

# **SINTESIS *N-DOPED HARD CARBON* DARI PATI SAGU TERMODIFIKASI DENGAN PROSES KARBONISASI HIDROTERMAL DAN AKTIVASI**

## **Laporan Penelitian**

Disusun untuk memenuhi tugas akhir guna mencapai  
gelar sarjana di bidang ilmu Teknik Kimia

Oleh :

**Cornelia Clarissa Putri**

(2017620031)

Pembimbing :

**Arenst Andreas Arie, S.T., S.Si., M.Sc., Ph.D.**

**Hans Kristianto, S.T., M.T.**

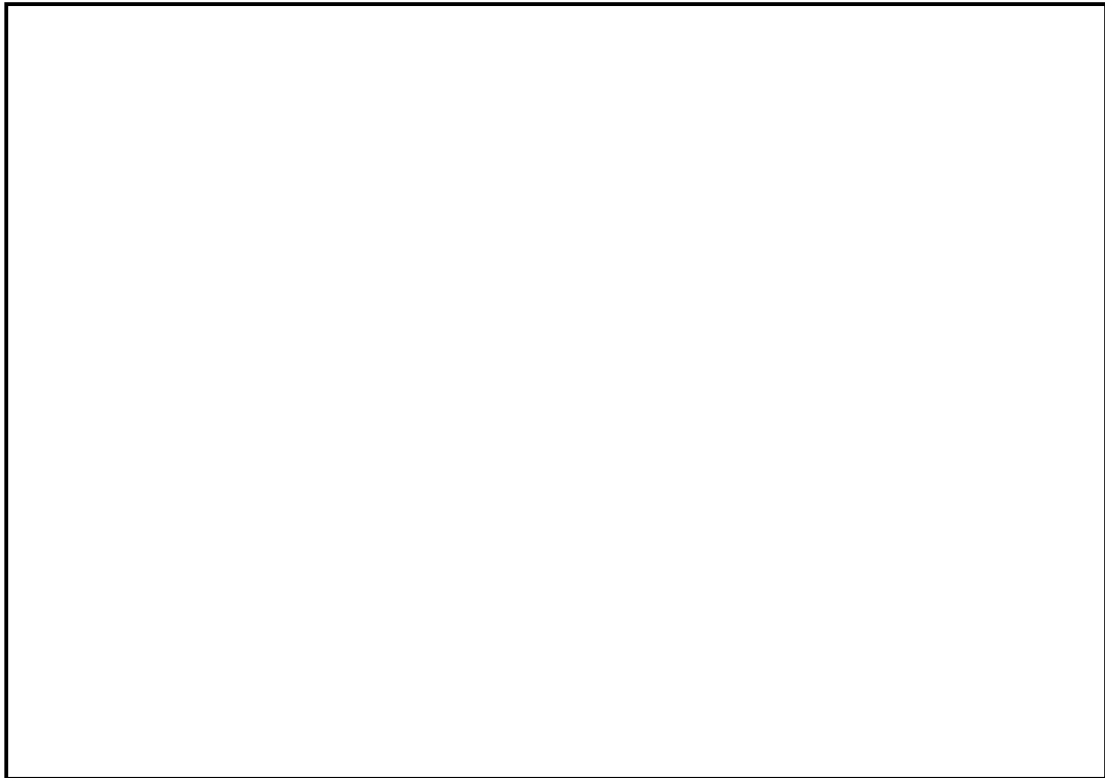


**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN  
FEBRUARI 2021**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**JUDUL : SINTESIS *N-DOPED HARD CARBON* DARI PATI SAGU  
TERMODIFIKASI DENGAN PROSES KARBONISASI  
HIDROTERMAL DAN AKTIVASI**

CATATAN :



Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 1 Maret 2021

Pembimbing 1,



**Arenst Andreas Arie, S.T., S.Si., M.Sc., Ph.D**

Pembimbing 2,

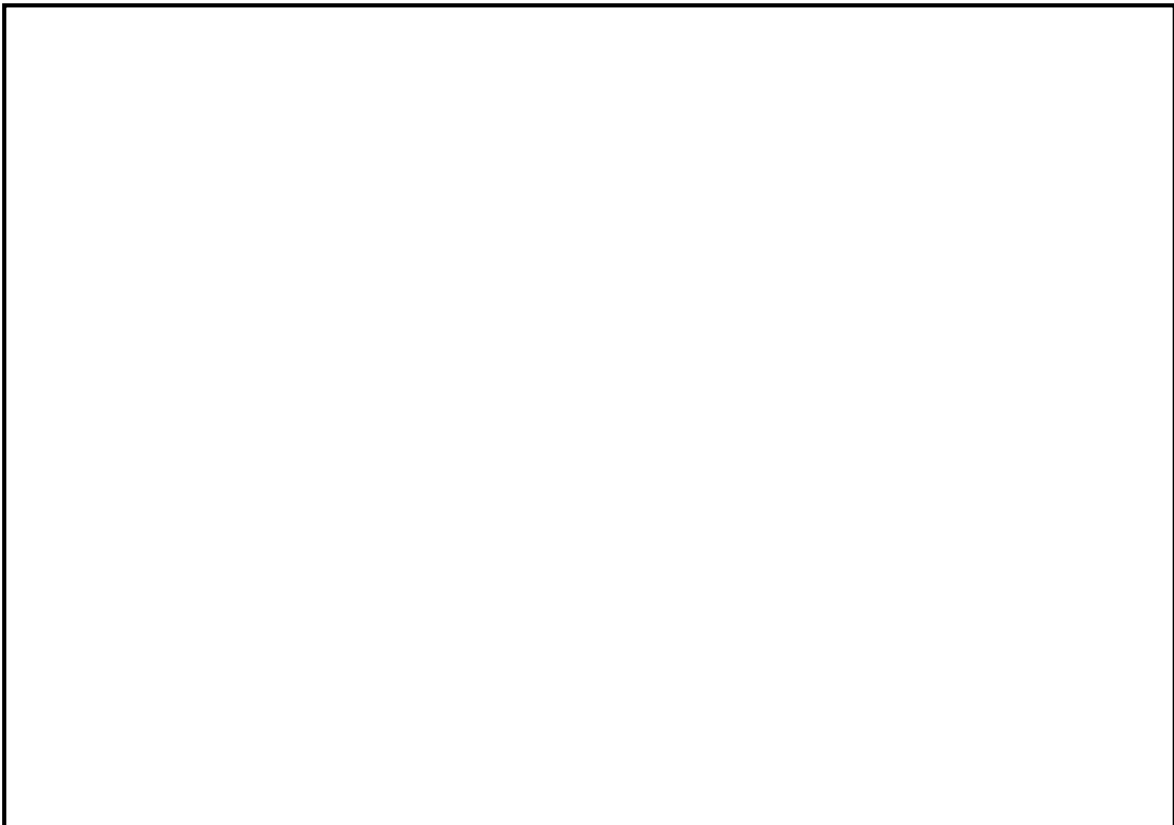


**Hans Kristianto, S.T., M.T.**

**LEMBAR REVISI**

**JUDUL : SINTESIS *N-DOPED HARD CARBON* DARI PATI SAGU  
TERMODIFIKASI DENGAN PROSES KARBONISASI  
HIDROTERMAL DAN AKTIVASI**

CATATAN :



Telah diperiksa dan disetujui,

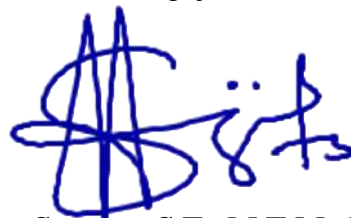
Bandung, 1 Maret 2021

Penguji 1,



**Dr. Ir. Budi Husodo Bisowarno, M.Eng.**

Penguji 2,



**Herry Santoso, S.T., M.T.M., Ph.D.**



**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN**

### **SURAT PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Cornelia Clarissa Putri

NPM : 2017620031

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian ini dengan judul :

#### **SINTESIS *N-DOPED HARD CARBON* DARI PATI SAGU TERMODIFIKASI DENGAN PROSES KARBONISASI HIDROTERMAL DAN AKTIVASI**

adalah hasil pekerjaan saya dan seluruh ide, pendapat atau materi dari sumber lain telah dikutip dengan cara penulisan referensi yang sesuai.

Pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya dan jika pernyataan ini tidak sesuai dengan kenyataan, maka saya bersedia menanggung sanksi sesuai peraturan yang berlaku.

Bandung, 26 Februari 2021



Cornelia Clarissa Putri  
(2017620031)

## INTISARI

Penggunaan *lithium ion batteries* semakin penting dalam kehidupan sehari-hari. Namun, ketersediaan bahan baku yang semakin terbatas dan harga yang semakin meningkat mengakibatkan diperlukannya pencarian alternatif. Dengan prinsip kerja yang serupa, *sodium ion batteries* (SIBs) sekarang ini menjadi alternatif pengganti. Namun, pengembangan material anoda yang tepat untuk SIBs masih dilakukan. SIBs menggunakan anoda dari *hard carbon*. *Hard carbon* merupakan material karbon yang tidak dapat bertransformasi menjadi *graphite* meskipun mencapai temperatur lebih dari 3000°C.

Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan sintesis *N-doped hard carbon* dari pati sagu termodifikasi. Sebagai anoda SIBs, material dengan konduktivitas listrik yang baik dibutuhkan untuk konduksi aliran ion antar elektroda. Oleh karena itu, modifikasi yang dilakukan adalah penambahan gugus nitrogen untuk meningkatkan konduktivitas listrik. Pati sagu digunakan dalam penelitian ini karena potensi penggunaan pati sagu masih belum maksimal, ditambah belum adanya penelitian lebih lanjut mengenai pemanfaatannya sebagai bahan baku sintesis *N-doped hard carbon*. Penelitian ini menggunakan sumber nitrogen berupa senyawa urea. Selain itu, proses ada tidaknya karbonisasi hidrotermal juga divariasikan.

Penelitian ini terdiri dari 3 tahap yaitu modifikasi pati, sintesis *N-doped hard carbon*, dan karakterisasi *N-doped hard carbon*. Modifikasi pati dilakukan dengan menggunakan *microwave* 700W selama 1 menit untuk campuran pati-urea. Rasio sumber nitrogen dengan pati bervariasi yaitu 1:1 dan 2:1. Dengan menggunakan *microwave*, reaksi yang dihasilkan lebih cepat dan selektivitas pemanasan tinggi. Selanjutnya, sintesis *N-doped hard carbon* terdiri dari proses karbonisasi hidrotermal (HTC) dan aktivasi. HTC dilakukan di reaktor autoklaf yang dipanaskan pada suhu 200°C selama 24 jam, sedangkan aktivasi dilakukan di dalam *furnace* dengan atmosfer nitrogen pada suhu 900°C selama 1 jam. *N-doped hard carbon* yang dihasilkan kemudian diuji karakteristiknya melalui analisis *Raman Spectroscopy*, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS), dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Produk yang dihasilkan dengan aktivasi langsung menghasilkan *yield* yang lebih tinggi yaitu 28%. Analisis SEM menunjukkan adanya perbedaan morfologi yaitu adanya proses HTC menghasilkan *N-doped hard carbon* berbentuk *microsphere* dengan *edge defect*, sedangkan aktivasi langsung menghasilkan bentuk *flakes* atau *irregular shapes*. Hasil EDS menunjukkan bahwa hanya proses yang melalui tahapan HTC yang berhasil melakukan *doping* nitrogen, di mana variasi urea:pati 2:1 menghasilkan nitrogen paling tinggi sebesar 2,67%. *Raman spectroscopy* menunjukkan sampel dengan proses HTC menghasilkan *N-doped hard carbon* yang paling amorf dengan  $I_D/I_G$  paling tinggi mencapai 1,38. *Interlayer spacing* sampel dengan penambahan urea berkisar 0,388-0,392 nm, menunjukkan syarat material anoda SIBs sudah terpenuhi karena lebih besar dari 0,3354 nm.

Kata kunci: *N-doped hard carbon*, modifikasi pati sagu, *microwave*, karbonisasi hidrotermal, aktivasi

## ABSTRACT

*Lithium-ion batteries play an important role in daily life. Instead, the availability of the feedstock is getting limited and increasing prices drive research for alternatives. Using the same principle, sodium-ion batteries (SIBs) are an attractive alternative. However, further research of suitable anode materials for SIBs is still in progress. The SIBs use anode made of hard carbon. Hard carbon is a non-graphitizable carbon material, although it reaches temperatures above 3000 °C.*

*This research was conducted to synthesis the N-doped hard carbon from modified sago starch by hydrothermal carbonization and activation. As SIBs anode, high electrical conductivity was expected. Therefore, modification on adding nitrogen was performed. Sago starch was used because of its low utilization. In addition, so far, there was no specific application of it as N-doped hard carbon. In this present study, urea acted as the nitrogen doping and process was varied into direct pyrolysis or hydrothermal carbonization continued by pyrolysis. Finally, the effects of urea:starch ratio and different processes to N-doped hard carbon characteristics were studied.*

*This research consisted of 3 stages, namely starch modification, N-doped hard carbon synthesis, and N-doped hard carbon characterization. The starch modification was carried out by heating the starch-urea mixture in microwave 700W for a minute. The ratio of urea to starch were 1:1 and 2:1. Microwave heating resulted in a faster reaction and higher selectivity. Furthermore, N-doped hard carbon synthesis consisted of a hydrothermal carbonization process (HTC) and activation. HTC was carried out in an autoclave reactor heated at 200°C for 24 hours, while the activation was carried out in a furnace with a nitrogen atmosphere at 900°C for 1 hour. The N-doped hard carbon produced was then tested for its characteristics through analysis of Raman Spectroscopy, Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS), and X-Ray Diffraction (XRD).*

*Hard carbon produced by direct activation resulted in a higher yield of 28%. SEM analysis showed that there were differences in morphology. Variation through HTC process generated N-doped hard carbon in microspheres with an edge defect, while direct activation produced flakes or irregular shapes. The EDS results showed that only the process that went through the HTC stage was successful in carrying out nitrogen doping, where the 2: 1 variation of urea: starch produced the highest nitrogen of 2.67%. Raman spectroscopy showed that the samples with the HTC process produced the most amorphous N-doped hard carbon with the highest  $I_D/I_G$  reaching 1.38. Interlayer spacing of samples with the addition of urea ranged from 0.388 to 0.392 nm, indicating that the SIBs anode material requirements had been fulfilled because it was greater than 0.3354 nm.*

**Keywords:** *N-doped hard carbon, starch modification, microwave, hydrothermal carbonization, activation*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian dengan judul “Sintesis *N-doped Hard Carbon* dari Pati Sagu Termodifikasi dengan Proses Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi” tepat pada waktunya. Penulisan laporan penelitian ini dilakukan guna memenuhi persyaratan mata kuliah CHE 183640-02 untuk memperoleh gelar sarjana Strata-1 Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan. Dalam proses penulisan laporan penelitian ini terdapat banyak bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih secara khusus kepada:

1. Arenst Andreas Arie, S.T., S.Si., M.Sc., Ph.D. selaku dosen pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, saran, dan dukungan tanpa henti selama proses penyusunan laporan penelitian ini
2. Hans Kristianto, S.T., M.T. selaku dosen ko-pembimbing yang telah membimbing, memberi saran dan dukungan waktu dan tenaga tanpa henti selama proses penyusunan laporan penelitian ini
3. Orang tua serta keluarga atas doa dan dukungan yang diberikan kepada penulis
4. Bapak dan Ibu laboran Teknik Kimia UNPAR yang sangat mendukung dan menolong selama pelaksanaan penelitian di laboratorium
5. Teman-teman Program Studi Teknik Kimia atas dukungan dan saran kepada penulis selama proses penyusunan laporan penelitian
6. Semua pihak lain yang telah memberikan kontribusi dalam penyusunan laporan penelitian ini

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan yang terdapat dalam laporan penelitian ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun agar penyusunan laporan penelitian selanjutnya menjadi lebih baik. Akhir kata, terima kasih atas perhatian pembaca dan penulis berharap agar laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 26 Februari 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	1
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
SURAT PERNYATAAN .....	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI .....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL .....	ix
INTISARI .....	x
ABSTRACT .....	xi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tema Sentral Masalah .....	3
1.3. Identifikasi Masalah.....	3
1.4. Premis .....	4
1.5. Hipotesis .....	8
1.6. Tujuan Penelitian .....	8
1.7. Manfaat Penelitian .....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	9
2.1. Pati .....	9
2.1.1. Pati termodifikasi.....	12
2.2. Karbonisasi Hidrotermal .....	14
2.2.1. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Karbonisasi Hidrotermal.....	19
2.3. Hard Carbon.....	21
2.4. Analisis .....	22
2.4.1. SEM dan EDS.....	22
2.4.2. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	23
BAB III METODE PENELITIAN .....	26
3.1. Tahap Penelitian .....	26
3.2. Alat dan Bahan.....	27
3.2.1 Alat.....	27
3.2.2 Bahan.....	28



3.3. Prosedur Percobaan.....	28
3.3.1. <i>Pre-Treatment</i> (Modifikasi Pati Sagu) .....	28
3.3.2. Karbonisasi Hidrotermal.....	29
3.3.3. Aktivasi.....	30
3.4. Analisis .....	30
3.5. Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian.....	30
BAB IV PEMBAHASAN .....	32
4.1. Karbonisasi Hidrotermal.....	32
4.1.1. <i>Yield Hydrochar</i> .....	32
4.2. Aktivasi.....	33
4.2.1. <i>Yield N-doped Hard Carbon</i> .....	34
4.2.2. Analisis SEM-EDS .....	35
4.2.3. Analisis XRD dan Raman <i>Spectroscopy</i> .....	38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	42
5.1. Kesimpulan.....	42
5.1. Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	44
LAMPIRAN A MATERIAL SAFETY DATA SHEET .....	50
LAMPIRAN B DATA ANTARA .....	54
LAMPIRAN C CONTOH PERHITUNGAN.....	56

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. a) Gambaran molekul amilopektin b) Struktur granula pati c) Model kluster pada struktur amilopektin.....	10
Gambar 2.2. Struktur kristalin tipe-A dan tipe-B.....	11
Gambar 2.3. Skema reaksi pati dengan urea.....	13
Gambar 2.4. Struktur urea dan biuret.....	13
Gambar 2.5. Bagian oven <i>microwave</i> .....	14
Gambar 2.6. Karakteristik air pada proses hidrotermal.....	15
Gambar 2.7. Mekanisme pembentukan partikel <i>hydrochar</i> dari selulosa dengan karbonisasi hidrotermal.....	17
Gambar 2.8. (1) Dehidrasi intermolekular (2) Kondensasi aldol pada mekanisme reaksi proses hidrotermal.....	18
Gambar 2.9. Skema pembentukan <i>hard carbon</i> sebagai fungsi temperatur.....	21
Gambar 2.10. Ilustrasi struktur <i>hard carbon</i> .....	22
Gambar 2.11. Ilustrasi Hukum Bragg.....	24
Gambar 2.12. Skema struktur <i>hard carbon</i> .....	25
Gambar 3.1. Skema tahapan penelitian.....	26
Gambar 3.2. <i>Microwave oven</i> .....	27
Gambar 3.3. Oven.....	27
Gambar 3.4. Reaktor <i>teflon-liner autoclave</i> .....	27
Gambar 3.5. Timbangan analitik.....	28
Gambar 3.6. Tungku dan tabung gas N <sub>2</sub> .....	28
Gambar 3.7. Diagram alir proses modifikasi pati sagu.....	28
Gambar 3.8. Diagram alir proses karbonisasi hidrotermal.....	29
Gambar 3.9. Diagram alir proses aktivasi.....	30
Gambar 4.1 Hasil <i>yield N-doped hard carbon</i> berbagai variasi.....	34
Gambar 4.2 Hasil SEM (a) pati sagu (Okazaki 2018) b) <i>Hard carbon</i> dari pati sagu tanpa urea (Kalvin 2020) c) NHC-UH-11 d) NHC-UH-21 e) NHC-U-11 f) NHC-U-21 .....	35
Gambar 4.3 Histogram distribusi ukuran partikel <i>N-doped hard carbon</i> dengan variasi urea:pati a) 1:1 b) 2:1 c) tanpa penambahan urea (Kalvin, 2020).....	37
Gambar 4.4 Hasil analisis XRD berbagai sampel.....	39
Gambar 4.5 Hasil <i>Raman spectroscopy</i> .....	41

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Modifikasi berbagai jenis pati menggunakan variasi proses dan sumber nitrogen .....	5
Tabel 1.1 Modifikasi berbagai jenis pati menggunakan variasi proses dan sumber nitrogen (lanjutan).....	6
Tabel 1.2 Sintesis N-doped hard carbon melalui berbagai jenis proses menggunakan variasi pati dan biomassa .....	6
Tabel 1.2 Sintesis N-doped hard carbon melalui berbagai jenis proses menggunakan variasi pati dan biomassa (lanjutan) .....	7
Tabel 3.1 Variasi percobaan .....	26
Tabel 3.2 Jadwal Kerja Penelitian.....	31
Tabel 3.3 Jadwal Kerja Penelitian (lanjutan).....	31
Tabel 4.1 Hasil rata-rata <i>yield hydrochar</i> .....	32
Tabel 4.2 Hasil analisis EDS.....	38
Tabel 4.3 Hasil analisis XRD <i>N-doped Hard Carbon</i> Bragg dan Scherrer.....	40
Tabel 4.4 Kristalinitas <i>N-doped hard carbon</i> .....	40
Tabel 4.5 Hasil rasio $I_D/I_G$ .....	41
Tabel B.1 Perolehan <i>hydrochar</i> seluruh run.....	54
Tabel B.2 Perolehan <i>N-doped hard carbon</i> seluruh run.....	54
Tabel B.3 Hasil Perhitungan XRD <i>N-doped hard carbon</i> .....	55

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Baterai sekunder, khususnya *lithium-ion batteries* (LIBs) menjadi semakin penting untuk sistem penyimpanan energi perangkat elektronik dan kendaraan listrik (Morikawa dkk. 2020). Secara umum, baterai tersusun atas beberapa komponen, salah satunya adalah elektroda negatif atau anoda. Material berbasis karbon memainkan peranan penting sebagai penyusun anoda untuk *alkali ion batteries*. Pada baterai *lithium*, material yang menyusun anoda tersebut adalah karbon *graphite*. LIBs dianggap sebagai inovasi paling sukses selama tiga puluh tahun terakhir. Namun, kelangkaan dan harga material bahan baku LIBs yang semakin mahal memicu pencarian alternatif pengganti LIBs (Dou dkk. 2019).

Sekarang ini, *sodium-ion batteries* (SIBs) menarik perhatian dunia untuk dijadikan alternatif penyimpan energi skala besar karena sumber daya natrium yang melimpah dan tersebar merata secara geografis. Selain itu, teknologi SIBs berbiaya rendah dan mampu menghasilkan elektroda dengan kinerja tinggi sehingga mampu bersaing secara komersial (Wang dkk. 2017). Teknologi SIBs memiliki prinsip kerja yang sama dengan LIBs yaitu melibatkan konduksi ion alkali yang *reversible* antara 2 elektrode melalui medium (Dou dkk. 2019). Walaupun begitu, anoda pada LIBs tidak cocok saat digunakan pada SIBs dikarenakan faktor ukuran ion natrium dan struktur *graphite* (Dou dkk. 2019). Ion natrium sulit untuk terinterkalasi ke *interlayer graphite* karena ukuran ion natrium 55% lebih besar daripada ion *lithium* (Liu dan Li 2018). Jarak *interlayer* yang optimal untuk anoda natrium berkisar 370-380 pm (Dou dkk. 2019), sedangkan jarak *interlayer* pada *graphite* rata-rata hanya 335,4 pm (Azuma dkk. 1999). Dengan keterbatasan tersebut, maka *hard carbon* merupakan alternatif yang cocok karena memiliki jarak *interlayer* 360-400 pm (Dou dkk. 2019). *Hard carbon* merupakan material karbon yang tidak dapat bertransformasi menjadi *graphite* meskipun mencapai temperatur lebih dari 3000°C. Selain *hard carbon*, *soft carbon* juga sempat menjadi alternatif. *Soft carbon* memiliki kemiripan sifat antara *hard carbon* dan *graphite* yaitu strukturnya tidak teratur tetapi dapat tergrafitisasi. Karena sifatnya yang dapat tergrafitisasi menyerupai *graphite*, *soft carbon* lebih cocok untuk baterai *lithium*. Selain itu, *hard carbon* lebih diinginkan karena memberikan performa yang lebih baik saat diaplikasikan pada baterai (Loeffler dkk. 2015).

*Hard carbon* merupakan material anoda SIBs yang sangat menjanjikan karena memberikan kapasitas penyimpanan yang tinggi, beda potensial rendah, dan stabilitas siklus yang baik (Dou dkk. 2019). Untuk mensintesis *hard carbon*, prekursor karbon yang digunakan dapat berasal dari batu bara dan polimer (Du dkk. 2017; Franklin 1951). Namun, prekursor tersebut memiliki kelemahan yaitu tidak ramah lingkungan dan bukan material terbarukan. Akibatnya, prekursor karbon beralih ke biomassa karena ketersediaan yang melimpah, terbarukan, dan murah. Umumnya, biomassa dapat berupa selulosa, lignin, dan *cotton* (Du dkk. 2017). Selain itu, pati juga banyak dikenal sebagai prekursor *hard carbon* yang memiliki kandungan karbon yang tinggi dan terbarukan (Morell dkk. 1998).

Penggunaan pati sebagai prekursor dalam sintesis *hard carbon* sudah dilakukan oleh banyak peneliti. Penelitian yang dilakukan oleh Ratchahat dkk. (2010) menggunakan berbagai macam pati seperti pati gandum, pati beras, pati singkong, dan pati ketan, juga Chen dkk. (2018) menggunakan pati *ginkgo*. Selain itu, pati ganyong digunakan Tanuwijaya (2020) dalam penelitiannya untuk sintesis *hard carbon*. Adapun, pati sagu juga dapat menjadi alternatif prekursor karbon seperti penelitian yang dilakukan Calvin (2020). Pati dari tanaman sagu (*Metroxylon sp.*) berpotensi dijadikan material maju dengan nilai tinggi. Ketersediaan bahan baku pati sagu tinggi, namun belum mendapat perhatian besar dalam memaksimalkan penggunaannya (Karim dkk 2008). Dalam mensintesis *hard carbon*, proses yang dilakukan umumnya terdiri dari karbonisasi hidrotermal (HTC) dan aktivasi menggunakan proses pirolisis. Proses HTC menghasilkan produk utama *char* 50-80%, ditambah produk cair 5-20%, dan gas 2-5%. Selain itu, kadar karbon *char* (*hydrochar*) yang dihasilkan relatif tinggi tanpa membutuhkan energi yang besar sebelum ataupun selama proses (Libra dkk. 2011).

Sintesis *hard carbon* kemudian berkembang ke arah *N-doped hard carbon*. *N-doped hard carbon* merupakan istilah hasil *hard carbon* yang dimodifikasi dengan penambahan gugus nitrogen. Penambahan gugus nitrogen dapat meningkatkan kemampuan konduktivitas listrik untuk konduksi aliran ion antar elektroda (Salinas-Torres dkk. 2015). Material dengan konduktivitas listrik yang baik dibutuhkan untuk anoda SIBs. Salah satu cara mensintesis *N-doped hard carbon* adalah menggunakan bahan baku dengan kandungan nitrogen yang lebih tinggi. Maka dari itu, pati dilakukan modifikasi penambahan gugus nitrogen. Modifikasi pati umumnya dapat dilakukan dengan beberapa cara melalui modifikasi fisik, kimia, dan enzimatik. Selain itu, modifikasi menggunakan *microwave* juga dapat dilakukan. Penggunaan *microwave* menghasilkan reaksi yang lebih cepat dan selektivitas pemanasan

yang dihasilkan tinggi sehingga *performance* dari proses tersebut meningkat, juga derajat substitusi tinggi (Lewicka dkk. 2015).

Pada penelitian ini, pati sagu termodifikasi digunakan sebagai prekursor sintesis *N-doped hard carbon*. Proses modifikasi pati menggunakan *microwave oven* 700W dengan memvariasikan rasio massa campuran sumber nitrogen dan pati. Sumber nitrogen yang digunakan pada penelitian ini berupa urea. Selanjutnya, pati sagu termodifikasi dilakukan HTC menghasilkan *hydrochar* dan diaktivasi menjadi *N-doped hard carbon*. Proses sintesis *N-doped hard carbon* pada penelitian ini dilakukan variasi yaitu ada-tidaknya proses HTC. Dengan modifikasi tersebut, diharapkan penelitian ini mampu menghasilkan *N-doped hard carbon* dengan kandungan nitrogen yang lebih tinggi.

## 1.2. Tema Sentral Masalah

Sampai saat ini pengembangan *hard carbon* untuk anoda *sodium ion-batteries* masih dilakukan hingga mendapatkan performa yang paling tepat. Adapun, perkembangan baru-baru ini menggunakan *N-doped hard carbon* yang diyakini memiliki konduktivitas listrik yang lebih baik. Untuk dapat bersaing secara komersial, sintesis *N-doped hard carbon* membutuhkan bahan baku yang murah dengan ketersediaan yang tinggi sehingga dapat bersaing dalam jangka panjang. Saat ini, belum pernah dilakukan sintesis *N-doped hard carbon* dari pati sagu Indonesia termodifikasi menggunakan *microwave*. Sintesis *N-doped hard carbon* dilakukan melalui proses *hydrothermal carbonization* (HTC) dan aktivasi untuk mendapatkan material anoda *sodium ion batteries* (SIBs).

## 1.3. Identifikasi Masalah

Masalah yang diidentifikasi menjadi latar belakang penelitian ini, sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi rasio massa campuran pati sagu dengan sumber nitrogen pada modifikasi pati sagu terhadap karakteristik *N-doped hard carbon* meliputi luas permukaan, morfologi eksternal, komposisi atomik, distribusi ukuran partikel, diameter rata-rata partikel, struktur kristal, dan jarak antar atom?
2. Bagaimana pengaruh adanya proses karbonisasi hidrotermal terhadap karakteristik *N-doped hard carbon* meliputi luas permukaan, morfologi eksternal, komposisi atomik, distribusi ukuran partikel, diameter rata-rata partikel, struktur kristal, dan jarak antar atom?

#### **1.4. Premis**

Modifikasi kandungan nitrogen pati dan sintesis *N-doped hard carbon* telah dilakukan dengan berbagai metode variasi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.1 dan Tabel 1.2.

**Tabel 1.1.** Modifikasi berbagai jenis pati menggunakan variasi proses dan sumber nitrogen

No.	Sumber pati	Sumber nitrogen	Kondisi proses modifikasi				Hasil pati termodifikasi		Sumber pustaka
			Fasa reaksi	Rasio (sumber nitrogen:pati)	Pemanasan	Waktu reaksi (menit)	Kadar nitrogen	Granula pati	
1.	Pati kentang	Urea	solid	ekimolar dengan 1 AGU	Microwave 900 Watt	5	7%	Kerusakan penting pada granula akibat <i>microwave heating</i> lebih dalam Terdapat deposit kristal di permukaan granula pati	Siemion dkk. (2004)
					Oven, 158°C (konvensional)	60	8,70%		
		Biuret			Microwave 900 Watt	15	11,80%		
					Oven, 180°C (konvensional)	60	12%		
2.	Pati kentang	<i>thiosemicarbazide</i>	solid	ekimolar dengan 1 AGU	Microwave 900 Watt	5	13,04%	Kerusakan granula pati akibat <i>microwave heating</i> lebih destruktif	Siemion, dkk. (2006)
					furnace, 185°C (konvensional)	60	15,82%		
3.	Pati kentang	<i>semicarbazide hydrochloride</i>	solid	ekimolar dengan 1 AGU	Microwave 900 Watt	5	21,70%	Kerusakan granula pati lebih tinggi dihasilkan oleh pemanasan konvensional. Struktur granular berkurang secara signifikan setelah reaksi	Siemion, dkk. (2005)
					furnace, 205°C (konvensional)	60	20,37%		
4.	Pati jagung	urea	solid		Oven, 150°C	30	0,47%	-	Khalil dkk. (1994)
							0,64%		
							0,74%		
							1,01%		
							1,07%		
					Oven, 160°C	30	0,63%		
							0,89%		
							1,20%		
							1,26%		
							1,41%		
					Oven, 170°C	30	2,40%		
							3,76%		
							0,66%		
							0,93%		
							1,24%		
		1,30%							
		1,43%							



**Tabel 1.1.** Modifikasi berbagai jenis pati menggunakan variasi proses dan sumber nitrogen (lanjutan)

No.	Sumber pati	Sumber nitrogen	Kondisi proses modifikasi				Hasil pati termodifikasi		Sumber pustaka
			Fasa reaksi	Rasio (sumber nitrogen:pati)	Pemanasan	Waktu reaksi (menit)	Kadar nitrogen	Granula pati	
5.	Pati beras	urea	solid	1:1 (w/w)	Oven, 165°C	5	0,64%	-	El-Thalouth dkk (1981)
						15	0,86%		
						30	0,82%		
						45	1,09%		
						60	1,40%		

**Tabel 1.2.** Sintesis *N-doped hard carbon* melalui berbagai jenis proses menggunakan variasi pati dan biomassa

No.	Bahan baku	Proses				Kondisi Proses				Hasil produk <i>hard carbon</i>				Sumber pustaka				
		Karbonisasi	Aktivasi	Senyawa <i>N-doping</i>		Karbonisasi		Aktivasi		Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran partikel (µm)	Kadar nitrogen (%)	Jarak interlayer (nm)					
				Jenis	Rasio (sumber nitrogen:bahan baku)	Temperatur (°C)	Durasi	Temperatur (°C)	Durasi									
1.	<i>Sweet potato</i>	<i>Direct pirolisis</i>	-	-	-	800	2 jam	-	-	-	5	0,61	-	Zheng dkk. (2015)				
		HTC	-	-	-	160	10 jam	-	-	-	2-4	5,39	-					
		HTC	Pirolisis	-	-	-	160	10 jam	800	2 jam	-	0,12	4,92		-			
2.	Chitosan	HTC	-	-	-	180	semalam	-	-	< 10	0,4-0,5	5,2	-	Zhao dkk. (2010)				
			Pirolisis	-	-			750			-	7,7	-					
	HTC	-	-	-	-			0,4-0,5			5,6	-						
		Pirolisis	-	-	-			750			6,3	-						
	D(+)-glucose	HTC	-	-	-			-			-	-	> 10		-	-	-	-
			Pirolisis	-	-			-			750	-	-		-	-	-	-
3.	Larutan gula	HTC	Pirolisis	-	-	190	5 jam	1000	-	400	-	-	0,39	Wang dkk. (2001)				

**Tabel 1.2.** Sintesis *N-doped hard carbon* melalui berbagai jenis proses menggunakan variasi pati dan biomassa (lanjutan)

No.	Bahan baku	Proses				Kondisi Proses				Hasil produk <i>hard carbon</i>				Sumber pustaka
		Karbonisasi	Aktivasi	Senyawa <i>N-doping</i>		Karbonisasi		Aktivasi		Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran partikel (µm)	Kadar nitrogen (%)	Jarak interlayer (nm)	
				Jenis	Rasio (sumber nitrogen:bahan baku)	Temperatur (°C)	Durasi	Temperatur (°C)	Durasi					
4.	<i>Macadamia shell</i>	<i>Direct pirolisis</i>	-	-	-	1000	2 jam	-	-	469	-	-	-	Zheng dkk. (2017)
			-	-	-	1400		-	-	32,4	10	0,4	0,39	
5.	Bubuk kering mangga	HTC	Pirolisis	-	-	170	25 jam	900	2 jam	82	-	-	0,37	Gaddam dkk. (2017)
				<i>Ethylene-diamine</i>	-					16	-	9,06	0,39	
6.	<i>D(+)-glucose</i>	HTC	-	<i>ovalbumin</i>	1:10 (w/w)	180	24 jam	-	-	74	-	3,1	-	Baccile, dkk. (2010)
					2:10 (w/w)					112		4,9		
					3:10 (w/w)					81		5,4		
					1:3 (w/w)					34		6,1		
					1:2 (w/w)					30		6,6		
					1:1 (w/w)					56		8		
		Pirolisis	1:10 (w/w)	950	4 jam	358,4	-	2,5	-					
			2:10 (w/w)			152,1		3,2						
			3:10 (w/w)			-		4,5						
			1:3 (w/w)			64,8		4,6						
			1:2 (w/w)			-		5,1						
			1:1 (w/w)			46,2		4,7						
7.	<i>Polyurethane sponge</i>	-	Pirolisis	-	-	-	-	700	2 jam	16,5	-	7,1	Hu dkk. (2017)	
			Pirolisis	Urea				700		90,1		14,2		0,36
			Pirolisis	Urea				900		88,1		-		0,355
		HTC	Pirolisis	Urea	180	6 jam	700	112,6		-		-		
8.	Pati sagu	HTC	Pirolisis	-	-	200	24 jam	900	1 jam	-	2,9457	-	0,38329	Kalvin (2020)
9.	Pati ganyong	HTC	Pirolisis	-	-	200	24 jam	800	1 jam	-	4,3	-	0,4	Tanuwijaya (2020)

### 1.5. Hipotesis

Hipotesis yang digunakan pada penelitian ini, sebagai berikut:

1. Semakin banyak jumlah sumber nitrogen pada campuran modifikasi pati sagu, semakin banyak kandungan nitrogen pada *N-doped hard carbon*
2. Adanya proses karbonisasi hidrotermal mengakibatkan kandungan nitrogen pada *N-doped hard carbon* lebih tinggi daripada proses tanpa karbonisasi hidrotermal

### 1.6. Tujuan Penelitian

Penelitian dengan judul “Sintesis *N-Doped Hard Carbon* dari Pati Sagu Termodifikasi dengan Proses Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi” memiliki tujuan, sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi rasio massa sumber nitrogen dengan campuran pati sagu pada modifikasi pati sagu terhadap karakteristik *N-doped hard carbon*
2. Mengetahui pengaruh adanya proses karbonisasi hidrotermal terhadap karakteristik *N-doped hard carbon*

### 1.7. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini untuk berbagai golongan, sebagai berikut:

1. Bagi negara : meningkatkan daya jual sumber daya alam terbarukan di Indonesia dengan mengoptimalkan potensi pati sagu untuk penyimpanan energi (baterai)
2. Bagi industri : memberikan pilihan bahan baku yang komersial yaitu *N-doped hard carbon* dari pati sagu termodifikasi sebagai alternatif baru pada pengembangan material anoda *sodium ion-batteries*
3. Bagi masyarakat : menyediakan alternatif baterai dengan harga yang lebih murah yaitu *sodium-ion batteries*
4. Bagi ilmu pengetahuan : memberikan wawasan baru mengenai potensi pati sagu yang dapat diolah menjadi *N-doped hard carbon* melalui proses karbonisasi hidrotermal dan aktivasi