

**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 ~ 31 -55 nm. Manakala, sintesis NTK dengan menggunakan mangkin trilogam ferum-nikel-kobalt (II) nitrat heksahidrat menghasilkan diameter NTK yang kecil (~ 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: Ferosena	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 berlengan 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 nanotub 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 nanotub 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 nanotub 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 nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin bilogam: (a)-(b) ferum-nikel dan (c)-(d) ferum-kobalt	83
4.7	Spektra Raman bagi sampel nanotub 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 nanotub karbon yang dihasilkan menggunakan mangkin (c) ferum-nikel dan (d) ferum-kobalt.	87
4.9	Imej FESEM bagi sampel nanotub 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 nanotub karbon yang dihasilkan pada suhu sintesis (600-900 °C).	95
4.11	Graf ketumpatan arus melawan medan elektrik bagi sampel nanotub 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 nanotub 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 nanotub 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 nanotiub 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), penambat menjadi konduktor (silikon), penghasilan alat-alat solek dan lain-lain.

Nanotub karbon terbahagi kepada dua jenis iaitu, nanotub karbon berdinding tunggal dan nanotub karbon berdinding ganda (Dresselhaus, Dresselhaus dan Avouris, 2001). Nanotub karbon (n, m) adalah bersifat logam jika $n = m$ atau $(n - m) = 3i$, di mana i adalah integer manakala n dan m menentukan struktur nanotub karbon ($C = n\hat{a}_1 + m\hat{a}_2$, C adalah vektor kekiralan) (Thostenson, Ren dan Chuo, 2001). Struktur nanotub karbon dapat menentukan sifat nanotub karbon sama ada logam atau semikonduktor (Saito, Fujita, Dresselhaus dan Dresselhaus, 1992; Baughman, Zakhidov dan Heer, 2002). Nanotub 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/cm^2 (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 pendedapan 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 nanotub 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 nanotub 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 nanotub 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 ferrosena dan benzena telah digunakan sebagai sumber karbon dan mangkin bagi menghasilkan nanotiub karbon berdinding 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 nanotub karbon dan daripada kajian tersebut, didapati apabila suhu sintesis meningkat, saiz nanotub 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 nanotub 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. Hasil dapatan menunjukkan dengan menggunakan suhu sintesis yang rendah dapat menghasilkan saiz nanotub karbon yang besar manakala suhu yang lebih tinggi dapat menghasilkan diameter nanotub karbon yang kecil.

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