

PENGARUH PREKURSOR DAN ARUS TERHADAP PELAPISAN ZINC OXIDE PADA SERAT KARBON MENGGUNAKAN METODE *ELECTROCHEMICAL*

Fadea Dinata¹, FX. Kristianta², M Trifiananto², Robertus Sidartwan², Rika Dwiqoryah²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember

²Staf Pengajar Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember - Jl. Kalimantan 37, Jember, 68121

Email: dinatafad06@gmail.com

ABSTRACT

Coating is a chemical process that is useful for changing the physical or mechanical properties of the material to be coated. Electrochemical is a coating technology that utilizes chemical processes assisted by electrical energy. The layers that are often grown today are layers that have semiconductor properties. One of the semiconductor layers is ZnO which is often used as a sensor or piezoelectric. This research aims to determine the effect of variations in precursor and current on the results of ZnO coating on carbon fiber used for pulse sensors. The research method was carried out experimentally using a DC Power Supply, USB Oscilloscope and Zinc Acetate Dihydrate precursor solution. The precursor variations in this study were 0.5 gr/50mL and 1.0 gr/50mL, while the current variations were 0.8 A, 1.0 A and 1.2 A. The results showed that the voltage from the pulse sensor was the most high at a precursor of 1.0 gr/50 mL with a current of 1.2 A. It can be concluded that the thickness and structure of the ZnO layer greatly influences the performance of the pulse sensor.

Keywords: Electrochemical, Pulse Sensor, Piezoelectric, ZnO, Carbon Fiber.

PENDAHULUAN

Teknologi material selama dekade terakhir berkembang dengan cepat, salah satunya material berpenguat serat salah satunya serat karbon. Serat karbon secara umum memiliki struktur kristal, amorf, atau sebagian kristalin, namun semua hal yang berkaitan dengan serat karbon termasuk keluarga grafit [1].

Kebutuhan akan serat karbon semakin meningkat dan aplikasinya mulai berkembang, dimana sekarang serat karbon mulai digunakan sebagai gas sensor, *piezoelectric* dan solar sel [2].

Serat karbon dengan aplikasi diatas dilapisi dengan menggunakan *Zinc Oxide* yang berukuran mikro ataupun nano. *Zinc Oxide* merupakan senyawa anorganik dengan formula ZnO. Biasanya senyawa ini berbentuk bubuk putih, hampir tidak larut dalam air. ZnO merupakan salah satu bahan semikonduktor dengan aplikasi untuk bahan elektronika dengan struktur berupa kristal [3].

Pada penelitian sebelumnya pelapisan dengan metode *electrochemical* digunakan untuk melapisi substrate kaca ITO, kaca SnO₂ dan tisu karbon, dimana menggunakan ZnCl sebagai

elektrolit yang digunakan untuk menumbuhkan ZnO pada ketiga substrate. ZnO yang diamati dengan SEM terendap pada tisu karbon dengan ukuran butirnya sebesar 200-500nm, tisu karbon dengan lapisan ZnO digunakan untuk aplikasi dibidang kesehatan [4].

Penelitian selanjutnya menggunakan metode *electrochemical* dimana lapisan ZnO ditumbuhkan dari Zinc Acetate Dihydrate dengan kemurnian 99.99% yang telah dicampur dengan ethanol, campuran ini digunakan sebagai cairan elektrolit. Substrate yang digunakan pada penelitian ini menggunakan serat karbon dengan arus sebesar 60 mA, dan waktu proses pelapisan selama 30 detik. Kelebihan metode ini menggunakan suhu dan tekanan ruangan sehingga lebih mudah [2].

Penelitian yang akan dilakukan adalah pelapisan ZnO pada serat karbon menggunakan metode *electrochemical*. Fungsi dari lapisan digunakan untuk aplikasi *piezoelectric* sebagai sensor denyut nadi pada pergelangan tangan. Pada penelitian ini saya menggunakan serat karbon berukuran 3000 filamen dengan variasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* (ZAD) sebagai elektrolit dan variasi arus pada proses *electrochemical*.

METODE PENELITIAN

1.1 Pretreatment serat karbon

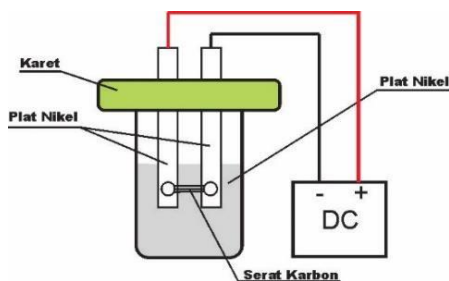
Serat karbon menggunakan merk *Aksaca* dengan filamen sebanyak 3000 yang telah di rendam dengan acetone selama 72 jam dan nitric acid selama 72 jam. Kemudian serat dibersihkan dengan cairan aquadest dan ethanol, lalu celupkan kedalam larutan 20 g/L selama 2 jam untuk memberikan bibit pada permukaan serat. Selanjutnya keringkan serat pada suhu 100 °C selama 2 jam.

1.2 Electrochemical process

Alat electrochemical seperti ilustrasi pada Gambar 1. Elektroda dari plat nikel dengan ukuran 100 mm x 10 mm x 0,2 mm digunakan sebagai elektroda, di pretreated dengan poles mekanik, dibersihkan dengan *aquadest* dan kemudian dikeringkan. Untuk cairan elektrolit yang digunakan seperti pada Gambar 2. yang diaduk selama 15 menit. Kemudian ujung filamen dengan jumlah sebanyak 3000 serat karbon di jepitkan pada masing-masing plat nikel dengan menggunakan magnet. Proses *electrochemical* terjadi pada suhu ruangan dengan alat DC *power supply* dengan arus 1,0 A dan ditahan selama 180 detik. Selajutnya untuk variasi lain dilakukan dengan cara yang sama.

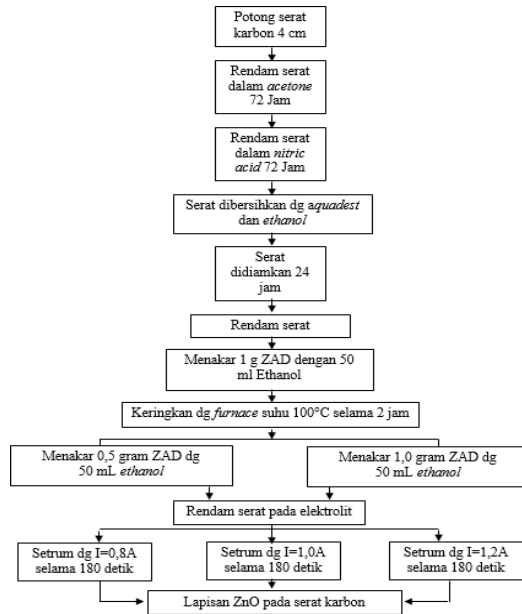
1.3 Karakterisasi

Pengujian mikroskop digital digunakan pada penelitian ini untuk mengetahui lapisan skala makro dengan perbesaran 680x. Lapisan dengan perbesaran yang lebih besar menggunakan SEM *FEI Impact S50*. Struktur dan ukuran kristal lapisan yang terbentuk menggunakan XRD dengan panjang gelombang 30°-80° dengan panjang gelombang Cu-K λ 1. Unjuk kerja sensor denyut nadi menggunakan USB osiloskop seperti pada Gambar 2. Sampel sensor denyut nadi ditempelkan langsung pada pergelangan tangan

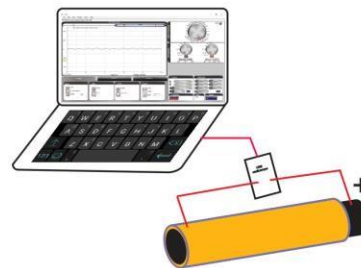


Gambar 1. Ilustrasi proses *electrochemical* lapisan ZnO pada serat karbon

Berikut langkah kerja proses pelapisan ZnO pada serat karbon



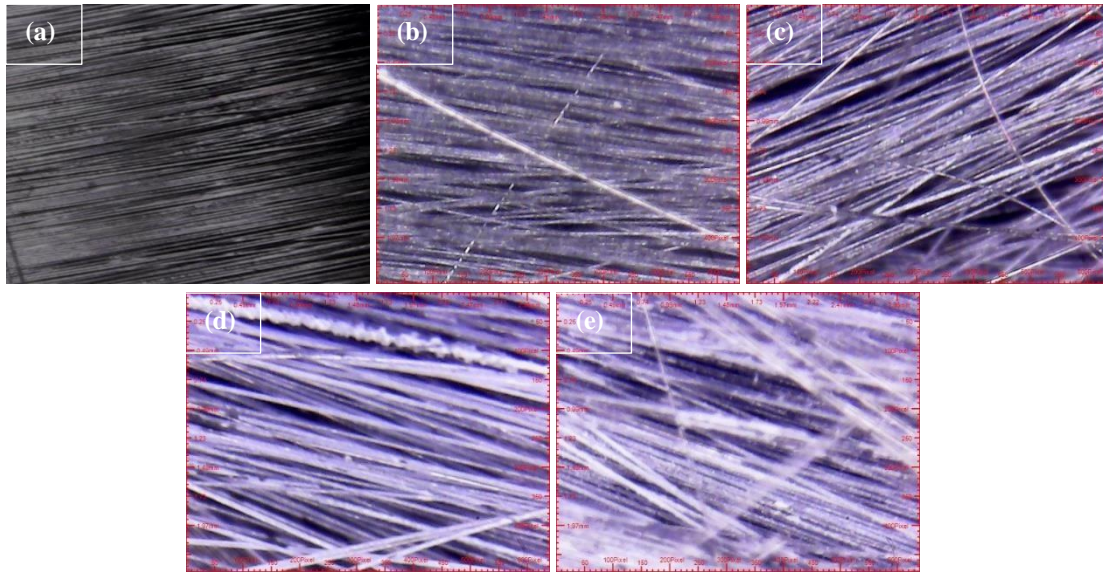
Gambar 2. Langkah kerja



Gambar 3. Skema unjuk kerja sensor denyut nadi

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 4a,b serat karbon yang digunakan sebagai substrate berwarna hitam polos sedangkan serat karbon yang telah dilapisi ZnO berwarna putih. Gambar 4b,c. menampilkan perbedaan lapisan ZnO pada serat karbon dengan variasi prekursor sebesar 1g/50ml dan 0,5g/50ml dengan arus sama sebesar 0,8 A. Terlihat jelas perbedaan dari lapisan tersebut, Gambar 4c. lebih mencolok berwarna putih bila dibandingkan dengan Gambar 4b. yang masih ada warna kehitam-hitaman yang menunjukkan bahwa lapisan masih terlalu tipis. Konsentrasi prekursor *Zinc Acetate Dihydrate* mempengaruhi tumbuhnya ZnO pada serat karbon, karena semakin banyak prekursor yang terlarut maka hasil pelapisan akan semakin maksimal. Prekursor merupakan sumber *zinc* yang dibutuhkan untuk menumbuhkan lapisan ZnO pada serat karbon [2].



Gambar 4. Mikroskop digital dari *electrochemical* dengan variasi : (a) tanpa perlakuan; ZAD/ Ethanol (b) 1 g/50mL , (c) 0,5 g/50mL. Proses ini menggunakan arus 0,8 A; waktu reaksi=180 detik. (d) arus 1 A ; (e) arus 1,2 A. Proses ini menggunakan ZAD/ Ethanol=1 g/50mL; waktu reaksi=180 detik

Pengujian untuk variasi arus dapat dilihat pada Gambar 4c,d,e. Pada arus 0,8 A lapisan ZnO dapat tumbuh dengan baik meskipun masih ada sedikit serat karbon yang tampak hitam dimana lapisan ZnO kurang merata dan tipis. Untuk arus 1 A lapisan ZnO dapat tumbuh dengan merata pada permukaan serat dengan warna permukaan yang lebih putih bila dibandingkan dengan arus 0,8 A.

Pada arus 1,2 A ZnO dapat tumbuh, akan tetapi bentuk permukaan dari lapisan ini sangat tidak merata terbukti dengan adanya lapisan ZnO yang menempel pada filament dengan ketebalan yang berbeda-beda bahkan lapisan ZnO mengakibatkan antar filamen serat karbon saling menempel.

Hasil dari penelitian ini antara arus 1,0 dan 1,2 ketebalannya tidak dapat diamati secara seksama, karena waktu yang digunakan hanya 180 detik. Kemungkinan bila waktu proses *electrochemical* diperlama, akan terlihat secara signifikan perbedaannya. Semakin besar arus yang digunakan pada proses penumbuhan ZnO dengan metode *electrochemical*, maka hasil pelapisan akan semakin tebal [2].

Gambar 5. menampilkan hasil pengujian SEM untuk variasi arus 1 A. Pada Gambar 5a. terlihat perbandingan antara serat karbon yang telah terlapsi ZnO dan serat karbon yang belum terlapsi ZnO. Serat karbon yang telah terlapsi ZnO memiliki ukuran diameter 10,03-16,20 μm , bila dibandingkan dengan serat karbon yang tanpa lapisan hanya berukuran 7,344 μm . Perbandingan serat karbon yang telah terlapsi dengan serat

karbon yang belum terlapsi sekitar 2,686-8,856 μm .

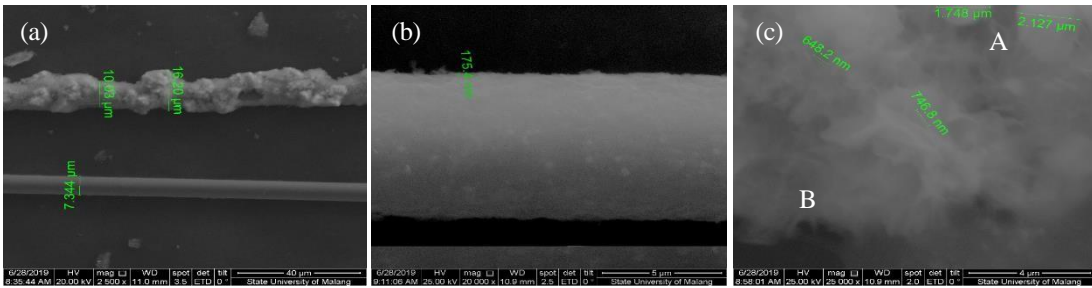
Lapisan dari Gambar 5a. sangat tidak merata bila dibandingkan dengan lapisan dari Gambar 5b. Buruknya lapisan pada penumbuhan ZnO pada penelitian ini karena prosesnya berbeda dengan *electrochemical* pada umumnya. Perbedaannya ada pada proses penumbuhan yang memerlukan temperatur tinggi dari serat karbon. Tingginya temperatur karena arus dari alat *DC Power Supply*. Sehingga, karena arus di alirkan pada serat karbon dengan jumlah filamen sebanyak 3000 maka temperatur pada masing-masing serat karbon tidak sama. Ketidaksamaan ini karena serat saling bertumpuk dan menghasilkan perbedaan ketebalan dan bentuk partikelnya.

Pada gambar 5b. terdapat lapisan bertingkat dengan ukuran 175 nm.



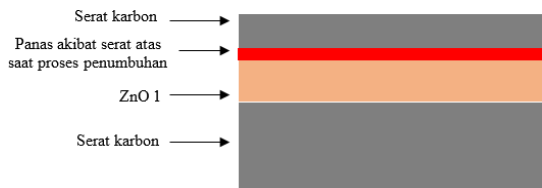
Gambar 6. Ilustrasi lapisan bertingkat

Adanya lapisan bertingkat dari ZnO dikarenakan pada proses penumbuhan arus yang digunakan cukup untuk memanaskan serat karbon hingga lapisan kedua. Hal lain yang mempengaruhi karena saling menempelnya serat karbon ketika menumbuhkan ZnO menyebabkan temperatur



Gambar 5. SEM (a) perbandingan lapisan perbesaran 2500x; (b) tebal lapisan perbesaran 20000x ; (c) bentuk morfologi perbesaran 25000x. Proses menggunakan arus 1 A dan prekursor ZAD/ Ethanol=1 g/50mL; waktu=180 detik

sekitar lapisan pertama ZnO tinggi dan mengakibatkan tumbuhnya lapisan kedua ZnO seperti ilustrasi Gambar 7. berikut ini :



Gambar 7. Ilustrasi penumbuhan lapisan kedua ZnO karena serat lain.

Bila dibandingkan dengan hasil penelitian lain dengan ukuran lapisan ZnO nya lebih tipis, yaitu sebesar 75 nm. Hal ini disebabkan karena metode pelapisan yang digunakan berbeda. Metode yang digunakan adalah high vacuum sputtering. Kelebihan metode ini karena proses penumbuhannya terjadi pada ruang kepad udara, selain itu kemurnian dari partikel tinggi karena partikel yang berbeda akan saling menyebar pada proses penumbuhannya [5].

Gambar 5c. menampilkan hasil partikel yang terbentuk yaitu aglomerasi dan serpihan. Huruf A berwarna putih menandakan bahwa partikel yang terbentuk berupa aglomerasi dengan ukuran 1,748 dan 2,127 μm. Aglomerasi dapat terjadi karena tidak semua ZAD berubah menjadi ZnO karena proses penumbuhan arus yang digunakan kurang. Arus pada proses *electrochemical* mempengaruhi temperatur dari serat karbon. Aglomerasi antar partikel ZnO dan partikel yang tidak seragam terjadi karena pengaruh temperatur proses penumbuhan yang kurang besar sehingga terjadi aglomerasi [6].

Huruf B berwarna putih menandakan partikel yang terbentuk berupa serpihan dengan ukuran 648,2 nm. Serpihan diatas saling terhubung antar partikelnya seperti cabang. Cabang ini tumbuh karena arus yang digunakan pada proses

electrochemical sangat tinggi sehingga ZnO tidak tumbuh pada satu lapis saja, melainkan juga menumpuk antar lapisan ZnO [7]. Hal ini terjadi karena arus yang digunakan pada proses pelapisan ZnO cukup besar sehingga hambatan pada serat karbon menurun dan mengakibatkan temperatur dari serat naik.

Pengujian XRD terdapat pada Gambar 8. dengan variasi 1 A dan 1,2 A. Dari hasil karakterisasi dilakukan analisis kuantitatif menggunakan aplikasi (*Match!* 3) dengan data JCPDS-ICDD 36-1451. Data yang dihasilkan terdapat puncak pengotor berupa Zn(OH)₂, pengotor Zn(OH)₂ ini terbentuk karena tidak semua bertransformasi menjadi ZnO. Tanda bulatan berwarna hitam pada data XRD Gambar 8. menunjukkan puncak dari serat karbon.

Berikut puncak-puncak dari arus 1 A dan 1,2 A dengan data JCPDS.

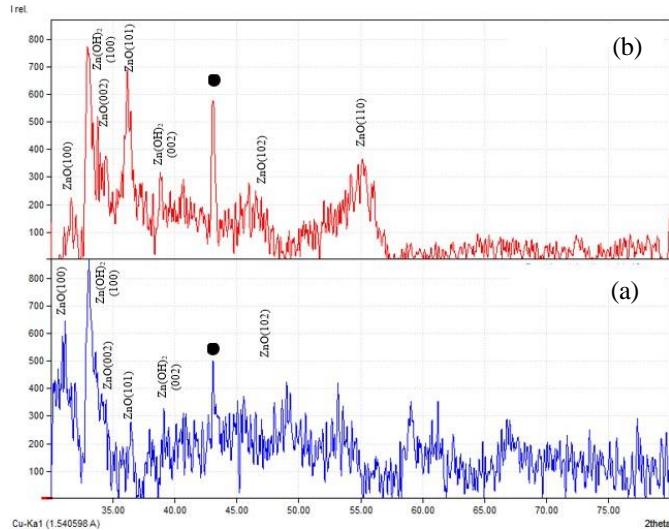
Tabel 1. Perbandingan puncak-puncak data XRD

XRD	Arus 1,0	Arus 1,2	JCPDS-ICDD
2θ	31,84	31,77	31,770
	34,69	34,22	34,422
	36,33	36,22	36,253
	47,39	47,57	47,539

Empat puncak tersebut yang paling *intens* dari puncak yang lainnya. Setelah di dapatkan puncak maka selanjutnya mencari ukuran kristal untuk kedua variasi tersebut. Berikut ukuran kristal yang telah dihitung dengan rumus *Debye-Scherrer*.



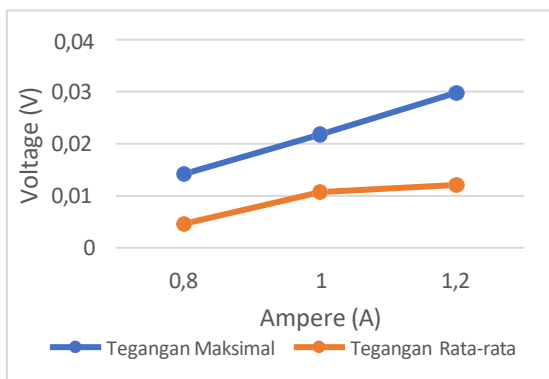
Gambar 8. Grafik perbandingan ukuran kristal



Gambar 9. Hasil XRD (a) Arus 1,0 A; (b) Arus 1,2 A. Prekursor ZAD/ Ethanol=1 g/50mL; waktu =180 detik.

Gambar 9. Menunjukkan ukuran kristalin dari variasi arus 1,0 A dan 1,2 A. Ukuran tersebut menunjukkan adanya penambahan ukuran kristalin dari 346,87 nm menjadi 458,89 nm. Namun pada variasi arus 1,2 A terdapat puncak ZnO(110) pada 56,60 sudut 2θ . Hal ini menunjukkan bahwa arus 1,2 A membentuk kristal ZnO lebih sempurna bila dibandingkan dengan arus 1,0 A.

Perbesaran ukuran kristal yang terjadi untuk lapisan ZnO pada serat karbon dipengaruhi oleh arus. Arus dari proses ini meningkatkan temperatur dari serat karbon. Temperatur pada proses penumbuhan ZnO mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk [8]. Selain itu terjadinya penambahan ukuran kristal karena pengaruh arus yang menyebabkan kristalin ZnO tumbuh lebih cepat. Sehingga waktu pelapisan akan berkurang sementara laju pelapisan akan meningkat [9].



Gambar 10. Grafik pengujian sensor denyut nadi

Pada Gambar 10. dapat dilihat bahwa dengan menggunakan metode electrochemical untuk pelapisan ZnO pada serat karbon dapat digunakan

sebagai sensor denyut nadi, hal ini dibuktikan dengan tegangan yang dihasilkan. Selain sebagai sensor denyut nadi lapisan ZnO pada serat karbon dapat digunakan sebagai sensor tekanan udara [10]. Pengujian sensor denyut nadi menghasilkan tegangan maksimal dan tegangan rata-rata tertinggi pada sampel dengan arus electrochemical 1,2 A sebesar 0,0298 V dan rata-rata sebesar 0,01209 V. Hal ini terjadi karena semakin besar arus yang digunakan pada proses pelapisan ZnO maka lapisan akan semakin tebal, hal ini sesuai dengan hasil pengujian mikroskop digital portabel. Semakin tebal lapisan ZnO sebagai aplikasi elektrik maka hasil dari performa elektriknya semakin meningkat. Selain itu butir dari ZnO sangat mempengaruhi performa dari elektriknya [11].

KESIMPULAN

1. Arus dan prekursor sangat berpengaruh terhadap hasil lapisan ZnO pada serat karbon. Semakin besar arus dan prekursor yang digunakan saat proses *electrochemical* maka semakin cepat lapisan ZnO menebal pada permukaan serat dan mengakibatkan lapisan ZnO semakin merata. Lapisan ZnO yang paling tebal diperoleh dengan variasi arus 1,2 A dengan prekursor 1,0 gr/50mL.
2. Lapisan ZnO pada serat karbon memiliki ketebalan sekitar 2,686-8,856 μm . Ketebalan lapisan ini tidak merata karena partikel yang terbentuk ada dua macam yaitu aglomerasi dan serpihan. Partikel yang membuat lapisan tidak merata adalah aglomerasi. Ukuran kristalinitias dari data XRD variasi arus 1,0 A sebesar 346,87 nm dan untuk 1,2 A sebesar 458,89 nm, namun untuk arus 1,0 A struktur yang terbentuk masih belum sepenuhnya kristal.

3. Hasil penelitian lapisan ZnO pada serat karbon dengan metode electrochemical sebagai sensor denyut nadi menghasilkan tegangan maksimal sebesar 0,0298 V variasi arus 1,2, 0218 V variasi arus 1,0 dan 0,0142 V variasi arus 0,8 A. Hasil dari tegangan membuktikan bahwa semakin besar arus yang digunakan maka hasil unjuk kerja sensor denyut nadi semakin baik. Hal ini dipengaruhi oleh tebal lapisan dan kemurnian kristal yang terbentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Chung Deborah D.DL. 2017. Carbon Composites : Composites with Carbon Fibers, Nanofibers, and Nanotubes. Kidlington: Elsevier Inc.
- [2] Junfeng Ma., Fu Wenfeng, Meng Yongqiang, Yu Zhiqiang, Shan Cai dan Niu Bingbing. 2015. "Electrochemical" growth of ZnO coating on carbon fiber, 1-4.
- [3] McCluskey Matthew D., 2018. Defects in Advanced Electronic Materials and Novel Low Dimensional Structures. Linkoping: Woodhead Publishing.
- [4] Nichev H., Vassileva M Sendova., Andreev P., Malinovska D Dimova., dan Starbova K. 2010. Preparation of wire structured ZnO films by electrochemical deposition, 1-6.
- [5] Ayoub Yari Boroujeni., Marwan Al-Haik, Anahita Emami1, and Roozbeh Kalhor. 2018. Hybrid ZnO Nanorod Grafted Carbon Fiber Reinforced Polymer Composites; Randomly versus Radially Aligned Long ZnO Nanorods Growth. 2-5.
- [6] Belay Abebe., Bulcha Bekele and Chandra Reddy, A.R. 2018. Effects of Temperature and Polyvinyl Alcohol. 2-4.
- [7] Ko Yeong Hwan., Dandu Kamakshigari Venkata Ramana and Jae Su Yu. 2013. Electrochemical synthesis of ZnO branched submicrorods on carbon fibers and their feasibility for environmental applications. 1-5.
- [8] Kumar Surabhi Siva., Putcha Venkateswarlu, Vanka Ranga Rao, and Gollapalli Nageswara Rao. 2013. Synthesis, characterization and optical properties of zinc oxide nanoparticles. 1-5.
- [9] Zheng Alvin Lim Teik., Yoshito Andou, and Ruzniza Mod Zawawil. 2018. Effects of Deposition Parameters on the Electrochemical Behaviour of ZnO Thin Film. 1-3.
- [10] Zetang Li and ZhONG Lin Wang. 2011. Air/Liquid-Prssure and Heartbeat-Driven Flexible Fiber Nanogenerators as a Micro/Nano-Power Source or Diagnostic Sensor. 1-6.
- [11] Idris A. A. M., R. Arsat2, M. K. Ahmad, and F. Sidek. 2017. Comparison of Deposition Methods of ZnO Thin Film on Flexible Substrate. 1-6.