

KARAKTERISASI PERILAKU KONDUKTIVITAS KARBON AKTIF MAGNETIK

Aripin

Jurusan Fisika, FMIPA - Universitas Haluoleo
Kampus Bumi Tridharma Anduonohu, Kendari 93232

ABSTRAK

KARAKTERISASI PERILAKU KONDUKTIVITAS KARBON AKTIF MAGNETIK.

Karbon aktif yang mengandung magnetik (KAM) disintesis menggunakan *paper towel* sebagai sumber karbon dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor magnetik. KAM disiapkan dengan mengkombinasikan sifat-sifat struktur karbon dengan kerangka yang mengandung struktur logam. Lima jenis KAM dikarbonisasi pada 400 °C dan diaktivasi pada 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C selama satu jam. Sampel dikarakterisasi dengan serapan nitrogen, XRD, dan FTIR. Struktur permukaan yaitu luas permukaan BET dan volume total pori bertambah jika temperatur aktivasi dinaikkan. Karbon aktif (KA) mempunyai puncak XRD yang menunjukkan kerangka karbon amorphous. Pola-pola XRD untuk KAM menunjukkan bahwa bahan ini mengandung magnetit yang terorganisasi dengan karbon yang tersimpan dalam strukturnya. Spektrum FTIR KAM menunjukkan bahwa grup-grup karboksil berkurang jika suhu dinaikkan. Pita-pita serapan pada KAM menunjukkan mode-mode *vibrasi stretching* dan torsional ikatan Fe-O magnetit berturut-turut dalam situs-situs tetrahedral dan oktaedral. Pengukuran konduktivitas listrik menunjukkan bahwa KAM mempunyai konduktivitas maksimum pada suhu 400 °C, dan penambahan suhu lebih lanjut menghasilkan dalam pengurangan konduktivitas listrik.

Kata kunci : Karbon aktif magnetik (KAM), karbon aktif (KA), suhu aktivasi

ABSTRACT

CHARACTERIZATION AND CONDUCTIVITY BEHAVIOUR OF MAGNETIC ACTIVATED CARBON.

Magnetic-containing activated carbons (MAC) were synthesized using paper towel as carbon sources and $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ as magnetic precursor. MAC was prepared by combining the structural properties of carbons with a framework containing metal structures. Five types of MAC were carbonized at 400°C and activated at 400°C, 500°C, 600°C, 700°C for one hour. The samples were characterized by nitrogen sorption, XRD, and FTIR. The surface structures are the BET surface area and total pore volume of MAC increased as the temperature increased. Activated carbon (AC) has XRD peaks, which evidences an amorphous carbon framework. The XRD patterns for the MAC show that this material consist of an organized magnetite with the carbon embedded in its structure. The FTIR spectrum of MAC shows that carboxyl groups decreased as the temperature increased. Absorption bands of MAC shows the stretching and torsional vibration modes of the magnetite Fe-O bond in tetrahedral and octahedral sites, respectively. The electrical conductivity studies showed that MAC has the maximum conductivity at 400°C and further increasing the temperature would result in a decrease of electrical conductivity.

Key words : Magnetic activated carbon (MAC), activated carbon (AC), activation temperature

PENDAHULUAN

Electric Double-Layer Capacitor (EDLC) atau kapasitor lapisan ganda listrik telah dipikirkan sebagai sumber tenaga daya tinggi yang memberi harapan untuk peralatan komunikasi digital dan kendaraan listrik. Keuntungan *EDLC* adalah kemampuannya lebih cepat dan waktu pakainya lebih lama jika dibandingkan terhadap baterai. *EDLC* memanfaatkan *double layer* atau lapisan ganda yang terbentuk pada permukaan elektroda/elektrolit, dimana muatan-muatan listrik terkumpul pada permukaan elektroda dan ion-ion muatan yang berlawanan tersusun dalam tepi-tepi elektrolit. Bahan

elektroda *EDLC* mempunyai luas permukaan yang besar untuk pengumpulan muatan dan struktur pori yang tepat untuk pembasahan elektrolit dan gerakan ion yang cepat.

Tiga katagori utama bahan elektroda digunakan dalam *EDLC* yaitu karbon, polimer dan oksida logam [1]. Untuk oksida logam seperti CuO_2 mempunyai kapasitans lebih besar dari 700 F/g [2], tetapi bahan ini terlalu mahal. Polimer juga adalah sebagai bahan elektroda untuk *EDLC* [3], tetapi dalam polimer, gerakan ion dalam pori agak lambat dan stabilitasnya berubah-ubah. Karbon dengan luas permukaan tinggi adalah bahan elektroda *EDLC* yang

Karakterisasi Perilaku Konduktivitas Karbon Aktif Magnetik (Aripin)

tidak mahal dengan kapasitans di atas 100 F/g [4]. Oleh karena itu, banyak kapasitor yang tersedia sekarang dari bahan-bahan karbon yang digunakan untuk elektroda.

Meskipun karbon aktif mempunyai luas permukaan besar, aplikasi *EDLC* nya lebih terbatas sebab karbon aktif mengandung pori yang mempunyai ukuran dari mikropori (kurang dari 2 nm dalam diameter) sampai makropori. Mikropori tidak mudah dibasahi elektrolit dan permukaan yang terlindung dalam mikropori tidak dimanfaatkan untuk menyimpan muatan. Selanjutnya, jika dalam situasi dimana mikropori dibasahi elektrolit, gerakan ion dalam pori kecil ini terlalu lambat, sehingga stabilitasnya terlalu tinggi [5]. Jika pori terhubung secara acak, maka penyimpanan muatan dan kemampuan gerak ionnya terbatas.

Masalah lain timbul dari resistansi kontak antara partikel powder karbon dan antara lapisan aktif dan plat pengumpul arus. Untuk memperbaiki resistansi antar butiran, maka partikel-partikel logam atau fiber ditambahkan terhadap powder karbon. Usaha-usaha telah dilakukan untuk menambahkan karbon aktif dengan *butyl rubber* [6], polimer [7], dan *glassy carbon* [8], untuk membuat kontak permukaan menjadi lebih baik.

Karbon aktif magnetik (KAM) adalah karbon aktif yang mengandung struktur logam yang dihasilkan ketika karbonisasi terjadi dalam keberadaan logam tertentu. KAM mempunyai luas permukaan spesifik terhadap struktur mikroporinya, sehingga banyak dipakai dalam mempersiapkan elektroda dan konduktivitas tinggi pada temperatur kamar [9]. Di lain pihak, KAM ini mempunyai kemampuan sebagai zat penyerap yang baik [10]. Dalam paper ini, akan dilaporkan tentang preparasi KAM dan lebih lanjut ditentukan sifat-sifat permukaan, struktur dan konduktivitas listrik dari KAM.

METODE PERCOBAAN

Serbuk karbon aktif (KA) disintesis menggunakan *paper towel* sebagai sumber karbon, dan serbuk karbon aktif magnetik (KAM) disintesis menggunakan *paper towel* sebagai sumber karbon dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor magnetik. Serbuk disintesis menurut prosedur yang dikerjakan sebelumnya [11]. *Paper towel* dicelupkan ke dalam larutan dari campuran 10 g $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan 30 mL aquades sampai jenuh. *Paper towel* yang telah dicelupkan dikeringkan di udara luar. Lima jenis *paper towel* yang tidak dicelupkan sebagai KA dan yang dicelupkan ke dalam lautan sebagai KAM dikarbonisasi pada 400 °C. KA dan KAM yang diaktivasi pada 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C selama 1 jam berturut-turut ditandai dengan KA1, KA2, KA3, dan KA4, dan KAM1, KAM2, KAM3, dan KAM4. Kemudian masing-masing sampel didinginkan untuk memperoleh karbon berpori. Selanjutnya setiap KA dan KAM berpori dikeringkan selama 1 jam pada 115 °C dan kemudian disimpan dalam desikator.

Luas permukaan dan volume pori total KA dan KAM ditentukan dengan isotherm adsorpsi nitrogen menggunakan *Surface Area Analyzer Nova-1000* di BATAN Yogyakarta. Luas permukaan (S) dihitung dari *plot Brunauer Emmett Teller (BET)* dalam rentang tekanan relatif 0,01 sampai 0,15. Volume (V) pori lebih kecil dari 30 nm dalam diameter ditentukan dari perhitungan nitrogen yang terserap pada tekanan relatif 0,931. Diameter pori rata-rata (D) dihitung dari $D = 4V/S$, dan sistem pori dianggap sebagai kapiler selinder. Struktur kristal powder KA dan KAM ditentukan dengan *XRD* (Philips Analytical X-Ray B.V.(PW1710) menggunakan $CuK\alpha$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) pada 40 keV di Departemen Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung. Data dikumpulkan dalam mode 2θ , dengan 2θ dalam rentang 15° sampai 90°. Gugus-gugus fungsional KA dan KAM ditentukan dengan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dalam rentang panjang gelombang 400 cm^{-1} sampai dengan 4000 cm^{-1} dengan metode KBr di Departemen Kimia, Institut Teknologi Bandung. Powder KAM sebanyak 10 mg dan 500 mg powder KBr dipres menjadi pelet, dan selanjutnya dilakukan pengukuran dengan *FTIR* pada suhu ruang. Konduktivitas listrik diukur menggunakan metode probe-4 [12]. Ketika resistansi pellet sangat rendah, arus AC digunakan melewati dua elektroda eksternal dan tegangan jatuh diukur antara dua elektroda internal. Semua pengukuran ditampilkan pada suhu ruang.

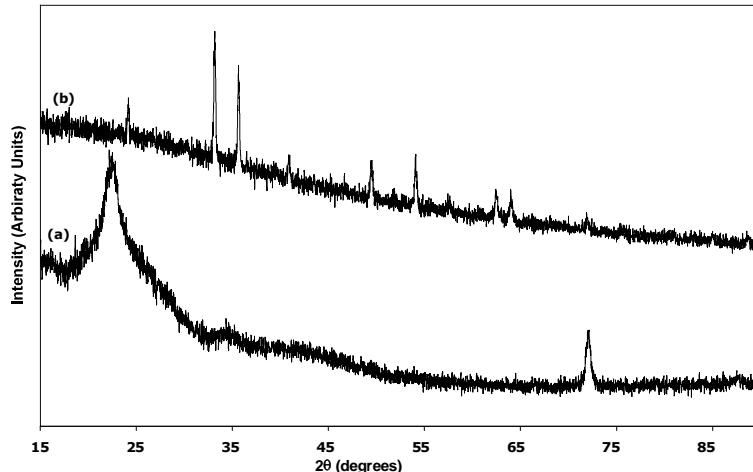
HASIL DAN PEMBAHASAN

Table 1 menunjukkan luas permukaan *BET* dan volume pori total untuk KAM yang disiapkan pada temperatur 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C selama 1 jam dan KA4 untuk suhu 700 °C. Luas permukaan *BET* dan volume total pori bertambah jika suhu aktivasi dinaikkan. Pada suhu 700°C yang diaktivasi selama 1 jam, luas permukaan *BET* dan volume pori total KA4 berturut-turut adalah 3,5 dan 3 kali lebih besar dari nilai pada KAM4.

Tabel 1. Luas permukaan *BET* dan volume pori total KAM dan KA

	Luas permukaan BET (m^2/g)	Volume pori total (ml/g)
KAM1	74	0,026
KAM2	128	0,088
KAM3	202	0,106
KAM4	353	0,171
KA4	1234	0,512

Gambar 1a menunjukkan pola difrasi sinar X (*XRD*) dari powder KA1. KA1 mempunyai puncak difraksi kuat pada $2\theta = 22,47^\circ$ berhubungan dengan difraksi karbon amorfus [13]. Gambar 1b menunjukkan pola *XRD* dari KAM1. Puncak-puncak *XRD* pada $2\theta = 35,63^\circ, 40,95^\circ, 54,05^\circ$, dan $64,17^\circ$ diamati sebagai



Gambar 1. Pola XRD powder yang diperoleh dari (a) Karbon aktif (KA4) dan (b) Karbon aktif magnetik (KAM4).

Tabel 2. Frekuensi-frekuensi serapan dasar infra merah dari KA dan KAM.

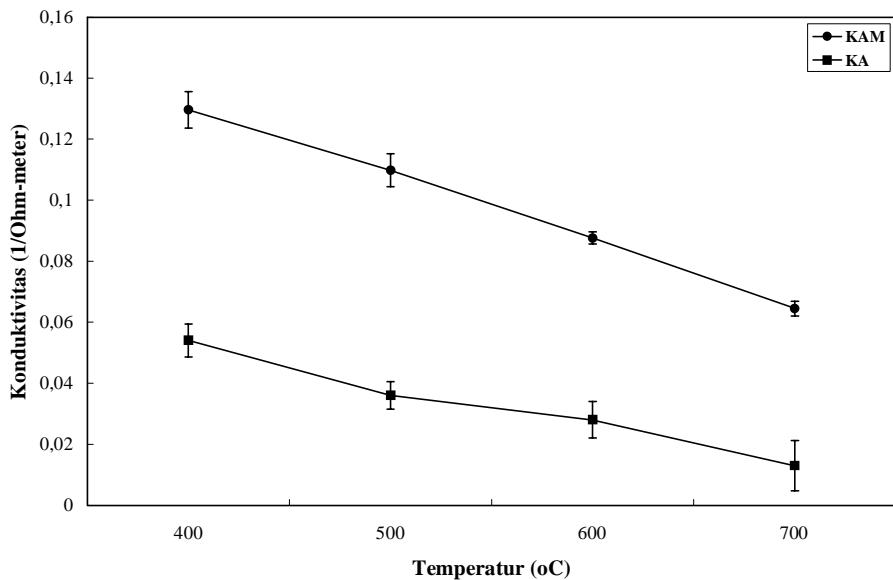
Posisi pita serapan (cm^{-1})					Taksiran yang mungkin
KA1	KAM1	KAM2	KAM3	KAM4	
3390	3392	3393	3398		O-H stretching grup hidrosil
2925	2927	2930			C=C-H stretching
1700	1708				C=O stretching grup karboksil
1624	1624	1622	1619	1623	C-C stretching vibration
1367					C-H deforming
	555	554	554	555	Fe-O stretching vibration
	470	468	468	471	Fe-O stretching torsional

fase magnetit (Fe_3O_4) [14]. Pola-pola XRD untuk KAM menunjukkan bahwa bahan ini mengandung magnetit yang terorganisasi dengan karbon yang tersimpan dalam strukturnya.

Tabel 2 menunjukkan taksiran puncak-puncak teramat dalam spektrum FTIR KA1 dan KAM. Pita-pita serapan diamati pada 3338 cm^{-1} untuk KA1, 3392 cm^{-1} untuk KAM1, 3393 cm^{-1} untuk KAM2, dan 3398 cm^{-1} untuk KAM3 menunjukkan keberadaan grup-grup OH⁻ yang dapat dipertukarkan pada karbon-karbon tersebut. Pita-pita serapan yang diamati pada 1700 cm^{-1} untuk KA1 dan 1708 cm^{-1} untuk KAM1 menunjukkan keberadaan grup-grup karboksil pada kedua karbon. Grup-grup karboksil tidak teramat pada KAM2, KAM3, dan KAM4, ketika suhu dinaikan. Pengurangan grup karboksil ini menyebabkan pengurangan polaritas permukaan KAM [15]. Spektrum FTIR menunjukkan pita-pita pada 1624 cm^{-1} untuk KA1, 1624 cm^{-1} untuk KAM1, 1622 cm^{-1} untuk KAM2, 1623 cm^{-1} untuk KAM4 berturut-turut menunjukkan C-C stretching vibration [16]. Spektrum FTIR KAM yang tidak dimiliki KA1 dihubungkan dengan mode-mode vibrasi stretching dan torsional dari ikatan Fe-O magnetit berturut-turut dalam situs-situs tetrahedral and oktahedral [17].

Konduktivitas listrik ditentukan dengan pengukuran arus DC dan tegangan jatuh yang melewati sampel pellet KAM dan KA. Konduktivitas listrik

dihitung dari resistansi dan dimensi geometri elektroda [12]. Gambar 2 menunjukkan konduktivitas sampel pelet KAM dan KA yang disiapkan pada variasi suhu aktivasi. Konduktivitas KAM dan KA berkurang, jika suhu aktivasi dinaikan. Ini dapat dijelaskan oleh hasil pengukuran luas permukaan BET dan volume pori total yang menunjukkan bahwa jika temperatur aktivasi dinaikan dari 400°C sampai 700°C , permukaan BET dan volume total pori semakin membesar. Perilaku ini dihubungkan terhadap polaritas permukaan yaitu jumlah grup-grup fungsional yang berhubungan dengan grup karboksil pada permukaan bahan karbon berkurang jika suhu aktivasi dinaikan [18]. Ini sesuai dengan hasil pengukuran KA dan KAM dengan FTIR yang menunjukkan adanya pengurangan grup-grup karboksil, jika suhu aktivasi dinaikan. Pengurangan polaritas permukaan pada bahan karbon ini akan berakibat pada penurunan cepat rambat mobilitas ion dalam bahan, sehingga menyebabkan pengurangan konduktivitas listrik. Gambar 2 juga memperlihatkan bahwa konduktivitas KAM lebih besar dari KA. Pada suhu 700°C , nilai konduktivitas KAM4 adalah 4,6 kali lebih besar dari nilai konduktivitas pada KA4. Perbandingan ini lebih besar dari perbandingan nilai luas permukaan BET dan volume pori total, hal ini disebabkan oleh karakteristik KAM dimana bahan ini mempunyai kerangka yang sangat konduktif yang mampu menyediakan



Gambar 2. Konduktivitas listrik pellet yang diperoleh dari karbon aktif (KA) dan karbon aktif magnetik (KAM) pada variasi temperatur aktivasi.

transfer elektron dengan cepat. Ini dikuatkan dari nilai konduktivitas terukur dalam bahan *Ppy-carbon* [13].

KESIMPULAN

Karbon aktif magnetik (KAM) disiapkan dengan menggabungkan sifat struktur karbon dengan kerangka yang mengandung struktur logam. Metode ini didasarkan pada penggunaan *paper towel* sebagai sumber karbon dan $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor magnetik. Bahan ini mengandung magnetit, yang teridentifikasi dengan jelas dari pengukuran pola *XRD*. Konduktivitas listrik berkurang jika suhu aktivasi dinaikan. Luas permukaan BET, volume total pori, dan polaritas permukaan merupakan penyebab utama pengurangan konduktivitas KAM. Keberadaan kerangka struktur logam dalam karbon memperbaiki konduktivitas listrik dalam bahan KAM dibandingkan terhadap KA yang mempunyai kerangka amorfus.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI), Depdiknas yang telah memberikan dukungan dana untuk penelitian ini dan BATAN Yogyakarta, Departemen Pertambangan dan Kimia, Institut Teknologi Bandung yang telah memberikan izin untuk melakukan penelitian dalam karakterisasi sampel yang meliputi pengukuran struktur permukaan, struktur kristal dan identifikasi gugus fungsional sampel.

DAFTAR ACUAN

- [1]. M.G SULLIVAN, B. SCHNYDER, M. BARTSCH, D. ALLIATA, C. BARBERO, R. IMHOFF, and R. KOTZ, *J. Electrochem. Sos.*, **147**(2000)2636 – 2643
- [2]. S. YOON, J. LEE, T. HYEON, and S. M. OH, *J. Electrochim. Sos.*, **147** (2000)2507-2512
- [3]. X. REN, S. GOTTESFELD and J.P. FERRAIS, 1995, *Electrochemical Capacitors*, F. M. Delnick and M. Tomkiez Editors, (1995)138
- [4]. M. HAHN, M. BAERTSCHI, O. BARBIERI, J.C. SAUTER, R. KOTZ, and R. GALLAY, *Electrochim. Sol. State. Lett.*, **7** (2004)A33-A36
- [5]. K. KINOSHITA, *Carbon: Electrochemical and Physicochemical Properties*, John Wiley& Sons Inc., New York, (1988)
- [6]. S.A. ABDEL-GHANI, T. M. MADKOUR, H. M. OSMAN, and A. R. MOHAMED, *Egypt. J. Sol.*, **23** (2000) 307
- [7]. C. BROSSEAU, F. BOULIC, P. QUEFFELEC, C. BOURBIGOT, Y. LE MEST, and J. LOAEC, *J. Appl. Phys.*, **82** (1997) 882
- [8]. M.G SULLIVAN, B. SCHNYDER, M. BARTSCH, D. ALLIATA, C. BARBERO, R. IMHOFF, and R. KOTZ, *J. Electrochim. Sos.*, **147** (2000) 2636-2643
- [9]. GA.MUNOZ, S.DUYVESTYNN, and J.D. MILLER, *Structural Features of Magnetic Activated Carbons and Their Significance in Adsorption Processes*, The 225th ACS National Meeting, New Orleans, LA. (2003)
- [10]. STRATULAT, R, G. CALUGARU, and V. BADESCU, *Magnetic Carriers Particles for Selective Separation in Environment and Industrial Processes*, Analele Stiintifice Ale Universitatii, (1999-2000)45-50
- [11]. ARIPIN, M. JAHIDING, and ELYS, *Conductivity and Dielectric Behaviour of Magnetic Activated Carbon (MAC) from $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ -Containing Carbon*, Proceedings of 3rd Kentingan Physics Forum, Solo, Indonesia, September (2005)90-92

- [12]. O. BARBIERI, M. HAHN, A. HERZOG, and R. KOTZ, *Carbon*, **43** (2005) 1303-1310
- [13]. A.B.FUERTES, and T.A. CENTENO, *J. Mat. Chem.*, **15** (2005) 2-7
- [14]. J. JEONG, S. LEE, J. KIM, and S. SHIN, *Phys. Stat. Sol.*, **241** (2004) 1593-1596
- [15]. T. ASADA, K. OIKAWA, K. KAWATA, S. ISHIHARA, T. IYOBÉ, and A. YAMADA, *J. Health Science*, **50** (2004) 588-593
- [16]. J. BARKAUSKAS and M. DERVINYTE, *J. Serb. Chem. Soc.*, **69** (2003) 363-375
- [17]. K.B. PAYNE, and T.M. ABDEL-FATTAH, *Journal of Environmental Science and Health*, **40** (2005) 723-749.
- [18]. R. BUNEI, N. KAWASAKI, T. NAKAMURA, F. OGATA and S. TANADA, *Journal of Oleo Science*, **55** (2006) 23-29