

**PEMURNIAN CNT (*CARBON NANOTUBE*) HASIL *SPRAY-PYROLYSIS*
DENGAN OPTIMASI PERLAKUAN WAKTU REFLUKS DAN APLIKASINYA
UNTUK ADSORPSI KLOOROFOM**

Yeni Setyaningsih¹, Pardoyo¹, Agus Subagio²
¹ Jurusan Kimia, FSM – UNDIP
² Jurusan Fisika, FSM – UNDIP
Jl. Prof. Soedarto SH., Tembalang, Semarang

ABSTRAK

Telah dilakukan pemurnian *carbon nanotube* hasil sintesis dengan metode *spray-pyrolisis* menggunakan perlakuan refluks dengan mereaksikan *carbon nanotube* dengan asam nitrat (HNO₃) dan aplikasinya untuk adsorpsi kloroform. Refluks dilakukan dengan variasi waktu 1, 2, 3, 4, dan 5 jam. *Carbon nanotube* (CNT) hasil sintesis dan hasil refluks dianalisis menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), kemudian diaplikasikan untuk adsorpsi kloroform. Hasil menunjukkan bahwa pengotor Fe dalam *carbon nanotube* menurun dengan bertambahnya waktu refluks, sedangkan kemampuan adsorpsinya meningkat dengan bertambahnya waktu refluks. Kemurnian *carbon nanotube* yang terbaik yaitu pada *carbon nanotube* yang di refluks selama 5 jam, sedangkan kemampuan adsorpsi kloroform paling tinggi sebesar $5,8217 \times 10^{-4}$ gram/mol di dapat pada *carbon nanotube* yang di refluks selama 5 jam.

Kata kunci : *carbon nanotube*, refluks, HNO₃, adsorpsi, kloroform.

ABSTRACT

Purification of carbon nanotubes has been carried out by the method of synthesis results using spray-pyrolisis reflux treatment by reacting carbon nanotubes with nitric acid (HNO₃) and its application for the adsorption of chloroform. Reflux is done by the time variation of 1, 2, 3, 4, and 5 hours. Carbon nanotube (CNT) synthesis results and the results of reflux were analyzed using SEM (*Scanning Electron Microscopy*) and EDS (*Energy dispersive X-ray Spectroscopy*), and then applied to adsorption of chloroform. The results show that Fe impurities in carbon nanotubes decreases with increasing reflux time, while the adsorption capacity increased with increasing reflux time. Purity carbon nanotubes are the best in the carbon nanotube that reflux for 5 hours, while the ability of chloroform adsorption maximum of 5.8217×10^{-4} g / mol to the carbon nanotube in which at reflux for 5 hours.

Keywords : carbon nanotubes, reflux, HNO₃, adsorption, chloroform.

1. PENDAHULUAN

Potensi *carbon nanotube* untuk berbagai aplikasi menyebabkan penelitian *carbon nanotube* terus dilakukan. Beberapa potensi aplikasi *carbon nanotube* antara lain sebagai elektroda pada peralatan *display* [7], material komposit, transistor, pendeteksi gas [6],

penyimpan hidrogen, katalis, adsorben [5] dan lain-lain. CNT dapat diperoleh dari beberapa teknik yaitu: pancaran elektroda, penggunaan laser, endapan uap senyawa kimia (chemical vapour deposition, CVD), dan spray-pyrolisis. Pada sintesis *carbon nanotube* menggunakan metode *spray-pyrolisis* masih banyak ditemukan pengotor-pengotor yang menyebabkan berkurangnya performa dari *carbon nanotube* [10]. Untuk menghilangkan pengotor-pengotor pada *carbon nanotube* perlu dilakukan proses pemurnian (*purification*). Teknik-teknik yang biasa digunakan dalam pemurnian *carbon nanotube* antara lain perlakuan asam [10], oksidasi [11], annealing, ultrasonikasi, dan kalsinasi. Pada penelitian ini dipilih teknik perlakuan menggunakan perlakuan refluks dengan mencampurkan *carbon nanotube* dan asam kuat. Keuntungan refluks yaitu pada proses pereaksian tidak ada senyawa yang terbuang karena karena pelarut yang tadinya dalam bentuk uap akan mengembun pada kondensor sehingga turun lagi ke wadah reaksi.

2. METODE PERCOBAAN

2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah rangkaian alat *spray-pyrolisis* (*furnace*, tabung gas argon, *sprayer*, tabung *quartz*, dan *thermo chopel*), rangkaian alat refluk (penangas air, pemanas, termometer, kondensor, pipa air, labu alas bulat), gelas ukur, gelas beker, *magnetic stirrer*, kertas saring, oven, SEM (*Scanning Electron Microscopy*), EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), dan desikator.

2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah benzena (C_6H_6), *ferrocene* ($(C_5H_5)_2Fe$) 98% gas argon murni, HNO_3 (asam nitrat) 65%, *aquadest*, kloroform.

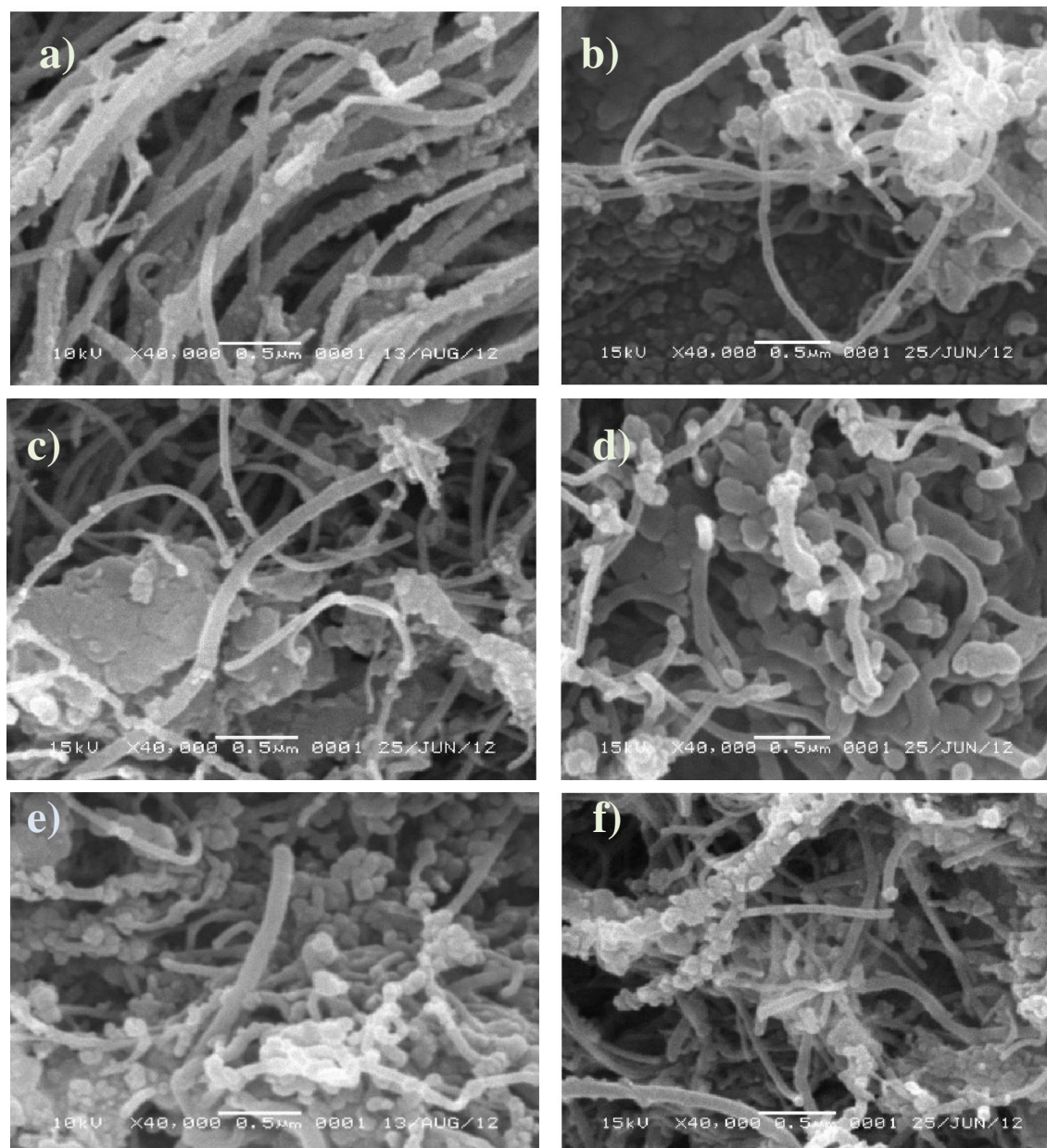
2.3 Eksperimen

CNT didapatkan dari proses sintesis menggunakan metode *spray-pyrolisis* dengan mencampurkan 3 gram *ferrocene* ke dalam 50 ml benzena. Sebelum sintesis dilakukan termal cleaning dengan mengalirkan gas argon ke dalam tabung *quartz*. Suhu yang digunakan dalam proses sintesis yaitu $900^{\circ}C$ selama 30 menit. Proses pemurnian CNT dari pengotor Fe hasil sintesis yaitu mengkontakkan CNT dengan asam dengan perlakuan refluks. Refluks dilakukan dengan variasi waktu 1 - 5 jam. Setelah itu CNT hasil pemurnian dianalisa dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDS) dan diaplikasikan untuk mengadsorpsi kloroform. Adsorpsi kloroform pada CNT dilakukan dengan cara meletakkan 0.1 g CNT dan kloroform di dalam desikator vakum selama 24 jam, kemudian ditimbang massa akhir CNT.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam proses refluks ini dilakukan variasi waktu yaitu 1,2,3,4, dan 5 jam untuk mengetahui pengaruh waktu dalam pemurnian CNT. Fungsi refluks yaitu mempertahankan reaksi dengan pemanasan dan pengembunan kembali uapnya ke dalam labu reaksi. Setelah proses perlakuan refluks kemudian dilakukan pendiaman untuk memudahkan dalam proses penyaringan. Hasil penyaringan yang berupa residu CNT dicuci menggunakan aquades.

Fungsi aquades adalah memisahkan sisa HNO_3 sehingga didapatkan CNT yang netral. Kemudian dilakukan pemanasan di dalam oven selama 1 jam pada suhu 120°C . Dari hasil percobaan didapatkan hasil SEM yang dapat dilihat dari gambar 3.1 sebagai berikut :



Gambar 3.1 Citra SEM material *Carbon Nanotubes* yang direfluks pada a) 0 jam, b) 1 jam, c) 2 jam, d) 3 jam, e) 4 jam, f) 5 jam

Dari keenam sampel yang dianalisis menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat dilihat struktur morfologi permukaannya berbentuk *tube* (tabung) dengan diameter antara 40-75 nanometer yang tergolong MWNT (*Multi-Walled Nanotube*). Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) untuk mengetahui komposisi unsur dari keenam sampel. Hasil analisis EDS dari keenam sampel dapat dilihat pada tabel 3.1 sebagai berikut:

Tabel 3.1 Pengaruh waktu refluks terhadap komposisi material *Carbon Nanotube*

No	Lama Refluks (jam)	Prosentase atom C	Prosentase atom Fe
1	0	94,67	5,33
2	1	95,75	4,25
3	2	95,94	4,06
4	3	97,05	2,95
5	4	97,61	2,39
6	5	98,17	1,83

Penurunan *carbon nanotube* yang menghasilkan CNT dengan pengotor Fe yang paling sedikit adalah pada proses refluks selama 5 jam. Hal ini dikarenakan semakin lama interaksi antara asam kuat dan *carbon nanotube* sehingga semakin banyak Fe yang teroksidasi dan larut dalam asam.

Dalam penelitian ini, hasil adsorpsi *carbon nanotube* dari keenam sampel dapat dilihat pada tabel berikut ini :

Tabel 3.2 Hubungan antara waktu refluks dengan adsorpsi kloroform

No	Waktu refluks (jam)	Kemampuan adsorpsi kloroform pada CNT (gram/mol)
1	0	$1,5915 \times 10^{-4}$
2	1	$2,7223 \times 10^{-4}$
3	2	$3,3925 \times 10^{-4}$
4	3	$4,5233 \times 10^{-4}$
5	4	$4,8584 \times 10^{-4}$
6	5	$5,8217 \times 10^{-4}$

Dari tabel hubungan antara waktu refluks dengan adsorpsi kloroform didapatkan waktu efektif proses refluks pada *carbon nanotube* untuk adsorpsi kloroform adalah 5 jam. Semakin lama refluks maka terjadi peningkatan adsorpsi kloroform hal ini dikarenakan semakin sedikit logam Fe (pengotor) yang menempel pada *carbon nanotube*, dimungkinkan luas permukaan pada *carbon nanotube* menjadi lebih besar sehingga hal ini memungkinkan kloroform untuk lebih banyak teradsorpsi dan juga semakin sedikit pengotor maka pori-pori *carbon nanotube* tidak tertutup oleh pengotor sehingga ruang kosong di antara tabung semakin kuat untuk mengadsorpsi kloroform.

4.KESIMPULAN

Berdasarkan hasil-hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan yaitu perlakuan refluks dengan mencampurkan *carbon nanotube* dengan asam nitrat mampu mengurangi pengotor Fe pada *carbon nanotube*, semakin lama waktu refluks akan terjadi penurunan prosentase atom Fe, dan semakin lama waktu refluks maka semakin besar kemampuan adsorpsi kloroform pada *carbon nanotube*. CNT yang menghasilkan pengotor

paling sedikit dan kemampuan adsorpsi paling tinggi adalah *carbon nanotube* dengan proses refluks selama 5 jam.

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Aguilar, A., Elguezaball, Wilber, A., Gabriel, A., F Paraguai, D., Francisco, E., Miki-Yoshida, 2005, *Study of carbon nanotube synthesis by spray pyrolysis and Model of Growth*, Mexico; Complejo Industrial Cihuahua, CP 31109, Cihuahua.
- [2] Angraeni, K., 2006, *Perangkat Memori Berbasis Carbon Nanotube*.
- [3] Fatimah, A., Zaenufar, L., Yulkifli, M., Sukirno, Khairurrijal, 2008, *Kajian pembuatan nanotube Karbon dengan Menggunakan Metode Spray-pyrolysis*. Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- [4] Fu-Hsiang Ko, et al., 2007, *Purification of multi-walled carbon nanotubes through microwave heating of nitric acid in a closed vessel*, Journal of Nanotechnology, Institute of Nanotechnology, National Chiao Tung University, Hsinchu, Taiwan.
- [5] J. Hu, S.W. Wang, D.D. Shao, Y.H. Dong, J.X. Li, and X.K. Wang, 2009, *Adsorption and Reduction of Chromium(VI) from Aqueous Solution by Multiwalled Carbon Nanotubes*, Key Laboratory of Novel Thin Film Solar Cells, Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, P.O. Box 1126, 230031, Hefei, P.R. China
- [6] Meyyapan, M., 2005, *Carbon Nanotubes Science And Application*, NASA Ames Research Center Moffett Field, CA CRC PRESS, Boca Raton London New York, Washington D. C.
- [7] Ray H, Baughman, Anvar A, Zakhidow, Walt A. de Heer, 2002, *Carbon Nanotube the Route Towards Applications*, Science Compass volume 297.
- [8] Rowi, 2008, *Pengaruh Temperatur dan pencucian HNO₃ terhadap Sintesis carbon nanotube dengan Metode spray pyrolysis dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Benzena*, Skripsi, Jurusan Kimia, FMIPA, UNDIP, Semarang.
- [9] Sian, F., Raquel., Ben Cottam., Milo, Shaffer, 2010, *Purification of single walled carbon nanotube: The problem with oxidation debris*, Journal of Chemical Physics, Department of Chemistry, Imperial College London, South Kensington Campus, London.
- [10] Subagio A., Pardoyo, Ngurah Ayu K., V. Gunawan, Sony Rowi, 2008, *Studi Temperatur Penumbuhan Carbon nanotubes (CNT) yang Ditumbuhkan dengan metode Spray-Pyrolysis*, Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi vol.2 no.1
- [11] Yang, Ralph T., 2003, *Adsorbent: Fundamentals and Applications*, Dwight F, Benton professor of Chemical Engineering University of Michigan, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.