

SKRIPSI
REDUKSI ELEKTROKIMIA KARBON DIOKSIDA (CO₂)
MENGGUNAKAN ELEKTRODA *BORON-DOPED DIAMOND*
(BDD) TERMODIFIKASI MATERIAL Ti₃C₂T_x (MXene)



ASMAUL MASHAD ALFAZA

PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA

2022

**REDUKSI ELEKTROKIMIA KARBON DIOKSIDA (CO_2)
MENGUNAKAN ELEKTRODA *BORON-DOPED DIAMOND* (BDD)
TERMODIFIKASI MATERIAL $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ (MXene)**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk

Memperoleh Gelar Sarjana Sains dan Teknologi

Bidang Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Airlangga

Oleh:

Asmaul Mashad Alfaza

NIM 081811533052

Disetujui Oleh

Pembimbing I

Dra. Aning Purwaningsih, M.Si.

NIP. 196603101991022001

Pembimbing II

Prastika Krisma Jiwanti, Ph.D.

NIP. 19910419201908320

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Reduksi Elektrokimia Karbon Dioksida (CO_2)
Menggunakan Elektroda Boron-Doped Diamond (BDD)
Termodifikasi Material $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ (MXene)
Penyusun : Asmaul Mashad Alfaza
NIM : 081811533052
Pembimbing I : Dra. Aning Purwaningsih, M.Si.
Pembimbing II : Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D.
Tanggal Seminar : 21 Juli 2022

Disetujui oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II


Dra. Aning Purwaningsih, M.Si.

NIP. 196603101991022001


Prastika Krisma Jiwanti, Ph.D.

NIP. 19910419201908320

Mengetahui,

Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Airlangga



Mochamad Zakki Fahmi, S.Si., M.Si., Ph.D.

NIP. 198307022009121005

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penulis dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah. Dokumen skripsi ini merupakan milik Universitas Airlangga.

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi yang berjudul “**Reduksi Elektrokimia Karbon Dioksida (CO₂) Menggunakan Elektroda *Boron-Doped Diamond* (BDD) Termodifikasi Material Ti₃C₂T_x (MXene)**” dapat terselesaikan dengan baik dan tepat waktu. Naskah skripsi ini disusun sebagai persyaratan menyelesaikan Pendidikan Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan memberi bimbingan serta dukungan motivasi kepada penulis, khususnya kepada :

1. Ibu Dra. Aning Purwaningsih, M.Si. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan naskah skripsi ini.
2. Ibu Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan naskah skripsi ini.
3. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, S.Si, M.Si., Ph.D. selaku Ketua Departemen Kimia serta Koordinator Program Studi S-1 Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga yang senantiasa memberikan dukungan dan mendoakan penulis dalam penyusunan naskah skripsi ini.
4. Bapak Ahmadi Jaya Permana, S.Si., M.Si. selaku dosen wali yang senantiasa mendukung dan mendoakan penulis dalam penyelesaian naskah skripsi ini.
5. Bapak, ibu dosen dan semua staf kependidikan Program Studi S1 Kimia, yang telah memberikan ilmunya, serta membimbing penulis selama menempuh pendidikan di Prodi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga
6. Orang tua penulis beserta keluarga di rumah yang selalu memberikan dukungan, doa, dan semangat untuk menyelesaikan naskah skripsi dan terus mendukung penulis.
7. Teman-teman satu bimbingan yang telah memberikan dukungan dan semangat dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan naskah skripsi.
8. Teman-teman H18RID yang selalu memberikan dukungan, inspirasi dan saran.
9. Kakak tingkat dan Adik tingkat Kimia yang telah memberi semangat dan dukungan.

10. Serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan yang telah memberikan motivasi, dukungan, semangat dan saran dalam pembuatan naskah skripsi ini hingga akhir.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan naskah skripsi ini, sehingga kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan bagi naskah skripsi ini dapat lebih baik lagi dan bagi penulis sendiri.

Surabaya, Juli 2022

Asmaul Mashad Alfaza

Alfaza, Asmaul Mashad, 2022, Reduksi Elektrokimia Karbon Dioksida (CO₂) Menggunakan Elektroda *Boron-Doped Diamond* (BDD) Termodifikasi Material Ti₃C₂T_x (MXene), skripsi ini dibawah bimbingan Dra. Aning Purwaningsih, M.Si. dan Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D., Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRAK

Penumpukan gas karbon dioksida (CO₂) yang semakin banyak di atmosfer menimbulkan kekhawatiran serius. Salah satu metode untuk mengkonversi gas CO₂ menjadi bahan kimia yang berguna adalah dengan mereduksi CO₂ secara elektrokimia. Pada penelitian ini digunakan metode elektrokimia untuk mereduksi CO₂ dengan elektroda kerja Boron Doped Diamond (BDD) yang dimodifikasi material Ti₃C₂T_x (MXene) untuk meningkatkan kinerja dari elektroda. Konsentrasi MXene divariasikan sebesar 0,5 mg/ml, 1,0 mg/ml, dan 2,0 mg/ml yang kemudian dideposisikan ke atas permukaan BDD dengan teknik drop-cast. Hasil SEM-EDS menunjukkan MXene berhasil terdeposit di atas BDD dengan massa unsur sebesar 0,003% untuk MXene-BDD 0,5; 1,1% untuk MXene-BDD 1,0; dan 1,78% untuk MXene-BDD 2,0. Adanya material MXene pada BDD berhasil menurunkan overpotensial dari elektoreduksi CO₂. Elektroda kerja modifikasi tersebut akan digunakan untuk elektoreduksi CO₂ dengan kondisi optimum aerasi gas CO₂ selama 10 menit. Potensial reduksi optimum untuk masing elektroda untuk menghasilkan asam format adalah sebesar -1,7 V (vs Ag/AgCl) untuk bare-BDD; -1,5 V (vs Ag/AgCl) untuk MXene-BDD 0,5 dan 0,1; sedangkan untuk MXene-BDD 2,0 adalah -1,3 V (vs Ag/AgCl). Kuantitas produk asam format terbanyak berhasil di produksi oleh MXene-BDD 2,0 dengan konsentrasi sebesar 28,9 ppm.

Kata kunci: Reduksi elektrokimia, CO₂, *boron-doped diamond*, MXene, SDGs.

Alfaza, Asmaul Mashad, 2022, Electrochemical Reduction of Carbon Dioxide (CO₂) on Ti₃C₂T_x-Modified Boron Doped Diamond (BDD) Electrode, this final project is under guidance of Dra. Aning Purwaningsih, M.Si. and Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D., Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRACT

The increasing concentration of carbon dioxide (CO₂) gas in the atmosphere rising a serious concern. CO₂ electrochemical reduction is one of the methods for converting CO₂ gas into usable chemical compounds. An electrochemical approach was used in this study to reduce CO₂ using a Boron Doped Diamond (BDD) working electrode modified with Ti₃C₂T_x (MXene) material to increase the electrode's performance. MXene concentrations were varied by 0.5 mg/ml, 1.0 mg/ml, and 2.0 mg/ml which were then deposited onto the surface of the BDD via drop-cast technique. According to SEM-EDS data, MXene was successfully deposited on the BDD surface with an elemental mass of 0.003% for MXene-BDD 0.5, 1.1% for MXene-BDD 1.0, and 1.78% for MXene-BDD 2.0. The presence of MXene material on the BDD surface successfully reduced the electroreduction overpotential of CO₂. The modified working electrode will be used for CO₂ electroreduction under optimal CO₂ gas aeration condition which is 10 minutes. The optimum reduction potential for each electrode to produce formic acid is -1.7 V (vs Ag/AgCl) for bare-BDD, -1.5 V (vs Ag/AgCl) for MXene-BDD 0.5 and 0.1, and then -1.3 V (vs Ag/AgCl) for MXene-BDD 2.0. The highest quantity of formic acid product was successfully produced by MXene-BDD 2.0 with a concentration of 28.9 ppm.

Keywords: Electrochemical reduction, CO₂, boron-doped diamond, MXene, SDGs.

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini, saya:

Nama : Asmaul Mashad Alfaza

NIM : 081811533052

Program Studi : S1 Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa tidak melakukan plagiat dalam penulisan skripsi saya yang berjudul:

“Reduksi Elektrokimia Karbon Dioksida (CO_2) Menggunakan Elektroda Boron-Doped Diamond (BDD) Termodifikasi Material $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ (MXene)”

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang ditetapkan.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 1 Juli 2022


METERAI
TEMPEL
BB273AJX993935600
lashad Alfaza

NIM. 081811533052

DAFTAR ISI

SKRIPSI.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN NASKAH SKRIPSI.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI.....	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
<i>ABSTRACT</i>	viii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	6
1.3. Tujuan Penelitian	6
1.4. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1. Karbon Dioksida	7
2.2. Reduksi Karbon Dioksida	9
2.3. Elektrokimia.....	13
2.4. Sel Elektrokimia.....	14
2.5. Jenis Elektroda dan Elektroda Kerja <i>Boron-Doped Diamond (BDD)</i>	15
2.6. Teknik Voltammetri.....	18
2.6.1. Voltammetri siklik (CV)	19
2.6.2. Kronoamperometri.....	21
2.7. MXene.....	22
2.8. <i>High-Performance Liquid Chromatography (HPLC)</i>	24

BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	27
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	27
3.2.1. Bahan penelitian	27
3.2.2. Alat penelitian	27
3.3. Prosedur Penelitian	28
3.3.1. Diagram alir penelitian	28
3.3.2. Pembuatan larutan $Ti_3C_2T_x$ (MXene)	29
3.3.3. Pembuatan 100 mL larutan KOH 0,5 M	29
3.3.4. Pembuatan 100 mL larutan KCl 0,5 M	29
3.3.5. Pembuatan variasi konsentrasi larutan Mxene	29
3.3.6. Optimasi elektroda boron doped diamond (BDD)	29
3.3.6.1. Pembersihan elektroda BDD dengan ultrasonikasi	29
3.3.6.2. <i>Pre-treatment</i> elektroda boron doped diamond dengan H_2SO_4	29
3.3.6.3. Karakterisasi elektroda <i>bare</i> BDD dengan <i>cyclic voltammetry</i>	30
3.3.6.4. Pembuatan elektroda Mxene- <i>boron doped</i> <i>diamond</i> (Mxene-BDD)	30
3.3.6.5. Karakterisasi elektroda MXene-BDD dengan <i>cyclic voltammetry</i>	30
3.3.6.6. Karakterisasi elektroda BDD dan MXene-BDD dengan SEM-EDX	30
3.3.7. Persiapan elektoreduksi CO_2	31
3.3.7.1. Penentuan waktu aerasi CO_2 optimum	31
3.3.7.2. Penentuan konsentrasi MXene optimum dan potensial reduksi optimum	31
3.3.8. Analisa produk	33
BAB IV PEMBAHASAN	34
4.1. Preparasi Elektroda BDD Termodifikasi	34
4.2. Karakterisasi Elektroda BDD Termodifikasi	34

4.2.1. Karakterisasi menggunakan <i>cyclic voltammetry</i> (CV)	35
4.2.2. Karakterisasi menggunakan SEM-EDS	36
4.3. Elektoreduksi CO ₂	38
4.3.1. Penentuan waktu aerasi CO ₂ optimum.....	38
4.3.2. Studi awal reduksi elektrokimia CO ₂	41
4.3.3. Reduksi CO ₂ dengan teknik kronoamperometri	44
4.4. Analisa Produk Hasil Elektoreduksi CO ₂	46
4.4.1. Pengaruh variasi konsentrasi MXene.....	49
4.4.2. Pengaruh potensial reduksi	50
4.5. Uji Stabilitas MXene Terhadap Aplikasi Elektoreduksi CO ₂	51
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	53
5.1. Kesimpulan.....	53
5.2. Saran	54
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN	60

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
2.1	Sifat Kimia dan Fisik CO ₂ (PubChem, 2022)	8
2.2	Variasi produk elektoreduksi CO ₂ pada elektrolit berair pH = 7, tekanan 1 atm, suhu 25 °C Vs. RHE (Woldu et. al 2022)	11
2.3	Hasil reduksi CO ₂ pada beberapa logam sp dan d	12
4.1	Persentase Komposisi Unsur MXene-BDD melalui Karakterisasi	37
4.2	Arus Rata-rata dan Muatan yang Dihasilkan dari Elektoreduksi CO ₂ Menggunakan Bare-BDD dan MXene-BDD pada Berbagai Variasi Potensial Reduksi	46

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Perkiraan nilai potensial senyawa hasil reduksi untuk CO ₂	10
2.2	(a) Sel elektrolisis dan (b) Sel Volta/Gavani	15
2.3	Ilustrasi Rangkaian <i>Sel</i> yang Digunakan untuk Reduksi CO ₂ (Jiwanti, 2018)	16
2.4	Eksitasi sinyal pada voltametri siklik (Wang, 2001)	20
2.5	Voltamogram siklik reaksi reduksi-oksidasi	21
2.6	Skema dari (a) sinyal eksitasi, (b) profil konsentrasi, dan (c) respon sinyal untuk single step chronoamperometry (Núñez-Bajo, 2020)	22
2.7	Voltamogram dari metode kronoamperometri (Núñez-Bajo, 2020)	22
2.8	(a) Struktur dari lapisan Ti ₃ AlC ₂ . (b) MXene yang mengalami terminasi. (c) Skema pembentukan MXene dari Fasa MAX	24
2.9	Skema Instrumentasi HPLC (Ahmed, 2021)	25
4.1	Siklik Voltamogram Elektroda Bare-BDD dan MXene-BDD	35
4.2	Topografi Permukaan Elektroda MXene-BDD dengan konsentrasi (a) 0,5; (b) 1,0; dan (c) 2,0 mg/ml pada perbesaran 10.000x	37
4.3	Nilai pH Terhadap Aerasi gas N ₂ dan CO ₂	39
4.4	LSV terhadap Waktu Aerasi CO ₂	40
4.5	LSV Bare-BDD setelah penambahan gas nitrogen dan CO ₂ pada potensial 0 V sampai -1,7 V dengan scan rate 100 mV/s	42
4.6	LSV setelah penambahan gas N ₂ dan CO ₂ pada potensial 0 V sampai -1,7 V dengan scan rate 100 mV/s untuk (a) MXene-BDD 0,5 (b) MXene-BDD 1,0 (c) MXene-BDD 2,0	43
4.7	Kronoamperometri Elektroreduksi CO ₂ menggunakan (a) Bare-BDD; (b) MXene-BDD 0,5; (c) MXene-BDD 1,0; (d) MXene-BDD 2,0 pada Berbagai Variasi Potensial Reduksi	45
4.8	Kromatogram Produk Asam Format Hasil Elektroreduksi CO ₂ Pada Elektroda MXene-BDD 2,0 dengan Potensial -1,3 V (vs Ag/AgCl)	47

4.9	Distribusi Spesi Karbon Terhadap pH pada Larutan Elektrolit (Zhong H. et al., 2015)	48
4.10	Mekanisme Reaksi Pembentukan Asam Format	49
4.11	Konsentrasi Asam Format Hasil Elektoreduksi CO ₂ Terhadap Variasi Konsentrasi MXene	49
4.12	Konsentrasi Asam Format Hasil Elektoreduksi CO ₂ Terhadap Variasi Potensial Reduksi	51
4.13	Hasil CV MXene-BDD 2,0 Sebelum dan Setelah Digunakan untuk Aplikasi Reduksi CO ₂	52