



PROSIDING

Seminar Nasional MIPA 2016

Naskah diseminarkan pada 5 November 2016 dan dipublikasikan pada
<http://conf.unnes.ac.id/index.php/mipa/mipa2016/schedConf/presentations>



Pengaruh Asam Sulfat sebagai Agen *Crosslink* pada Karakterisasi Elektroda Karbon untuk Sistem *Capacitive Deionization*

Iim Fatimah¹, Narendra Gharini Puteri², dan Endarko³

Institusi Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

iimf@physics.its.ac.id¹, narendraghariniputeri@gmail.com², endarko@physics.its.ac.id³

Abstrak

Capacitive deionization (CDI) adalah teknologi untuk deionisasi air laut dengan menerapkan perbedaan potensial listrik lebih dari dua elektroda karbon berpori. Teknologi ini menggunakan prinsip dasar dari sebuah kapasitor untuk menghilangkan ion terlarut. Tujuan utama penelitian ini adalah untuk mensintesis elektroda karbon. elektroda karbon dibuat dengan metode *crosslink* itu disiapkan dengan mencampur karbon aktif (700-1400 m²/g), polivinil alkohol (PVA, Merck), asam sulfat (H₂SO₄) sebagai elektrolit dopan digunakan untuk melarutkan PVA. Sifat elektrokimia elektroda karbon dianalisis menggunakan *cyclic voltametry* (CV) dan *electrical impedance spectroscopy* (EIS). Diperoleh kapasitansi spesifik 82 F / g dicapai untuk elektroda karbon dengan variasi 5,7 mL H₂SO₄. Karbon elektroda ini menunjukkan kemampuan yang baik untuk *Capacitive deionization* (CDI). Kinerja penghilangan garam dari elektroda karbon dianalisa lebih lanjut.

Abstract

Capacitive deionization (CDI) is a technology to deionize water by applying an electrical potential difference over two porous carbon electrodes. This technology utilizes the basic principle of a capacitor to remove dissolved ions. The main proposed study was to synthesize carbon electrode. Carbon electrodes prepared by the *crosslink* method, it were prepared by mixing activated carbon (700-1400 m²/g), polyvinyl alcohol (PVA, Merck), Sulfuric acid (H₂SO₄) as a dopant electrolyte was used to dissolved PVA. The electrochemical properties of carbon electrodes were analyzed using cyclic voltametry (CV) and electrical impedance spectroscopy (EIS). A specific capacitance of 82 F/g was achieved for the electrodes in 5, mL H₂SO₄. Carbon electrode showed good high rate capability for capacitive deionization (CDI). The salt removal performance of the carbon electrodes was further analyzed.

Keywords: carbon electrode; *crosslink*; polyvinyl alcohol (PVA); specific capacitance.

PENDAHULUAN

Kebutuhan air untuk konsumsi, pertanian dan kebutuhan lainnya terus meningkat, sedangkan kuantitas dan kualitas mengalami penurunan. Jumlah air tawar yang tersedia sekitar 2,5% dari total jumlah air yang ada di bumi (Shiklomanov, 2000). Hal ini menunjukkan bahwa dibutuhkan cara untuk meningkatkan persediaan air tawar. Air laut merupakan sumber air terbesar yang ada di bumi, namun air laut tidak dapat dikonsumsi secara langsung. Hal ini menyebabkan banyak penelitian telah dikembangkan agar dapat membantu mencukupi kebutuhan air.

Beberapa teknologi yang telah dikembangkan antara lain adalah *reverse osmosis*, *electrodialysis*, *vapor compression distillation* (Anderson dkk, 2010). Salah satu teknologi yang dikembangkan akhir-akhir ini adalah *capacitive deionization* (CDI). Teknologi ini dikenalkan oleh Caudle dkk dengan menggunakan elektroda berpori (serbuk karbon aktif) yang dialiri arus untuk proses desalinasi air (Oren, 2008). *capacitive deionization* merupakan teknologi desalinasi dan pengolahan air dengan menggunakan prinsip dasar kapasitor.

Salah satu faktor paling penting untuk mengetahui kinerja *capacitive deionization* (CDI) adalah karakter fisik dan kimia dari elektroda karbon. Desalinasi akan efektif dan efisien jika elektroda yang digunakan mempunyai permukaan pori yang luas agar daya adsorpsi ion semakin besar (Johnson, 1971). Zhao et al (2013) menyatakan bahwa karbon aktif memiliki daya serap yang baik. Untuk membuat karbon menjadi elektroda yang baik diperlukan *Polyvinyl Alcohol* (PVA) sebagai pengikat karbon dengan menggunakan metode *crosslinking*. Metode ini diperlukan *cross agent* yang mempengaruhi nilai kapasitansi elektroda.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penelitian difokuskan pada bagaimana membuat komposisi elektroda karbon menggunakan binder PVA dan *cross agent* asam sulfat menggunakan metode *crosslinking*. Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui morfologi elektroda karbon menggunakan binder PVA dengan variasi konsentrasi asam sulfat sebagai *cross agent*.

METODE

Alat yang digunakan dalam pembuatan elektroda karbon adalah gelas ukur, gelas beker, pipet, spatula, timbangan digital SCOUT PRO tipe SPS 401F, furnace Thermo scientific model FB1310M-33, stirer spinbar ukuran 4 cm, dan magnetic stirrer AMTAST tipe MS400. Untuk proses pengeringan elektroda diperlukan satu buah kotak karton ukuran 21 x 30 x 38 cm³, dua lembar karton kuran 21 x 30 cm², lampu krisbow P4542 Watt, dan kabel penghubung. Bahan yang digunakan sebagai pembuatan elektroda karbon adalah karbon aktif dari bahan tempurung kelapa yang telah dipanaskan pada temperatur 80°C selama 24 jam dan kemudian disaring, lembaran grafit yang diproduksi oleh Changyi Dongfeng Materials yang telah dipotong dengan ukuran 6 x 8 cm², Polyvinyl Alcohol, dan asam sulfat yang diproduksi oleh PT.SMART LAB INDONESIA, serta aquades.

Pembuatan elektroda dalam penelitian ini dilakukan dengan terlebih dahulu menentukan komposisi yang digunakan dalam pembuatan elektroda. Tahap penentuan komposisi ini dilakukan untuk mengetahui komposisi yang tepat untuk pembuatan elektroda karbon pada CDI. Tahap ini dilakukan dengan menggunakan variasi asam sulfat sebesar 0.1, 0.15, 0.2, 5.7, 7.6, dan 9.5 mL. Pada tahapan ini pembuatan campuran elektroda dilakukan dengan dua metode, metode A dan metode B. Untuk komposisi dengan asam sulfat 0.1, 0.15, dan 0.2 mL dilakukan dengan menggunakan metode A. Sedangkan untuk asam sulfat 5.7, 7.6, dan 9.5 mL dilakukan dengan metode B. Metode A dilakukan dengan cara 70 mL aquades dididihkan hingga 100° C hingga volume aquades mencapai 45 mL. Lalu 0.5 g PVA dimasukkan dan diaduk hingga keseluruhan PVA terlarut dalam aquades (campuran homogen). Kemudian dilakukan penambahan 10 g karbon aktif secara sedikit demi sedikit kedalam campuran dan pengadukan terus hingga temperatur campuran mencapai 35° C. Setelah itu ditambahkan asam sulfat dengan variasi 0.1, 0.15, dan 0.2 mL dan dilakukan pengadukan kembali selama 4 jam. Lembaran grafit yang telah disiapkan dilapisi dengan campuran tersebut dengan spatula kemudian didiamkan dalam temperatur ruang hingga kandungan air dalam elektroda berkurang ditandai dengan mengeringnya elektroda. Elektroda yang telah terbentuk kemudian difurnace pada temperatur 120° C selama satu jam. Metode B dilakukan dengan cara asam sulfat dicampurkan dengan aquades hingga volume total campuran 35 mL. Campuran tersebut diukur suhunya. Temperatur awal campuran yang lebih tinggi dari 40° C didinginkan terlebih dahulu dengan cara dicelupkan kedalam wadah lain yang lebih besar dan terisi air. Jika temperatur campuran telah mencapai atau dibawah 40° C kemudian campuran diaduk hingga diperoleh campuran yang homogen. Temperatur campuran dijaga agar tetap stabil pada temperatur 40° C. Kemudian PVA dimasukkan kedalam campuran dan diaduk hingga PVA terlarut (campuran homogen). Setelah campuran homogen 10 g karbon aktif dimasukkan, pengadukan dilanjutkan selama 30 menit agar karbon aktif tercampur merata

pada campuran. Selanjutnya campuran tersebut dilapiskan pada lembaran grafit yang telah disiapkan dengan menggunakan spatula. Lembaran elektroda tersebut dimasukkan ke dalam kotak karton yang telah disediakan untuk tahap pengeringan. Temperatur di dalam kotak karton dijaga untuk stabil pada temperatur 35°C di seluruh sisi. Pengeringan dilakukan selama 13 jam dan kemudian difurnace pada temperatur 120°C selama satu jam.

Setelah tahap pembuatan elektroda telah selesai dilakukan pengujian ikatan yang terbentuk pada masing-masing elektroda dengan FTIR. Pemilihan komposisi didasarkan dengan jumlah rantai -OH yang terputus dari PVA dan banyaknya terbentuknya ikatan S-O. Setelah komposisi yang tepat untuk pembuatan elektroda telah ditentukan. Dilakukan kembali pembuatan elektroda dengan cara sama.

Pengujian yang dilakukan untuk karakterisasi ini adalah SEM-EDX, CV dan EIS. Pengujian SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi dari lapisan elektroda karbon yang telah dibuat serta untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam lapisan elektroda karbon. Untuk mengetahui kemampuan elektrokimia dari elektroda karbon yang dibuat dilakukan pengujian Cyclic Voltametry (CV) dan Electrical Impedance Spectroscopy (EIS) dengan larutan elektrolit KCl 0.5M.

HASIL DAN PEMBAHASAN

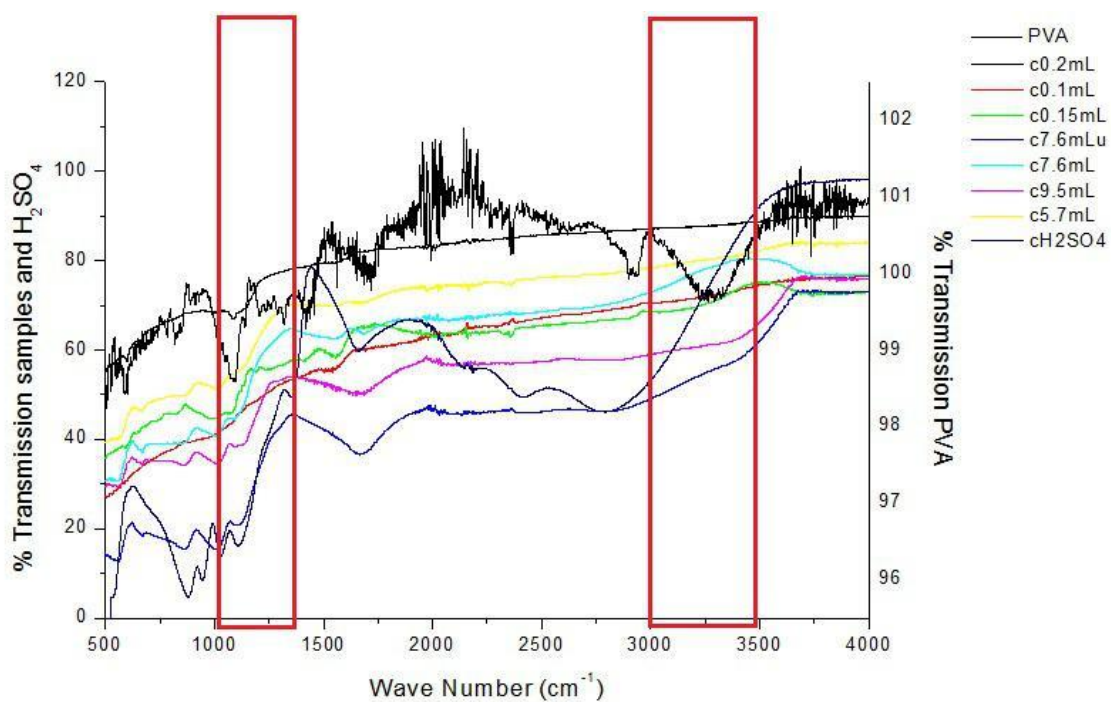
Elektroda yang dibuat dalam penelitian ini adalah elektroda yang dibentuk dengan metode *crosslinking*. Molekul-molekul akan terikat dengan ikatan kovalen. Ikatan ini akan membuat polimer, dalam penelitian ini digunakan PVA, untuk berikat silang sehingga dapat menghasilkan ikatan yang lebih kompak. Dalam pembentukan crosslink diperlukan agen yang berfungsi untuk memutus salah satu rantai PVA dan akan menghubungkannya dengan rantai PVA yang lain. Pembentukan crosslink ini dilakukan dengan mereaksikan PVA dengan asam sulfat. Penggabungan keluarga alkohol dengan asam sulfat akan mengakibatkan terjadinya reaksi esterifikasi dan akan menghasilkan sulfat ester dan air.

Pembentukan crosslink ini membutuhkan inisiasi suhu untuk pemutusan rantai -rantainya. Semakin banyak rantai yang terputus dan kemudian terikat dengan yang lain maka crosslink yang dihasilkan akan semakin banyak dan mengakibatkan meningkatnya kekerasan dan titik leleh polimer tersebut. Pembentukan crosslink ini tidak bereaksi dengan karbon aktif yang memegang peranan penting pada CDI. Karbon aktif akan menyisip diantara crosslink dan jaring - jaring crosslink akan menjaga karbon aktif tersebut agar tidak mudah untuk lepas dan dapat digunakan sebagai adsorber pada CDI.

Penentuan komposisi elektroda dilakukan karena belum adanya komposisi yang baku untuk pembuatan elektroda karbon. Komposisi pada elektroda merupakan perbandingan banyaknya H_2SO_4 , PVA, aquades, dan karbon aktif. Proses pengeringan ini berlangsung lebih lama dari pada proses pengeringan pada elektroda berbahan PVA dengan agen asam glutarat. Hal ini disebabkan banyaknya kandungan air yang terbentuk akibat dari pemutusan ikatan PVA dan H_2SO_4 . Proses pengeringan juga tidak terjadi secara optimal dikarenakan faktor lingkungan pengeringan. Kondisi pengeringan yang terisolasi mengakibatkan uap air akan terus menerus terjebak didalam tempat pengeringan. Setelah seluruh elektroda dibuat dilakukan pengujian FTIR untuk mengetahui gugus kimia yang terbentuk pada elektroda - elektroda tersebut. Pengujian FTIR juga dilakukan pada elektroda yang hanya mengandung PVA dan karbon aktif dan H_2SO_4 98% yang digunakan dalam pembuatan elektroda. Ikatan O-H yang berada pada nomor gelombang $3000 - 3500\text{ cm}^{-1}$ menjadi parameter pertama untuk menentukan komposisi pembuatan elektroda. Kandungan O-H ditunjukkan dengan adanya cekungan di daerah tersebut. Pada grafik tersebut sampel dengan komposisi H_2SO_4 0.1 mL dan 5.7mL menunjukkan hanya sedikit cekungan pada daerah tersebut. Hal ini berarti ikatan O-H dalam PVA pada sampel telah terputus dan terikat oleh H_2SO_4 . Parameter kedua adalah

meihat adanya ikatanan R-SO₂-R pada sampel. Ikatan ini dapat terlihat dengan adanya cekungan pada daerah nomor gelombang 1110-1310 cm⁻¹. Dari kedua sampel yang telah memenuhi parameter pertama, sampel dengan komposisi H₂SO₄ yang memiliki cekungan pada daerah panjang gelombang tersebut. Sehingga komposisi yang digunakan dalam tahap selanjutnya adalah 0.5 g PVA, 10 g karbon aktif, 5.7mL H₂SO₄, dan 29.3mL aquades. Metode yang digunakan adalah metode B. Hasil pengujian FTIR adalah sebagai berikut.

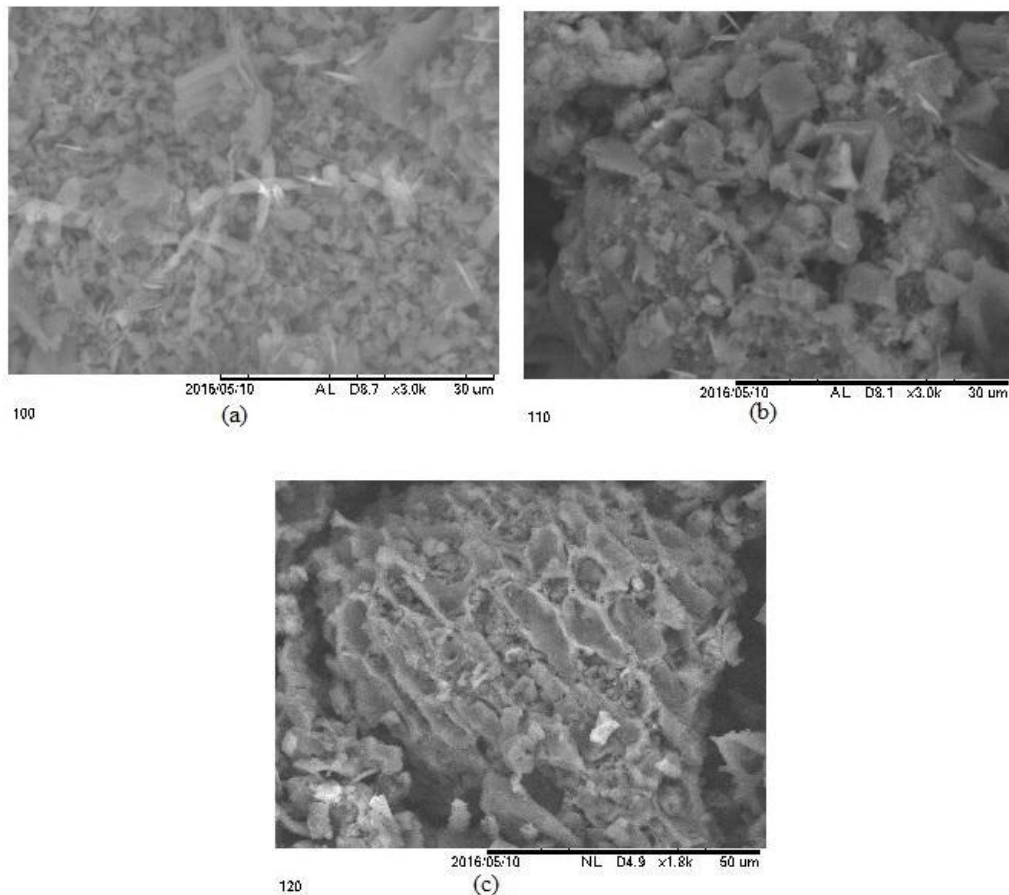
Ikatan cross link PVA dengan agen H₂SO₄ membentuk padatan yang tidak dapat larut dalam air. Ikatan ini berperan untuk mengikat butiran karbon aktif pada lembaran grafit. Pada gambar morfologi permukaan elektroda t100 terlihat PVA telah membentuk batang-batang yang tersebar dalam serbuk karbon. Pada sampel elektroda t110 terlihat batang terbentuk lebih besar dan lebih banyak daripada t100 dan mendekati bentuk lempengan. Sedangkan pada sampel elektroda t120 PVA yang berbentuk batang pada t100 dan t110 terlihat lebih kompleks. Batang-batang tersebut berubah menjadi lempengan yang tersusun membentuk ruang-ruang yang berisi dengan serbuk karbon. Ruang-ruang yang terbentuk juga tersusun dengan teratur. Dengan kata lain semakin meningkatnya temperatur akan membentuk ikatan crosslink yang lebih sempurna dan lebih merata.



Gambar 1. Grafik hasil pengujian FTIR pada elektroda dengan variasi komposisi

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan disimpulkan bahwa Komposisi yang digunakan dalam pembuatan elektroda adalah komposisi H_2SO_4 yang memiliki cekungan pada daerah panjang gelombang tersebut. Sehingga komposisi yang digunakan dalam tahap selanjutnya adalah 0.5 g PVA, 10 g karbon aktif, 5.7mL H_2SO_4 , dan 29.3mL aquades. Morfologi permukaan elektroda menunjukkan bahwa semakin meningkatnya temperatur akan membentuk ikatan crosslink yang lebih sempurna dan lebih merata maka akan menghasilkan struktur permukaan yang lebih kompak.



Gambar 2. Morfologi permukaan elektroda pada suhu pembentukan (a)100°C, (b)110°C, (c)120°C.

DAFTAR PUSTAKA

- Anderson, M.A. Cudero. Palma (2010). Capacitive Deionization (CDI) as an electrochemical means of saving energy and delivering clean water. Comparison to present desalination practices; will it complete?. *Electrochemical Acta*, No.55, hal 3845-3856.
- Hassan, C. M., & Peppas, N. A. (2000). Structure and Applications of Poly(Vinyl Alcohol) Hydrogels Produced by Conventional Crosslinking or by Freezing Thawing Methods. *Advance in Polymer Science*, Vol 153, 37-65
- Johnson, A.M. dan J. Newman, (1971), 'Desalting by Means of Porous Carbon Electrodes', *J. Electrochem. Soc.*,118(3) 510-517.

- Oren, Y. (2008), "Capacitive deionization (CDI) for desalination and water treatment—past, present and future (a review)", *Desalination*, 228, 10–29.
- Pankan, A. O., Fisher, A., Aravena, A. G., Dai, C., Lain, E. M., Zheng, F., Wang, Y. (18 March, 2016). *Linear Sweep and Cyclic Voltametry: The Principles*. Retrieved from Department of Chemical Engineering and Biotechnology, University of Cambridge: {<http://www.ceb.cam.ac.uk/research/groups/rg-eme/teaching-notes/linear-sweep-and-cyclic-voltametry-the-principles>}
- Park Byeong-Hee et al, (2011), Capacitive deionization using a carbon electrode prepared with water-soluble poly(vinyl alcohol) binder, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* , 717–722
- Park, K.K., Lee, J.B., Park, P.Y., Yoon, S.W., Moon, J.S., Eum, H.M. & Lee, C.W. (2007), —Development of a Carbon Sheet Electrode for Electrosorption Desalination, *Desalination*, 206, 86-91.
- Porada, S., Bryjak, M., Van der wal, A. & Biesheuvel, P.M. (2012), "Effect of electrode thickness variation on operation of capacitive deionization", *Electrochimica Acta* Vol. 75, pp 148-156.
- Rosi, M., Iskandar, F., Abdullah, M., & Khairurrijal. (2014). Hydrogel-Polymer Electrolytes Based on Polyvinyl Alcohol and Hydroxyethylcellulose for Supercapacitor Applications . *International Journal of Electrochemical Science*, 4251-4256.
- Scholz, F. (2005). *Electroanalytical Method Guide to Experiments and Applications*. Greifswald: Springer.
- Siklomanov, I. (2000). Appraisal and assessment of world water resources. *Water International*, 25.
- Wati, G. A., Rohmawati, L., & Putri, N. P. (2015). KAPASITANSI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR DARI TEMPURUNG KELAPA. *Jurnal Fisika*. Volume 04 Nomor 01, 6-9.