri koloid MnO_2 . Meskipun grafik UV-Vis menunjukkan absorbansi tinggi pada pH 12, hal ini dapat mencerminkan kehadiran ion MnO_4^{2-} yang stabil dalam larutan, bukan ciri khas pembentukan nanopartikel MnO_2 .

2.5.8. Pengaruh suhu terhadap pembentukan koloid nanopartikel MnO_2

Proses deposisi MnO_2 dengan variasi suhu yaitu 75; 80; 85; 95 dan 100°C dengan konsentrasi KMnO_4 0,0032 M dan pH 10. Gambar 8 menunjukkan bahwa suhu sangat mempengaruhi pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 . Pengamatan

yang sama telah dilaporkan oleh Yani (2017). Pemanasan membantu proses reduksi KMnO_4 menjadi MnO_2 . Pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 mengalami peningkatan seiring dengan peningkatan suhu. Hal ini disebabkan adanya energi kinetik yang mempercepat reaksi sehingga pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 meningkat (Maharani dkk, 2019).



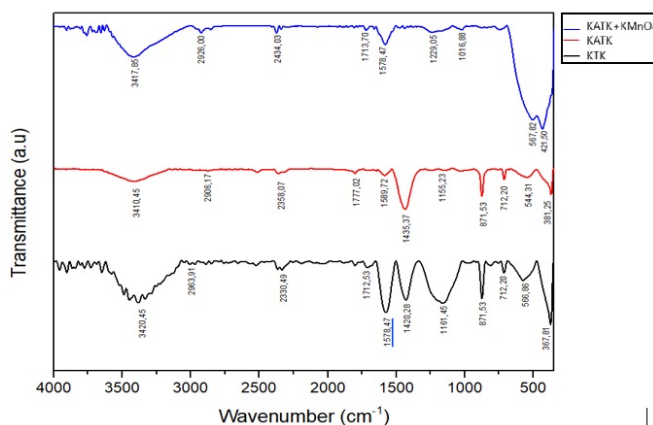
Gambar 8. Spektrum pengaruh variasi suhu terhadap pembentukan nanopartikel MnO_2

Pada suhu rendah (75°C) puncak di 310, 525 dan 545 nm masih terlihat jelas yang menunjukkan keberadaan KMnO_4 meskipun keberadaan puncak 310 sudah mulai melebar. Pertumbuhan partikel pada suhu rendah lebih lambat sehingga partikel yang terbentuk cenderung lebih seragam, tetapi proses ini membutuhkan waktu lebih lama untuk mencapai konsentrasi yang signifikan. Peningkatan suhu menghasilkan intensitas puncak 525 dan 545 nm larutan KMnO_4 semakin menurun terutama pada suhu 95°C dan 100°C yang menandakan sebagian besar KMnO_4 telah membentuk nanopartikel MnO_2 . Peningkatan suhu mengakibatkan reaksi reduksi KMnO_4 lebih cepat, akibat energi kinetik yang dapat mempercepat reaksi redoks, dimana dihasilkan koloid nanopartikel MnO_2 tetinggi pada suhu 100°C . meskipun suhu tinggi merupakan suhu optimum namun harus diperhatikan bahwa suhu yang terlalu tinggi meningkatkan kemungkinan aglomerasi nanopartikel MnO_2 . Ini terjadi karena partikel-partikel kecil cenderung bergabung menjadi partikel yang lebih besar akibat gaya van der Waals atau kurangnya stabilisasi elektrostatis. Berdasarkan uraian tersebut dapat disimpulkan bahwa suhu optimum pembentukan nanopartikel MnO_2 adalah 100°C .

2.5.9. Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR dan Titrasi Boehm

Spektrum FTIR digunakan untuk mengidentifikasi ikatan kimia dan gugus fungsional yang terdapat pada sampel karbon aktif dari tempurung kemiri (KATK), serta untuk mempelajari perubahan struktur kimia yang terjadi setelah penambahan KMnO_4 . Spektrum ini mencakup tiga kurva utama: KTK (tempurung kemiri tanpa aktivasi), KATK (karbon aktif tempurung kemiri), dan KATK yang telah direaksikan

dengan KMnO_4 . Analisis ini dilakukan untuk memahami modifikasi kimia yang terjadi pada permukaan karbon aktif setelah deposisi nanopartikel MnO_2 . Hasil analisis FTIR dapat dilihat pada Gambar 9 sebagai berikut;



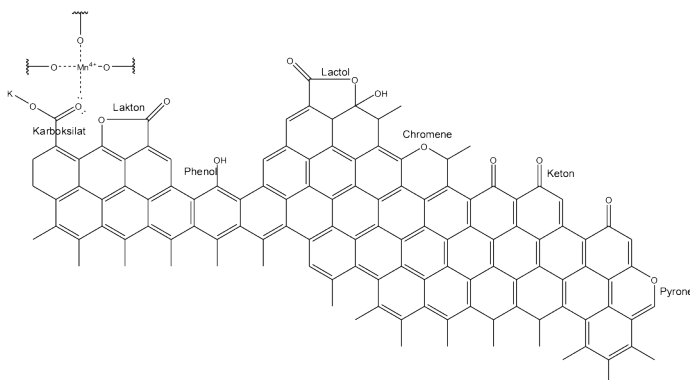
Gambar 9. Spektrum FTIR dari KTK (hitam), KATK (merah) dan KATK+ MnO_2 (biru)

Gambar 9 Daerah O-H ($3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$): pada sampel KTK, terdapat pita lebar di sekitar 3417 cm^{-1} yang menunjukkan keberadaan gugus hidroksil ($-\text{OH}$) dari air teradsorpsi atau gugus hidroksil alami pada kelompok alkohol, fenol atau asam karboksilat. Pada KATK, intensitas pita ini menurun akibat proses aktivasi yang mengurangi kandungan air dan gugus $-\text{OH}$. Sementara itu, pada KATK+ KMnO_4 , pita ini menjadi lebih tajam, mengindikasikan adanya gugus $-\text{OH}$ tambahan hasil oksidasi oleh KMnO_4 .

Daerah C=C ($1500\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$): pada KTK, pita pada daerah ini memiliki intensitas rendah. Pada KATK, pita di sekitar 1576 cm^{-1} lebih jelas, menandakan struktur aromatik setelah aktivasi. Pita ini tetap ada pada KATK+ KMnO_4 , menandakan struktur aromatik stabil meskipun terjadi modifikasi. Daerah C-O ($1000\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$): Pada KTK, pita lemah terlihat di sekitar 1106 cm^{-1} . Pada KATK, intensitas pita meningkat di sekitar 1155 cm^{-1} , menunjukkan pembentukan gugus epoksi atau eter selama aktivasi. Pada KATK+ KMnO_4 , pita ini semakin intens, menjelaskan peningkatan gugus oksigenasi hasil modifikasi.

Daerah di bawah 1000 cm^{-1} pada KTK, pita di daerah ini tidak signifikan. Pada KATK, pita baru muncul di sekitar 671 cm^{-1} , menunjukkan pembentukan struktur karbon baru akibat aktivasi. Pada KATK+ KMnO_4 , pita ini lebih tajam, mengindikasikan interaksi KMnO_4 dengan karbon aktif yang memperkuat struktur. Secara keseluruhan, daerah $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$, $1700\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$, dan $1000\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ merupakan area paling signifikan untuk membedakan karakteristik ketiga sampel. Hasil ini menunjukkan bahwa aktivasi dan modifikasi dengan KMnO_4 berhasil meningkatkan jumlah gugus dan memperbaiki struktur karbon aktif.

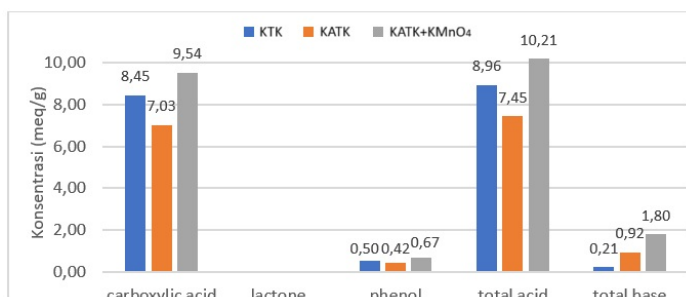
Pembentukan nanopartikel MnO_2 pada KATK ditunjukkan dengan adanya pergeseran pita serapan KATK di daerah $544,31 \text{ cm}^{-1}$ dan $381,25 \text{ cm}^{-1}$ bergeser menjadi $567,82$ dan $421,50 \text{ cm}^{-1}$ setelah direaksikan dengan KMnO_4 . Bilangan gelombang di daerah $567,82 \text{ cm}^{-1}$ dan $421,50 \text{ cm}^{-1}$ disebabkan oleh vibrasi Mn-O-Mn dan ikatan Mn-O. pergeseran tersebut diindikasikan merupakan nanopartikel MnO_2 dari sampel KATK+ MnO_2 . Keberadaan gugus fungsi pada deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif tempurung kemiri dapat dilihat pada Gambar 10;



Gambar 10. Gugus fungsi yang terikat pada KATK

Hasil dari karakterisasi gugus fungsi pada KTK, KATK dan KATK + MnO_2 menggunakan FTIR diperkuat dengan hasil dari titrasi Boehm. Gambar 11 menunjukkan hasil analisis gugus fungsi dengan metode titrasi Boehm. Metode titrasi boehm digunakan untuk memperoleh data kuantitatif gugus fungsional pada permukaan karbon aktif, seperti gugus karboksilat, fenol, lakton dan sebagian dari gugus basa pada sampel KTK, KATK dan KATK + MnO_2 (Dahari dkk., 2022; Sauza dkk., 2019). Penggunaan NaHCO_3 , Na_2CO_3 , NaOH dan HCl dianggap secara berturut-turut menetralkan gugus karboksilat, lakton, fenol dan basa. Berdasarkan data tersebut dilakukan perhitungan gugus fungsi.

Adapun grafik analisis gugus fungsi dengan metode titrasi Boehm dapat dilihat pada Gambar 11:



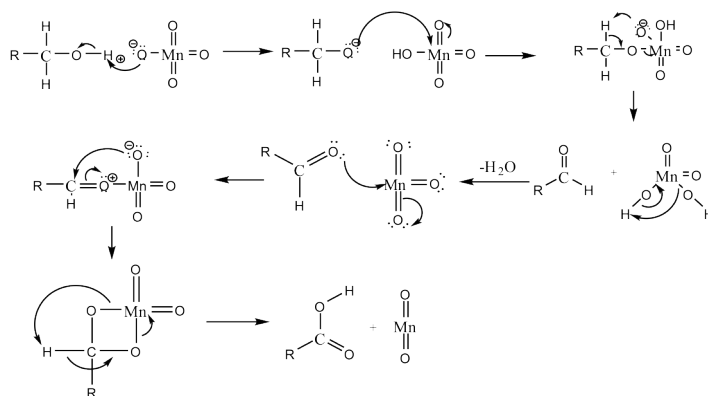
Gambar 11. Grafik analisis gugus fungsi dengan metode titrasi Boehm

Grafik data hasil titrasi Boehm menjelaskan perbandingan gugus fungsi antara KTK, KATK dan KATK+KMnO₄. Jumlah basa total KATK (0,92 meq/g) lebih tinggi dari basa total KTK (0,21 meq/g). Hal tersebut terjadi karena menggunakan aktivator basa kuat yaitu KOH 25% yang mengeliminasi gugus fungsi asam sehingga jumlah asam total menurun dan basa total meningkat. Titrasi pada MnO₂/AC dihasilkan kenaikan jumlah basa total seiring bertambahnya asam total.

Hasil analisis FTIR dan titrasi Boehm saling mendukung dalam menunjukkan perubahan gugus fungsi pada karbon setelah direaksikan dengan KMnO₄. Dari titrasi Boehm, konsentrasi asam karboksilat meningkat signifikan pada sampel KATK+KMnO₄ dibandingkan sampel lainnya. Hal ini sesuai dengan hasil FTIR, di mana intensitas pita serapan di sekitar 1700 cm⁻¹ (yang menunjukkan keberadaan asam karboksilat) juga meningkat. Sebaliknya, konsentrasi fenol dan lakton menurun pada sampel yang sama, yang dikonfirmasi dari FTIR dengan berkurangnya intensitas pita pada sekitar 3200–3600 cm⁻¹ (O-H dari phenol) dan 1750 cm⁻¹ (C=O dari lakton).

Selain itu, total asam yang meningkat pada sampel KATK+KMnO₄ menunjukkan bahwa gugus-gugus asam secara keseluruhan bertambah, terutama asam karboksilat. Sementara itu, total basa tetap rendah, yang berarti gugus basa seperti amina tidak mengalami perubahan signifikan. Sehingga, reaksi dengan KMnO₄ membuat material lebih asam dengan meningkatkan jumlah asam karboksilat, sekaligus mengurangi gugus fenol dan lakton, yang terlihat jelas dari hasil FTIR dan titrasi Boehm.

Peningkatan jumlah asam total terjadi karena proses reduksi MnO₄⁻ menjadi MnO₂ oleh gugus fungsi alkohol pada KATK yang teroksidasi menjadi asam karboksilat. Adapun reduksi KMnO₄ menjadi MnO₂ dapat dilihat pada Gambar 12.



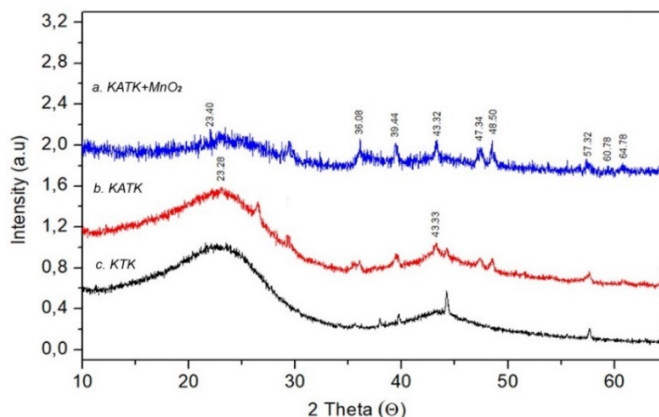
Gambar 12. Reaksi reduksi MnO_4^- menjadi MnO_2 dan asam karboksilat

Reaksi pada Gambar 12 menunjukkan proses terbentuknya gugus asam karboksilat sehingga diperoleh jumlah asam total yang meningkat setelah terjadi reaksi redoks KMnO₄ dan KATK melalui analisis titrasi Boehm. Sifat asam dari permukaan karbon dapat dideteksi dengan proses netralisasi yang menggunakan

larutan NaHCO_3 , Na_2CO_3 , dan HCl . Hal ini berdasarkan asumsi bahwa NaHCO_3 hanya menetralkan gugus karboksil pada permukaan karbon, Na_2CO_3 menetralkan gugus karboksil, lakton serta gugus fenol (Rahmayanti dkk., 2017) dan HCl dapat menetralkan gugus basa total (Li dan Li, 2018).

2.5.10. Karakterisasi XRD

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan metode dasar untuk mengetahui pola difraksi dari KTK, KATK dan KATK+ MnO_2 . Gambar 13 menunjukkan pola difraksi dari KTK, KATK dan KATK + MnO_2 .



Gambar 13. Pola difraksi XRD KTK (a), KATK (b), KATK+ MnO_2 (c)

Pola difraksi yang dihasilkan pada KTK menunjukkan adanya puncak yang lebar pada sudut $10\text{--}30^\circ$ yang merupakan karakteristik karbon. Tetapi, pola difraksi pada KTK terlihat menunjukkan beberapa sudut yang terbentuk. Hal tersebut dikaitkan dengan masih banyaknya pengotor pada permukaan karbon.

Pola difraksi yang dihasilkan pada KATK menunjukkan adanya penurunan puncak-puncak pengotor secara signifikan setelah dilakukan aktivasi. Hal ini menunjukkan bahwa aktivasi dengan menggunakan KOH dapat menghilangkan zat-zat yang mudah menguap pada karbon (Yuliusmad dan Afifah, 2019). Aktivasi mengakibatkan pelebaran sudut pada 2θ $10\text{--}30^\circ$ yang mengindikasikan bahwa KATK cenderung lebih amorf dibandingkan dengan KTK. Difraktogram yang dihasilkan setelah diaktivasi membentuk struktur amorf yang ditandai dengan pola difraksi pada Gambar 13(b). Pola difraksi tersebut menunjukkan dua puncak lebar dengan intensitas yang kuat $10\text{--}30^\circ$ dan $40\text{--}50^\circ$ yang merupakan ciri khas struktur karbon amorf yang umum ditemui pada karbon aktif. Puncak difraksi dari data KATK adalah $23,28^\circ$ dan $43,88^\circ$ yang sesuai dengan indeks Miller (002) dan (001) karbon (JCPDS No.75-1621).

Setelah adanya deposisi nanopartikel MnO_2 pada KATK, pola difraksi KATK+ MnO_2 menunjukkan adanya puncak baru yang merupakan karakteristik dari $\alpha\text{-MnO}_2$ yang berkesesuaian dengan penelitian Zhang dkk. (2012). Pola difraksi yang dihasilkan KATK+ MnO_2 pada sudut $2\theta = 23,40; 36,08; 39,44; 43,32; 47,34; 48,50; 51,32; 60,78; \text{ dan } 64,78$ yang diamati berkaitan dengan bidang (001), (002), (111)

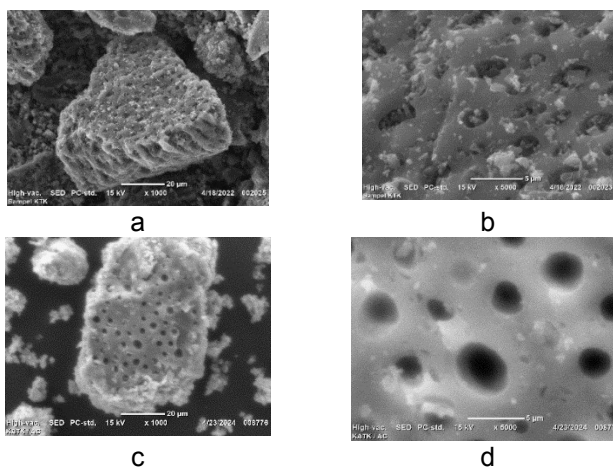
dan (002) dari $\alpha\text{-MnO}_2$ yang sesuai dengan data (JCPDS card No.80-1098). Penambahan $\alpha\text{-MnO}_2$ pada KATK menyebabkan penurunan intensitas di daerah puncak $23,40^\circ$ yang menunjukkan keberhasilan pemuatan MnO_2 melalui reaksi oksidasi dengan KMnO_4 dan penurunan kandungan karbon (Cao dkk., 2021).

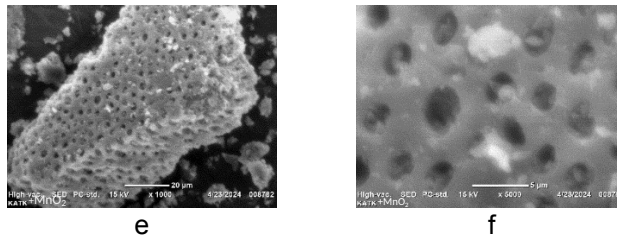
Pada Gambar 13 pola difraksi sinar-X (XRD) yang ditampilkan, terdapat perbedaan yang jelas antara sampel KATK+ KMnO_4 (sampel a), KATK (sampel b), dan KTK (sampel c). Pola difraksi yang lebih tajam dan terdefinisi dengan jelas pada sampel KATK+ KMnO_4 (warna biru) menunjukkan adanya pembentukan nanopartikel MnO_2 setelah perlakuan dengan kalium permanganat (KMnO_4). Difraksi puncak-puncak yang signifikan pada sampel KATK+ KMnO_4 , seperti pada posisi $23,40^\circ$; $36,08^\circ$; $39,44^\circ$; dan $47,32^\circ$ menunjukkan adanya fase kristalin MnO_2 , yang memiliki struktur kristal yang khas posisi pada sudut 2θ . Puncak-puncak ini tidak terlihat pada sampel KATK dan KTK, yang menunjukkan bahwa nanopartikel MnO_2 terbentuk hanya setelah perlakuan dengan KMnO_4 .

Pola difraksi yang terlihat pada sampel KATK+ KMnO_4 menandakan bahwa reaksi oksidasi dengan KMnO_4 berhasil menghasilkan struktur kristal nanopartikel MnO_2 yang terlihat pada XRD. Sedangkan pada sampel KATK dan KTK, yang tidak mengalami perlakuan dengan KMnO_4 , tidak ditemukan puncak-puncak khas untuk MnO_2 . Hal ini mengkonfirmasi pembentukan MnO_2 sebagai nanopartikel yang terlihat jelas dalam pola difraksi pada sampel KATK+ KMnO_4 .

2.5.11. Karakterisasi SEM EDS

Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dari KTK, KATK dan KATK+ MnO_2 . Morfologi permukaan dan pembentukan pori material karbon aktif dari hasil analisis SEM dengan perbesaran 1000 dan 5000 kali.

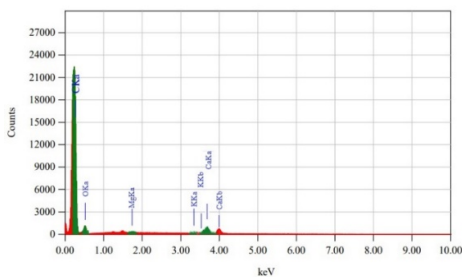




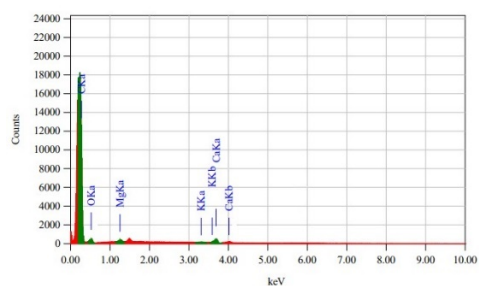
Gambar 14. Hasil SEM pada perbesaran 1000x dan 5000x sampel KTK (a dan b), KATK (c dan d) dan KATK+MnO₂ (e dan f).

Hasil analisis morfologi dengan SEM pada material KTK, KATK dan KATK+MnO₂ menunjukkan adanya perbedaan pada permukaan material karbon. Gambar 14 (a dan b) KTK menunjukkan bahwa bahan telah memiliki pori pada permukaannya, namun masih tertutupi oleh zat-zat pengotor yang terkandung dalam KTK. Peningkatan luas permukaan karbon dilakukan melalui aktivasi menggunakan KOH 25%, sehingga volume pori-pori pada permukaan karbon tampak lebih terbuka dan bersih. Aktivator KOH dapat menghilangkan zat-zat yang mudah menguap, sehingga proses pembentukan pori lebih banyak di permukaan KATK (Yuliusmad dan Afifah, 2019).

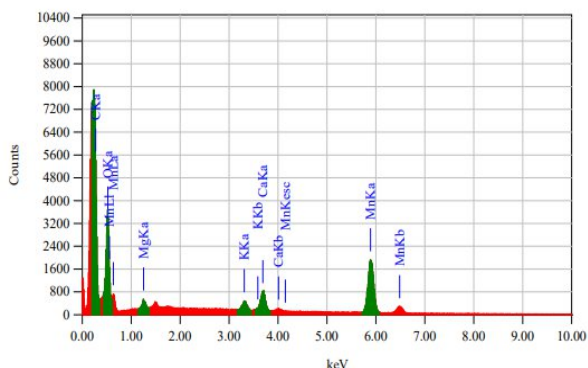
Deposisi nanopartikel MnO₂ pada KATK menunjukkan adanya perubahan yang terjadi pada permukaannya. Nanopartikel MnO₂ dapat menghasilkan luas permukaan spesifik untuk akses ion elektrolit, sehingga jalur transpor ion dan elektron lebih pendek (Zhang dkk., 2012). Selain itu, elektroda yang dideposisi dapat meningkatkan konduktivitas listrik dari bahan nanopartikel MnO₂. Sehingga, kinerja elektrokimia dari elektroda deposisi akan memiliki konduktivitas dan kapasitansi yang semakin tinggi. Adapun hasil mapping EDS KTK, KATK dan KATK+MnO₂ dapat dilihat pada Gambar 15 berikut;



a



b



C

Gambar 15. Hasil Mapping EDS KTK (a), KATK (b) dan KATK+MnO₂ (c)

Hasil pemetaan EDS menunjukkan komposisi elemen yang terdapat dalam KTK (a), KATK (b) dan KATK+MnO₂ (c). Pada KTK, elemen utama yang terdeteksi adalah karbon (C), yang menunjukkan sifat material dasar karbon aktif. Kehadiran oksigen (O) dalam jumlah kecil menunjukkan adanya gugus fungsi oksigen pada permukaan karbon aktif, seperti hidroksil atau karbonil, yang dapat meningkatkan sifat adsorpsi material ini.

Pada KATK, karbon tetap menjadi elemen dominan, tetapi puncak oksigen (O), kalsium (Ca), Magnesium (Mg) dan kalium (K) lebih signifikan dibandingkan karbon aktif kemiri. Hal ini menunjukkan keberadaan mineral dari sisa-sisa abu tempurung yang tidak sepenuhnya hilang selama proses aktivasi.

Sementara itu, pada KATK+MnO₂, hasil EDS menunjukkan peningkatan signifikan pada puncak mangan (Mn), dengan dua puncak utama di sekitar energi 5.9 keV dan 6.5 keV, yang merupakan karakteristik MnO₂. Kehadiran mangan ini, bersama dengan peningkatan oksigen, menunjukkan bahwa material telah dimodifikasi secara efektif. MnO₂ dikenal sebagai material dengan kapasitas oksidasi yang tinggi, yang dapat meningkatkan kemampuan karbon aktif sebagai elektroda superkapasitor.

Hasil mapping diperoleh persentase kandungan unsur pada KTK, KATK dan KATK+MnO₂ ditampilkan pada table berikut;

Tabel 1. Data hasil pengukuran EDS sampel KTK, KATK dan KATK+MnO₂

Sampel	C	O	Mg	K	Ca	Mn
KTK	93.00	4.17	2.01	0.6	0.22	-
KATK	77.63	3.86	2.11	3.59	12.81	-
KATK+MnO ₂	19.92	13.46	1.15	3.07	7.96	54.44

Berdasarkan Tabel 1, proses aktivasi menghasilkan peningkatan kandungan karbon hingga 77,63%. Peningkatan kadar unsur dalam KATK terjadi akibat

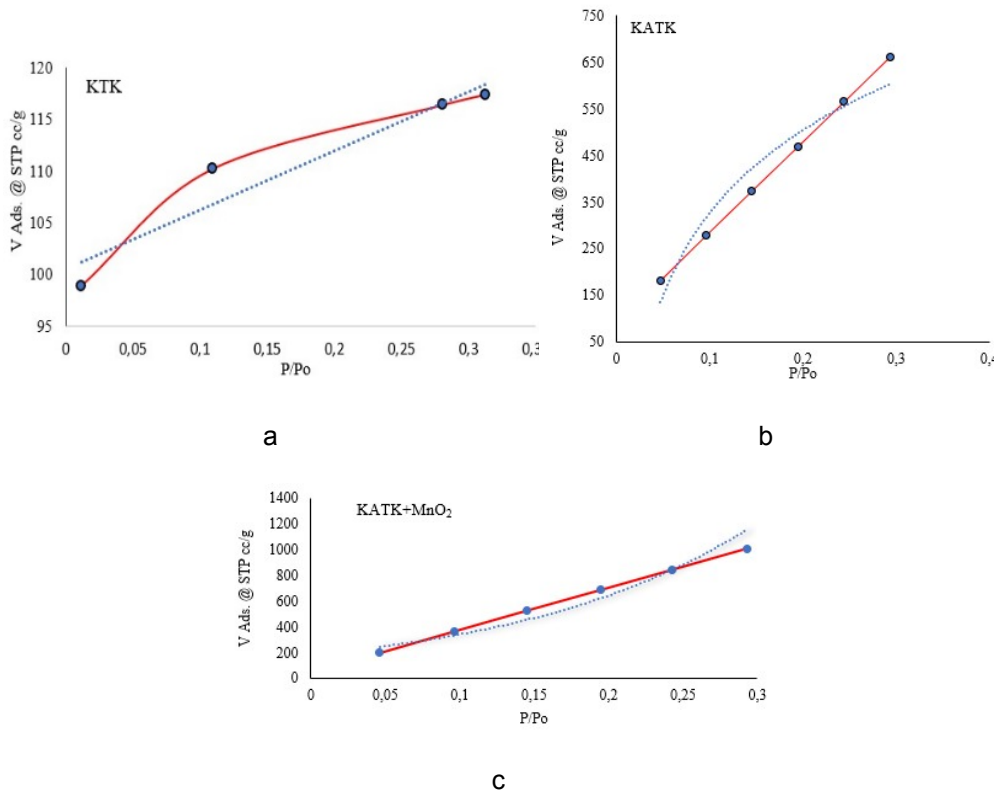
pemanasan pada suhu 900°C selama 40 menit. Aktivasi pada suhu tinggi (aktivasi fisik) dapat membuka pori-pori karbon aktif namun juga menimbulkan efek samping pada KATK yang mengakibatkan peningkatan abu. KATK sudah memenuhi standard karbon aktif komersial dalam SNI 06-7370-1995, yaitu minimal 65% (Yuliusmad dan Afifah, 2019).

Setelah dilakukan proses deposisi nanopartikel MnO_2 , hasil reduksi KMnO_4 pada permukaan KATK dihasilkan kandungan Mn pada permukaan KATK. Perlakuan suhu tinggi mengakibatkan distribusi Mn tidak tersebar merata pada permukaan karbon (Doloksaribu dkk., 2019). Tabel 1 menunjukkan kandungan karbon yang mengalami penurunan, yang menandakan keberhasilan deposisi nanopartikel MnO_2 pada KATK. Hasil pemetaan menunjukkan distribusi nanopartikel MnO_2 pada KATK yang sesuai dengan penelitian Nulu (2021). Setelah deposisi nanopartikel MnO_2 , KATK mengalami pertumbuhan nanopartikel dengan adanya unsur Mn sebanyak 54,44%. Pertumbuhan nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif menyebabkan difusi transportasi ion lebih efisien sehingga meningkatkan kinerja superkapasitor (Mohammadi dkk., 2021).

2.5.12. Luas Permukaan dan Volume dengan BET

Luas permukaan, volume pori dan diameter pori ditentukan dengan metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) sedangkan distribusi ukuran pori ditentukan melalui metode Barret-Joyner-Halenda (BJH) dengan isotherm adsorpsi-desorpsi menggunakan gas N_2 . Gambar 16 menunjukkan hubungan tekanan relatif terhadap volume N_2 pada KTK, KATK dan KATK+ MnO_2 . Penentuan Luas permukaan pada karbon aktif ditentukan dengan membuat kurva hubungan tekanan relatif (*relative pressure*) Vs volume N_2 yang terserap (*amount adsorbed*). Adsorpsi gas nitrogen pada permukaan karbon aktif memberikan data dalam perhitungan luas permukaan, volume pori dan distribusi ukuran pori pada karbon aktif.

Hubungan tekanan relatif terhadap volume N_2 pada sampel dapat dilihat pada grafik berikut;



Gambar 16. Hubungan Tekanan Relatif Terhadap Volume N₂ pada KTK (a), KATK (b) KATK + MnO₂ (c)

Gambar 16 menunjukkan hubungan antara tekanan relatif (P/P_0) dengan volume adsorpsi nitrogen (N₂) pada tiga sampel yaitu KTK, KATK, dan KATK+MnO₂. Volume adsorpsi sampel KTK relatif rendah, dengan nilai maksimum sekitar 110 cm³/g pada tekanan relatif 0,3. Hal ini menunjukkan bahwa KTK memiliki kapasitas adsorpsi yang terbatas, kemungkinan disebabkan oleh struktur pori yang kurang berkembang dan luas permukaan spesifik yang rendah. Material ini cenderung didominasi oleh mikrostruktur padat dengan sedikit mesopori, sehingga hanya mampu menyerap jumlah gas yang terbatas.

Pada sampel KATK, volume adsorpsi meningkat signifikan dibandingkan KTK, mencapai sekitar 650 cm³/g pada tekanan relatif 0,3. Peningkatan ini menunjukkan bahwa aktivasi pada tempurung kemiri berhasil meningkatkan porositas material, baik melalui pembentukan mesopori maupun perluasan mikrostruktur. Aktivasi ini juga menghasilkan peningkatan luas permukaan spesifik, yang secara langsung meningkatkan kapasitas adsorpsi. Dengan struktur pori yang lebih optimal, KATK dapat digunakan untuk aplikasi yang memerlukan kapasitas adsorpsi yang lebih besar.

Sampel KATK+MnO₂ menunjukkan volume adsorpsi tertinggi, mencapai 1400 cm³/g pada tekanan relatif 0,3. Hal ini mencerminkan sifat material dengan

porositas yang sangat baik dan luas permukaan spesifik yang besar. Hal tersebut sejalan dengan hasil penelitian Frackowiak (2006) bahwa luas permukaan yang baik memberikan nilai kapasitansi tinggi jika semua pori dapat diakses oleh ion.

Penambahan MnO_2 pada karbon aktif tempurung kemiri (KATK) tidak hanya meningkatkan porositas, tetapi juga memberikan sifat elektrokimia yang menguntungkan. Hal tersebut didukung hasil penelitian Tompsett dkk. (2014) bahwa mangan dioksida adalah bahan yang baik untuk superkapasitor karena senyawa ini memiliki kapasitansi tinggi, relatif murah, berlimpah secara alami di bumi, tidak beracun, memiliki jangkauan potensial yang luas dan ramah lingkungan. Kombinasi karbon aktif dengan MnO_2 memberikan sifat saling menguntungkan karena karbon aktif menyediakan struktur berpori yang optimal untuk difusi ion, sementara MnO_2 meningkatkan kapasitas spesifik melalui mekanisme redoks. Dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan sifat elektrokimia unggul dari MnO_2 , KATK+ MnO_2 memiliki potensi besar sebagai bahan elektroda superkapasitor.

Ketiga sampel (KTK, KATK dan KATK+ MnO_2) menghasilkan rata rata ukuran pori yang tergolong mesopori sesuai dengan penelitian Meng dkk. (2018). Hasil Pengukuran metode ini ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Luas permukaan spesifik dan ukuran pori dari KTK, KATK dan KATK+ MnO_2

Sampel	Luas Permukaan Spesifik (m^2/g)	Volume Pori (cm^3/g)
KTK	351,0143	0,1388
KATK	4955,506	4,9296
KATK+ MnO_2	2672,903	3,0150

Luas permukaan dan volume pori tempurung kemiri meningkat setelah proses aktivasi dengan KOH. KTK memiliki volume pori $0,1388 \text{ cm}^3/\text{g}$ sebelum penambahan aktivator, sehingga luas permukaan yang diperoleh hanya $351,0143 \text{ m}^2/\text{g}$. Aktivasi kimia umumnya dapat meningkatkan luas permukaan yang lebih tinggi pada bahan karbon (Yuliusmad dan Afifah, 2019). KOH dapat meningkatkan luas permukaan pada karbon aktif. Peningkatan luas permukaan spesifik pada KATK sebesar $4955,506 \text{ m}^2/\text{g}$. Proses aktivasi menghasilkan pengembangan porositas dan luas permukaan teraktivasi yang lebih tinggi. Aktivator KOH bereaksi dengan gugus fenolik dan karbonil dalam proses aktivasi, sehingga menghasilkan pori dan mempromosikan pembentukan pori hingga volume pori (Esterlita dan Herlina, 2015). Semakin besar volume pori semakin besar juga luas permukaan yang dihasilkan. Penambahan aktivator pada KTK meningkatkan volume pori sehingga luas permukaan pada KATK mengalami peningkatan. Penggunaan aktivator pada KATK

membantu memperluas permukaan dari karbon aktif dan meningkatkan jumlah pori dalam elektroda karbon sehingga luas permukaan spesifik meningkat.

Setelah deposisi nanopartikel MnO_2 , luas permukaan dan volume pori mengalami penurunan (Fitriani, 2012). Deposisi nanopartikel MnO_2 pada KATK menyebabkan volume pori dan luas permukaan pada KATK mengalami penurunan. Nilai luas permukaan pada KATK+ MnO_2 mengungkapkan penurunan luas permukaan dan volume pori total terlihat pada Tabel 2 dan mengalami penurunan menjadi luas permukaan sebesar $2672,903 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori $3,0150 \text{ cm}^3/\text{g}$. Penurunan luas permukaan dan volume pori dianggap berasal dari deposisi nanopartikel MnO_2 yang menghalangi pori-pori dari karbon aktif (Fitriani, 2017).

2.5.13. Pengukuran Nilai Kapasitansi Spesifik

Pengukuran kapasitansi dilakukan dengan menggunakan tiga elektroda yaitu elektroda Pt, elektroda Ag/AgCl dan elektroda pasta karbon. Elektroda Pt berfungsi sebagai elektroda pembanding, elektroda Ag/AgCl sebagai referensi dan elektroda pasta karbon berfungsi sebagai elektroda kerja. Pengujian dilakukan dengan *scan rate* 0,05 V/s menggunakan elektrolit Na_2SO_4 1 M. Pengujian siklik voltametri elektroda pasta karbon yang diperoleh digunakan untuk menentukan nilai kapasitansi spesifik. Hasil pengukuran kapasitansi spesifik dapat dilihat pada Tabel 3 berikut;

Tabel 3. Hasil pengukuran kapasitansi spesifik menggunakan elektrolit Na_2SO_4

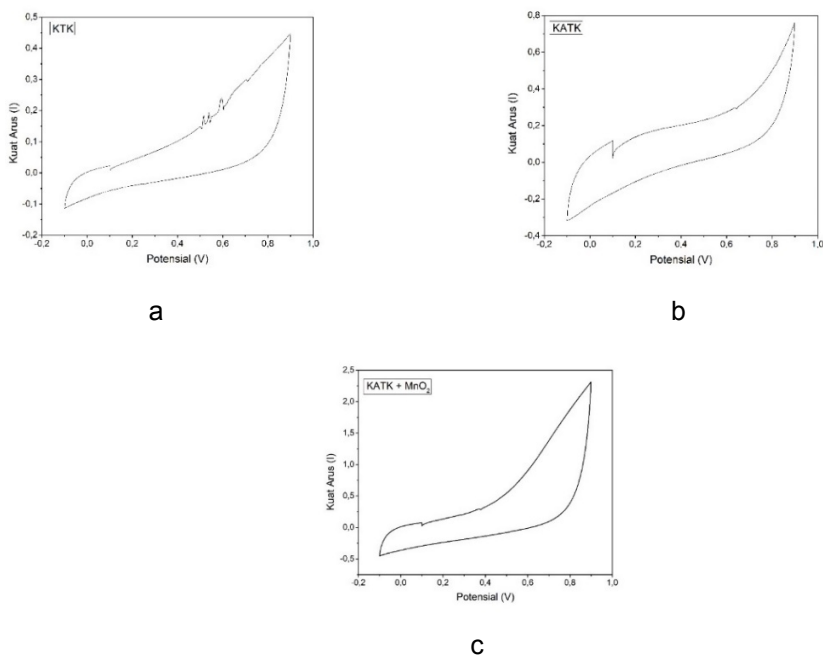
Sampel	Scan rate (V/s)	dV	massa (g)	Kapasitansi spesifik (F/g)
KTK	0,05	1	0,1	14,4845
KATK	0,05	1	0,1	23,8756
KATK+ MnO_2	0,05	1	0,1	67,6432

Perbedaan kapasitansi spesifik antara karbon tempurung kemiri (KTK), karbon aktif tempurung kemiri (KATK), dan deposisi KATK+ MnO_2 dapat dijelaskan berdasarkan modifikasi material dan mekanisme penyimpanan energi yang terjadi. KTK menunjukkan kapasitansi spesifik yang paling rendah ($14,4845 \text{ F/g}$) karena material ini belum melalui proses aktivasi sehingga memiliki luas permukaan spesifik yang terbatas dan struktur pori yang kurang berkembang. Dengan demikian, kemampuan KTK untuk menyimpan ion-ion dari elektrolit Na_2SO_4 melalui mekanisme kapasitansi lapisan ganda sangat terbatas.

Sebaliknya, KATK memiliki kapasitansi spesifik yang lebih tinggi ($23,8756 \text{ F/g}$) karena telah mengalami proses aktivasi, baik secara kimia maupun fisik, yang menghasilkan struktur pori mikro dan meso yang signifikan serta meningkatkan luas permukaan spesifik. Struktur ini memungkinkan interaksi ion elektrolit yang lebih optimal dengan permukaan material, sehingga kapasitansi lapisan gandanya meningkat secara signifikan.

Kombinasi KATK dengan KMnO_4 pada proses deposisi menghasilkan kapasitansi spesifik tertinggi (67,6432 F/g). Hal ini disebabkan oleh efek *pseudocapacitance* dari nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon yang melibatkan reaksi redoks sehingga menghasilkan kapasitansi lebih besar dibandingkan kapasitansi lapisan ganda dari KATK. Pernyataan tersebut selaras dengan temuan Antonucci (2011) yang menunjukkan bahwa penambahan nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon secara signifikan meningkatkan kapasitansi material melalui mekanisme *pseudocapacitance*. Nanopartikel MnO_2 memiliki sifat elektrokimia yang aktif, sehingga mampu menyimpan muatan lebih efisien dibandingkan KATK. Hal ini disebabkan oleh reaksi redoks yang terjadi antara ion dari elektrolit Na_2SO_4 dan nanopartikel MnO_2 , yang menciptakan mekanisme penyimpanan energi tambahan selain kapasitansi lapisan ganda pada KATK.

Selain itu, nanopartikel MnO_2 yang menutupi permukaan karbon memperbaiki distribusi muatan dan meningkatkan konduktivitas listrik karbon. Dengan adanya nanopartikel MnO_2 , ion-ion elektrolit tidak hanya berinteraksi dengan permukaan karbon, tetapi juga dengan nanopartikel MnO_2 , sehingga kapasitas penyimpanan energi menjadi lebih tinggi. Penelitian ini menunjukkan bahwa deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan KATK sangat efektif dalam meningkatkan kemampuan penyimpanan energi seperti superkapasitor.



Gambar 17. Voltammogram KTK (a), KATK (b), KATK + MnO_2 (c)

Gambar 17 memberikan hasil voltammogram proses penyimpanan muatan MnO_2 yang menyebabkan terjadinya reaksi interkalasi/deinterkalasi H^+ dan adsorpsi/desorpsi permukaan kation elektrolit (H^+) selama proses reaksi redoks.

Struktur substrat karbon menyediakan ruang pertumbuhan yang cukup untuk partikel MnO_2 , yang dapat mencegah terjadinya agregasi dari partikel MnO_2 dan menyediakan lebih banyak tempat untuk reaksi redoks faradik yang cepat, sehingga kinerja elektrokimia meningkat. Elektroda deposisi $\text{KATK}+\text{MnO}_2$ menunjukkan kinerja lebih baik dibandingkan dengan elektroda KATK. Elektroda deposisi $\text{KATK}+\text{MnO}_2$ memiliki kapasitansi spesifik sebesar 67,6432 F/g.¶

BAB III

PEMBAHASAN UMUM

Proses karbonisasi tempurung kemiri pada suhu tinggi (700°C) selama 3 jam berhasil menghasilkan arang tempurung kemiri dengan struktur pori yang signifikan. Tahap ini bertujuan untuk menghilangkan komponen volatil seperti hemiselulosa, selulosa, dan lignin, sehingga memperkuat struktur karbon yang stabil. Karbonisasi ini menghasilkan material dasar dengan kadar karbon tinggi dan menjadi langkah awal penting untuk meningkatkan luas permukaan spesifik dan porositas material, yang akan dioptimalkan lebih lanjut melalui proses aktivasi.

Aktivasi menggunakan larutan KOH 25% secara kimia berhasil meningkatkan luas permukaan spesifik dan jumlah pori karbon aktif tempurung kemiri (KATK). Proses ini membersihkan residu pada permukaan karbon, menghasilkan pori mikro dan meso yang signifikan, sehingga memperbesar kapasitas adsorpsi material. Hasil karakterisasi menunjukkan peningkatan signifikan dalam porositas dan luas permukaan, menjadikan KATK material yang cocok untuk aplikasi elektroda.

Deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan karbon aktif tempurung kemiri (KATK) dipengaruhi oleh beberapa faktor penting yaitu massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH, dan suhu. Massa karbon aktif yang optimal untuk pembentukan nanopartikel MnO_2 adalah 0,1 gram. Pada massa ini, absorbansi tertinggi pada panjang gelombang 365 nm menunjukkan pembentukan nanopartikel MnO_2 yang maksimal. Massa yang lebih kecil tidak cukup menyediakan area permukaan untuk deposisi, sedangkan massa yang lebih besar berisiko menyebabkan aglomerasi partikel.

Konsentrasi optimum KMnO_4 untuk pembentukan nanopartikel MnO_2 adalah 0,0032 M. Konsentrasi yang lebih rendah tidak menyediakan cukup ion MnO_4^- untuk mendukung pembentukan nanopartikel secara efisien, sementara konsentrasi yang lebih tinggi cenderung menyebabkan aglomerasi partikel, sehingga menghasilkan koloid yang kurang stabil.

Pembentukan nanopartikel MnO_2 paling optimal terjadi pada pH 10 (basa). Pada pH ini, ion MnO_4^- tereduksi menjadi MnO_2 dengan tingkat stabilitas koloid yang tinggi. Pada pH rendah (asam), produk yang dominan adalah Mn^{2+} , sedangkan pada pH tinggi (basa kuat), MnO_4^- cenderung tereduksi menjadi manganat (MnO_4^{2-}), bukan MnO_2 .

Suhu optimum pembentukan nanopartikel MnO_2 adalah 100°C. Suhu tinggi meningkatkan energi kinetik dan mempercepat reaksi reduksi KMnO_4 menjadi MnO_2 . Namun, suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan aglomerasi partikel, sehingga partikel yang terbentuk cenderung lebih besar dan kurang seragam.

Proses deposisi nanopartikel MnO_2 melalui reduksi KMnO_4 pada permukaan KATK berhasil membentuk material karbon dengan sifat elektrokimia yang lebih baik. MnO_2 meningkatkan kapasitas spesifik material melalui mekanisme redoks, menghasilkan struktur yang mendukung penyimpanan energi berbasis pseudokapasitansi. Keberhasilan deposisi dikonfirmasi melalui karakterisasi SEM-EDS, FTIR, dan XRD, yang menunjukkan distribusi MnO_2 yang merata dan peningkatan gugus fungsi oksidasi.

Karakterisasi BET menunjukkan peningkatan volume adsorpsi nitrogen (N_2) setelah aktivasi dan modifikasi. Sampel KATK memiliki luas permukaan tertinggi ($4955,506 \text{ m}^2/\text{g}$), sedangkan KATK+ MnO_2 , meskipun mengalami penurunan luas permukaan ($2672,903 \text{ m}^2/\text{g}$), menunjukkan kapasitas adsorpsi yang lebih optimal karena kontribusi MnO_2 dalam meningkatkan sifat elektrokimia material. Kombinasi ini menghasilkan struktur dengan kapasitas penyimpanan energi yang tinggi.

Pengujian siklik voltametri menunjukkan bahwa KATK+ MnO_2 memiliki kapasitansi spesifik tertinggi ($67,6432 \text{ F/g}$) dibandingkan KTK ($14,4845 \text{ F/g}$) dan KATK ($23,8756 \text{ F/g}$). Hasil ini mengindikasikan bahwa penambahan MnO_2 memberikan kontribusi signifikan melalui mekanisme pseudokapasitansi, yang melibatkan reaksi redoks ion-ion elektrolit dengan nanopartikel MnO_2 . Penelitian ini menunjukkan keberhasilan modifikasi material dalam meningkatkan kinerja elektroda untuk digunakan lebih lanjut sebagai bahan superkapasitor.

Analisis FTIR dan XRD mengonfirmasi perubahan struktur dan kimia pada KATK setelah deposisi MnO_2 . Peningkatan gugus fungsi hasil oksidasi pada permukaan KATK+ MnO_2 mendukung pembentukan nanopartikel MnO_2 , sedangkan pola difraksi XRD menunjukkan keberadaan fase kristalin MnO_2 yang khas. Karakterisasi ini menunjukkan sinergi antara karbon aktif dan MnO_2 dalam meningkatkan sifat material untuk aplikasi superkapasitor.

BAB IV

KESIMPULAN

4.1. Kesimpulan

Kesimpulan dari hasil penelitian yang diperoleh adalah sebagai berikut:

1. aktivasi dengan menggunakan KOH meningkatkan pembentukan volume pori, luas permukaan KATK dan memudahkan transpor ion dari KATK sehingga meningkatkan nilai kapasitansi.
2. Massa karbon aktif, konsentrasi KMnO_4 , pH dan suhu mempengaruhi pembentukan koloid nanopartikel MnO_2 yang terdeposisi pada permukaan KATK.
3. Kapasitansi spesifik KTK mengalami peningkatan setelah aktivasi KOH dan meningkat signifikan. Ketika dilakukan deposisi nanopartikel MnO_2 pada permukaan dengan peningkatan nilai kapasitansi spesifik dari 23,8756 menjadi 67,6432 F/g.

4.2. Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya yaitu :

1. perlu menganalisis lebih lanjut koloid nanopartikel MnO_2 untuk mengetahui ukuran partikel yang dihasilkan.
2. perlu menggunakan beberapa elektrolit lain untuk membandingkan nilai kapasitansi yang dihasilkan.
3. perlu melakukan pengukuran kapasitansi dengan variasi *scan rate* untuk membandingkan nilai kapasitansi yang dihasilkan.