

SINTESIS DAN PURIFIKASI CARBON NANOTUBE DARI ETANOL

Adrian Nur**, Erwan Yudhi E.*, Gregorius P.I.B.*

Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret

Jl. Ir. Sutami No. 36 A Surakarta, Telp./Fax (0271)632112

**Staf Pengajar Teknik Kimia FT UNS *Mahasiswa Teknik Kimia FT UNS

Abstract: *An application of nanoparticle technology is carbon nanotube (CNT). CNT gives more some advantages than the other materials. These advantages make the research about CNT have many attentions. This research aims to determine the better type of catalyst supported between natural zeolit and y type zeolit in CNT synthesis from ethanol using CVD (chemical vapor deposition) method with Fe - Co as the catalysts. In addition, the research aims to determine the optimum concentration of acid in CNT purification. In CNT synthesis using CVD method, the carbon source that obtained from the ethanol was reacted with H₂ gas and Co - Fe catalysts. Fe - Co catalyst was impregnated in catalyst supported and dried in oven at 80^oC for one day and then it was calcinated in furnace at 500^oC on the air flow for 60 minutes. The synthesis process was done that the catalyst was put on the ceramic boat and entered in the quartz reactor. The reactor was vacuumed by vacuum pump. The N₂ gas was flowed with flow rate 200 cm³/minutes in room temperature. The furnace was flamed and set at 900^oC. Ethanol was flowed into the reactor and the flow rate of the N₂ gas was decreased to 6,19 cm³/minutes and H₂ began to be flowed, then it was reacted for 30 minutes. Acid contacted method was used to purification CNT. The nitrate acid was diluted up to obtain 3N, 2N and 1N nitrate acid. These nitrate acid were mixed with CNT in beaker glass for 10 minutes, then they were put into oven for 24 hours. The CNT from synthesis process and CNT from purification process were analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM). The results of the research show that natural zeolit is better than y type zeolit for CNT synthesis from ethanol of CVD method with Fe - Co catalyst and the optimum acid concentration in purification of CNT by acid contacted method was 3N.*

Keywords: *CNT, synthesis, purification, SEM, ethanol*

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi nanopartikel dewasa ini sangatlah pesat, tidak hanya di luar negeri bahkan di Indonesia sudah mulai menunjukkan tanda-tanda positif akan teknologi yang satu ini. Hal ini dapat dibuktikan dengan sudah banyaknya produk hasil teknologi nanopartikel yang digunakan masyarakat dalam kehidupan sehari-hari, seperti komponen barang – barang elektronik, badan pesawat terbang, bahan kerangka sepeda, dan lain – lain.

Salah satu aplikasi dari teknologi nanopartikel adalah teknologi pembuatan karbon dalam ukuran nanometer atau biasa disebut *carbon nanotube* (CNT). CNT adalah satu rantai atom karbon yang berikatan secara heksagonal berbentuk silinder tabung yang berdiameter nanometer. Silinder tabung CNT ini memiliki panjang beberapa puluh mikrometer dengan ujung-ujungnya memiliki tutup seperti layaknya pil obat.

CNT dapat diperoleh dari 3 teknik yaitu : pancaran elektroda, penggunaan laser, dan endapan uap senyawa kimia (*chemical vapour deposition, CVD*). Pancaran elektroda dilakukan dengan melewati uap di antara dua elektroda karbon yang umumnya menghasilkan

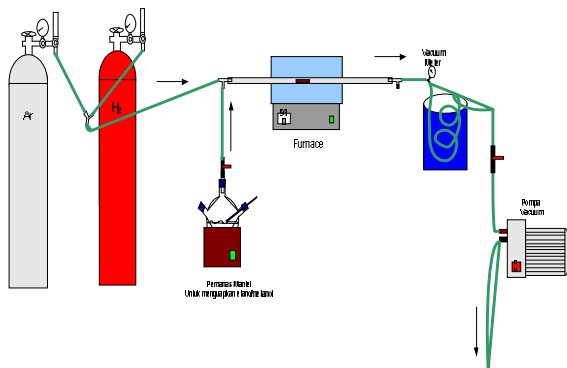
CNT dengan impuritas yang tinggi. Teknik pencahayaan laser dapat menghasilkan CNT yang bersih namun mahal. CVD paling mudah dilakukan dengan impuritas yang cukup rendah. Impuritas dapat diminimalkan dengan proses purifikasi CNT.

Masalah utama aplikasi karbon nanotube untuk skala besar adalah pemurnian (*purifikation*). Ada beberapa teknik yang digunakan, namun secara umum ada 2 bagian yaitu selektivitas struktur dan selektivitas ukuran. Pada selektivitas struktur bertujuan untuk memisahkan SWNT dari impuritas, sedangkan pada selektivitas ukuran bertujuan untuk menghomogenkan distribusi. Diameter atau ukuran. Teknik – teknik yang digunakan antara lain perlakuan asam, oksidasi, annealing, ultrasonication, dan pemisahan ferromagnetik.

METODOLOGI

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah etanol, gas hydrogen, dan gas nitrogen, katalis Fe dan Co, dan penyangga katalis zeolit tipe Y dan zeolit alami. Penelitian ini menggunakan metode CVD pada proses

sintesis CNT dengan menggunakan ethanol sebagai sumber karbon. Sintesis CNT menggunakan beberapa langkah, langkah pertama adalah preparasi katalis yang terdiri dari impregnasi katalis dan kalsinasi katalis. Impregnasi katalis adalah dengan cara melarutkan katalis Fe & Co 6% berat dari berat total (katalis + katalis penyangga) ke dalam aquades kemudian memasukkan katalis penyangga (zeolit alam atau zeolit y) ke dalam larutan dan mengaduknya, setelah itu dikeringkan di dalam oven. Langkah selanjutnya adalah kalsinasi katalis yaitu dengan cara memasukkan katalis ke dalam furnace pada temperature 500°C sambil mengalirkan udara dengan fan selama 60 menit. Setelah itu dilanjutkan sintesis CNT, yaitu dengan cara katalis terkalsinasi ditempatkan pada boat keramik dan di masukkan dalam reaktor kuarsa. Mula-mula reaktor divakumkan dengan pompa vakum untuk mengeluarkan udara dalam reaktor. Gas N₂ dialirkan dengan kecepatan alir 200 cm³/menit selama 10 menit pada suhu kamar. Furnace dinyalakan dan diset pada suhu 900 °C. Etanol dialirkan ke dalam furnace dan laju alir N₂ diturunkan menjadi 6,19 cm³/menit serta H₂ mulai dialirkan kemudian di reaksi selama 30 menit. Setelah CNT terbentuk dianalisa dengan *scanning electron microscopy* (SEM).



Gambar 1 Rangkaian alat yang digunakan pada sintesa carbon nanotube

Pada purifikasi CNT, CNT hasil sintesis dikontakkan dengan asam, dalam hal ini digunakan HNO₃ dalam berbagai konsentrasi 2N dan 3N, kemudian memasukkan dalam oven untuk mengurangi kadar air didalamnya. Setelah itu CNT hasil purifikasi dianalisa dengan *scanning electron microscopy* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

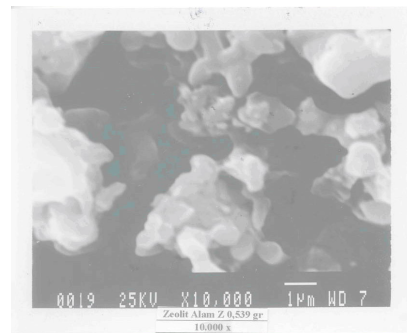
Penelitian sintesis CNT ini menggunakan metode CVD dengan temperatur

operasi 900 °C pada proses pembentukan CNT dengan ethanol sebagai sumber karbon, Fe & Co sebagai katalis, zeolit alam atau zeolit y sebagai katalis penyangga dan dilakukan secara batch dengan waktu operasi 30 menit. Penelitian ini menggunakan variasi jenis katalis penyangga untuk mengetahui pengaruh jenis katalis penyangga terhadap pembentukan CNT dari ethanol.

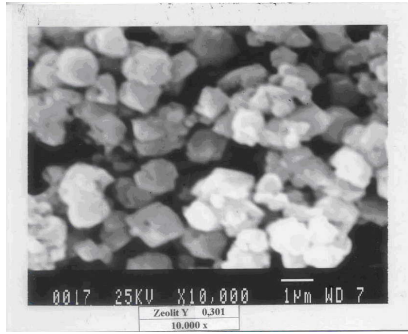
Sintesis CNT menggunakan metode CVD karena mudah dilakukan, murah dan didapat CNT dengan kemurnian cukup. Metode CVD terdiri dari 2 tahap, yaitu preparasi katalis dan sintesis CNT. Preparasi katalis terdiri dari impregnasi katalis dan kalsinasi katalis. Impregnasi katalis adalah penempelan katalis pada katalis penyangga. Sedangkan kalsinasi katalis bertujuan untuk membentuk katalis oksida.

Selain itu, sintesis CNT juga menggunakan gas N₂ dan gas H₂. Gas N₂ digunakan sebagai pengusir oksigen di dalam reaktor tabung kuarsa, sehingga tidak terjadi reaksi pembakaran pada saat sintesis CNT, karena apabila terjadi reaksi pembakaran maka CNT tidak akan terbentuk. Sedangkan gas H₂ digunakan sebagai pereduksi karbon (C), sehingga dapat terbentuk CNT yang berbentuk heksagonal.

Hasil analisa menggunakan SEM, CNT yang terbentuk pada temperatur operasi 900°C, dapat dilihat pada gambar 2 dan 3.

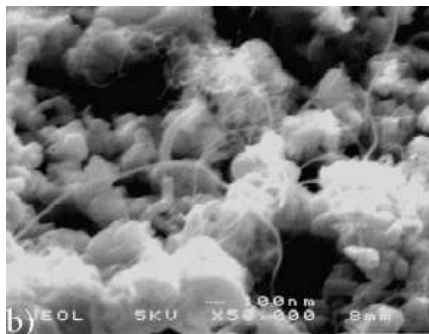


Gambar 2 CNT hasil sintesis dengan katalis penyangga zeolit alam



Gambar 3 CNT hasil sintesis dengan katalis penyangga zeolit alam

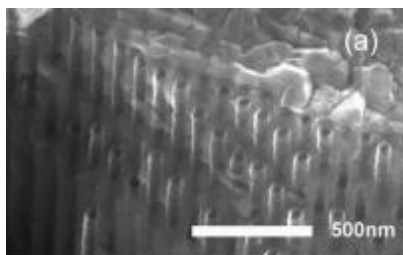
Gambar 2 (dengan penyangga katalis zeolit alam), CNT yang terbentuk lebih tampak daripada gambar 3 (dengan penyangga katalis zeolit y). Hal ini didukung dengan membandingkan kesamaan bentuk antara hasil penelitian dengan referensi yang dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Hasil penelitian oleh C. Emmenegger dkk pada tahun 2003

Gambar 4 menunjukkan filamen-filamen CNT, sedangkan pada gambar 2 filamen-filamen CNT tidak begitu terlihat karena adanya impuritas.

Sedangkan untuk penyangga katalis zeolit y, dapat dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan Iijima, 1991 dengan hasil yang dapat dilihat pada gambar 5.



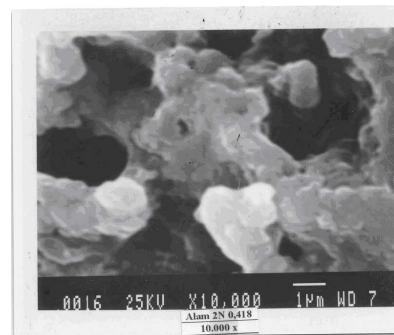
Gambar 5. Hasil penelitian oleh Iijima pada tahun 1991

Gambar 5 menunjukkan CNT tumbuh pada bagian bawah katalis, namun pada gambar 3 tidak dapat terlihat karena analisa hanya diambil dari sisi atas katalis. Kurang terlihatnya CNT yang terbentuk pada gambar 3 juga dapat disebabkan oleh sedikitnya CNT yang terbentuk. Hal ini terjadi karena kurang maksimalnya kontak antara katalis dengan penyangga katalis pada saat impregnasi, sehingga sedikit katalis yang melekat pada penyangga, mengakibatkan sedikit pula CNT yang terbentuk.

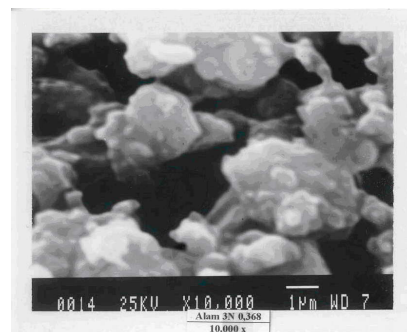
Ada kemungkinan pula Zeolit y telah rusak, diakibatkan karena suhu operasi yang tinggi yaitu 900 °C, sedangkan Zeolit y telah terdekomposisi termal pada suhu 793 °C

Purifikasi CNT dengan metode kontak asam, CNT hasil sintesis dikontakkan dengan asam kuat, dalam hal ini menggunakan asam nitrat HNO₃ dengan variasi konsentrasi 2N dan 3N.

Hasil analisa menggunakan SEM, purifikasi CNT hasil sintesis dengan katalis penyangga zeolit alam dapat dilihat pada gambar 6 dan 7.

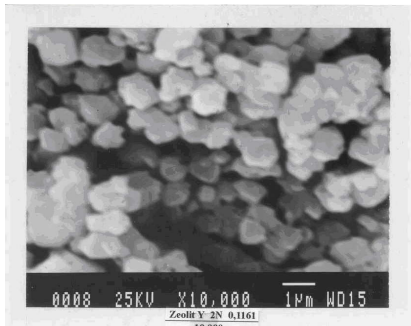


Gambar 6. Purifikasi CNT dengan katalis penyangga zeolit alam dengan konsentrasi HNO₃ 2N

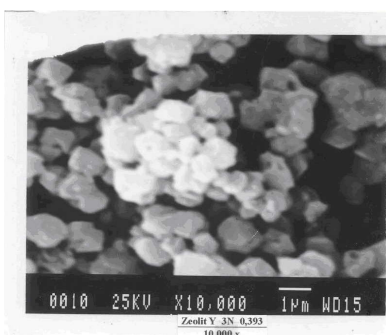


Gambar 7. Purifikasi CNT dengan katalis penyangga zeolit alam dengan konsentrasi HNO₃ 3N

Purifikasi CNT hasil sitesis dengan katalis penyangga zeolit y dapat dilihat pada gambar 8 dan 9 .



Gambar 8. Purifikasi CNT dengan katalis penyangga zeolit y dengan konsentrasi HNO₃ 2N



Gambar 9. Purifikasi CNT dengan katalis penyangga zeolit y dengan konsentrasi HNO₃ 3N

Gambar 6 - 9 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan untuk purifikasi maka semakin baik hasilnya, dapat dilihat dengan berkurangnya impuritas diantaranya karbon black yang menutupi filamen CNT yang terbentuk. Dengan demikian konsentrasi yang optimum untuk purifikasi adalah 3N.

KESIMPULAN

Jenis penyangga katalis yang lebih baik untuk sintesis CNT dari etanol metode CVD (*chemical vapour deposition*) dengan katalis Co & Fe adalah Zeolit Alam; Namun demikian, bukan berarti Zeolit y yang dipakai tidak baik, hanya perlu penanganan khusus karena penanganannya berbeda dengan penanganan pada Zeolit alam.

Konsentrasi Asam Nitrat 3 N lebih baik dibandingkan dengan konsentrasi 2 N untuk digunakan dalam proses purifikasi CNT dari etanol metode CVD (*chemical vapour deposition*) dengan katalis Co & Fe dan penyangga katalis zeolit alam atau zeolit y dengan metode kontak asam.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2006, *Wondrous World of Carbon Nanotubes*, diakses pada <http://students.chem.tue.nl/> pada 28 Februari 2006.
- Alvarez, L., Guillard, T., Olalde, G., Rivoire, B., Robert, J.F., Bemier, P., Flamant, G., and Laplaze, D., 1999, *Large Scale Solar Production of Fullerenes and Carbon Nanotubes*, *Synthetic Metals*, **103**, 2476 – 2477
- Andrews, R., Jacques, D., Rao, A.M., Derbyshire, F., Qian, D., Fan, X., Dickey, E.C., and Chen, J., 1999, *Continuous Production of Aligned Carbon Nanotubes : A step Closer to Commercial Realization*, *Chemical Physics Letters*, **303**, 467 – 474
- Flahaut, E., Peigney, A., Laurent, Ch., and Rousset, A., 2000, *Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotube – Co – MgO Composite Powders and Extraction of the Nanotubes*, *Journal of Materials Chemistry*, **10**, 249 – 252
- 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**(1,2), 49 – 54
- Iijima, S., 1991, *Helical Microtubes of Graphitic Carbon*, *Nature*, **354**, 56 – 58
- Jung, S.H., 2003, *Applied Physics A – Materials Science and Processing*, **76**, 285 – 286
- Kitiyanan, B., Alvarez, W.E., Harwell, D.E., and Resasco, D.E., 2000, *Controlled Production of Single-Wall Carbon Nanotubes by Catalytic Decomposition of CO on Bimetallic Co – Mo Catalysts*, *Chemical Physics Letter*, **317**, 497 – 503
- Kwon, Y.K., Lee, Y.H., Kim, S.G., Jund, P., Tomanek, D., and Smalley, R.E., 1997, *Morphology and Stability of Growing Multiwall Carbon Nanotubes*, *Physical Review Letters*, **79**, 2065 – 2068
- Laurent, C., Flohaut, E., Peigney, A., and Rousset, A., 1998, *Metal Nanoparticles for The Catalytic Synthesis of Carbon Nanotubes*, *New Journal of Chemistry*, 1229 – 1237
- Lee, Y.H., Kim, S.G., and Tomanek, D., 1997, *Catalytic Growth of Single – Wall Carbon Nanotubes : An Ab Initio Study*, *Physical Review Letters*, **78**, 2393 – 2396
- Maruyama, S., Miyauchi, Y., Edamura, T., Igarashi, Y., Chiashi, S., and Murakami, Y., 2003, *Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotubes with Narrow Diameter*

- *Distribution from Fullerene*, Chemical Physics Letters, **375**, 553 – 559
- Murakami, Y., Chiashi, S., Miyauchi, Y., Hu, M., Ogura, M., Okubo, T., and Maruyama, S., 2004, *Growth of Vertically Aligned Single-Walled Carbon Nanotube Films on Quartz Substrates and Their Optical Anisotropy*, Chemical Physics Letters, **385**, 298 – 303
- Resasco, D.E., Herrera, J.E., and Balzano, L., 2004, *Decomposition of Carbon-Containing Compounds on Solid Catalysts for Single-Walled Nanotube Production*, Journal of Nanoscience and Nanotechnology, **4**, 1 – 10
- Takikawa, H., Ikeda, M., Itoh, S., and Tahara, T., 2006, *Method for Preparing Carbon Nano-fine Particle, Apparatus for Preparing The Same and Mono-layer Carbon Nanotube*, United States Patent, No. US 6,989,083 B2
- Zheng, B., Li, Y., and Liu, J., 2002, *CVD Synthesis and Purification of Single-Walled Carbon Nanotubes on Aerogel – Supported Catalyst*, Applied Physics A : Science & Processing, **74**, 345 – 348