

MONITORING KESTABILAN DISPERSI MULTI WALL CARBON NANOTUBE DALAM SURFAKTAN HEXADECYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE

Holia Onggo¹, Djulia Onggo² dan R. Yudianti¹

¹Pusat Penelitian Fisika (P2F)-LIPI

Jl. Cisu 21/154D, Kompleks LIPI Bandung 40135

²Kelompok Keahlian Kimia Fisik dan Anorganik

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) ITB

Jl. Ganesha 10 Bandung 40135

e-mail: holi001@lipi.go.id

ABSTRAK

MONITORING KESTABILAN DISPERSI MULTI WALL CARBON NANOTUBE DALAM SURFAKTAN HEXADECYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE. Kestabilan dispersi *Multi Wall Carbon Nano Tube (MWCNT)* dalam larutan yang mengandung *Hexadecyltrimethyl Ammonium Bromide (CTAB)* diamati dengan *UV spektrofotometer*. Dispersi *MWCNT* dalam larutan *CTAB* dengan rasio massa 1: 2 dibuat dengan bantuan *ultrasonic vibracell* pada amplitudo 60 % dengan variasi waktu sonikasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Pengaruh waktu sonikasi dan waktu penyimpanan terhadap kestabilan dispersi diamati dengan mengukur absorbansi dispersi dengan *UV spektrofotometer*. Perubahan morfologi *MWCNT* akibat gelombang ultrasonik yang ditimbulkan oleh *ultrasonic vibracell* diamati dengan *Scanning/Transmission Electron Microscope (S/TEM)*. Meningkatnya waktu sonikasi menyebabkan laju dispersi *MWCNT* meningkat ditunjukkan dengan berkurangnya diameter dan panjang *MWCNT*. Penambahan surfaktan *CTAB* yang berlebihan dalam larutan menyebabkan proses sonikasi menjadi tidak efektif. Kestabilan dispersi *MWCNT* dapat bertahan selama 20 hari.

Kata kunci: Dispersi, Sonikasi, *Multi Wall Carbon Nano Tube*, *Hexadecyltrimethyl ammonium bromide*, *UV spektrofotometer*.

ABSTRACT

MONITORING OF MULTI WALL CARBON NANOTUBE DISPERSION STABILITY OF IN HEXADECYLTRIMETHYLENE AMMONIUM BROMIDE SURFACTAN. Stability of *Multi Wall Carbon Nanotube (MWCNTs)* dispersion in *Hexadecyltrimethylene Ammonium Bromide (CTAB)* aqueous solution has been monitored using *UV spectrophotometer*. The dispersion was prepared from mass ratio of 1: 2, *MWCNTs* and *CTAB* using *ultrasonic vibracell*. The sonication has been performed for 60, 90 and 120 minutes with fixed amplitudo of 60 %. The effect of sonication time and sedimentation time to the stability of dispersion was observed by measurement of suspension absorbance by *UV spectrophotometer*. The morphological surface of *MWCNT* were observed by *Scanning/Transmission Electron Microscope (S/TEM)*. Dispersion rate of *MWCNTs* increases by increasing sonication time. Stability of *MWCNTs* dispersion has been proved by formation of individual *MWCNT* fibers and the *MWCNT* dispersion could stand stable up to 20 days.

Keywords: Dispersion, Sonication, *Multi Wall Carbon Nano Tube*, *Hexadecyltrimethyl-ammonium bromide*, *UV spectrophotometer*

PENDAHULUAN

Multi Wall Carbon Nano Tube (CNT) menarik banyak perhatian karena sifat listrik, mekanik dan termal yang tinggi [1,2]. Banyak penelitian yang menggabungkan *CNT* dengan berbagai jenis bahan lain untuk menghasilkan komposit dengan sifat mekanik dan konduktivitas listrik yang tinggi [3-6].

Pembuatan komposit dengan *CNT* sulit dilakukan karena daya aglomerasi dan rasio panjang terhadap diameter yang tinggi. Rendahnya dispersi *CNT* dalam air atau pelarut organik membatasi aplikasinya. Oleh karena itu teknik untuk mendapatkan dispersi yang homogen dan stabil merupakan kunci dalam aplikasinya untuk

komposit. Deaglomerasi CNT menjadi individu yang terdispersi dalam media pelarut merupakan tantangan dalam penelitian dan pengembangan MWCNT.

Dispersi MWCNT dapat dilakukan dengan pemurnian, modifikasi permukaan secara kimia [7,8], sonikasi dan penambahan surfaktan seperti *Natrium Dodecylbenzene Sulfonat (NaDDBS)*, *Hexadecyl Trimethyl-Ammonium Bromide (CTAB)*, Triton X-100, *Sodium Deodecyl Sulphate (SDS)* [9-12]. Modifikasi permukaan CNT sering menyebabkan kerusakan struktur yang dapat mempengaruhi sifat mekanik dan sifat elektroniknya, sedangkan penggunaan surfaktan dibatasi hanya pada konsentrasi rendah [13]. Beberapa penelitian telah dilakukan dengan mengamati dispersitas CNT menggunakan *Atomic Force Microscopy (AFM)*, *Transmission Electron Microscope (TEM)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Ultra Violet-Visible (UV-Vis)* [14, 15].

Dalam makalah ini, pengaruh sonikasi dan waktu penyimpanan sampel terhadap kestabilan dispersi MWCNT dalam larutan surfaktan CTAB dievaluasi menggunakan UV spektrofotometer. Pengamatan morfologi permukaan CNT akibat sonikasi, dilakukan dengan *Scanning/Transmission Electron Microscope (S/STEM)*.

METODE PERCOBAAN

Multi Wall carbon Nano Tube (MWCNT) dengan kemurnian > 95 %, diameter luar 8 nm hingga 15 nm dan panjang 10 μm hingga 30 μm diperoleh dari He-Ji Company Limited Hongkong. Surfaktan *Hexadecyltrimethyl Ammonium Bromide (C₁₆H₃₃N(CH₃)₃Br, (CTAB) 99%*, Sigma Aldrich, dengan berat molekul 364,45g/mol digunakan sebagai penstabil dispersi.

Ultrasonic vibracell model VC 750 dengan daya 750W dan frekuensi 20kHz digunakan untuk mendispersikan CNT. Spektrofotometer UV-1200 Shimadzu, dengan *photometric range absorbance* 0,3 - 3,0 digunakan untuk mengukur dinamika dispersi MWCNT dalam larutan. *Transmission Electron Microscope (TEM)* (JEM-1400) dan *Scanning Electron Microscope (SEM)* (JEOL JSM-6360LA) digunakan untuk mengamati kinerja dispersi MWCNT hasil sonikasi. *Auto Fine Coater* (JEOL JFC-1600) digunakan untuk melapiskan emas pada permukaan sampel untuk menghindari *charging* muatan pada permukaan sampel.

Pembuatan Dispersi MWCNT dalam Larutan Surfaktan CTAB

Dispersi MWCNT dibuat dengan menambahkan 1,8 gram MWCNT dalam 250 mL larutan CTAB (rasio massa CTAB dan MWCNT 2 : 1) menggunakan alat ultrasonik *vibracell* (diameter *probe* 2,54 mm) dengan

amplitudo 60 %. Sonikasi dilakukan dengan variasi waktu 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Untuk mencegah peningkatan suhu selama proses sonikasi, sampel diletakkan dalam penangas air dingin (es).

Pengamatan dispersitas dan morfologi CNT dengan Scanning/Transmission Electron Microscope (S/TEM)

Pengaruh waktu sonikasi dan dispersitas MWCNT diamati dengan SEM. Sampel (tanpa pencucian dan dengan pencucian) ditetaskan diatas *holder*, dikeringkan dan selanjutnya dilakukan pelapisan emas. Pengambilan gambar dilakukan pada pembesaran 20.000 kali dan 40.000 kali. Untuk melihat perubahan dimensi, MWCNT diamati dengan TEM. Sampel dideposisikan di atas *grid copper*, dikeringkan pada suhu kamar dan selanjutnya dilakukan pengamatan.

Pengamatan stabilitas dispersi MWCNT dengan UV spektrofotometer

Sampel (0,5 mL) diambil dari supernatan larutan MWCNT yang telah disonikasi selama 60 menit, 90 menit dan 120 menit setelah disimpan selama 5 hari, 20 hari, 48 hari, 64 hari, 78 hari dan 92 hari, kemudian diencerkan dengan faktor pengenceran 200 kali. Selanjutnya larutan MWCNT dengan deret konsentrasi 10 mL, 15mL, 20 mL dan 25 mL diencerkan lagi dengan 100 mL air untuk menghasilkan konsentrasi yang sesuai untuk pengukuran UV. Sebagai blanko, digunakan larutan CTAB dengan faktor pengenceran yang sama dengan kondisi sampel yang akan diukur. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang (λ) sebesar 266,5 nm.

Stabilitas dispersi MWCNT dalam larutan CTAB ditentukan dengan pengukuran konsentrasi supernatan sampel induk yang disimpan selama 5 hari, 20 hari, 49 hari, 64 hari, 78 hari dan 91 hari pada panjang gelombang 266,5 nm. Makin lama larutan disimpan, nilai absorbansi MWCNT dalam larutan supernatan akan berkurang. Fenomena ini digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi MWCNT.

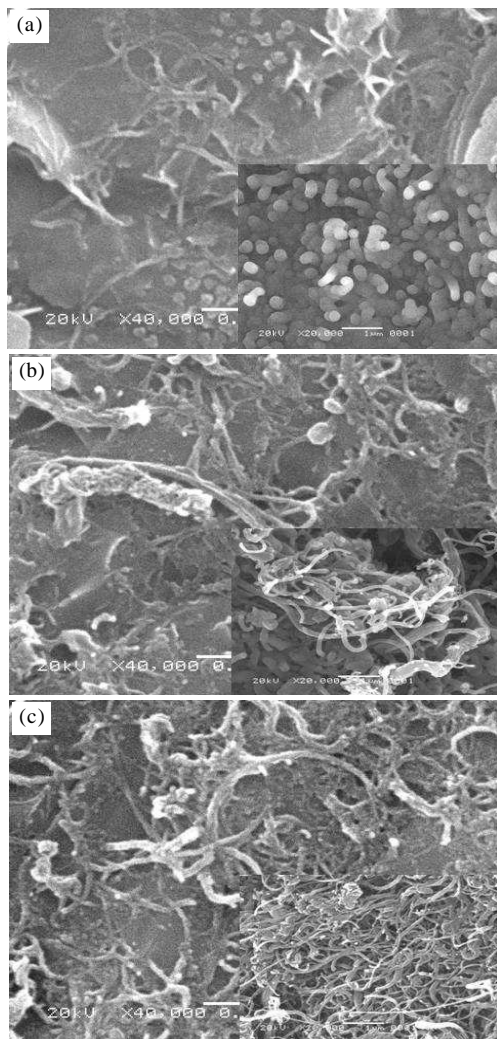
HASIL DAN PEMBAHASAN

Secara visual, pengaruh sonikasi terhadap dispersi MWCNT dalam aquabidest yang mengandung CTAB selama 60 menit, 90 menit maupun 120 menit terlihat sama. MWCNT yang belum disonikasi, cenderung membentuk endapan (Gambar 1(b)) dan akan terdispersi homogen (Gambar 1(c), Gambar 1(d) dan Gambar 1(e)), setelah disonikasi. Hal ini menunjukkan bahwa secara visual, gelombang ultrasonik yang dikeluarkan selama proses sonikasi selama 60 menit telah mampu memecahkan aglomerasi CNT akibat gaya *Van der Waals* antar tubular CNT. Secara visual, perbedaan dispersitas



Gambar 1. Pengaruh sonikasi terhadap dispersitas MWCNT dalam larutan CTAB : (a). blanko, (b). sebelum sonikasi, (c). sonikasi 60 menit, (d). 90 menit dan (e). 120 menit

larutan CNT yang telah mengalami sonikasi, hampir tidak terlihat dengan jelas. Hal ini disebabkan tingginya konsentrasi CNT yang mengakibatkan tidak terlihat jelasnya endapan yang terbentuk akibat waktu sonikasi yang berbeda. Untuk melihat lebih jelas lagi perbedaan

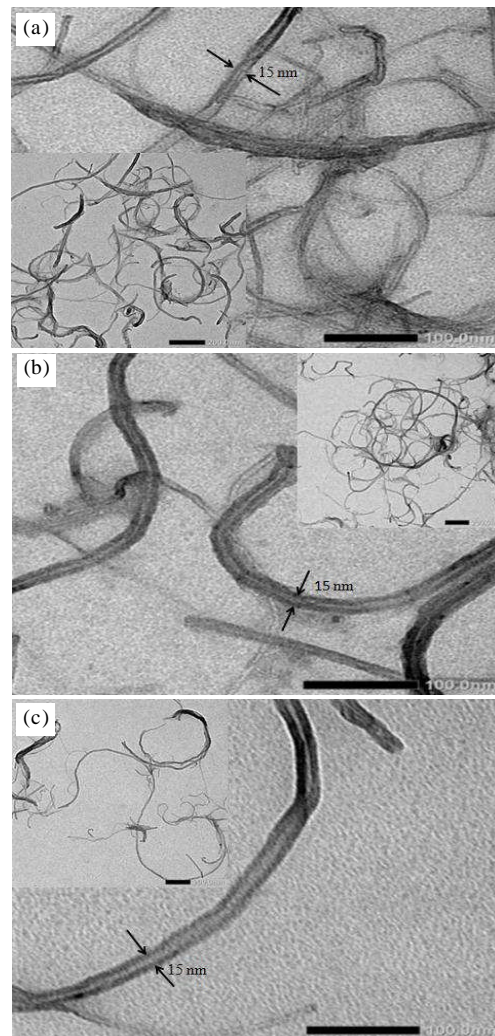


Gambar 2. Morfologi permukaan dispersi MWCNT yang belum (gambar utama) dan sudah mengalami pencucian (gambar sisipan), waktu sonikasi (a). 60 menit, (b). 90 menit dan (c). 120 menit

dispersitas akibat perbedaan waktu sonikasi, morfologi permukaan dan stabilitas dispersi larutan akan dievaluasi dengan *S/TEM* dan *UV* spektrofotometer.

Morfologi permukaan dispersitas MWCNT yang disonikasi pada 60 menit, 90 menit dan 120 menit, ditunjukkan pada Gambar 2(a) hingga Gambar 2(c). Gambar utama pada Gambar 2 merupakan morfologi permukaan CNT yang masih dipengaruhi oleh molekul CTAB sebagai surfaktan, sedangkan gambar sisipan pada Gambar 2 merupakan morfologi dispersitas CNT yang telah mengalami pencucian untuk menghilangkan surfaktan. Keduanya menunjukkan topologi yang sangat berbeda, dimana surfaktan cenderung mendispersikan CNT yang berada diantara tubular karbon. Hal ini mengakibatkan topologi serat karbon lebih tidak terlihat jelas dibandingkan dengan yang sudah mengalami pencucian.

Pada sonikasi 60 menit (Gambar 2(a)) terlihat jelas adanya aglomerasi yang membentuk gumpalan dengan diameter sekitar 250 nm. Pada perbesaran 40.000 kali terlihat di beberapa titik pengamatan adanya pemisahan serat menjadi diameter yang lebih kecil. Ini menunjukkan



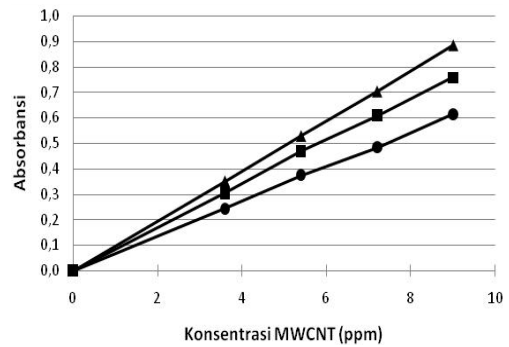
Gambar 3. Morfologi permukaan CNT setelah waktu sonikasi (a). 60 menit, (b). 90 menit dan (c).120 menit

bahwa waktu sonikasi 60 menit dengan amplitudo 60 %, belum cukup efektif memisahkan aglomerasi MWCNT. Dengan sonikasi 90 menit (Gambar 2(b)), terlihat berbagai ukuran MWCNT yang heterogen berkisar antara 100 nm hingga 250 nm. Waktu sonikasi 90 menit memberikan dispersi yang lebih efektif, dimana diameter MWCNT lebih kecil dibanding waktu sonikasi 60 menit.

Pada perbesaran 40.000 kali, terlihat deaglomerasi MWCNT ditunjukkan dengan pengelupasan dinding serat menjadi diameter yang lebih kecil. Hal ini membuktikan bahwa gaya *Van der Waals* yang menyebabkan aglomerasi terjadi diantara tubular dinding. Pada sonikasi 120 menit (Gambar 2(c)), diameter MWCNT menunjukkan kira-kira 50 nm hingga 70 nm, lebih kecil dibanding dengan sonikasi 90 menit. Dari seluruh pengamatan SEM menunjukkan bahwa makin lama waktu sonikasi menghasilkan dispersi yang lebih efektif pada MWCNT. Untuk mendukung hasil ini, kinerja MWCNT yang telah di sonikasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit diamati dengan menggunakan TEM.

Dari foto TEM (Gambar 3) terlihat MWCNT yang sudah terdispersi, akan menjadi individu serat dengan ukuran diameter rata rata sekitar 15 nm. Secara visual, proses sonikasi menyebabkan pengurangan panjang serat (panjang awal 10µm hingga 30µm). Dari segi ukuran, tidak nampak perbedaan antara MWCNT hasil sonikasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit.

Namun demikian, dalam satu satuan luas terlihat adanya perbedaan kepadatan. Hal ini menunjukkan bahwa sonikasi mampu mendispersikan MWCNT yang teraglomerasi menjadi individual serat. Berdasarkan pengamatan morfologi permukaan dengan TEM, menunjukkan bahwa proses sonikasi tidak hanya mengakibatkan dispersitas CNT tapi juga perubahan dimensi ke arah panjang.



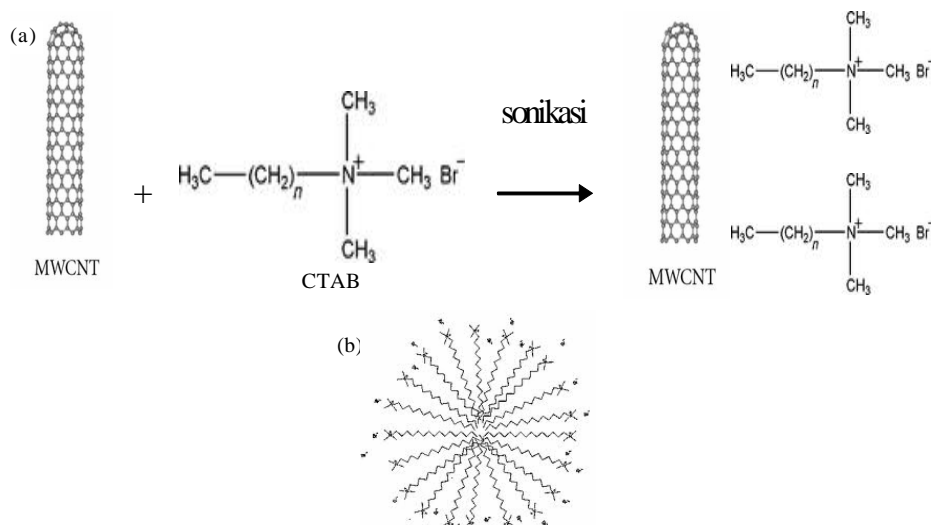
Gambar 4. Absorbansi dispersitas MWCNT pada $\lambda = 266,5$ nm dengan variasi waktu sonikasi ●: 60 menit, ■: 90menit, ▲:120 menit.

Stabilitas Dispersi MWCNT

Stabilitas dispersi MWCNT dimonitor dengan mengukur absorbansi supernatan sampel dengan UV spektrofotometer. Aglomerasi MWCNT tidak akan terbaca dalam daerah UV. Hanya individual MWCNT yang dapat terbaca. Pengukuran absorbansi dilakukan pada konsentrasi MWCNT 7, 2 g/L dengan faktor pengenceran 200x. Setelah pengenceran, sebanyak 10 mL, 15 mL, 20 mL dan 25 mL larutan encer dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan air sampai tanda batas. Dari hasil perhitungan, konsentrasi sampel MWCNT yang digunakan untuk pengukuran absorbansi (asumsi tidak ada partikel MWCNT yang mengendap) adalah berturut-turut : 3,6 ppm, 5,4 ppm, 7,2 ppm dan 9,0 ppm. Hubungan konsentrasi MWCNT yang sudah mengalami waktu penyimpanan 20 hari dengan absorbansi (variasi waktu sonikasi) pada $\lambda = 266,5$ nm dapat dilihat pada Gambar 4 .

Dari Gambar 4 terlihat hubungan konsentrasi dengan absorbansi adalah linier dengan persamaan berturut-turut :

$$Y_{\bullet} = 0,068X \dots\dots\dots (1)$$



Gambar 5. (a). Mekanisme absorpsi CTAB pada permukaan MWCNT dan (b). Misel CTAB

$$Y_{\blacksquare} = 0,084X \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$Y_{\blacktriangle} = 0,098X \quad \dots\dots\dots (3)$$

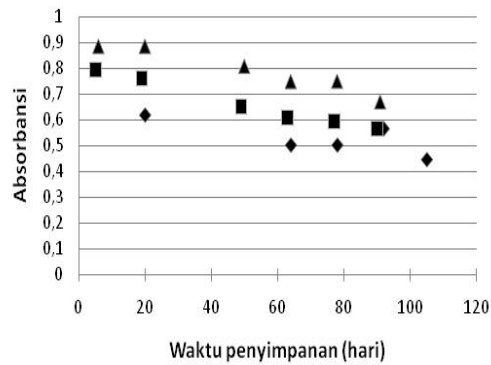
Dimana :

- Y_{\bullet} = Absorbansi dispersitas *MWCNT* dengan waktu sonikasi 60 menit
- Y_{\blacksquare} = Absorbansi dispersitas *MWCNT* dengan waktu sonikasi 90 menit
- Y_{\blacktriangle} = Absorbansi dispersitas *MWCNT* dengan waktu sonikasi 120 menit
- X = Konsentrasi *MWCNT*

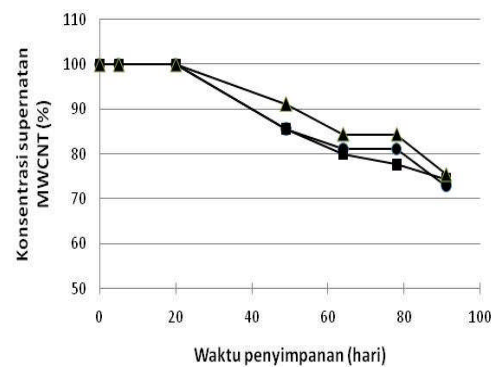
Terlihat bahwa makin lama sonikasi, absorbansi makin meningkat. Makin meningkatnya absorbansi menunjukkan bahwa dispersitas *CNT* semakin mendekati sempurna. Peningkatan absorbansi juga menunjukkan bahwa luas permukaan *MWCNT* makin besar. Absorbansi maksimum pada $\lambda=266,5$ nm dari dispersi *MWCNT* adalah 0,6 ; 0,8 dan 0,9 untuk waktu sonikasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Ini menunjukkan bahwa dispersitas *MWCNT* tergantung pada waktu sonikasi. Meningkatnya waktu sonikasi, dispersi menjadi lebih baik. Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya [16].

Meningkatnya absorbansi berhubungan erat dengan tingkat pengelupasan. Untuk mendapatkan pengelupasan *MWCNT* menjadi individu yang optimal perlu penambahan jumlah surfaktan yang tepat [14-17]. Konsentrasi *CTAB* optimal untuk mendispersi *CNT* adalah $9,6 \times 10^{-4}$ mmol/L [13]. Dari percobaan yang dilakukan, konsentrasi surfaktan *CTAB* yang digunakan terlalu berlebih (39,5 mmol/L) sehingga berada diatas *Critical Micelle Concentration (CMC)*. Hal ini berakibat sebagian besar molekul surfaktan *CTAB* akan bersama sama membentuk misel-misel dengan pusat lingkarannya berisi oleh rantai hidrofobik (bagian ekor) dan bagian luar lingkaran (kepala) terisi gugus polar yang lain. Banyaknya misel-misel tersebut menyebabkan suspensi *MWCNT* menjadi terselimuti oleh surfaktan yang tebal sehingga dispersi *MWCNT* menjadi individu memerlukan energi yang sangat tinggi, yang mana penambahan waktu sonikasi menjadi tidak efektif. Agregasi *CTAB* ini berada pada permukaan *MWCNT* dan air. Mekanisme absorpsi *CTAB* pada permukaan *MWCNT* tertera pada Gambar 5(a) dan bentuk misel *CTAB* tertera pada Gambar 5(b).

Mekanisme dispersi diawali dengan berkurangnya tegangan permukaan air, selanjutnya antar muka bagian *MWCNT* termodifikasi, hasil akhirnya adalah terkelupasnya kulit *MWCNT* menjadi stabil disertai menurunnya energi mekanik yang diperlukan untuk penyebaran (dispersi). Dalam reaksinya terjadi pengurangan baik diameter atau panjang *CNT* yang berarti luas permukaan bertambah. Sonikasi *MWCNT* dengan penambahan surfaktan *CTAB* menghasilkan absorbansi yang baik karena molekul *CTAB* bebas mengabsorpsi *MWCNT* melalui *ion exchange* dan *ion pairing* yang menempati tempat antara gugus



Gambar 6. Stabilitas dispersi *MWCNT* terhadap waktu penyimpanan dengan variasi waktu sonikasi ◆: 60 menit, ■: 90 menit, ▲:120 menit pada $\lambda = 266,5$ nm dan pengenceran 800x.



Gambar 7. Konsentrasi dispersi *MWCNT* terhadap waktu penyimpanan dengan variasi waktu sonikasi (●: 60 menit, ■: 90menit, ▲:120 menit).

kepala *CTAB* dan muatan negatif menempati *MWCNT* [18-20].

Gambar 6 menunjukkan nilai absorbansi dari dispersi *MWCNT* yang disonikasi selama 60 menit, 90 menit dan 120 menit yang telah mengalami 5 hari, 20 hari, 49 hari, 64 hari, 78 hari dan 91 hari penyimpanan. Terlihat bahwa peningkatan waktu sonikasi menghasilkan nilai absorbansi yang lebih tinggi. Ini membuktikan bahwa meningkatnya waktu sonikasi meningkatkan dispersitas *MWCNT*. Bertambahnya waktu penyimpanan, terlihat ada kecenderungan nilai asorbansi menurun, yang berarti juga konsentrasi *MWCNT* berkurang, hal ini menunjukkan stabilitas dispersi *MWCNT* berkurang terhadap waktu.

Dari Gambar 2, terlihat bahwa konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansi. Melalui perhitungan menggunakan Persamaan (1), Persamaan (2) dan Persamaan (3) yang diperoleh pada Gambar 2, dapat menentukan konsentrasi dispersi *MWCNT* dalam larutan *CTAB*. Kurva persen konsentrasi supernatan *MWCNT* hasil sonikasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit setelah disimpan 5 hari, 20 hari, 49 hari, 64 hari, 78 hari dan 91 hari tertera pada Gambar 7.

Dari Gambar 7 terlihat bahwa dispersi *MWCNT* dapat stabil sampai 20 hari setelah itu terjadi pengendapan secara bertahap namun lambat. Untuk sampel *MWCNT* dengan waktu sonikasi 90 menit,

penurunan konsentrasi mencapai 15 % pada hari ke 49, sedangkan sampel dengan waktu sonikasi 120 menit, penurunan 15 % terjadi pada hari ke 64. Hal ini menunjukkan bahwa waktu sonikasi juga dapat memperpanjang kestabilan dispersi MWCNT dalam larutan CTAB.

KESIMPULAN

Aglomerasi Multi Wall Carbon Nano Tube dapat dipecahkan dalam larutan CTAB menjadi individual serat karbon membentuk larutan terdispersi dengan bantuan ultrasonikasi. Makin lama sonikasi, dispersi makin homogen dan stabil ditandai dengan meningkatnya nilai absorbansi. Selain gumpalan MWCNT terurai menjadi individu, sonikasi juga menyebabkan adanya perubahan panjang. Dispersitas MWCNT dalam larutan CTAB dengan rasio berat CTAB : MWCNT sebesar 2 : 1 dan disonikasi pada 60 menit, 90 menit dan 120 menit, masih cukup stabil sampai hari ke 20.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) yang telah memberikan dana penelitian melalui program kompetitif. Terimakasih juga kepada Ipit Karyaningsih atas bantuannya dalam persiapan dispersi.

DAFTAR ACUAN

- [1]. IJIMA S., *Nature*, **354** (1991) 56-8
- [2]. DAENAN M., DE FOUW R.D., HAMERS B., JANSSEN P.G.A., SCHOUTEDEN K., VELDM.A. J., *Wondrous World of Carbon Nanotubes*, Eindhoven University of Technology, (2003)
- [3]. YOON S.H., JIN H.J., KOOK M.C. and PYUN Y. R., *Biomacromolecules*, **7** (2006) 1280-84
- [4]. KANG M., JIN H. J., *Colloid Polym. Sci.*, **285** (2007) 1163-67
- [5]. XUE P., PARK K. H., TAO X. M., CHEN W., CHENG X.Y., *Composite Structures*, **78** (2007) 271-77
- [6]. JUNG R., KIM H. S., KIM Y., KWON S. M., LEE H. S., JIN H. J., *Journal of Polymer Science; Part B: Polymer Physics*, **46** (2008) 1235-42
- [7]. YUDIANTI R., ONGGO H., SUDIRMAN, SAITO Y., IWATA T. and AZUMA J. I., *The open Materials Science Journal*, **5** (2011) 242-247
- [8]. CIRACI S., DAG S., YILDIRIM T., GÜLSEREN O., SENGER R. T., *J. Phys. Condens. Matter*, **16** (2004) R901-60
- [9]. RASTOGI R., AUSHAL R., S. K. TRIPATHI, AMIT L. SHARMA, INDERPREET KAUR, LALIT M. BHARADWAJ, *Journal of Colloid and Interface Science*, **328** (2008) 421-28
- [10]. CLARK M.D., SUBRAMANIAN S., KRISHNAMOORTI R., *Journal of Colloid and Interface Science*, **354** (2011) 144-51
- [11]. KIM H. S., PARK W. I., KANG M., JIN H. J., *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **69** (2008) 1209-12
- [12]. SU J. W., HSU C. H., FU S. U., GUO C. H. and LIN K. J., *Journal of the Chinese Chemical Society*, **56** (2009) 935-39
- [13]. QI X., HUA W.P., LING J.L., KE T.X., LI O.L., *Journal of Inorganic Materials*, **22**(6)(2007) 1122-1126
- [14]. M. SHARIF SH., F. GOLESTAN FARD, E. KATHIBI, H. SAPOOLAKY, *Journal of the Taiwan Institute of chemical Engineers*, **40** (2009) 524-527
- [15]. YU J., GROSSIORD N., KONING C.E., LOOS J., *Carbon*, **45** (2007) 618-23
- [16]. RAUSCH J., ZHUANG R. C., MADER E., *Composites: Part A*, **41** (2010) 1038-1046
- [17]. JIANG L., GAO L. and SUN J., *Journal of Colloid and Interface Science*, **260**1 (2003) 89-94
- [18]. GROSSIORD N., REGEV O., LOOS J., MEULDIJK J., KONING C. E., *Anal. Chem.*, **77**(16) (2005) 5135-9
- [19]. GROSSIORD N., VAN DER SCHOOT P., MEULDIJK J., KONING C. E., *Langmuir*, **23**(7) (2007) 3646-53
- [20]. GURSES A., YALCIN M., SOZBILIR M., DOGAR C., *Fuel Process Technol.*, **81**(1) (2003) 57-66