

**PENGARUH SUHU AKTIVASI DAN PENAMBAHAN
H₃PO₄ PADA SINTESIS KARBON AKTIF DARI
LIMBAH AKAR WANGI DENGAN KARBONISASI
HIDROTERMAL DAN AKTIVASI KIMIA**

CHE 183640-02 Penelitian

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

oleh:

Roselyn Agustina Djunaedi

(2017620047)

Pembimbing:

Ratna Frida Susanti, Ph.D.



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

LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL : Pengaruh Suhu Aktivasi dan Penambahan H₃PO₄ pada Sintesis Karbon Aktif dari Limbah Akar Wangi dengan Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi Kimia

CATATAN :



Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 31 Agustus 2021

Pembimbing



Ratna Frida Susanti, Ph.D.

LEMBAR REVISI

JUDUL : Pengaruh Suhu Aktivasi dan Penambahan H₃PO₄ pada Sintesis Karbon Aktif dari Limbah Akar Wangi dengan Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi Kimia

CATATAN :

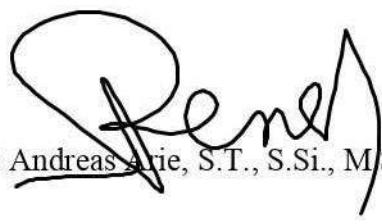
Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 31 Agustus 2021

Penguji 1

Penguji 2

Arents 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**

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Roselyn Agustina Djunaedi

NRP : 6217047

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul:

Pengaruh Suhu Aktivasi dan Penambahan H₃PO₄ pada Sintesis Karbon Aktif dari Limbah Akar Wangi dengan Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi Kimia

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 dengan peraturan yang berlaku.

Bandung, 10 Agustus 2021



Roselyn Agustina Djunaedi
(6217047)

INTISARI

Kebutuhan penyimpan energi semakin lama semakin tinggi seiring dengan berkembangnya teknologi. Namun, penyimpan energi yang memiliki kapasitas besar, belum tentu memiliki *power density* yang besar serta *cycle life* yang panjang. Kapasitor ion litium merupakan gabungan elektroda dari baterai ion litium yang memiliki *energy density* tinggi dan superkapasitor yang memiliki *power density* tinggi dan *cycle life* panjang. Salah satu bahan elektroda positif yang biasa digunakan pada kapasitor ion litium adalah karbon aktif. Karbon aktif sering digunakan karena luas permukaannya yang besar dan memiliki pori. Sintesis karbon aktif dapat menggunakan metode karbonisasi hidrotermal dan aktivasi kimia, dengan bahan baku dari biomassa. Dalam penelitian ini, limbah akar wangi digunakan sebagai bahan baku untuk pembuatan karbon aktif karena produksi minyak akar wangi yang banyak di Indonesia, dan menghasilkan limbah yang melimpah.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh suhu karbonisasi hidrotermal, suhu aktivasi kimia, dan penambahan asam fosfat (H_3PO_4) saat karbonisasi hidrotermal terhadap karakteristik karbon aktif yang dihasilkan. Penelitian ini diawali dengan persiapan limbah akar wangi, yang lalu di campurkan dengan asam fosfat. Setelah itu di karbonisasi secara hidrotermal dan di aktivasi secara kimia menggunakan *activating agent* asam fosfat. Penelitian ini diulang dengan cara yang sama, namun tanpa adanya penambahan asam fosfat di awal, dengan suhu karbonisasi sebesar $200^\circ C$ dan variasi suhu aktivasi sebesar $600^\circ C$ dan $800^\circ C$. Karbon aktif yang dihasilkan kemudian di analisis menggunakan FTIR, BET, SEM-EDX dan XRD untuk mengetahui karakteristik seperti gugus fungsi, luas permukaan, ukuran distribusi pori, morfologi, dan kristalinitas karbon aktif yang dihasilkan.

Penambahan H_3PO_4 pada proses karbonisasi hidrotermal bekerja sebagai katalis dan *pretreatment* asam, sehingga meningkatkan *yield* dan luas permukaan karbon aktif, baik pada suhu aktivasi $600^\circ C$ maupun $800^\circ C$. Penambahan H_3PO_4 tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap %amorf dan %P pada karbon aktif metode karbonisasi hidrotermal, selain itu %amorf dan %P yang diperoleh pada suhu $800^\circ C$ lebih besar bila dibandingkan dengan suhu $600^\circ C$. Sampel AP800 memiliki %amorf terbesar, yaitu 73%. Suhu aktivasi yang paling baik ada pada suhu $600^\circ C$, dan hasil yang paling baik, yaitu sampel AP600 memiliki yield, luas permukaan, %C dan %amorf sebesar 79,56%; 908,5 m^2/g ; 92,02%; dan 72,5% berturut-turut. Selain itu, sampel AP600 memiliki morfologi karbon aktif yang paling berpori dan menyerupai *net*. Gugus fungsi yang dianalisa menggunakan FTIR tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan antara karbon aktif yang ditambahkan H_3PO_4 maupun tidak. Selain itu pada analisis XRD, seluruh sampel memperoleh puncak (002) di sekitar 25° dan puncak (100) pada rentang $41 - 42^\circ$.

Kata kunci: Karbon aktif, kapasitor ion litium, limbah akar wangi, asam fosfat, karbonisasi hidrotermal.

ABSTRACT

Energy storage needed is getting higher along with the development of technology. However, energy storage that has a large capacity, does not necessarily have a large power density and a long cycle life. Lithium ion capacitors are a combination of electrodes from lithium ion batteries that have high energy density and supercapacitors that have high power density and long cycle life. One of the positive electrode materials commonly used in lithium ion capacitors is activated carbon. Activated carbon is often used because of its large surface area and pore. Synthesis of activated carbon can use hydrothermal carbonization methods and chemical activation, with raw materials from biomass. In this research, vetiver root waste is used as a raw material for activated carbon, because of many production of vetiver root oil in Indonesia, and produced abundant waste.

The goal of this research was to study the effect of hydrothermal carbonization temperature, chemical activation temperature, and the addition of phosphoric acid (H_3PO_4) at hydrothermal carbonization to the characteristics of activated carbon obtained. The study began with the preparation of vetiver root waste, which was then mixed with phosphoric acid. Then, it was hydrothermally carbonized and chemically activated using an activating agent phosphoric acid. The step was repeated in the same way, but in the absence of the addition of phosphoric acid at the beginning, with a carbonization temperature of 200°C and variations in activation temperatures of 600°C and 800°C. The resulting activated carbon is then analyzed using FTIR, BET, SEM-EDX and XRD to determine characteristics such as functional groups, surface area, size of pore distribution, morphology, and the crystallinity of activated carbon.

The addition of H_3PO_4 to the hydrothermal carbonization process works as an catalyst and acid pretreatment, thereby increasing the yield and surface area of activated carbon, both at activation temperatures of 600°C and 800°C. The addition of H_3PO_4 had little effect on the %amorphous and %P in the hydrothermal carbonization method, in addition % amorphous and %P obtained at 800°C were greater when compared to 600°C. The best activation temperature is at 600°C, and the best result, AP600 sample, have a yield, surface area, %C and %amorphous of 79.56%; 908.5 m²/g; 92,02%; and 72.5% respectively. In addition, the AP600 sample had the most porous, net-like morphology of activated carbon. The functional group analyzed using FTIR showed no significant difference between the activated carbon added H_3PO_4 or not. In addition, in the XRD analysis, the entire sample obtained peaks (002) at about 25° and peaks (100) in the range of 41 - 42°.

Keywords: Activated carbon, lithium ion capacitor, vetiver root waste, phosphoric acid, hydrothermal carbonization.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan anugerah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul “Pengaruh Suhu dan Penambahan H₃PO₄ pada Sintesis Karbon Aktif dari Limbah Akar Wangi dengan Karbonisasi Hidrotermal dan Aktivasi Kimia” dengan tepat waktu.

Dalam penyusunan penelitian ini, penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada seluruh pihak yang telah membantu baik secara matiril maupun moril. Penulis mengucapkan terimakasih terutama kepada :

1. Ratna Frida Susanti, Ph. D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan waktu untuk membimbing dan mangarahkan penulis hingga penelitian ini selesai.
2. Orang tua penulis, yang telah memberikan seluruh dukungan yang sangat diperlukan penulis, yaitu doa, motivasi, dan tempat untuk berkeluh kesah.
3. Evelyn Yuliani, yang telah berjuang bersama-sama menyelesaikan penelitian dan membantu serta memberikan semangat.
4. Teman-teman dan semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan bantuan dalam penyusunan penelitian ini.

Akhir kata, penulis menyadari masih banyak kekurangan pada penelitian ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan adanya kritik dan saran dari para pembaca sehingga dapat menjadi acuan penulis untuk memperbaiki penelitian ini. Atas perhatiannya penulis mengucapkan terima kasih dan berharap laporan penelitian ini bisa bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 10 Agustus 2021

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|---------------------------------------|-----|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN | ii |
| SURAT PERNYATAAN | iii |
| LEMBAR REVISI | iv |
| KATA PENGANTAR | v |
| DAFTAR ISI | vi |
| DAFTAR GAMBAR | ix |
| DAFTAR TABEL | x |
| INTISARI | xi |
| <i>ABSTRACT</i> | xii |
| BAB I | 1 |
| PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Tema Sentral Masalah | 4 |
| 1.3 Identifikasi Masalah | 4 |
| 1.4 Tujuan Penelitian | 4 |
| 1.5 Premis | 5 |
| 1.6 Hipotesis | 5 |
| 1.7 Manfaat Penelitian | 5 |
| BAB II | 11 |
| TINJAUAN PUSTAKA | 11 |
| 2.1 Karbon Aktif | 11 |
| 2.2 Limbah Akar Wangi | 12 |
| 2.3 Sintesis Karbon Aktif | 14 |
| 2.3.2 Karbonisasi | 15 |
| 2.3.3.1 Karbonisasi Hidrotermal | 16 |
| 2.3.3 Aktivasi | 23 |
| 2.3.3.1 Aktivasi Fisika | 24 |
| 2.3.3.2 Aktivasi Kimia | 25 |
| 2.4 Metode Analisa | 27 |
| 2.4.1 FTIR | 27 |

| | |
|---|----|
| 2.4.2 SEM-EDX | 28 |
| 2.4.3 BET | 28 |
| 2.4.4 XRD | 29 |
| 2.5 Superkapasitor | 30 |
| BAB III | 34 |
| METODOLOGI PENELITIAN | 34 |
| 3.1 Tahap Penelitian | 34 |
| 3.2 Alat dan Bahan yang Digunakan | 34 |
| 3.3 Prosedur Percobaan | 35 |
| 3.3.1 Sintesis Karbon Aktif | 36 |
| 2.3.1.1 Karbonisasi Hidrotermal..... | 36 |
| 2.3.1.2 Aktivasi dengan H_3PO_4 | 37 |
| 3.3.2 Karakterisasi Karbon Aktif | 39 |
| 3.3.3 Variasi Percobaan..... | 39 |
| 3.4 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian..... | 39 |
| BAB IV | 41 |
| PEMBAHASAN..... | 41 |
| 4.1 Variasi Penelitian..... | 41 |
| 4.2 Sintesis <i>Hydrochar</i> | 41 |
| 4.2.1 <i>Yield Hydrochar</i> | 42 |
| 4.3 Sintesis Karbon Aktif | 43 |
| 4.3.1 <i>Yield</i> Karbon Aktif | 43 |
| 4.4 Hasil Analisa FTIR | 44 |
| 4.5 Hasil Analisa BET | 45 |
| 4.6 Hasil Analisis SEM-EDX | 48 |
| 4.6.1 SEM <i>Hydrochar</i> | 48 |
| 4.6.2 SEM Karbon Aktif | 49 |
| 4.6.3 Hasil Analisis EDS..... | 50 |
| 4.7 Hasil Analisis XRD | 51 |
| 4.8 Perbandingan Hasil | 53 |
| BAB V | 54 |
| KESIMPULAN DAN SARAN | 54 |
| 5.1 Kesimpulan | 54 |

| | |
|---|----|
| 5.2 Saran | 55 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 56 |
| LAMPIRAN A | 65 |
| A.1 Asam fosfat 85% | 65 |
| LAMPIRAN B..... | 67 |
| B.1 Perolehan Massa (<i>Yield</i>)..... | 67 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 1.1 Perkiraan Permintaan Pasar Penyimpan Energi | 1 |
| Gambar 1.2 Produksi Minyak Akar Wangi di Dunia Tahun 2010 | 2 |
| Gambar 2.1 Ukuran Pori Karbon Aktif | 11 |
| Gambar 2.2 Bentuk Karbon Aktif | 12 |
| Gambar 2.3 Tanaman Akar Wangi | 13 |
| Gambar 2.4 Skema <i>Pretreatment</i> Bahan Lignoselulosa..... | 15 |
| Gambar 2.5 Mekanisme Pembentukan Bahan Karbon dari Lignoselulosa | 19 |
| Gambar 2.6 Mekanisme Pembentukan <i>Hydrochar</i> dari Selulosa..... | 20 |
| Gambar 2.7 Mekanisme Pembentukan <i>Hydrochar</i> dari Hemiselulosa | 21 |
| Gambar 2.8 Mekanisme Pembentukan <i>Hydrochar</i> dari Lignin | 21 |
| Gambar 2.9 Diagram Aplikasi Karbonisasi Hidrotermal | 23 |
| Gambar 2.10 Skema Komponen Dasar FTIR..... | 28 |
| Gambar 2.11 Kapasitor Ion Litium..... | 32 |
| Gambar 3.1 Skema Penelitian | 35 |
| Gambar 3.2 Diagram Alir Karbonisasi Hidrotermal | 36 |
| Gambar 3.3 Diagram Alir Proses Aktivasi Kimia..... | 37 |
| Gambar 3.4 Diagram Pirolisis | 38 |
| Gambar 4.1 Hasil Analisa FTIR (a) <i>Hydrochar</i> , dan (b) Karbon Aktif | 44 |
| Gambar 4.2 Hasil Analisis BET (a) Luas Permukaan Karbon Aktif, (b) Distribusi Pori Karbon Aktif..... | 46 |
| Gambar 4.3 Hasil Analisis SEM (a) Limbah Akar Wangi, (b) H200, dan (c) HP200 | 48 |
| Gambar 4.4 Hasil Analisis SEM Karbon Aktif (a) A600, (b) A800, (c) AP600, (d) AP800, (e) P600, dan (f) P800 | 50 |
| Gambar 4.5 Hasil Analisis XRD | 52 |

DAFTAR TABEL

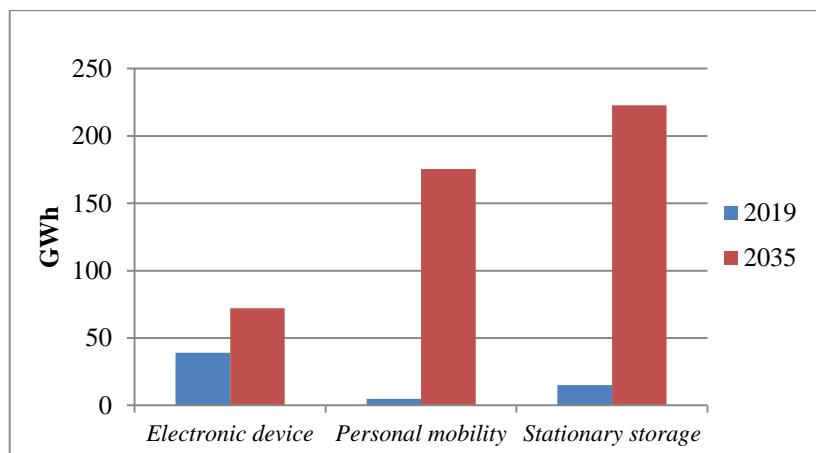
| | |
|---|----|
| Tabel 1.1 Produksi Minyak Akar Wangi di Garut Tahun 2017 | 3 |
| Tabel 1.2 Premis | 6 |
| Tabel 2.1 Komposisi Akar Wangi | 14 |
| Tabel 2.2 Perbedaan Karbonisasi Hidrotermal dengan Gasifikasi dan Pirolisis | 16 |
| Tabel 2.3 Sifat Air pada Kondisi Ruang dan Kondisi Subkritik | 17 |
| Tabel 2.4 Perbandingan Karakteristik Superkapasitor dan Baterai | 30 |
| Tabel 2.5 Perbedaan Kapasitor Ion Litium, Baterai Ion Litium dan EDLC | 31 |
| Tabel 3.1 Variasi Percobaan Karbonisasi Hidrotermal dan Pirolisis | 39 |
| Tabel 3.2 Variasi Percobaan Aktivasi Kimia | 39 |
| Tabel 3.3 Jadwal Kerja Penelitian | 40 |
| Tabel 4.1 Variasi Penelitian..... | 41 |
| Tabel 4.2 Hasil <i>Yield</i> Karbonisasi Hidrotermal | 42 |
| Tabel 4.3 Hasil <i>Yield</i> Karbon Aktif | 43 |
| Tabel 4.4 Hasil Analisa BET | 47 |
| Tabel 4.5 Hasil Analisis SEM-EDX | 51 |
| Tabel 4.6 Hasil Analisis %Kristalinitas dan Amorf XRD | 52 |
| Tabel 4.7 Perbandingan Hasil Perolehan Luas Permukaan Berdasarkan Literatur | 53 |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi yang semakin berkembang setiap tahunnya berdampak pada kebutuhan energi. Semakin banyak energi yang dibutuhkan, maka semakin banyak penyimpan energi yang dicari. Penyimpan energi digunakan untuk perangkat elektronik seperti *laptop*, *cell phone*, *drone* dan lainnya. Selain perangkat elektronik, penyimpan energi dibutuhkan untuk alat transportasi serta *storage stationary*. Dapat dilihat dari Gambar 1.1, yang menunjukkan perkiraan permintaan pasar penyimpan energi berdasarkan kebutuhan yang telah diteliti oleh Lux [1] dari tahun 2019 hingga 2035.



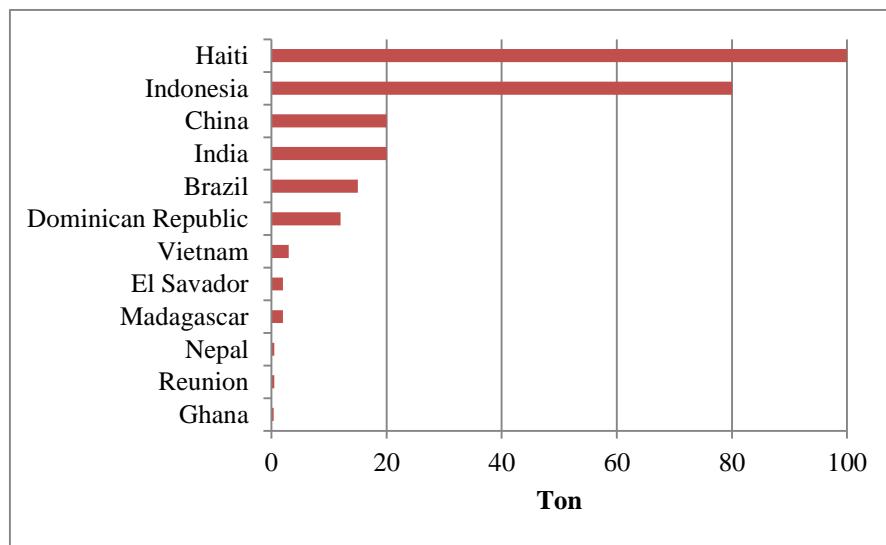
Gambar 1.1 Perkiraan Permintaan Pasar Penyimpan Energi

Diagram tersebut menunjukkan jika beberapa tahun kedepan, penyimpan energi akan sangat dibutuhkan. Akan tetapi penyimpan energi dengan kapasitas yang besar umumnya memiliki *cycle life* yang pendek.

Salah satu penyimpan energi yang memiliki *energy density* dan *power density* tinggi, serta *cycle life* yang panjang adalah kapasitor ion litium, yang merupakan jenis kapasitor *hybrid* [2]. Kapasitor ion litium merupakan kapasitor yang memiliki jenis elektroda berbeda karena merupakan gabungan dari baterai ion litium dan EDLC (*electric double layer capacitor*). Elektroda positif dari kapasitor ion litium sama seperti jenis elektroda pada EDLC, sedangkan elektroda negatif sama seperti baterai ion litium [3].

Namun pada kenyataanya, kapasitor ion litium memiliki *energy density* yang lebih rendah dibandingkan dengan baterai ion litium [4]. Hal ini disebabkan oleh adanya ketidakseimbangan antara anoda jenis baterai dan katoda jenis kapasitor [5, 6], sehingga kapasitor ion litium tidak dapat memperoleh *energy density* dan *power density* yang tinggi secara bersamaan. Untuk memperoleh *energy density* yang tinggi, elektroda kapasitor ion litium harus memiliki luas permukaan yang besar, serta memiliki mikropori dan mesopori [7]. Bahan elektroda yang dapat memberikan luas permukaan yang besar serta pori berukuran meso dan mikro yaitu karbon aktif [8, 9]. Salah satu bahan baku yang dapat digunakan untuk memproduksi karbon aktif yaitu limbah akar wangi.

Limbah akar wangi berasal dari proses penyulingan akar wangi. Akar wangi merupakan tanaman yang biasa dijadikan minyak astiri. Tanaman ini akan melewati penyulingan untuk memproduksi minyak tersebut. Minyak akar wangi yang terkandung dalam tanaman akar wangi hanya sebesar 1 – 1,5% [10].



Gambar 1.2 Produksi Minyak Akar Wangi di Dunia Tahun 2010

Pada tahun 2010, tercatat jika Indonesia menghasilkan minyak akar wangi sebanyak 80 ton/ tahun. Indonesia menjadi negara dengan produksi minyak akar wangi terbanyak kedua di dunia [11]. Produksi minyak akar wangi di Indonesia sendiri paling banyak ada di daerah Garut dengan hasil produksi minyak akar wangi sebesar 72 ton pertahun yang disajikan pada Tabel 1.1. Besarnya produksi minyak akar wangi akan meninggalkan limbah akar wangi yang sangat banyak. Biasanya limbah akar wangi dibuang atau dibakar [12].

Tabel 1.1 Produksi Minyak Akar Wangi di Garut Tahun 2017 [13]

| Kecamatan | Ton |
|------------|------|
| Cilawu | 7,2 |
| Bayongbong | 6,3 |
| Samarang | 22,5 |
| Pasirwangi | 13,5 |
| Leles | 22,5 |
| Jumlah | 72 |

Karbon aktif dikenal dengan luas permukaan yang besar sehingga sering digunakan sebagai bahan elektroda positif superkapasitor [8]. Karbon aktif terbentuk setelah dilakukan sintesis karbon aktif, yang meliputi karbonisasi dan aktivasi [14]. Karbonisasi dan aktivasi dilakukan untuk menciptakan porositas pada karbon aktif. Karbon aktif sendiri memiliki banyak kegunaan, diantaranya adalah sebagai penghilang warna dan bau, penghilang logam dan juga penyimpan energi [14].

Karbonisasi hidrotermal memiliki beberapa keunggulan, diantaranya adalah penggunaan suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan pirolisis, tidak terlalu memerlukan *pre-drying* karena air berperan sebagai pelarut dan juga ramah lingkungan [15]. Karbonisasi hidrotermal menggunakan air sebagai pereaksinya, dan menghasilkan produk padat (*hydrochar*) yang tinggi berdasarkan kondisi operasi yang digunakan.

Selama karbonisasi, karbon aktif mulai membentuk struktur pori yang kemudian dikembangkan pada tahap aktivasi. *Activating agent* yang biasa digunakan untuk mengaktivasi karbon aktif adalah KOH, ZnCl₂ dan H₃PO₄ [16]. Tiap *activating agent* akan menghasilkan luas permukaan atau ukuran distribusi pori karbon aktif yang berbeda-beda [17]. Metode aktivasi yang dipilih adalah aktivasi kimia menggunakan *activating agent* H₃PO₄. *Activating agent* H₃PO₄ umumnya menghasilkan karbon aktif dengan ukuran mesopori dan mikropori, serta memberikan luas permukaan yang cukup besar. Mesopori dibutuhkan kapasitor ion litium sebagai saluran difusi ion untuk memperlancar *transport* ion agar memperoleh *energy density* yang tinggi [7], sedangkan luas permukaan yang besar dibutuhkan untuk menghasilkan kapasitansi kapasitor ion litium yang besar karena berfungsi sebagai tempat untuk interkalasi ion litium [6].

Sebelumnya diketahui bahwa Altenor, dkk [18] telah membuat karbon aktif dari tanaman akar wangi dan diperoleh karbon aktif dengan luas permukaan sebesar $1272\text{ m}^2/\text{g}$, dengan volume mesopori yang besar menggunakan *activating agent* H_3PO_4 sehingga untuk mengaktivasi limbah akar wangi, akan digunakan pula *activating agent* yang sama. Selain itu Elmouwahidi, dkk [19] telah melakukan aktivasi menggunakan H_3PO_4 dan KOH. Aktivasi dengan menggunakan H_3PO_4 ternyata menghasilkan superkapasitor dengan kapasitansi retensi yang lebih besar dibandingkan dengan aktivasi KOH. Hal ini disebabkan oleh adanya gugus P yang dihasilkan oleh H_3PO_4 selama aktivasi.

Selain sebagai *activating agent*, H_3PO_4 juga telah diteliti oleh Daorattanachai, dkk sebagai katalis dalam reaksi dehidrasi glukosa. H_3PO_4 mampu meningkatkan hasil perolehan furan pada selulosa dan fruktosa [20]. Komponen furan seperti 5-HMF dan furfural pada karbonisasi hidrotermal merupakan komponen yang akan terpolimerisasi menjadi *hydrochar*, sehingga pada penelitian ini akan ditambahkan H_3PO_4 saat proses karbonisasi hidrotermal untuk melihat hasil perolehan *hydrochar* dan karakteristik yang diperoleh pada karbon aktif.

1.2 Tema Sentral Masalah

Sintesis karbon aktif dari biomassa limbah akar wangi dengan penambahan H_3PO_4 pada karbonisasi hidrotermal dan aktivasi kimia pada variasi suhu aktivasi. H_3PO_4 berfungsi sebagai katalis pada karbonisasi hidrotermal, *activating agent* pada aktivasi kimia, dan ingin dijajagi sebagai *P-doping*. Karbon aktif yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan FTIR, SEM-EDX, XRD dan BET.

1.3 Identifikasi Masalah

1. Bagaimana pengaruh penambahan H_3PO_4 sebelum tahap karbonisasi hidrotermal terhadap hasil perolehan dan karakteristik (morfologi, luas permukaan, ukuran distribusi pori dan gugus fungsi) *hydrochar* yang dihasilkan?
2. Bagaimana pengaruh suhu aktivasi terhadap karakteristik (morfologi, luas permukaan, ukuran distribusi pori dan gugus fungsi) karbon aktif yang dihasilkan?

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh penambahan H_3PO_4 sebelum tahap karbonisasi hidrotermal terhadap hasil perolehan dan karakteristik (morfologi, luas permukaan, ukuran distribusi pori dan gugus fungsi) *hydrochar* yang dihasilkan.

2. Mengetahui pengaruh suhu aktivasi terhadap karakteristik (morfologi, luas permukaan, ukuran distribusi pori dan gugus fungsi) karbon aktif yang dihasilkan.

1.5 Premis

Beberapa penelitian yang telah dilakukan dan berkaitan dengan penelitian ini disajikan pada Tabel 1.2. Dari Tabel 1.2, diperoleh data sebagai berikut:

1. Suhu karbonisasi hidrotermal yang digunakan 200°C [21, 22].
2. Aktivasi kimia menggunakan H_3PO_4 dilakukan pada suhu 600°C [18, 23, 24].
3. Aktivasi paling optimal terjadi pada suhu 800°C [25].
4. H_3PO_4 ditambahkan pada saat karbonisasi hidrotermal dan aktivasi kimia [26].
5. Rasio H_3PO_4 terhadap biomassa yang digunakan yaitu 1:4 [27].
6. Pada aktivasi kimia, rasio H_3PO_4 85% terhadap massa *hydrochar* 4:1 [19, 23, 28].
7. Laju nitrogen yang digunakan untuk aktivasi kimia adalah 100 mL/menit [28, 29].
8. Karbon aktif dibilas menggunakan air distilasi [24, 28].

1.6 Hipotesis

1. Penambahan H_3PO_4 sebelum karbonisasi hidrotermal menghasilkan *yield* karbon aktif yang lebih tinggi, menghasilkan morfologi yang lebih berpori, dan luas permukaan serta volume pori yang lebih besar.
2. Semakin tinggi suhu aktivasi, maka luas permukaan dan ukuran distribusi pori karbon aktif akan semakin kecil.

1.7 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat, diantaranya :

1. Bagi peneliti

Membantu memberikan pengetahuan kepada peneliti mengenai potensi karbon aktif yang diperoleh dari limbah akar wangi dengan karbonisasi hidrotermal dan aktivasi menggunakan H_3PO_4 .

2. Bagi industri

Dapat menghasilkan kapasitor ion litium dari karbon aktif berbahan baku limbah akar wangi sebagai alternatif bahan elektroda.

3. Bagi pemerintah

Membantu pemerintah dalam menanggulangi limbah akar wangi.

Tabel 1.2 Premis

| Penulis | Bahan Baku | Pre-treatment | Karbonisasi | Aktivasi | Post-treatment | Hasil |
|---------|--------------|---|---|---|--|--|
| [18] | Akar wangi | Oven : T=800°C, t=48 jam Penghancuran dan pengayakan hingga 0,4-1mm | Aktivasi Fisika : <i>Furnace</i> T=800°C, t=1 jam Laju pemanasan 10°C /menit Aktivasi Kimia (setelah aktivasi) : T=600°C, T=1 jam | Aktivasi Fisika : <i>Steam</i> T=800°C, t=8 jam Laju pemanasan 10°C/menit Aktivasi Kimia : Impregnasi H ₃ PO ₄ rasio H ₃ PO ₄ : sampel 0,5:1, 1:1 dan 1,5:1 Oven T=110°C, t=4 jam. | Pendinginan hingga suhu ruang. Pembilasan dan pengeringan dengan oven T=110°C | <i>Yield</i> aktivasi kimia > 3,7 kali dari aktivasi fisika. Proses yang paling optimal terjadi pada rasio H ₃ PO ₄ : biomassa sebesar 1:1 Nilai S _{BET} = 1272 m ² /g V _{meso} = 0,8 cm ³ /g V _{mikro} = 0,39 cm ³ /g |
| [28] | Kulit nangka | Pembilasan dengan air distilasi hingga bersih Pengeringan T=105°C hingga berat konstan. Penghalusan dengan JANKE&KUNKEL <i>micro hammer mill</i> . Pengeringan dan penyimpanan pada desikator. | (Setelah aktivasi) Reaktor turbular horisontal T=200°C, t=30 menit (semi karbonisasi) Laju nitrogen 100cm ³ /menit STP t=45 menit | Aktivasi kimia : Impregnasi H ₃ PO ₄ 85 wt% pada 20 g sampel, rasio 1:1, 2:1, 3:1, 4:1. Penyimpanan <i>slurry</i> pada desikator t=24 jam. Variasi suhu aktivasi=350, 450, 550°C. | Pengumpulan produk karbon aktif dan pendinginan pada desikator. Pembilasan dengan air distilasi hangat T=70°C hingga pH konstan Pengeringan oven T=110°C, t=24 jam Penyimpanan pada desikator | Proses yang paling optimal terjadi pada suhu 550°C, dengan rasio H ₃ PO ₄ : sampel = 4:1 S _{BET} =1260 m ² /g V _{mikro} =0,471 cm ³ /g V _{meso} =0,262 cm ³ /g V _{total} =0,733 cm ³ /g |
| [19] | Residu olive | | <i>Furnace</i> Impregnasi (Setelah aktivasi) KOH 1 : T1=300°C t=2 jam T2=840°C t=2 jam Laju pemanasan 10°C/menit. | Aktivasi kimia : KOH 1 : Impregnasi sampel dengan KOH dengan rasio 1:1 dan 2:1. | Pencucian karbon aktif dengan 1 M HCl kemudian air distilasi hingga pH netral. | Aktivasi dengan KOH rasio KOH:sampel 2:1 menghasilkan luas area dan kapasitas yang paling besar. Aktivasi dengan H ₃ PO ₄ menghasilkan kapasitas retensi yang paling besar. |

| | | | | | | |
|------|-------------|--|--|---|---|--|
| | | | <p>KOH 2 :</p> <p>T=300°C t=2 jam</p> <p>Laju alir N₂=300cm³/menit.</p> | <p>Pencampuran prekursor dengan larutan KOH hingga kering.</p> <p>KOH 2 :</p> <p>Rasio KOH : sampel = 1:1 dan 2:1</p> <p>T=840°C t=2 jam</p> <p>H₃PO₄ :</p> <p>Impregnasi sampel dengan H₃PO₄</p> <p>Rasio massa sampel:H₃PO₄ 1:4</p> <p><i>Dry slurry</i> dipanaskan dengan aliran N₂</p> <p>T1=300°C t=2 jam</p> <p>T2=700°C t=2 jam</p> | | |
| [22] | Kulit Salak | <p>Delignifikasi :</p> <p>Perendaman sampel dengan 15% KOH, t=24 jam.</p> <p>Filtrasi dan rendam pada 0,1 M HCl t=24 jam.</p> <p>Pembilasan dengan air RO hingga pH 6-7.</p> <p>Pengeringan dengan oven, T=100°C, t=24 jam</p> | <p>Karbonisasi hidrotermal :</p> <p>Reaktor batch</p> <p>P=50 MPa; T=200, 225, 250°C; t=4, 5, 6 jam.</p> <p><i>Hydrochar</i> yang terbentuk didinginkan dengan kipas dan dikeringkan dengan oven</p> <p>T=100°C, t=24 jam.</p> | <p>Aktivasi kimia :</p> <p>Sampel pada T=225°C, t=5 jam diaktivasi.</p> <p>Impregnasi dengan 20 wt% larutan KOH, rasio 4:1, t=24 jam.</p> <p>Filtrasi</p> <p>Pirolysis T=800°C, t=1 jam dengan aliran N₂</p> | <p>Pembilasan dengan 0,1 M HCl kemudian air RO hingga pH air bilasan 6-7.</p> | <p>Proses yang paling optimal terjadi pada suhu 225°C dan dengan waktu tinggal 5 jam tanpa proses delignifikasi.</p> <p>Yield <i>hydrochar</i> = 48,23%</p> <p>Kapasitas <i>hydrochar</i> untuk superkapasitor = 75,44 F/g</p> |
| [23] | Kulit Salak | Pencucian sampel dengan air keran | Pre-karbonisasi (Sebelum aktivasi) <i>Furnace</i> , T=400°C; t=1jam | Perendaman 20%-b H ₃ PO ₄ , char:H ₃ PO ₄ 1:4 | Pencucian dengan akuades dan sedikit | Semakin banyak jumlah H ₃ PO ₄ yang digunakan, |

| | | | | | | |
|------|---------------------------|--|--|---|---|---|
| | | Pengeringan, oven T=110°C; t=24 jam Pengayakan -100+200 mesh | (Setelah aktivasi) Karbonisasi <i>Furnace</i> , aliran gas inert N ₂ , T=600°C; t=1 jam | Labu erlenmeyer, waterbath shaker T=27°C; t=20 jam. Pengeringan, oven T=110°C; t=24 jam. | NaOH hingga pH netral. Pengeringan T=110°C; t=24 jam. | semakin banyak jumlah pori yang terbentuk sehingga ukuran diameter kecil. Luas permukaan yang dihasilkan = 691.59 m ² /g, voulmer pori = 0.42 cm ³ / gr, diameter pori = 23.92 amstrong. |
| [29] | Biji Anggur | Pengeringan | Karbonisasi hidrotermal : Reaktor 100 mL 20 gram sampel kering dan rasio air 10-60wt%. T=180-300°C; t=16 jam. Filtrasi, pencucian dengan air distilasi, pengeringan dengan oven T=105°C; t=24 jam. | Aktivasi kimia : Rasio activating agent : <i>hydrochar</i> 4:1, 3:1, 2:1. Aktivasi pada aliran N ₂ 100NmL/minit. H ₃ PO ₄ Campuran dibiarkan pada T=60°C semalamam. T=500°C; t=2 jam KOH dan FeCl ₃ T=750°C, t=1 jam | Pendinginan dibawah aliran N ₂ Pencucian dengan HCl atau NaOH 0,1 M hingga pH netral Pembilsan dengan air distilasi Pengeringan T=105°C semalamam. | Kondisi paling optimum pada suhu karbonisasi hidrotermal 220°C, untuk KOH yaitu pada rasio 3:1, S _{BET} =2194m ² /g Vmikro=0,98cm ³ /g Vmeso=0,05cm ³ /g H ₃ PO ₄ dengan rasio massa H ₃ PO ₄ : <i>hydrochar</i> 2:1 S _{BET} =654m ² /g Vmikro=0,19cm ³ /g Vmeso=0,23cm ³ /g FeCl ₂ dengan rasio 3:1 S _{BET} =417m ² /g Vmikro=0,17cm ³ /g Vmeso=0,02cm ³ /g |
| [24] | Biomassa <i>hydrochar</i> | | | Aktivasi Fisika CO ₂ 5 gram <i>hydrochar</i> diaktivasi dibawah aliran CO ₂ , rekator | Karbon aktif dari H ₃ PO ₄ dibilas dengan air distilasi panas hingga pH netral. | Proses paling optimal pada aktivasi kimia. S _{BET} =1073m ² /g Vtotal=0,978cm ³ /g Vmikro=0,101cm ³ /g |

| | | | | | | |
|------|--------------------|---|---|---|---|---|
| | | | | vertikal, 10°C/menit, T=800°C, t=0-2 jam Aktivasi Kimia 2 gram <i>hydrochar</i> diimpregnasi dengan 8 mL H ₃ PO ₄ 85% semalamam, suhu ruang. Pengeringan T=100°C, t=2jam. Aktivasi dibawah aliran N ₂ , T=600°C, t=1 jam. | Pengeringan T=100°C. | |
| [25] | Sukrosa | | Karbonisasi hidrotermal : 23,94 gram sampel dilarutkan dengan 350 mL air deionisasi. Karbonisasi di reaktor PTFE T=200°C; t=4 jam. Pembilasan dan pengeringan, T=80°C. <i>Hydrochar</i> di beri perlakuan panas T=400, 600, 800°C. Dengan cara yang sama, ditambahkan 0,25 g ((NH ₄) ₂ SO ₄ sebagai N-doping pada saat awal. | Aktivasi kimia : 1 gram <i>hydrochar</i> ditambah 4 mL H ₃ PO ₄ 85%. Di aktivasi T=400, 600, 800°C. | | Proses paling optimal pada aktivasi menggunakan H ₃ PO ₄ tanpa N-doping dengan T=800°C. S _{BET} =2275m ² /g. Kapasitansi pada 10 cycle =306,6 F/g. |
| [26] | <i>Rose branch</i> | Pengecilan (< 1cm) dan pengeringan sampel | Karbonisasi hidrotermal : 50 gram sampel dan 500 mL asam fosfat dengan fraksi massa berbeda (0-9%) dicampurkan dalam <i>sealed reactor</i> . T=180-270°C; t=2-8 jam Pirolisis | Aktivasi kimia :: H ₃ PO ₄ Rasio H ₃ PO ₄ :sampel = 3:1 (w/w) Pengeringan <i>slurry</i> , T=110°C; t=2 jam Aktivasi dibawah aliran N ₂ , T=450°C; t=1 jam; laju pemanasan 5°C/menit | Pembilasan dengan 0,1 M HCl, dan dibilas hingga netral dengan air deionisasi. | Kondisi paling optimum pada proses karbonisasi hidrotermal dengan penambahan H ₃ PO ₄ 9%, T=210°C, t=2 jam. S _{BET} =1803m ² /g Kapasitansi pada larutan 1M Na ₂ SO ₄ =178 F/g pada 0,2 A/g |

| | | | | | | |
|------|---|--|---|--|--|--|
| | | | Karbonisasi, aliran N ₂ =50 mL.menit; t=2 jam | | | |
| [27] | Limbah buah <i>Casuarina equisetifolia</i> | | <p>Pirolisis 1 tahap :</p> <p>Impregnasi sampel dengan variasi agen pengaktivasi (H₃PO₄, KOH, dan ZnCl₂)</p> <p>Rasio impregnasi agen pengaktivasi:sampel = 1:4, semalamam</p> <p>Karbonisasi T=600°C; t=1jam</p> <p>Pirolisis 2 tahap :</p> <p>Pre-karbonisasi T=300°C; t=1 jam</p> | <p>Pirolisis 2 tahap :</p> <p>Impregnasi dengan 10% agen pengaktivasi, semalamam.</p> <p>Pengeringan, T=110°C; t=5 jam.</p> <p>Aktivasi, T=700°C; t=1 jam.</p> | <p>Pendinginan suhu ruang, pembilasan dengan 2% HCl; t=2 jam.</p> <p>Pembilasan dengan air deionisasi panas hingga pH netral.</p> <p>Pengeringan, T=110°C; t=24 jam.</p> | |