

**SINTESIS MATERIAL KARBON NANO DARI  
MIKROALGA DENGAN KARBONISASI  
HIDROTERMAL DAN PIROLISIS  
MENGUNAKAN AKTIVATOR H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>–KOH  
DAN KATALIS *FERROCENE***

**Laporan Penelitian**

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

Oleh :

**Eugene Michelle Vyanda**

(6141801066)

Pembimbing :

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

**Dr. Angela Justina Kumalaputri, S.T., M.T.**



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

**2022**

**SYNTHESIS OF CARBON NANOMATERIAL FORM  
MICROALGAE BY HYDROTHERMAL  
CARBONIZATION AND PYROLYSIS USING  
H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>–KOH ACTIVATOR AND FERROCENE  
CATALYST**

**Research Report**

Compiled to fulfill the final project in order to achieve  
A bachelor's degree in Chemical Engineering

by :

**Eugene Michelle Vyanda**

(6141801066)

Lecturer :

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

**Dr. Angela Justina Kumalaputri, S.T., M.T.**



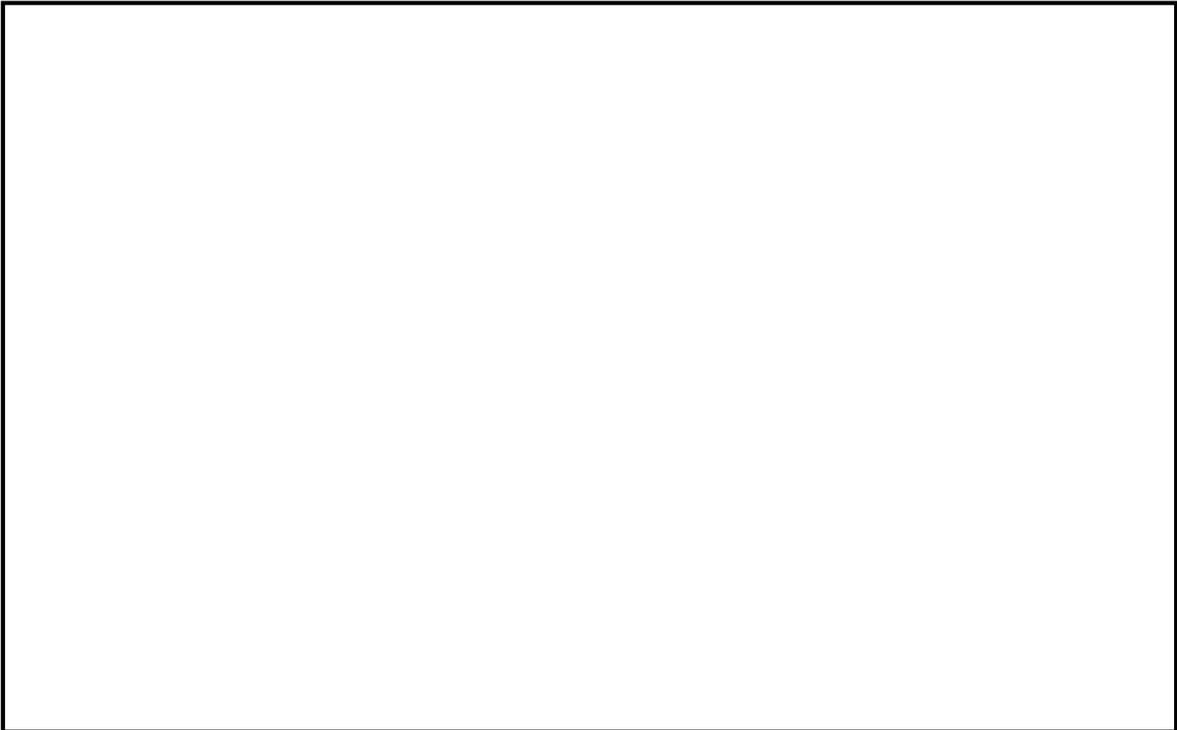
**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
PARAHYANGAN CATHOLIC UNIVERSITY**

**2022**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**JUDUL : SINTESIS MATERIAL KARBON NANO DARI MIKROALGA  
DENGAN KARBONISASI HIDROTERMAL DAN PIROLISIS  
MENGUNAKAN AKTIVATOR H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-KOH DAN KATALIS  
*FERROCENE***

**CATATAN :**



Telah diperiksa dan disetujui,

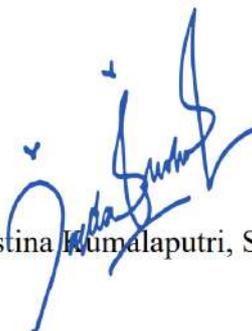
Bandung, 14 Februari 2022

Pembimbing 1



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

Pembimbing 2



Dr. Angela Justina Kumalapatri, 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 : Eugene Michelle Vyanda

NPM : 6141801066

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul :

**SINTESIS MATERIAL KARBON NANO DARI MIKROALGA  
DENGAN KARBONISASI HIDROTERMAL DAN PIROLISIS  
MENGUNAKAN AKTIVATOR  $H_3PO_4$ -KOH DAN KATALIS *FERROCENE***

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, 14 Februari 2022



Eugene Michelle Vyanda  
(6141801066)

## LEMBAR REVISI

**JUDUL : SINTESIS MATERIAL KARBON NANO DARI MIKROALGA  
DENGAN KARBONISASI HIDROTERMAL DAN PIROLISIS  
MENGUNAKAN AKTIVATOR H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-KOH DAN KATALIS  
FERROCENE**

**CATATAN :**

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 14 Februari 2022

Penguji 1



Ratna Frida Susanti, S.T., M.T.

Penguji 2



Anastasia P. Kristijarti, S.Si., M.T.

## INTISARI

Karbon nano merupakan material yang sangat berpotensi untuk masa depan. Beberapa struktur karbon nano diantaranya *graphene layer*, *Carbon Nanofiber* (CNF), *Carbon Nanosphere* (CNS), dan *Carbon Nanotube* (CNT). CNT memiliki berbagai keunggulan dibandingkan material lain seperti memiliki kekuatan tarik yang sangat besar, elastisitas yang tinggi, konduktivitas elektrik yang tinggi (1000 kali lebih besar daripada logam seperti tembaga dan perak), dan konduktivitas panas yang baik. Sifat-sifat unik ini membuat CNT dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi. Namun demikian, hingga saat ini CNT masih sulit untuk diproduksi dalam jumlah yang besar, biaya yang murah, dan ramah lingkungan. Maka dari itu, menggunakan biomassa sebagai bahan baku pembuatan CNT dapat menjadi salah satu alternatif yang perlu dilakukan. Salah satu biomassa yang mudah diperoleh adalah kekayaan laut mengingat Indonesia merupakan negara dengan garis pantai terpanjang kedua di dunia. Mikroalga merupakan salah satu biomassa di laut yang memiliki kandungan karbon cukup tinggi. Maka dari itu, pada penelitian ini akan digunakan *Chlorella sp.* yang memiliki kandungan karbon sebesar 44,53 % b/b sebagai bahan baku pembuatan CNT.

Penelitian ini terdiri dari dua tahap, yaitu sintesis karbon aktif dan sintesis CNT. Sintesis karbon aktif dilakukan dengan dua metode, yaitu dengan dua tahap pirolisis dan dengan karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan pirolisis. Pada sintesis karbon aktif yang menggunakan metode dua tahap pirolisis, digunakan  $H_3PO_4$  sebagai aktivator tahap pertama dan KOH sebagai aktivator tahap kedua. Sementara pada sintesis karbon aktif menggunakan metode karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan pirolisis,  $H_3PO_4$  dan KOH digunakan secara terpisah. Karbon aktif yang terbentuk kemudian diproses untuk menyintesis CNT. CNT disintesis dengan bantuan katalis *ferrocene*.

Dari keempat metode yang dilakukan, metode tiga tahap pirolisis menghasilkan perolehan massa karbon nano terhadap mikroalga dan terhadap karbon aktif yang paling tinggi daripada metode yang lain yaitu berturut-turut 16,08 dan 88,18 %. Berdasarkan analisis SEM, keempat metode yang digunakan tidak dapat menghasilkan CNT. Hanya terbentuk CNS pada metode karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan aktivasi kimia dan pirolisis. CNS yang dihasilkan membentuk suatu aglomerasi dan memiliki diameter rata-rata 60 nm. Sementara itu, penggunaan aktivator  $H_3PO_4$  menghasilkan perolehan massa karbon aktif dan karbon nano yang lebih tinggi dari aktivator KOH, namun menghasilkan CNS dengan morfologi yang kurang sempurna daripada penggunaan aktivator KOH. Berdasarkan analisis XRD, keempat sampel yang diperoleh cenderung memiliki struktur amorf yang lebih dominan daripada struktur kristalin. Persen kristalinitas sampel CNT-R1, CNT-R2, CNT-R3 secara berurutan yaitu 19,76; 18,67; 21,32; dan 20,95 %.

Kata kunci: *Chlorella sp.*, hidrotermal, karbon nano, katalis *ferrocene*, pirolisis.

## ABSTRACT

Carbon nano is a material with great potential for the future. Some of the carbon nanostructures include graphene layer, Carbon Nanofiber (CNF), Carbon Nanosphere (CNS), and Carbon Nanotube (CNT). CNT has various advantages over other materials such as having very large tensile strength, high elasticity, high electrical conductivity (1000 times greater than metals such as copper and silver), and good thermal conductivity. These unique properties make CNTs usable in a wide variety of applications. However, until now CNT is still difficult to produce in large quantities, low cost, and environmentally friendly. Therefore, using biomass as raw material for making CNT can be an alternative that needs to be done. One of the easily obtained biomass is marine wealth considering that Indonesia is a country with the second longest coastline in the world. Microalgae is one of the marine biomass that has a high enough carbon content. Therefore, in this study, *Chlorella* sp. which has a carbon content of 44.53 % w/w as raw material for making CNT.

This research consisted of two stages, namely activated carbon synthesis and CNT synthesis. Synthesis of activated carbon was carried out by two methods, namely by two stages of pyrolysis and by hydrothermal carbonization followed by pyrolysis. In the synthesis of activated carbon using the two-stage pyrolysis method,  $H_3PO_4$  was used as the first stage activator and KOH as the second stage activator. Meanwhile, in the activated carbon synthesis using the hydrothermal carbonization method followed by pyrolysis,  $H_3PO_4$  and KOH were used separately. The activated carbon formed is then processed to synthesize CNT. The CNT was synthesized with the help of a ferrocene catalyst.

Between the four methods carried out, the three-step pyrolysis method resulted in the highest mass gain of nano carbon against microalgae, and activated carbon compared to other methods, namely 16.08 and 88.18 %, respectively. Based on SEM analysis, the four methods used cannot produce CNTs. Only CNS was formed in the hydrothermal carbonization method followed by chemical activation and pyrolysis. The resulting CNS formed an agglomeration and had an average diameter of 60 nm. Meanwhile, the use of  $H_3PO_4$  activator resulted in a higher mass gain of activated carbon and carbon nano than KOH activator, but produced CNS with less perfect morphology than the use of KOH activator. Based on XRD analysis, the four samples obtained tend to have amorphous structures that are more dominant than crystalline structures. The percentage of crystalline of CNT-R1, CNT-R2, and CNT-R3 samples respectively was 19.76; 18.67; 21.32; and 20.95 %.

**Keywords:** *Chlorella* sp., hydrothermal, carbon nano, ferrocene catalyst, pyrolysis.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian dengan judul “Sintesis Material Karbon Nano dari Mikroalga dengan Karbonisasi Hidrotermal dan Pirolisis Menggunakan Aktivator  $H_3PO_4$ –KOH dan Katalis *Ferrocene*” ini tepat pada waktunya. Penulisan laporan penelitian ini disusun untuk memenuhi salah satu tugas akhir guna mencapai gelar sarjana Strata-1 Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan, Bandung.

Dalam penyusunan laporan penelitian ini, penulis mendapat berbagai bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Bapak Arenst Andreas Arie, S.T., S.Si., M.Sc., Ph.D. dan Ibu Dr. Angela Justina Kumalaputri, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan saran selama proses penyusunan laporan penelitian ini.
2. Orangtua serta keluarga atas doa dan dukungan yang diberikan kepada penulis.
3. Teman-teman yang telah memberikan dukungan dan masukan kepada penulis selama proses penulisan laporan penelitian ini.
4. Semua pihak lain yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu yang telah memberikan kontrobusi dalam penyusunan laporan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan segala bentuk kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak. Akhir kata, semoga laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi para pembaca.

Bandung, 14 Februari 2022



Penulis

## DAFTAR ISI

SURAT PERNYATAAN .....	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI .....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL .....	x
INTISARI.....	xi
ABSTRACT.....	xii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tema Sentral Masalah .....	5
1.3 Identifikasi Masalah.....	5
1.4 Premis .....	6
1.5 Hipotesis .....	6
1.6 Tujuan Penelitian .....	6
1.7 Manfaat Penelitian .....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	12
2.1 Mikroalga.....	12
2.1.1 Klasifikasi Mikroalga.....	12
2.2 Karbon Aktif.....	17
2.3 <i>Carbon Nanotube</i> (CNT).....	18
2.3.1 Jenis <i>Carbon Nanotube</i> .....	19
2.3.1.1 <i>Single Walled Nanotube</i> (SWNT) .....	19
2.3.1.2 <i>Multi Walled Nanotube</i> (MWNT) .....	21
2.3.1.3 Perbandingan SWNT dan MWNT .....	22
2.3.2 Sifat <i>Carbon Nanotube</i> .....	23
2.3.3 Aplikasi <i>Carbon Nanotube</i> .....	24
2.3.3.1 Penyimpan Energi .....	24
2.3.3.2. Peralatan Elektronik .....	25
2.3.3.3 Aplikasi Medis.....	25
2.3.3.4 Aktivitas Fotokatalis.....	26

2.3.3.5 Sel Surya.....	26
2.4 Katalis .....	26
2.5 Karbonisasi .....	29
2.5.2 Hidrotermal .....	30
2.6 Aktivasi.....	31
2.6.1 Aktivasi Fisika.....	32
2.6.2 Aktivasi Kimia .....	32
2.6.2.1 Aktivasi Kimia dengan KOH .....	33
2.6.2.2 Aktivasi Kimia dengan H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .....	34
2.6.2.3 Aktivasi Kimia dengan ZnCl <sub>2</sub> .....	34
2.7 Metode Sintesis <i>Carbon Nanotube</i> .....	35
2.7.1 Metode <i>Arc Discharge</i> .....	35
2.7.2 Metode <i>Laser Ablation</i> .....	36
2.7.3 Metode <i>Chemical Vapour Deposition (CVD)</i> .....	36
2.7.4 <i>Nebulized Spray Pyrolysis</i> .....	37
2.8 Metode Karakterisasi .....	37
2.8.1 <i>Brunauer, Emmett, dan Teller (BET)</i> .....	37
2.8.2 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	39
2.8.3 Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> dan <i>Transmission Electron Microscope (TEM)</i> .....	40
2.8.4 Karakterisasi Spektroskopi Raman .....	41
2.9 Studi Sintesis CNT yang Telah Dilakukan .....	42
2.9.1 Penelitian oleh Osman dkk. (2019).....	42
2.9.2 Penelitian oleh Wahyuni dan Setyani (2017).....	43
2.9.3 Penelitian oleh Korobochkin dkk. (2016) .....	43
2.9.4 Penelitian oleh Sutanti dan Handayani (2013).....	44
2.9.5 Penelitian oleh Atyaforza dan Yusufina (2011).....	45
<b>BAB III BAHAN DAN METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>47</b>
3.1 Sintesis <i>Carbon Nanotube</i> .....	47
3.2 Tahap Karakterisasi .....	47
3.3 Alat dan Bahan.....	48
3.3.1 Alat.....	48
3.3.2 Bahan.....	50

3.4 Matriks Penelitian .....	50
3.5 Prosedur Penelitian .....	51
3.6 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian .....	56
BAB IV PEMBAHASAN .....	58
4.1 Variasi Variabel Penelitian .....	58
4.2 <i>Hydrochar</i> .....	58
4.3 Karbon Aktif .....	60
4.4 Karbon Nano .....	62
4.5 Karakterisasi XRD Karbon Nano .....	65
4.6 Karakterisasi SEM-EDS Karbon Nano .....	69
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	74
5.1 Kesimpulan .....	74
5.2 Saran .....	74
DAFTAR PUSTAKA .....	76
LAMPIRAN A <i>MATERIAL SAFETY DATA SHEET</i> (MSDS) .....	87
LAMPIRAN B CONTOH PERHITUNGAN .....	96

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 1.1</b> Data statistik permintaan CNT di dunia .....	2
<b>Gambar 2.1</b> <i>Chlorella sp.</i> .....	13
<b>Gambar 2.2</b> <i>Vaucheria sp.</i> .....	14
<b>Gambar 2.3</b> <i>Peridium sp.</i> .....	15
<b>Gambar 2.4</b> <i>Euglena sp.</i> .....	16
<b>Gambar 2.5</b> <i>Cyanophyta</i> .....	16
<b>Gambar 2.6</b> Struktur pori karbon aktif .....	18
<b>Gambar 2.7</b> <i>Carbon nanotube cylindrical structure</i> .....	19
<b>Gambar 2.8</b> Struktur SWNT (a) <i>armchair</i> (b) <i>zigzag</i> (c) <i>chiral</i> .....	20
<b>Gambar 2.9</b> Struktur SWNT secara vektor .....	20
<b>Gambar 2.10</b> <i>Multi walled nanotubes</i> .....	21
<b>Gambar 2.11</b> Struktur molekul <i>ferrocene</i> .....	28
<b>Gambar 2.12</b> Mekanisme pertumbuhan CNT: (a) <i>tip growth</i> dan (b) <i>base growth</i> .....	29
<b>Gambar 2.13</b> Tipe kurva adsorpsi isoterm .....	39
<b>Gambar 2.14</b> Prinsip kerja <i>X-Ray diffraction</i> .....	40
<b>Gambar 3.1</b> Oven .....	49
<b>Gambar 3.2</b> <i>Tubular furnace</i> .....	49
<b>Gambar 3.3</b> <i>Teflon lined hydrothermal autoclave reactor</i> .....	49
<b>Gambar 3.4</b> Diagram alir sintesis CNT untuk run pertama dan kedua .....	52
<b>Gambar 3.5</b> Diagram alir aktivasi kimia dengan $H_3PO_4$ untuk run kedua dan ketiga .....	53
<b>Gambar 3.6</b> Diagram alir aktivasi kimia dengan KOH untuk run kedua dan keempat .....	54
<b>Gambar 3.7</b> Diagram alir karbonisasi hidrotermal untuk run ketiga dan keempat .....	55
<b>Gambar 3.8</b> Diagram alir sintesis CNT untuk run ketiga dan keempat .....	56
<b>Gambar 4.1</b> Hasil karbon aktif.....	60
<b>Gambar 4.2</b> Hasil karbon nano .....	63
<b>Gambar 4.3</b> Grafik XRD karbon nano pada berbagai variasi .....	65
<b>Gambar 4.4</b> Perbedaan struktur amorf dan kristalin pada grafik XRD.....	66
<b>Gambar 4.5</b> Grafik XRD CNT .....	67
<b>Gambar 4.6</b> Hasil analisis SEM pada berbagai variasi .....	69

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 1.1</b> Harga CNT berdasarkan jenisnya .....	2
<b>Tabel 1.2</b> Variasi variabel penelitian terhadap karbon aktif yang dihasilkan.....	8
<b>Tabel 1.3</b> Variasi variabel penelitian terhadap CNT yang dihasilkan .....	10
<b>Tabel 2.1</b> Perbandingan SWNT dan MWNT .....	22
<b>Tabel 3.1</b> Matriks penelitian .....	51
<b>Tabel 3.2</b> Jadwal kerja penelitian.....	57
<b>Tabel 4.1</b> Keterangan kode sampel.....	58
<b>Tabel 4.2</b> Perolehan massa hydrochar .....	59
<b>Tabel 4.3</b> Variasi metode sintesis karbon aktif.....	60
<b>Tabel 4.4</b> Perolehan massa karbon aktif .....	61
<b>Tabel 4.5</b> Perolehan massa karbon nano.....	64
<b>Tabel 4.6</b> Persentase kristalin dan amorf pada berbagai variasi .....	68
<b>Tabel 4.7</b> Komposisi massa unsur kimia pada berbagai variasi .....	71

# BAB I

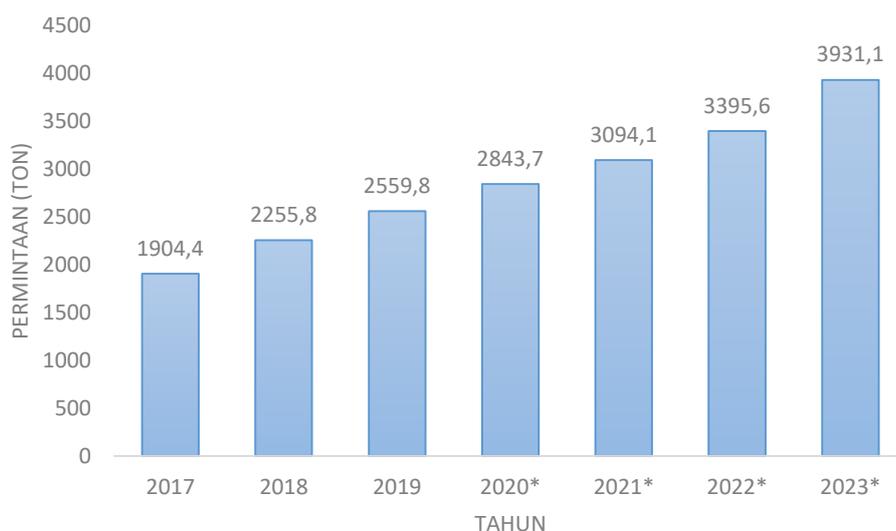
## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sejak ditemukannya *fullerene* oleh Curl dkk. (1985), penelitian dalam bidang nano karbon berkembang dengan sangat pesat. Hal ini dikarenakan penggunaan karbon dalam ukuran nano dapat meningkatkan reaktivitasnya, langsung mencapai target, dan mengurangi jumlah pemakaiannya. Material nano karbon memiliki sifat konduktivitas termal dan konduktivitas listrik yang baik serta kuat dan stabil sehingga dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi seperti sebagai bahan penyimpanan hidrogen, elektroda pada baterai superkapasitor, dan bahan penguat pada komposit (Dresselhaus dkk., 2001). Beberapa struktur nano karbon yang menjadi perhatian para peneliti di antaranya *graphene layer*, *Carbon Nanofiber* (CNF), *Carbon Nanosphere* (CNS), dan *Carbon Nanotube* (CNT).

CNT ditemukan oleh Sumio Iijima dari Jepang pada tahun 1991 (Hill dan Petrucci, 2002). Pada awal ditemukan, CNT merupakan suatu rantai atom karbon yang terikat secara heksagonal (segi enam) satu sama lain. CNT berbentuk silinder tidak pejal dengan rentang panjang dalam  $\mu\text{m}$ -cm dan diameter 1-2 nm serta memiliki satu atau lebih dinding silinder. Saat ini, CNT menjadi suatu komoditas yang cukup menjanjikan. Hal ini dikarenakan CNT memiliki beberapa sifat unggul jika dibandingkan dengan material lain seperti kekuatan tarik yang sangat besar yaitu sekitar 130 GPa (100 kali lebih kuat dari baja), elastisitas tinggi yang mampu meregang hingga 18 %, konduktivitas elektrik yang tinggi yaitu 1 milyar A per  $1\text{ cm}^2$  (1000 kali lebih besar daripada logam seperti tembaga dan perak), dan konduktivitas panas yang baik yaitu mampu mentransmisikan 6000 W/m.K pada temperatur ruangan (pada tembaga hanya 385 W/m.K). Adanya sifat-sifat unik ini membuat karbon *nanotube* menjadi sangat aplikatif.

CNT dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi seperti penyimpanan energi, peralatan elektronik, aplikasi medis, aktivitas fotokatalis, sel surya, hingga bahan pembuat pesawat luar angkasa. Dengan demikian, kebutuhan CNT terus meningkat seiring dengan perkembangan zaman, sehingga diharapkan CNT dapat diproduksi dalam jumlah yang besar. Data permintaan CNT di dunia dari tahun ke tahun dapat dilihat pada Gambar 1.1 berikut.



(\*): Dalam prediksi

**Gambar 1.1** Data statistik permintaan CNT di dunia  
(Yano Research Institute, 2019)

Selain dapat diproduksi dalam jumlah yang besar, CNT juga diharapkan dapat diproduksi dengan biaya yang murah. Hal ini dikarenakan hingga saat ini biaya produksi CNT masih tinggi sehingga harga jualnya pun menjadi cukup mahal. Harga jual CNT berdasarkan jenisnya dapat dilihat pada Tabel 1.1 berikut.

**Tabel 1.1** Harga CNT berdasarkan jenisnya (Ossila, 2021)

Jenis CNT	Harga per mg (£)
<i>Single Walled Carbon Nanotubes (95 %, 20 µm)</i>	600
<i>Multi Walled Carbon Nanotubes (95 %, 40 nm)</i>	100
<i>Double Walled Carbon Nanotubes</i>	400

Metode pembuatan CNT yang umum digunakan yaitu metode *arc discharge*, *laser ablation*, *chemical vapour deposition*, dan *nebulized spray pyrolysis*. Pada metode *arc discharge*, karbon *nanotube* dapat diproduksi dalam skala besar, namun masih dibutuhkan proses pemurnian seperti penyaringan/*filtration*, *centrifugal*, oksidasi, atau *acid treatment* karena katalis logam ikut serta dalam reaksi. Sementara metode *laser ablation* cenderung

menghasilkan produk dengan *yield* yang tinggi (lebih dari 70 % volume) dan pengotornya lebih sedikit daripada metode *arc discharge* karena yang ditutup hanya salah satu ujung *tube* saja sehingga atom logam cenderung untuk menguap (Arepalli, 2004). Namun demikian, metode *arc discharge* dan *laser ablation* membutuhkan biaya produksi yang besar sehingga kurang efektif untuk digunakan dalam skala industri. Maka dari itu, metode *Chemical Vapour Deposition* (CVD) dianggap lebih baik dari metode *laser ablation* dan *arc discharge* karena biaya produksinya murah, mudah untuk di-*scale up*, prosesnya sederhana, diameter CNT dapat dikontrol, dan perolehannya dapat mencapai 100 % b/b (Saifuddin dkk., 2013). Metode CVD ini sangat cocok digunakan untuk proses dengan bahan baku berwujud gas. Namun, sebagian besar bahan baku gas yang dapat digunakan tersebut beracun (seperti karbonil dan hibrida) sehingga tidak ramah lingkungan. Metode CVD ini juga menggunakan peralatan yang cukup kompleks dan mudah bereaksi dengan udara terbuka (Bekarevich dkk., 2017). Sementara pada metode *nebulized spray pyrolysis* yang biasanya digunakan untuk bahan baku yang berwujud cair, prosesnya dapat berlangsung secara kontinu sehingga dapat di-*scale up*, mudah dikendalikan, dan CNT yang dihasilkan mempunyai tingkat kemurnian yang tinggi (dapat mencapai 150 % b/b pada temperatur 650 °C) (Mahalingam dan Karthikeyan, 2010). Namun demikian, karbon prekursor yang dapat digunakan terbatas karena tidak semua karbon prekursor dapat dinebulisasi (Yan dkk., 2015). Maka dari itu diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai proses sintesis CNT sehingga CNT dapat diproduksi dengan menggunakan bahan baku yang aman namun tetap berkualitas, biaya yang relatif murah, dan dapat memenuhi kebutuhan pasar.

Salah satu alternatif yang dapat dilakukan adalah menggunakan sumber karbon dari alam. Hal ini dikarenakan bahan baku dari alam dapat diperbarui dan jumlahnya sangat melimpah sehingga selain mudah diperoleh, sintesis CNT juga dapat dilakukan dengan ramah lingkungan. Indonesia merupakan negara dengan garis pantai terpanjang kedua di dunia, dimana panjangnya mencapai 95,181 km dan luasnya mencapai 5,8 juta km<sup>2</sup>, yang merupakan 71 % dari keseluruhan wilayah Indonesia (Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia, 2019). Maka dari itu, memanfaatkan kekayaan di laut sebagai sumber karbon merupakan solusi yang sangat menarik. Salah satu biomassa di laut yang memiliki kandungan karbon cukup tinggi namun belum banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis CNT adalah mikroalga. Kandungan karbon dalam mikroalga tergolong tinggi, yakni hampir 50 % b/b. Jadi, secara teoritis, sekitar 1,83 kg CO<sub>2</sub> dapat diserap oleh 1 kg biomassa

alga kering (Jiang dkk., 2011). Sebagian besar fitoplankton adalah anggota *chlorophyta* yang efektif dalam fotosintesis karena mempunyai pigmen klorofil (Fauziah dan Laily, 2015).

Salah satu spesies dari filum *chlorophyta* yang merupakan produsen utama di ekosistem perairan ini adalah *Chlorella sp.* Tingkat reproduksi dari *Chlorella sp.* masih terhitung tinggi karena dalam waktu 24 jam, masing-masing selnya dapat berkembang menjadi 10.000 sel. Satu sel induk akan menjadi sel-sel anak yaitu sekitar 4, 8, atau 16 autospora yang kemudian melepaskan diri dari induknya (Kawaroe dkk., 2010). *Chlorella pyrenoidosa* juga mempunyai nilai kandungan karbon yang tinggi, yaitu 44,53 % b/b sehingga menguntungkan dari sisi perolehan karbonnya (Thiruvankadam dkk., 2018). Sementara itu Heilmann dkk. (2010) juga menyatakan bahwa karbonisasi hidrotermal *Chlorella sp.* pada temperatur 200 °C selama 3 jam dapat menghasilkan *char* dengan kandungan karbon sebesar 51 % b/b.

Pemilihan mikroalga sebagai alternatif bahan baku pembuatan CNT juga dapat mengurangi potensi terjadinya *blooming algae* (ledakan populasi alga) di perairan Indonesia yang dapat membawa pengaruh buruk bagi berbagai macam biota laut. Hal ini dikarenakan membludaknya populasi alga di perairan dapat menghalangi masuknya oksigen yang dibutuhkan biota laut di dalamnya. *Blooming algae* juga dapat meningkatkan resiko kematian pada berbagai macam biota laut karena toksin hasil ekskresi alga yang dihasilkan menjadi sangat banyak. Dengan demikian, mikroalga sangat berpotensi untuk menjadi salah satu alternatif bahan baku pembuatan CNT karena selain kandungan karbonnya yang tinggi, pemanfaatan mikroalga ini juga dapat meminimalisir kemungkinan terjadinya *blooming algae* yang mengganggu ekosistem perairan.

Penelitian yang sudah pernah dilakukan sebelumnya yaitu berupa *patent* oleh Haik (2011). Pada penelitian Haik tersebut, membran alga diubah menjadi karbon hitam menggunakan proses pirolisis dengan kenaikan temperatur pemanasan sebesar 10-50 °C/min. Proses CVD kemudian dilakukan secara berulang sehingga diperoleh hasil bahwa pengulangan proses CVD dapat menghasilkan CNT dengan kemurnian yang lebih tinggi yaitu 75-85 %. Sementara proses CVD yang hanya dilakukan sekali hanya menghasilkan CNT dengan kemurnian 70-80 %. Namun demikian, hingga saat ini belum ada penelitian lebih lanjut mengenai sintesis karbon *nanotube* dari bahan baku mikroalga.

Maka dari itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis CNT dari *Chlorella sp.* dengan karbonisasi hidrotermal dan pirolisis. Karbonisasi hidrotermal dipilih karena tidak memerlukan proses pengeringan bahan baku, menghasilkan *yield char* yang paling banyak, dan membutuhkan temperatur proses yang rendah (Libra dkk., 2011). Sementara itu, pirolisis dipilih karena nilai kalor yang dihasilkan tinggi (sekitar 4252,67 kal/g pada temperatur 275 °C) (Saparudin dkk., 2015). Pada penelitian ini, digunakan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan KOH sebagai aktivator. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dipilih karena dapat digunakan dengan berbagai biomassa dan dapat menghasilkan karbon aktif dengan porositas yang berkembang dengan baik (Marsh dan Reinoso, 2006). Sedangkan KOH dipilih karena mampu menghasilkan perolehan yang tinggi, luas permukaan karbon aktif yang besar, pendistribusian mesopori dan mikropori yang merata, dan memerlukan temperatur aktivasi yang rendah (Wang dan Kaskel, 2012).

Pada penelitian ini digunakan *ferrocene* sebagai katalis untuk menyintesis CNT. *Ferrocene* digunakan sebagai katalis karena memiliki kelarutan yang tinggi pada pelarut organik dan memiliki kemampuan logam besi untuk menyintesis material karbon nano dengan diameter yang relatif kecil. Dikarenakan belum adanya penelitian mengenai sintesis CNT dari mikroalga dengan karbonisasi hidrotermal dan pirolisis menggunakan katalis *ferrocene*, maka penelitian ini dilakukan untuk melihat apakah CNT dapat terbentuk dengan metode dan bahan baku tersebut.

## 1.2 Tema Sentral Masalah

Berdasarkan studi literatur, belum ditemukan penelitian serupa mengenai sintesis CNT dari bahan baku mikroalga *Chlorella sp.* dengan karbonisasi hidrotermal dan pirolisis menggunakan katalis *ferrocene*. Maka dari itu, pada penelitian ini akan diamati apakah metode dan bahan baku tersebut dapat digunakan untuk menyintesis CNT, serta pengaruh masing-masing metode terhadap CNT yang terbentuk.

## 1.3 Identifikasi Masalah

1. Apakah CNT dapat disintesis dengan katalis *ferrocene*?
2. Apakah CNT dapat disintesis dengan metode tiga tahap pirolisis?
3. Apakah CNT dapat disintesis dengan metode karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan dua tahap pirolisis?
4. Bagaimana pengaruh aktivator H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan KOH terhadap karakteristik dari CNT yang dihasilkan (*yield*, morfologi, dan kristalinitas)?

#### 1.4 Premis

Beberapa literatur dari studi pustaka yang berkaitan dengan penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 1.2 dan Tabel 1.3.

#### 1.5 Hipotesis

1. CNT dapat disintesis dengan katalis *ferrocene*.
2. CNT dapat disintesis dengan metode tiga tahap pirolisis.
3. CNT dapat disintesis dengan metode karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan dua tahap pirolisis.
4. Aktivator  $H_3PO_4$  dapat menghasilkan CNT dengan *yield* yang lebih besar dan kristalinitas yang lebih tinggi, namun morfologi yang kurang sempurna dibandingkan aktivator KOH.

#### 1.6 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari apakah CNT dapat disintesis dengan katalis *ferrocene*.
2. Mempelajari apakah CNT dapat disintesis dengan metode tiga tahap pirolisis.
3. Mempelajari apakah CNT dapat disintesis dengan metode karbonisasi hidrotermal yang dilanjutkan dengan dua tahap pirolisis.
4. Mempelajari pengaruh aktivator  $H_3PO_4$  dan KOH terhadap karakteristik dari CNT yang dihasilkan (*yield*, morfologi, dan kristalinitas).

#### 1.7 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat dalam berbagai bidang, yaitu:

1. Bagi Negara  
Penelitian ini diharapkan dapat menjadi suatu aspirasi bagi negara untuk meningkatkan devisa negara dengan melakukan ekspor CNT yang berkualitas namun ekonomis.
2. Bagi Industri  
Penelitian ini diharapkan dapat membantu industri dalam mengembangkan CNT dengan menggunakan bahan baku mikroalga *Chlorella sp.* sehingga menghasilkan CNT yang lebih berkualitas namun dengan biaya produksi yang lebih murah dan ramah lingkungan.
3. Bagi Masyarakat

Penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan masyarakat tentang pemanfaatan mikroalga, serta dapat mengurangi jumlah mikroalga *Chlorella sp.* di perairan yang dapat mengganggu ekosistem.

#### 4. Bagi Ilmu Pengetahuan

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan baru mengenai kualitas CNT yang dibuat dari mikroalga *Chlorella sp.* dengan karbonisasi hidrotermal dan pirolisis menggunakan katalis *ferrocene*. Dapat diketahui pula kelebihan dibandingkan dengan pembuatan CNT menggunakan bahan baku dan metode yang sudah pernah dilakukan sebelumnya.

Tabel 1.2 Variasi variabel penelitian terhadap karbon aktif yang dihasilkan

Jenis Bahan Baku	Karakteristik Bahan Baku	Metode Aktivasi	Aktivator-Katalis	Rasio massa Bahan Baku : Aktivator	T Aktivasi (°C)	Durasi Aktivasi (min)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cm <sup>3</sup> /g)	Pustaka
Mikroalga ( <i>Chlorella vulgaris</i> )	- Wujud: Padat - Ukuran: 149 µm	Pirolisis	KOH	1:1	500	30	34,933	46,59		Dan dkk., 2019
Kulit kentang	- Wujud: Padat - Ukuran: < 106 µm	Dua tahap pirolisis	- H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (pirolisis 1) - KOH (pirolisis 2)	- 11,4:11,9 (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) - 1:3,5 (KOH)	500	30	- 676 (pirolisis 1) - 833 (pirolisis 2)		- 0,26 (pirolisis 1) - 0,44 (pirolisis 2)	Osman dkk., 2019
Tanaman miskantus	- Wujud: Padat - Ukuran: 110-300 µm	Dua tahap pirolisis	- H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (pirolisis 1) - KOH (pirolisis 2)	- 11,4:11,87 (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) - 1:3,5 (KOH)	500	30	- 1142 (pirolisis 1) - 1368 (pirolisis 2)	- 2,03 (pirolisis 1) - 4,01 (pirolisis 2)	- 0,70 (pirolisis 1) - 0,92 (pirolisis 2)	Osman dkk., 2020
Kulit salak	- Wujud: Padat - Ukuran: 80 mesh	Pirolisis	KOH	- 1:1 - 1:2 - 1:4	800	60	- 183,24 - 663,779 - 525,598			Wahyuni dan Zefania, 2017
Tandan kosong	- Wujud: Padat - Ukuran: 4-6 mm	Pirolisis	KOH	1:1	600	45	580,47	2,508	0,1	Bakhtiar dkk., 2019

**Tabel 1.2** Variasi variabel penelitian terhadap karbon aktif yang dihasilkan (lanjutan)

kelapa sawit										
Tanaman <i>hemp</i>	- Wujud: Padat	Pirolisis	KOH	1:1	800	60	1505		1,26	Wang dkk., 2016
					- 800		- 310,44		- 0,165	
Mikroalga ( <i>Chlorella sp.</i> )	- Wujud: Padat	Pirolisis	CO <sub>3</sub>	N.D	- 850	30	- 459,99		- 0,248	Chang dkk., 2015
					- 900		- 555,10		- 0,292	
					- 950		- 840,49		- 0,459	
Makroalga laut ( <i>S.longifolium</i> dan <i>H. valentiae</i> )	- Wujud: Padat	Pirolisis	ZnCl <sub>2</sub>	7:3	800	120	- 802 ( <i>S.longifolium</i> ) - 783 ( <i>H. valentiae</i> )	- 3,9 ( <i>S.longifolium</i> ) - 3,6 ( <i>H. valentiae</i> )	- 0,517 ( <i>S.longifolium</i> ) - 0,481 ( <i>H. valentiae</i> )	Aravindhan dkk., 2009
Cangkang kelapa	- Wujud: Padat - Ukuran: 10-20 mesh	Pirolisis	ZnCl <sub>2</sub>	1:2	800	120	1421	2,69	0,98	Jain dkk., 2014
Sekam kopi	- Wujud: Padat	Pirolisis	ZnCl <sub>2</sub>	1:1	550	180	1522	0,90	0,75	Oliveira dkk., 2009
				- 1:1			- 412,686	- 3,300	- 0,163	
Sekam padi	- Wujud: Padat	Pirolisis	ZnCl <sub>2</sub>	- 1:2	700	120	- 453,341	- 2,470	- 0,190	Korobochkin dkk., 2016
	- Ukuran: 1 mm			- 1:3			- 494,323	- 2,428	- 0,208	
				- 1:4			- 922,319	- 2,291	- 0,327	

**Tabel 1.3** Variasi variabel penelitian terhadap CNT yang dihasilkan

Jenis Bahan Baku	Karakteristik Bahan Baku	Material Karbon	Metode Sintesis CNT	Katalis	Rasio Massa Katalis	T Sintesis (°C)	Durasi Sintesis (min)	Yield	Kesimpulan	Pustaka
Kulit kentang	- Wujud: Padat - Ukuran: < 106 $\mu\text{m}$	Karbon aktif	Pirolisis	$\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3$	50 % b/b terhadap karbon aktif	900	60	90,2 % b/b <sup>a</sup>	- Luas permukaan: 52 $\text{m}^2/\text{g}$ - Volume pori: 0,05 $\text{cm}^3/\text{g}$	Osman dkk., 2019
Tanaman miskantus	- Wujud: Padat - Ukuran: 110-300 $\mu\text{m}$	Karbon aktif	Pirolisis	$\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3$	50 % b/b terhadap karbon aktif	900	60	81,5 % b/b <sup>a</sup>	- Luas permukaan: 260 $\text{m}^2/\text{g}$ - Volume pori: 0,17 $\text{cm}^3/\text{g}$ - Diameter pori: 4,78 nm	Osman dkk., 2020
Mikroalga	- Wujud: Padat	-	Pirolisis dilanjutkan CVD	N.D.	N.D.	500	N.D.	- 70-80 % <sup>a</sup> (single operation) - 75-85 % <sup>a</sup> (double operation)	Pengulangan proses CVD dapat meningkatkan kemurnian CNT yang terbentuk.	Haik, 2011
Serbuk kayu	- Wujud: Padat - Jumlah: 10 g - Ukuran: 0,4-0,8 mm	-	Pirolisis dilanjutkan CVD	<i>Ferrocene</i>	10,2 % b/b terhadap total bahan baku	750	N.D.	N.D.	- Struktur karbon: amorf - CNT yang diproduksi memiliki ketebalan yang bervariasi namun tidak lebih dari 50 nm. - Kualitas CNT yang dihasilkan masih cukup baik untuk diaplikasikan dalam industri meskipun memiliki banyak cacat seperti <i>circumference-type</i> , <i>point-type</i> , and <i>groove-type</i> .	Bernd dkk., 2017

**Tabel 1.3** Variasi variabel penelitian terhadap CNT yang dihasilkan (lanjutan)

Etanol	- Wujud: Cair	-	Karbonisasi hidrotermal	<i>Ferrocene</i>	N.D.	1200	N.D.	- Diameter CNT: 10-250 nm.	Nurdiansah dkk., 2020	
								- Panjang CNT: Puluhan mikro.		
								- Semakin tinggi temperatur maka CNT yang terbentuk semakin banyak dan semakin kristalin.		
								- Pada temperatur 120 °C, CNT belum terlihat karena temperatur masih kurang untuk dekomposisi.		
								- Pada temperatur 180 °C, diameter CNT yang terbentuk membesar hingga 10-200 nm karena energi yang diberikan sudah melebihi batas maksimum.		
Asetilen	- Wujud: Gas	-	CVD	- $\text{Co/Al}_2\text{O}_3$	- 3 % b/b terhadap total bahan baku	700	20	N.D.	- Berat CNT: 0,52 g ( $\text{Co/Al}_2\text{O}_3$ ; 3 %); 0,38 g ( $\text{Co/Al}_2\text{O}_3$ ; 3,5 %); 0,8 g ( $\text{Fe/Al}_2\text{O}_3$ ; 3 %); 0,31 g ( $\text{Fe/Al}_2\text{O}_3$ ; 3,5 %).	Sutanti dan Handayani, 2013
				- $\text{Fe/Al}_2\text{O}_3$					- 3,5 % b/b terhadap total bahan baku	
									- Jenis CNT: MWNT.	
									- Konsentrasi komponen aktif katalis berbanding terbalik dengan jumlah CNT dan berbanding lurus dengan diameter CNT yang dihasilkan.	
									- Katalis $\text{Co/Al}_2\text{O}_3$ menghasilkan CNT dengan diameter dan berat produk yang lebih kecil dibandingkan katalis $\text{Fe/Al}_2\text{O}_3$ .	

Keterangan Tabel 1.3:

N.D. = *Not determined*

a = Komposisi karbon dalam produk yang diperoleh