

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ELEKTRODA  
SUPERKAPASITOR RAMAH LINGKUNGAN DARI KARBON  
AKTIF N-DOPED BERBASIS BATANG JAGUNG (*Zea mays.L*)  
MELALUI METODE DEHIDRASI**

**DISERTASI**



- 1. PROF. DR. EMRIADI**
- 2. DR. SYUKRI**
- 3. PROF. DR. ADLIS SANTONI**

**PROGRAM STUDI S3 ILMU KIMIA  
PASCASARJANA FAKULTAS MIPA  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG, 2024**

## RINGKASAN

### **Sintesis dan Karakterisasi Elektroda Superkapasitor Ramah Lingkungan dari Karbon Aktif N-Doped Berbasis Batang Jagung (*Zea mays*.L) Melalui Metode Dehidrasi**

Superkapasitor adalah teknologi penyimpanan energi dengan kapasitansi tinggi yang memiliki potensi besar untuk aplikasi energi ramah lingkungan seperti pada perangkat seluler hingga kendaraan listrik. Sebagian besar superkapasitor saat ini memanfaatkan karbon aktif sebagai bahan dasar elektroda karena harga yang murah, mudah didapatkan, kapasitansi yang besar, waktu hidup yang lama dan stabil dibandingkan menggunakan logam oksida dan polimer. Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan karbon aktif yang berasal dari limbah batang jagung (*Zea mays* L.) sebagai bahan elektroda superkapasitor. Batang jagung dipilih karena merupakan limbah pertanian dengan jumlah yang melimpah, berbiaya rendah, dan mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin yang tinggi, menjadikannya sebagai bahan baku yang potensial untuk aplikasi penyimpanan energi. Pori-pori karbon aktif berperan dalam penyerapan ion elektrolit untuk penyimpanan muatan, dan meningkatkan kapasitansi spesifik, tetapi untuk menghasilkan karbon aktif dengan karakteristik yang sesuai untuk aplikasi ini, diperlukan proses preparasi yang tepat yaitu metode dehidrasi. Metode dehidrasi dianggap lebih hemat energi dan ramah lingkungan dibandingkan dengan metode prekarbonisasi dan adanya aktivator KOH dapat memberikan sifat material dan hasil elektrokimia yang lebih sesuai untuk superkapasitor karena daya etsanya yang kuat dibandingkan dengan aktivator lain.

Kapasitansi yang jauh lebih besar dapat dicapai dengan meningkatkan sifat konduktivitas, dan kebasahan (*wettabilitas*) dari karbon aktif dengan melakukan doping nitrogen yang berasal dari membran cangkang telur ayam. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan material elektroda superkapasitor ramah lingkungan dengan memanfaatkan karbon aktif N-doped berbasis batang jagung dan membran cangkang telur sebagai sumber nitrogen. Membran cangkang telur ayam dapat dijadikan sebagai sumber nitrogen alami karena kandungan proteinnya yang tinggi. Dari penelusuran literatur yang sudah dilakukan, belum ada dilaporkan penggunaan membran cangkang telur sebagai doping nitrogen pada karbon aktif. Sintesis karbon aktif dengan metode dehidrasi dilakukan dengan bervariasi perbandingan masa karbon dan aktivator KOH dan dilanjutkan variasi suhu karbonisasi yang bertujuan untuk memperoleh karbon aktif dengan struktur mikropori dan mesopori, luas permukaan spesifik dan volume pori yang besar, sehingga kinerja superkapasitor dalam menyimpan muatan semakin besar. Sedangkan doping N dilakukan dengan menambahkan bubuk membran cangkang telur dengan variasi perbandingan masa yang dilakukan pada suhu karbonisasi 800°C selama 1 jam dengan laju pemanasan 5°C/menit dalam atmosfer N<sub>2</sub>.

Karbon aktif *N-doped* di karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy – Energi Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *X-Ray Diffraction* (XRD), spektroskopi Raman, dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Hasil karakterisasi karbon aktif pada perbandingan masa karbon, masa aktivator dan masa bubuk membran cangkang telur adalah 1 : 3 : 4 (AC-CN<sub>4</sub>) berdasarkan metode isoterm adsorpsi-desorpsi menunjukkan tipe isoterm IVa, yaitu adanya struktur mikropori dan mesopori pada karbon aktif yang memberikan luas permukaan 579,0418 cm<sup>2</sup>/g, volume pori 0,3699 cm<sup>3</sup>/g, dan distribusi pori rata-rata adalah 2,5606 nm. Hasil SEM menunjukkan bahwa semakin besar masa aktivator KOH maka semakin besar kemampuan KOH untuk mengikis dinding pori sehingga volume pori semakin besar. Adanya doping N pada karbon aktif dipelajari dari hasil analisis unsur yaitu adanya C, O, Al, N dan K dengan persentase masing-masing 77,07 %, 15,20 %, 0,36%, 4,08 % dan 3,39%. Hasil XRD dan spektroskopi Raman memperlihatkan bahwa AC-CN<sub>4</sub> mempunyai nilai ID/IG tertinggi, yang menunjukkan tingkat ketidakteraturan grafit. Hal ini mengindikasikan bahwa karbon aktif memiliki konduktivitas yang lebih tinggi dan pergerakan ion elektrolit yang lebih baik, yang mengarah pada peningkatan kinerja elektrokimia. Berdasarkan hasil dari spektrum FTIR, adanya serapan mode vibrasi *stretching* C-N pada 1260 cm<sup>-1</sup> dan serapan yang melebar pada 3450 cm<sup>-1</sup> yang berhubungan dengan vibrasi *stretching* OH atau N-H dari air atau protein dari membran cangkang telur.

Sifat elektrokimia elektroda superkapasitor dipelajari dengan *Cyclic Voltammetry* (CV), *Galvanostatic Charge/Discharge* (GCD) dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) menggunakan sistem tiga elektroda yaitu elektroda kerja adalah karbon aktif, elektroda pembantu adalah platinum mesh, dan elektroda pembanding adalah Ag/AgCl, *nickel foam* sebagai *current collector* dengan variasi jenis elektrolit yaitu KOH 3 M dan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M. Hasil karakterisasi elektrokimia menunjukkan bahwa elektrolit KOH memberikan kinerja tinggi terhadap elektroda superkapasitor dibandingkan dengan elektrolit Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Kapasitansi spesifik elektroda superkapasitor dengan elektrolit KOH adalah 242,30 F/g dengan rapat energi 33,22 Wh/kg dan rapat daya 2,3 kW/kg pada 1 A/g. Nilai ini lebih tinggi dibandingkan menggunakan elektrolit Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yaitu 125,08 F/g, rapat energi 17,4 Wh/kg dan rapat daya 13,90 W/kg. Penggabungan limbah biomassa batang jagung dan membran cangkang telur untuk menghasilkan karbon aktif *N-doped* merupakan pendekatan baru dan berkelanjutan untuk mengembangkan bahan elektroda ramah lingkungan dalam perangkat penyimpan energi. Metode ini secara efektif memanfaatkan limbah pertanian sebagai bahan dasar karbon aktif dan membran cangkang telur yang dapat menggantikan sumber nitrogen dari bahan kimia yang sering digunakan seperti urea, melamin, dan amonia.

**Kata kunci:** Aktivator KOH, Karbon aktif *N-doped*, Dehidrasi, Superkapasitor, Batang jagung, membran cangkang telur

## SUMMARY

### **Synthesis and Characterization of Environmentally Friendly Supercapacitor Electrodes from N-doped Activated Carbon Based on Corn Stalk (*Zea mays*.L) Using the Dehydration Method**

Supercapacitors are energy storage technologies with high capacitance that have great potential for green energy applications such as in mobile devices to electric vehicles. Most supercapacitors currently utilize activated carbon as the basic material for electrodes because of its low price, easy availability, large capacitance, long life time and stability compared to using metal oxides and polymers. Therefore, this study used activated carbon derived from corn stalk waste (*Zea mays* L.) as a supercapacitor electrode material. Corn stalks were chosen because they are agricultural waste with abundant amounts, low cost, and contain high cellulose, hemicellulose, and lignin, making them a potential raw material for energy storage applications. The pores of activated carbon play a role in the absorption of electrolyte ions for charge storage, and increase the specific capacitance, but to produce activated carbon with characteristics suitable for this application, a proper preparation process is required, namely the dehydration method. The dehydration method is considered more energy-efficient and environmentally friendly compared to the precarbonization method and the presence of KOH activator can provide material properties and electrochemical results that are more suitable for supercapacitors due to its strong etching power compared to other activators. This study aims to develop a green supercapacitor electrode material by utilizing N-doped activated carbon based on corn stalk and eggshell membrane as nitrogen source. Synthesis of N-doped activated carbon by dehydration method was carried out at a mass ratio of 1: 3 : 4 (carbon : KOH activator : eggshell membrane) with a carbonization temperature of 800°C for 1 hour with a heating rate of 5°C/minute in an N<sub>2</sub> atmosphere. At this mass ratio (AC-CN<sub>4</sub>), activated carbon with mesoporous and slightly microporous structures, large specific surface area, and high pore volume was obtained, so that it can be used as an environmentally friendly supercapacitor electrode.

Much greater capacitance can be achieved by improving the conductivity, and wettability properties of activated carbon by doping nitrogen derived from chicken eggshell membrane. This study aims to develop an environmentally friendly supercapacitor electrode material by utilizing cornstalk-based N-doped activated carbon and eggshell membrane as a nitrogen source. From the literature search that has been done, there has been no reported use of eggshell membrane as nitrogen doping on activated carbon. The synthesis of activated carbon by dehydration method was carried out by varying the ratio of carbon mass and KOH activator and followed by variation of carbonization temperature which aims to obtain activated carbon with microporous and mesoporous structures, specific surface area and large pore volume, so that the performance of supercapacitors in

storing charges is getting bigger. Meanwhile, N doping was carried out by adding eggshell membrane powder with variations in mass ratio carried out at a carbonization temperature of 800 ° C for 1 hour with a heating rate of 5 ° C/minute in an N<sub>2</sub> atmosphere.

N-doped activated carbon was characterized by Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX), X-Ray Diffraction (XRD), Raman spectroscopy, and Fourier Transform Infrared (FTIR). The results of activated carbon characterization in the ratio of carbon mass, activator mass and eggshell membrane powder mass are 1: 3 : 4 (AC-CN<sub>4</sub>) based on the adsorption-desorption isotherm method shows the IVa isotherm type, namely the presence of micropore and mesopore structures on activated carbon which gives a surface area of 579.0418 cm<sup>2</sup>/g, pore volume of 0.3699 cm<sup>3</sup>/g, and average pore distribution is 2.5606 nm. SEM results show that the greater the period of KOH activator, the greater the ability of KOH to erode the pore wall. The presence of N doping on activated carbon was studied from the results of elemental analysis, namely the presence of C, O, Al, N and K with a percentage of 77.07%, 15.20%, 0.36%, 4.08% and 3.39%. XRD and Raman spectroscopy results show that AC-CN<sub>4</sub> has the highest ID/IG value, which indicates the level of graphite irregularity. This indicates that the activated carbon has higher conductivity and better electrolyte ion movement, leading to improved electrochemical performance. Based on the results of the FTIR spectrum, there is an absorption of the C-N stretching vibrational mode at 1260 cm<sup>-1</sup> and a broadened absorption at 3450 cm<sup>-1</sup> associated with OH or N-H stretching vibrations of water or protein from the eggshell membrane.

The electrochemical properties of supercapacitor electrodes were studied by Cyclic Voltammetry (CV), Galvanostatic Charge/Discharge (GCD) and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) using a three-electrode system, namely the working electrode is activated carbon, the auxiliary electrode is platinum mesh, and the comparison electrode is Ag/AgCl, nickel foam as a current collector with KOH 3 M and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M as electrolytes. Electrochemical characterization results show that KOH electrolyte gives high performance to supercapacitor electrodes compared to Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> electrolyte. The specific capacitance with KOH electrolyte was 242.30 F/g with an energy density of 33.22 Wh/kg and a power density of 2.3 kW/kg at 1 A/g. This value is higher than using Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> electrolyte which is 125.08 F/g, energy density 17.4 Wh/kg and power density 13.90 W/kg. The incorporation of corn stalk biomass waste and eggshell membrane to produce N-doped activated carbon is a novel and sustainable approach to develop environmentally friendly electrode materials in energy storage devices. This method effectively utilizes agricultural waste as a base material for activated carbon and eggshell membranes that can replace nitrogen sources from frequently used chemicals such as urea, melamine, and ammonia.

**Keywords:** KOH activator, N-doped activated carbon, Dehydration, Supercapacitor, Corn stalk, eggshell membrane.