

NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP VẬT LIỆU C-CNTs VÀ KHẢO SÁT ẢNH HƯỞNG CỦA NHIỆT ĐỘ ĐẾN ĐẶC TÍNH SẢN PHẨM

SYNTHESIS OF C-CNTs AND INVESTIGATION ON THE EFFECT OF TEMPERATURE ON PRODUCT CHARACTERISTICS

Lê Đức Nguru¹, Nguyễn Đình Lâm², Trương Hữu Trì^{2*}

¹Học viên cao học K40, ngành Kỹ thuật Hóa học, Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng

²Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng

*Tác giả liên hệ: thtri@dut.udn.vn

(Nhận bài: 16/11/2021; Chấp nhận đăng: 27/12/2021)

Tóm tắt - Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả đã tổng hợp được CNTs lên bề mặt của carbon felt (C-CNTs) bằng phương pháp kết tụ hóa học trong pha hơi trên hệ thống gia nhiệt trực tiếp với nguồn carbon là ethanol. Tại 725°C, hiệu suất và giá trị BET thu được của sản phẩm lần lượt là 44% khối lượng và 74 m²/g. Độ bền nhiệt của sản phẩm thấp hơn so với carbon felt ban đầu. Khảo sát sự ảnh hưởng của nhiệt độ tổng hợp đến các tính chất vật liệu cho thấy khi nhiệt độ phản ứng tăng từ 676°C đến 784°C, hiệu suất sản phẩm tăng từ 21,61% đến 66% khối lượng. Trong khi đó diện tích bề mặt riêng của C-CNTs tăng khi nhiệt độ tăng đến 725°C và không có nhiều thay đổi khi nhiệt độ tổng hợp cao hơn. Tuy nhiên, giá trị BET của CNTs đạt giá trị cao nhất tại 725°C và sau đó giảm mạnh. Quan sát ảnh SEM có thể thấy, kích thước CNTs đồng đều hơn khi nâng cao nhiệt độ tổng hợp, tuy nhiên mật độ hình thành vật liệu lại có xu hướng giảm.

Từ khóa - C-CNTs; CVD; SEM; TEM; BET; TGA; Carbon felt.

1. Giới thiệu chung

Ngày nay, vật liệu carbon nano nói chung cũng như carbon nano ống (CNTs) nói riêng đã được tổng hợp thành công và được các nhà khoa học nghiên cứu về ứng dụng của nó vào trong nhiều lĩnh vực đời sống nhờ vào những tính chất ưu việt của loại vật liệu này [1, 2]. Nhiều phương pháp được sử dụng để tổng hợp CNTs [3], trong đó phổ biến nhất là phương pháp kết tụ hóa học trong pha hơi (CVD – Chemical vapor decomposition). Ở phương pháp kết tụ hóa học trong pha hơi thì quá trình tổng hợp CNTs thường được thực hiện trong thiết bị dạng ống và quá trình gia nhiệt bằng dòng điện từ bên ngoài [4]. Nhằm tiết kiệm năng lượng cung cấp cho quá trình, các nhà khoa học đã đề xuất phương pháp tổng hợp với phương thức cấp nhiệt trực tiếp lên xúc tác và nguyên liệu, nguồn nhiệt được sử dụng có thể là dòng điện hay nhiệt cảm ứng từ [5-7]. Phương thức gia nhiệt trực tiếp có ưu điểm như giảm thời gian đạt đến nhiệt độ tổng hợp, độ chính xác cao.

Sau quá trình tổng hợp, sản phẩm thường ở dạng rắn, có đường kính rất nhỏ nên việc áp dụng vào thực tế gây ra một số vấn đề như khi sử dụng vào việc xử lý nước nhiễm dầu, thu hồi vật liệu ra khỏi hỗn hợp sau quá trình xử lý gặp rất nhiều khó khăn và tiêu tốn nhiều chi phí. Để giải quyết những vấn đề này, các nhà khoa học đã tiến hành tổng hợp carbon nano lên trên bề mặt vật liệu với hình dạng

Abstract - In this study, the authors synthesized carbon nanotubes on the surface of carbon felt (C-CNTs) by Chemical vapor decomposition method in the direct heating system with ethanol as a carbon source. At the synthesis temperature of 725°C, the yield and BET surface area values of the product were 44 wt.% and 74 m²/g, respectively. The thermal stability of the material was lower than that of the prototype. The investigation on the effect of temperature on characteristics of samples showed that when the reaction temperature increased from 676°C to 784°C, the yield increased linearly from 21.61 wt.% to 66 wt.%. Meanwhile, the specific surface area of C-CNTs increased with increasing temperature to 725°C and did not have much change at higher synthesis temperature. However, the BET value of CNTs peaked at 725°C and then dropped sharply. SEM images showed that, the size of CNTs is more uniform when increasing the synthesis temperature, but the density of material formation tended to decrease.

Key words - C-CNTs; CVD; SEM; TEM; BET; TGA; Carbon felt.

và kích thước mong muốn [8], hoặc có thể sử dụng chất kết dính để tạo hình [9]. Đặc tính của sản phẩm thu được nổi trội hơn so với các vật liệu thành phần.

Các đặc tính cũng như hiệu suất thu sản phẩm carbon nano phụ thuộc rất nhiều vào các điều kiện phản ứng, trong đó nhiệt độ tổng hợp thường là yếu tố quan trọng quyết định đến chất lượng sản phẩm thu được [10-13]. Siang-Piao Chai cùng cộng sự đã tiến hành khảo sát các đặc tính của CNTs trong khoảng nhiệt độ từ 300°C đến 700°C [10]. Kết quả cho thấy, khi nhiệt độ phản ứng tăng lên, kích thước trung bình của CNTs giảm dần từ 13,4 nm xuống 9,00 nm, đồng thời độ đồng nhất về kích thước cũng tăng dần khi tăng nhiệt độ, hơn 98% CNTs có kích thước từ 6 đến 12 nm tại 700°C. Trong khi đó, hiệu suất thu sản phẩm tăng dần và đạt giá trị cao nhất là 245% tại 600°C, sau đó giảm dần. Một kết quả nghiên cứu khác từ W.Z. Li [13] lại cho thấy khi nhiệt độ tổng hợp còn thấp (700°C và 750°C), CNTs thu được có kích thước nhỏ hơn nhiều so với khi tổng hợp ở nhiệt độ cao hơn (trên 850°C).

Từ những phân tích trên, nhóm tác giả đã áp dụng hệ thống CVD gia nhiệt trực tiếp để tiến hành tổng hợp CNTs trên bề mặt chất mang có cấu trúc 3D là carbon felt và khảo sát một số đặc tính của mẫu thu được theo nhiệt độ tiến hành quá trình. Carbon felt là loại vật liệu có độ bền cơ, bền nhiệt, trơ về mặt hóa học và có thể định hình theo

¹ Master's student K40, Chemical Engineering, The University of Danang - University of Science and Technology (Nguu Le Duc)

² The University of Danang - University of Science and Technology (Lam Nguyen Dinh, Tri Truong Huu)

bất cứ hình dạng mong muốn nào, tạo thuận lợi cho các ứng dụng tiếp theo của vật liệu. Đặc tính của sản phẩm cuối được đánh giá bằng các phương pháp phân tích hóa lý hiện đại như xác định diện tích bề mặt riêng BET (Brunauer-Emmett-Teller), kính hiển vi điện tử quét SEM (Scanning electron microscopy), kính hiển vi điện tử truyền qua HR-TEM (High-resolution Transmission Electron Microscope), phân tích nhiệt trọng trường TGA (Thermogravimetric Analysis).

2. Thực nghiệm

2.1. Nguyên liệu

Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả sử dụng ethanol 99,7 % của công ty hóa chất Đức Giang làm nguồn carbon để tổng hợp C-CNTs cũng như để đưa pha hoạt tính lên bề mặt chất mang. Tiền chất của pha hoạt tính được sử dụng là muối nitrat sắt ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) có độ tinh khiết trên 98,5 % và acid nitric HNO_3 68% sử dụng cho quá trình chức hóa bề mặt carbon felt được cung cấp từ công ty hóa chất Xilong Quảng Đông (Trung Quốc). Chất mang được sử dụng là carbon felt được cung cấp bởi công ty CeraMaterials. Khí N_2 từ công ty DAGASCO được sử dụng cho quá trình đuổi không khí, tạo môi trường trơ cho phản ứng tổng hợp C-CNTs.

2.2. Chức hóa bề mặt Carbon felt

Carbon felt có những tính chất nổi bật như đã phân tích ở trên nhưng khi bề mặt có độ nhẵn lớn và không phân cực nên sẽ không thuận lợi cho quá trình phân tán và liên kết của pha hoạt tính xúc tác lên bề mặt [14]. Do đó, nhằm cải thiện những nhược điểm nêu trên, nhóm tác giả đã nghiên cứu quá trình chức hóa carbon felt nhằm tăng cường khả năng phân tán pha hoạt tính từ đó làm tăng hiệu suất thu sản phẩm tạo thành. Kết quả nghiên cứu của nhóm đã được công bố cho thấy, sự hiệu quả của việc chức hóa carbon felt đến năng suất cũng như chất lượng sản phẩm tổng hợp [15]. Vì vậy, ở nghiên cứu này, nhóm nghiên cứu cũng đã áp dụng phương thức chức hóa bề mặt carbon felt bằng dung dịch HNO_3 68% như nghiên cứu trước đây.

2.3. Tổng hợp xúc tác

Trước hết, tiền chất xúc tác được tẩm lên bề mặt carbon felt với hàm lượng 2% khối lượng pha hoạt tính từ dung dịch muối sắt nitrate và ethanol với nồng độ xác định. Sau đó, chất mang được sấy ở 110°C trong 14h để loại bỏ dung môi. Quá trình tẩm được lặp lại nhằm đảm bảo xúc tác được phân tán đều trên bề mặt chất mang. Sau khi loại bỏ dung môi, mẫu được nung ở 350°C trong 2h để đưa muối sắt nitrate về dạng oxide. Quá trình khử oxide được thực hiện ngay trong thiết bị phản ứng với nguồn khử là khí H_2 sinh ra từ sự phân hủy ethanol.

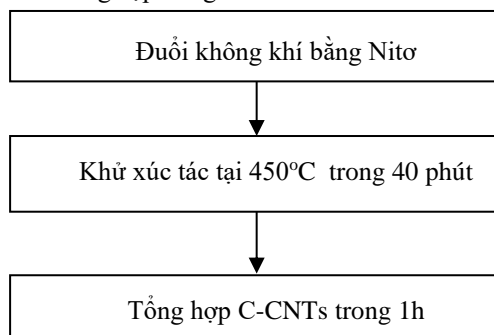
2.4. Tổng hợp C-CNTs

Quá trình tổng hợp bắt đầu với công đoạn đuổi không khí ra khỏi hệ thống bằng khí nitơ nhằm tránh sự cháy hay oxy hóa mẫu tổng hợp. Sau đó, oxide sắt được khử bằng H_2 sinh ra từ sự phân hủy ethanol. Sau quá trình khử oxide sắt, hệ thống được gia nhiệt đến nhiệt độ phản ứng.

Kết thúc quá trình tổng hợp, tiến hành hạ nhiệt độ đến

hiệu suất thu được sản phẩm được tính theo công thức sau:

Quá trình tổng hợp bao gồm các bước như sơ đồ dưới đây:



Hình 1. Sơ đồ quá trình tổng hợp C-CNTs

Hiệu suất thu được sản phẩm được tính theo công thức sau:

$$H = \frac{w_1 - w_2}{w_2} * 100 \quad (1)$$

Trong đó:

- H: Tỷ lệ sản phẩm tạo thành và bám lên trên carbon felt (% khối lượng);
- w_1 : Khối lượng của sản phẩm thu được sau khi tổng hợp (gam);
- w_2 : Khối lượng của carbon felt và xúc tác trước khi tổng hợp (gam).

2.5. Các phương pháp đánh giá tính chất sản phẩm

Sau quá trình tổng hợp, vật liệu được đánh giá hình thái bằng kính hiển vi điện tử quét SEM JEOL 6010-PLUS/LV. Để xác định rõ hơn vi cấu trúc của vật liệu, nhóm tác giả sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua HR-TEM model JEM 2100. Ngoài ra, diện tích bề mặt riêng BET được xác định bằng cách đo hấp phụ và giải hấp đẳng nhiệt nitơ trên máy ASAP 2020. Bên cạnh đó, phương pháp phân tích nhiệt trọng trường TGA được sử dụng để đánh giá độ bền oxy hóa của vật liệu thông qua thiết bị STA6000 với tốc độ gia nhiệt $3^\circ\text{C}/\text{phút}$, lưu lượng dòng khí oxy là $20 \text{ ml}/\text{phút}$.

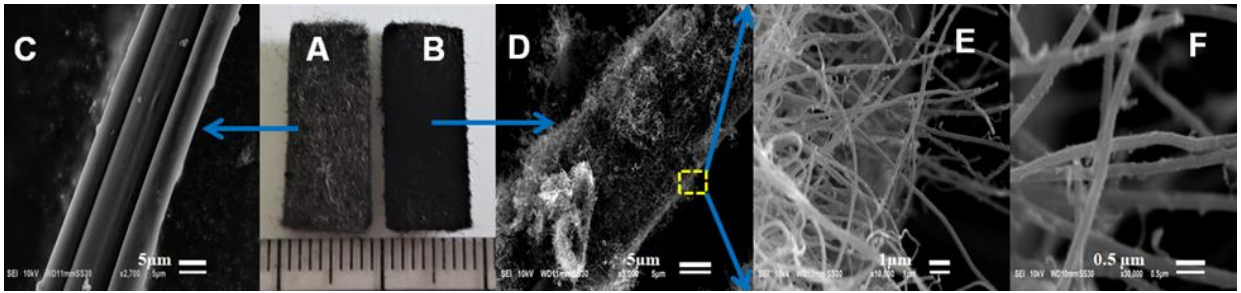
3. Kết quả và thảo luận

3.1. Đặc tính của vật liệu tổng hợp

Trước hết nhóm tác giả đã tiến hành tổng hợp mẫu ở nhiệt độ 725°C với hàm lượng pha hoạt tính (Fe) 2% khối lượng trên chất mang carbon felt (w_2), thời gian khử xúc tác 40 phút, sau đó điều chỉnh quá trình gia nhiệt để đạt được nhiệt độ mong muốn, thời gian tổng hợp 1h. Sau quá trình tổng hợp, mẫu được lấy ra cân để xác định hiệu suất thu sản phẩm (w_1) và xem xét hình thái bề mặt bằng ảnh chụp SEM. Hiệu suất thu sản phẩm được trình bày trong Bảng 1 và ảnh chụp SEM của carbon felt (Hình A, C) và C-CNTs (Hình B, D, E, F) được thể hiện ở Hình 2.

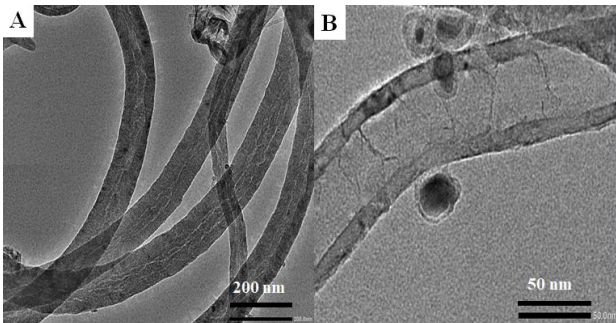
Bảng 1. Giá trị hiệu suất sản phẩm và bề mặt riêng của C-CNTs so với carbon felt

Tính chất	Mẫu	Carbon felt	C-CNTs
Hiệu suất (%)		-	44
S_{BET} (m^2/g)		1	74



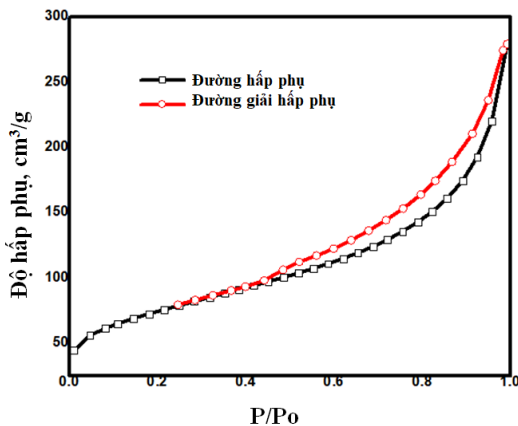
Hình 2. Hình thái bên ngoài (A, B) và ảnh SEM của mẫu trước (C), sau khi tổng hợp (D, E, F)

Từ kết quả thu được ở Bảng 1 cho thấy, hiệu suất thu sản phẩm tại nhiệt độ 725 °C đạt 44 % khối lượng so với carbon felt ban đầu. Quan sát ảnh chụp trước (Hình 2A) và sau khi tổng hợp (Hình 2B), sản phẩm thu được trở nên đen hơn. Ảnh SEM cho thấy, từ sợi carbon felt ban đầu (Hình 2C), sau khi tổng hợp xuất hiện một loại cấu trúc mới trên bề mặt sợi (Hình 2D), ở độ phân giải cao hơn (Hình 2E, 2F), ta có thể thấy vật liệu tổng hợp được có hình dáng như các ống nano carbon có kích thước và phân bố khá đồng đều. Vì cấu trúc của vật liệu được quan sát bằng ảnh chụp TEM được trình bày trên Hình 3. Quan sát ảnh thu được có thể khẳng định sản phẩm tổng hợp là CNTs với đường kính khá đồng đều và bằng khoảng 50 nm. Kết quả thu được có thể khẳng định việc tổng hợp thành công carbon nano ống trên bề mặt carbon felt.



Hình 3. Ảnh TEM mẫu vật liệu tại nhiệt độ tổng hợp 725°C

Bên cạnh đó, để xác định diện tích bề mặt riêng, mẫu được đo bằng phương pháp hấp phụ, giải hấp đẳng nhiệt bằng N₂ và xử lý số liệu theo lý thuyết BET, kết quả thu được thể hiện ở Hình 4 và Bảng 1.



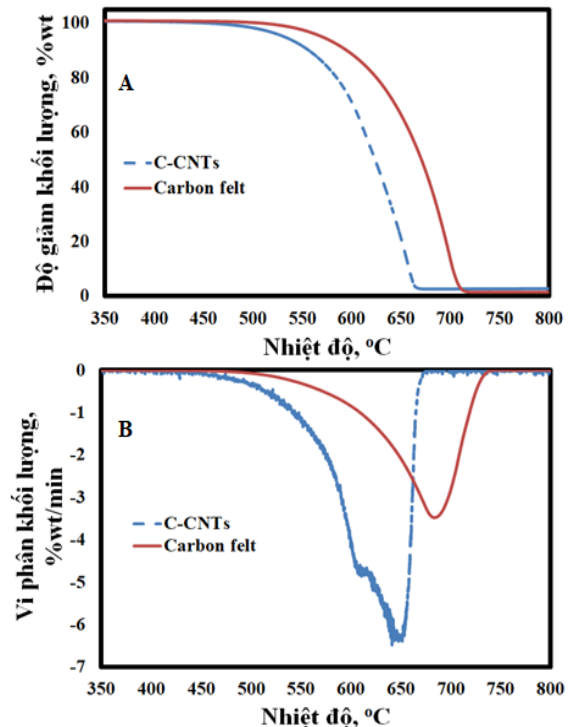
Hình 4. Đường hấp phụ và giải hấp phụ của sản phẩm

Từ Bảng 1 có thể thấy, giá trị BET tăng lên đến 74 lần so với carbon felt. Từ giản đồ đường hấp phụ và giải hấp

phụ trên Hình 4 cho thấy, sự xuất hiện vòng trễ, kiểu IV theo phân loại của IUPAC [17]. Vì vậy, có thể khẳng định rằng C-CNTs thu được là một loại vật liệu mao quản có kích thước trung bình.

Phương pháp phân tích nhiệt trọng trường được sử dụng nhằm đánh giá độ bền nhiệt, bền oxy hóa của vật liệu, phương pháp phân tích này cho biết được giới hạn nhiệt độ làm việc của vật liệu hay xác định tỷ lệ của các thành phần trong một hợp chất. Kết quả được thể hiện ở Hình 5.

Như được thể hiện ở Hình 5A, vật liệu tổng hợp được có độ bền oxy hóa thấp hơn so với carbon felt ban đầu. Từ Hình 5B cho thấy, trong khi vật liệu ban đầu chỉ có 1 peak có giá trị đỉnh peak tại 690 °C đặc trưng cho carbon felt thì sản phẩm lại có 2 peak có giá trị đỉnh peak tại 650 °C và 610 °C đặc trưng lần lượt cho carbon felt và CNTs hình thành. Sự sai khác về nhiệt độ phân hủy của carbon felt có thể là do sự ảnh hưởng của xúc tác kim loại (Fe) có mặt trong sản phẩm đã đẩy nhanh quá trình oxy hóa của carbon felt, khiến quá trình phân hủy carbon felt xảy ra nhanh hơn so với mẫu ban đầu, kết quả này tương tự như kết quả được công bố của nhóm McKee và cộng sự [16].



Hình 5. Giản đồ TGA của carbon felt và C-CNT

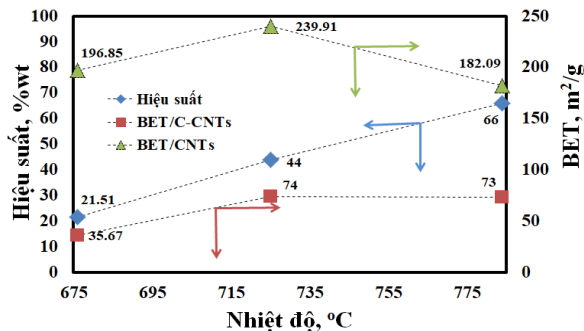
3.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến đặc tính sản phẩm

Nhiệt độ luôn đóng vai trò quan trọng trong các phản ứng hóa học, các kết quả nghiên cứu được công bố cho thấy, chất lượng và hiệu suất thu sản phẩm carbon nano phụ thuộc rất lớn vào nhiệt độ tổng hợp. Do vậy, ở nghiên cứu này nhóm tác giả đã tiến hành tổng hợp 3 mẫu với nhiệt độ tương ứng là 676°C, 725°C, 784°C còn các điều kiện khác không thay đổi. Kết quả về hiệu suất thu và giá trị diện tích bề mặt riêng BET của sản phẩm được thể hiện ở Hình 6. Ngoài ra, trên Hình 6 còn thể hiện giá trị bề mặt riêng của CNTs hình thành trong quá trình tổng hợp được tính toán theo công thức (2).

$$BET_{C-CNTs} \times (100 + H) = BET_{carbon\ felt} \times 100 + BET_{CNTs} \times H \quad (2)$$

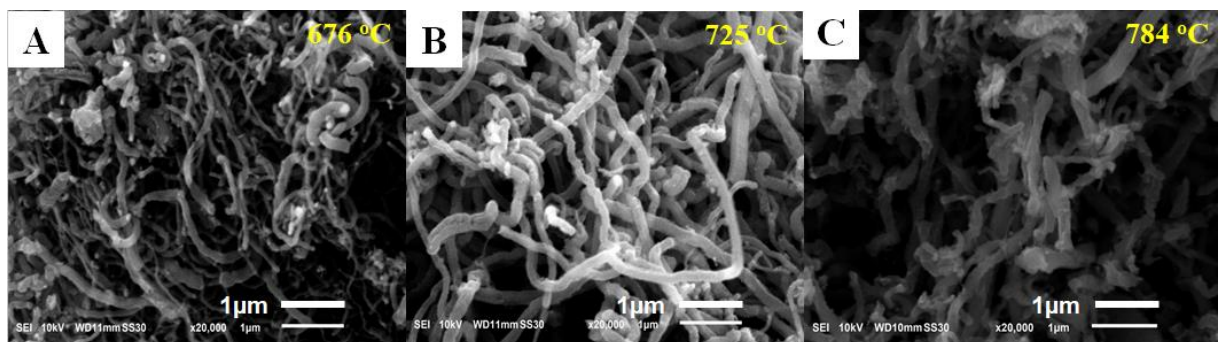
Với: BET_{C-CNTs} , $BET_{carbon\ felt}$, BET_{CNTs} lần lượt là giá trị BET của C-CNTs, carbon felt và CNTs.; H: Hiệu suất thu sản phẩm.

Công thức (2) được xây dựng từ giá trị diện tích bề mặt riêng của C-CNTs và của carbon felt với giả thiết bề mặt riêng của C-CNTs bằng tổng bề mặt riêng thành phần của từng loại vật liệu riêng lẻ và tuyến tính theo phần trăm khối lượng.



Hình 6. Ảnh hưởng của nhiệt độ lên hiệu suất tổng hợp và diện tích bề mặt riêng BET

Từ Hình 6 ta thấy, hiệu suất thu sản phẩm tăng gần



Hình 7. Ảnh SEM của mẫu ở các nhiệt độ tổng hợp khác nhau

4. Kết luận

Với nghiên cứu này, nhóm tác giả đã tổng hợp vật liệu carbon nano ống lên trên bề mặt chất mang là carbon felt. Các kết quả thu được đã cho thấy sự ảnh hưởng của nhiệt độ quá trình tổng hợp lên hiệu suất và đặc tính sản phẩm. Tuy nhiên để có thể xác định rõ hơn sự ảnh hưởng của điều kiện tiến hành quá trình lên chất lượng sản phẩm, cần áp dụng thêm một số phương pháp đánh giá khác như quang phổ Raman... Việc tổng hợp và gắn đồng thời CNTs trên

như tuyến tính theo nhiệt độ. Khi nhiệt độ tổng hợp tăng từ 676°C đến 725°C, giá trị BET tăng từ 35,67 cm²/g lên đến 74 cm²/g và đạt 73 cm²/g tại 784°C. Khi xét đến giá trị BET của CNTs, bề mặt riêng của CNTs tăng lên rất nhanh trong khoảng nhiệt độ 676°C và 725°C, từ 196,85 m²/g đến 239,91 m²/g. Tuy nhiên, khi nhiệt độ tiếp tục tăng lên đến 784°C thì giá trị bề mặt riêng của CNTs lại giảm mạnh xuống còn 182,09 cm²/g. Theo một công bố của M. Bahgat [18], khi nhiệt độ tiến hành quá trình chưa đủ lớn, tốc độ phân hủy nguồn carbon nhỏ hơn so với tốc độ hình thành CNTs trên bề mặt xúc tác. Khi đó, nếu tăng nhiệt độ của quá trình thì tốc độ phân hủy nguồn carbon và hình thành CNTs tăng lên, dẫn đến hiệu suất thu sản phẩm cũng như bề mặt riêng của chúng cũng tăng nhanh. Tuy nhiên, theo kết quả trước đó đã được công bố của cùng nhóm nghiên cứu [19], khi nhiệt độ tăng đến một giá trị nhất định, tốc độ phân hủy nguồn carbon nhanh hơn tốc độ hình thành CNTs trên bề mặt xúc tác, khi đó phần carbon đã bị phân hủy mà không tiếp xúc được với bề mặt pha hoạt tính có thể kết hợp với nhau hình thành nên carbon vô định hình hay các dạng carbon khác. Một lý do quan trọng khác là khi nhiệt độ cao, một số pha hoạt tính của xúc tác có thể kết tụ với nhau nên làm giảm bề mặt riêng của pha hoạt tính, từ đó làm tăng khả năng hình thành các dạng carbon khác. Chính các dạng carbon khác này đã làm giảm giá trị BET.

Hình 7 thể hiện hình thái của vật liệu tại các nhiệt độ tổng hợp khác nhau.

Kết quả cho thấy rằng, tại nhiệt độ phản ứng thấp 676°C (Hình 7A), ống nano carbon tổng hợp được có kích thước không đồng đều. Với sự gia tăng nhiệt độ, đường kính CNTs dần trở nên lớn, đồng đều hơn và không có nhiều thay đổi khi tổng hợp ở nhiệt độ cao hơn (Hình 7B, 7C). Kết quả thu được phù hợp với với công bố trước đây của nhóm tác giả W.Z. Li [13]. Tuy nhiên, mật độ hình thành sản phẩm còn lại có xu hướng giảm xuống.

bề mặt carbon felt đã khắc phụ được nhược điểm của từng loại vật liệu thành phần, từ đó mở rộng việc ứng dụng CNTs vào một số lĩnh vực, đặc biệt đối với khả năng xử lý nước nhiễm dầu.

Lời cảm ơn: Học viên Lê Đức Ngư được tài trợ bởi Tập đoàn Vingroup – Công ty CP và hỗ trợ bởi chương trình học bổng đào tạo thạc sĩ, tiến sĩ trong nước của Quỹ Đổi mới sáng tạo Vingroup (VINIF), Viện Nghiên cứu Dữ liệu lớn (VinBigdata), VINIF.2020.ThS.94.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] J. H. Hafner, C. L. Cheung and C. M. Lieber, "Direct Growth of Single-Walled Carbon Nanotube Scanning Probe Microscopy Tips". *J. Am. Chem. Soc.*, 1999. 121, pp. 9750-9751.
- [2] R. Saito, G. Dresselhaus and M. S. Dresselhaus, "Electronic structure and growth mechanism of carbon nanotubes", *Materials Science and Engineering*, 1993. 19, pp.185-191.
- [3] Prasek, J., et al., "Methods for carbon nanotubes synthesis", *Journal of Materials Chemistry*, 2011. 21(40): p. 15872-15884.
- [4] Nurulhuda, et al., "Evaporated ethanol as precursor for carbon nanotubes synthesis", *Advanced Materials Research*, 2014. 832: p. 322-327.
- [5] Sosnowchik, B.D. and L. Lin, "Rapid synthesis of carbon nanotubes via inductive heating", *Applied physics letters*, 2006. 89(19): p. 193112.
- [6] Zhan, Y., et al., "Tunable electromagnetic wave absorbing properties of carbon nanotubes/carbon fiber composites synthesized directly and rapidly via an innovative induction heating technique". *Carbon*, 2021. 175: p. 101-111.
- [7] Wiak, S., et al., "Induction heating process of ferromagnetic filled carbon nanotubes based on 3-D model", *Open Physics*, 2017. 15(1): p. 1061-1066.
- [8] Xiao, N., et al., "Synthesis of a carbon nanofiber/carbon foam composite from coal liquefaction residue for the separation of oil and water", *Carbon*, 2013. 59: p. 530-536.
- [9] Liu, Y., et al., "Macroscopic shaping of carbon nanotubes with high specific surface area and full accessibility". *Materials Letters*, 2012. 79: p. 128-131.
- [10] Chai, S.-P., S.H.S. Zein, and A.R. Mohamed, "The effect of catalyst calcination temperature on the diameter of carbon nanotubes synthesized by the decomposition of methane", *Carbon*, 2007. 45(7): p. 1535-1541.
- [11] Xiong, G., et al., "Effect of temperature, pressure, and gas ratio of methane to hydrogen on the synthesis of double-walled carbon nanotubes by chemical vapour deposition", *Nanotechnology*, 2005. 16(4): p. 532.
- [12] Hu Ming, Ding Peiling, Zhang Yunlong, Gao Jing, and Ren Xiaoxue, "Effect of Reaction Temperature on Carbon Yield and Morphology of CNTs on Copper Loaded Nickel Nanoparticles". *Journal of Nanomaterials*, Volume 2016, Article ID 8106845, 5 pages.
- [13] Li, W., J. Wen, and Z. Ren, "Effect of temperature on growth and structure of carbon nanotubes by chemical vapor deposition", *Applied Physics A*, 2002. 74(3): p. 397-402.
- [14] Nagpure, A.S., et al., "Hydrogenation of cinnamaldehyde to hydrocinnamaldehyde over Pd nanoparticles deposited on nitrogen-doped mesoporous carbon", *RSC advances*, 2016. 6(50): p. 44333-44340.
- [15] Dương Thế Hy, Lê Đức Ngưu, Phạm Hữu Linh, Nguyễn Đình Lâm và Trương Hữu Trí, "Nghiên cứu ảnh hưởng của quá trình chức hóa bề mặt carbon xốp lên hiệu suất và đặc tính của sản phẩm trong quá trình tổng hợp nano composite C-CNF", *Tạp chí Hóa học*, 2019, Vol. 57, No. 6E12, p.151-157.
- [16] McKee, G.S. and K.S. Vecchio, "Thermogravimetric analysis of synthesis variation effects on CVD generated multiwalled carbon nanotubes", *The Journal of Physical Chemistry B*, 2006. 110(3): p. 1179-1186.
- [17] Sangwichien, C., G. Aranovich, and M. Donohue, "Density functional theory predictions of adsorption isotherms with hysteresis loops", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2002. 206(1-3): p. 313-320.
- [18] Bahgat, M., et al., "Synthesis and modification of multi-walled carbon nano-tubes (MWCNTs) for water treatment applications". *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 2011. 92(2): p. 307-313.
- [19] Tri Trương Hữu, "The effect of synthesis temperature on the carbon yield and characteristics of nano composite C-CNFs", *Tạp chí Khoa học và Công nghệ - Đại học Đà Nẵng*, Vol. 18, No. 6, 2020, p. 57-61.