

سنتز نانو ساختارهای متخلخل کربن فعال و ایجاد تخلخل در آن، به روش فعال سازی شیمیایی با

استفاده از سدیم هیدروکسید

شاهچراغ، سیده کبری^۱؛ باقری محقق، محمد مهدی^۲؛ موسوی سنگدهی، ملیحه سادات^۳

^۱دانشکده فیزیک، دانشگاه دامغان، میدان سعدی، دامغان

چکیده

در این پروژه با استفاده از روش فعال سازی شیمیایی با استفاده از محلول اشباع شده سدیم هیدروکسید و پوست پودر شده از بادام، تحت شرایط خاص نانو ساختار های حفره دار کربن فعال تهیه شد سپس ویژگی های ساختاری آن توسط دستگاه پراش اشعه X و خواص سطحی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مورد بررسی قرار گرفت. تعیین پیوند های آن با استفاده از طیف FTIR حاصل از اشعه مادون قرمز انجام شد. نتایج آنالیز ها نشان داد که تخلخل و حفراتی در سطح کربن فعال بوجود آمده است. پیوند های اولیه کربن شکسته شده اند و پیوند های جدیدی بوجود آمده است. در نهایت هر چه زمان رسیدن به دمای ۶۰۰ °C بیشتر باشد، حفرات بیشتری ایجاد می شود.

The synthesis of activated carbon nano porous structures and creation of the porosity in it, by chemical activation method with NaOH

Shahcheragh, Seyede Kobra¹; Bagheri Mohagheghi, Mohamad Mehdi²; Mosavi Sangdehi, Malihe Sadat³

¹Student of Physics, University of Damghan, Damghan

²Academic staff of Physics, Damghan University, Damghan

³Damghan University, Damghan

Abstract

In this research, by chemical activation method with use of the solution of NaOH and the powdered skin of the almond, under certain circumstances the nano porous structures of activated carbon has been prepared. Then, structural properties by X-ray diffraction device (XRD), and reviewed the surface properties by scanning electron microscopy (sem). were done the determination of links with the use of infrared rays the FTIR spectrum. result of the analysis showed that Porosity and porous on the surface of activated carbon has arisen. The initial links of carbon have been broken and new link is created. Finally, whatever the time of reaching to the temperature 600 °C is the more, more porous is create.

PACS No. (68)

مقدمه

برای تهیه کربن فعال قابل استفاده هستند. علاوه بر این پوست سخت بادام و فندق و هسته خرما سرشار از کربن هستند [۱ و ۲]. ساختار پایه کربن را می توان با استفاده از روش های فعال سازی فیزیکی و شیمیایی به ساختار متخلخل و حفره دار تبدیل کرد. که در بین عوامل فعال ساز در روش فعال سازی شیمیایی، هیدروکسید سدیم و کلرید سدیم ساختار متخلخل تری را ایجاد

یکی از بهترین و کارآمدترین روش های مناسب برای سنتز کربن فعال استفاده از ضایعات طبیعی است. مواد آلی مختلف گیاهی و طبیعی که دارای درصد بالایی کربن می باشند، بویژه ضایعات سلولزی در صنایع کاغذ سازی و خاک اره، به عنوان مواد اولیه

در اینجا نقش عامل فعال ساز، حذف آب از ساختار ماده اولیه، پائین آوردن دمای لازم برای کربنیزاسیون و ممانعت از تشکیل قطران در حین انجام فرآیند است که به ایجاد یک ساختار متخلخل در محصول کمک می کند [۵]. بدیهی است انتخاب روش فعال سازی، چگونگی تخلخل محصول را نیز تحت تاثیر قرار می دهد، بعنوان مثال مشخص شده است که روش فعال سازی فیزیکی اغلب حفره هایی به شکل مخروط ایجاد می کند به صورتی که قاعده مخروط در بالا قرار دارد در حالیکه روش فعال سازی شیمیایی منجر به تشکیل حفره هایی به شکل بطری می گردد [۶]. هدف از انجام پروژه از بین بردن ساختار پایه کربنی اولیه و ایجاد ساختار متخلخل در سطح کربن است. پیوند های اولیه کربن از بین می روند و پیوند های جدیدی در ساختار کربن فعال بوجود می آیند. دلیل ایجاد حفرات در ساختار کربن فعال هم وجود همین پیوند های جدید است.

روش آزمایش

در این پروژه اساس کار ما بر مبنای فعال سازی شیمیایی است، که یک روش تک مرحله ای برای تولید کربن فعال به شمار می آید، سنتز کربن فعال توسط عامل فعال ساز هیدروکسید سدیم (سود) به ترتیب مطابق دیاگرام شکل ۲ به شرح زیر است:

در این مرحله از کار ابتدا مقدار مورد نیازی از پودر اولیه خرد شده که قبلاً تهیه کردیم را توسط ترازوی دیجیتالی با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن می کنیم و داخل یک ظرف می ریزیم. با استفاده از سود و آب مقطر یک محلول اشباع درست میکنیم و پودر خرد شده را با این محلول اشباع مخلوط می کنیم و خوب هم میزنیم تا یک خمیر نسبتاً یکنواختی حاصل شود.

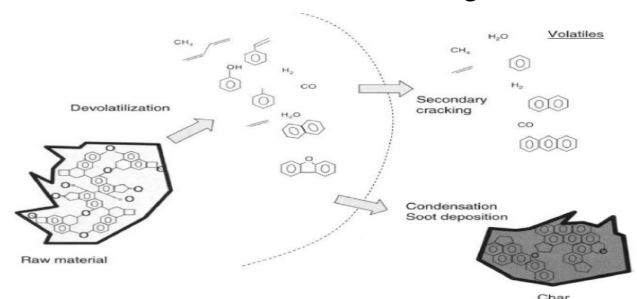
برای اینکه پودر و محلول اشباع شده از سود به طور کامل با هم مخلوط شوند از یک مگنت استفاده می کنیم. ظرف حاوی پودر خمیر مانند را روی هیتر قرار می دهیم و مگنت را داخل آن می اندازیم و روی دور متوسط قرار می دهیم و حدوداً ۱۵ دقیقه صبر میکنیم تا کاملاً یکنواخت شوند و بعد ماده بدست آمده را درون ظرف های مخصوص می ریزیم به طوری که قطر خمیر در ظرف ها ۰/۵ سانتی متر باشد. ظرف ها را داخل کوره قرار می دهیم

می کند. کربن فعال به دلیل داشتن تخلخل زیاد و سطح موثر بالا ($2500-3000 \text{ m}^2/\text{g}$) در موارد بسیار زیادی از جمله: رنگبری و حذف انواع آلاینده های شیمیایی و فلزات سنگین از فاز گاز یا مایع از طریق جذب سطحی، به عنوان متداولترین جاذب برای عملیات تصفیه آب و پساب مورد استفاده قرار می گیرد.

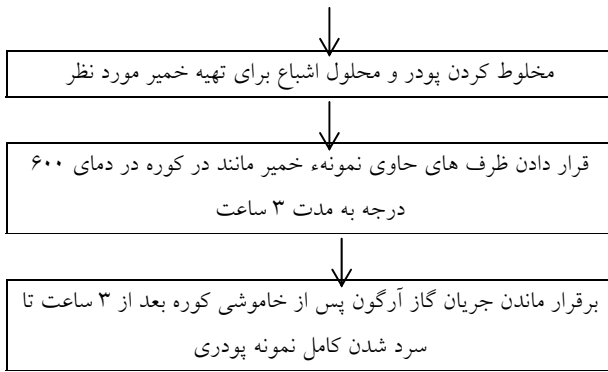
تولید کربن فعال با استفاده از دو روش فعال سازی فیزیکی و فعال سازی شیمیایی امکان پذیر است. هدف از فعال سازی، ایجاد یک ساختار متخلخل کربنی با سطح موثر بزرگ در ماده خام است. در روش فعال سازی، ماده خام، نخست در محیطی بدون حضور هوا کربنیزه می شود تا پایه کربنی اولیه تشکیل شود. در طی عمل کربنیزاسیون بسیاری از واکنش های پیچیده به دلیل ساختار ناهمگون مواد لیگنوسلولزی اتفاق می افتد. کم شدن آب، ترک خوردگی، ساخته شدن ایزومرهای جدید، هیدروژن زدایی، معطر سازی، تولید زغال و باز آرایش در ساختار ماده اولیه صورت می گیرد. با توجه به فرایند های ارایه شده، محصولات اولیه در مراحل ابتدایی کار به خاطر استنتاج گازها و بخار تغییر شکل می دهند.

با توجه به شرایط فرایند کربنیزاسیون که در شکل ۱ نشان داده شده است، بسیاری از گونه های مختلف در مواد کربنی وجود دارند که می توانند با همدیگر واکنش دهند.

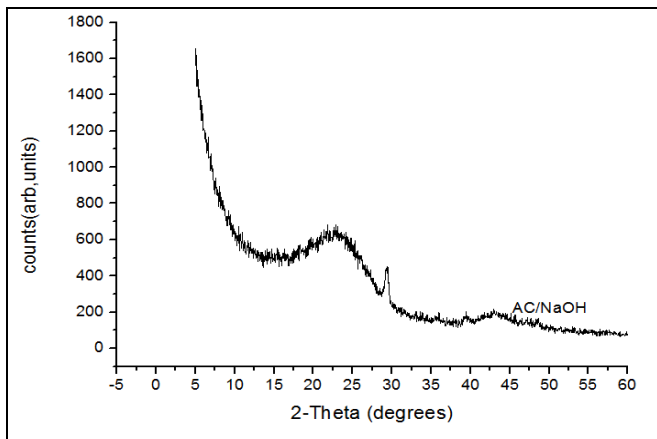
واکنش های ماده اولیه در طی فرایند کربنیزاسیون باعث تولید هیدروکربن های سبک تر می شوند. بعد از کربنیزاسیون پایه کربنی بدست آمده در معرض یک عامل فعال ساز در دمای بالا قرار می گیرد. چگونگی تخلخل این محصول به عوامل متعددی نظیر نوع ماده خام، شرایط کربنیزاسیون، نوع عامل فعال ساز، دما و زمان فعال سازی بستگی دارد [۳].



شکل ۱: طرح کربنیزاسیون از مواد طبیعی [۴]

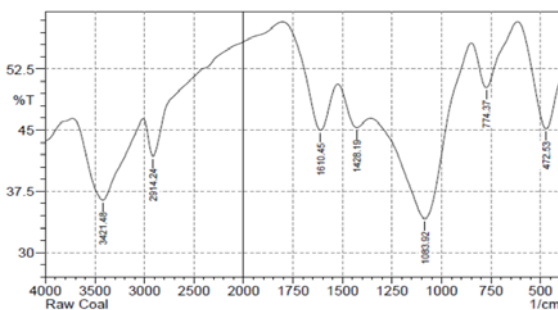


شکل ۳ طیف نانو ذرات کربن فعال و متخلخل شده به روش شیمیایی با استفاده از سود است که مربوط به نمونه S2 است. پیک در زاویه $2\theta = 22/52$ مربوط به صفحه (۱۱۰)، پیک در زاویه $2\theta = 29/42$ مربوط به صفحه (۱۰۱) و پیک در زاویه $2\theta = 43/08$ مربوط به صفحه (۲۰۰) است. روند نزولی نمودار مربوط به شکل آمورف کربن است.



شکل ۳: طیف پراش اشعه ایکس از ساختار کربن فعال تهیه شده با روش فعال

سازی شیمیایی یا هیدروکسید سدیم



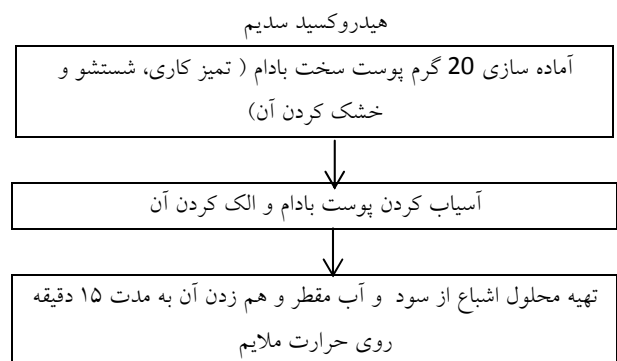
(الف)

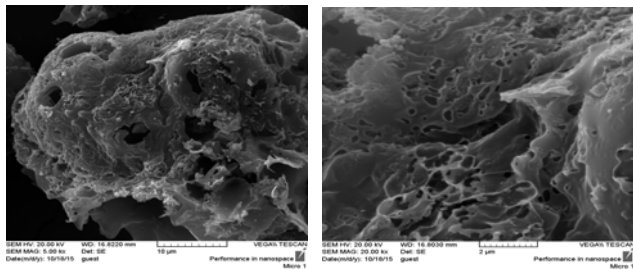
دقت می کنیم که ابتدا و انتهای کوره کاملا بسته باشد و راهی برای ورود هوا وجود نداشته باشد و فقط لوله های نازکی که در انتهای کوره قرار دارند باز باشند که این لوله ها برای خروج گاز و محصولاتی است که در مرحله کربنیزاسیون تولید می شوند سپس کبسول گاز آرگون را به کوره وصل می کنیم کوره را روشن می کنیم و دمای آن را روی ۱۰۰ درجه تنظیم می کنیم صبر می کنیم تا به این دما برسد سپس به مدت زمان مشخص در حدود ۲ ساعت دمای آن را به ۶۰۰ درجه می رسانیم و بعد از اینکه به دمای ۶۰۰ رسید می گذاریم ۳ ساعت در همین دما باقی بماند. بعد از ۳ ساعت کوره را خاموش می کنیم اما گاز همچنان متصل است و به مدت ۳ ساعت صبر می کنیم تا کوره کاملا سرد شود سپس گاز را می بندیم و جدا می کنیم و ظرف های داخل کوره را خارج می کنیم. نمونه تهیه شده را دوباره وزن میکنیم. در جدول ۱ شرایط تهیه نمونه های S1 و S2 که مربوط به کربن فعال شده با سود است آورده شده است. نمونه S1 در مدت زمان ۱ ساعت و ۳۰ دقیقه و نمونه S2 در مدت ۲ ساعت به دمای نهایی رسیدند.

جدول ۱: شرایط تهیه کربن فعال با استفاده از سدیم هیدروکسید

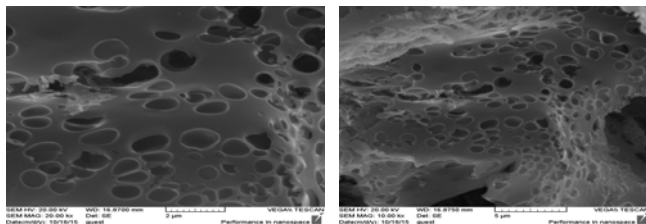
نمونه	مقدار اولیه (gr)	مقدار نهایی (gr)	دمای رسیدن به کربنیزاسیون	دمای اولیه کوره	دمای نهایی
S1	۲۰	۱۲/۲	۲۱۰°C	۱۰۰°C	۶۰۰°C
S2	۲۳/۲	۱۳	۲۰۰°C	۱۰۰°C	۶۰۰°C

شکل ۲: دیاگرام (۱) مراحل سنتز کربن فعال با استفاده از عامل فعال ساز





(الف)



(ب)

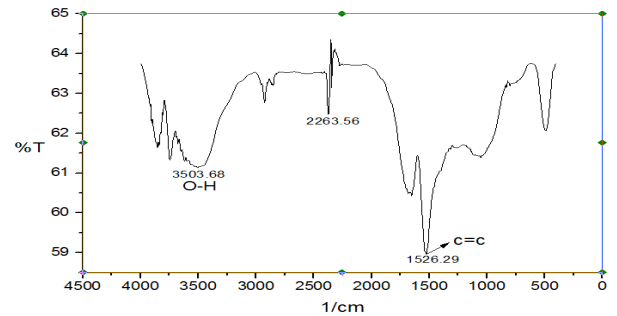
شکل ۶: تصاویر SEM از نانو ذرات کربن فعال سازی شده با (NaOH)، برای دو حالت (الف) مدت زمان رسیدن به دمای نهایی ۱ ساعت و ۳۰ دقیقه و (ب) مدت زمان رسیدن به دمای نهایی ۲ ساعت.

نتیجه گیری

یک روش مناسب و ساده برای تهیه کربن فعال از مواد ضایعات طبیعی مانند پوست بادام ارائه شد، این کربن فعال در زمینه های مختلف کاربردهای زیادی دارد مانند جاذب‌ها. فعال‌سازی با استفاده از عامل فعال ساز هیدروکسید سدیم به طور بسیار چشم گیری منافذ کربن را تولید می‌کند. حفرات با اندازه‌ی بالا در ساختار کربن فعال دیده می‌شود آزمایشات نشان داد هر چه زمان رسیدن به دمای نهایی بیشتر باشد کربن‌زاسیون بهتر انجام می‌شود و در نتیجه ساختار متخلخل‌تر و حفرات بیشتری بوجود می‌آید.

مرجع‌ها

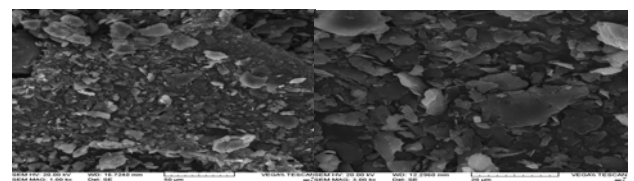
- [1] Hassler, J. W., "Purification with activated carbon", Chemical publishing Co, New York, 1974.
- [2] Shafey, E. E., Cox, M., Pichugin, A. A. and Appleton, Q., "Application of a carbon sorbent for the removal of cadmium and other heavy metal ions from aqueous solution", Journal of Chemical Technology and Biotechnology, 77, 429-436, 2002
- [3] Wigman, T., "Industrial aspects of production and use of activated carbon", Carbon, 27(1), pp. 13-22, (1989).
- [4] Bandosz, T.J., —Activated Carbon Surfaces in Environmental Remediation, Academic Press, New York, USA, 2006.
- [5] Patrick, J.W., "porosity in Carbons", Edward Arnold, (1995).
- [6] Bansal, R.C., Donnet, J.B., and Stoeckli, F., "Active Carbon", Marcel
- [7] P. Chingombe, B. Saha, and R. Wakeman, "Surface modification and characterization of a coal-based activated carbon", Carbon, vol. 43, pp. 3132–3143, 2005.



(ب)

شکل ۴: طیف FTIR برای دو حالت (الف) زغال خام [6] و (ب) کربن فعال شده

ساختار شیمیایی زغال خام و نمونه S2 فعال شده توسط طیف سنجی FTIR در شکل ۴ الف و ب مقایسه شده است. این طیف‌ها نشان می‌دهد که در نمونه زغال خام باندهای قابل توجه مادون قرمز زیر 1700 cm^{-1} و ما بین 2750 cm^{-1} و 3250 cm^{-1} است. در محدوده 1200 cm^{-1} ممکن است به دلیل وجود پیوند های C-O-C و O-H یعنی گروه های الکلی و کربوکسیلیک باشد. باند 1600 cm^{-1} اختصاص دارد به کشش C=C با سایر پیوند های C=C یا هسته های معطر یعنی پیوند های C=C [7]. و در شکل ۴ ب که مربوط به کربن فعال است پیوند های C=C و O-H دیده می‌شود. باند 2200 cm^{-1} به پیوند C=C-C مربوط می‌شود. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از پوست بادام و کربن فعال تهیه شده به ترتیب در شکل های ۵ و ۶ آمده است. که شکل ۶ حضور منافذ و خلل روی کربن فعال را با توزیع غیر متقارن نشان می‌دهد. شکل ۶ قسمت الف مربوط به نمونه S1 و شکل ۶ قسمت ب مربوط به نمونه S2 است. همانطور که از شکل مشخص می‌شود نمونه S2 که در مدت زمان طولانی تری به دمای نهایی رسیده است ساختار متخلخل تری دارد و حفرات آن بیشتر است.



شکل ۵: پوست بادام اولیه که کاملاً خشک شده و بصورت ذغالی درآمده است.