ساخت میکرو و نانوکره‌های کربنی به روش آبی-حرارتی

فربد، منصور[۱] ؛ شریف، لیلا[۲] ؛ آهنگرپور، آمنه[۳]

[۱] استاد، گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز ، اهواز
[۲] دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز
[۳] استادیار، گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز ، اهواز

چکیده

در این مقاله، از روش آبی-حرارتی و با استفاده از مواد اولیهٔ ساکروز و آب یون‌زدایی شده، میکرو و نانوکره‌های کربنی با خلوص بالا و اندازه کنترل شده، تهیه شدند. خواص ساختاری نمونه با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی گردید. با استفاده از آنالیز حرارتی (TGA) میزان و چگونگی تجزیهٔ کره‌های کربنی در اثر گرمادهی بررسی شد.نتایج نشان دادند که با کاهش غلظت محلول اولیهٔ ساکروز، میانگین اندازهٔ کره‌های کربنی کاهش پیدا می کند.

Synthesis of micro and nano-carbon Spheres by hydrothermal method

Farbod, Mansoor[1] ; sharif, Leila[2] ; Ahangarpour, Ameneh[3]

[1] Professor, Physics Department, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz

[2] Msc Student, Physics Department, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz

[3] Assitant Professor, Physics Department, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz

Abstract

In this paper, high quality carbon micro and nano-spheres were prepared by hydrothermal method using sucrose as the source carbon. The structural and thermal properties of the samples were investigated by XRD, SEM and TGA analysis. The obtained result showed that by decreasing the sucrose concentration, the average sizes of the carbon spheres were decreased.

مقدمه

از میان ساختارهای مختلف کربن، کره‌های کربنی (CSs) به‌دلیل ویژگی‌هایی مانند؛ پایداری حرارتی بالا، یکنواختی، سطوح نسبتاً بی‌اثر و رسانایی خوبی که دارند دارای کاربردهای وسیعی از جمله؛ الکترود برای ابرخازن‌ها[۱]، قالبی برای ساختارهای توخالی[۲]، آند برای باتری‌های لیتیوم ثانویه[۳]، کپسول برای نانوذرات مغناطیسی[٤] و غیره می‌باشند.

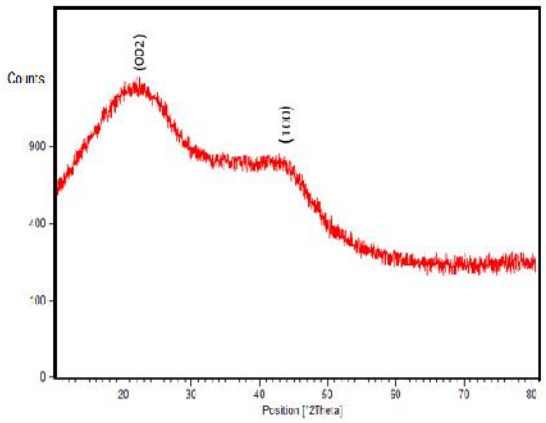
روش آبی–حرارتی با استفاده از اتوکلاو، روش خوبی برای ساخت کره‌های کربنی است زیرا می‌توان با تنظیم برخی پارامترهای به‌کار گرفته شده از جمله غلظت مواد اولیه، مدت زمان واکنش، نسبت حجم محلول به حجم اتوکلاو (V_s/V_v) و غیره، باعث کنترل اندازه کره‌های کربنی و خلوص بالای محصول شد[٥و٦].

شرح آزمایش

برای ساخت میکرو و نانوکره‌های کربنی به‌روش آبی–حرارتی تنها از آب یون‌زدایی شده [H_2O] و ساکروز [$C_{12}H_{22}O_{11}$] به‌عنوان مواد اولیه استفاده شد. ابتدا محلولی از ساکروز با غلظت مورد نظر از طریق حل کردن جرم مناسبی از ساکروز در آب یون زدایی شده تهیه گردید. سپس محلول به‌دست آمده به‌درون ظرف تفلون یک اتوکلاو انتقال داده شد و اتوکلاو به مدت ۸ ساعت در دمای ۱۷۰°C درون یک کوره الکتریکی حرارت دهی شد. پس از آن، اوتوکلاو از کوره خارج می‌گردید و به‌طور طبیعی تا دمای اتاق سرد می‌شد. در نهایت رسوب تیره رنگی تشکیل می‌شد که به کمک سانتریفیوژ جداسازی شده، توسط آب و اتانول چندین بار شست و شو شده و در دمای ۸۰°C به مدت ٤ ساعت خشک شد. به‌منظور شناسایی فاز، از دستگاه XRD استفاده شد. بررسی ریزساختار، ریخت‌شناسی و اندازهٔ متوسط نانو ذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام گرفت. همچنین آنالیز حرارتی TGA برای بررسی حرارتی و تعیین دمای تجزیهٔ کره‌های کربنی انجام شد.

نتایج و بحث

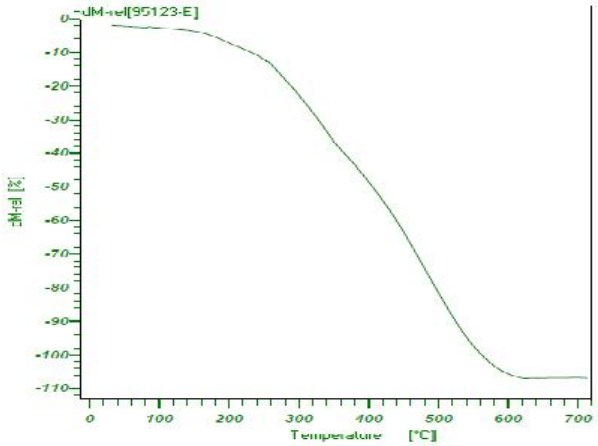
شکل۱ تصویر الگوی پراش پرتوی ایکس کره‌های کربنی تولید شده توسط روش آبی–حرارتی را نشان می‌دهد. وجود دو قله، یکی در زاویهٔ تقریبی $2\theta\sim25^\circ$ و دیگری در زاویه تقریبی $2\theta\sim43^\circ$ که به‌عنوان قله‌های مشخصهٔ ساختار گرافیتی شناخته می‌شوند، نشان دهندهٔ وجود صفحه‌های گرافیتی نانومتری در ساختار کره-های کربنی می‌باشند. پهن بودن قله ها بیانگر این است که کربن-های تشکیل دهنده نانوکره‌ها از ساختار گرافیتی به سمت آمورف بودن میل کرده‌اند.



شکل ۱: تصویر الگوهای پراش پرتوی ایکس میکروکره‌های کربنی؛ تهیه شده به‌روش آبی–حرارتی.

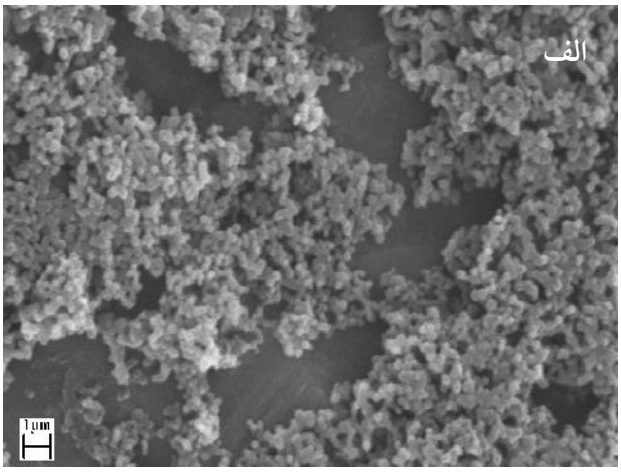
شکل۲ منحنی TGA نمونهٔ کربنی را نشان می‌دهد. اندازه‌گیری در محیط هوا و افزایش دما با آهنگ ۱۰ درجه در دقیقه صورت گرفت. این منحنی نشان می‌دهد که تجزیه کربن بین دمای ۲۵۰ تا ۵۵۰°C صورت می‌گیرد.

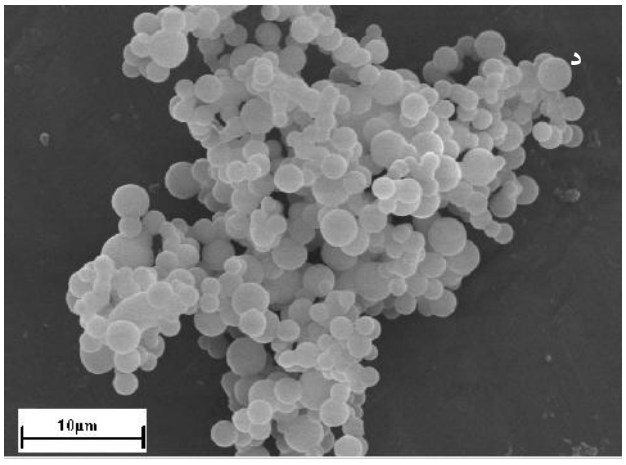
از دست دادن حدود ۵٪ قبل از دمای ۲۵۰°C می‌تواند به‌دلیل مقدار کمی رطوبت در نمونه باشد. تک پله‌ای بودن منحنی بیانگر خلوص نانوکره‌های کربنی است.

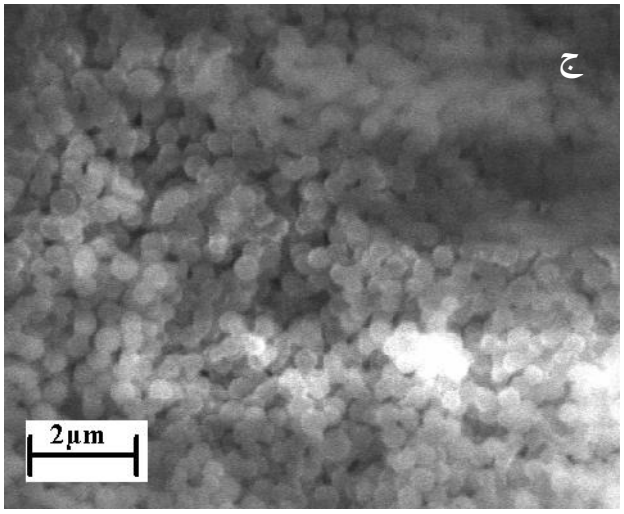


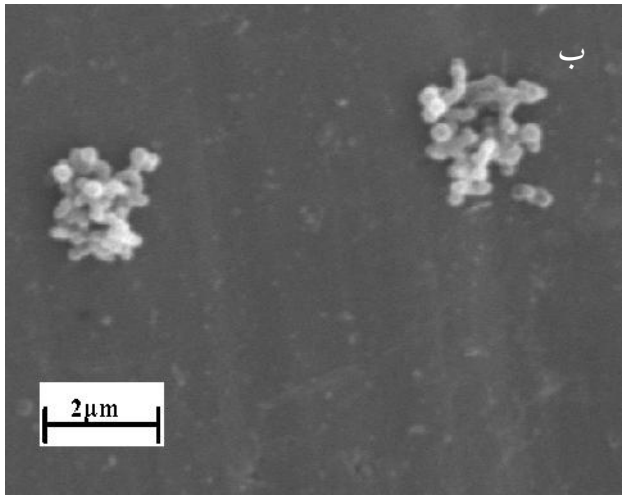
شکل۲: منحنی TGA کره‌های کربنی

شکل۳ تصویر SEM نمونه‌ها حاصل از محلول‌های ساکروز با غلظت‌های اولیه متفاوت را نشان می‌دهد. این تصاویر نشان می-دهند که با کاهش غلظت محلول اولیه ساکروز از ۰٫٦ به ۰٫۰۵ مولار، میانگین اندازهٔ کره‌های کربنی از ۲۰۰۰ نانومتر تا ۵۰ نانومتر کاهش پیدا می‌کنند. علاوه براین میکرو و نانوذرات حاصل، کره-های کامل با سطحی نسبتاً صاف بوده و توزیع اندازه ذرات برای هردسته کرهٔ کربنی، متناظر با یک غلظت خاص، دارای یک گسترهٔ کوچک است.









شکل ۲: تصویر SEM نمونه‌ها با غلظت محلول اولیهٔ ساکروز الف) ۰٫۰۵ مولار ، ب) ۰٫۱ مولار ، ج) ۰٫۳ مولار و د) ۰٫٦ مولار.

جدول۱ روند همبستگی بین متوسط اندازهٔ کره‌های کربنی و غلظت محلول اولیهٔ آن‌ها را نشان می‌دهد. این نتایج بیانگر این مطلب است که با افزایش غلظت ساکروز میزان انباشت کربن در زمان حرارت دهی یکسان افزایش می‌یابد و لذا اندازه کره‌ها بزرگتر می-گردد.

جدول۱: همبستگی بین اندازهٔ متوسط کره‌های کربنی وشرایط واکنش.

غلظت محلول اولیه (مولار)	دما و زمان واکنش	اندازهٔ کره‌های کربنی (نانومتر)
۰٫۰۵	۸ ساعت و ۱۷۰°C	۵۰–۲۵۰
۰٫۱	۸ ساعت و ۱۷۰°C	۱۵۰–۳۰۰
۰٫۳	۸ ساعت و ۱۷۰°C	٤۵۰–٦۰۰
۰٫٦	۸ ساعت و ۱۷۰°C	۱۵۰۰–۲۰۰۰

نتیجه گیری

نانو و میکروکره‌های کربنی به روش آبی–حرارتی از ساکروز و آب یونزدایی شده به‌عنوان مواد اولیه تهیه شدند. در این روش کره‌های کربنی با اندازه کنترل شده و خلوص بالا تهیه شدند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری ریزساختاری نشان می‌دهد که ساختار کروی کربن در دمای ۱۷۰°C تشکیل گردیده است. همچنین میانگین اندازهٔ کره‌ها با کاهش غلظت محلول اولیهٔ ساکروز، کاهش پیدا کردند. با استفاده از آنالیز حرارتی (TGA) تجزیهٔ کره‌های کربنی بین دمای ۲۵۰ تا ۵۵۰°C مشاهده شد.

سپاسگزاری

از دانشگاه شهید چمران اهواز برای حمایت مالی از این پایان‌نامه صمیمانه تشکر و قدردانی می‌شود.

مرجع‌ها

[1] J. Chen, N. Xia, T. Zhou, S. Tan, F. Jiang, D. Yuan, “Mesoporous carbon spheres: synthesis, characterization and supercapacitance”, Int. J. Electrochem. Sci. **4** (2009)1063–1073.
[2] Q. Wang, F. Cao, Q. Chen, C. Chen, “Preparation of carbon micro-spheres by hydrothermal treatment of methylcellulose sol”, Mater. Lett. **59** (2005)3738–3741.
[3] Y.Z. Jin, Y.J. Kim, C. Gao, Y.Q. Zhu, A. Huczko, M. Endo, H.W. Kroto, “High temperature annealing effects on carbon spheres and their applications as anode materials in Li-ion secondary battery”, Carbon **44** (2006) 724–729.
[4] Z. Wang, P. Xiao, N. He, “Synthesis and characteristics of carbon encapsulated magnetic nanoparticles produced by a hydrothermal reaction”, Carbon**44** (2006) 3277–3284.
[5] X. Sun, Y. Li, “Colloidal carbon spheres and their core/shell structures with noble-metal nanoparticles”, Angew. Chem. Int. Ed. **43** (2004) 597–601.
[6] M. H. Joula, M. Farbod, “Synthesis of uniform and size-controllable carbon nanospheres by a simple hydrothermal method and fabrication of carbon nanosphere super-hydrophobic surface”, Applied Surface Science **347** (2015) 535–540.