

**SINTESIS NANOTIUB KARBON DARIPADA MINYAK MASAK TERPAKAI
MENGUNAKAN KAEDAH PEMENDAPAN WAP KIMIA TERMA**

NURFALINA BINTI ALIAS

**DISERTASI/TESIS DIKEMUKAKAN BAGI MEMENUHI SYARAT UNTUK
MEMPEROLEHI IJAZAH SARJANA FIZIK BAHAN
(MOD PENYELIDIKAN)**

**FAKULTI SAINS DAN MATEMATIK
UNIVERSITI PENDIDIKAN SULTAN IDRIS**

2015

ABSTRAK

Kajian ini bertujuan mensintesis nanotub karbon (NTK) daripada minyak masak terpakai (MMP) sebagai sumber karbon. Kaedah yang digunakan adalah kaedah pemendapan wap kimia terma. Beberapa sintesis parameter yang dikaji iaitu, mangkin tersemai (monologam, bilogam dan trilogam) menggunakan garam nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat manakala mangkin terapung iaitu ferosena, masa (5 hingga 45 minit) dan suhu sintesis (600 hingga 900 °C). Sampel dianalisis menggunakan mikroskop elektron, analisis tenaga sinar-X, spektroskopi mikro-Raman, analisis termogravimetri dan pemancaran elektron medan (PEM). Dapatan kajian menunjukkan penggunaan mangkin monologam; nikel nitrat heksahidrat dan mangkin bilogam; ferum-nikel nitrat heksahidrat menghasilkan kehabluran dan diameter NTK yang sederhana dengan nilai $I_D/I_G \sim 0.71$ dan diameter tiub $\sim 31-55$ nm. Manakala, sintesis NTK dengan menggunakan mangkin trilogam ferum-nikel-kobalt (II) nitrat heksahidrat menghasilkan diameter NTK yang kecil ($\sim 29-43$ nm) dengan tahap kehabluran yang lebih rendah ($I_D/I_G \sim 0.72$). Sintesis NTK menggunakan mangkin ferosena dengan kepekatan berat larutan 4 %brt telah menghasilkan diameter NTK di sekitar 34-44 nm dengan tahap kehabluran yang lebih rendah ($I_D/I_G \sim 0.75$) berbanding NTK yang dihasilkan daripada mangkin tersemai. Sifat PEM menunjukkan bahawa sampel NTK yang dihasil menggunakan mangkin ferosena dalam persekitaran gas nitrogen memberikan nilai medan mula pancar dan ambang yang lebih rendah iaitu 2.80 dan 3.39 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Penghasilan nilai medan mula pancar dan ambang yang rendah adalah disebabkan kepadatan sampel dan tahap kehabluran yang rendah, di mana bahagian cacat bertindak sebagai tapak elektron keutamaan untuk meningkatkan arus pemancaran medan. Kesimpulannya, NTK yang dihasil menggunakan mangkin terapung adalah sesuai digunakan dalam peranti pemancaran medan berbanding dengan NTK yang dihasil menggunakan mangkin tersemai. Implikasi daripada kajian ini adalah ianya menawarkan sumber alternatif yang mesra alam dan ekonomi bagi penghasilan NTK untuk aplikasi peranti elektronik.

SYNTHESIS OF CARBON NANOTUBES FROM WASTE COOKING PALM OIL USING THERMAL CHEMICAL VAPOR DEPOSITION METHOD

ABSTRACT

This study aimed to synthesize carbon nanotubes (CNTs) from waste cooking palm oil (WCPO) as a carbon source. The method used was thermal chemical vapor deposition method. Several synthesis parameters were studied which were seeded catalysts (monometallic, bimetallic and trimetallic) using nickel nitrate hexahydrate, iron nitrate hexahydrate and cobalt (II) hexahydrate while floated catalyst was ferrocene, synthesis times (5 to 45 minutes) and temperatures (600 to 900 °C). The samples were analyzed using electron microscopy, X-ray diffraction, micro-Raman spectroscopy, thermogravimetric analysis and field electron emission (FEE). The results showed that the use of monometallic catalyst; nickel nitrate hexahydrate and bimetallic catalyst; iron-nickel nitrate hexahydrate produced moderate crystallinity and diameter of CNTs with $I_D/I_G \sim 0.71$ and diameter ~ 31 -55 nm. Meanwhile, the synthesis of CNTs using iron-nickel-cobalt (II) nitrate hexahydrate trimetallic catalyst resulted in smaller diameter of CNTs (~ 29 -43 nm) with lower crystallinity (I_D/I_G of ~ 0.72). The synthesis of CNTs using 4 wt% of ferrocene has produced CNTs with diameter of 34-44 nm and lower crystallinity ($I_D/I_G \sim 0.75$) compared to the CNTs produced using the seeded catalysts. FEE properties showed that CNTs synthesized using ferrocene in nitrogen atmosphere gave lower turn on and threshold fields of 2.80 and 3.39 V/m at 1 and 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Lower turn on and threshold fields produced were due to the lower density and crystallinity of CNTs, where the defects acted as the preferential emission sites to improve the field emission current. As a conclusion, CNTs produced using the floated catalyst was suitable to be used in field emission devices compared to CNTs produced using the seeded catalyst. Implication of this study is that it offers an environmentally friendly and economical alternative source for the production of CNTs for electronic device applications.

KANDUNGAN

Muka Surat

	PENGHARGAAN	iii
	ABSTRAK	iv
	ABSTRACT	v
	KANDUNGAN	vi
	SENARAI JADUAL	x
	SENARAI RAJAH	xiii
BAB 1	PENGENALAN	
1.0	Pengenalan	1
1.1	Latar Belakang Kajian	3
1.2	Objektif Kajian	9
1.3	Skop Kajian	10
1.4	Organisasi Tesis	10

BAB 2 TINJAUAN LITERATUR

2.0	Nanotiub Karbon	12
2.1	Jenis Nanotiub Karbon	13
2.2	Nanotiub Karbon Berdinding Tunggal	13
2.3	Nanotiub Karbon Berdinding Ganda	14
2.4	Struktur Nanotiub Karbon	15
2.5	Pemancaran Elektron Medan	18
2.6	Lengkungan Fowler-Nordheim	20
2.7	Aplikasi Pemancaran Elektron Medan	23
2.8	Paparan Pancaran Medan (FED)	23
2.9	Tiub X-Ray	24
2.10	Sintesis Nanotiub Karbon	24
2.11	Nyahcas Arka	25
2.12	Ablasi Laser	26
2.13	Pemendapan Wap Kimia Haba	28
2.14	Mekanisma Pertumbuhan Nanotiub Karbon	29
2.15	Ringkasan Bab	32

BAB 3 METODOLOGI KAJIAN

3.0	Pengenalan	33
3.1	Bahan	34

3.2	Penyediaan Substrat Silikon	34
3.3	Penyediaan Mangkin: Garam Nikel Nitrat Heksahidrat, Ferum Nitrat Heksahidrat dan Kobalt (II) Nitrat Heksahidrat	35
3.4	Penyediaan Mangkin: Ferrosena	39
3.5	Pemendapan Wap Kimia Haba	42
3.6	Minyak Masak Terpakai	43
3.7	Sintesis Nanotiub Karbon Menggunakan Kaedah Pemendapan Wap Kimia Haba	45
3.8	Parameter Sintesis Nanotiub Karbon	47
3.9	Pencirian Nanotiub Karbon	50
3.10	Mikroskopi Imbasan Pemancaran Elektron Medan, Mikroskopi Pemancaran Elektron, Spektroskopi Mikro-Raman Dan Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier	50
3.11	Spektroskopi Mikro-Raman	51
3.12	Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier	53
3.13	Mikroskop Elektron Penghantaran (TEM)	54
3.14	Pemancaran Elektron medan	55
3.15	Ringkasan Bab	56

BAB 4 DAPATAN KAJIAN

4.0	Pengenalan	58
4.1	Kesan Perubahan Masa Sintesis Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Monologam: Nikel Nitrat Heksahidrat	59

4.2	Kesan Mangkin Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Monologam (Nikel nitrat heksahidrat, Ferum nitrat heksahidrat dan Kobalt (II) Nitrat Heksahidrat)	69
4.3	Kesan Mangkin Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Bilogam (Ferum-Nikel Dan Ferum-Kobalt)	82
4.4	Kesan Perubahan Suhu Sintesis Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Trilogam (Ferum-Nikel-Kobalt)	92
4.5	Mekanisma Pertumbuhan Nanotiub Karbon	104
4.6	Kesan Kepekatan Berat Larutan Mangkin Ferosena Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon	107
4.7	Kesan Penggunaan Gas Pembawa (Nitrogen) dan Kepekatan Berat Larutan 4 % brt Mangkin Ferosena Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon	121
	Ringkasan	130
	BAB 5 KESIMPULAN	133
	RUJUKAN	138
	LAMPIRAN	

SENARAI JADUAL

Jadual		muka surat
1.0	Kandungan komposisi minyak masak terpakai	6
2.0	Ringkasan struktur nanotiub karbon iaitu ; kiral, kerusi berlungan dan bengkok bengkok	17
3.0	Mangkin monologam(nikel nitrat heksahidrat nitrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) heksahidrat	37
3.1	Mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)	38
3.2	Mangkin trilogam (ferum-nikel-kobalt)	39
3.3	Kepekatan larutan mangkin ferosena	42
3.4	Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin monologam	48
3.5	Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin bilogam	48
3.6	Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin trilogam	49
3.7	Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin ferosena dan gas pembawa (argon)	49
3.8	Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin ferosena dan gas pembawa (nitrogen)	50
4.0	Diameter nanotiub karbon bagi sampel yang dihasilkan pada masa sintesis yang berbeza (5-45 minit) menggunakan mangkin monologam: nikel nitrat heksahidrat	60
4.1	Ringkasan data Raman nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat pada masa sintesis yang berbeza (5-45 minit)	63

Jadual		muka surat
4.2	Diameter nanotiub karbon bagi sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat	72
4.3	Ringkasan data Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) heksahidrat	74
4.4	Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat	78
4.5	Ringkasan diameter bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)	84
4.6	Ringkasan data Raman menunjukkan puncak D, G, kelebaran D, G dan nisbah I_D/I_G yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)	86
4.7	Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt	88
4.8	Ringkasan data bagi diameter nanotiub karbon pada suhu sintesis (600-900 °C)	93
4.9	Ringkasan data Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C)	96
4.10	Data pemancaran elektron medan bagi sampel yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C)	100

Jadual		muka surat
4.11	Ringkasan data bagi diameter nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat (1-5 % brt)	111
4.12	Ringkasan data Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan kepekatan berat (1-5 % brt)	113
4.13	Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt)	117
4.14	Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan kepekatan berat 4 % brt dan perbezaan jarak diantara (50 dan 100 μm)	126



SENARAI RAJAH

Rajah		muka surat
2.0	(a) Nanotiub karbon berdinding tunggal manakala (b) Nanotiub karbon berdinding ganda	14
2.1	Vektor kiral	15
2.2	Konfigurasi pemancaran elektron medan	20
2.3	Potensi halangan pemancaran medan	21
2.4	Nyahcas Arka	26
2.5	Ablasi laser	27
2.6	Pemendapan wap kimia haba	29
2.7	Mekanisme pertumbuhan nanotiub karbon; (a) Pertumbuhan dasar dan (b) Pertumbuhan atas	31
3.0	Mangkin yang terlibat dalam sintesis nanotiub karbon garam (a) nikel nitrat heksahidrat, (b) ferum nitrat heksahidrat dan (c) kobalt (II) nitrat heksahidrat	36
3.1	Gambarajah struktur molekul ferosena	40
3.2	Penyediaan larutan mangkin ferosena	41
3.3	Reaktor pemendapan wap kimia haba untuk menghasilkan nanotiub karbon yang berada di makmal NANO, Jabatan Fizik, UPSI	43
3.4	Minyak masak terpakai yang digunakan sebagai sumber karbon untuk pertumbuhan nanotiub karbon	44
3.5	Rajah reaktor pemendapan wap kimia haba	46

Rajah		muka surat
3.6	Sampel (a) disalutkan dengan larutan mangkin (b) dipenuhi dengan nanotiub karbon selepas disintesis	46
3.7	Alat FESEM yang berada di NET, Fakulti Kejuruteraan Elektrik, UiTM, Shah Alam	51
3.8	Alat spektroskopi mikro-Raman, Yvon Horiba Jobin (model: DU420A-OE-325) dan (b) gambarajah prinsip alat spektroskopi-mikro Raman.	52
3.9	Alat FTIR-Nexus manakala (b) prinsip alat FTIR.	53
3.10	Alat mikroskop elektron penghantaran yang berada di Fakulti Perubatan, Universiti Malaya.	54
3.11	Alat pemancaran medan di Jabatan Fizik, Fakulti Sains, Universiti Malaya	55
3.12	Carta alir penyediaan mangkin dan proses sintesis nanotiub karbon	57
4.0	Imej FESEM nanotiub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis yang berbeza: (a) 5, (b) 10, (c) 15, (d) 20, (e) 25, (f) 30, (g) 35, (h) 40 dan (i) 45 minit.	59
4.1	Spektrum Raman bagi nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat pada masa sintesis yang 5 hingga 45 minit	62
4.2	Spektrum FTIR bagi sampel nanotiub karbon menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat yang dihasilkan pada masa sintesis antara 5 hingga 45 minit	65
4.3	Imej FESEM bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (a)-(b) nikel nitrat heksahidrat, (c)-(d) ferum nitrat heksahidrat dan (e)-(f) kobalt (II) nitrat heksahidrat	70

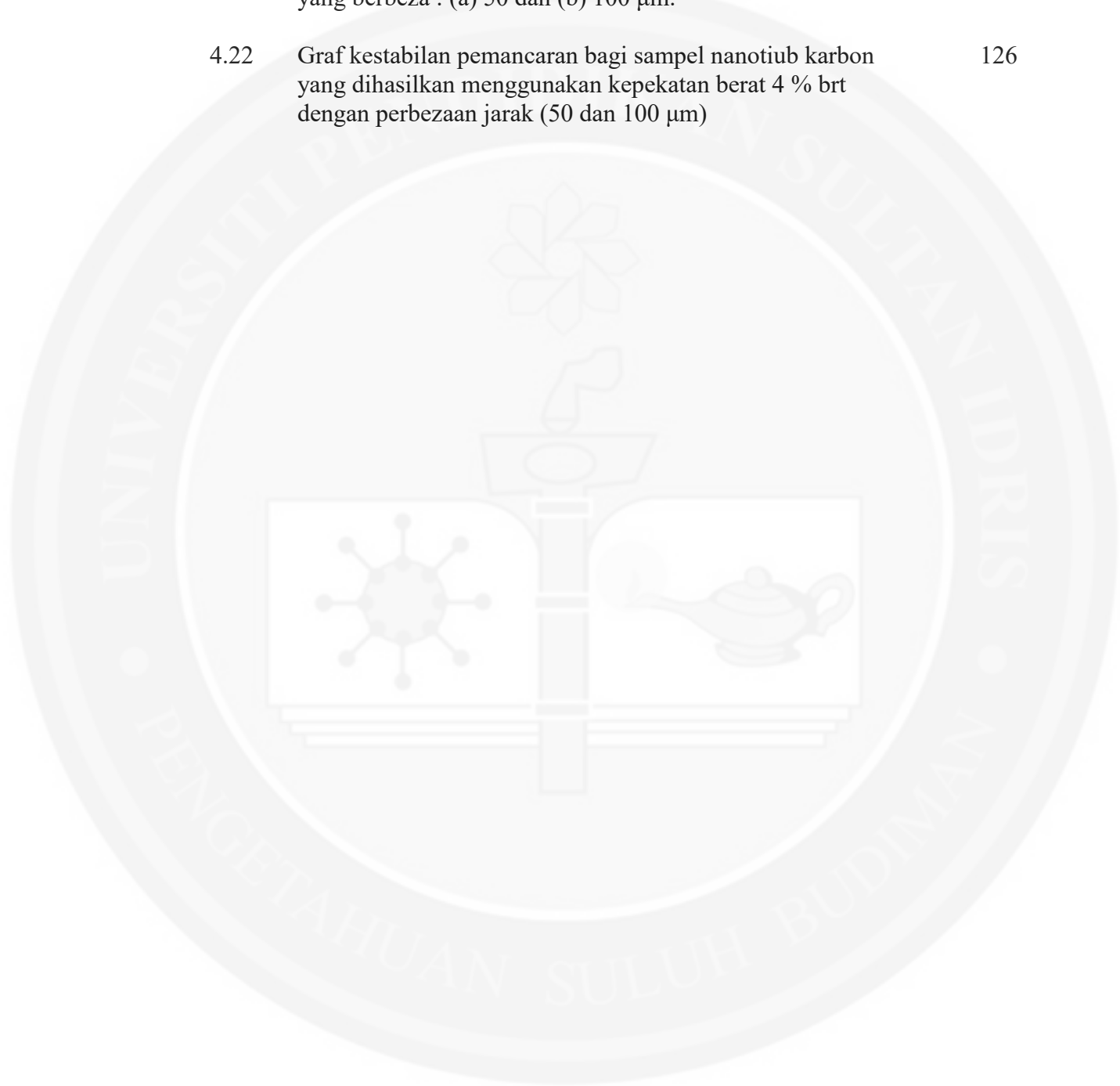
Rajah		muka surat
4.4	Spektra Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat pada suhu sintesis 750°C	73
4.5	Graf pemancaran elektron medan (ketumpatan arus melawan medan elektrik) bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (a) nikel nitrat heksahidrat, (b) ferum dan (c) kobalt nitrat heksahidrat manakala graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (d) nikel nitrat heksahidrat (e) ferum nitrat heksahidrat dan (f) kobalt (II) nitrat heksahidrat	77
4.6	Imej FESEM bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam: (a)-(b) ferum-nikel dan (c)-(d) ferum-kobalt	83
4.7	Spektra Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)	85
4.8	Graf pemancaran elektron medan; ketumpatan arus melawan medan elektrik yang dihasilkan menggunakan mangkin (a) ferum-nikel dan (b) ferum-kobalt manakala graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (c) ferum-nikel dan (d) ferum-kobalt.	87
4.9	Imej FESEM bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin trilogam (ferum-nikel-kobalt) pada suhu sintesis yang berbeza (a) 600, (b) 650, (c) 700, (d) 750, (e) 800, (f) 850, (g) 900 °C.	92
4.10	Spektra Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C).	95
4.11	Graf ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C).	98

Rajah		muka surat
4.12	Graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C)	99
4.13	(a) Imej TEM nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan Mangkin nikel nitrat heksahidrat dan (b) partikel mangkin yang kelihatan di tengah tiub.	102
4.14	Gambarajah mekanisma pertumbuhan nanotub karbon secara atas.	104
4.15	Imej FESEM bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada kepekatan larutan mangkin ferosena yang berbeza : (a)-(b) 1, (c)-(d) 2, (e)-(f) 3, (g)-(h) 4 dan (i)-(j) 5 % brt	108
4.16	Spektra Raman bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan larutan mangkin ferosena dengan kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt).	112
4.17	Graf ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt).	115
4.18	Graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt)	116
4.19	(a) Imej FESEM bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan gas nitrogen sebagai gas pembawa dan kepekatan berat 4 % brt dan (b) imej FESEM dengan disertakan diameter nanotub karbon.	120
4.20	Graf pemancaran elektron medan: Ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt dengan jarak yang berbeza (50 dan 100 μm).	124

Rajah

muka surat

- 4.21 Graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt mengikut jarak yang berbeza : (a) 50 dan (b) 100 μm . 125
- 4.22 Graf kestabilan pemancaran bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt dengan perbezaan jarak (50 dan 100 μm) 126



BAB 1

PENDAHULUAN

1.0 Pengenalan

Nanoteknologi merupakan cabang sains yang menumpukan kepada jirim pada saiz antara 1 hingga 100 nanometer ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Perkembangan nanoteknologi dan nanosains pada awal tahun 1980-an hasil daripada kewujudan para saintis dan penciptaan mikroskop penerowongan imbasan (*scanning tunneling microscope*-STM) menjadi pendorong kepada penemuan fuleren pada tahun 1986 dan nanotub karbon pada tahun 1991. Pada dasarnya, nanoteknologi adalah perkembangan yang membawa sains ke arah bahan bersaiz nano yang mempunyai sifat-sifat berlainan dari bahan pukal yang dapat mengemukakan penggunaan baru.

Salah satu aspek skala nano yang terpenting adalah bahawa semakin objek-objek menjadi kecil, semakin besar nisbahnya antara luas permukaan dengan isi padu. Lantaran itu, fenomena ini telah mendorong kepada penciptaan bahan-bahan yang menarik serta penggunaan yang baru. Sebagai contoh, bahan-bahan yang legap akan menjadi lut sinar (tembaga), bahan-bahan yang stabil menjadi bahan bakar (aluminium), pepejal menjadi cecair pada suhu bilik (emas), penebat menjadi konduktor (silikon), penghasilan alat-alat solek dan lain-lain.

Nanotiub karbon terbahagi kepada dua jenis iaitu, nanotiub karbon berdinding tunggal dan nanotiub karbon berdinding ganda (Dresselhaus, Dresselhaus dan Avouris, 2001). Nanotiub karbon (n, m) adalah bersifat logam jika $n = m$ atau $(n - m) = 3i$, di mana i adalah integer manakala n dan m menentukan struktur nanotiub karbon ($C = n\hat{a}_1 + m\hat{a}_2$, C adalah vektor kekiralan) (Thostenson, Ren dan Chuo, 2001). Struktur nanotiub karbon dapat menentukan sifat nanotiub karbon sama ada logam atau semikonduktor (Saito, Fujita, Dresselhaus dan Dresselhaus, 1992; Baughman, Zakhidov dan Heer, 2002). Nanotiub karbon adalah konduktor terma yang sangat baik (Roth, S., dan Carroll, D., 2004; Ivchenko, E.L., dan Spivak, B., 2002) iaitu mampu mengalirkan haba pada kadar sehingga $6000 \text{ W/m}^2\text{K}^{-1}$ pada suhu bilik berbanding dengan tembaga yang hanya mampu sehingga 385 W/mK (Yi, Lu, Dian lin, Pan, dan Xie, 1999; Hone, Whitney, Piskoti dan Zettle, 1999).

1.1 Latar Belakang Kajian

Penemuan nanotub karbon merupakan salah satu daripada penemuan baru dalam bidang penyelidikan sains. Penemuan ini telah menarik minat para saintis untuk mendalami dan mengkaji sifat-sifat yang ada pada bahan ini dan seterusnya mengaplikasikan dalam bidang kimia, elektronik, fizik, perubatan, kejuruteraan dan lain-lain. Hal ini demikian kerana saiz nanotub karbon boleh mencapai pada skala nanometer dan bahan ini turut menunjukkan kestabilan kimia yang tinggi (de Heer, Chatelain dan Ugrate, 1995) dan ketumpatan arus yang sangat besar iaitu 10^9 A/cm² (Dresselhaus et al., 2001). Menurut Baughman (Baughman et al., 2002), kekuatan tegangan dan modulus elastik yang tinggi yang dimiliki nanotub adalah disebabkan oleh ikatan kovalen yang wujud antara atom karbon dengan lapisan gafin.

Terdapat beberapa kaedah bagi menghasilkan nanotub karbon iaitu nyahcas arka, ablasi laser dan pemedapan wap kimia haba. Penggunaan kaedah nyahcas arka dapat menghasilkan nanotub karbon berdinding tunggal (Bhushan et al., 2007) manakala kaedah ablasi laser dapat menghasilkan nanotub karbon yang berkualiti tinggi (Tanaka, Yamabe dan Fukui, 1999). Keupayaan nanotub karbon dikaji dalam pemancaran elektron dengan menggunakan senapang elektron selepas empat tahun nanotub karbon diperkenalkan oleh Iijima dan Walt A. de Heer (de Heer et al, 1995). Hal ini demikian kerana, nanotub karbon mempunyai sifat-sifat fizikal dan elektrik yang unik serta sesuai untuk pemancaran elektron medan. Walau bagaimanapun, kedua-dua teknik ini memerlukan kos yang tinggi untuk menghasilkan nanotub karbon serta mempunyai kesukaran untuk mengawal struktur dan saiz nanotub karbon (Journet et al., 1997; Thess et al., 1996).

Oleh itu, penggunaan kaedah pemendapan wap kimia haba adalah efektif dalam menghasilkan nanotub karbon yang berkualiti dan secara tidak langsung dapat menghasilkan nanotub karbon dalam skala yang besar. Kaedah ini telah dilaporkan dan dibuktikan dapat menghasilkan nanotub karbon berdinding ganda pada skala yang besar (Journet dan Bernier et al., 1998).

Selain itu, sumber karbon memainkan peranan penting dalam penghasilan nanotub karbon. Kebanyakan penyelidik menggunakan sumber karbon daripada bahan fosil seperti metana (Chai, Zein dan Mohamed, 2007), asetilena (Sirikamon, Sanitta, Erwin, Bertheir dan Pisith Singjai, 2011), benzena (Bai, Li, Yang, Cheng dan Bai, 2003) dan etanol (Wencai Ren, Li, Bai dan Cheng, 2006) untuk menghasilkan nanotub karbon. Namun begitu, sumber-sumber karbon yang digunakan ini tidak dapat bertahan lama dalam jangka masa yang panjang dan tidak boleh diperbaharui serta harga yang sangat mahal. Lantaran itu, langkah proaktif telah digunakan seperti menggunakan kapur barus (Azira, Zainal, Nik dan Rusop 2009), minyak turpentin, (Kalpana Awasthi, Kumar, Tiwari dan Srivastava, 2010) minyak zaitun (Swati Sharma et al., 2012), minyak masak (Suriani, Azira, Nik, Nor, R.M. dan Rusop, 2009) dan minyak masak terpakai (Suriani dan Nor, R.M., 2010) untuk menghasilkan nanotub karbon.

Minyak masak terpakai telah digunakan sebagai sumber karbon dalam penghasilan nanotub karbon (Suriani, A.B., Nor, R.M. dan Rusop, 2010). Daripada hasil dapatan, didapati nanotub karbon yang disintesis menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon dan ferrosena dijadikan sebagai mangkin telah menghasilkan nanotub karbon yang berdiameter kecil iaitu antara 13.3-15.0 nm

(Suriani et al., 2010). Pertumbuhan nanotub karbon yang terhasil adalah sejajar dan struktur nanotub karbon ini juga berpotensi menghasilkan medan pemancaran yang baik.

Walaupun terdapat kajian yang menggunakan minyak masak terpakai untuk menghasilkan nanotub karbon, tetapi kajian yang dijalankan tidak secara menyeluruh dari segi penggunaan mangkin dan parameter dalam penghasilan nanotub karbon. Oleh itu, kajian ini perlu diteruskan bagi mengkaji dengan lebih mendalam terutamanya dari segi penggunaan sumber karbon dari minyak masak terpakai dan kesannya dalam penghasilan nanotub karbon.

Secara umumnya, minyak masak terpakai merupakan minyak masak yang telah digunakan sebanyak empat hingga lima kali dan seterusnya ditapis menggunakan kertas turas bagi mengasingkan bahan bendasing yang terdapat dalam minyak masak terpakai (Suriani et al., 2013). Minyak masak terpakai yang digunakan adalah minyak ikan yang telah digoreng. Minyak masak terpakai wajar digunakan dalam kajian ini kerana, struktur molekul minyak masak terpakai mempunyai nisbah hidrogen kepada karbon atom yang rendah iaitu 2:1 berbanding metana dan benzena iaitu 4:1 dan 6:1. Ini menunjukkan dengan kehadiran molekul hidrogen yang rendah dapat mempengaruhi kandungan karbon amorfus dalam penghasilan nanotub karbon. Kandungan komposisi minyak masak terpakai dan minyak masak dapat ditunjukkan pada Jadual 1.0 (Leung dan Guo., 2006 ; Suriani, Roslan dan Rusop., 2010).

Jadual 1.0

Kandungan komposisi minyak masak terpakai

Kandungan	Minyak masak terpakai (komposisi asid lemak % brt)	Minyak masak (komposisi asid lemak % brt)
Miristik (C14:0)	0.9	-
Palmitik (C16:0)	20.4	40.0
Palmitolik (C16:1)	4.6	-
Sterik (C18:0)	4.8	-
Olik (C18:1)	52.9	42.5
Linolik (C18:2)	13.5	-
Linolenik (C18:3)	0.8	11.2
Arakidik (C20:0)	0.12	-
Eicosenic (C20:1)	0.84	-
Behenic (C22:0)	0.03	-
Erucic (C22:1)	0.07	-
Tetracosanic (C24:0)	0.04	-

(Leung dan Guo., 2006)

Kaedah penyediaan mangkin dikaji bagi melihat kesan pertumbuhan nanotiub karbon. Kaedah mangkin tersemai adalah satu kaedah di mana mangkin ditumbuhkan ke atas substrat menggunakan kaedah penyalutan spin (Mauron, 2002; Choi, Cho, Son dan Kim, 2003). Kaedah penyalutan spin dapat menghasilkan nanotiub karbon secara sejajar dan seragam (Jung Inn Sohn et al., 2001; Young Chul Choi et al., 2000). Walau bagaimanapun kaedah ini tidak dapat menghasilkan kuantiti nanotiub karbon

yang banyak dan memerlukan masa yang lama semasa proses penyalutan (Choi, 2003). Oleh itu satu kaedah yang dikenali sebagai mangkin terapung telah digunakan dalam penyediaan mangkin. Kaedah mangkin terapung melibatkan pencampuran mangkin dan sumber karbon (Lijie Ci et al., 2001) dan kaedah ini mempunyai kelebihan bagi menghasilkan kualiti nanotiub karbon yang baik dan penghasilan diameter nanotiub karbon yang kecil (Lijie Ci et al., 2001). Di samping itu, kaedah ini lebih mudah jika di bandingkan dengan kaedah mangkin tersemam. Menurut kajian penyelidik telah menggunakan kaedah mangkin terapung di mana ferosena dan benzena telah digunakan sebagai sumber karbon dan mangkin bagi menghasilkan nanotiub karbon ber dinding ganda (Sen, Govindaraj dan Rao, 1997). Selain itu, pemilihan mangkin juga turut memberi kesan pertumbuhan nanotiub karbon. Mangkin yang kerap kali digunakan adalah seperti nikel, ferum dan kobalt. Mangkin ini dapat mempengaruhi pertumbuhan nanotiub karbon yang baik. Hal ini berlaku disebabkan, karbon mempunyai kelarutan yang sangat tinggi terhadap mangkin ini dalam suhu yang tinggi (Dai, 2002).

Proses penghasilan nanotiub karbon dengan menggunakan kaedah pemendapan wap kimia haba dapat menghasilkan nanotiub karbon yang berkualiti tinggi. Walau bagaimanapun, terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi pertumbuhan nanotiub karbon seperti kesan penggunaan mangkin dan sumber karbon, kesan terhadap masa sintesis dan suhu sintesis (Kim et al., 2002; Nagaraju, Fonseca, Konya dan Nagy, 2002; Ya-Li Li, Ian A. Kinloch dan Alan H. Windle., 2004). Kesemua faktor ini dikaji dengan lebih mendalam untuk melihat kesan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon dan setiap parameter akan memberikan hasil dapatan yang berbeza. Sebagai contoh, penyelidik Lee (Lee, Park, Huh, dan Lee, 2001) telah

mengkaji kesan suhu sintesis terhadap pertumbuhan nanotiub karbon dan daripada kajian tersebut, didapati apabila suhu sintesis meningkat, saiz nanotiub karbon adalah besar, ketumpatan yang tinggi, taburan yang luas dan diameter yang kecil.

Selain itu, Markis (Markis, Giorgi, Giorgi, Lisi dan Salernitano, 2005) telah menjalankan kajian terhadap kesan suhu sintesis. Suhu sintesis dan penggunaan mungkin memainkan peranan yang penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon (Mahmoodi, Ghoranneviss, Mojtahedzadeh, Haji Hosseini dan Eshghabadi, 2012). Menurut laporan Mahmoodi, kajian dilakukan dengan mengkaji kesan penggunaan suhu sintesis antara 700 sehingga 900 °C dan daripada hasil dapatan, menunjukkan bahawa pertumbuhan nanotiub karbon bermula pada masa suhu sintesis 750 °C (Mahmoodi, Ghoranneviss, Mojtahedzadeh, Haji Hosseini dan Eshghabadi, 2012). Dapat diperhatikan dengan penggunaan suhu sintesis yang rendah dapat menghasilkan diameter yang kecil. Hasil dapatan menunjukkan dengan menggunakan suhu sintesis yang rendah dapat menghasilkan saiz nanotiub karbon yang besar manakala suhu yang lebih tinggi dapat menghasilkan diameter nanotiub karbon yang kecil.

Nanotiub karbon mempunyai ciri-ciri seperti nisbah aspek yang besar, fungsi kerja yang rendah dan kestabilan haba yang tinggi. Hal ini terbukti apabila nanotiub karbon dapat menghasilkan pemancaran medan yang baik seperti nilai medan ambang yang rendah dan ketumpatan arus yang tinggi. Kedua-dua jenis nanotiub karbon iaitu nanotiub karbon berdinging tunggal dan nanotiub karbon berdinging ganda dikaji dari segi pemancaran medan. Woo telah mengkaji kesan pemancaran medan terhadap kedua-dua jenis nanotiub karbon iaitu nanotiub karbon berdinging tunggal dan nanotiub karbon berdinging ganda. Melalui hasil dapatan kajian, menunjukkan nisbah

aspek yang besar dan ketumpatan arus yang tinggi manakala nanotiub karbon berdinding ganda menunjukkan kestabilan yang lebih tinggi berbanding nanotiub karbon berdinding tunggal. Walau bagaimanapun, nanotiub karbon berdinding ganda menghasilkan medan ambang yang tinggi berbanding dengan nanotiub karbon tunggal (Woo, Jeon dan Han, 2003). Pelbagai aplikasi terhadap penggunaan nanotiub karbon berasaskan pemancaran medan seperti paparan pemancaran dan pemancaran medan tiub x-ray (Wei, Jiang dan Liu, 2007; Sugie, Tanemura dan Filip, 2001; Jonge, dan Bonard, 2004).

1.2 Objektif Kajian

- I. Mengoptimum parameter endapan bagi sintesis nanotiub karbon dengan menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon dan teknik pemendapan wap kimia haba untuk menghasilkan nanotiub karbon dengan parameter berkaitan adalah masa sintesis (5-45 minit) dan suhu sintesis (600-900 °C).
- II. Mengkaji pengaruh mangkin menggunakan garam nikel, ferum dan kobalt dalam pertumbuhan nanotiub karbon seperti jenis mangkin dan kepekatan berat larutan mangkin menggunakan mangkin ferosena iaitu antara 1-5 % brt.
- III. Mengkaji struktur nanotiub karbon dan sifat pemancaran elektron medan nanotiub karbon.

1.3 Skop Kajian

Skop utama kajian ini adalah untuk mengkaji pertumbuhan nanotub karbon dengan menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon. Pelbagai parameter digunakan dalam kajian ini dengan mendalam bagi melihat kesan pertumbuhan nanotub karbon seperti kesan pertumbuhan nanotub karbon terhadap masa sintesis (5-45 minit), kesan pertumbuhan nanotub karbon terhadap mangkin iaitu dalam bentuk monologam (nikel, ferum dan kobalt), bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt) dan trilogam (ferum-nikel-kobalt), kesan pertumbuhan nanotub karbon terhadap suhu sintesis (600-900 °C), kesan pertumbuhan terhadap kepekatan berat larutan mangkin (1-5 % brt) dan juga kesan penggunaan gas pembawa (argon dan nitrogen).

Seterusnya, hasil dapatan kajian dianalisis dengan menggunakan beberapa alat seperti mikroskopi imbasan pemancaran elektron medan (FESEM), spektroskopi mikro Raman, spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR), mikroskop elektron penghantaran (TEM) dan pemancaran elektron medan.

1.4 Organisasi Tesis

Kajian ini terbahagi kepada enam bab. Bab 1 adalah mengenai pendahuluan kajian dimana memperkenalkan nanoteknologi dan seterusnya nanotub karbon. Bab 2 menerangkan tentang nanotub karbon, kaedah penghasilan nanotub karbon, jenis dan strukturnya. Manakala Bab 3 membincangkan secara lebih mendalam tentang langkah-langkah penyediaan mangkin dan pertumbuhan nanotub karbon dengan

menggunakan pemendapan wap kimia haba. Pengenalan alat yang digunakan untuk menganalisis nanotub karbon juga dibincangkan. Seterusnya Bab 4, pengkaji membentangkan hasil dapatan kajian dan perbincangan, diikuti dengan kesimpulan mengenai kajian ini dalam Bab 5. Akhir sekali di akhiri dengan Bab 6 iaitu kesimpulan. Bab ini meringkaskan kajian yang telah di lakukan.



BAB 2

TINJAUAN LITERATUR

2.0 Nanotiub Karbon

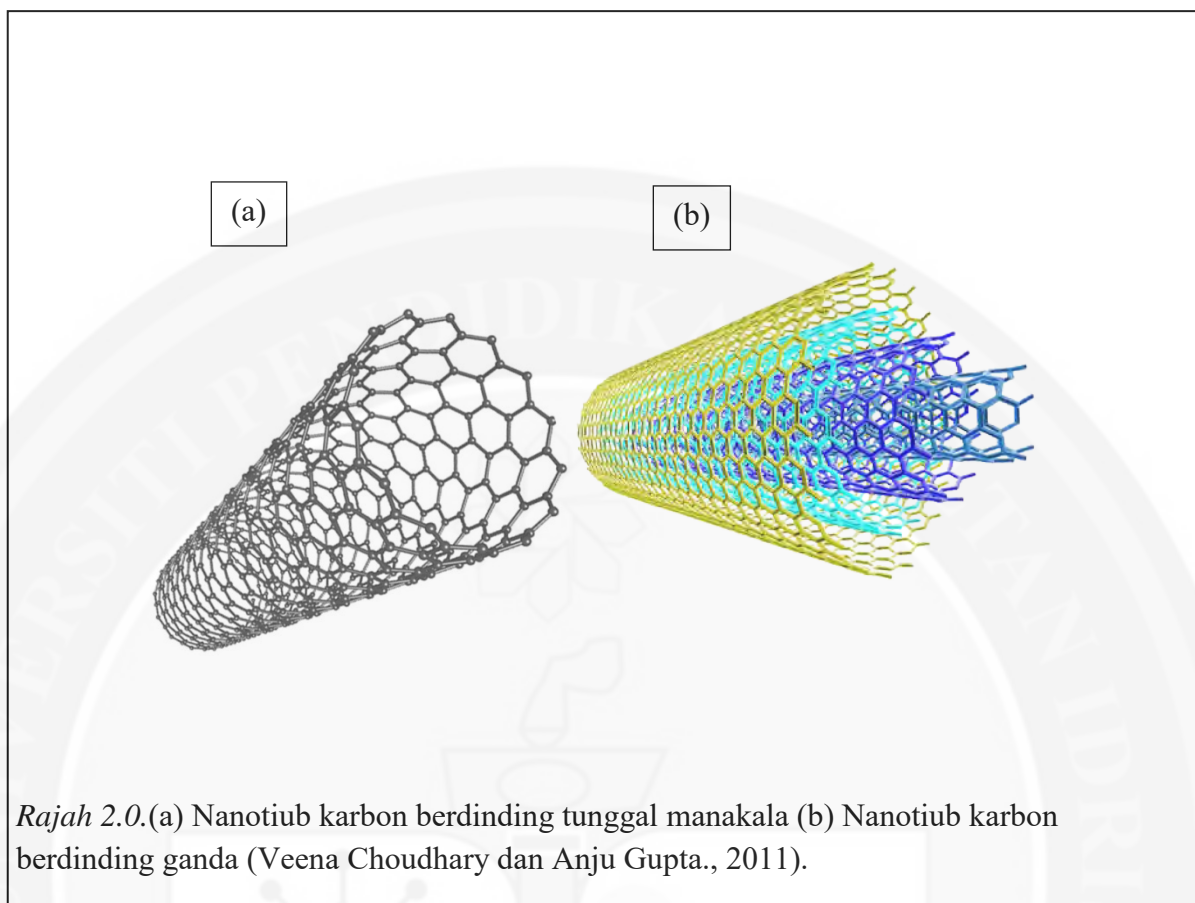
Nanotiub karbon terdiri daripada satu rantai atom karbon yang terikat secara heksagonal dan berbentuk tiub silinder. Panjang nanotiub karbon boleh mencecah sehingga beberapa puluh mikrometer manakala diameter nanotiub karbon ialah 0.4 nm (Guan, Suenaga dan Iijima, 2008; Dai, 2002). Menurut Iijima (Iijima, 1991), nanotiub karbon telah menarik perhatian seluruh dunia dengan saiznya yang sangat kecil. Kajian pada bahan ini diteruskan sehinggalah ke hari ini. Pada tahun 1952, penyelidik dari Rusia (Monthioux dan Kuznetsov, 2006; Radushkevich dan Lukyanovich, 1952) telah menemui nanotiub karbon berdinding ganda namun, hasil penemuan ini tidak dapat dikongsi dan dikaji secara menyeluruh disebabkan bahasa yang tidak difahami.

2.1 Jenis Nanotiub Karbon

Jenis nanotiub karbon dapat ditentukan melalui bilangan lapisan grafina. Struktur nanotiub karbon digambarkan seperti suatu rangkaian atom karbon yang terikat di antara satu sama lain secara heksagonal berbentuk silinder. Struktur ini dikenali sebagai nanotiub karbon berdinding tunggal manakala struktur nanotiub karbon yang terdiri daripada beberapa lapisan dindingnya yang berganda di mana satu silinder nanotiub karbon mempunyai beberapa nanotiub karbon lain di dalamnya dikenali sebagai nanotiub karbon berdinding ganda (Dresselhaus, Dresselhaus dan Avouris, 2001).

2.2 Nanotiub Karbon Berdinding Tunggal

Nanotiub karbon berdinding tunggal mempunyai diameter antara 0.4 hingga 5 nm (Guan et al., 2008). Nanotiub karbon ini juga mempunyai sifat elektrik dan mekanikal yang baik disebabkan kurangnya kecacatan pada struktur berbanding dengan nanotiub karbon berdinding ganda (Dai et al., 2002). Rajah 2.0 menunjukkan struktur nanotiub karbon berdinding tunggal.

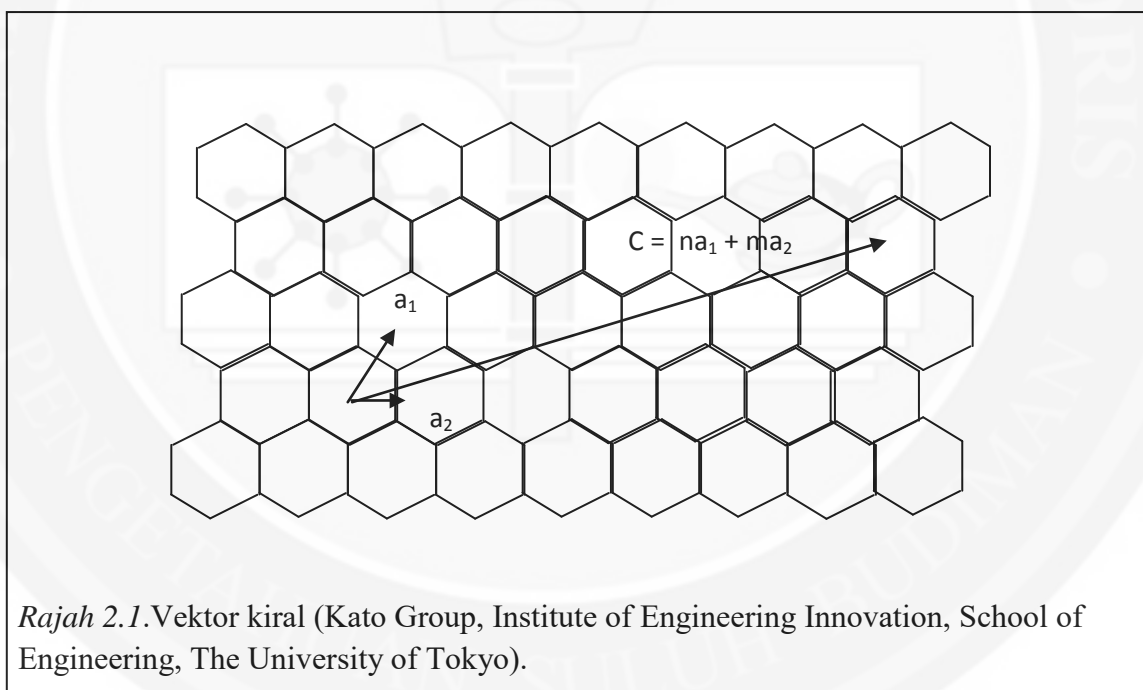


2.3 Nanotiub Karbon Berdinding Ganda

Nanotiub karbon berdinding ganda terdiri daripada susunan lapisan dindingnya yang berganda di mana berbentuk silinder (Merkoci, 2006) seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2.1. Dresselhaus (Dresselhaus et al., 2001) melaporkan jarak antara setiap lapisan nanotiub karbon adalah 0.34 nm diameter (5-100 nm) dan panjang dalam julat μm -cm (Dai et al., 2002). Sifat elektrik dan mekanikal yang terhasil daripada nanotiub karbon jenis ini kurang baik berbanding dengan sifat elektrik dan mekanikal nanotiub karbon berdinding tunggal.

2.4 Struktur Nanotub Karbon




Nanotub karbon berdinding tunggal merupakan lapisan grafin yang berlipat berbentuk silinder di mana kekisi vektor adalah (m, n) manakala, nanotub karbon berdinding ganda terbentuk daripada beberapa lapisan grafin. Sifat elektrik dapat ditentukan dari segi pembentukan lapisan grafin. Ini dapat ditentukan oleh vektor kiral iaitu $C_n = na_1 + ma_2$ di mana m dan n adalah integer dan a_1 dan a_2 adalah kekisi vektor seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2.1. Kekisi vektor ini, dapat membuktikan sama ada nanotub karbon mempunyai sifat semikonduktor atau konduktor logam.



Jadual 2.0 menunjukkan struktur nanotiub karbon yang terdiri daripada 3 jenis iaitu, kerusi berlengan, bengkok bengkokdankiral. Berdasarkan Jadual 2.0 (c), sekiranya sudut θ adalah 30° maka pembentukan struktur nanotiub karbon adalah berbentuk bengkok bengkok manakala Jadual 2.0 (b) menunjukkan bahawa jika sudut θ adalah 0° struktur nanotiub karbon adalah berbentuk kerusi berlengan dan Jadual 2.0 (a) dimana jika sudut θ adalah sudut yang berlainan daripada 30° dan 0° maka pembentukan nanotiub karbon yang terhasil adalah berbentuk kiral. Vektor kiral adalah unit vektor manakala pemalar m dan n dapat menentukan struktur dan bentuk nanotiub karbon. Nanotiub karbon berbentukkerusi mempunyai pemalar $m=n$ manakala pembentukan struktur nanotiub karbon berbentuk bengkok bengkok mempunyai pemalar m atau n yang bernilai sifar dan struktur nanotiub karbon berbentuk kiral mempunyai pemalar m dan n selain sifar (Banerjee, Naha dan Puri, 2008).Jadual 2.0 di bawah menunjukkan ringkasan tentang struktur nanotiub karbon dalam bentuk kiral, kerusi berlengan dan bengkok bengkok.

Jadual 2.0

Ringkasan struktur nanotiub karbon iaitu; kiral, kerusi berlengan dan bengkok bengkok

Struktur	Ciri-Ciri
(a) Kiral 	Sudut kiral : (n,m) $0 < \theta < 30^\circ$
(b) Kerusi berlengan 	Sudut kiral : (n,0) $\theta = 0^\circ$
(c) Bengkok bengkok 	Sudut kiral : (n,n) $\theta = 0^\circ$

(Roham Rafiee dan Reza Pourazizi., 2014)

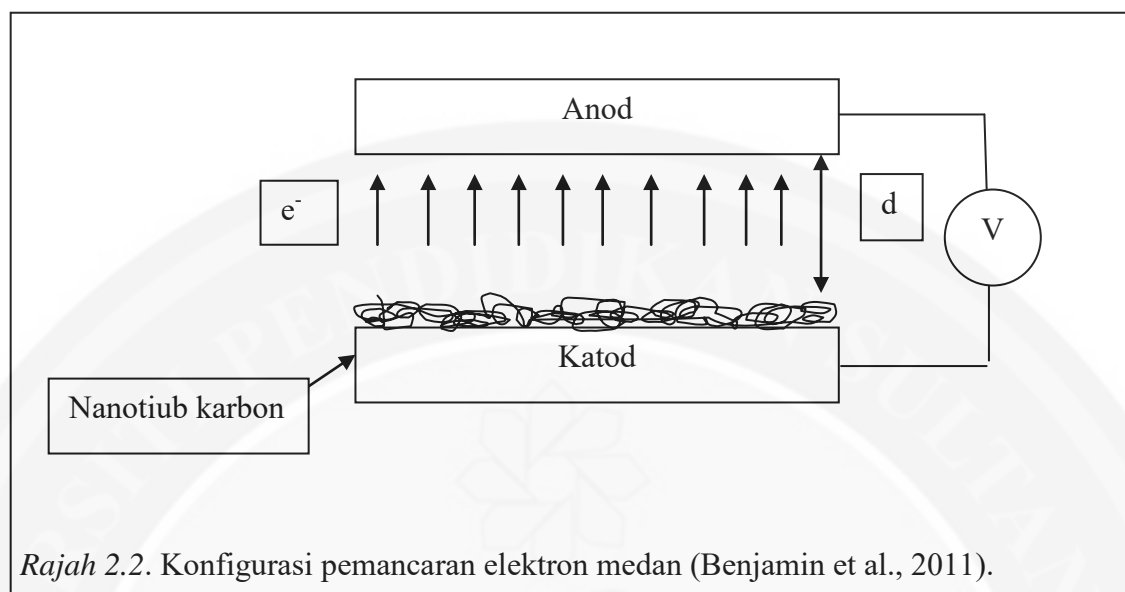
2.5 Pemancaran Elektron Medan

Pemancaran medan merupakan prinsip mekanik kuantum yang mengkaji kesan pemancaran elektron. Pemancaran medan sangat berkait rapat dengan pemancaran katod sejuk, dan juga berbeza dengan pemancaran termionik. Hal ini adalah kerana, pemancaran elektron melalui pemancaran termionik berlaku pada tahap yang melebihi halangan potensi. Pemancaran termionik terhasil apabila terdapat kesan daripada dua keadaan yang berbeza iaitu, dari keadaan logam ke vakum pada suhu yang sangat tinggi dan menghasilkan medan elektrik yang rendah (Fursey, 2009).

Ciri-ciri unik yang dimiliki oleh nanotub karbon seperti diameter yang kecil, kestabilan suhu yang tinggi, kekonduksiaan dan kekuatan struktur yang baik akan menghasilkan pemancaran medan yang baik. Oleh itu, kajian pemancaran medan dikaji dengan menggunakan pelbagai jenis nanotub karbon yang berbeza seperti nanotub karbon berdingg ganda yang mempunyai diameter antara 12-100 nm dengan panjang nanotub karbon dalam puluhan nanometer, mikron dan juga millimeter. Bonard (Bonard, 1998; Bonard, Kind, Stockli dan Nilsson, 2001) telah mengkaji kesan pemancaran medan terhadap nanotub karbon berdingg ganda dan hasil dapatan kajian menunjukkan bahawa nanotub karbon jenis ini dapat menghasilkan pemancar yang kukuh yang tinggi berbanding nanotub karbon berdingg tunggal. Hal ini menunjukkan, nanotub karbon berdingg ganda memberi kesan yang baik terhadap pemancaran medan. Selain itu, nilai ketumpatan arus adalah sangat penting semasa mengkaji pemancaran elektron medan. Zhu dan rakan juga (Zhu, Bower, Zhou, Kochanski dan Jun, 1999) melaporkan

ketumpatan arus yang terhasil daripada nanotiub karbon berdinding tunggal adalah 10^7 A/cm².

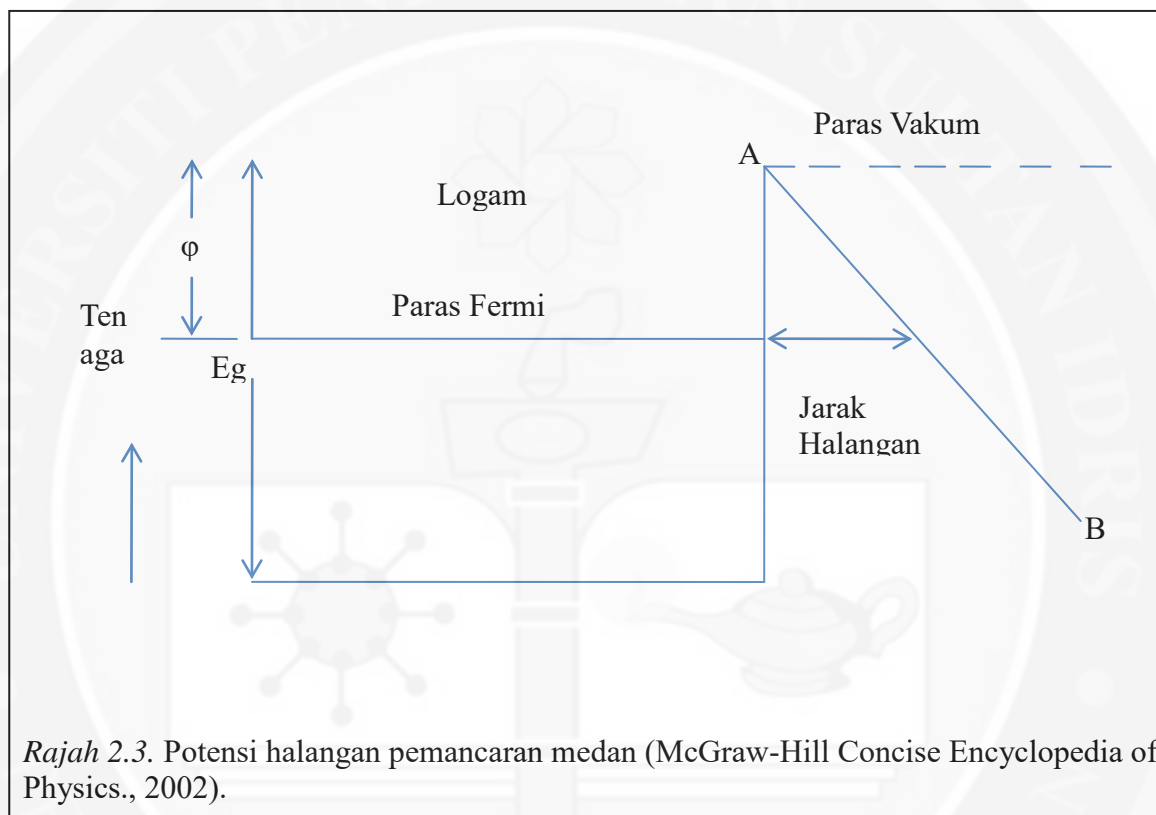
Antara faktor-faktor yang dapat mempengaruhi kesan pemancaran elektron medan adalah pemancaran medan, medan ambang, faktor bidang peningkatan dan kekuatan ketumpatan arus pada medan elektrik yang tinggi. Fungsi pemancaran medan adalah seperti diod dan transistor di mana medan elektrik diperlukan untuk menghasilkan ketumpatan arus yang tinggi. Pada tahun 1995, de Heer telah mengkaji kesan pemancaran medan menggunakan konfigurasi diod (de Heer et al., 1995). Rajah 2.2 menunjukkan gambarajah pemancaran elektron medan. Nanotiub karbon memainkan peranan sebagai pemancaran katod manakala pengumpul elektron dikenali sebagai anod. Pemancaran medan yang terhasil menggunakan konfigurasi pemancaran elektron medan ini telah berjaya menghasilkan medan elektrik yang baik dan kesan jarak antara katod dan anod dikaji.



2.6 Lengkungan Fowler-Nordheim

Model Fowler-Nordheim menerangkan secara ringkas tentang ketumpatan arus yang diperolehi daripada hasil pemancaran elektron melalui potensi halangan daripada logam ke vakum. Rajah 2.3 menunjukkan potensi halangan bagi pemancaran elektron medan yang dapat menghasilkan medan elektrik yang tinggi iaitu antara 10^7 - 10^8 V/cm (Fursey, 2005). Penghasilan medan elektrik yang tinggi adalah kesan daripada kemampuan elektron untuk menembusi potensi halangan yang ada pada kedua-dua kawasan iaitu, dari logam ke vakum. Medan elektrik yang tinggi membolehkan potensi di luar kawasan logam menjadi rendah bagi menghasilkan satu garisan yang baru dan garisan AB merupakan halangan yang terbentuk membolehkan elektron dapat menembusi dengan mudah. Kebanyakan pemancaran elektron berlaku di sekitar paras Fermi kerana pada

paras ini halangan adalah rendah dan membolehkan elektron menembusi dengan mudah. Jarak antara paras Fermi dan paras vakum dipanggil fungsi kerja, ϕ .



Penerangan lebih mendalam tentang pemancaran medan telah dikaji menggunakan teori Fowler-Nordheim (F-N). Teori ini mengkaji tentang ketumpatan arus medan pemancaran dan medan elektrik yang digunakan. Pada tahun 1928, kajian pertama menggunakan teori ini adalah dengan memperkenalkan pemancaran medan daripada bahan logam (Fowler dan Nordheim, 1928). Formula Fowler-Nordheim ialah $J = A\beta^2 E^2 / \phi$

$\exp(-B\phi^{3/2}/\beta E)$ (persamaan 1) di mana pemalar $A = 1.54 \times 10^{-6} \text{ AV}^{-2} \text{ eV}$ dan $B = 6.83 \times 10^9 \text{ eV}^{-3/2} \text{ Vm}^{-1}$ (Srivastava, Vankar, Sridhar Rao, Kumar, 2006) manakala β adalah faktor peningkatan medan, ϕ adalah fungsi kerja dan E adalah medan elektrik. Daripada formula Fowler-Nordheim (Fowler dan Nordheim et al., 1928), kecerunan dapat ditentukan.

$$J = A\beta^2 E^2/\phi \exp(-B\phi^{3/2}/\beta E) \quad (1)$$

$$J/E^2 = A\beta^2 E^2/\phi \exp(-B\phi^{3/2}/\beta E) \quad (2)$$

Daripada persamaan (2), susun semula dalam bentuk garis lurus, $y = mx + c$;

$$\ln(J/E^2) = \ln(A\beta^2/\phi) - B\phi^{3/2}/\beta E \quad (3)$$

melalui persamaan (3), apabila $\ln(J/E^2)$ dilakarkan terhadap $(1/E)$ akan menghasilkan garis lurus dengan kecerunan, $m = -B\phi^{3/2}/\beta E$.

Pemancaran ketumpatan arus adalah bergantung kepada medan elektrik dan fungsi kerja. Graf linear $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ mematuhi hukum Fowler-Nordheim. Melalui graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ faktor peningkatan medan, β dapat dikira. Li et al menggunakan persamaan ini bagi mendapatkan nilai β iaitu $\beta = 0.95 B\phi^{3/2} d/b$ di mana nilai fungsi kerja adalah 4.5 eV, dan d adalah jarak antara anod dan katod dalam cm (Li, J., Lei, W., Zhang, X., Wang, B., dan Ba, L., 2004). Teori Fowler-Nordheim (Gadzuk, dan Plummer, 1973), menunjukkan hubung kait dengan peningkatan medan elektrik iaitu bergantung pada struktur geometri yang terhasil daripada pemancaran (Kong et al., 2004).

Terdapat banyak kajian menunjukkan bahawa nanotiub karbon mempunyai ciri-ciri pemancaran medan yang baik iaitu, dapat menghasilkan ketumpatan arus yang tinggi dan pemancaran medan yang rendah. Bonard (Bonard et al., 2001), telah mengkaji kesan pemancaran medan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon menggunakan substrat silikon karbida dengan pemancaran medan ditakrifkan sebagai medan elektrik yang diperlukan bagi menghasilkan ketumpatan arus pada $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ manakala bidang ambang ditakrifkan sebagai medan elektrik yang diperlukan untuk menghasilkan ketumpatan arus pada $10 \text{mA}/\text{cm}^2$ dan ketumpatan arus maksimum juga dikaji.

2.7 Aplikasi Pemancaran Elektron Medan

Terdapat beberapa peranti prototaip dan konsep peranti telah dilaporkan seperti paparan pemancaran medan (Lee, 2001), pemancaran medan x-ray tiub (Yue, 2002), pencucuhan plasma (Rosen, 2000) dan lampu (Bonard, Stockli, Noury dan Catelain, 2001).

2.8 Paparan Pancaran medan (FED)

Salah satu peranti bagi pemancaran medan berasaskan nanotiub karbon telah dilaporkan menggunakan elemen sinar katod pencahayaan (Saito, Uemura, Hamaguchi, 1998). Nanotiub karbon digunakan sebagai katod manakala elektron dipancarkan melalui penghasilan medan elektrik antara katod dan logam yang digunakan sebagai elektrod.

Pemancaran elektron dipancarkan ke arah skrin fosfor yang bertindak sebagai anod. Perbezaan warna yang terhasil berlaku disebabkan penggunaan bahan pendaflour yang berbeza. Syarikat Samsung juga telah memperkenalkan 9-inci penuh warna paparan pancaran medan dengan 576×240 garisan (Choi et al, 2000).

2.9 Tiub X-Ray

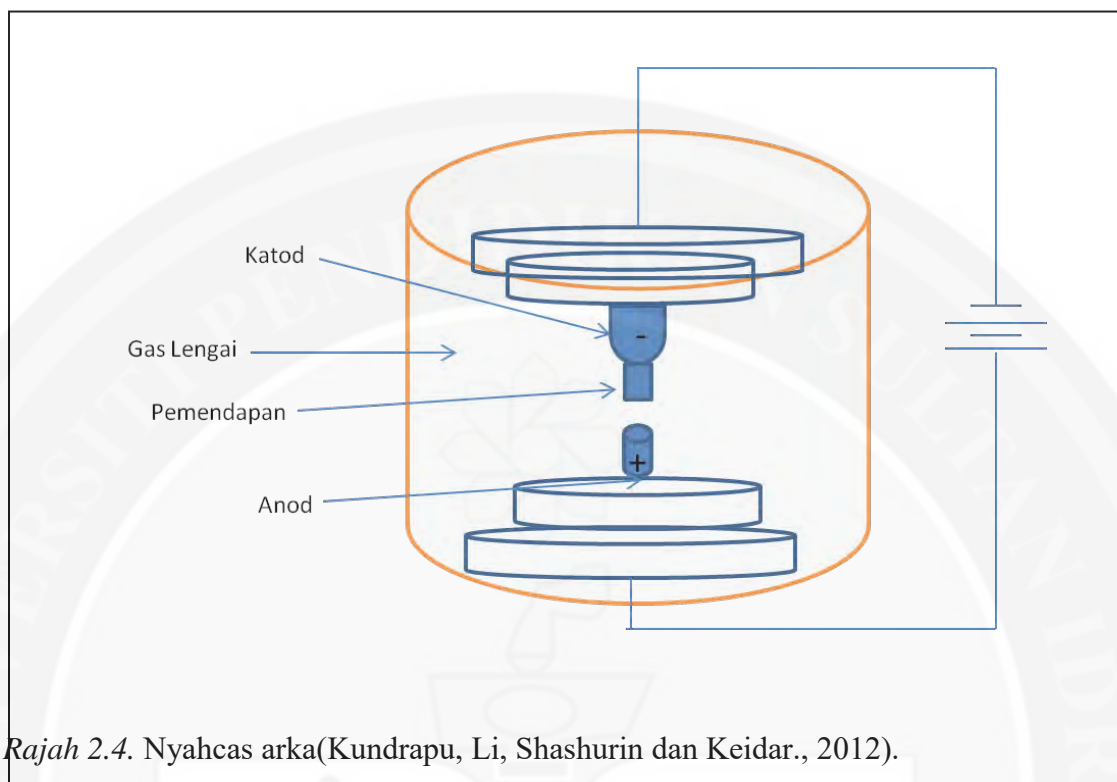
Nanotiub karbon berasaskan tiub x-ray dapat menjana fluks yang mencukupi bagi x-ray untuk aplikasi pengimejan diagnostik (Yue et al, 2002). Nanotiub karbon berasaskan sumber x-ray juga mempunyai kelebihan berbanding dengan tiub x-ray termionik. Jangka hayat tiub x-ray berpotensi untuk menghapuskan katod termionik dan saiz sumber x-ray juga dapat dikurangkan secara ketara.

2.10 Sintesis Nanotiub Karbon

Nanotiub karbon umumnya boleh dihasilkan dengan menggunakan tiga kaedah iaitu, nyahcas arka, ablasi laser dan pemendapan wap kimia. Setiap kaedah yang digunakan dapat memberi kesan terhadap penghasilan nanotiub karbon.

2.11 Nyahcas Arka

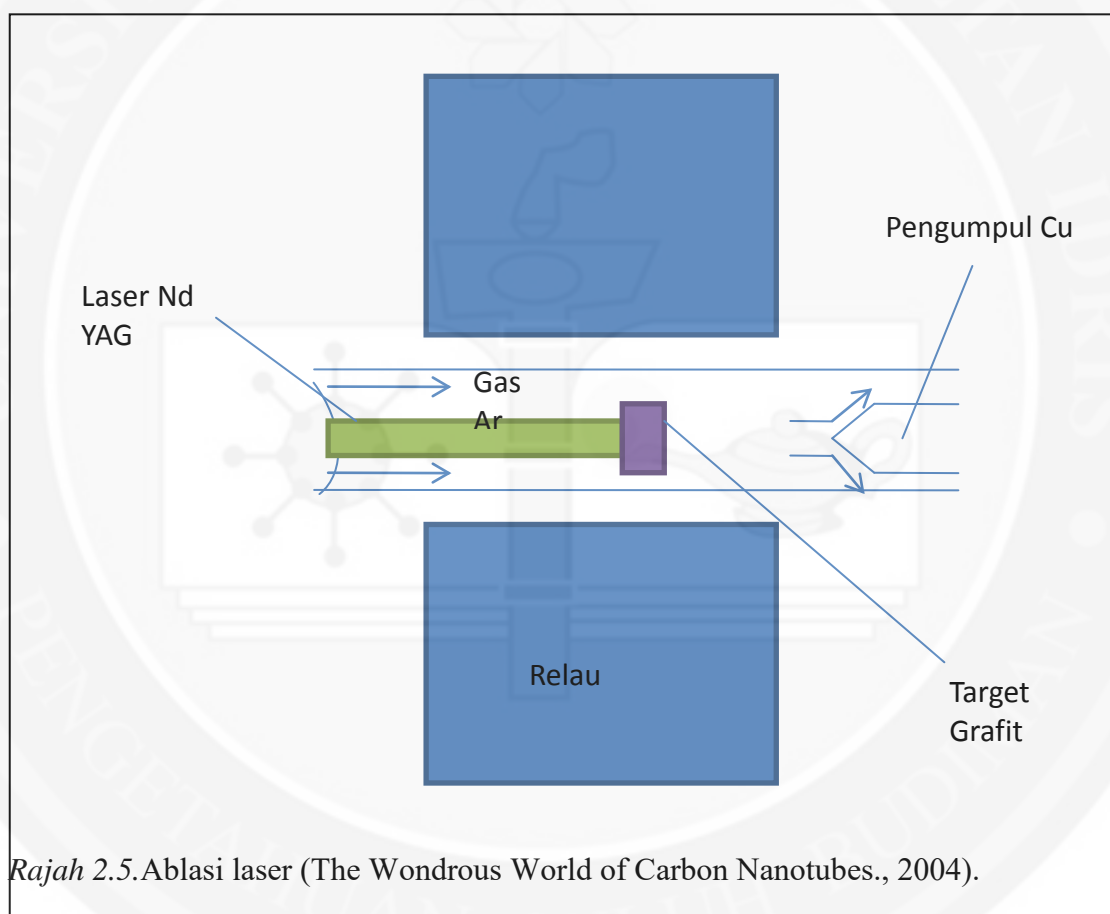
Menurut Bhushan (Bhushan, 2007), nyahcas arka merupakan kaedah pertama yang digunakan bagi menghasilkan nanotiub karbon berdinging ganda dan nanotiub karbon berdinging tunggal. Secara umumnya, teknik ini melibatkan penggunaan dua elektrod iaitu anod dan katod dan arus yang dialirkan adalah kira-kira 100 A. Jarak di antara elektrod anod dan katod adalah antara 1-2 mm dan tekanan atmosfera helium yang dikenakan adalah 400 mbar (Popov, 2004). Kaedah ini menggunakan suhu yang tinggi iaitu 4000 °C untuk membolehkan elektrod anod bertindak balas dalam proses pengewapan. Kelebihan menggunakan kaedah ini adalah dapat menghasilkan nanotiub karbon berdinging ganda. Namun begitu, kaedah ini juga dapat menghasilkan nanotiub karbon berdinging tunggal dengan menggunakan mangkin seperti ferum, kobalt, nikel, atau molibdenum. Rajah 2.4 menunjukkan gambarajah nyahcas arka.



2.12 Ablasi Laser

Pada tahun 1995, Guo dan rakan telah menghasilkan nanotub karbon dengan menggunakan kaedah ablasi laser (Guo, Nikolaev, Thess, Colbert dan Smalley, 1995). Kaedah ablasi laser memerlukan laser berkuasa tinggi dan suhu yang tinggi untuk tujuan proses pengewapan. Kedua-dua jenis nanotub karbon iaitu, nanotub karbon berdinding tunggal dan nanotub karbon berdinding ganda dapat dihasilkan dengan menggunakan kaedah ini. Kaedah ini dilakukan dengan menumpukan laser kepada target karbon yang mengandungi 1.2% kobalt/nikel dengan 98% komposit grafit dan diletakkan dalam tiub kuarza pada suhu 1200 °C dengan menggunakan gas argon (~ 500 Torr)

seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2.5. Hasil dapatan ini telah menghasilkan nanotub karbon berdinding tunggal (Tanaka et al, 1999). Nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan kaedah ini dapat menghasilkan tahap ketulenan yang tinggi iaitu, 90% berbanding dengan nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kaedah nyahcas arka.



Rajah 2.5. Ablasi laser (The Wondrous World of Carbon Nanotubes., 2004).

2.13 Pemendapan Wap Kimia Haba

Endo (Morinobu Endo, Michael S. Strano dan Pulickel M. Ajayan, 1993) dan rakan melaporkan penghasilan nanotiub karbon berdinding ganda menggunakan teknik pemedapan wap kimia haba manakala Dai (Dai, 2002), melaporkan bahawa nanotiub karbon berdinding tunggal berjaya dihasilkan. Teknik ini memerlukan sumber karbon dalam bentuk gas dan sumber tenaga seperti plasma bagi memindahkan tenaga kepada molekul karbon di dalam bentuk gas. Selain itu, hidrokarbon seperti metana, asetilena, alkohol digunakan sebagai sumber karbon dan suhu tinggi digunakan bagi memecahkan ikatan molekul yang ada pada hidrokarbon menjadi karbon dan hidrogen untuk menghasilkan molekul karbon yang tulen. Molekul karbon ini akan meresap dan berinteraksi dengan substrat yang telah dipanaskan dan disalut dengan mangkin. Mangkin yang sering digunakan adalah mangkin daripada logam peralihan seperti ferum, nikel dan kobalt. Penghasilan nanotiub karbon bergantung kepada parameter dan kelebihan menggunakan teknik ini adalah pada kemampuan untuk menghasilkan nanotiub karbon yang berkualiti tinggi dan berkuantiti banyak walaupun menggunakan kuasa dan suhu yang rendah. Kaedah ini juga mampu menghasilkan kedua-dua jenis nanotiub karbon iaitu nanotiub karbon berdinding tunggal dan nanotiub karbon berdinding ganda. Penghasilan nanotiub karbon berdinding tunggal memerlukan suhu yang lebih tinggi berbanding penghasilan nanotiub karbon berdinding ganda. Suhu sintesis dan penggunaan mangkin memainkan peranan yang penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon (Mahmoodi, Ghoranneviss, Mojtahedzadeh, Haji Hosseini dan Eshghabadi,

2012). Menurut laporan Mahmoodi, kajian dilakukan dengan mengkaji kesan penggunaan suhu sintesis antara 700 sehingga 900 °C dan daripada hasil dapatan, menunjukkan bahawa pertumbuhan nanotub karbon bermula pada masa suhu sintesis 750 °C (Mahmoodi, Ghoranneviss, Mojtahedzadeh, Haji Hosseini dan Eshghabadi, 2012). Dapat diperhatikan dengan penggunaan suhu sintesis yang rendah dapat menghasilkan diameter yang kecil.



2.14 Mekanisma Pertumbuhan Nanotub Karbon

Mekanisma pertumbuhan nanotub karbon adalah salah satu topik yang kompleks dalam penyelidikan saintifik semasa. Pelbagai model pertumbuhan diperkenalkan berasaskan eksperimen yang telah dijalankan.

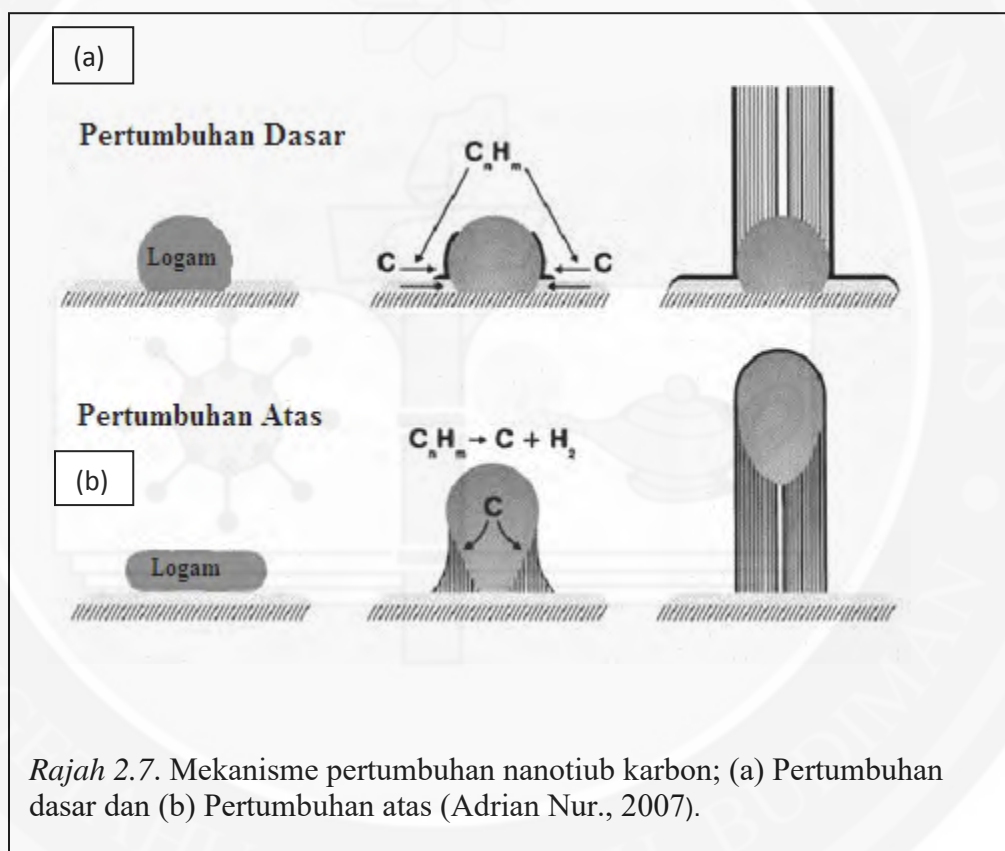
Secara umumnya, beberapa perkara diambil kira semasa berlakunya proses pertumbuhan nanotub karbon iaitu (Brukh dan Mitra, 2006):

- I. Pembentukan karbon atau radikal hidrokarbon kecil melalui penguraian sumber karbon wap di atas permukaan mangkin
- II. Penglarutan karbon melalui ke dalam partikel mangkin sehingga tepu.
- III. Pemendakan karbon dalam bentuk nanotub karbon di sebabkan perubahan kecil suhu.
- IV. Proses (II) dan (III) berulang-ulang sehingga nanotub karbon terbentuk.

Mekanisma pertumbuhan nanotub karbon adalah nanotub karbon terbentuk dalam tiga langkah. Langkah pertama melibatkan pembentukan karbon oleh penguraian wap mangkin-sumber karbon. Dalam langkah kedua resapan karbon ke dalam partikel mangkin berlaku. Seterusnya, langkah ketiga adalah pemendakan karbon dalam bentuk nanotub karbon daripada mangkin partikel tepu. Mekanisma pertumbuhan nanotub karbon menggunakan teknik pemendapan wap kimia haba melibatkan penglarutan tepu dan pemendakan karbon dalam logam nanopartikel. Pemendakan karbon daripada larutan tepu karbon dalam partikel logam membawa kepada pembentukan tiub karbon dalam struktur sp^2 (Mahdi Pourfath, 1978).

Terdapat dua prinsip pertumbuhan nanotub karbon iaitu pertumbuhan dasar dan pertumbuhan atas seperti yang ditunjukkan pada Rajah 2.7. Pada pertumbuhan dasar

terjadi apabila berlaku interaksi antara mangkin dengan bahan sokongan sangat kuat. Nanotiub karbon tumbuh pada bahagian atas mangkin tanpa mengangkat mangkin tersebut. Manakala, pada pertumbuhan atas terjadi jika interaksi mangkin dengan bahan sokongan tidak terlalu kuat akibatnya saat nanotiub karbon tumbuh, maka mangkin akan ikut naik ke bahagian hujung luar nanotiub.



2.14 Ringkasan Bab

Secara kesimpulannya, bab ini meringkaskan tentang pengenalan nanotiub karbon dan sejarah perkembangan nanotiub karbon. Struktur nanotiub karbon dapat menentukan sifat-sifat elektrik yang terdapat pada nanotiub karbon. Bab ini juga membincangkan sejarah perkembangan pemancaran elektron medan dan kesan pemancaran elektron medan terhadap nanotiub karbon. Aplikasi penggunaan prinsip pemedanan medan berasaskan nanotiub karbon juga dibincangkan dalam bab ini seperti paparan pancaran medan(FED), pemancaran medan tiub x-ray, pencucuhan plasma dan lampu. Pelbagai kaedah sintesis nanotiub karbon juga dikaji dalam bab ini. Mekanisma pertumbuhan nanotiub karbon juga dibincangkan dalam bab ini di mana prinsip mekanisma pertumbuhan nanotiub karbon terbahagi kepada dua prinsip iaitu pertumbuhan secara atas dan pertumbuhan nanotiub karbon secara dasar.

BAB 3

METODOLOGI

3.0 Pengenalan

Bab ini akan membincangkan secara terperinci tentang penyediaan dan pencirian nanotub karbon. Kaedah yang akan digunakan untuk sintesis nanotub karbon adalah pemendapan wap kimia haba dan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon. Kaedah penyediaan mangkin dikaji dengan menyediakan mangkin melalui dua cara berbeza iaitu mangkin disalutkan ke atas permukaan substrat silikon dan mangkin dicampurkan dengan sumber karbon iaitu: minyak masak terpakai. Nanotub karbon akan dianalisis bagi mengenal pasti struktur dan kehablurannya dengan menggunakan mikroskopi imbasan pemancaran elektron medan (FESEM), spektroskopi-mikro Raman, spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR), mikroskop elektron penghantaran (TEM) dan pemancaran elektron medan.

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam kajian ini adalah seperti ditunjukkan di bawah:

- i. Nikel Nitrat Heksahidrat, 99.999%, trace metal basis, Sigma Aldrich
 - ii. Ferum Nitrat Heksahidrat,
 - iii. Kobalt (II) Nitrat Heksahidrat, 99.999%, trace metal basis, Sigma Aldrich
 - iv. Ferosena , 98%, Sigma Aldrich
 - v. Substrat silikon
 - vi. Metanol
 - vii. Aseton
- } Mangkin

3.2 Penyediaan Substrat Silikon

Pembersih ultrasonic PowerSonic 405 yang mempunyai frekuensi 40 kHz dan kuasa 350 W digunakan untuk proses pembersihan substrat silikon. Dengan dimensi 1cm², substrat silikon dibersihkan dengan menggunakan larutan aseton dan metanol. Proses pembersihan substrat silikon dilakukan secara bergilir-gilir dengan menggunakan larutan yang berbeza iaitu dengan merendam substrat silikon dengan larutan aseton selama 5 minit dan dibilas dengan air suling. Kaedah yang sama diteruskan dengan menggunakan larutan metanol. Substrat silikon kemudiannya dikeringkan dengan menggunakan gas nitrogen. Seterusnya, substrat silikon dimasukkan ke dalam alat pengering di bawah pengawasan kelembapan yang terkawal bagi mengelakkan substrat silikon dicemari bendasing (Suriani et al., 2013).

3.3 Penyediaan Mangkin: Garam Nikel Nitrat Heksahidrat, Ferum Nitrat Heksahidrat dan Kobalt (II) Nitrat Heksahidrat

Dalam kajian ini, mangkin yang digunakan terdiri daripada logam peralihan iaitu: garam nikel nitrat heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ferum nitrat heksahidrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dan kobalt (II) nitrat heksahidrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) untuk pertumbuhan nanotub karbon. Untuk mengkaji kesan penggunaan mangkin di dalam pertumbuhan nanotub karbon, mangkin disediakan dalam bentuk monologam iaitu garam nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat, bilogam iaitu kedua-dua mangkin dicampur: ferum-nikel dan ferum-kobalt dan juga dalam bentuk trilogam dimana ketiga-tiga mangkin dicampurkan. Ketiga-tiga jenis mangkin ini dikaji dari segi kekuatan mangkin dalam pertumbuhan nanotub karbon. Kajian ini juga memberikan keutamaan kepada penyediaan larutan mangkin. Larutan etanol dijadikan sebagai pelarut untuk larutan mangkin. Nisbah yang digunakan bagi serbuk mangkin dan etanol adalah 1:1 (Suriani et al., 2013). Larutan mangkin ini dikacau dengan menggunakan pengacau magnet selama 20 minit. Selepas 20 minit, larutan mangkin disalut ke atas permukaan substrat silikon dengan menggunakan alat penyalut berputar dengan kelajuan 3000 putaran/minit dan seterusnya dikeringkan selama 24 jam. Rajah 3.0 (a), (b) dan (c) menunjukkan tiga mangkin yang digunakan untuk pertumbuhan nanotub karbon, manakala Jadual 3.0, 3.1 dan 3.2 menunjukkan secara ringkas mengenai bahan yang akan digunakan dalam penyediaan mangkin.



Jadual 3.0

Mangkin monologam (nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat)

Bahan/ alat	Kandungan bahan/ ciri-ciri alat
Mangkin	(a) Nikel nitrat heksahidrat (b) Ferum nitrat heksahidrat (c) Kobalt (II) nitrat heksahidrat
Larutan	Etanol (ketulenan 98.9%)
Nisbah Garam	1:1
Alat penyalut berputar	Kelajuan: 3000 putaran/minit Gas: Nitrogen Tekanan: 5 atm
Masa pengeringan susbtrat silikon yang telah disalut mangkin	24 jam

Jadual 3.1

Mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)

Bahan/ alat	Kandungan bahan/ ciri-ciri alat
Mangkin	(a) Ferum-nikel (b) Ferum-kobalt
Larutan	Etanol (ketulenan 98.9%)
Nisbah Garam	1:1
Alat penyalut berputar	Kelajuan: 3000 putaran/minit Gas: Nitrogen Tekanan: 5 atm
Masa pengeringan substrat silikon yang telah disalut mangkin	24 jam

Jadual 3.2

Mangkin trilogam (ferum-nikel-kobalt)

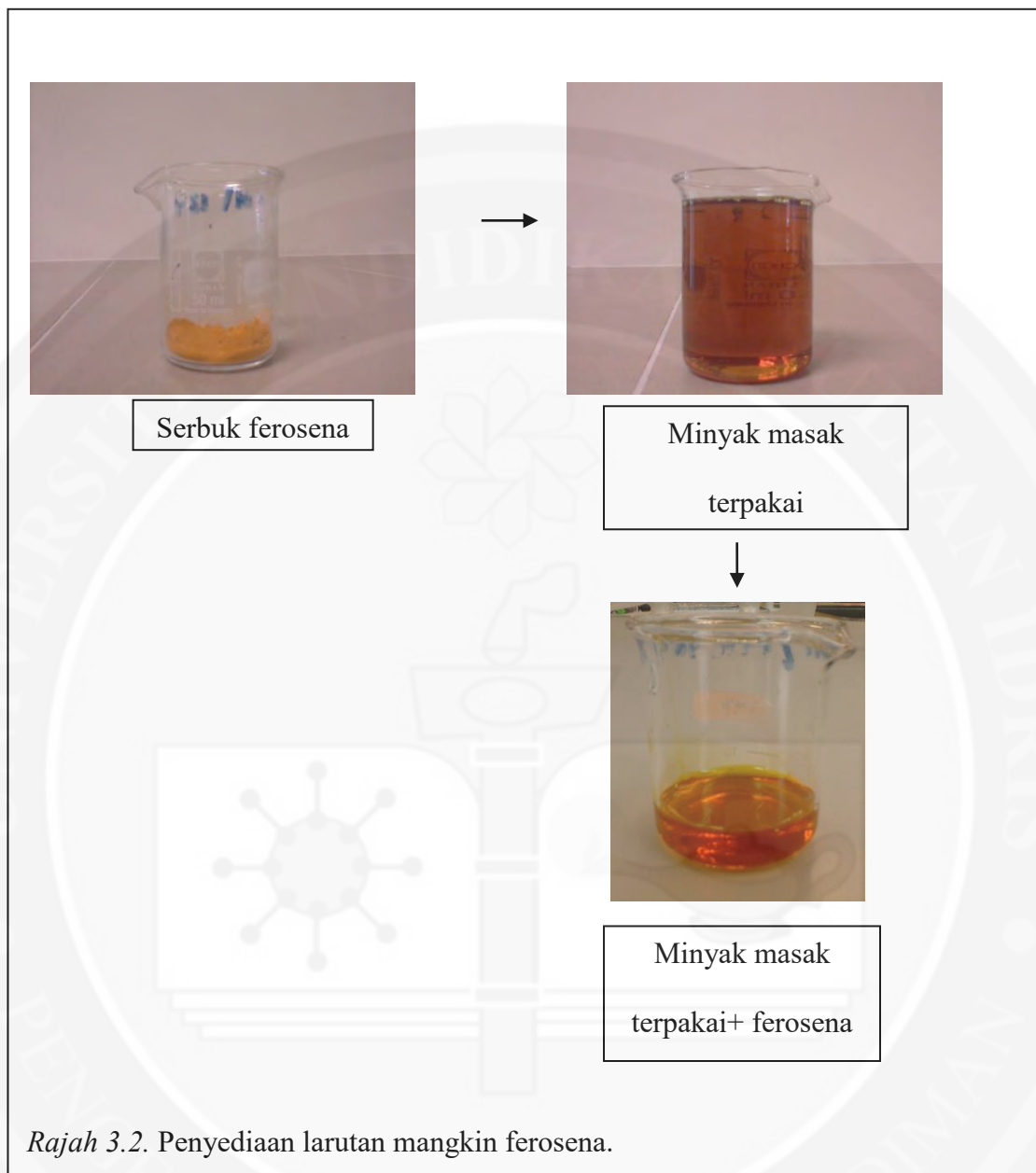
Bahan/ alat	Kandungan bahan/ ciri-ciri alat
Mangkin	Ferum-nikel-kobalt
Larutan	Etanol (Ketulenan 98.9%)
Nisbah Garam	1:1:1
Alat penyalut berputar	Kelajuan: 3000 putaran/minat Gas: Nitrogen Tekanan: 5 atm
Masa pengeringan substrat silikon yang telah disalut mangkin	24 jam

3.4 Penyediaan Mangkin: Ferosena

Ferosena digunakan sebagai mangkin untuk sintesis nanotiub karbon. Struktur molekul ferosena adalah $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$. Rajah 3.1 menunjukkan gambarajah struktur molekul ferosena. Dengan kepekatan berat yang berbeza iaitu 1 hingga 5 % brt, mangkin dilarutkan dengan minyak masak terpakai seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3.2. Larutan ini disediakan bagi mengkaji kesan kepekatan larutan mangkin tersebut ke atas pertumbuhan nanotiub karbon. Jadual 3.3 menunjukkan bahan yang digunakan untuk menghasilkan larutan mangkin iaitu ferosena dan minyak masak terpakai.



Rajah 3.1. Gambarajah struktur molekul ferrosena (Busacca, Magnus, Eriksson, Nizar Haddad, Steve Han, Lorenz, Bo Qu, Xingzhong Zeng dan Senanayake.



Jadual 3.3

Kepekatan larutan mangkin ferosena

Bahan/ alat	Kandungan bahan / ciri-ciri alat
Mangkin	Ferosena
Kepekatan berat (% brt)	1-5

3.5 Pemendapan Wap Kimia Haba

Nanotiub karbon disintesis dengan menggunakan kaedah pemendapan wap kimia haba. Reaktor pemendapan wap kimia haba terdiri daripada dua bahagian iaitu relau 1 dikenali sebagai relau sumber karbon manakala relau 2 dikenali sebagai relau sintesis. Rajah 3.3 menunjukkan reaktor pemendapan wap kimia haba yang berada di makmal NANO, Jabatan Fizik, Universiti Pendidikan Sultan Idris (UPSI). Suhu maksimum yang boleh dicapai oleh relau adalah 1100 °C. Gas pembawa yang digunakan dalam kajian ini adalah argon dan nitrogen.



Rajah 3.3. Reaktor pemendapan wap kimia haba untuk menghasilkan nanotub karbon yang berada di makmal NANO, Jabatan Fizik, UPSI.

3.6 Minyak Masak Terpakai

Sumber karbon memainkan peranan penting dalam pertumbuhan nanotub karbon. Sumber karbon yang sering digunakan untuk menghasilkan nanotub karbon adalah metana, asetilena, karbon dioksida, alkohol dan lain-lain. Walau bagaimanapun, kebanyakan sumber karbon ini tidak akan bertahan lama. Oleh itu, sumber alternatif baru yang menggunakan bahan semula jadi seperti kapur barus (Andrews, Smith dan Alexander, 2006), turpentin (Ghosh, Soga dan Afre, 2008) dan minyak kelapa sawit (Suriani, 2011) telah digunakan dalam penghasilan nanotub karbon. Kajian ini menggunakan minyak masak terpakai. Minyak masak terpakai diperolehi daripada minyak masak yang telah digunakan sebanyak empat hingga lima kali. Minyak yang

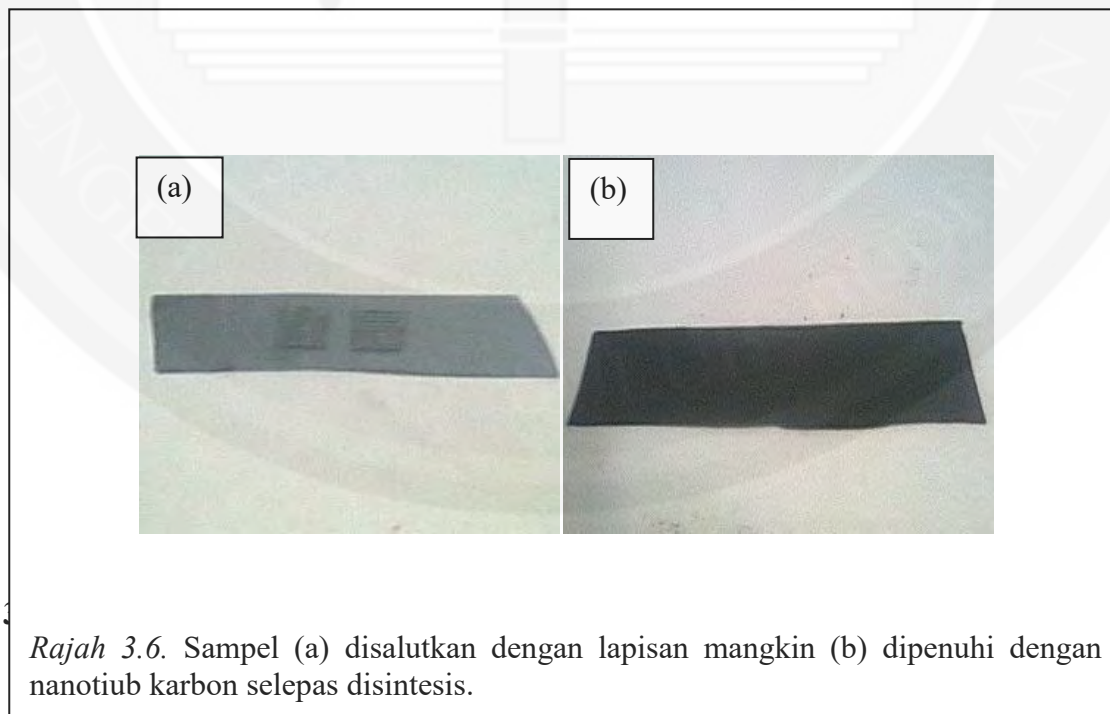
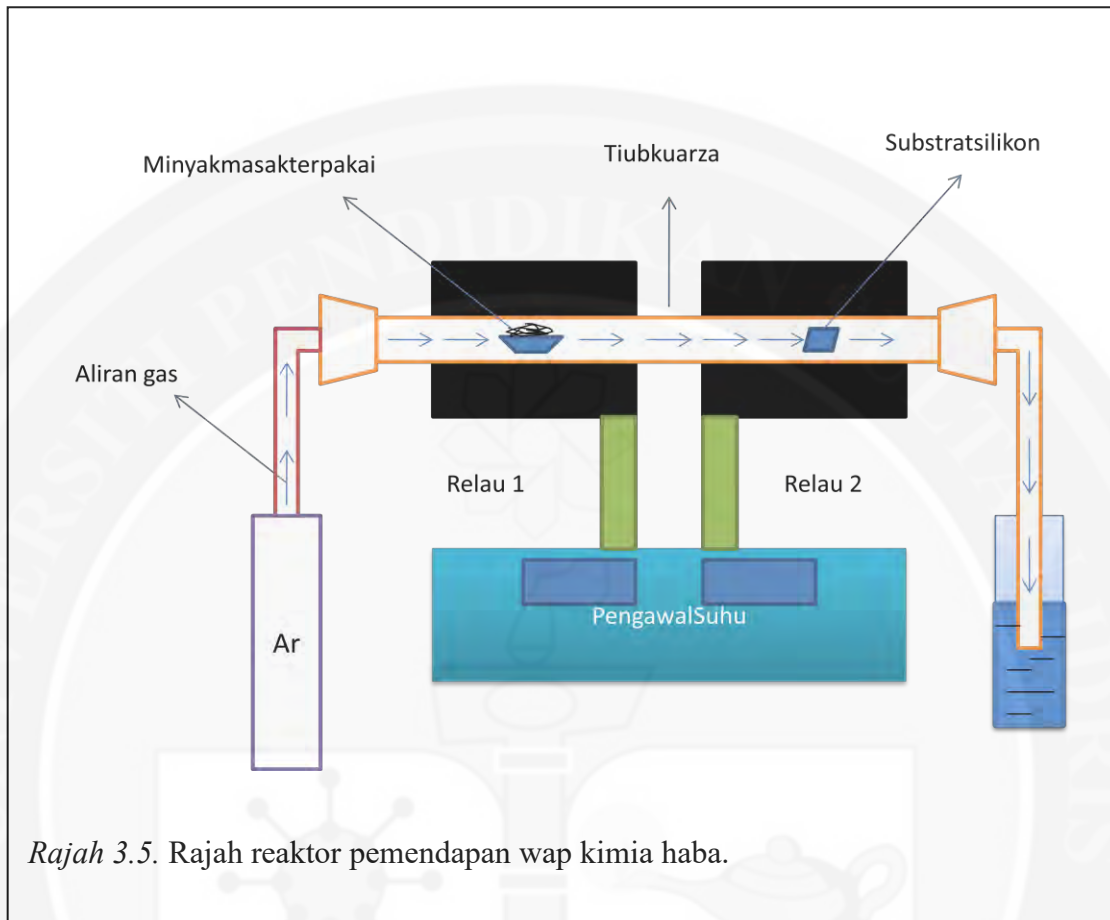
digunakan adalah minyak masak terpakai yang diambil daripada rumah. Minyak ini seterusnya ditapis untuk mengasingkan sisa pepejal. Kelebihan menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon adalah murah dan mesra alam. Rajah 3.4 menunjukkan minyak masak terpakai yang telah ditapis.



Rajah 3.4. Minyak masak terpakai yang digunakan sebagai sumber karbon untuk pertumbuhan nanotiub karbon.

3.7 Sintesis Nanotiub Karbon Menggunakan Kaedah Pemendapan Wap Kimia Haba

Rajah 3.5 menunjukkan rajah skematik reaktor pemendapan wap kimia haba. Dalam kajian ini, minyak masak terpakai dijadikan sebagai sumber karbon dan mangkin digunakan untuk pertumbuhan nanotiub karbon. Terdapat dua bahagian iaitu pada relau 1 diletakkan minyak masak terpakai manakala relau 2 diletakkan mangkin. Tiub kuarza digunakan dan dijadikan sebagai landasan untuk sintesis nanotiub karbon seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3.5. Gas pembawa memainkan peranan penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon. Kajian ini menggunakan dua jenis gas pembawa iaitu gas argon dan nitrogen. Aliran gas akan berterusan sepanjang pemanasan dan penyejukan semasa sintesis nanotiub karbon. Suhu minyak masak terpakai pada relau 1 adalah tetap iaitu 450 °C, manakala suhu pada relau 2 adalah berbeza iaitu antara 600-900 °C. Rajah 3.6 (a) dan (b) menunjukkan sampel yang telah disalut dengan mangkin dan sampel nanotiub karbon melalui kaedah pemendapan wap kimia haba.



3.8 Parameter Sintesis Nanotiub Karbon

Parameter sintesis nanotiub karbon dikaji bagi menentukan kualiti dan kuantiti nanotiub karbon. Beberapa set parameter telah dikaji iaitu, kaedah penyediaan mangkin yang berbeza dengan menggunakan mangkin daripada logam peralihan (nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat) dan mangkin ferosea, kesan perbezaan suhu sintesis (600-900 °C), kesan masa sintesis terhadap nanotiub karbon telah dijalankan dari 5 hingga 45 minit dengan selang 5 minit dan kesan penggunaan gas pembawa yang berbeza (argon dan nitrogen). Ringkasan parameter sintesis adalah seperti yang ditunjukkan dalam Jadual 3.4, 3.5, 3.6, 3.7 dan 3.8.



Jadual 3.4

Parameter sintesis nanotub karbon menggunakan mangkin monologam

Set	Mangkin	Suhu sintesis (°C)	Suhu sumber karbon (°C)	Masa sintesis (min)	Jenis gas
A	Nikel nitrat heksahidrat	750	450	15, 20, 25, 30, 35, 40, 45	Argon
B	Nikel nitrat heksahidrat Ferum nitrat heksahidrat Kobalt (II) nitrat heksahidrat	750	450	15	Argon

Jadual 3.5

Parameter sintesis nanotub karbon menggunakan mangkin bilogam

Set	Mangkin	Suhu sintesis (°C)	Suhu sumber karbon (°C)	Masa sintesis (min)	Jenis gas
C	Ferum-nikel Ferum-kobalt	750	450	15	Argon

Jadual 3.6

Parameter sintesis nanotub karbon menggunakan mangkin trilogam

Set	Mangkin	Suhu Sintesis (°C)	Suhu Sumber Karbon (°C)	Masa Sintesis (min)	Jenis Gas
D	Ferum-nikel-kobalt	600, 650, 700, 750, 800, 850, 900	450	15	Argon

Jadual 3.7

Parameter sintesis nanotub karbon menggunakan mangkin ferosena dan gas pembawa (argon)

Set	Mangkin	Kepekatan Berat (% brt)	Suhu sintesis (°C)	Suhu sumber karbon (°C)	Masa sintesis (min)	Jenis gas
E	Ferosena	1-5	750	450	30	Argon

Jadual 3.8

Parameter sintesis nanotiub karbon menggunakan mangkin ferosena dan gas pembawa (nitrogen)

Set	Mangkin	Kepekatan Berat (% brt)	Suhu sintesis (°C)	Suhu sumber karbon (°C)	Masa sintesis (min)	Jenis gas
F	Ferosena	4	750	450	30	Nitrogen

3.9 Pencirian Nanotiub Karbon

Nanotiub karbon dikaji dan dianalisis dengan menggunakan FESEM, spektroskopi-mikro Raman, FTIR, TEM dan pemancaran elektron medan. Pemahaman dalam menggunakan alat adalah sangat penting bagi memudahkan proses untuk mengkaji dan menganalisis sampel.

3.10 Mikroskopi Imbasan Pemancaran Elektron Medan, Spektroskopi-mikro Raman, dan Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier

Morfologi dan struktur sampel nanotiub karbon dikaji dengan menggunakan FESEM. Dalam kajian ini, model alat FESEM yang digunakan adalah daripada JEOL JSM - 7600F di NANO-ElecTronic Centre (NET), Fakulti Kejuruteraan Elektrik, UiTM Shah Alam seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3.7. Voltan yang digunakan untuk FESEM

adalah 5 kV manakala skala pembesaran adalah antara 10 hingga 50 kX. Kajian ini juga menggunakan FESEM yang berada di Fakulti Kimia, UPSI. EDX pula digunakan bagi menentukan elemen yang terdapat dalam sampel nanotub karbon. Voltan yang digunakan adalah antara 20-30 kV.



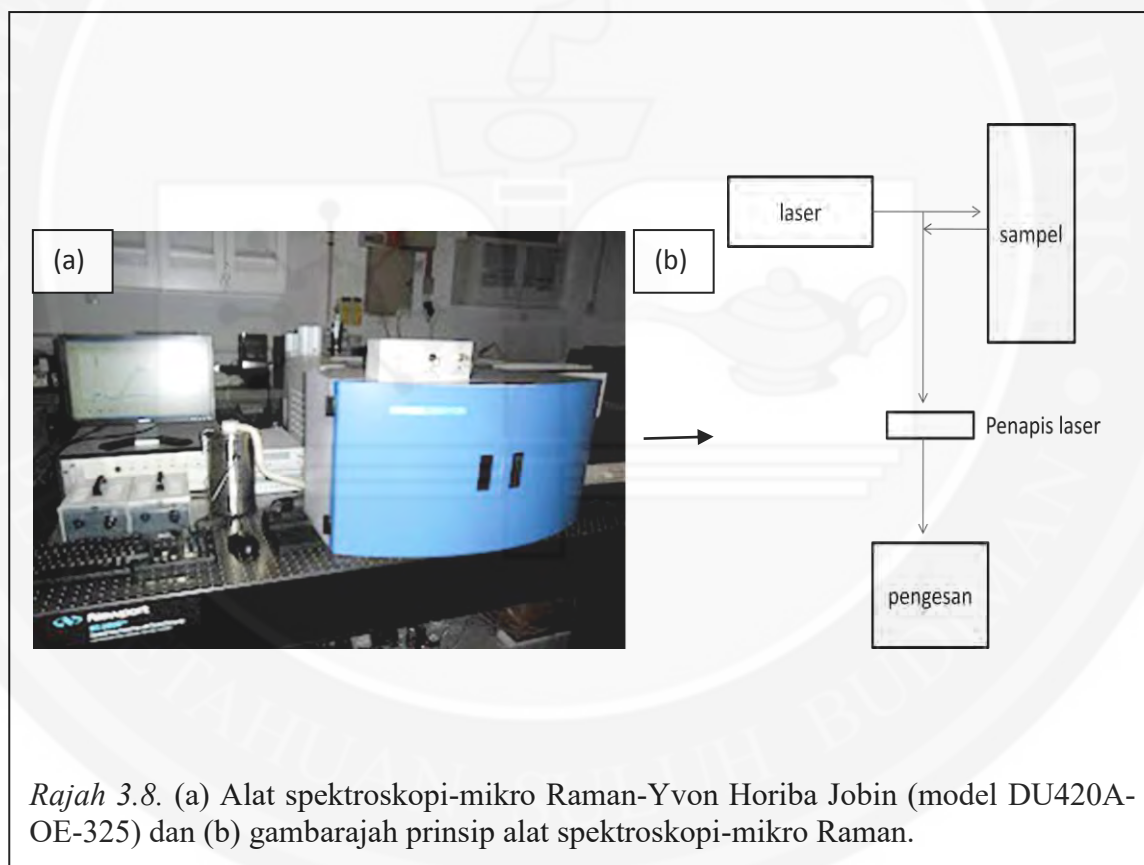
Rajah 3.7. Alat FESEM yang berada di NET, Fakulti Kejuruteraan Elektrik, UiTM Shah Alam.

3.11 Spektroskopi-mikro Raman

Spektroskopi-mikro Raman adalah alat yang digunakan untuk mengkaji getaran dan mod frekuensi rendah dalam sesuatu sistem. Ukuran serakan Raman telah dilakukan dengan

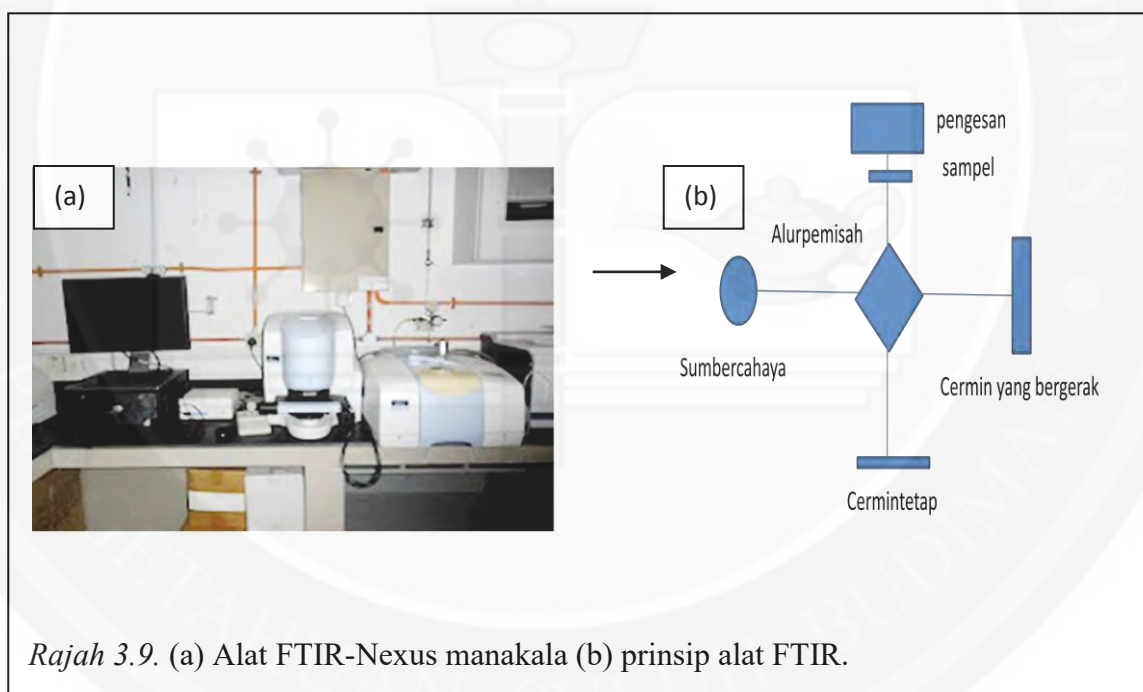
menggunakan alat Yvon Horiba Jobin (model DU420A-OE-325) di Pusat NANO-SciTech, Institut Sains, UiTM, Shah Alam dan di UPSI seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3.8 (a). Rajah 3.8 (b) menunjukkan ringkasan prinsip alat Raman spektrometer (Zhang, Wang, Bin Wu dan Wang., 2012).

Raman spektrometer beroperasi pada kuasa 20 MW dengan menggunakan panjang gelombang 514.5 nm Ar laser dan kanta objektif yang digunakan adalah 100 X. Julat spektra yang diambil adalah antara $100\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.



3.12 Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier

FTIR adalah salah satu teknik yang penting untuk mencirikan bahan dan memberi maklumat mengenai struktur molekul dan sebatian ikatan kimia. Ia juga amat berguna untuk menentukan kumpulan berfungsi yang hadir dalam molekul (Jiebo dan Andrew., 2010). Untuk kajian ini, model FTIR yang digunakan adalah daripada FTIR Nexus Pusat NANO-SciTech, Institut Sains, UiTM, Shah Alam seperti yang ditunjukkan di dalam Rajah 3.9 (a). Julat yang diambil adalah antara $500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Rajah 3.9 (b) pula menunjukkan prinsip alat FTIR.



Rajah 3.9. (a) Alat FTIR-Nexus manakala (b) prinsip alat FTIR.

3.13 Mikroskop Elektron Penghantaran (TEM)

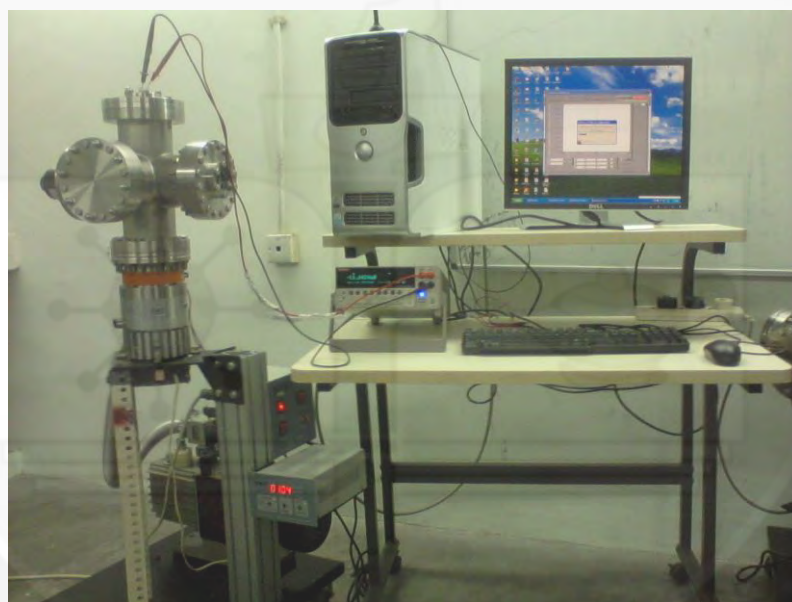
Mikroskop elektron mampu membesarkan butiran terperinci dengan kuasa gandaan yang tinggi disebabkan penggunaan elektron. Kelebihan pancaran elektron adalah ia mempunyai jarak gelombang lebih kecil, yang mampu menghasilkan resolusi atau pemebesaran yang lebih tinggi. Pembesaran mampu sehingga 500,000 kali ganda. Rajah 3.10 menunjukkan alat TEM (model: Leo Libra-120) yang berada di Fakulti Perubatan, Universiti Malaya.



Rajah 3.10. Alat mikroskop elektron penghantaran yang berada di Fakulti Perubatan, Universiti Malaya.

3.14 Pemancaran Elektron Medan

Rajah 3.11 menunjukkan pemancaran elektron medan yang berada di Jabatan Fizik, Fakulti Sains, Universiti Malaya. Tekanan yang telah digunakan adalah 10^{-4} Pa (Bocharov dan Eletsii., 2013). Voltan dan arus direkodkan dengan menggunakan Keithley 2410, di mana pengukuran unit dikawal oleh komputer.

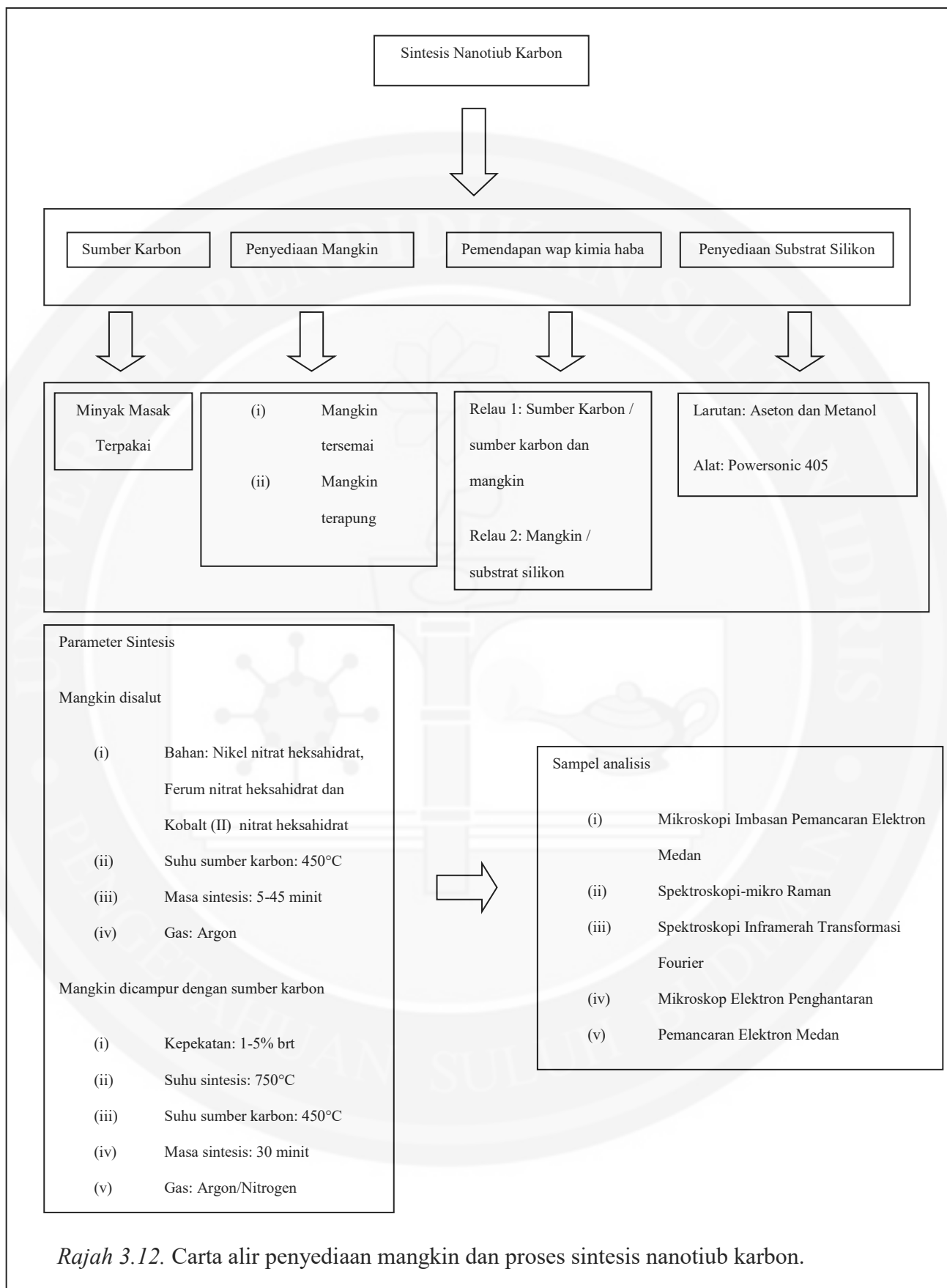


Rajah 3.11. Alat pemancaran elektron medan di Jabatan Fizik, Fakulti Sains, Universiti Malaya.

3.15 Ringkasan Bab

Bab ini telah membincangkan secara terperinci mengenai penyediaan mangkin dan kaedah sintesis nanotub karbon iaitu menggunakan kaedah pendedapan wap kimia haba untuk sintesis nanotub karbon. Bab ini juga membincangkan tentang pencirian nanotub karbon dimana meliputi alat pencirian seperti FESEM, mikro-Raman, FTIR, TEM dan pemancaran elektron medan. Carta alir sintesis nanotub karbon juga ditunjukkan secara ringkas dalam Rajah 3.12.





BAB 4

HASIL DAPATAN DAN PERBINCANGAN

4.0 Pengenalan

Dalam bab ini dibincangkan tentang hasil dapatan kajian yang diperolehi daripada kajian nanotub karbon. Sintesis nanotub karbon dijalankan dengan menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon menerusi kaedah pemendapan wap kimia haba. Struktur nanotub karbon dicirikan dengan menggunakan FESEM, spektroskopi mikro-Raman, FTIR dan TEM.

Pada akhir bab ini, pemancaran elektron medan juga dikaji dan dianalisis dari segi tahap kemampuan pemancaran elektron.

4.1 Kesan Perubahan Masa Sintesis Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Monologam: Nikel Nitrat Heksahidrat

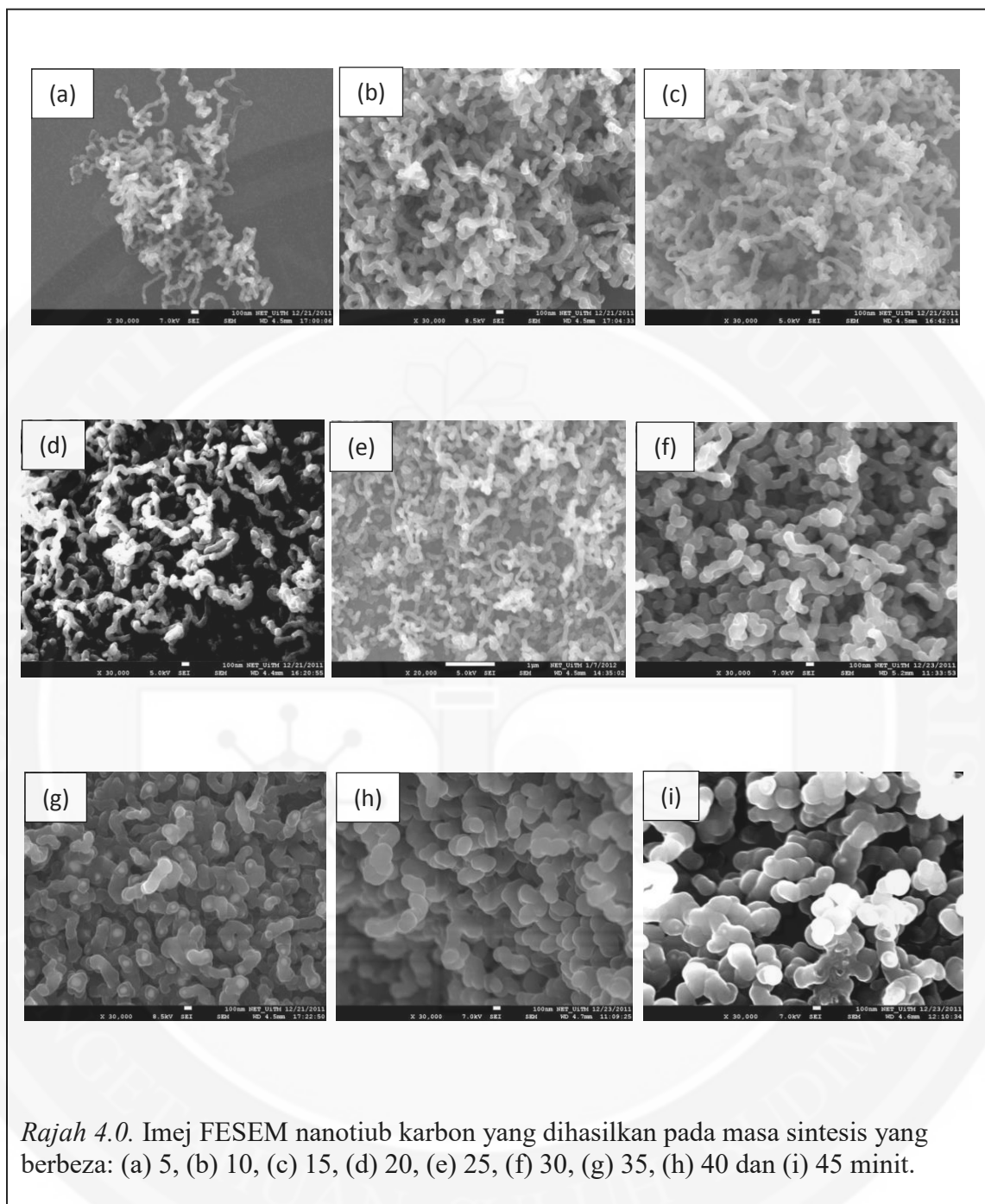
Rajah 4.0 (a)-(i) menunjukkan imej FESEM bagi nanotiub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat pada suhu sintesis 750°C selama antara 5-45 minit menggunakan mangkin monologam iaitu nikel nitrat heksahidrat.

Rajah 4.0 (a) menunjukkan nanotiub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis 5 minit mempunyai kepadatan nanotiub karbon yang rendah dengan kehadiran tiub yang panjang dan berlilit. Pertumbuhan nanotiub karbon dengan menggunakan masa sintesis 5 minit ini juga dapat dilihat tidak memenuhi keseluruhan permukaan substrat. Ini adalah kerana masa sintesis yang singkat. Dari analisis yang dibuat pada gambarajah FESEM, pada Rajah 4.0 (b), (c), (d), (e) dan (f) iaitu bagi masa sintesis dari 10 sehingga 30 minit kepadatan nanotiub karbon telah meningkat. Manakala dalam Rajah 4.0 (g), (h) dan (i) bagi sampel yang ditumbuhkan pada masa sintesis yang lebih tinggi antara 35 hingga 45 minit menunjukkan banyak kecacatan struktur dengan tiub yang dihasilkan adalah lebih pendek, tiub yang besar dan bengkok dengan kehadiran karbon amorfus yang banyak.

Masa sintesis yang berbeza juga memberi kesan kepada diameter nanotiub karbon yang telah dihasilkan. Jadual 4.0 menunjukkan ringkasan data bagi diameter nanotiub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis 5-45 minit. Secara amnya, diameter nanotiub karbon meningkat dengan peningkatan masa sintesis. Bagi julat masa sintesis antara 5 -20 min diameter hampir sama dalam julat 30-62 nm diperolehi. Peningkat ketara diameter

diperolehi bagi sampel dengan masa sintesis 30 min dengan julat diameter 105-136 nm, dan penurunan sedikit bagi sampel dengan masa sintesis 35 min iaitu 92-122 nm. Bagi masa sintesis 40 dan 45 min julat diameter yang diukur ialah 158-185 nm dan 193-254 nm masing-masing. Dapat dirumuskan bahawa terdapat tren peningkatan diameter dengan masa sintesis yang mungkin disebabkan penambahan lapisan bagi nanotub karbon yang disintesis bagi masa yang lama. Juga, penghasilan diameter yang besar adalah disebabkan oleh aktiviti mangkin nyah aktif dan seterusnya dapat memberi kesan terhadap penguraian molekul yang rendah dan dengan ini dapat menghasilkan kualiti nanotub karbon yang rendah dan penghasilan karbon amorfus yang banyak (Li, Yan, Zhang dan Liu, 2003; Yan, Li, Zhang dan Liu, 2002; Horyak, 2002; Lacerda, 2004).





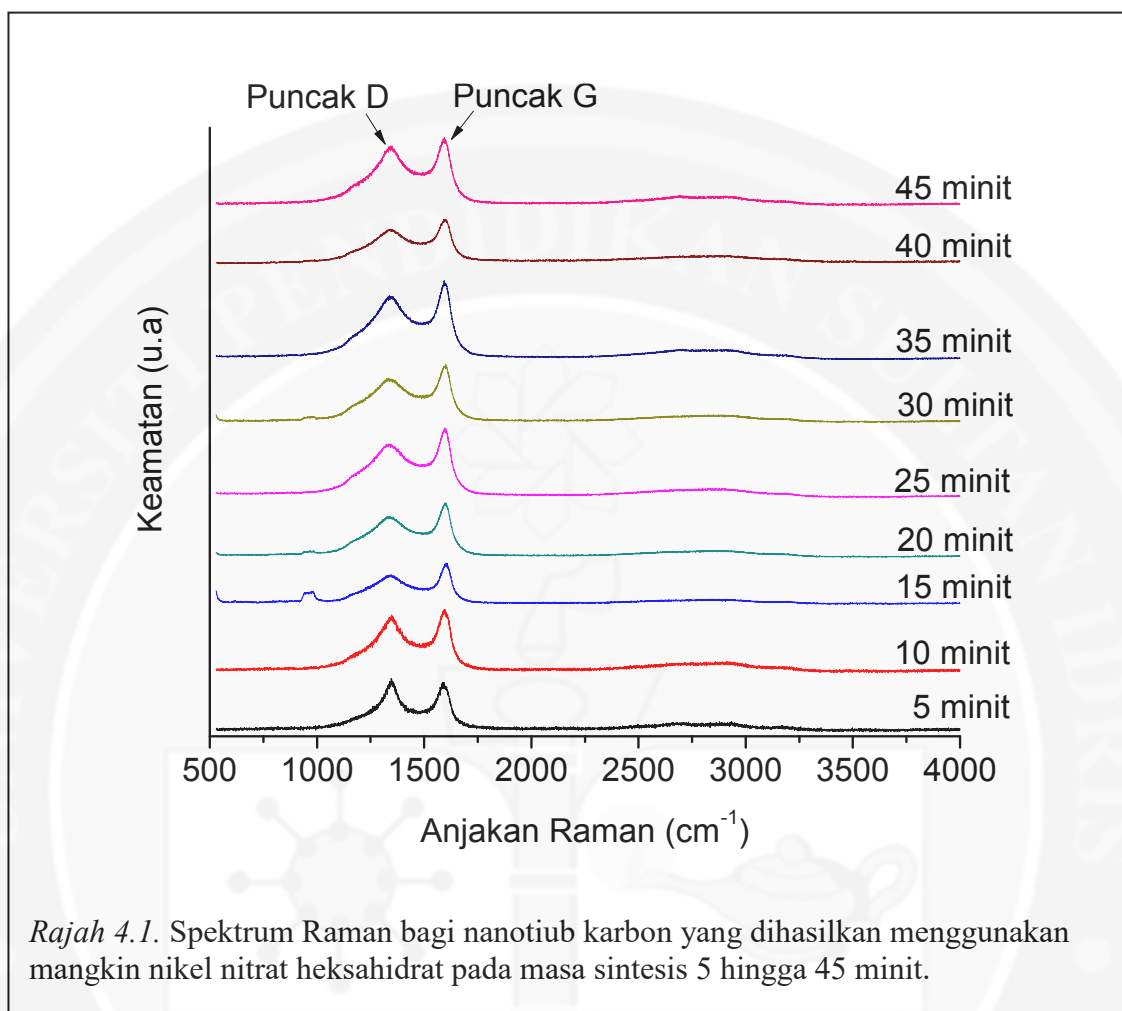
Jadual 4.0

Diameter nanotiub karbon bagi sampel yang dihasilkan pada masa sintesis yang berbeza (5-45 minit) menggunakan mangkin monologam nikel nitrat heksahidrat

Sampel (minit)	Diameter nanotiub karbon (nm)
5	53-81
10	38-53
15	30-62
20	41-59
25	65-94
30	105-136
35	77-122
40	158-185
45	193-254

Kualiti nanotiub karbon dari segi tahap kehabluran yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam nikel nitrat heksahidrat pada masa sintesis 5-45 minit dianalisis menggunakan spektroskopi mikro-Raman seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.1. Julat yang diambil adalah antara $500-4000\text{ cm}^{-1}$. Terdapat dua puncak yang paling ketara iaitu, di antara $1586.83-1599.8\text{ cm}^{-1}$ dan $1345.28-1351.63\text{ cm}^{-1}$. Puncak di antara $1586.83-1599.8\text{ cm}^{-1}$ dikenali sebagai puncak G manakala, $1345.28-1351.63\text{ cm}^{-1}$ pula dikenali sebagai puncak D. Puncak G menunjukkan kehadiran grafit manakala puncak D

menunjukkan kecacatan struktur nanotub karbon (Eklund, Holden dan Jishi, 1999). Intensiti Raman menunjukkan struktur kekiralanan dan bergantung pada diameter nanotub karbon yang kuat (Saito, Fantini dan Jiang, 2006). Di samping itu, ia juga dapat menunjukkan tahap kecacatan nanotub karbon. Melalui puncak D dan G, nilai nisbah keamatan kedua-dua puncak iaitu nisbah I_D/I_G telah dikira. Secara keseluruhannya, dapat diperhatikan nilai nisbah keamatan I_D/I_G bagi kesemua sampel nanotub karbon pada masa sintesis antara 5-45 minit, menghasilkan nisbah keamatan I_D/I_G kurang daripada 1.0. Kesemua sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis antara 5-45 minit menghasilkan nisbah keamatan I_D/I_G iaitu antara 0.72 hingga 0.89. Nilai-nilai nisbah keamatan I_D/I_G bagi setiap sampel dapat dilihat dan diringkaskan melalui Jadual 4.1. Menerusi analisis ini, didapati nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang terendah dan tertinggi dikesan pada nanotub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis 15 dan 5 minit. Dengan ini, nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah menunjukkan tahap kehabluran yang tinggi manakala nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang tinggi menunjukkan tahap kecacatan struktur nanotub karbon yang tinggi dengan kehadiran bendasing dan karbon amorfus yang banyak (Hussain et al., 2011; Costa, Scheibe, Rummeli dan Palen., 2009). Manakala dari segi posisi dan intensiti Raman dapat menunjukkan getaran struktur nanotub karbon berinding ganda dimana mempunyai struktur yang hampir sama dengan nanotub karbon berinding tunggal (Eklund, Holden dan Jishi., 1995).



Jadual 4.1

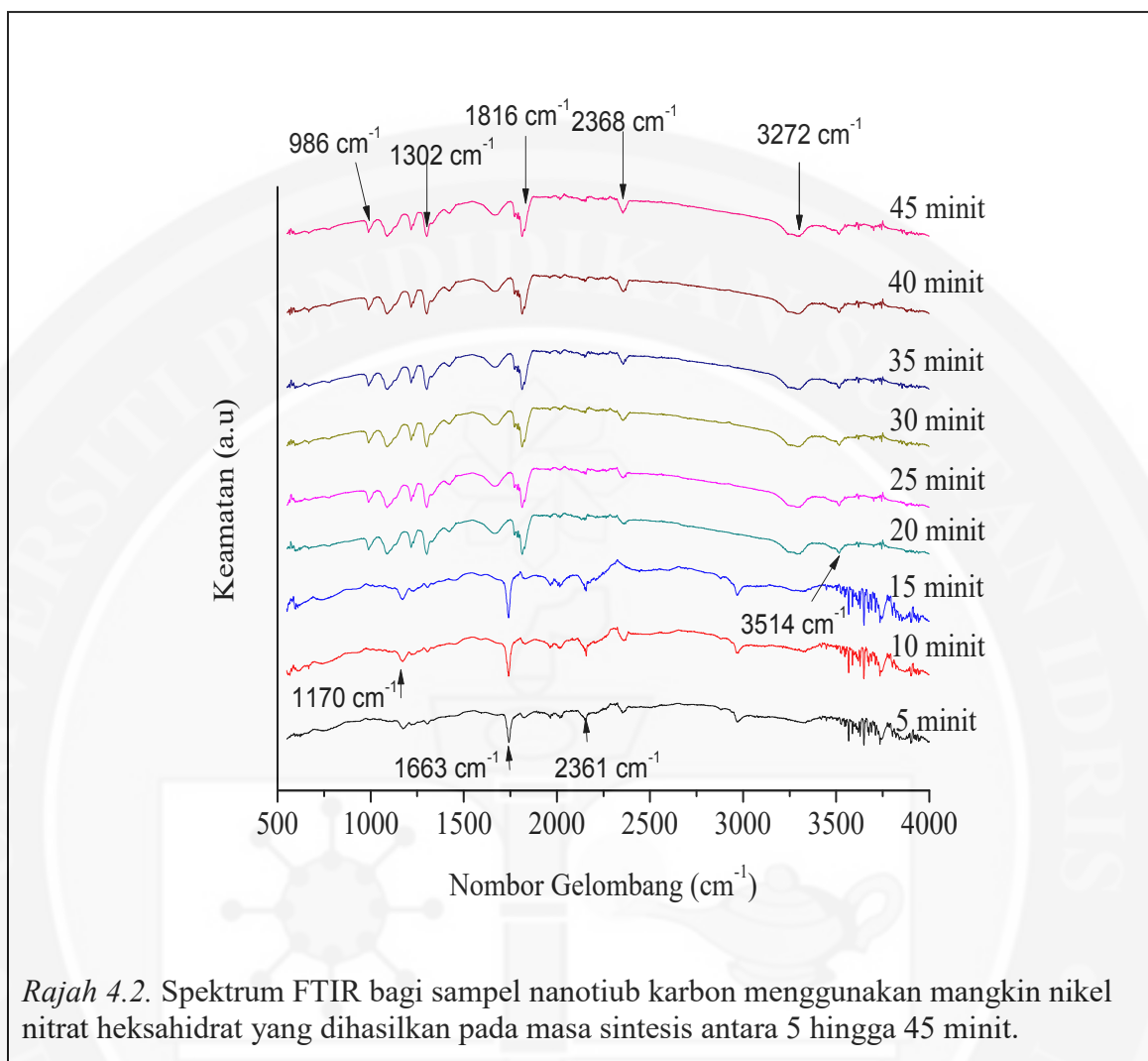
Ringkasan data Raman nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat pada masa sintesis yang berbeza (5-45 minit)

Sampel (minit)	Puncak G (cm^{-1})	Kelebaran G (cm^{-1})	Puncak D (cm^{-1})	Kelebaran D (cm^{-1})	Nisbah keamatan I_D/I_G
5	1586.83	80.35	1345.28	183.03	0.89
10	1592.55	74.24	1349.36	220.81	0.83
15	1599.82	61.64	1351.24	247.78	0.72
20	1596.05	68.87	1350.68	261.89	0.80
25	1594.88	70.46	1350.07	266.81	0.84
30	1595.29	71.47	1351.63	254.35	0.82
35	1594.27	73.36	1350.86	252.72	0.84
40	1594.02	74.56	1354.16	235.29	0.79
45	1591.71	78.10	1350.31	234.57	0.88

Rajah 4.2 menunjukkan spektrum FTIR bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam nikel nitrat heksahidrat pada masa sintesis 5 sehingga 45 minit. Julat yang diukur adalah antara $500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Daripada analisis, terdapat 10 puncak yang ketara iaitu, 1170, 1320, 1663, 1816, 1736, 2155, 2361, 2972, 3272 dan 3514 cm^{-1} . Puncak yang berada 1170, 1320, 1663, 1816, 1736, 2155, 2361 dan 2972 cm^{-1} menunjukkan kehadiran kumpulan berfungsi Si-O-Si, C=C, C-H dan C-O dan dapat dikesan menerusi sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada masa sintesis 5-

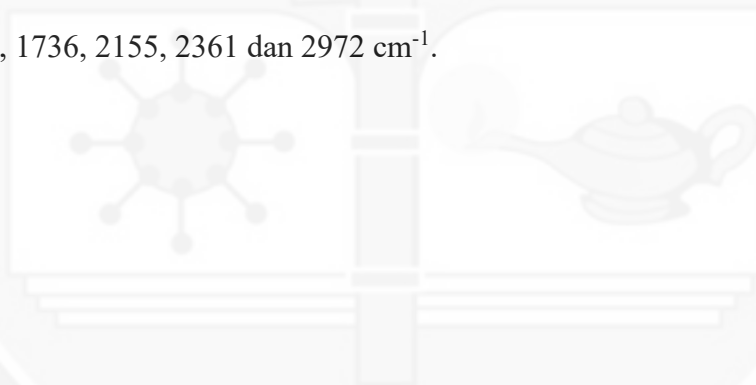
15 minut. Ikatan C=C dan C-H menunjukkan kehadiran nanotiub karbon berdinding ganda dan karbon amorfus (Misra, Tyagi, Singh dan Misra, 2006). Kehadiran kumpulan berfungsi Si-O-Si dapat dikesan disebabkan penggunaan silikon sebagai substrat bagi pertumbuhan nanotiub karbon. Manakala, sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada masa sintesis 20-45 minut menunjukkan puncak yang ketara pada 3272 dan 3514 cm^{-1} . Puncak antara 3272 dan 3514 cm^{-1} menunjukkan kehadiran kumpulan berfungsi hidroksil (O-H). Keamatan puncak ini (ikatan O-H) adalah ketara bagi sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada masa sintesis 20-45 minut. Getaran O-H dikaitkan dengan karbon amorfus di mana karbon amorfus mudah membentuk suatu ikatan dengan atmosfera udara (E. Titus et al., 2006).





Teknik pemendapan wap kimia haba digunakan bagi mengkaji kesan perubahan masa sintesis terhadap pertumbuhan nanotub karbon. Dapat diperhatikan dengan penggunaan masa sintesis yang rendah antara 5 sehingga 15 minit dapat menghasilkan nanotub karbon yang baik dengan tiub yang panjang, diameter yang rendah dan juga kualiti nanotub karbon yang baik berbanding dengan penggunaan masa sintesis yang tinggi iaitu antara 20 sehingga 45 minit dengan tiub yang besar, diameter yang besar dan

kualiti nanotub karbon yang rendah kualitasnya. Hasil dapatan FESEM, menunjukkan diameter nanotub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis 15 minit adalah kecil iaitu, 30-62 nm. Ini menunjukkan masa sintesis 15 minit adalah sesuai dan cukup dalam proses penguraian molekul seterusnya menghasilkan nanotub karbon yang baik. Manakala kualiti nanotub karbon juga dianalisis menggunakan spektroskopi-mikro Raman dan hasil dapatan Raman menunjukkan bahawa kualiti sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada masa sintesis 15 minit telah memberi nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah iaitu 0.72. Nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah terhasil daripada struktur nanotub karbon yang berkualiti dengan penghasilan diameter yang kecil. Hasil dapatan FTIR pula menunjukkan kehadiran kumpulan berfungsi yang utama seperti Si-O-Si, C=C, C-H dan C-O. Ikatan molekul ini dapat dikenalpasti pada puncak di 1170, 1320, 1663, 1816, 1736, 2155, 2361 dan 2972 cm^{-1} .



4.2 Kesan Mangkin Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Monologam (Nikel Nitrat Heksahidrat, Ferum Nitrat Heksahidrat dan Kobalt (II) Nitrat Heksahidrat)

Penggunaan garam kobalt nitrat heksahidrat sebagai mangkin dapat meningkatkan tahap kualiti pertumbuhan nanotiub karbon dan dapat memecahkan kumpulan keton dan nitrat menjadi sebatian dalam penghasilan nanotiub karbon berdinding ganda (Gomez, Marquez, Perez dan Moller, 2012). Pengkaji Ugarte (Ugarte, Stockli, Bonard, Chatelai dan Heer., 1998) mengkaji penggunaan logam nitrat dan didapati penggunaan logam nitrat dalam penghasilan nanotiub karbon dapat mempengaruhi proses termodinamik makroskopik.

Rajah 4.3 (a)-(f) menunjukkan imej FESEM bagi sampel nanotiub karbon dengan menggunakan tiga mangkin monologam yang berbeza iaitu nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat pada suhu sintesis 750°C. Dapat diperhatikan, pada Rajah 4.3 (a), (c) dan (e) iaitu imej FESEM bagi struktur nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam iaitu nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat menunjukkan kepadatan nanotiub karbon yang berbeza. Kelihatan kepadatan sampel nanotiub karbon yang tinggi dapat dilihat pada sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat. Nanotiub karbon ditumbuhkan menggunakan pemendapan wap kimia haba adalah disebabkan interaksi Van der Waals antara tiub (E. Titus et al., 2007). Pertumbuhan nanotiub karbon secara menyeluruh di atas permukaan

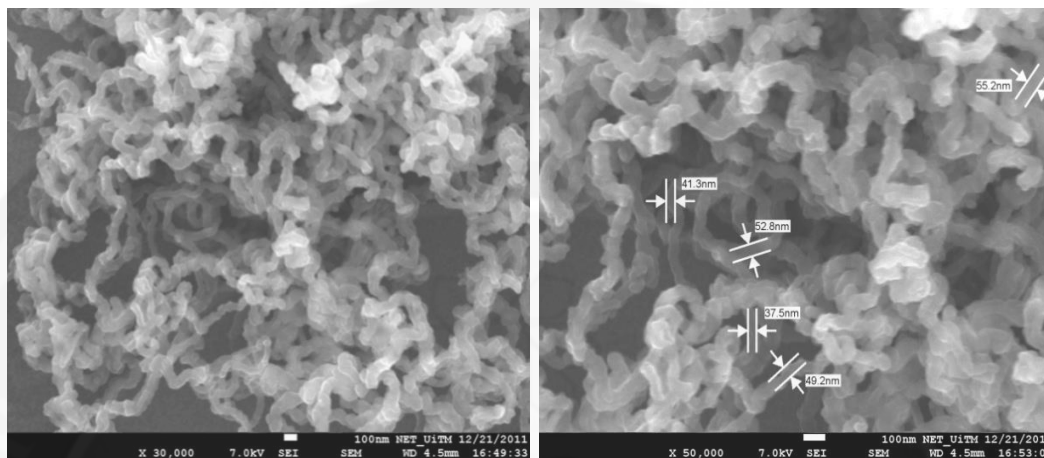
substrat dapat dilihat pada sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan ferum nitrat heksahidrat yang mana terdapat ruang kosong diatas permukaan substrat. Walau bagaimanapun, ketiga-tiga sampel menunjukkan kehadiran karbon amorfos dan tiub yang terhasil pada ketiga-tiga sampel ini juga adalah panjang dan bengkok.

Pada Rajah 4.3 (b), diameter nanotub karbon bagi sampel yang disintesis menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat menghasilkan diameter yang lebih kecil iaitu 38-55 nm berbanding dengan diameter nanotub karbon yang disintesis menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat iaitu 61-80 nm dan 38-59 nm (Rajah 4.3 (d) dan (f)). Julat ralat bagi diameter nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat adalah $38.0-55.0 \pm 0.1$ nm, $61.0-80.0 \pm 0.1$ nm dan $38.0-59.0 \pm 0.1$ nm.

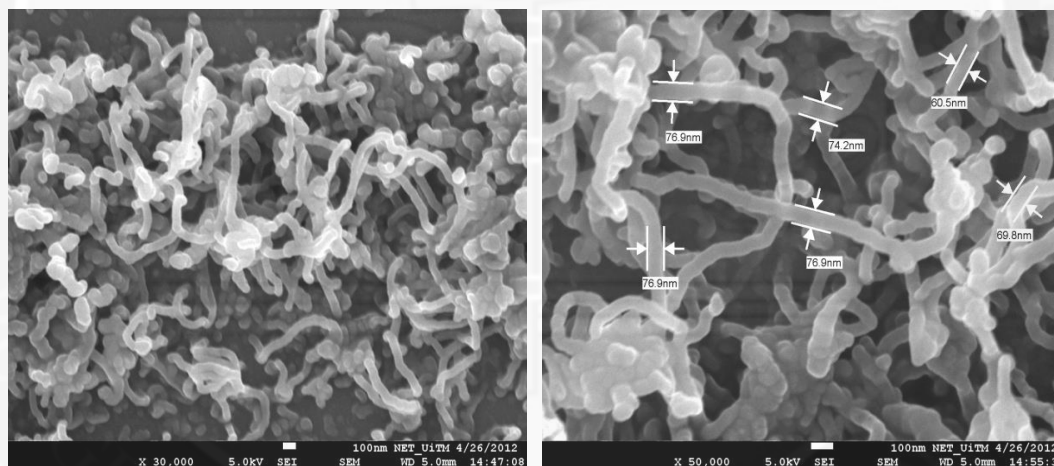
Katalitik wap kimia haba dengan menggunakan logam peralihan seperti ferum nitrat heksahidrat, kobalt nitrat heksahidrat dan nikel nitrat heksahidrat sebagai mangkin dapat membawa kepada pembentukan karbon nanobahan pada permukaan substrat dan sumber karbon yang sesuai. Malah, aktiviti mangkin juga terhadap sistem logam sokongan bergantung kepada pelbagai faktor iaitu dari segi saiz dan penyebaran pemangkin logam untuk komposisi kimia wap (Manocha, Valand dan Manocha, 2005). Dimensi partikel mangkin menentukan diameter dan struktur nanotub karbon yang

dihasilkan menggunakan teknik pemedapan wap kimia haba (Moshkalyov, Moreau, Guttierrez, Cotta dan Swart, 2004). Penghasilan diameter yang besar menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat adalah disebabkan aktiviti mangkin yang tidak stabil semasa pertumbuhan nanotiub karbon. Kesan saiz partikel mangkin juga memainkan peranan yang penting dalam penghasilan diameter nanotiub karbon yang besar (Lee, Jeong dan Yu, 2002). Apabila saiz partikel mangkin kecil, maka molekul karbon akan menyerap ke atas permukaan mangkin dengan mudah seterusnya kepada tempat pertumbuhan dengan masa yang cepat dan ini dapat meningkatkan kadar pertumbuhan nanotiub karbon. Interaksi antara partikel nano pemangkin dan substrat berlaku samada interaksi secara fizikal atau kimia. Interaksi secara fizikal berlaku apabila saiz partikel mangkin dikawal dengan kehadiran keliangan pada substrat. Manakala interaksi secara kimia adalah interaksi antara partikel mangkin dan substrat semasa proses pembentukan mangkin (Anne-Claire Dupis, 2005; Hosseini dan Taleshi, 2010). Hal ini dapat dibuktikan berdasarkan diameter iaitu, nanotiub karbon yang disintesis menggunakan mangkin nikel nitrat menunjukkan struktur nanotiub karbon yang lebih baik berbanding dengan struktur nanotiub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat (Omar Oncel dan Yuda Yurum, 2006). Jadual 4.2 menunjukkan secara ringkas diameter bagi nanotiub karbon yang disintesis menggunakan ketiga-tiga mangkin monologam iaitu nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat.

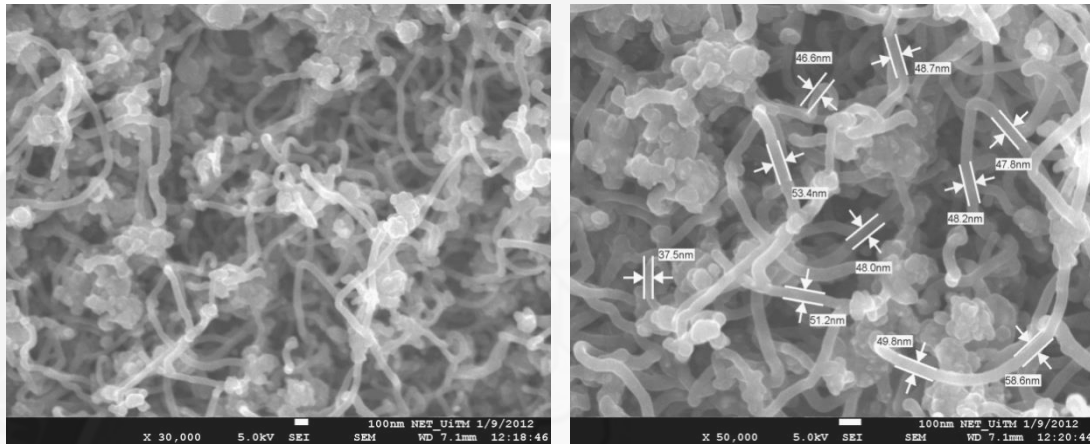
(a) Nikel nitrat heksahidrat (30K X) (b) Nikel nitrat heksahidrat (50K X)



(c) Ferum nitrat heksahidrat (30K X) (d) Ferum nitrat heksahidrat (50K X)



(e) Kobalt (II) nitrat heksahidrat (30K X) (f) Kobalt (II) nitrat heksahidrat (50K X)



Rajah 4.3. Imej FESEM bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (a)-(b) nikel nitrat heksahidrat, (c)-(d) ferum nitrat heksahidrat dan (e)-(f) kobalt (II) nitrat heksahidrat.

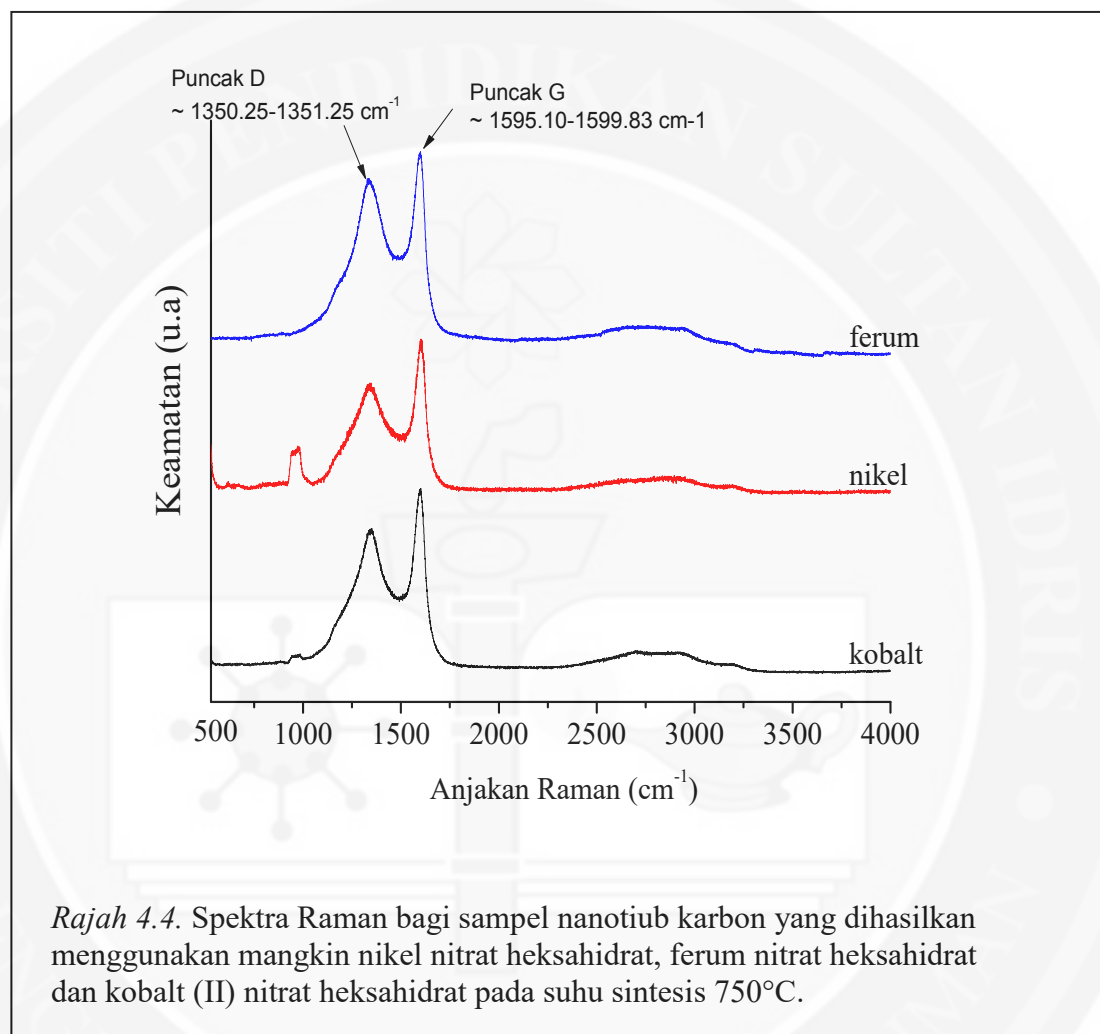
Jadual 4.2

Diameter nanotub karbon bagi sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat

Sampel	Diameter nanotub karbon (nm)
Nikel nitrat heksahidrat	38-55
Ferum nitrat heksahidrat	61-80
Kobalt (II)nitrat heksahidrat	38-59

Sampel nanotub karbon kemudiannya dianalisis menggunakan spektroskopi mikro-Raman seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.4. Melalui spektra Raman, nilai puncak D, G dan nisbah keamatan puncak (I_D/I_G) dapat diperhatikan. Dua puncak iaitu D dan G adalah antara $1350.25-1351.25 \text{ cm}^{-1}$ dan $1595.10-1599.83 \text{ cm}^{-1}$ bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin monologam. Tahap kehabluran dapat ditentukan melalui nisbah I_D/I_G (Eklund, Holden dan Jishi., 1995). Melalui pengiraan nisbah keamatan I_D/I_G telah menunjukkan sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat menghasilkan nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah iaitu 0.71. Ini diikuti dengan sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat menghasilkan nisbah keamatan I_D/I_G iaitu 0.77 dan 0.89. Nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang tinggi menunjukkan kandungan karbon amorfus dan kecacatan pada struktur nanotub karbon juga meningkat

(Ho Jung, Hyo Boo dan Hong., 2004). Nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang tinggi juga adalah disebabkan penghasilan diameter nanotub karbon yang besar



Jadual 4.3

Ringkasan data Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat

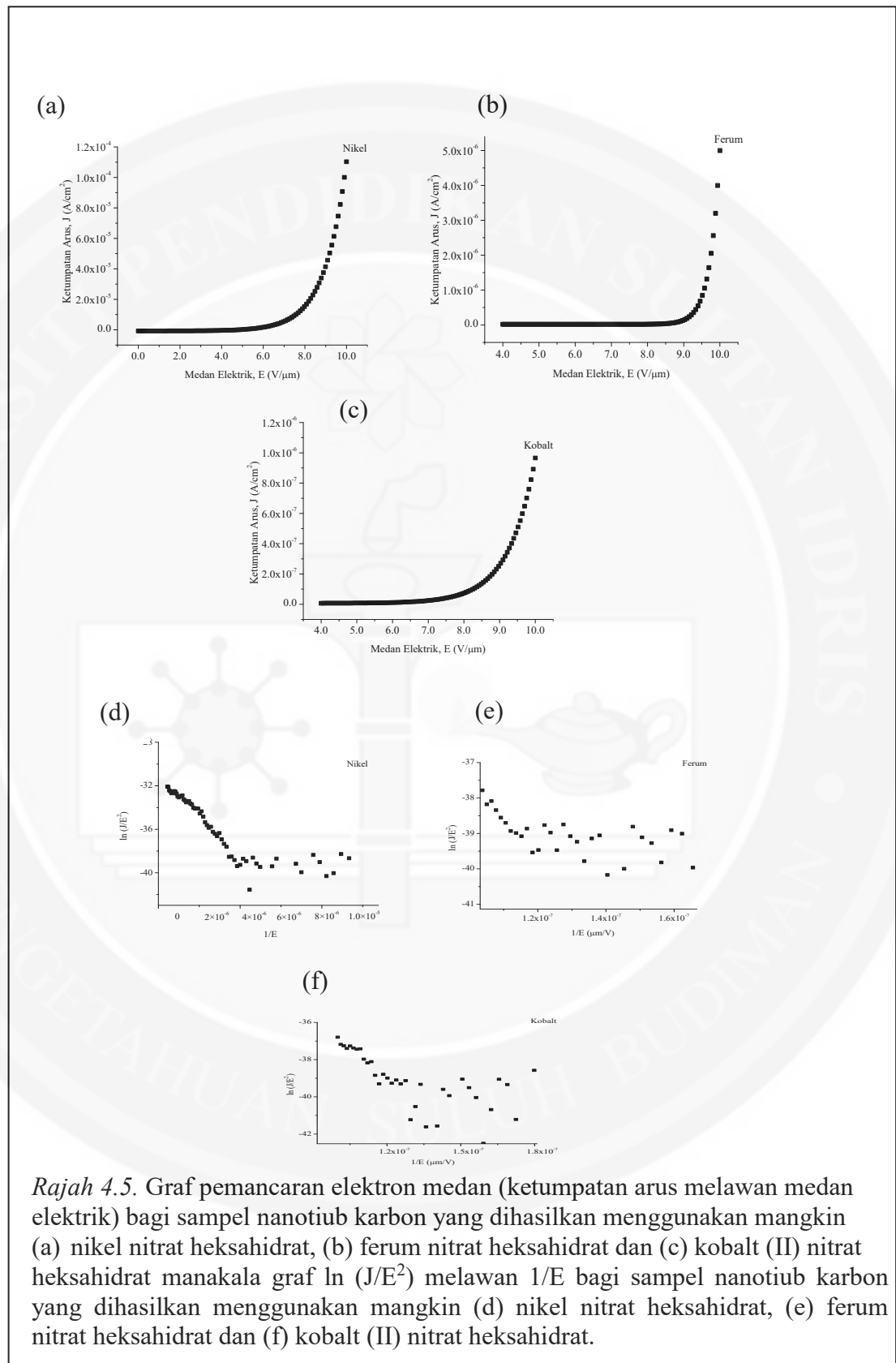
Sampel	Puncak G (cm ⁻¹)	Kelebaran G (cm ⁻¹)	Puncak D (cm ⁻¹)	Kelebaran D (cm ⁻¹)	Nisbah keamatan I _D /I _G
Nikel nitrat heksahidrat	1599.83	61.64	1351.25	247.78	0.71
Ferum nitrat heksahidrat	1593.90	68.06	1350.52	254.27	0.89
Kobalt (II) nitrat heksahidrat	1595.10	66.30	1350.65	245.64	0.77

Sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat dikaji menerusi kemampuan sampel bagi pemancaran elektron medan seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.5 (a)-(c). Medan mula pancar dan medan ambang ditakrifkan sebagai medan elektrik yang diperlukan bagi mengekstrak ketumpatan arus sebanyak 0.01 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Pentakrifan medan mula pancar ini adalah sama dengan laporan Hui Zhang (Hui Zhang, Dong Hoon Shin, Heon Sang Lee, and Cheol Jin Lee, 2007). Menurut laporan Hui Zhang, nanotiub karbon tunggal yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam iaitu ferum-mobalt/magnesium oksida menghasilkan nilai mula pancar 1.0 V/ μm pada ketumpatan arus sebanyak 0.01 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ (Hui Zhang, Dong Hoon Shin, Heon Sang Lee, and Cheol Jin Lee, 2007). Rajah 4.5 (a) menunjukkan graf lengkung bagi sampel

nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat. Nilai medan mula pancar yang terhasil adalah rendah iaitu $4.72 \text{ V}/\mu\text{m}$ berbanding dengan sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat iaitu 8.12 dan $6.39 \text{ V}/\mu\text{m}$ (Rajah 4.5 (b) dan (c)). Julat nilai ralat bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) heksahidrat adalah $4.72 \pm 0.01 \text{ V}/\mu\text{m}$, $8.12 \pm 0.01 \text{ V}/\mu\text{m}$ dan $6.39 \pm 0.01 \text{ V}/\mu\text{m}$.

Maka dengan itu, dicadangkan dengan penghasilan nilai medan mula pancar yang tinggi pada sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat adalah disebabkan kehadiran karbon amorfus dan tahap kecacatan pada struktur nanotiub karbon yang tinggi. Manakala nilai medan ambang bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat adalah rendah iaitu $5.03 \text{ V}/\mu\text{m}$ berbanding dengan sampel nanotiub karbon dihasilkan menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat iaitu di sekitar 9.00 dan $8.29 \text{ V}/\mu\text{m}$. Kepadatan sampel yang rendah dapat memberi kesan terhadap medan mula pancar seterusnya menghasilkan arus yang rendah. Manakala, kepadatan sampel yang tinggi dapat menghasilkan arus yang tinggi (Bonard et al., 2001). Nilai maksimum ketumpatan arus bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat adalah $0.110 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Manakala sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat adalah 0.005 dan $0.01 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Rajah 4.5 (d)-(f) menunjukkan graf $\ln (J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan

menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat. Dapat diperhatikan, bahawa graf $\ln (J/E^2)$ melawan $1/E$ menunjukkan garis lurus. Graf linear ini mematuhi hukum F-N berdasarkan formula F-N seperti dinyatakan pada persamaan (1) iaitu $J = A \beta^2 E^2 / \varphi \exp (-B\varphi^{3/2}/\beta E)$ di mana pemalar $A = 1.54 \times 10^{-6} \text{ AV}^{-2}\text{eV}$ dan pemalar $B = 6.83 \times 10^9 \text{ eV}^{-3/2}\text{Vm}^{-1}$ (Srivastava et al, 2006). Jadual 4.4 menunjukkan ringkasan data pemancaran elektron medan dan nilai faktor peningkatan (β). Graf $\ln (J/E^2)$ melawan $1/E$ dengan kecerunan $B\varphi^{3/2}/\beta$ dimana $m = B\varphi^{3/2}/\beta$, maka dengan itu, $\beta = B\varphi^{3/2}/m$ dan nilai $\varphi \sim 5 \text{ eV}$ (Kumar, Kakamu, Okazaki dan Ando et al., 2004). Nilai β bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat adalah masing-masing 1369, 1349 dan 1366. Rajah 4.5 (f) menunjukkan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat yang menghasilkan nilai β yang paling tinggi. Nilai β yang tinggi adalah disebabkan oleh ciri-ciri struktur nanotub karbon di mana tiub berbentuk silinder dan jejari hujung tiub yang kecil (Bonard et al., 1998). Dapat diperhatikan nilai medan mula pancar dan nilai medan ambang adalah rendah berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan nikel nitrat heksahidrat.



Rajah 4.5. Graf pemancaran elektron medan (ketumpatan arus melawan medan elektrik) bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (a) nikel nitrat heksahidrat, (b) ferum nitrat heksahidrat dan (c) kobalt (II) nitrat heksahidrat manakala graf $\ln(J/E^2)$ melawan $1/E$ bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (d) nikel nitrat heksahidrat, (e) ferum nitrat heksahidrat dan (f) kobalt (II) nitrat heksahidrat.

Jadual 4.4

Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat

Sampel	Medan mula pancar ($V/\mu\text{m}$) pada $0.01 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Medan ambang ($V/\mu\text{m}$) pada $0.1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Ketumpatan arus maksimum (mA/cm^2)	Nilai β
Nikel nitrat heksahidrat	4.72	5.03	0.110	1369
Ferum nitrat heksahidrat	8.12	9.00	0.005	1366
Kobalt (II)nitrat heksahidrat	6.39	8.29	0.001	1349

Kesimpulannya, sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat mempunyai kualiti yang lebih baik berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat. Sedemikian juga, diameter nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat adalah lebih kecil (38-55 nm) daripada nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat iaitu 38-59 dan 61-80 nm. Kesan saiz partikel juga dapat mempengaruhi penghasilan diameter nanotub karbon yang besar. Berdasarkan spektrum Raman, nisbah keamatan I_D/I_G daripada mangkin yang dihasilkan menggunakan nikel nitrat heksahidrat (0.71) adalah lebih rendah berbanding dengan mangkin nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum

nitrat heksahidrat iaitu 0.77 dan 0.89. Nilai I_D/I_G yang tinggi dipengaruhi oleh diameter nanotub karbon yang besar dan kehadiran karbon amorfus yang banyak. Ini adalah kerana dengan kehadiran karbon amorfus dan tahap kecacatan pada struktur nanotub karbon dapat mempengaruhi tahap kehabluran yang rendah. Kecacatan yang disumbang oleh amorfus karbon akan merendahkan nilai nisbah I_D/I_G .

Kemampuan pemancaran elektron juga dianalisis dan didapati nilai medan mula pancar bagi sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat menghasilkan nilai medan mula pancar yang rendah iaitu $4.72 \text{ V}/\mu\text{m}$ berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat iaitu 6.39 dan $8.12 \text{ V}/\mu\text{m}$ pada $0.01 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Manakala nilai medan ambang bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat, kobalt (II) nitrat heksahidrat dan ferum nitrat heksahidrat adalah masing-masing 5.03 , 8.29 dan $9.00 \text{ V}/\mu\text{m}$ pada $0.1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Bagi sampel yang ditumbuhkan daripada nikel nitrat heksahidrat, ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II) nitrat heksahidrat menunjukkan nilai β antara 1349-1369.

4.3 Kesan Mangkin Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Bilogam (Ferum-Nikel dan Ferum-Kobalt)

Penggunaan bilogam dapat memberi kesan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon. Ini adalah kerana dengan kombinasi kedua-dua mangkin dapat meningkatkan tahap tenaga pengaktifan. Menurut penyelidik Goddard (Deng, Xu dan Goddard, 2004), pertumbuhan nanotiub karbon melalui dua peringkat dimana dalam kombinasi kedua-dua mangkin itu, salah satu mangkin itu berperanan untuk penukleusan manakala yang lain berperanan dalam proses pertumbuhan nanotiub karbon.

Kajian ini diteruskan dengan mengkaji kesan pertumbuhan nanotiub karbon dengan menggunakan mangkin bilogam iaitu, ferum-nikel dan ferum-kobalt. Dalam kajian ini, komposisi ferum-nikel dan ferum-kobalt yang digunakan adalah nisbah 1:1. Larutan yang digunakan bagi melarutkan garam ferum-nikel dan garam ferum-kobalt adalah larutan etanol. Daripada hasil dapatan simulasi molekul, mencadangkan bahawa sifat unik yang ada pada pemangkin nanopartikel bilogam dengan kehadiran logam yang berbeza memainkan peranan yang penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon (Deng, Xu dan Goddard. 2004). Sebagai contohnya pengkaji Wei Hung Chiang (Wei Hung Chiang dan R. Mohan Sankaran, 2008) mengkaji penggunaan mangkin bilogam Fe-Ni terhadap pertumbuhan nanotiub karbon menggunakan pendekatan fasa gas bagi mengkaji komposisi nanopartikel bilogam dengan menggunakan saiz partikel yang tertentu (Wei Hung Chiang dan R. Mohan Sankaran, 2008). Penggunaan mangkin bilogam juga dapat menghasilkan kuantiti dan kualiti nanotiub karbon berganda yang baik (Mukul Kumar

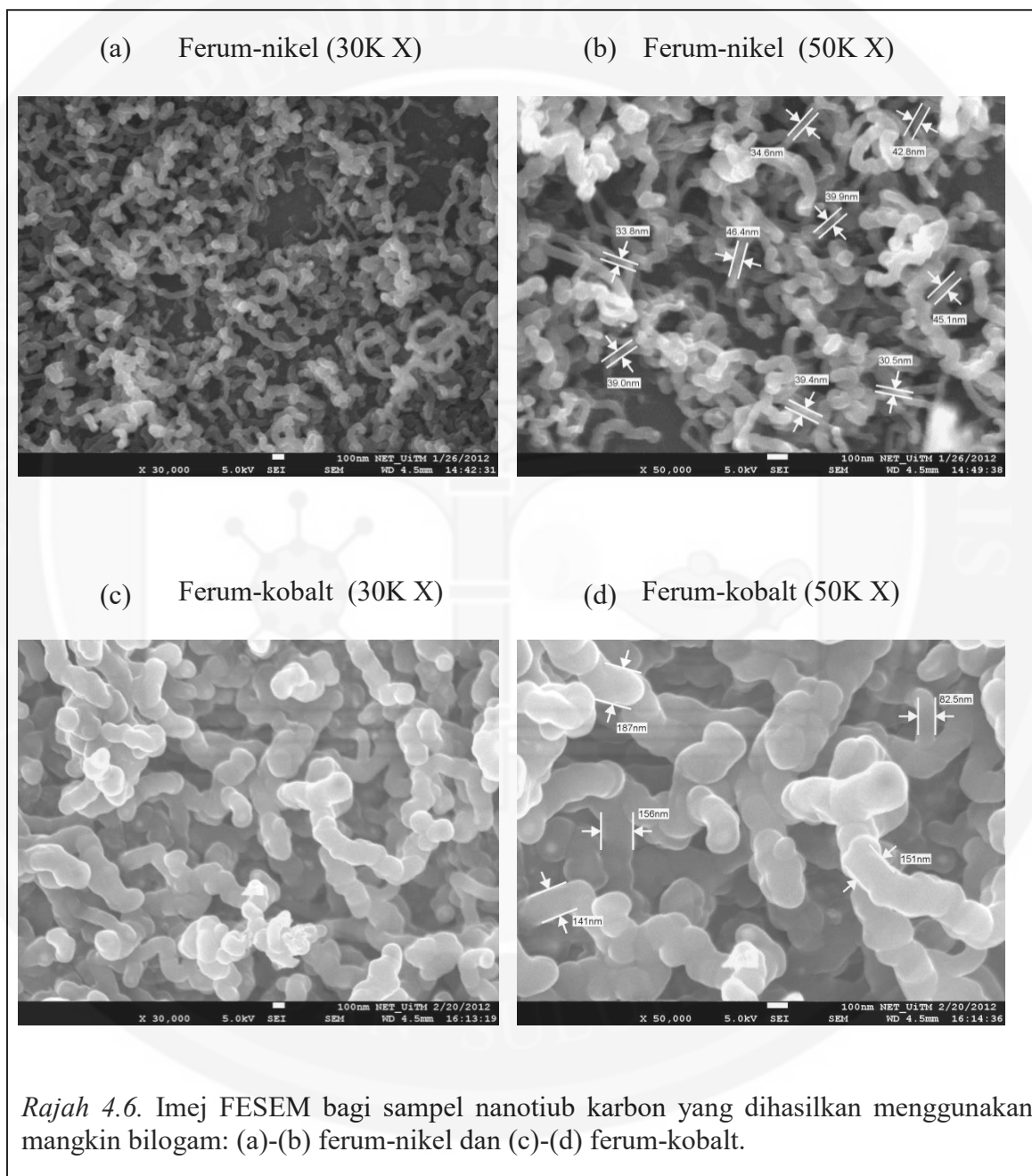
dan Yoshinori Ando, 2010). Kajian terhadap penggunaan mangkin bilogam Fe-Co dilakukan oleh pengkaji Mhlanga (Mhlanga, Sabelo Dalton, 2009) dan didapati melalui hasil dapatan menunjukkan penggunaan mangkin Fe-Co dapat menghasilkan nanotub karbon berganda. Kajian ini juga mengkaji menggunakan tiga kaedah iaitu pengisitepuan basah (IMP), pemendapan (DP) dan kaedah micelle terbalik (RM). Kajian ini juga mengkaji kesan penggunaan masa sintesis terhadap pertumbuhan nanotub karbon (Mhlanga, Sabelo Dalton, 2009).

Berdasarkan imej FESEM pada Rajah 4.6 (a) dan (c), kelihatan nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt menunjukkan kepadatan nanotub karbon yang hampir sama di mana kelihatan pertumbuhan nanotub karbon tumbuh secara penuh di atas permukaan substrat silikon. Dapat diperhatikan pada Rajah 4.6 (a), perbezaan tiub yang dihasilkan bagi sampel nanotub karbon menggunakan mangkin ferum-nikel adalah lebih panjang dan berdiameter kecil berbanding dengan tiub yang pendek dan besar bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt seperti yang ditunjukkan pada Rajah 4.6 (c). Penggumpalan tiub jelas kelihatan pada sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel. Walau bagaimanapun, terdapat persamaan dari segi pertumbuhan nanotub karbon iaitu didapati pertumbuhan nanotub karbon adalah tidak sejajar bagi kedua-dua sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt.

Diameter nanotiub karbon bagi kedua-dua sampel yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt adalah dalam julat 31-47 nm dan 83-187 nm. Julat ralat diameter nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin Ferum-nikel adalah didapati $31.0-47.0 \pm 0.1$ nm manakala julat ralat diameter nanotiub karbon menggunakan mangkin Ferum-kobalt adalah $83.0-187.0 \pm 0.1$ nm. Selain itu, Jadual 4.5 menunjukkan ringkasan data diameter bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam iaitu ferum-nikel dan ferum-kobalt.

Hasil kajian ini telah menunjukkan sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel mempunyai diameter yang lebih kecil berbanding dengan sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt. Diameter nanotiub karbon yang kecil kelihatan kepadatan nanotiub karbon juga adalah tinggi berserta dengan nanotiub karbon yang dihasilkan adalah bengkok (Ph. Mauron et al., 2002). Ini juga dapat dicadangkan dengan penghasilan diameter nanotiub karbon yang kecil adalah disebabkan aktiviti mangkin dan penguraian molekul karbon adalah stabil semasa berlakunya proses pertumbuhan nanotiub karbon. Penguraian mangkin molekul karbon pada permukaan logam diikuti dengan resapan atom karbon yang dihasilkan sama ada di permukaan atau dalam logam zarah. Suhu pertumbuhan, serta saiz zarah, menentukan had kelarutan karbon dalam zarah logam (Arnaud Magrez, Jin Won Seo, Rita Smajda Marijana Mionic dan Laszlo Forro, 2010). Aktiviti mangkin dan penguraian molekul yang baik dapat mendorong dan meningkatkan pertumbuhan nanotiub karbon. Hasil dapatan kajian ini adalah sama dengan hasil dapatan kajian daripada laporan Huang et al. (Huang, Wang, Wen, Sennett, Gibson dan Ren, 2002). Daripada hasil kajian Huang

et al, menunjukkan mangkin yang dihasilkan menggunakan ferum-nikel menghasilkan nanotub karbon yang baik dengan penghasilan diameter nanotub karbon yang kecil (Huang, Wang, Wen, Sennett, Gibson dan Ren, 2002).

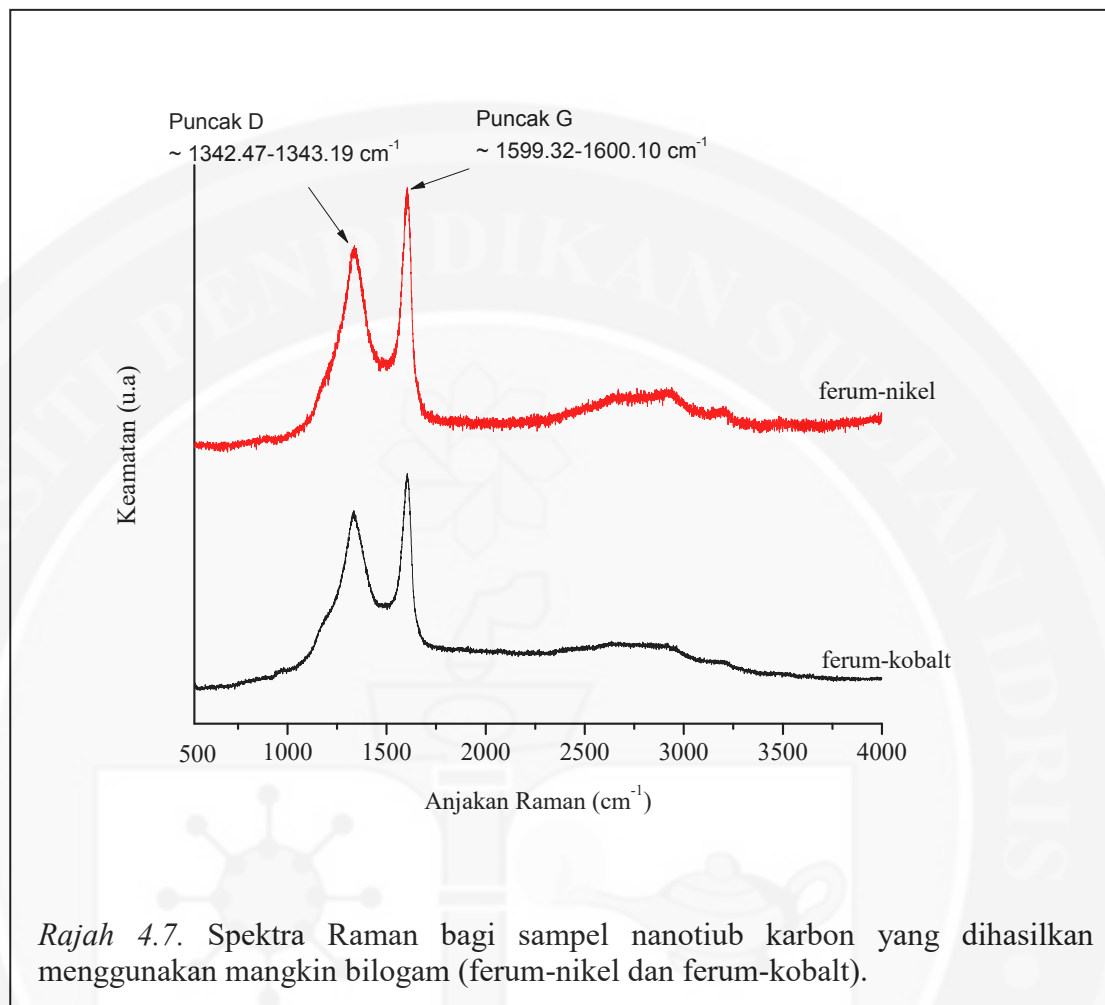


Jadual 4.5

Ringkasan diameter bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)

Sampel	Diameter nanotub karbon (nm)
Ferum-nikel	31-47
Ferum-kobalt	83-187

Sampel nanotub karbon dianalisis menggunakan spektroskopi mikro-Raman bagi mengkaji tahap penghabluran dan kualiti sampel. Rajah 4.7 menunjukkan dua puncak utama iaitu, puncak D dan G iaitu pada $1342.47\text{-}1343.19\text{ cm}^{-1}$ dan $1599.32\text{-}1600.10\text{ cm}^{-1}$. Nisbah keamatan I_D/I_G dikira bagi menentukan tahap penghabluran nanotub karbon. Nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel menghasilkan nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah iaitu pada 0.70 berbanding nisbah keamatan I_D/I_G bagi nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt (0.79) seperti yang diringkaskan dalam Jadual 4.6. Nilai keamatan I_D/I_G yang tinggi adalah disebabkan kehadiran karbon amorfus dan nilai keamatan I_D/I_G yang tinggi juga berkait rapat dengan peningkatan nilai puncak D (Joydip Segupta dan Chacko Jacob, 2009).



Jadual 4.6

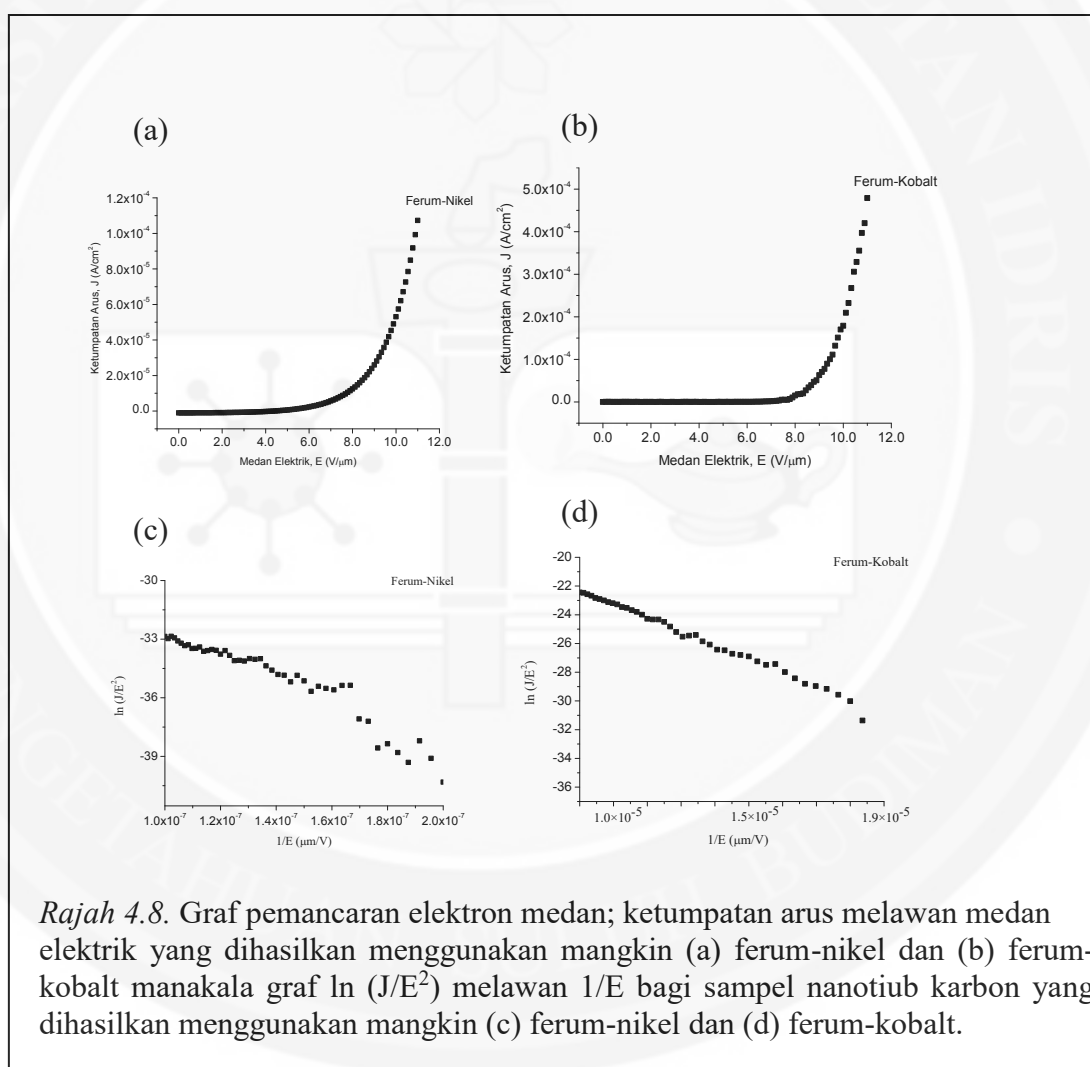
Ringkasan data Raman menunjukkan puncak D, G, kelebaran D, G dan nisbah I_D/I_G yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel dan ferum-kobalt)

Sampel	Puncak G (cm^{-1})	Kelebaran G (cm^{-1})	Puncak D (cm^{-1})	Kelebaran D (cm^{-1})	Nisbah keamatan I_D/I_G
Ferum-nikel	1599.32	60.46	1342.47	191.39	0.70
Ferum-kobalt	1600.10	70.72	1343.19	210.01	0.79

Rajah 4.8 (a)-(b) menunjukkan graf pemancaran elektron medan bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt. Manakala Jadual 4.7 menunjukkan ringkasan data pemancaran elektron medan. Dapat diperhatikan melalui Rajah 4.8 (a)-(b) nilai medan mula pancar bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt adalah masing-masing 5.32 dan 6.32 $\text{V}/\mu\text{m}$. Ini menunjukkan nilai medan mula pancar bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel adalah rendah berbanding dengan sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt. Penghasilan karbon amorfus yang rendah dapat meningkatkan sifat pemancaran medan elektron (Zeng et al., 2006).

Nilai medan ambang bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt adalah 7.76 dan 7.88 $\text{V}/\mu\text{m}$. Nilai ketumpatan arus bagi kedua-dua sampel adalah 0.11 dan 0.48 mA/cm^2 . Rajah 4.8 (c) dan (d)

menunjukkan graf $1/E$ melawan $\ln(J/E^2)$ di mana ianya mematuhi hukum F-N. Melalui graf $1/E$ melawan $\ln(J/E^2)$ nilai β dapat dikira. Faktor peningkatan, β adalah keupayaan pemancar dalam menentukan jumlah arus pemancaran (Cheng, T.C., Chen, P.Y. dan Wu, S.Y., 2012). Nilai β bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt adalah masing-masing 1297 dan 1699.



Jadual 4.7

Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt

Sampel	Medan mula pancar ($V/\mu\text{m}$) pada $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Medan ambang ($V/\mu\text{m}$) pada $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Ketumpatan arus maksimum (mA/cm^2)	Nilai β
Ferum-nikel	5.32	7.76	0.11	1297
Ferum-kobalt	6.32	7.88	0.48	1699

Secara ringkas, struktur nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam iaitu ferum-nikel dan ferum-kobalt dikaji bagi menentukan kesan mangkin bilogam terhadap pertumbuhan nanotiub karbon. Melalui analisis FESEM, dapat dilihat kedua-dua sampel menghasilkan kepadatan nanotiub karbon yang hampir sama di mana pertumbuhan nanotiub karbon kelihatan meliputi keseluruhan di atas permukaan substrat silikon. Dari segi diameter nanotiub karbon, diperhatikan nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel menghasilkan diameter paling kecil berbanding dengan mangkin ferum-kobalt. Penghasilan diameter nanotiub karbon yang kecil adalah disebabkan aktiviti mangkin yang stabil. Ferum-nikel telah menunjukkan tahap kehabluran yang baik dengan nisbah keamatan I_D/I_G (0.70) yang rendah. Manakala nilai medan mula pancar dan ambang bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel adalah rendah iaitu 5.32 dan 7.76 $V/\mu\text{m}$ berbanding dengan sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-kobalt

iaitu 6.32 dan 7.88 V/ μm , manakala nilai ketumpatan arus maksimum dan β bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel dan ferum-kobalt juga dikira iaitu 0.11 dan 0.48 mA/cm² dan nilai β adalah 1297 dan 1699. Maka dengan itu, sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan menggunakan mangkin ferum-nikel adalah sesuai dalam aplikasi pemancaran elektron medan berbanding dengan sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan dengan menggunakan mangkin ferum-kobalt.



4.4 Kesan Perubahan Suhu Sintesis Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon Menggunakan Mangkin Trilogam (Ferum-Nikel-Kobalt Nitrat Heksahidrat)

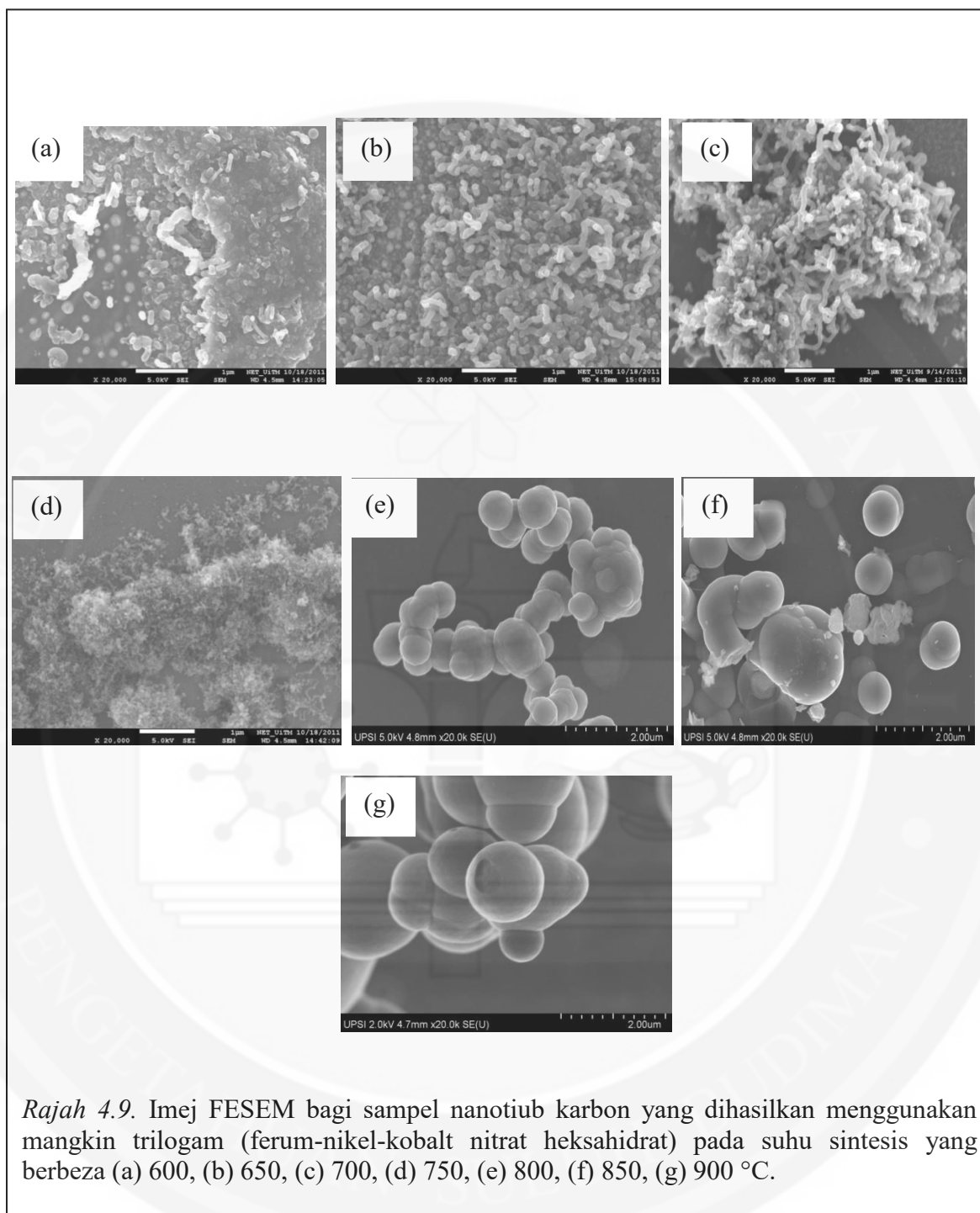
Kajian diteruskan dengan mengkaji kesan penggunaan mangkin trilogam iaitu, gabungan ketiga-tiga mangkin (ferum-nikel-kobalt nitrat heksahidrat) terhadap perubahan suhu sintesis iaitu antara 600-900 °C.

Dapat diperhatikan, kesemua sampel menunjukkan pertumbuhan nanotiub karbon adalah tidak sejajar. Rajah 4.9 (a) adalah bagi sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 600 °C iaitu jelas kelihatan tiub yang dihasilkan adalah pendek dan pertumbuhan nanotiub karbon adalah tidak sekata dengan penghasilan partikel karbon yang banyak. Hal ini demikian kerana, pada suhu sintesis ini aktiviti mangkin adalah ditahap rendah dan dapat memberi kesan kepada pertumbuhan nanotiub karbon (Ando dan Kumar, 2010). Peningkatan suhu sintesis antara 650, 700 dan 750 °C dapat dilihat melalui Rajah 4.9 (b), (c) dan (d) jelas kelihatan tiub yang dihasilkan pada suhu sintesis ini adalah lebih panjang dan kecil berbanding dengan tiub yang dihasilkan pada suhu sintesis 600 °C. Walau bagaimanapun dari segi ketumpatan sampel, sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 700 dan 750 °C menunjukkan ketumpatan nanotiub karbon yang hampir sama dengan pertumbuhan nanotiub karbon tumbuh secara penuh dan lebih padat pada permukaan substrat silikon berbanding dengan sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 800, 850 dan 900 °C (Rajah 4.9 (e), (f) dan (g)). Ini menunjukkan, pertumbuhan nanotiub karbon hanya dapat dilihat pada suhu sintesis 600, 650, 700 dan 750 °C manakala bagi sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 800, 850 dan 900 °C tidak

menunjukkan sebarang kehadiran nanotiub karbon kerana dengan peningkatan suhu sintesis, didapati permukaan substrat silikon telah dipenuhi oleh partikel karbon dan karbon amorfus.

Melalui imej FESEM, diameter nanotiub karbon bagi kesemua sampel dapat diukur. Jadual 4.8 menunjukkan ringkasan diameter nanotiub karbon bagi sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis yang berbeza iaitu antara 600-900 °C. Dapat diperhatikan diameter nanotiub karbon semakin besar dengan peningkatan suhu sintesis. Bagi sampel yang dihasilkan pada suhu sintesis 750 °C, dilihat menghasilkan diameter nanotiub karbon paling kecil iaitu antara 29-43 nm. Manakala penghasilan diameter yang besar dapat dilihat bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 800, 850 dan 900 °C iaitu antara 492, 746-758 dan 869 nm. Julat ralat bagi sampel yang disintesis menggunakan suhu sintesis 600-900 °C adalah $52.0-72.0 \pm 0.1$ nm, $85.0-111.0 \pm 0.1$ nm, $46.0-83.0 \pm 0.1$ nm, $29.0-43.0 \pm 0.1$ nm, 492.0 ± 0.1 nm, $746.0-758.0 \pm 0.1$ nm dan 869.0 ± 0.1 nm.

Suhu sintesis yang tinggi dapat meningkatkan kadar pertumbuhan nanotiub karbon. Selain itu, penyerapan dan kadar reaksi karbon juga meningkat dengan peningkatan suhu sintesis. Peningkatan suhu sintesis yang lebih tinggi menyebabkan kadar migrasi partikel mungkin juga semakin tinggi dan mengakibatkan penggumpalan tiub yang banyak dengan penghasilan saiz partikel yang besar dan seterusnya menghasilkan ketumpatan pertumbuhan nanotiub karbon yang rendah (Emmenegger et al., 2003).



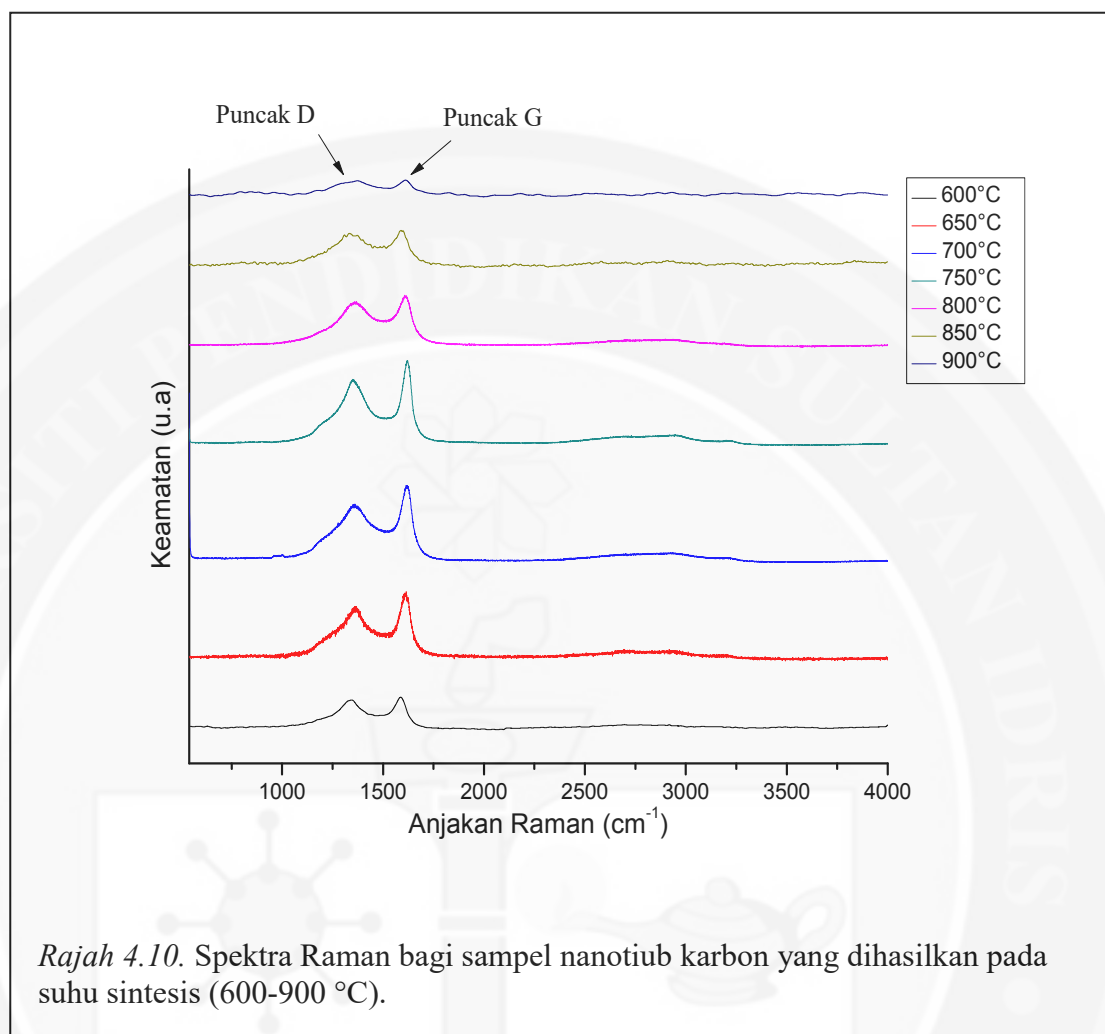
Jadual 4.8

Ringkasan data bagi diameter nanotiub karbon pada suhu sintesis (600-900 °C)

Sampel (°C)	Diameter nanotiub karbon (nm)	Bentuk nanotiub karbon
600	52-72	Tiub yang pendek, bulat
650	85-111	Tiub yang pendek, bulat
700	46-83	Tiub yang panjang, berlilit, tidak sejajar
750	29-43	Tiub yang kecil, berlilit, tidak sejajar
800	492	Bulat, saiz partikel yang besar
850	746-758	Bulat, saiz partikel yang besar
900	869	Bulat, saiz partikel yang besar

Spektroskopi mikro-Raman digunakan bagi mengenalpasti sesuatu bahan dan pencirian pelbagai bahan yang berstruktur nano (Mwakikunga, Haddad, Forbes, Arendse,

2008). Alat ini juga dapat menilai tahap kehabluran dan kecacatan pada struktur nanotub karbon. Kesemua sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 600 hingga 900 °C dianalisis menggunakan alat ini. Rajah 4.10 menunjukkan bahawa terdapat dua puncak yang ketara iaitu, 1342.94-1371.10 cm^{-1} dan 1583.62-1616.85 cm^{-1} . Puncak antara 1342.94-1371.10 cm^{-1} menunjukkan kecacatan dalam lapisan grafir manakala puncak antara 1583.62-1616.85 cm^{-1} menunjukkan fonon optik mod simetri E_{2g} dalam grafit dan dikenali sebagai mod tangen nanotub karbon (Li et al., 2005; Tan et al., 2002). Selain itu, nisbah keamatan I_D/I_G juga dapat dikira dan dapat diperhatikan bahawa sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu 750 °C menghasilkan nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang rendah manakala bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 900 °C menghasilkan nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang tinggi. Ringkasan data Raman bagi kesemua sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 600 sehingga 900 °C dapat diperhatikan dalam Jadual 4.9.



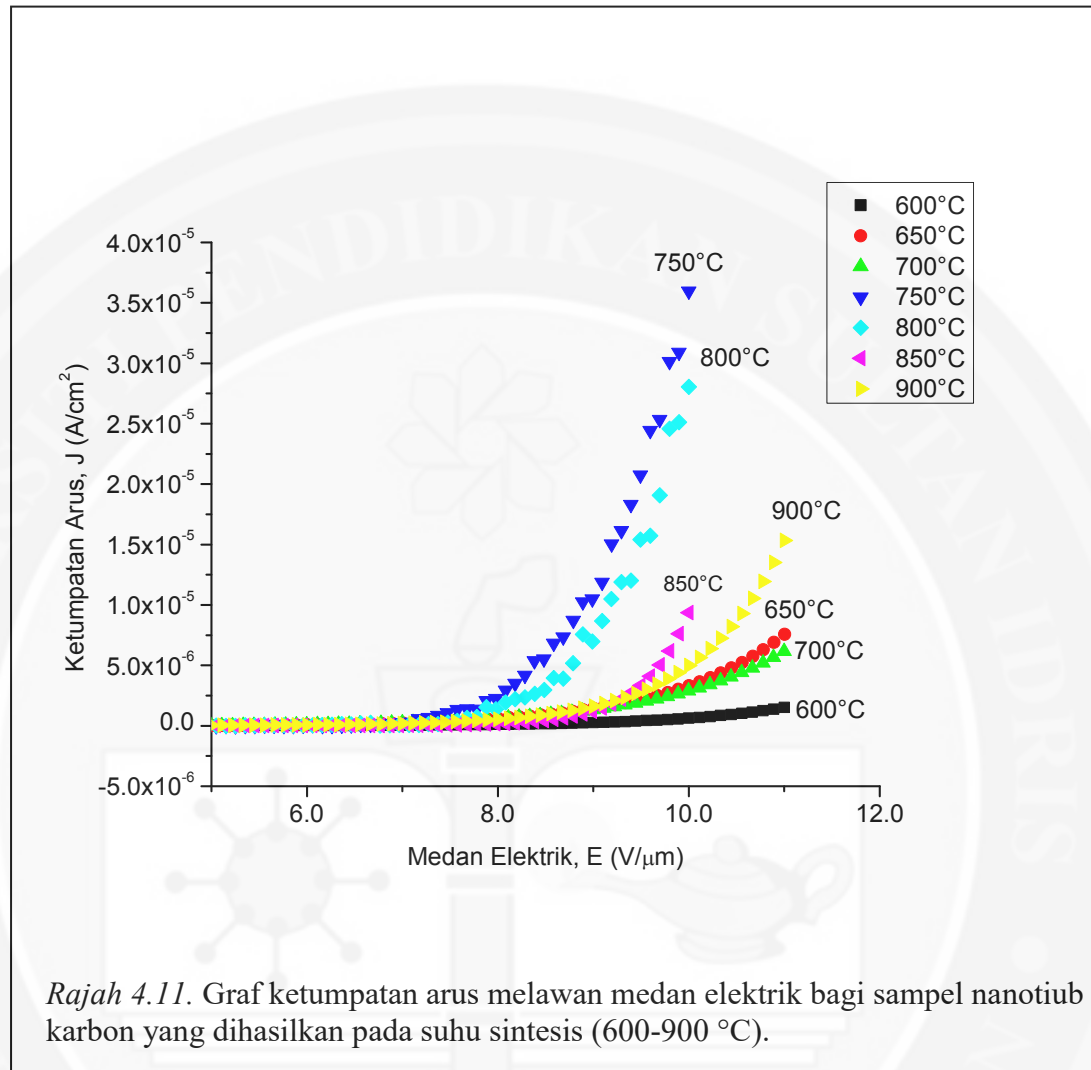
Jadual 4.9

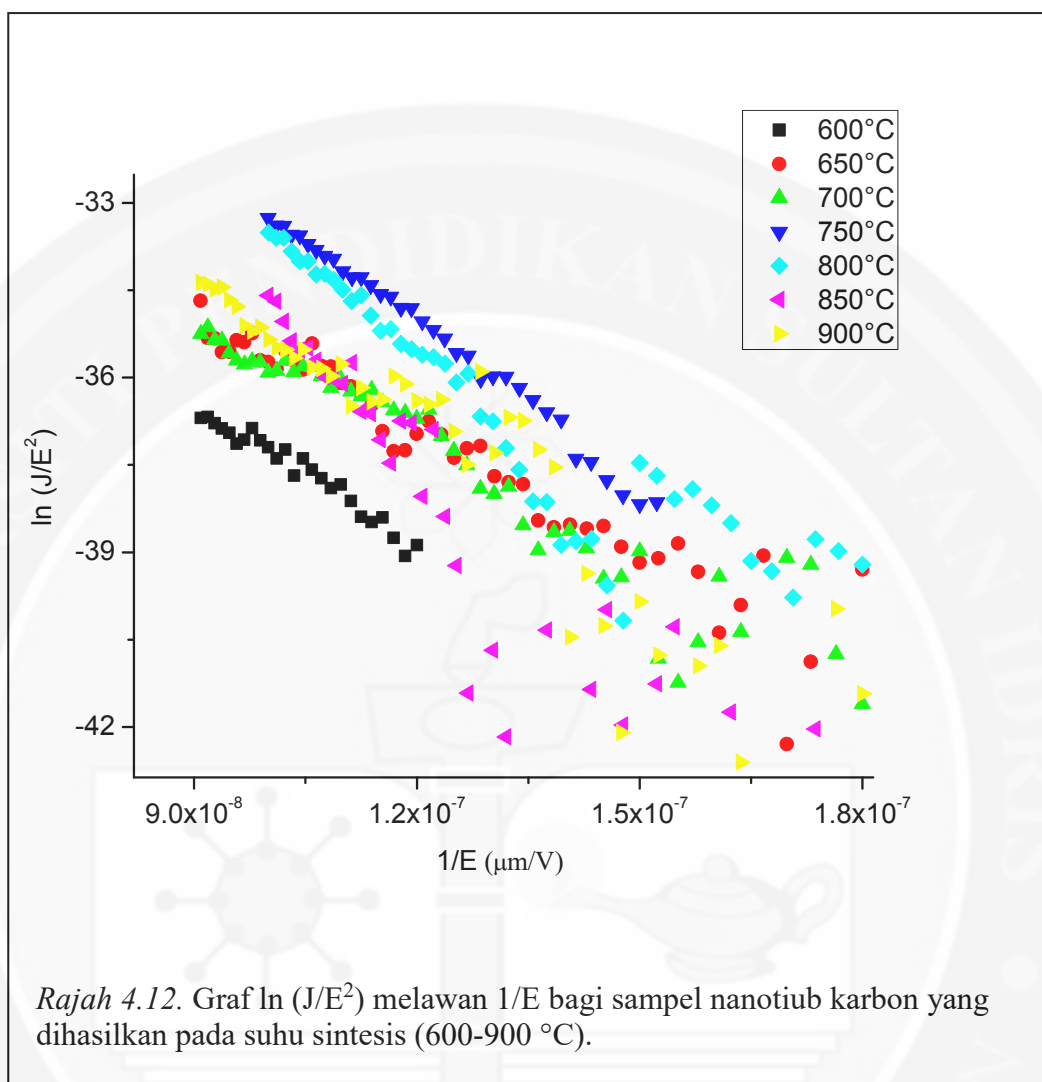
Ringkasan data Raman bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C)

Sampel (°C)	Puncak G (cm ⁻¹)	Kelebaran G (cm ⁻¹)	Puncak D (cm ⁻¹)	Kelebaran D (cm ⁻¹)	Nisbah keamatan I _D /I _G
600	1583.62	72.87	1342.94	204.72	0.85
650	1609.12	66.61	1362.24	230.14	0.73
700	1616.00	63.85	1368.95	249.91	0.75
750	1616.85	59.00	1360.07	216.50	0.72
800	1608.49	79.62	1371.10	237.55	0.93
850	1590.66	83.75	1349.89	229.54	0.97
900	1610.18	85.09	1357.14	213.81	1.05

Sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis antara 600-900 °C dianalisis menggunakan pemancaran elektron medan. Rajah 4.11 menunjukkan graf ketumpatan arus melawan medan elektrik. Melalui Rajah 4.11, nilai medan pemancaran dan medan ambang juga dapat dikaji manakala Jadual 4.10 menunjukkan ringkasan data medan mula pancar, medan ambang dan ketumpatan arus bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 600-900 °C. Diperhatikan bahawa nilai medan mula pancar menurun dari 7.11-5.85 V/μm bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 600, 650, 700 dan 750 °C. Walau bagaimanapun, nilai medan mula pancar meningkat iaitu, 6.76 V/μm bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu

sintesis 800 °C. Manakala sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 850 dan 900 °C menghasilkan nilai medan mula pancar 6.91 dan 6.11 V/μm. Nilai medan mula pancar yang rendah adalah disebabkan penghasilan diameter nanotub karbon yang besar. Ini menyebabkan peningkatan pada medan terhadap struktur geometri nanotub karbon (Choi, Young II dan Cho. Kyoung Ik, 2001). Nilai medan ambang bagi kesemua sampel juga diperhatikan, bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 600 °C, nilai medan ambang adalah 8.55 V/μm. Nilai medan ambang dilihat semakin meningkat dari 7.33 ke 7.44 V/μm bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 650 dan 700 °C. Manakala nilai medan ambang bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 750 °C menurun iaitu 6.56 V/μm. Bagi sampel yang dihasilkan pada suhu sintesis 800 dan 850 °C, kelihatan nilai medan ambang semakin meningkat pada 7.27 ke 7.80 V/μm. Walau bagaimanapun, sampel yang dihasilkan pada suhu sintesis 900 °C menurun iaitu 7.22 V/μm. Ini menunjukkan bahawa sampel nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu, 5.85 dan 6.56 V/μm pada ketumpatan arus 0.01 dan 0.1 μA/cm². Rajah 4.12 juga menunjukkan graf $\ln (J/E^2)$ melawan $1/E$. Nilai β bagi kesemua sampel adalah antara 515-2112.





Jadual 4.10

Data pemancaran elektron medan bagi sampel yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C)

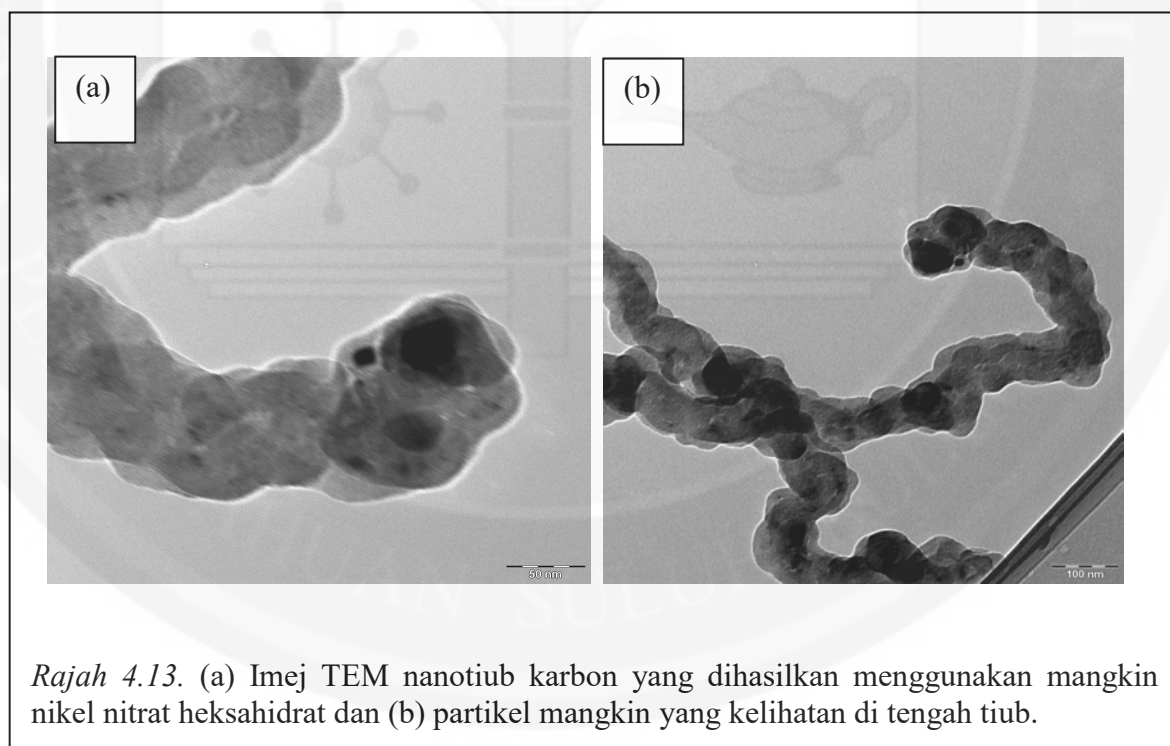
Sampel (°C)	Medan pemancaran (V/ μm) pada 0.01 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$	Medan ambang (V/ μm) pada 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$	Ketumpatan arus maksimum (mA/cm^2)	Nilai β
600	7.11	8.55	0.0015	1997
650	6.22	7.33	0.0075	2112
700	6.11	7.44	0.0061	914
750	5.85	6.56	0.0362	1251
800	6.76	7.27	0.0280	515
850	6.91	7.80	0.0094	589
900	6.11	7.22	0.0153	675

Kesimpulannya, nanotiub karbon telah berjaya dihasilkan dengan menggunakan mangkin trilogam iaitu, (ferum-nikel-kobalt nitrat heksahidrat) pada suhu sintesis yang berbeza antara 600-900 °C. Perkara ini dapat dibuktikan melalui hasil dapatan kajian iaitu, suhu sintesis memainkan peranan yang penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon dan dapat dilihat diameter nanotiub karbon semakin besar dengan peningkatan suhu sintesis nanotiub karbon. Ketumpatan dan kepadatan sampel juga memberi kesan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon apabila berlakunya peningkatan suhu sintesis. Ini adalah disebabkan aktiviti mangkin yang kurang stabil semasa berlakunya proses sintesis nanotiub karbon. Pada suhu sintesis yang tinggi juga memberi kesan terhadap

pertumbuhan nanotiub karbon dengan penghasilan saiz partikel yang besar. Nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C, dilihat menghasilkan diameter yang paling kecil iaitu antara 29-43 nm. Tahap penghabluran sampel juga dikaji menggunakan mikro-Raman dan didapati bahawa sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan tahap kehabluran yang tinggi dengan nisbah keamatan I_D/I_G iaitu pada 0.72. Ini dapat dibuktikan struktur nanotiub karbon dan kehadiran karbon amorfus yang sedikit dapat menghasilkan tahap penghabluran yang tinggi. Seterusnya kesemua sampel nanotiub karbon dengan perbezaan suhu sintesis pada 600-900 °C dikaji dan melalui hasil dapatan sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan nilai medan mula pancar dan nilai medan ambang yang rendah iaitu, 5.85 dan 6.56 V/ μm pada 0.01 dan 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan suhu sintesis 750 °C menunjukkan potensi yang baik dalam aplikasi pemancaran elektron medan dengan hasil dapatan pemancaran elektron medan yang baik, struktur dan diameter nanotiub karbon yang kecil dan tahap kehabluran nanotiub karbon yang tinggi.

4.5 Mekanisma Pertumbuhan Nanotub Karbon

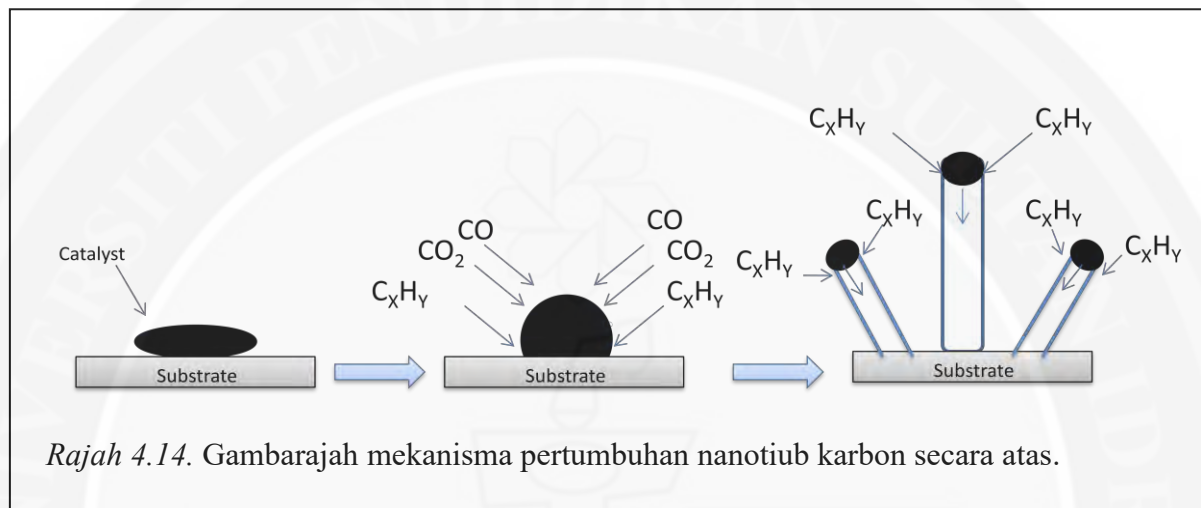
Rajah 4.13 menunjukkan imej mikroskop elektron penghantaran (TEM) nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin nikel nitrat heksahidrat. Imej TEM dalam Rajah 4.13 (a) menunjukkan pertumbuhan nanotub karbon berdinding ganda adalah pertumbuhan secara atas. Ini kerana partikel mangkin kelihatan di hujung nanotub. Walau bagaimana pun, Rajah 4.13 (b) menunjukkan ada partikel mangkin yang kelihatan di tengah tiub. Didapati, bintik hitam yang ada pada tiub menunjukkan partikel mangkin dimana dikelilingi oleh pertumbuhan nanotub karbon yang kurang baik (Kathyayini, Vijayakumar Reddy, Nagy dan Nagaraju, 2008).



Berdasarkan hasil dapatan eksperimen, mekanisma pertumbuhan nanotiub karbon berding ganda telah dicadangkan dalam Rajah 14.4. Partikel mangkin dijadikan sebagai tapak nuklues bagi pertumbuhan nanotiub karbon berding ganda (Lee dan Park, 2003). Wap daripada sumber karbon terurai pada permukaan partikel mangkin bagi menghasilkan karbon. Tindak balas antara mangkin dan karbon menyebabkan karbon hilang mobiliti dalam larutan pepejal dan menghasilkan karbida logam (Sinclair, Itoh dan Chin., 2002). Karbida logam ini akan terurai dan menghasilkan karbon dimana larut dalam partikel logam. Karbon yang telah larut melalui partikel logam akan membentuk lapisan grafina. Tepu logam karbida mempunyai takat lebur yang rendah dan adalah dalam bentuk cecair semasa proses pertumbuhan (Chakraborty, Jacobs, Anderson, Roberts dan Hunt, 2005).

Semasa proses pertumbuhan berlaku, apabila kadar sumber karbon dengan kadar penguraian karbon adalah sama, maka logam akan menaik dan menghasilkan kapilari dan tiub terhasil. Tiub nanotiub karbon yang panjang terhasil apabila partikel mangkin bertindak balas secara terus pada permukaan mangkin dengan sumber karbon dan proses pertumbuhan nanotiub karbon berlaku secara berterusan (Karthikeyan dan Mahalingam, 2013). Apabila kadar penguraian melebihi kadar resapan, karbon yang dihasilkan membentuk lapisan karbida yang tebal ke atas permukaan logam yang bertindak sebagai penghalang bagi pemindahan karbon secara berterusan dari fasa gas ke sebahagian besar mangkin. Walau bagaimanapun, lapisan karbida tebal menghablur sebagai lapisan grafina yang merangkumi partikel logam. Apabila partikel mangkin telah sepenuhnya terkandung oleh lapisan kepingan grafina, laluan bekalan karbon dan pertumbuhan nanotiub karbon

dihentikan dan menghasilkan nanotabung karbon berdinding ganda yang pendek (Karthikeyan et al., 2013).



Rajah 4.14. Gambarajah mekanisma pertumbuhan nanotabung karbon secara atas.

4.6 Kesan Kepekatan Berat Larutan Mangkin Ferosena Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon.

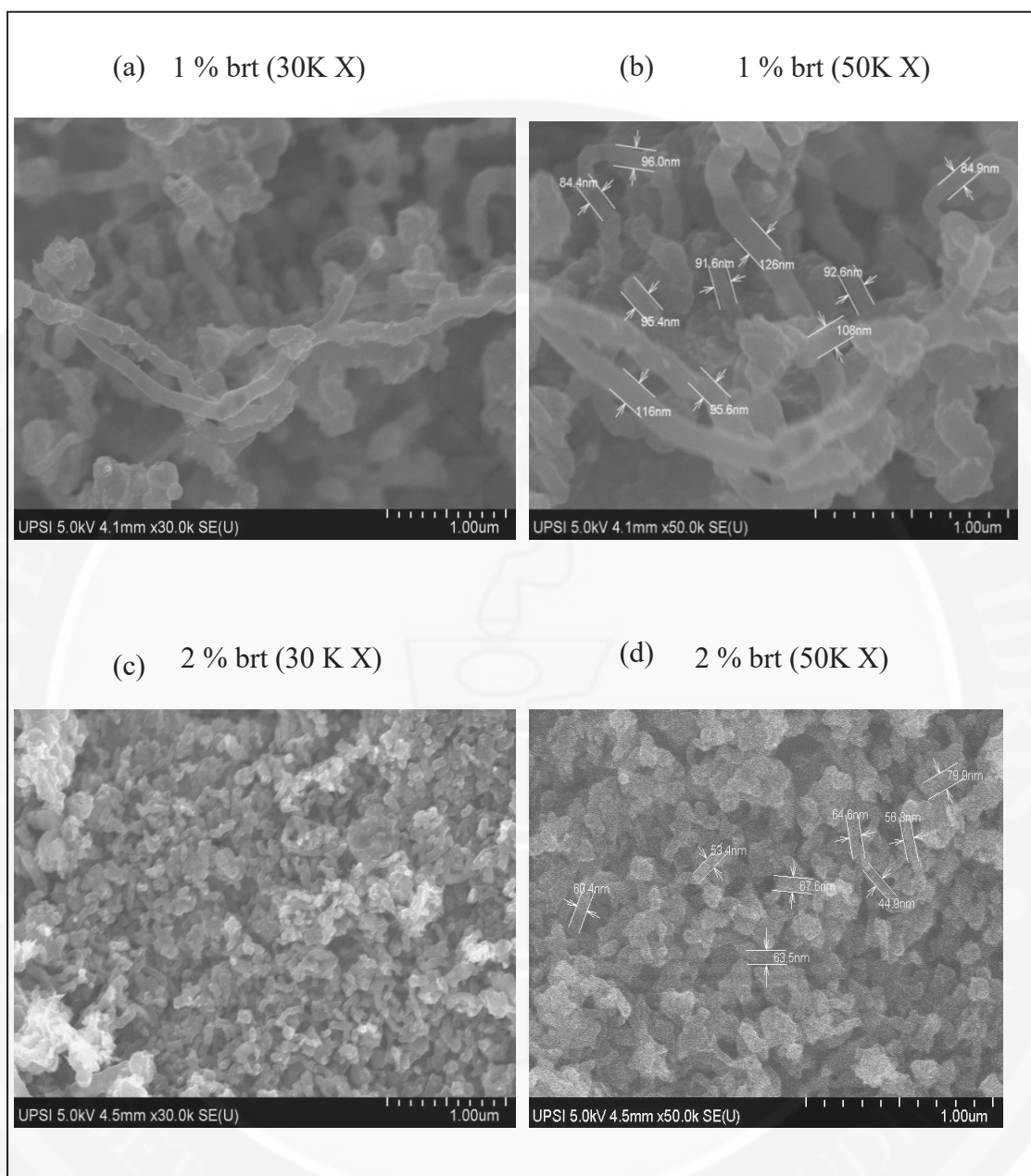
Mangkin ferosena iaitu struktur kimia adalah $C_{10}H_{10}Fe$ digunakan bagi meningkatkan pertumbuhan nanotiub karbon (Rao, Sen, Satishkumar dan Govindaraj, 1998). Mangkin ferosena memainkan peranan dalam proses penguraian molekul di mana partikel ferum bertindak sebagai agen dalam pembentukan struktur nanotiub karbon (Kanchan, Santosh dan Kapoor, 2007). Penggunaan mangkin ferosena dapat memberi kesan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon. Oleh itu, kajian diteruskan dengan mengkaji kesan kepekatan berat larutan mangkin ferosena iaitu antara 1-5 % brt.

Melalui imej FESEM, didapati dengan menggunakan kepekatan berat larutan yang rendah dapat memberi kesan terhadap pertumbuhan nanotiub karbon yang rendah (Singh, Shaffer dan Windle, 2003). Rajah 4.15 (a) bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 1 % brt menunjukkan ketumpatan sampel adalah rendah dengan penghasilan tiub yang panjang. Manakala Rajah 4.15 (c) bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 2 % brt, kelihatan tahap penggumpalan tiub yang ketara dengan kehadiran karbon amorfus. Nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat larutan ini menunjukkan tiub yang pendek berbanding dengan sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat larutan 1 % brt. Walau bagaimanapun, terdapat persamaan yang ketara terhadap kedua-dua sampel iaitu, dengan kehadiran karbon amorfus yang banyak. Manakala Rajah 4.15 (e) bagi

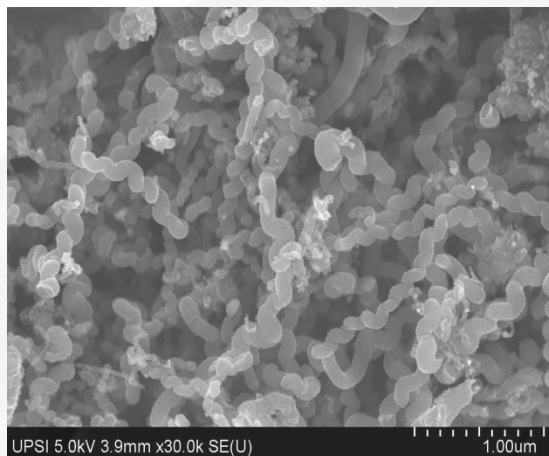
sampel yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 3 % brt, jelas kelihatan pertumbuhan nanotub karbon mempunyai kepadatan dan ketumpatan yang tinggi dengan pertumbuhan nanotub karbon tumbuh penuh di atas permukaan substrat silikon. Rajah 4.15 (g) dan (i) menunjukkan bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 4 dan 5 % brt pula, menunjukkan tiub yang dihasilkan adalah panjang, melilit dan kecil. Kedua-dua sampel nanotub karbon ini juga menunjukkan ketumpatan dan taburan yang tinggi dengan penghasilan karbon amorfus bagi kedua-dua sampel ini adalah berkurangan.

Melalui imej FESEM juga, diameter tiub dapat diukur dan dianalisis. Jadual 4.11 menunjukkan ringkasan data diameter bagi kesemua sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena pada 1-5 % brt. Dapat dilihat diameter tiub memberi kesan terhadap perbezaan kepekatan berat larutan mangkin ferosena. Saiz partikel mangkin juga memainkan peranan penting dalam mengawal pembentukan diameter nanotub karbon (Dai et al., 1996; Li et al., 2001; Li, Liu, Wang, Wang, 2001; Cheung, Kurtz, Park, Lieber, 2002; Singh et al, 2003). Dapat diperhatikan saiz tiub semakin mengecil dengan peningkatan kepekatan berat larutan mangkin ferosena. Jelas kelihatan saiz tiub yang besar dapat dilihat bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan 1, 2 dan 3 % brt. Manakala bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 4 dan 5 % brt menghasilkan saiz tiub yang kecil. Saiz tiub yang besar sekaligus dapat menghasilkan diameter nanotub karbon yang besar. Penghasilan diameter nanotub karbon yang kecil dapat dikesan pada sampel yang

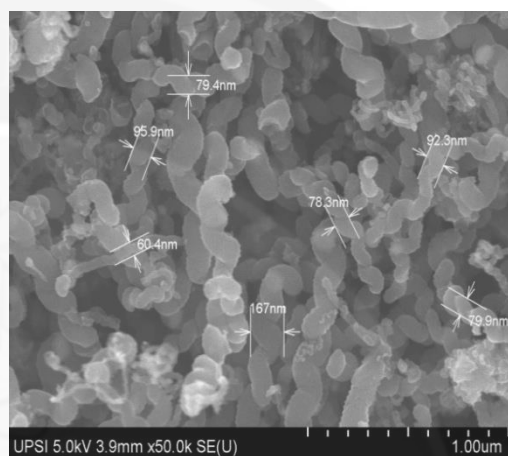
dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 4 % brt iaitu antara 34.1-43.8 nm. Ini adalah apabila suhu tindak balas dan kepekatan berat larutan ferosena yang rendah dapat menghasilkan nanotiub karbon berdinding ganda yang sejajar dibentuk, manakala dengan menggunakan suhu yang tinggi, kuantiti penghasilan nanotiub karbon berdinding ganda adalah tinggi dengan kualiti nanotiub juga adalah rendah. Manakala diameter nanotiub karbon yang besar dapat dilihat pada sampel yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 3 % brt iaitu antara 60.4-167.0 nm. Penghasilan diameter nanotiub karbon yang kecil adalah dipercayai sampel mengandungi kandungan Fe kluster yang kurang dimana dapat membentuk proses penjajaran tiub dengan baik. Ini menunjukkan apabila kuantiti kepekatan berat larutan semakin meningkat maka penghasilan diameter nanotiub karbon adalah kecil. Ini adalah dipercayai apabila atom karbon disebarkan ke dalam nanopartikel ferum semasa proses pemendakan wap kimia haba dan membentuk partikel FeC dimana zarah mangkin Fe didapati dalam tiub (Sharma, Sharma, Bhagavannarayana, Samanta, Sood dan Lakshmikumar, 2006). Seterusnya dapat menghasilkan diameter nanotiub karbon yang rendah.



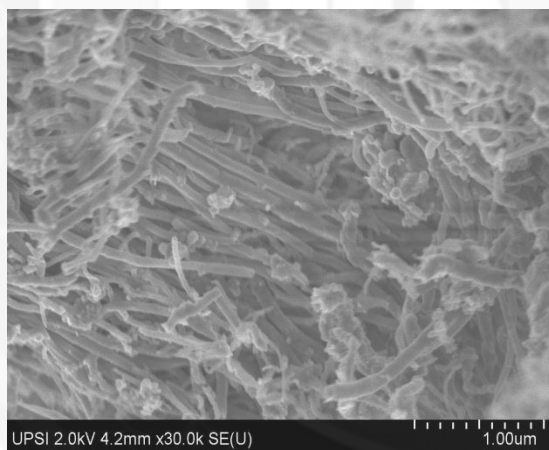
(e) 3 % brt (30K X)



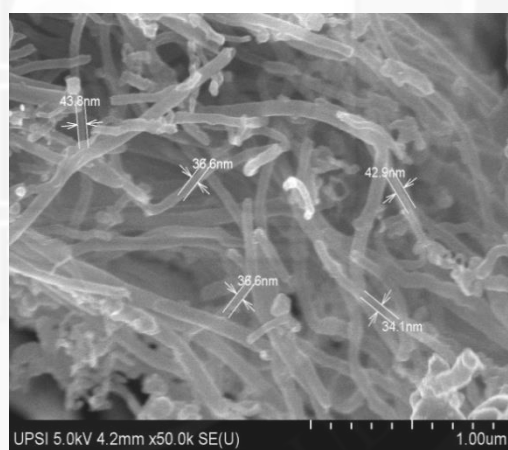
(f) 3 % brt (50K X)

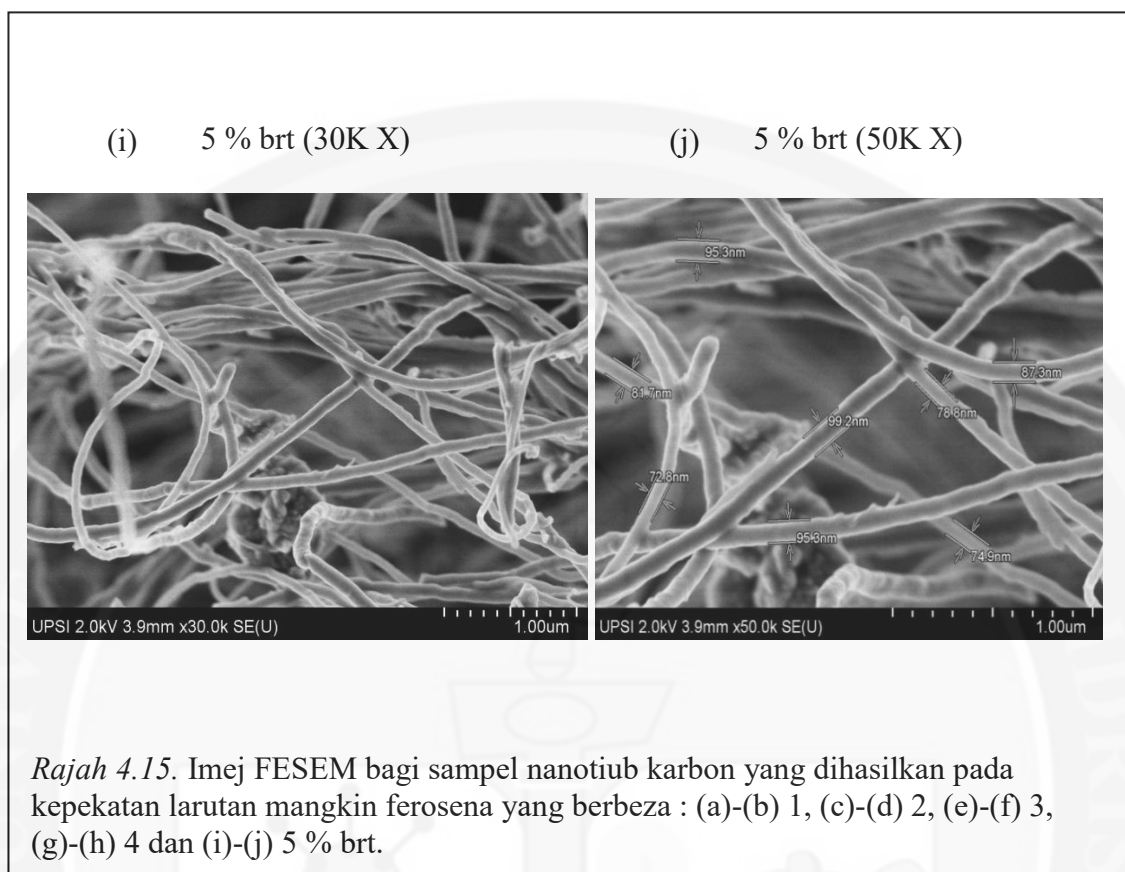


(g) 4 % brt (30K X)



(h) 4 % brt (50K X)





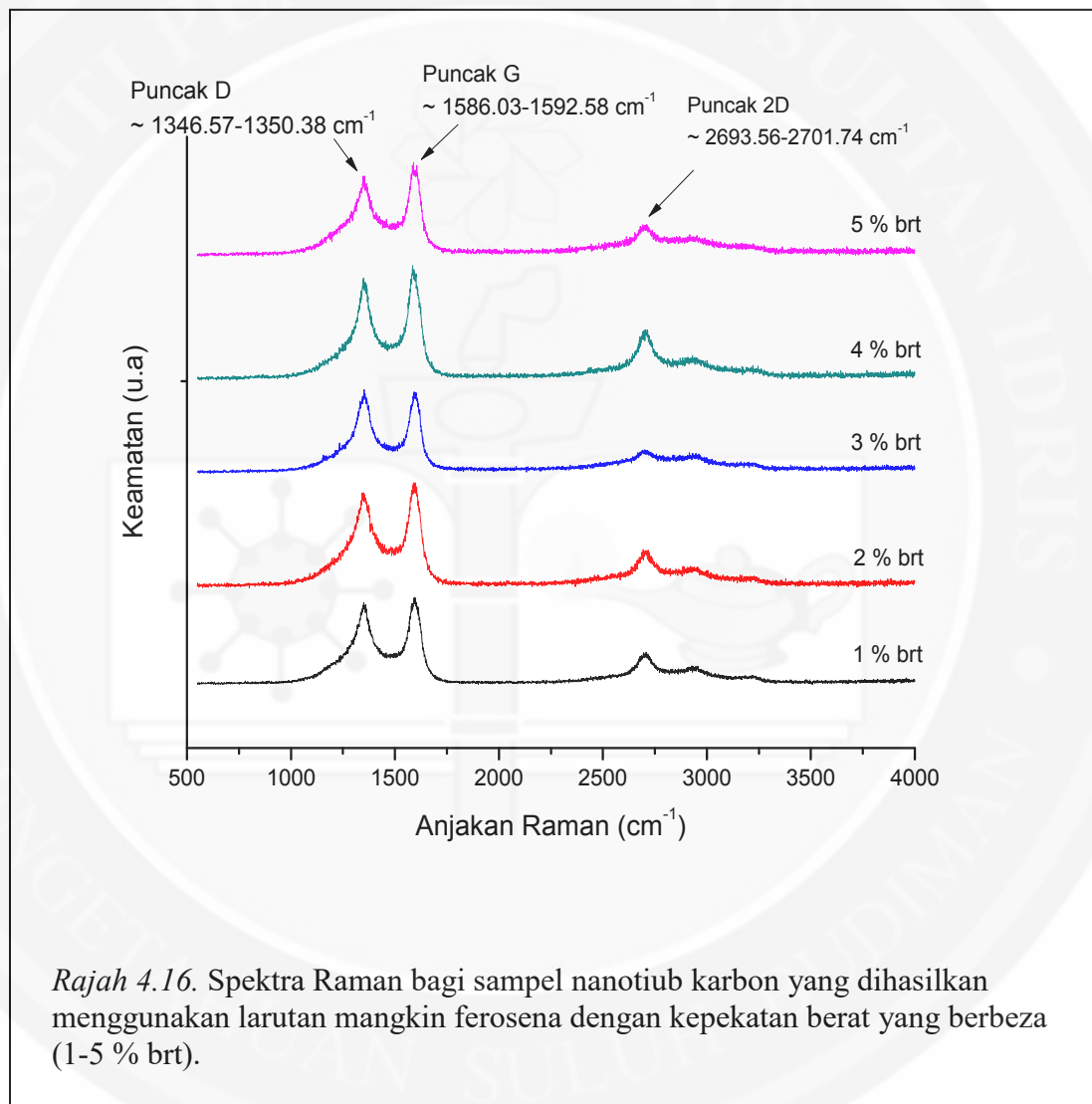
Jadual 4.11

Ringkasan data bagi diameter nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat (1-5 % brt)

Sampel (% brt)	Diameter nanotiub karbon (nm)
1	85-126
2	45-88
3	61-167
4	34-44
5	73-99

Sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan larutan mangkin ferosea dengan kepekatan berat yang berbeza iaitu, (1-5 % brt) dianalisis dengan menggunakan spektroskopi mikro-Raman seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.16. Julat yang diukur adalah antara $500-4000\text{ cm}^{-1}$. Hal ini jelas kelihatan bagi kesemua sampel menunjukkan kehadiran dua puncak yang utama iaitu, puncak D antara $1346.57-1350.38\text{ cm}^{-1}$ dan puncak G antara $1586.03-1592.58\text{ cm}^{-1}$. Manakala puncak 2D adalah antara $2693.56-2701.74\text{ cm}^{-1}$ juga dapat diperhatikan. Selain itu, dapat diperhatikan Jadual 4.12 menunjukkan ringkasan data Raman bagi puncak D, G dan nisbah keamatan I_D/I_G . Dapat dilihat bagi kesemua sampel mempunyai nilai nisbah keamatan I_D/I_G yang kurang daripada 1.0. Nisbah keamatan I_D/I_G yang terendah dapat dikesan bagi sampel nanotiub karbon dengan kepekatan berat 4 % brt iaitu 0.75. Manakala nisbah keamatan I_D/I_G yang tertinggi adalah 0.90 bagi sampel nanotiub karbon dengan kepekatan berat 5 % brt.

Nisbah keamatan I_D/I_G yang tinggi menunjukkan kehadiran bendasing dan tahap kecacatan yang tinggi manakala nisbah I_D/I_G yang rendah menunjukkan tahap kehabluran yang baik (Ghosh et al., 2009).



Jadual 4.12

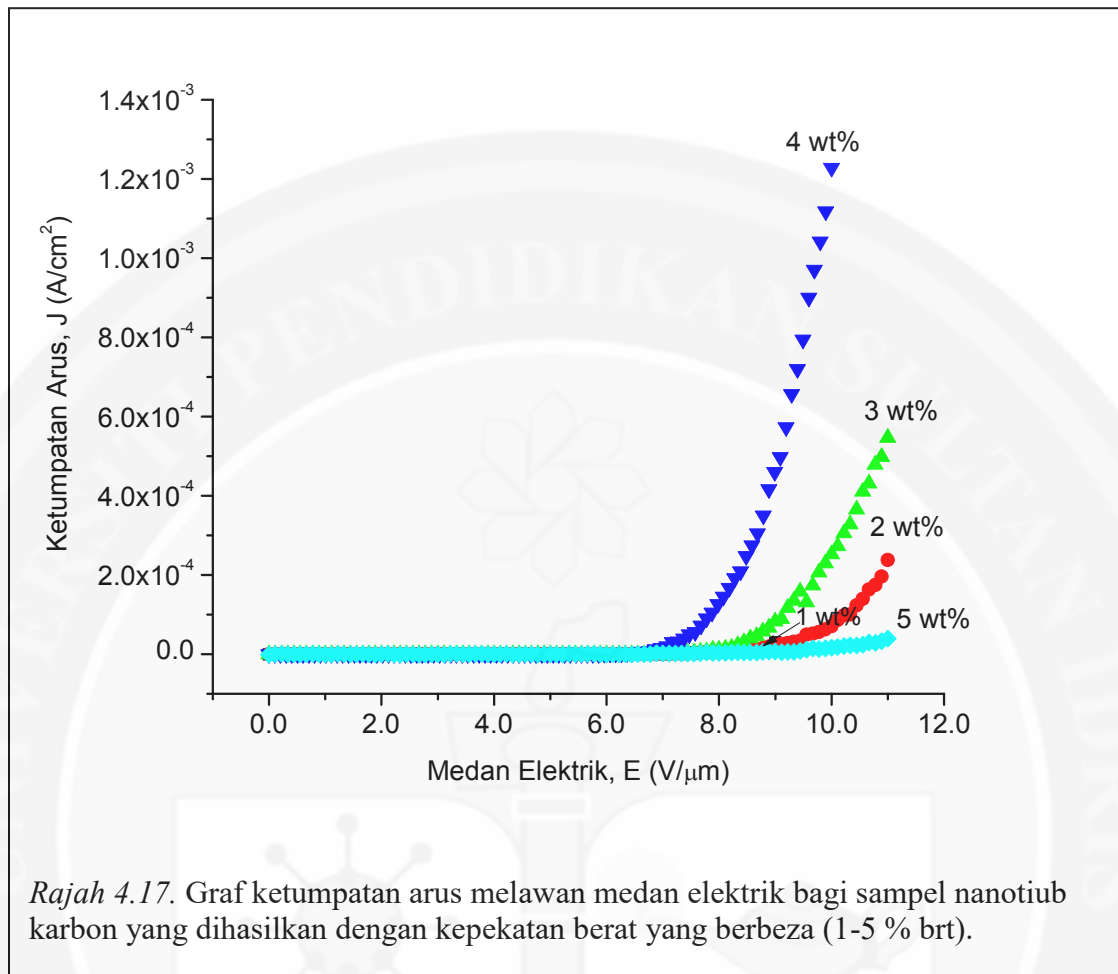
Ringkasan data Raman bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan kepekatan berat (1-5 % brt)

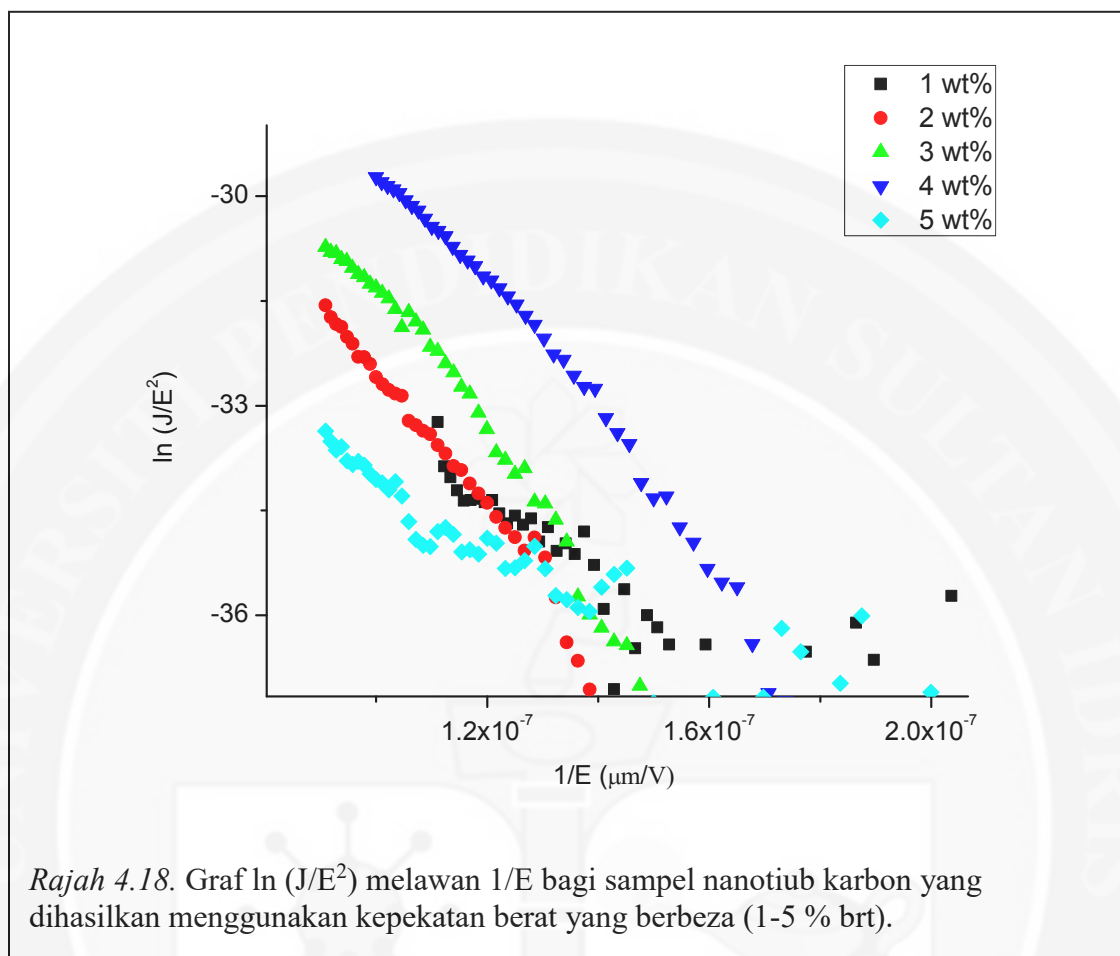
Sampel (% brt)	Puncak G (cm ⁻¹)	Kelebaran G (cm ⁻¹)	Puncak D (cm ⁻¹)	Kelebaran D (cm ⁻¹)	Nisbah keamatan I _D /I _G
1	1586.03	70.95	1346.57	145.79	0.89
2	1591.99	64.35	1349.16	135.44	0.81
3	1592.58	64.89	1349.12	129.36	0.87
4	1590.13	62.71	1350.38	107.98	0.75
5	1588.83	61.67	1348.86	89.36	0.90

Rajah 4.17 menunjukkan graf ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan larutan mangkin feroseena serta kepekatan yang berbeza iaitu, 1-5 % brt dan turut dianalisis dengan menggunakan pemancaran elektron medan. Seterusnya, nilai medan mula pancar dapat dikira melalui graf tersebut dan dapat ditakrifkan sebagai medan elektrik yang diperlukan bagi mengekstrak ketumpatan arus pada 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Lantaran itu, sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt menghasilkan nilai medan mula pancar yang rendah iaitu, 6.21 V/ μm manakala sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 5 % brt menghasilkan nilai medan mula pancar yang tinggi iaitu, 7.06 V/ μm . Hal ini berlaku demikian kerana, struktur nanotiub karbon yang dihasilkan adalah kurang baik dan seterusnya menghasilkan nilai medan mula pancar yang tinggi seperti yang ditunjukkan dalam Jadual 4.13. Ringkasan data nilai medan pemancaran bagi kesemua sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan

kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt) dan nilai medan ambang juga turut dikira. Secara umumnya, takrifan medan ambang merupakan medan elektrik yang diperlukan bertujuan bagi mengekstrak ketumpatan arus pada $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan secara tidak langsung nilai medan ambang bagi kesemua sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat (1-5 % brt) adalah antara 6.82-9.48 V/ μm . Dari segi ketumpatan arus, sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt menghasilkan ketumpatan arus yang tinggi iaitu, 1.2 mA/ cm^2 . Rajah 4.18 menunjukkan graf yang mematuhi hukum F-N. Formula Fowler-Nordheim adalah $J = A \beta^2 E^2 / \phi \exp(-B\phi^{3/2}/\beta E)$ di mana pemalar $A = 1.54 \times 10^{-6} \text{ AV}^{-2} \text{ eV}$ dan pemalar $B = B = 6.83 \times 10^9 \text{ eV}^{-3/2} \text{ Vm}^{-1}$ (Srivastava et al, 2006). Dapat diperhatikan nilai β bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat (1-5 % brt) adalah antara 1127-1814 (Jadual 4.13).







Jadual 4.13

Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat yang berbeza (1-5 % brt)

Sampel (% brt)	Medan mula pancar ($V/\mu m$) pada $1 \mu A/cm^2$	Medan ambang ($V/\mu m$) pada $10 \mu A/cm^2$	Ketumpatan arus maksimum (mA/cm^2)	Nilai β
1	6.93	8.49	0.021	1485
2	7.49	8.56	0.240	1756
3	6.89	7.90	0.548	1127
4	6.21	6.82	1.200	1814
5	7.06	9.48	0.037	1205

Secara kesimpulannya, kesan penggunaan kepekatan berat larutan mangkin ferrosena dapat mempengaruhi struktur, tahap kehabluran dan kemampuan elektron terhadap pertumbuhan nanotub karbon. Ini menunjukkan daripada hasil dapatan didapati apabila kepekatan berat larutan semakin meningkat, diameter nanotub karbon menjadi semakin kecil. Sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan larutan mangkin ferrosena 4 % brt dapat menghasilkan struktur nanotub karbon yang baik dari segi kepadatan dan taburan yang seragam dengan penghasilan diameter yang kecil iaitu, 34-44 nm. Di samping itu, tahap kehabluran yang tinggi melalui nisbah keamatan I_D/I_G iaitu 0.75 dapat menunjukkan kualiti sampel adalah baik dengan kehadiran karbon amorfus yang kurang. Kemampuan elektron juga membuktikan bagi sampel nanotub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferrosena

4 % brt menghasilkan medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu 6.21 dan 6.82 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$.

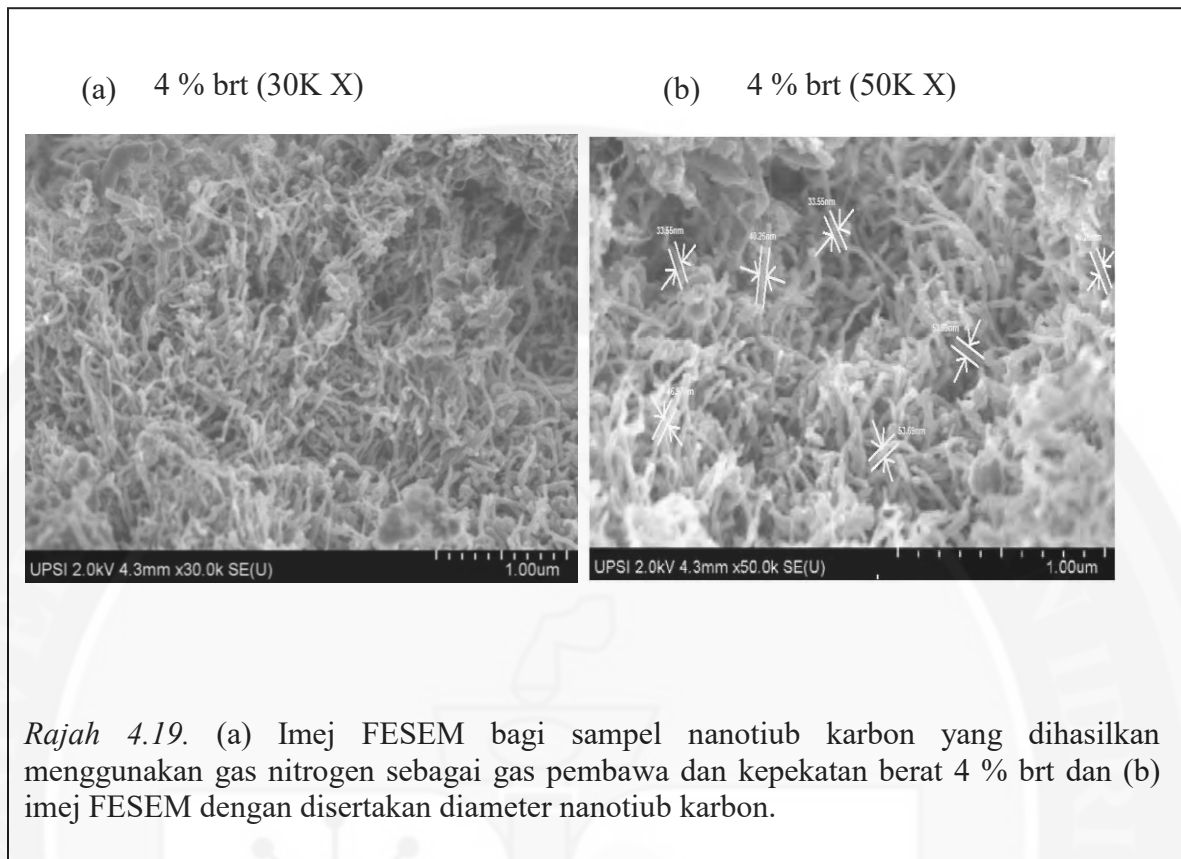


4.7 Penggunaan Gas Pembawa (Nitrogen) dan Kepekatan Berat Larutan 4 % brt Mangkin Ferosena Terhadap Pertumbuhan Nanotiub Karbon.

Gas pembawa memainkan peranan penting dalam pertumbuhan nanotiub karbon (Ram Manohar, Pramod, Shripathi, Katiyar dan Srivastava, 2009). Gas pembawa digunakan sebagai agen membawa molekul-molekul prekursor dan seterusnya bertindak balas dengan mangkin bagi pertumbuhan nanotiub karbon. Lantaran itu, kajian mengenai penggunaan gas pembawa dikaji dengan lebih mendalam bagi sampel nanotiub karbon yang terbaik dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 4 % brt.

Rajah 4.19 (a) menunjukkan struktur nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan gas nitrogen sebagai gas pembawa menghasilkan tiub yang panjang dan berdiameter kecil iaitu antara 34-54 nm seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.19 (b).

Pertumbuhan nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan gas nitrogen dengan kepekatan berat larutan mangkin ferosena 4 % brt menunjukkan kehadiran karbon amorfus yang kurang (Kanchan et al., 2007). Manakala dari segi ketumpatan dan kepadatan sampel nanotiub karbon, kelihatan sampel nanotiub karbon mempunyai ketumpatan dan kepadatan yang tinggi di mana kelihatan pertumbuhan nanotiub karbon tumbuh penuh dan padat di atas permukaan substrat silikon.



Sampel nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan larutan mangkin ferosena dengan kepekatan berat 4 % brt dianalisis menggunakan pemancaran elektron medan. Kesan jarak antara anod dan katod terhadap sifat pemancaran elektron medan telah dikaji oleh beberapa penyelidik iaitu Zhao (Zhao, Tong, Liu dan Cheng, 2003) mengkaji kesan penggunaan perbezaan jarak antara 8.32 hingga 23.02 mm.

Daripada hasil dapatan, didapati bahawa perbezaan jarak dapat memberi kesan terhadap nilai voltan. Perbezaan jarak yang besar akan menghasilkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang rendah. Begitu juga dengan hasil dapatan yang

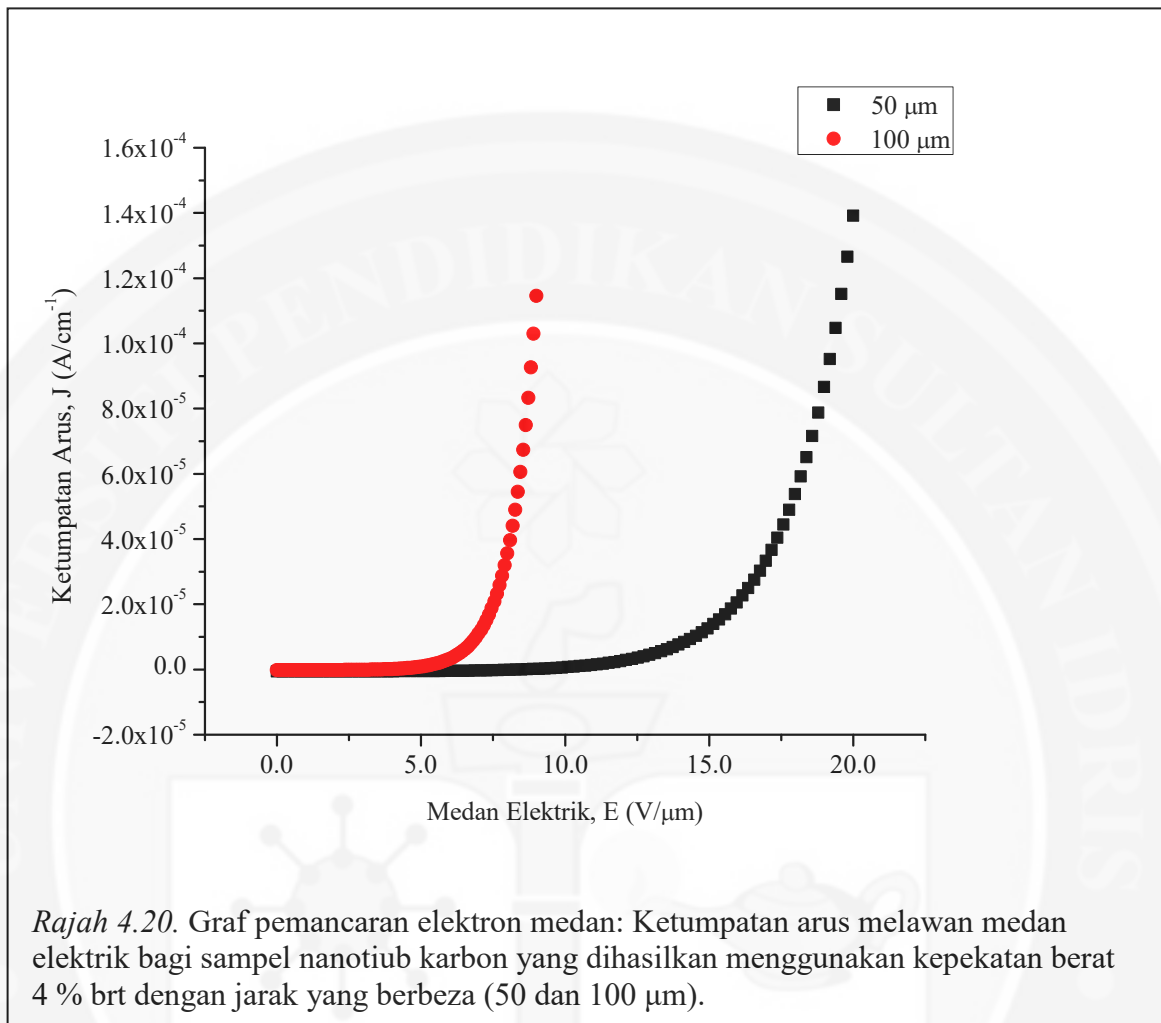
diperolehi daripada penyelidik Passacantando (Passacantando et al., 2008) dimana perbezaan jarak antara 0.3 hingga 1.1 μm menunjukkan apabila jarak rendah, nilai voltan yang terhasil juga adalah rendah. Pengukuran perbezaan jarak dalam kajian ini telah ditunjukkan pada Rajah 4.20. Pengukuran ini telah dilakukan sebanyak 2 hingga 3 kali bagi mendapatkan hasil dapatan yang baik. Daripada hasil dapatan kajian menunjukkan perbezaan jarak dapat memberi kesan terhadap nilai ketumpatan arus. Didapati corak yang ditunjukkan pada Rajah 4.20 adalah tidak selari mengikut perbezaan jarak. Hasil dapatan ini juga adalah sama dengan hasil dapatan daripada kajian penyelidik Suriani dimana corak perbezaan jarak anod juga adalah tidak selari pada Rajah 5.15 (Suriani, 2011).

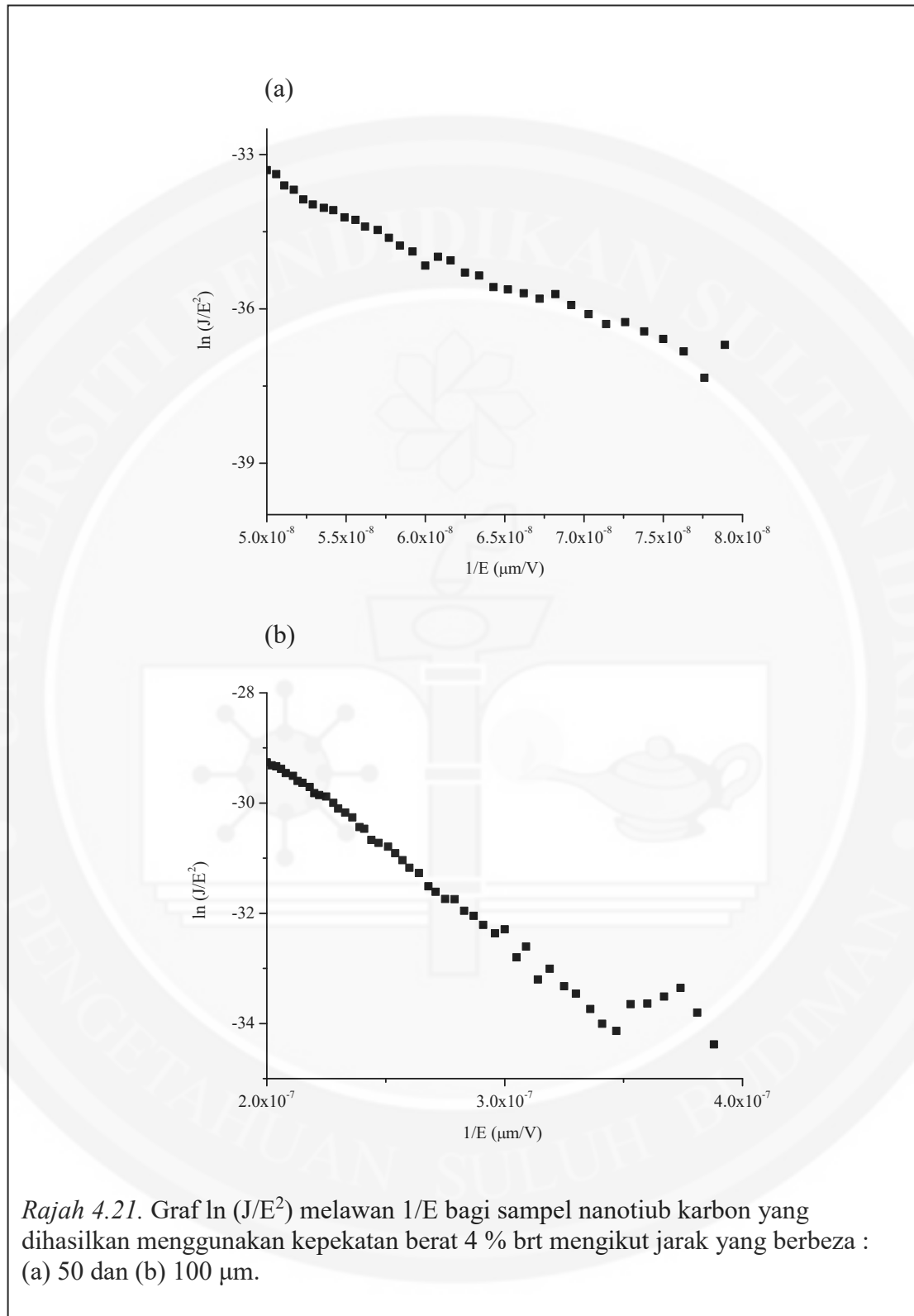
Rajah 4.20 menunjukkan graf ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt dengan jarak antara anod dan katod yang berbeza iaitu, 50 dan 100 μm . Dapat diperhatikan, perbezaan jarak memberikan nilai medan mula pancar yang berlainan. Nanotiub karbon dapat menghasilkan nilai ketumpatan arus sehingga beberapa mA/cm^2 iaitu bergantung kepada hujung anod yang tajam (Zhu, Bower, Zhuo, Kochanski dan Jin, 1999) dan luas katod yang kecil (Thong, Ooon, Eng, Zhang dan Gan, 2001). Bagi sampel makroskopik dalam julat 1cm^2 , ketumpatan arus adalah menurun kepada $10\text{ mA}/\text{cm}^2$ (Kumar et al., 2004). Nilai medan mula pancar dan medan ambang bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat 4 % brt dengan perbezaan jarak 50 dan 100 μm dikira apabila ketumpatan arus pada $1\text{ }\mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan $10\text{ }\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Bagi sampel pada jarak 50 dan 100 μm , nilai medan mula pancar menjadi semakin rendah iaitu pada 11.83 ke 2.80

$V/\mu\text{m}$, manakala nilai medan ambang juga menunjukkan trend yang sama dengan nilai medan mula pancar iaitu pada jarak 50 dan 100 μm nilai medan ambang semakin rendah iaitu dari 15.47 ke 3.39 $V/\mu\text{m}$ (Jadual 4.14). Ketumpatan arus dan nilai β bagi jarak 50 dan 100 μm adalah antara 0.37 dan 0.48 mA/cm^2 dan 996-1288. Nilai β dapat dikira melalui graf $\ln (J/E^2)$ melawan $1/E$ (Rajah 4.21). Penghasilan medan mula pancar dan medan ambang berhubung kait dengan ketumpatan dan struktur nanotiub karbon. Mempunyai ketumpatan yang rendah dan penghasilan tiub yang pendek dapat mempengaruhi ketidakcekapan pada katod, manakala ketumpatan sampel yang sederhana menunjukkan keseragaman pada pertumbuhan nanotiub karbon dan dapat menghasilkan pemancaran yang kuat dengan peningkatan tapak pemancar yang tinggi. Walau bagaimanapun, bagi sampel yang mempunyai ketumpatan dan kepadatan yang terlalu tinggi, ianya dapat mengurangkan kualiti pemancaran. Ini adalah disebabkan oleh dua faktor di mana jarak antara tiub adalah besar dan faktor medan amplifikasi adalah ditentukan dengan diameter nanotiub karbon (Bonard, Kind, Stockli dan Nilson, 2001). Dapat dilihat ketumpatan nanotiub karbon memainkan peranan yang penting dalam menentukan sifat pemancaran medan elektron seperti medan mula pancar, medan ambang dan ketumpatana arus. Dengan ketumpatan yang rendah dapat menghasilkan medan mula pancar yang tinggi di mana hampir tiada pemancaran elektron yang berlaku disebabkan dalam keadaan vakum (Juanto. Li et al., 2003). Manakala, medan mula pancar yang tinggi adalah disebabkan ketumpatan sampel yang tinggi dengan interaksi medan elektrik antara nanotiub karbon (Nilsson et al., 2000).

Pemancaran kestabilan juga dikaji ke atas sampel yang sama dengan perbezaan jarak antara 50 dan 100 μm . Pemancaran kestabilan dikaji dengan mengawal jumlah arus pada medan elektrik yang tetap. Rajah 4.22 menunjukkan graf pemancaran kestabilan bagi perbezaan jarak (50 dan 100 μm) pada 0.017 dan 0.073 mA dalam 3000 saat. Seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.19 bagi sampel jarak 50 μm jelas menunjukkan degradasi pemancaran dengan menceracak dan perubahan terhadap pemancaran. Bagi jarak sampel 100 μm menunjukkan pemancaran kestabilan yang hampir sama. Perubahan kecil dapat diperhatikan pada pemancaran kestabilan pada jarak sampel 100 μm . Ini disebabkan perubahan terhadap vakum dalam kebuk dan penyingkiran bahan bendasing seperti karbon amorfus dan kumpulan berfungsi (Mauricio Rosolen, Poa Patrick, Tronto Simone, Marchesin Marcel dan Silva S. Ravi P., 2006).



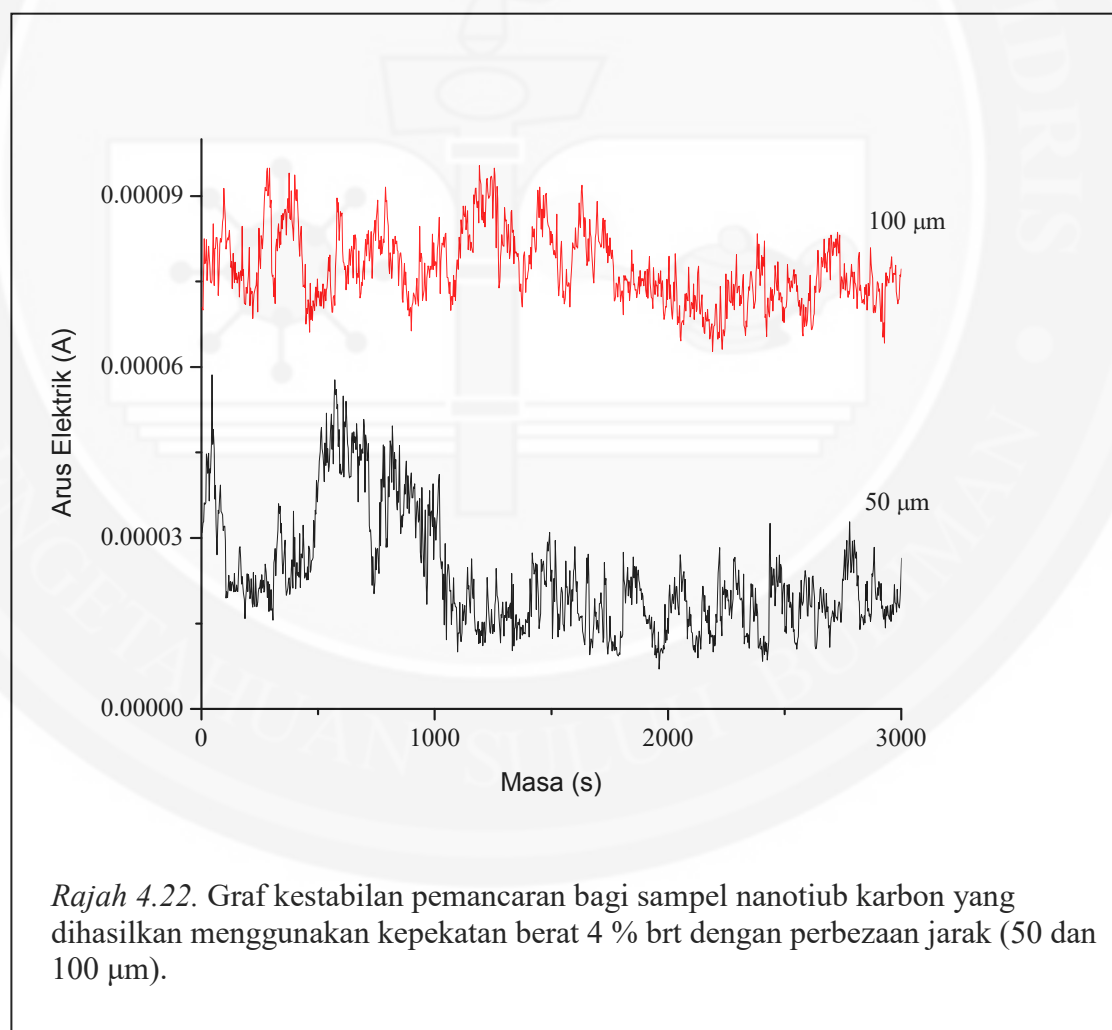




Jadual 4.14

Data pemancaran elektron medan bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan kepekatan berat 4 % brt dan perbezaan jarak antara (50-100 μm)

Sampel (μm)	Medan mula pancar ($\text{V}/\mu\text{m}$) pada $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Medan ambang ($\text{V}/\mu\text{m}$) pada $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	Ketumpatan arus maksimum (mA/cm^2)	Nilai β
50	11.83	15.47	0.37	996
100	2.80	3.39	0.48	1288



Secara kesimpulannya, penggunaan gas pembawa dapat memberi kesan terhadap pertumbuhan nanotub karbon (Kanchan, Santosh dan Sudhir, 2007). Daripada kajian, menunjukkan bahawa struktur nanotub karbon adalah seragam dengan menggunakan gas pembawa gas nitrogen berbanding dengan menggunakan gas pembawa gas argon. Dapat diperhatikan, dengan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferrosena 4 % brt dan gas nitrogen dapat menghasilkan pertumbuhan nanotub karbon yang panjang dengan ketumpatan, kepadatan yang tinggi serta taburan yang seragam. Diameter nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan kepekatan berat larutan mangkin ferrosena 4 % brt adalah kecil antara 34-54 nm. Melalui analisis pemancaran elektron medan, perbezaan jarak di antara anod dan katod dikaji dengan lebih mendalam bagi melihat kemampuan elektron menerusi perbezaan jarak antara 50 dan 100 μm . Melalui hasil dapatan didapati jarak 100 μm menghasilkan medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu, 2.80 dan 3.39 $\text{V}/\mu\text{m}$ pada 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Jarak 100 μm telah menghasilkan ketumpatan arus yang tinggi iaitu, 0.48 mA/cm^2 . Perkara ini menunjukkan bahawa perbezaan jarak dapat mempengaruhi nilai medan mula pancar, medan ambang dan ketumpatan arus yang dihasilkan. Nilai β bagi jarak 50 dan 100 μm adalah antara 996-1288. Daripada analisis pemancaran kestabilan menunjukkan hampir kesemua jarak mempunyai corak yang sama.

Ringkasan

Dapat dirumuskan bahawa diameter, bentuk, struktur dan tahap kehabluran nanotiub karbon dapat mempengaruhi medan pemancaran elektron medan. Kajian terhadap mangkin monologam menggunakan nikel nitrat heksahidrat menghasilkan diameter yang kecil iaitu antara 38-55 nm manakala dari segi tahap kehabluran menghasilkan nilai nisbah keamatan adalah 0.71. Diameter yang kecil dan tahap kehabluran yang baik dapat menghasilkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu 4.72 dan 5.03 V/ μm pada 0.01 dan 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Kajian terhadap penggunaan mangkin bilogam iaitu ferum-nikel terhadap pertumbuhan nanotiub karbon dapat menghasilkan diameter paling kecil berbanding dengan mangkin ferum-kobalt iaitu antara 31-47 nm. Ini menunjukkan dengan gabungan kedua-dua mangkin dapat menghasilkan diameter yang kecil. Hasil dapatan menggunakan mangkin ferum-nikel ini juga telah menunjukkan tahap kehabluran yang tinggi dan medan mula pancar yang rendah berbanding dengan hasil dapatan menggunakan mangkin monologam. Nisbah keamatan I_D/I_G yang diperolehi adalah 0.70 manakala nilai medan mula pancar dan medan ambang bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel adalah 5.32 dan 7.76 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Nilai ketumpatan arus maksimum dan β bagi sampel nanotiub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin ferum-nikel adalah 0.11 mA/ cm^2 dan 1297.

Kajian penggunaan mangkin trilogam iaitu ferum-nikel-kobalt dengan suhu sintesis yang berbeza iaitu antara 600-900 °C menunjukkan nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan diameter yang paling kecil iaitu antara 29-43 nm. Tahap penghabluran sampel yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan tahap kehabluran yang tinggi dengan nisbah keamatan I_D/I_G iaitu pada 0.72. Dari segi medan pemancaran elektron medan, sampel nanotiub karbon yang ditumbuhkan pada suhu sintesis 750 °C menghasilkan nilai medan mula pancar dan nilai medan ambang yang rendah iaitu, 5.85 dan 6.56 V/ μm pada 0.01 dan 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Penggunaan mangkin ferrosena dikaji dengan perbezaan kepekatan berat larutan iaitu antara 1 sehingga 5 % brt. Daripada hasil dapatan, didapati sampel nanotiub karbon yang dihasilkan dengan menggunakan kepekatan larutan mangkin ferrosena 4 % brt dapat menghasilkan diameter yang kecil iaitu antara 34-44 nm manakala nisbah keamatan I_D/I_G adalah 0.75. Hasil dapatan medan pemancaran elektron menghasilkan medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu 6.21 dan 6.82 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Ini adalah disebabkan kurangnya pertumbuhan karbon amorfus dengan kualiti nanotiub karbon adalah baik.

Mangkin ferrosena dengan kepekatan berat larutan 4 % brt menggunakan gas nitrogen sebagai gas pembawa dapat menghasilkan diameter nanotiub karbon kecil iaitu, 34-54 nm. Melalui analisis pemancaran elektron medan, perbezaan jarak diantara anod dan katod iaitu antara 50 dan 100 μm dikaji. Melalui hasil dapatan, didapati jarak 100 μm menghasilkan medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu, 2.80 dan 3.39

$V/\mu\text{m}$ pada $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ dan $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Pada jarak $100 \mu\text{m}$ telah menghasilkan ketumpatan arus maksimum dan nilai β yang tinggi iaitu $0.48 \text{ mA}/\text{cm}^2$ dan 1288.



BAB 5

KESIMPULAN

Kajian ini adalah mengenai sintesis, pencirian dan sifat pemancaran elektron medan nanotiub karbon menggunakan minyak masak terpakai. Beberapa parameter telah dikaji iaitu kesan masa sintesis (5-45 minit), kesan penggunaan mangkin tersemam dalam bentuk monologam (ferum nitrat heksahidrat, kobalt (II) nitrat heksahidrat dan nikel nitrat heksahidrat), bilogam (ferum-nikel nitrat heksahidrat dan ferum-kobalt nitrat heksahidrat) dan juga trilogam (ferum-kobalt-nikel nitrat heksahidrat), kesan suhu sintesis (600-900 °C), kesan penggunaan mangkin terapung (ferosena) dalam kepekatan berat larutan yang berbeza (1-5 % brt) dan juga kesan penggunaan gas pembawa (argon dan nitrogen).

Mangkin tersemam, dalam bentuk monologam dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dilihat dapat menghasilkan diameter yang kecil dan tahap penghabluran nanotiub karbon yang lebih baik berbanding ferum nitrat heksahidrat dan kobalt (II)

nitrat heksahidrat. Masa sintesis yang paling sesuai dalam menghasilkan nanotub karbon yang terbaik adalah pada masa sintesis 15 minit. Kajian ini diteruskan dengan mengkaji mangkin dalam bentuk bilogam dan trilogam bagi melihat kesan terhadap pertumbuhan nanotub karbon. Diperhatikan, nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam (ferum-nikel nitrat heksahidrat) dan trilogam (ferum-kobalt-nikel nitrat heksahidrat) menghasilkan nanotub karbon berdiameter yang kecil dan tahap penghabluran yang baik. Diameter nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam ferum-nikel nitrat heksahidrat adalah antara 30.5-41.4 nm manakala tahap penghabluran iaitu nilai I_D/I_G adalah 0.70. Mangkin trilogam dikaji dengan perbezaan suhu dan melalui hasil dapatan kajian, didapati pada suhu sintesis 750 °C telah menghasilkan diameter nanotub karbon yang kecil iaitu antara 29.2-42.4 nm seiring dengan nilai I_D/I_G yang rendah iaitu 0.72.

Sementara itu, kajian mangkin terapung juga berpotensi menghasilkan kualiti dan kuantiti nanotub karbon yang baik. Selain itu, kaedah ini dilihat mempunyai kelebihan di mana proses penyediaan larutan mangkin adalah mudah dan cepat berbanding dengan menggunakan kaedah mangkin tersemai. Mangkin ferosena dengan kepekatan 4 % brt menghasilkan diameter yang terkecil dengan kepadatan sampel yang tinggi serta tahap penghabluran yang terbaik. Seterusnya, kajian terhadap penggunaan gas pembawa iaitu menggunakan gas nitrogen dapat menghasilkan diameter nanotub karbon yang kecil iaitu 33.5-53.69 nm dan tahap penghabluran, I_D/I_G yang baik (0.75).

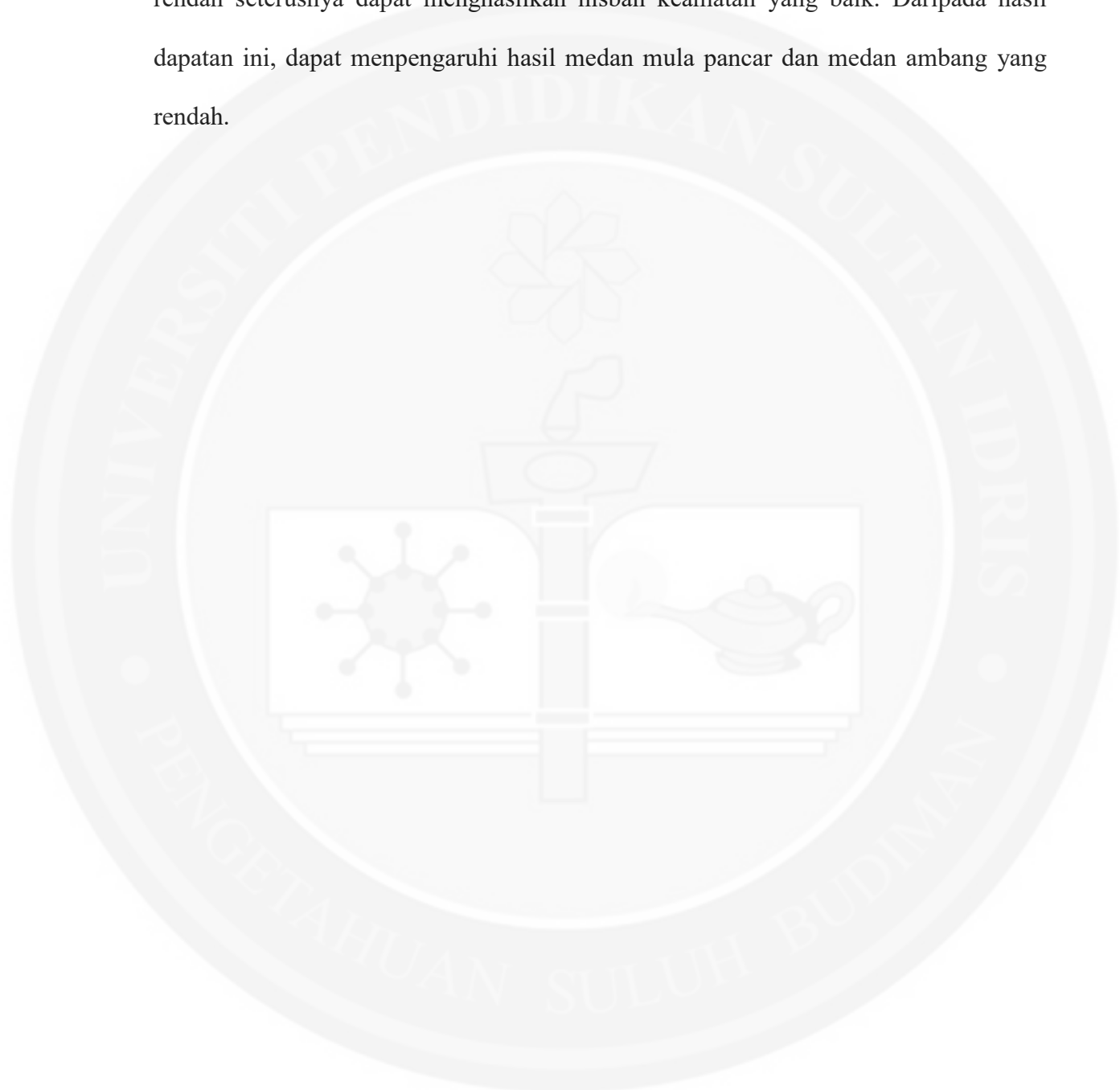
Sifat pemancaran medan dikaji bagi melihat tahap kemampuan pemancaran elektron. Hasil dapatan didapati bahawa menggunakan mangkin monologam dan

trilogam menghasilkan nilai medan mula pancar iaitu 4.72 dan 6.15 V/ μm pada 0.01 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ manakala medan ambang iaitu 5.03 dan 5.85 V/ μm pada 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Selain itu, hasil dapatan menggunakan mangkin bilogam menunjukkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang tinggi, iaitu 5.32 dan 6.56 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Kajian menggunakan mangkin terapung (ferosena) dengan kepekatan 4 % brt menghasilkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu 6.21 dan 6.82 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Walau bagaimanapun, hasil dapatan terhadap mangkin terapung (ferosena) dengan kepekatan 4 % brt menggunakan gas nitrogen sebagai gas pembawa menunjukkan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang lebih rendah berbanding dengan menggunakan gas argon sebagai gas pembawa.

Oleh yang demikian, penghasilan nanotiub karbon telah berjaya disintesis dengan menggunakan minyak masak terpakai sebagai sumber karbon. Kajian terhadap penggunaan gas nitrogen sebagai gas pembawa dengan kepekatan 4 % brt dapat menghasilkan diameter nanotiub karbon yang kecil dan tahap penghabluran yang baik. Melalui hasil dapatan ini juga dapat mempengaruhi hasil dapatan pemancaran elektron medan di mana nilai medan mula pancar dan medan ambang yang rendah iaitu 2.80 dan 3.39 V/ μm pada 1 dan 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Perbezaan jarak antara anod dan katod juga dilihat dapat mempengaruhi hasil dapatan pemancaran medan. Jarak 100 μm dapat menghasilkan medan mula pancar dan medan ambang yang rendah. Penghasilan nilai medan mula pancar dan medan ambang yang tinggi adalah disebabkan kepadatan sampel yang tinggi dan tahap penghabluran yang baik. Analisis pemancaran kestabilan juga menunjukkan perubahan kecil terhadap pemancaran dan ini adalah disebabkan penyingkiran bahan bendasing seperti karbon amorfus.

Melalui hasil kajian, dapat diperhatikan parameter dengan menggunakan

mungkin ferrosena iaitu dengan kepekatan berat larutan 4 %brt menggunakan gas nitrogen sebagai gas pembawa dapat menghasilkan nanotiub karbon berdiameter rendah seterusnya dapat menghasilkan nisbah keamatan yang baik. Daripada hasil dapatan ini, dapat mempengaruhi hasil medan mula pancar dan medan ambang yang rendah.



5.1 Cadangan Kajian Lanjutan

Bagi cadangan kajian lanjutan, 'sputter deposition' adalah salah satu teknik yang berkesan dalam penyediaan mangkin. Teknik ini memperkenalkan kaedah dimana endapan terus logam dan bukannya dalam bentuk nitrat atau oksida. 'Sputter deposition' adalah satu proses pemendapan fizikal di mana melibatkan pemindahan bahan daripada taget katod dan pemendapan bahan yang terhasil daripada target anod. Pemindahan bahan terjadi melalui perlanggaran ion iaitu pada target katod. Teknik ini memerlukan vakum yang tinggi dan gas sebagai medium. Gas yang kerap dipakai adalah gas argon. Teknik ini juga seterusnya dapat menghasilkan penghasilan nanotub karbon yang lebih baik berbanding dengan menggunakan teknik penyalutan spin.

Selain itu, teknik litografi juga digunakan dalam penyediaan mangkin. Teknik ini memerlukan paten dan seterusnya disalut ke atas silikon substrat. Kelebihan menggunakan teknik ini adalah dipercayai dapat menghasilkan nanotub karbon yang sejajar. Pertumbuhan nanotub karbon secara sejajar adalah sangat penting bagi menghasilkan medan mula pancar dan medan-ambang yang baik.

Daripada hasil dapatan kajian, menggunakan sumber karbon iaitu minyak masak terpakai dapat menghasilkan hasil dapatan yang baik iaitu baik dari segi struktur dan tahap penghabluran nanotub karbon. Oleh yang demikian, kajian seterusnya dapat mengekalkan sumber karbon yang mesra alam sebagai contohnya plastik buangan atau sisa kelapa sawit.

Rujukan

- Andrews, R.J., Smith, C.F., and Alexander, A.J. (2006). Mechanism of carbon nanotube growth from camphor and camphor analogs by chemical vapor deposition, *Carbon*, 44, 2, 341–347.
- Azira, A.A., Zainal., N.F.A., Nik, S.F., Rusop, M. (2009). Tip Growth Of Carbon Nanotubes Obtained By Pyrolyzation Of Camphor Oil With Zeolite Embedded With Fe/Ni/Mn Cataly. *Academic*, 1136, (1), 745.
- Bai, S., Li, F., Yang, Q., Cheng, H.M., Bai, J., (2003). Influence of ferrocene/benzene mole ratio on the synthesis of carbon nanostructures. *Chem. Phys. Lett.*, 376, 83-89.
- Banerjee, S., Naha, S., and Puri, I.K. (2008). Molecular Simulation of Growth Mode during Catalytic Synthesis of Carbon Nanotubes. *Applied Physics Letters*, 92, 23312.
- Baughman, R.H., Zakhidov, A.A., and Heer, W.A., (2002). Carbon Nanotubes-the route towards Applications. *Science*, 297, (5582), 787-792.
- Benjamin, L.C., Nathan, E.G., Betty, T.Q., Ronald, A.C., Jr., and Peter, J.C. (2011). Characterizing Multi-Walled Carbon Nanotube Synthesis for Field Emission Application. *Nanotechnology and Nanomaterials*, 307-496-2.
- Bhushan, B. (2007). Springer Handbook of Nanotechnology, *Springer*, ISBN 3540012184, Verlag, Germany.
- Biris, A.R., Li, Z., Dervishi, E., Lupu, D., Xu, Y, Saini, V. (2008). Effect of hydrogen on the growth and morphology of single wall carbon nanotubes synthesized on a Fe–Mo/MgO catalytic system. *Physics Letters A*, 372, 3051–3057.
- Bonard, J.M., Kind, H., Stockli, T., dan Nilsson, L.O. (2001). Field emission from carbon nanotubes: The first five years. *Solid-State Electronics*, 45, (6), 893-914.
- Bonard, J.M., Maier, F., Stockli, T., Chatelain, A., Walt. A. de Heer, Savetat, J.P., Forro, L. (1998). Field emission properties of multiwalled carbon nanotubes. *Ultramicroscopy*, 73, 7-15.
- Bonard, J.M., Stockli, T., Noury, O., Catelain, A. (2001). Field emission from cylindrical carbon nanotube cathodes: possibilities for luminescent tubes. *Appl. Phys. Lett.* 78, (18), 2775.
- Brukh, R., & Mitra, S. (2006). Mechanism of carbon nanotube growth by CVD. *Chemical Physics Letters*, 424, 126-32.
- Carl A. Busacca, Magnus C. Eriksson, Nizar Haddad, Z. Steve Han, Jon C. Lorenz, Bo Qu, Xingzhong Zeng, and Chris H. Senanayake. (2013). Practical Synthesis of Di-tert-Butyl-Phosphinoferrrocene, *organic synthesis*, 90, 316-326.

- Chai, S.P., Zein, S.H.S., and Mohamed, A.R., (2007). The synthesis of thin-walled carbon nanotubes over $\text{CoO Fe}_2\text{O}_3$ based catalysts. *Sustainability Science and Management*, 2, (1), 7-10.
- Chakraborty, A. K., Jacobs, J., Anderson, C., Roberts, C. J., & Hunt, M. R. C. (2005). Chemical vapor deposition growth of carbon nanotubes on si substrates using Fe catalyst: what happens at the nanotube/Fe/Si interface. *Journal of Applied Physics*, 100(8), 084321.
- Cheung, C.L., Kurtz, A., Park, H., Lieber, C.M. (2002). Diameter-controlled synthesis of carbon nanotubes. *Phys Chem B*, 106, (10), 2429-33.
- Chiang, W. H. and Sankaran, R. M. (2008). Synergistic effects in bimetallic nanoparticles for low temperature carbon nanotube growth. *Advanced Materials*. doi: 10.1002/adma.200801006.
- Choi, G.S., Cho, Y.S., Son, K.H., Kim, D.J. (2003). Mass production of carbon nanotubes using spin-coating of nanoparticles. *Microelectronic Engineering*, 66, 77-82.
- Choi, S.Y., Kang Young-II and Cho Kyoung-Ik. (2001). Controlling the diameters and field emission properties of vertically aligned carbon nanotubes synthesized by thermal chemical vapor deposition. *Korean Physical Society*, 39, S193-S196.
- Choi, W.B., Lee, N.S., Yi, W.K., Jin, Y.W., Choi, Y.S., Han, I.T., Chung, D.S., Kim, H.Y., Kang, J.H., Lee, Y.J., Yun, M.J., Park, S.H., Yu, S., Jang, J.E., You, J.H., Kim, J.M. (2000). The first 9-inch carbon-nanotube based field-emission displays for large area and color applications. *Technol. Dig. SID*. 31, 1, 324-327.
- Costa, S., Scheibe, B., Rummeli, M., Palen, E.B. (2009). Raman Spectroscopy Study On Concentrated Acid Treated Carbon Nanotubes. *Physica Status Solidi (B)*, 246, , 2717-2720.
- Cui, Y., Wu, X., Wu, H., Tian, Y. and Chen, Y. (2008). Optimization of synthesis condition for carbon nanotubes by chemical vapor deposition on Fe-Ni-Mo/MgO catalyst. *Materials Letters*, 62, 3878-3880.
- Dai, H. (2002). Carbon nanotubes: opportunities and challenges. *Surface Science*, 500, 218-241.
- Dai, H.J., Rinzler, A.G., Nikolaev, P., Thess, A., Colbert, D.T., Smalley, R.E. (1996). Single-wall nanotubes produced by metal-catalyzed disproportionation of carbon monoxide. *Chem Phys Lett*, 260, (3-4), 471-5.
- Deng, W. Q., Xu, X., Goddard, W. A. (2004). Two stage mechanism of bimetallic catalyzed growth of single wall carbon nanotubes. *Nano Lett*, 4, 2331.
- Dresselhaus, M.S., Dresselhaus, G., and Avouris, P., (2001). Carbon nanotubes: synthesis, structure, properties, and applications. *Berlin: Springer Publishers*.

- Eklund, P.C., Holden, J.M., Jishi, R.A. (1999). Vibrational modes of carbon nanotubes; Spectroscopy and theory. *Carbon*, 33, 959-972.
- Emmenegger, C., Bonard, J.M., Mauron, P., Sudan, P., Lepora, A., Grobety, B., Zuttel, A., Schlapbach, L. (2003). Synthesis of carbon nanotubes over Fe catalyst on aluminum and suggested growth mechanism. *Carbon*, 41, 539-547.
- Fursey, G. (2005). Field Emission in Vacuum Microelectronics, *Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York*.
- Fowler, R.H., Nordheim, L.W. (1928). Electron emission in intense electric fields. *Proceedings of the Royal Society of London*, A, 119, 3.
- Gadzuk, J.W. and Plummer, E.W. (1973). Field emission energy distributions. *Rev. Mod. Phys.*, 45, 487.
- Ghosh, P., Soga, T., and Afre, R.A. (2008). Simplified synthesis of single-walled carbon nanotubes from a botanical hydrocarbon: Turpentine oil. *Journal of alloys and compounds*, 462, 1-2, 289-293.
- Ghosh, P., Soga, T., Tanemura, M., Zamri, M., Jimbo, T., Katoh, R., Sumiyama, K. (2012). Vertically aligned carbon nanotubes from natural precursors by spray pyrolysis method and their field electron emission properties. *Applied Physics A Materials Science & Processing*, 94, 51-56.
- Gomez, J.A., Marquez, A., Perez, A. and Moller, A.D. (2012). Simple method to synthesize functionalized carbon nanotubes employing cobalt nitrate and acetone by using spray pyrolysis deposition technique. *Advance in material science and engineering*, 7, 258673.
- Guan, L., Suenaga, K., and S. Iijima. (2008). Smallest carbon nanotube assigned with atomic resolution accuracy. *Nano Letters*, 8, (2), 459-462.
- Guo, T., Nikolaev, P., Thess, A., Colbert, D.T., and Smalley, R.E. (1995). Catalytic growth of single-walled nanotubes by laser vaporization. *Chemical Physics Letters*, 243, 49.
- Hone, J., Whitney, W., Piskoti, C., and Zettle, A., (1999). Thermal conductivity of single walled carbon nanotubes. *Physical Review B*, 59, (4), 2514-2516.
- Huang, Z.P., Wang, D.Z., Wen, J.G., Sennett, M., Gibson, H., Ren, Z.F. (2002). Effect of nickel, iron and cobalt on growth of aligned carbon nanotubes. *Applied Physics A Materials Science & Processing*, 74(3), 387-391.
- Hussain, S., Jha, P., Chouksey, A., Raman, R., Islam, S.S., Islam, T., Choudhary, P.K. and Harsh. (2011). Spectroscopic investigation of modified single wall carbon nanotube (SWCNT). *Journal of Modern Physics*, 2, 538-544.
- Horyak. G.L., Grigorian. L, Dillon. A.C., Parilla P.A., Jones. K.M., Heben. M.J. (2002). A temperature window for chemical vapor deposition growth of single-wall carbon nanotubes. *J Phys Chem B*, 106, 2821-5.

- Ivchenko, E.L. and Spivak, B., (2002). Chirality effects in carbon nanotubes. *Physical Review B* 66, (15), 155404-155413.
- Jiebo Li and Andrew R. Barron. (2010). Fourier transform infrared spectroscopy of metal ligand complexes, <http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/>.
- Jonge, N.D., Bonard, J.M., (2004). Carbon nanotube electron sources and applications. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 362, 2239-2266.
- Journet, C., and Bernier, P., (1998). Production of carbon nanotubes. *Applied Physics A*, 67, 1-9.
- Journet, C., Maser, W.K., Bernier, P., Loiseau, A., M. Lamy de la Chapelle, and Lefrant, S., Deniard, P., Lee, R., and Fischer, J.E., (1997). Large-scale production of single-walled carbon nanotubes by the electric-arc technique. *Nature*, 388,(6644), 756-758.
- Joydip Segupta, Chacko Jacob. (2009). Growth Temperature Dependence of Partially Fe Filled MWCNT using Chemical Vapor Deposition. *Journal of Crystal Growth*, 311, 4692-4697.
- Juanto, Li., Lei, Wei., Zhang, Xiaobing, Zhou, Xuedong, Wang, Qilong., Zhang, Yuning and Wang, Baoping. (2003). Field emission characteristic of screen-printed carbon nanotube cathode. *Applied Surface Science*, 220, 96-104.
- Jung Inn Sohn, Seonghoon Lee, Yoon Ho Song, Sung-Yool Choi, Kyung-Ik Cho and Kee-Soo Nam (2001). Patterned selective growth of carbon nanotubes and large field emission from vertically well-aligned carbon nanotube field emitter arrays. *Applied Physics Letters*, 78,(7), 3.
- Kalpna Awasthi, Kumar, R., Tiwari, R.S. and Srivastava, O.N., (2010). Large scale synthesis of bundles of aligned carbon nanotubes using a natural precursor: turpentine oil. *Experimental Nanoscience*, 5, (6), 498-508.
- Kanchan M.S., Santosh K.H., and Kapoor, S. (2007). Synthesis of carbon nanotubes by catalytic vapor decomposition (CVD) method: Optimization of various parameters for the maximum yield. *Journal of physics*, 68, 51-60.
- Karthikeyan, S. and Mahalingam, P. (2013). Carbon Nanotubes from Unconventional Resources: Part A: Entangled Multi-Walled Carbon Nanotubes and Part B: Vertically-Aligned Carbon Nanotubes. <http://dx.doi.org/10.5772/51073>, 239-254.
- Kato Group, Institute of Engineering Innovation, School of Engineering, The University of Tokyo
- Kong, B.Y., Seon, J.Y., Lee, S.H., Jung, S.J., Lee, N.S., Jeong, T.W., Heo, J.N., Han, I.T., and Kim, J.M. (2004). Density control of highly populated carbon nanotubes grown by thermal chemical vapor deposition to improve their field emission characteristics. *Korean Physical Society*, 45, 6, 1580-1583.

- Kumar, M. and Ando, Y. (2010). Chemical vapor deposition of carbon nanotubes: a review on growth mechanism and mass production. *Nanoscience and Nanotechnology*, 10, 3739-3758.
- Kumar, M., Kakamu, K., Okazaki, T., and Ando, Y. (2004). Field Emission from Camphor-Pyrolyzed Carbon Nanotubes. *Chemical Physics Letters*, 385, 161-165.
- Kundrapu, M., Li, J., Shashurin, A., and Keidar, M. (2012). A Model of Carbon Nanotube Synthesis in Arc Discharge Plasmas. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 45, 31.
- Kim, K.S., Bae, D.J., Kim, J.R., Park, K.A., Lim, S.C., Kim, J.J., Choi, W.B., Park, C.Y. and Lee, Y.H. (2002). Modification of electronic structures of a carbon nanotube by hydrogen functionalization. *Adv. Mater.* 14, (24), 1818-1821.
- Kyung Ho Jung, Jin Hyo Boo and Byungyoy Hong. (2004). Synthesis of carbon nanotubes grown by hot filament plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Diamond and Related Materials*. 13, 293-304.
- Lacerda, R.G., Yang, K.B., Teo, N.L., Repesinghe, N.L., Dala, S.H. (2004). Growth of high-quality single-wall carbon nanotubes without amorphous carbon formation. *Appl Phys Lett*, 84, 269-71.
- Lee C.J., Park. J., Huh. Y., and Lee. J.Y. (2001). Temperature effect on the growth of CNTs using thermal chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 343:33-38.
- Lee, C.J., Jeong, J.P., Yu, A. (2002). Catalyst effect on carbon nanotubes synthesized by thermal chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 360, 250-255.
- Lee, M. H. and Park, D. G. (2003). Preparation of MgO with high surface area, and modification of its pore characteristics. *Korean Chemical Society*, 24(10), 1437-1443.
- Lee, N.S., Chung, D.S., Han, I.T., Kang, J.H., Choi, Y.S., Kim, H.Y., Park, S.H., Jin, Y.W., Yi, W.K., Yun, M.J., Jung, J.E., Lee, C.J., H, Y.J., Jo, S.H., Lee, C.G., Kim, J.M. (2001). Application of carbon nanotubes to field emission displays. *Diamond and Related Mater*, 10, 265.
- Leung, D.Y.C., Guo, Y. (2006). Transesterification of neat and used frying oil: optimization for biodiesel production. *Fuel processing Technology*, 87, 883-890.
- Li, J., Lei, W., X. Zhang, B. Wang, L. Ba. (2004). Field emission of vertically-aligned carbon nanotubes arrays grown on porous silicon substrate. *Solid-State Electronics*, 48, 2147 – 2151
- Li, Y.M., Kim, W., Zhang, Y.G., Rolandi, M., Wang, D.W., Dai, H.J. (2001). Growth of Single-walled carbon nanotubes from discrete catalytic nanoparticles of various sizes, *Phys Chem B*, 105, (46), 11424-31.

- Li, Y., Liu, J., Wang, Y.Q., Wang, Z.L. (2001). Preparation of nanodispersed Fe-Mo nanoparticles as the catalyst for CVD synthesis of carbon nanotubes, *Chem Mater*, 13, (3),1008-14.
- Li, Y., Zhang, B., Tao, X.Y., Xu, J.M., Huang, W.Z., Luo, J.H., Li, T., Bao, Y., Geise, H.J. (2005). Mass production of high-quality multi-walled carbon nanotube bundles on a Ni/Mo/MgO catalyst. *Carbon*, 43, 295.
- Li, Q., Yan, H., Zhang, J., Liu, S. (2003). Pulsed CVD growth of single walled carbon nanotubes. *Carbon*.41, 2876-8.
- Lijie Ci, Jinqun Wei, Bingqing Wei, Ji Liang, Cailu Xu, Dehai Wu (2001). Carbon nanofibers and single-walled carbon nanotubes prepared by the floating catalyst method. *Carbon*, 39, 329-335.
- Mahmoodi, A., Ghoranneviss, M., Mojtahedzadeh, M., Haji Hosseini, S.H., and Eshghabadi, M. (2012). Various temperature effects on the growth of carbon nanotubes (CNTs) by thermal chemical vapor deposition (TCVD) method, *International Journal of Physical Sciences*, 7(6), 949 – 952.
- Makris, D.T., L. Giorgi, R. Giorgi, N. Lisi, and E. Salernitano. (2005). CNT growth on alumina supported nickel catalyst by TCVD. *Diamond and Related Materials*, 14, 815-819.
- Manocha, L.M., Valand, J. and Manocha, S., (2005). Role of metal catalyst and substrate site for the growth of carbon nanomaterials. *Carbon science*. 2, 6, 79-85.
- Mauricio Rosolen, J., Poa. C.H. Patrick., Tronto, Simone., Marchesin, Marcel.S., and Silva. S. Ravi.P (2006). Electron field emission of carbon nanotubes on carbon felt. *Chemical Physisc Letters*, 424, 151-155.
- Mauron, Ph., Emmenegger, Ch., Zuttel, A., Nutzenadel, Ch., Sudan, P. and Schlapbach, L. (2002). Synthesis of oriented nanotube films by chemical vapor deposition. *Carbon*. 40, 1339-1344.
- McGraw-Hill Concise Encyclopedia of Physics. 2002. by The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Merkoci, A. (2006). Carbon nanotubes in analytical sciences. *Microchimica Acta* 152, 157-174.
- Mhlanga, Sabelo Dalton. (2009). Synthesis and study of carbon nanotubes and carbon spheres, University of the Witwatersrand.
- MingQian Zhang, Rui Wang, XiaoBin Wu, Jia Wang. (2012). Principle, system, and applications of tip-enhanced Raman spectroscopy, *Science China Physics, Mechanics and Astronomy*, 55, 8, 1335-1344.
- Misra, A., Tyagi, P.K., Singh, M.K., and Misra, D.S. (2006). FTIR studies of nitrogen doped carbon nanotubes. *Diamond and Related Materials*, 15 (2-3),385-388.

- Monthieux, M., and Kuznetsov, V.L. (2006). Who should be given the credit for the discovery of carbon nanotubes. *Carbon* 44, (9), 1621-1623.
- Morinobu Endo, Michael S. Strano, and Pulickel M. Ajayan, Potential Applications of Carbon Nanotubes, *Springer book chapter*.
- Mwakikunga, B.W., Haddad, E.S., Forbes, A., Arendse, C. (2008). Raman spectroscopy of WO₃ nano-wires and thermo-chromism study of VO₂ belts produced by ultrasonic spray and laser pyrolysis techniques. *Phys. Status Solid (a)* 205, 150.
- Nagaraju, N., Fonseca, A., Konya, Z., and Nagy, J.B. (2002). Alumina and silica supported metal catalysts for the production of carbon nanotubes. *Molecular Catalysis A: Chemical*, 181, 57.
- Nilsson, L., Groening, O., Emmenegger, C., Kuettel, O., Schaller, E., Schlapbach, L., Kind, H., Bonard, J.M. and Kern, K. (2000). Scanning field emission from patterned carbon nanotube films. *Applied Physic Letters*, 76, 2071.
- Niu, Z. and Fang, Y. (2008). Effect of temperature for synthesizing single-walled carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition over Mo-Co-MgO catalyst. *Materials Research Bulletin*, 43, 1393-1400.
- Omar Oncel and Yuda Yurum. (2006). Carbon nanotube synthesis via the catalytic CVD method: A review on the effect of reaction parameters. *Fullerenes, nanotubes and carbon nanostructure*, 14, 17-37.
- Parveen, S., Husain, S., Kumar, A., Ali, J., Harsh and Husain, M. (2012). Study of J-E curve with hysteresis of carbon nanotubes field emitters. *Nanomaterials*. ID 971854, 1-5.
- Passacantado, M., Bussolotti, F. and Santucci, S., Di Bartolomeo, A., Giubileo, F., L. Iemmo, L. and Cucolo, A.M. (2008). Field emission from single multi-wall carbon nanotubes.
- Popov, V.N. (2004). Carbon nanotubes: properties and applications. *Materials Science and Engineering Reports*. 43, 61-102.
- Radushkevich, L.V., Lukyanovich, V.M. (1952). O strukture ugleroda, obrazujucesja pritermiceskom razlozenii okisi ugleroda na zeleznom kontakte. *Zurn Fisic Chim*, 26, 88-95.
- Ram Manohar Yadav, Pramod Singh Dobal,, Shripathi, T., Katiyar, R.S., O. N. Srivastava, O.S. (2009). Effect of Growth Temperature on Bamboo-shaped Carbon-Nitrogen (C-N) Nanotubes Synthesized Using Ferrocene Acetonitrile Precursor, *Nanoscale Res Lett*, 4, 197-203.
- Rao, C.N.R., Sen, R., Satishkumar, B.C. and Govindaraj, A. (1998). Large aligned-nanotube bundles from ferrocene pyrolysis. *Chem. Comm.* 15, 1525.

- Riichiro Saito, Cristiano Fantini and Jie Jiang. (2006). Excitonic states and resonance Raman spectroscopy of single wall carbon nanotubes, *Carbon nanotubes topics in applied physics*, 111, 251-266.
- Roham Rafiee Reza Pourazizi. (2014). Evaluating the influence of defects on the young's modulus of carbon nanotubes using stochastic modeling, *Mat. Res*, 17, 3
- Roth, S., and Carroll, D., (2004). One dimensional Metals. *Berlin: Wiley-VCH*.
- Rosen, R., Simendinger, W., Debbault, C., Shimoda, H., Fleming, L., Stoner, B., Zhou, O. (2000). Application of carbon nanotubes as electrodes in gas discharge tubes. *Appl. Phys. Lett.* 76 ,(13), 1197–1199.
- R. Sen, Govindaraj, A.G., and Rao, C.N.R., (1997). Carbon nanotubes by the metallocene route. *chem. Phys. Lett.*, 267, (3-4), 276-280.
- Saito, R., Fujita, M., Dresselhaus, G., and Dresselhaus.M.S., (1992).Electronic structure of chiral graphene tubules. *Applied Physics Letters*, 60, (18), 2204-2207.
- Saito, T., Ohshima, S., Xu, W.C., Ago, H., Yumura, M and Iijima, S. (2005). Size control of metal nanoparticle catalysts for the gas-phase synthesis of single-walled carbon nanotubes. *Journal of Physical Chemistry B*, 109, 10647–10652.
- Saito, Y., Uemura, S., dan Hamaguchi, K. (1998). Cathode ray tube lighting elements with carbon nanotube field emitters. *Jpn. J. Appl. Phys.* 37, 346–348.
- Sinclair, R., Itoh, T., & Chin, R. (2002). In situ TEM studies of metal-carbon reactions. *Microscopy and Microanalysis*, 8(4), 288-304.
- Singh, C., Shaffer, M.S.P., Windle, A.H. (2003). Production of controlled architectures of aligned carbon nanotubes by an injection chemical vapour deposition method. *Carbon*, 41, 359-368.
- Sirikamon Saengmee Anupharb, Sanitta Thongpang, Erwin S.P. Bertheir and Pisith Singjai (2011).Growth of vertically aligned carbon nanotubes on silicon using a sparked iron-cobalt catalyst. *Hindawi Publishing*, 8.
- Srivastava, S.K., Vankar, V.D., Sridhar Rao, D.V., and Kumar, V. (2006). Enhanced field emission characteristics of nitrogen-doped carbon nanotube films grown by microwave plasma enhanced chemical vapor deposition process. *Thin Solid Films*, 515, 1851-1856.
- Sugie, H., Tanemura, M., Filip, V., (2001). Carbon nanotubes as electron source in an X-ray tube. *Appl Phys Lett*, 78, 2578-2580.
- Sugime, H., Noda, S., Maruyama, S., and Yamaguchi, Y. (2009). Multiple “optimum” conditions for Co–Mo catalyzed growth of vertically aligned single-walled carbon nanotube forests. *Carbon*, 47, 234–241.

Suriani, A.B. (2011). Controlled growth of vertically aligned carbon nanotubes from palm oil precursor using thermal chemical vapour deposition method.

Suriani A.B., Asli N.A., Salina M., Mamat, M.H., Aziz A.A., Falina A.N., Maryam M., Shamsudin M.S., Roslan Md.Nor, Abdullah S., Rusop M. (2013). Effect of iron and cobalt catalyst on the growth of carbon nanotubes from palm oil precursor, *Journal Material Science & Engineering*, 46, 012014.

Suriani, A.B., Azira, A.A., Nik, S.F., Nor, R.M., and Rusop, M. (2009). Synthesis of vertically aligned carbon nanotubes using natural palm oil as carbon precursor. *Materials Letters*, 63, (30), 2704-2706.

Suriani, A.B., Nor, R.M. and Rusop, M., (2010). Vertically aligned carbon nanotubes synthesized from waste cooking palm oil. *Journal of the Ceramic Society*, 65-66, 963-968.

Suriani A.B., Salina, M., Puteri Sarah Mohamad Saad, Roslan Md Nor, Yosri Mohd Siran, Syahril Anuar M. Rejab, Ahmad Jaril Asis, Shawaluddin Tahiruddin, Saifollah Abdullah, Rusop M. (2011). Effect of temperature on the growth of vertically aligned carbon nanotubes from palm oil, *Journal Material Science & Engineering*, 312-315, 900-905.

Swati Sharma, Pinaki Ranjan, Sthitadhi Das, Sushil Gupta, Ravinder Bhati, Amitava Majumdar (2012). Synthesis of carbon nanotubes using olive oil and its application in dye sensitized solar cell. *Renewable Energy Research*, 2, 2.

Tanaka, K., Yamabe, T., dan Fukui, K. (1999). The science and technology of carbon nanotubes. *Elsevier*, ISBN 0-0804-2696-4, New York, NY.

Tan, P., An, L., Liu, L., Guo, Z., Czerw, R., Carroll, D.L., Ajayan, P.M., Zhang, N., Guo, H. (2002). Probing the phonon dispersion relations of graphite from the double-resonance process of Stokes and anti-Stokes Raman scatterings in multiwalled carbon nanotubes, *Phys. Rev. B*, 66, 245410-245417.

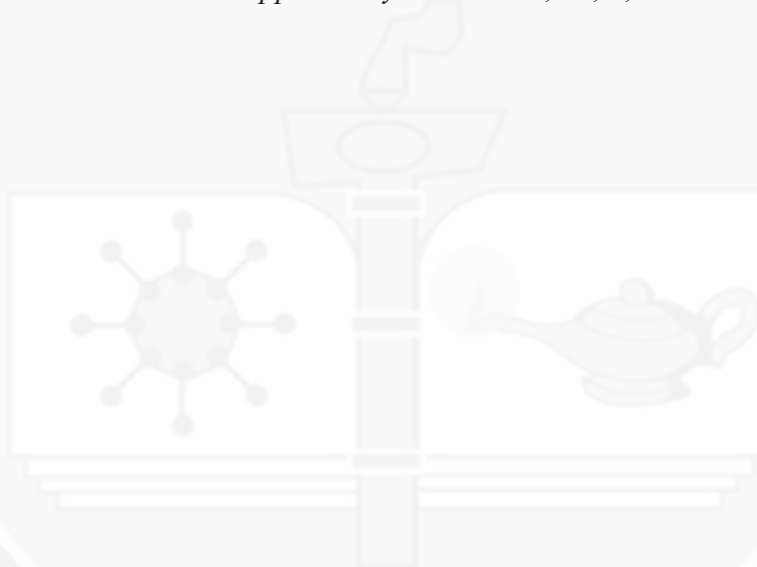
Titus, E., Ali, N., Cabral, G., Gracio, J., Ramesh Babu, P. and Jackson, M.J. (2006). Chemically functionalized carbon nanotubes and their characterization using thermogravimetric analysis, fourier transform infrared, and raman spectroscopy. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 15:182-186.

Titus, E., Cabral, G., Madaleno, J.C., Neto, V.F., Sho-kuhfar, T., Blau, W.J., Ramesh Babu, P., Misra D. S. and Gracio, J. (2007). Synthesis of highly oriented carbon nanotube thin films by nickel functionalisation. *Diamond and Related Materials*, Vol. 16, No. 4-7, pp. 1195-1199.

The Wondrous World of Carbon Nanotubes., 2004.

- Thess, A., Lee, R., Nikolaev, P., Dai, H., Petit, P., Robert, J., Xu, C., Lee, Y.H., Kim, S.G., Rinzler, A.G., Colbert, D.T., Scuseria, G.E., Tomanek, D., Fischer, J.E., and Smalley, R.E., (1996). Crystalline ropes of metallic carbon nanotubes. *Science*, 273, (5274), 483-487.
- Thong, J.T.L., Oon, C.H., Eng, W.K., Zhang, W.D. and Gan, L.M. (2001). High current density field emission from a vertically aligned carbon nanotubes. *Applied Physics Letters*, 79, 2811.
- Thostenson, E.T., Ren, Z., and Chou, T.W., (2001). Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review. *Composites science and Technology*, 61, 1899-1912.
- Veena Choudhary and Anju Gupta. (2011). Polymer/Carbon Nanotube Nanocomposites. Doi: 10.5772/18423.
- Walt. A. de Heer., Chatelain, A., and Ugarte, D., (1995). A carbon nanotube field-emission electron source. *Science*, 270, (5239), 1179-1180.
- Walt. A. de Heer, Chatelain, A., dan Ugarte, D. (1995). A carbon nanotube field-emission electron source. *Science*, 270, (5239), 1179-1180.
- Wencai Ren, Feng Li, Shuo Bai, and Hui-Ming Cheng (2006). The effect of sulfur on the structure of carbon nanotubes produced by a floating catalyst method. *Nanoscience and Nanotechnology*, 6, 1339-1345.
- Wei, H.C., Mohan Sankaran, R. (2008). synergistics effects in bimetallic nanoparticles for low temperature carbon nanotube growth, *Advanced Materials*, 20, 4857-4861.
- Wei, Y., Jiang, K.L, Liu, L., (2007). Vacuum-breakdown-induced needle-shaped ends of multiwalled carbon nanotube yarns and their field emission applications. *Nano Letters*, 2007, 7, 3792-3797.
- Woo, Y.S, Jeon, D.Y, Han, I.T, (2003). Field emission characteristics of multiwalled carbon nanotubes grown at low temperatures using electron cyclotron resonance chemical vapor deposition. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 21, 1660-1664.
- Ya Li Li, Ian A. Kinloch, Alan H. Windle (2004). Direct spinning of carbon nanotube fibers from chemical vapor deposition synthesis. *Science*, 304, (5668), 276-278.
- Yi, W., Lu, L., Dian-lin, Z., Pan, Z.W., and Xie, S.S., (1999). Linear specific heat of carbon nanotubes. *Physical Review B*, 59, (14), 9015-9018.
- Yan, H., Li, Q., Zhang, J., Liu, Z. (2002). Possible tactics to improve the growth of single-walled carbon nanotubes by chemical vapor deposition. *Carbon* 40, 2693-8.

- Young Chul Choi, Young Min Shin, Young Hee Lee, Byung Soo Lee, Gyeong-Su Park, Won Bong Choi, Nae Sung Lee, and Jong Min Kim (2000). Controlling the diameter, growth rate, and density of vertically aligned carbon nanotubes synthesized by microwave plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Apply phys lett*, 76, (17), 2367.
- Yue, G.Z., Qiu, Q., Gao, B., Cheng, Y., Zhang, J., Shimoda, H., Chang, S., Lu, J.P., Zhou, O. (2002). Generation of continuous and pulsed diagnostic imaging x-ray radiation using a carbon-nanotube-based field-emission cathode. *Appl. Phys. Lett*, 81, (2), 355.
- Zeng, B.Q., Xiong, G.Y., Chen, S., Wang, W.Z., Wang, D.Z., and Ren, Z.F. (2006). Enhancement of field emission of aligned carbon nanotubes by thermal oxidation. *Applied Physics Letter*, 89, 22, 223119.
- Zhao, Z.G., Tong, Y., Liu, C. and Cheng, H.M. (2003). Effect of Geometrical Parameters on the Field-Emission Properties of Single-Walled Carbon Nanotube Ropes. *Mater.Res.*, 18, 9.
- Zhu, W., Bower, C., Zhou, O., Kochanski, G. and Jin, C. (1999). Large current density from carbon nanotube field emitters. *Applied Physics Letters*, 75, 6, 124541.



Senarai Lampiran

Jurnal

- 1) A.N. Falina, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, A.R. Dalilah, Roslan Md Nor & M. Rusop. “**The Effect of Temperature on Carbon Nanotubes Synthesized using Trimetallic Catalyst from Waste Cooking Palm Oil Precursor**” Jurnal Sains Dan Matematik, Vol.4 No.2 (2012) 87-93, ISSN 1985-7918.
- 2) A.N. Falina, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, A.R. Dalilah, Roslan Md Nor & M. Rusop. “**Structural Characteristics and Field Electron Emission Properties of Carbon Nanotubes Synthesized From Waste Cooking Palm Oil**” Jurnal Teknologi UTM.

Seminar

- 1) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, Roslan Md Nor and M. Rusop, “The Synthesis of Carbon Nanotubes from Waste Cooking Palm Oil Using Nickel, Iron and Cobalt Catalyst.”
 - Seminar di **INSC 2011**, Selangor, Malaysia, 4-5 July 2011.
- 2) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, Roslan Md Nor and M. Rusop, “The Effect of Temperature on Carbon Nanotubes Synthesized Using Trimetallic Catalyst from Waste Cooking Palm Oil Precursor.”
 - Seminar di **Kolukium Pasca Siswazah UPSI 2011**, Perak, Malaysia, 10 October 2011.

- 3) A.B. Suriani, M. Salina, M.S. Azmina, **A.N. Falina**, N.A. Asli, M. Maryam, M.S. Shamsudin, Roslan Md Nor and M. Rusop, "Synthesis of Carbon Nanotubes from Palm Oil using Single-Furnace Chemical Vapour Deposition Method."
 - Seminar di **International Conference on Nanoscience and Nanotechnology 2011 (NANO-SciTech 2011)**, Intekma, Shah Alam, 2-3 March 2011.
- 4) M.S. Azmina, A.B. Suriani, **A.N. Falina**, M. Salina, M. Rusop, "Temperature Effects on The Production of Carbon Nanotubes from Palm Oil by Thermal Chemical Vapor Deposition Method."
 - Seminar di **The International Conference for Nanomaterials Synthesis and Characterization 2011 (INSC 2011)**, Selangor, Malaysia, 4-5 July 2011.
- 5) M.S. Azmina, A.B. Suriani, **A.N. Falina**, M. Salina, J. Rosly, M. Rusop, "Preparation of Palm Oil Based Carbon Nanotubes at Various Ferrocene Concentration."
 - Seminar di **INSC 2011**, Selangor, Malaysia, 4-5 July 2011.
- 6) M.S. Azmina, A.B. Suriani, **A.N. Falina**, R. Rosazley, J. Rosly and M. Rusop, "Synthesis Of Single Wall Carbon Nanotubes On Multiple Stacking With Difference Location using Thermal Chemical Vapor Deposition."
 - Seminar di **Kolukium Pasca Siswazah UPSI 2011**, Perak, Malaysia, 10 October 2011.
- 7) A.B. Suriani, M.H. Mamat, M. Salina, N.A. Asli, M.S. Azmina, **A.N. Falina**, M. Maryam, M.S. Shamsudin, R. Md Nor and M. Rusop, "Field Electron Emission Properties of Vertically Aligned Carbon Nanotube synthesized from Palm Oil Precursor."
 - Seminar di **MNC 2011**, Kyoto, Japan, 24-27 October 2011.
- 8) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, Roslan Md Nor and M. Rusop, "Structural Characteristics And Field Electron Emission Properties Of Carbon Nanotubes Synthesized From Waste Cooking Palm Oil,"
 - Seminar di **Nanomaterials Technology Specialized Conference 2012**, UTM Skudai, Johor.

- 9) M.S. Azmina, A.B. Suriani, M. Salina, **A.N. Falina**, J. Rosly and M. Rusop, "Characterization of Schottky Barrier Carbon Nanotube from Bio-hydrocarbon Precursors."
- Seminar di **International Conference on Nanotechnology 2012 (ICONT)**, Pahang, Malaysia 31 June – 1 July 2012.
- 10) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, Roslan Md Nor and M. Rusop, "Synthesis of Carbon Nanotubes on a Silicon Substrate from Waste Cooking Palm Oil using Nickel, Iron and Cobalt Catalyst."
- Seminar di **International Conference on Nanotechnology (ICONT) 2012**, Pahang, Malaysia 31 June – 1 July 2012.
- 11) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, Roslan Md Nor and M. Rusop, "Recycling of Waste Cooking Palm Oil for the Production of Carbon Nanotubes: Effect of Synthesis Temperature."
- Seminar di **International Conference on Nanotechnology (ICONT 2012)**, Pahang, Malaysia 31 June – 1 July 2012.
- 12) M.S. Azmina, A.B. Suriani, M. Salina, A.R. Dalila, **A.N. Falina**, J. Rosly and M. Rusop, "Effect of Carrier Gases on Physical Properties of Carbon Nanotubes Growth from Palm Oil Precursor."
- Seminar di **Kolukium Pasca Siswazah UPSI 2012**, Perak, Malaysia, 6 October 2012.
- 13) M.S. Azmina, A.B. Suriani, M. Salina, A.R. Dalila, **A.N. Falina**, J. Rosly and M. Rusop, "Effect of Synthesis Time on Carbon Nanotubes Growth from Palm Oil as Carbon Source by Thermal Chemical Vapor Deposition Method."
- Seminar di **IEEE International Conference on Electronics Design, Systems and Applications 2012 (ICEDSA)**, Kuala Lumpur, Malaysia, 5-6 November 2012.
- 14) **A.N. Falina**, A.B. Suriani, M.S. Azmina, M. Salina, Roslan Md Nor and M. Rusop, "Effect of Synthesis Time on The Growth of Carbon Nanotubes From Waste Cooking Palm Oil Precursor."
- Seminar di **Kolukium Pasca Siswazah UPSI 2012**, Perak, Malaysia, 6 October 2012.

Pingat

- 1) A.B. Suriani, **A.N. Falina**, J. Rosly, R. Rosazley, M. Rusop, “Novel Structure CNT from Waste Cooking palm Oil”
 - **Pingat Emas** di Malaysia Technology Expo 2012, Kuala Lumpur, 16-18 February 2012.

- 2) A.B. Suriani, **A.N. Falina**, J. Rosly, R. Rosazley, M. Rusop, “Novel Structure CNT from Waste Cooking palm Oil”
 - **Pingat Terbaik** di Malaysia Technology Expo 2012, Kuala Lumpur, 16-18 February 2012.

