

## سنتز و مشخصه‌یابی کربن فعال شده از سبوس برنج

سیروس زمانی<sup>۱\*</sup>، پرمان مجیر شیبانی، مریم آزاده

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۹/۰۲/۲۷، ش ص: ۱۳۶-۱۲۵، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۹/۰۶/۱۰)

### چکیده

مقاله حاضر سبوس برنج را به عنوان پیش ماده‌ای ارزان قیمت برای سنتز کربن فعال شده مورد بررسی قرار می‌دهد. سبوس برنج به عنوان ضایعات کشت برنج به شمار می‌رود. این ماده که نظر ظاهری ساختاری توخالی و شبه لوله‌ای دارد، علاوه بر اکسیدهای قلیایی، حاوی ۱۶٪ سیلیسیوم و نیز ترکیبات کربنی است. وجود سیلیسیوم و کربن (در کنار سایر عناصر ارزشمند) سبب شده است که از بیش از ۳ دهه پیش، این ماده به عنوان یکی از منابع تهیه کاربید سیلیسیوم مورد استفاده قرار گیرد. در این راستا و با توجه به نیاز فن آوری انرژی‌های تجدید پذیر (به ویژه باتری‌های لیتیومی و پیل‌های سوختی) و نیز صنعت مواد جاذب، بهره‌گیری از سبوس برنج به عنوان ماده اولیه سنتز کربن فعال مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته است. در این مقاله، کربن طی یک فرآیند ساده و اقتصادی و از طریق پیرولیز سبوس برنج در دمای ۴۰۰ °C به مدت ۲ ساعت در اتمسفر هوا حاصل شد. سپس با استفاده از سدیم هیدروکسید، کربن به دست آمده فعال سازی و تا دمای ۸۰۰ °C درجه حرارت داده شد. مشخصه‌یابی کربن سنتز شده با روش‌های طیف‌سنجی رامان، اندازه‌گیری سطح ویژه، پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ عبوری روبشی صورت پذیرفت. نتایج نشان می‌دهد که در اثر به کارگیری این فرآیند، کربن فعال شده با مساحت سطح ویژه  $580 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  و حفرات در محدوده مزومتری (با اندازه متوسط ۱۰ نانومتر) از سبوس برنج به دست می‌آید.

واژه‌های کلیدی: کربن فعال شده، سبوس برنج، مزومتخلخل، سیلیس.

<sup>۱</sup> - دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

\*- نویسنده مسئول مقاله: c.zamani@ut.ac.ir

## پیشگفتار

(کربن فعال شده) و مشخصات جذبی آن برای کاربردهای مختلف. بسته به شرایط فیزیکی ماده‌ی مورد تصفیه (و به تبع آن، پارامترهای مربوط به شرایط انجام فرآیند)، نوع کربن فعال مورد استفاده تغییر می‌کند. اگر هدف تصفیه‌ی گاز باشد، بهتر است که تخلخل کربن فعال زیاد باشد تا افت فشار به حداقل برسد. اما اگر ماده‌ی مورد تصفیه مایع باشد، از ذرات با تخلخل کمتر استفاده می‌شود تا مقدار مسافت طی شده توسط مایع برای رسیدن به داخل کربن کمتر شود [۵].

کربن فعال شده دارای کاربردهای متعددی است. از جمله مصارف آن‌ها در مصارف ذخیره‌سازی انرژی (ابرخازن‌ها، باتری‌ها) [۶]، پیل‌های سوختی [۷]، ساخت حسگرها [۸]، حفاظت از محیط زیست با تنظیم کردن مقدار  $SO_x$  و  $NO_x$  منتشرشده از خودروها [۹]، تصفیه آب [۱۰]، تخریب آلاینده‌ها [۱۱] و بسیاری کاربردهای دیگر است. این مطالعات بر پتانسیل این ماده جهت استفاده به عنوان جاذب مناسب با نرخ جذب بالا، و هم چنین ظرفیت برای جذب آلاینده‌های مختلف (همراه با قیمت پایین) صحنه می‌گذارد. هم‌چنین استفاده از کربن فعال به عنوان کاتالیست در صنایع مختلف رو به گسترش است.

در این تحقیق به سنتز کربن فعال شده از خاکستر سبوس برنج و مشخصه‌یابی محصول نهایی پرداخته شده است. در مقایسه با سایر روش‌های به کار گرفته شده در سنتز کربن فعال، مهمترین ویژگی فرآیند مورد استفاده، سادگی و سازگار بودن آن با محیط زیست است. همچنین، با توجه به اینکه در سایر پژوهش‌های نویسندگان از سبوس برنج جهت سنتز آند سیلیکونی استفاده می‌شود، انتظار می‌رود محصول این پژوهش انطباق و سازگاری خوبی با زمینه سیلیکونی داشته باشد.

## پیشینه تحقیق

در میان نمک‌های قلیایی، پتاسیم هیدروکسید (KOH) بهترین فعال‌کننده کربن است چراکه با انجام واکنش بین پتاسیم هیدروکسید و کربن موجود در سبوس، گروه‌های  $OK^-$  به وجود خواهند آمد [۱۲].

کربن به عنوان یکی از عناصر اصلی تشکیل دهنده طبیعت، آرایه‌ای از شکل‌های ساختاری (آلوتروپی)، مانند الماس، گرافیت، گرافن، فولرین، نانوتیوب‌ها و کربن بی-شکل را دارا است. کربن بسیار متخلخل، به صورت عمده به عنوان نگهدارنده، فیلتر، داربست و ماتریس در بسیاری زمینه‌های مهم هم‌چون پزشکی، داروسازی، صنایع غذایی، جذب سطحی گاز، حذف روغن و چربی‌ها، تصفیه‌ی آب و حذف فلزات سنگین استفاده می‌شود [۱].

کربن‌های بسیار متخلخل به دو گروه عمده تقسیم می‌شوند: الف- مشتق شده از پیش‌ماده‌های کربنی که در طبیعت یافت می‌شوند، هم‌چون زغال، چوب، پوسته‌ی نارگیل و دیگر ضایعات کشاورزی مانند سبوس برنج، ب- کربن متخلخل مصنوعی (سنتز شده).

کربن فعال ماده‌ای است که به نوعی یک فرم خام از گرافیت محسوب می‌شود. تفاوت اصلی آن با گرافیت در ساختار نامنظم کربن فعال است که دارای ساختاری متخلخل است و تخلخل در انواع اندازه‌ها در آن دیده می‌شود [۲]. کربن فعال متشکل از لایه‌های آب‌گریز گرافن و گروه‌های فعال‌ساز سطحی آب‌دوست است که به آن خواص جذب سطحی و کاتالیستی می‌دهد [۳]. به کمک ساختار متخلخل این ماده می‌توان مایعات و گازها را از مواد شیمیایی اضافی پاک ساخت. موادی که توسط کربن فعال جذب می‌شوند، بیشتر مواد شیمیایی آلی مانند بنزن و تولوئن هستند. در واقع مهم‌ترین ویژگی که کربن فعال را از سایر مواد متمایز می‌سازد ویژگی جذب فیزیکی آن است که رتبه‌ی اول را در این زمینه به خود اختصاص داده است [۴]. شکل کربن فعال با اندازه تخلخل میکرونی به صورت یک ساختار نامنظم است و دارای صفحات و نوارهای آروماتیک است. فواصل میان این صفحات و نوارها اصطلاحاً "تخلخل میکرونی" نامیده می‌شود.

روش‌های گوناگونی در ساخت و تولید کربن‌های فعال شده وجود دارد. انتخاب هر یک از این روش‌ها به ۳ پارامتر اساسی بستگی دارد. این پارامترها عبارتند از: نوع ماده اولیه، مشخصات فیزیکی مورد نظر برای محصول

اجزای اصلی سبوس برنج را ترکیبات هیدروکربنی (سلولز، لیگنین و همی سلولز) و سیلیکا تشکیل می دهند و این ماده به عنوان یک منبع غنی از سیلیکا آمورف با تخلخل بالا به شمار می رود. [۵، ۱۵-۱۶]. داده های آنالیز حرارتی سبوس برنج توسط سایر پژوهشگران نشان می دهد که این ماده در دمای حدود ۱۵۰ درجه سانتی گراد آب خود را از دست می دهد و سپس با ادامه گرمادهی، تا دمای حدود ۳۷۵ درجه سانتی گراد مواد آلی آن حذف می شوند. فرآیند کربنیزاسیون نیز در ادامه اتفاق می افتد که تا دمایی حدود ۸۰۰ درجه سانتی گراد ادامه خواهد داشت [۱۷]. با سوزاندن سبوس در دمایی بین ۳۵۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی گراد، سبوس برنج تبدیل به خاکستر سبوس برنج می شود که از نظر ظاهری، دارای رنگی سیاه خواهد بود. رنگ سیاه خاکستر سبوس برنج مربوط به کربن سوخته نشده در ساختار است و کربن به علت ذوب سطحی سیلیکا در کنار وجود ترکیبات قلیایی مانند پتاسیم در ساختار حبس می شود. در صورتی که سبوس به طور یکنواخت تحت شرایط دمایی بالاتر از آنچه پیش از این ذکر شد قرار داده شود، پودر حاصله به رنگ سفید در می آید. این تغییر رنگ به خاطر سوختن و خارج شدن کربن از ساختار است [۱۸]. محصول به دست آمده پتانسیل آن را دارد که به عنوان منبعی برای استحصال سیلیکا و سیلیسیوم [۱۹] استفاده شود. اما اگر خاکستر سبوس را با ماده ای مثل پتاسیم هیدروکسید ترکیب کنیم و تا دماهایی بین ۸۰۰ تا حدود ۹۵۰ درجه سانتی گراد حرارت دهیم، کربن فعال شده بدست می آید [۲۰، ۲۱].

لوا و همکاران [۲۲] اثر دمای فعال سازی به وسیله پتاسیم هیدروکسید را بر خواص شیمیایی و بافتی کربن فعال شده از پوسته ی پسته را بررسی کردند. در این مطالعه مشخص شد دمای بالای فعال سازی منجر به تخریب ساختارهای کربنی و عریض شدن حفره ها و تغییر اندازه آنها از مزو به ماکرو می شود. پنگ و همکاران [۲۳] کربن فعال شده را به منظور استفاده در باتری لیتیوم یونی از سبوس برنج استخراج کردند. کربن فعال به دست آمده در پژوهش محققان مذکور، دارای ساختار نانومتخلخل و درجه کم گرافیت شدن و با ظرفیت ویژه ی باتری عالی در چرخه اول است.

ایجاد پیوند بین سه عنصر کربن، اکسیژن و پتاسیم، بیانگر آن است که پتاسیم قادر است که باندهای کربن را شکسته و با آن ها باند تشکیل دهد (فرآیند فعال شدن). در صورتی که ماده ی به دست آمده به خوبی شسته (لیچ) شود، پتاسیم از ساختار حذف خواهد شد، اما ساختار به ساختار اولیه بر نخواهد گشت. در نتیجه ساختاری متخلخل خواهیم داشت که همان کربن فعال خواهد بود. در مرحله ی حذف پتاسیم از ماده، گروه های  $OK^-$  توسط تبادل یونی جای خود را به گروه های سطحی  $OH^-$  خواهند داد. در نتیجه تعداد زیادی گروه  $OH^-$  خواهیم داشت که به سطح ماده خاصیت آب دوستی خواهد داد. در طی واکنش های انجام شده در فرآیند، بخار آب باعث حذف مقداری از کربن آمورف ماده می شود که خود باعث ایجاد تخلخل در سیستم می شود. همچنین در واکنش پتاسیم اکسید و پتاسیم کربنات با کربن، باز هم کربن مصرف می شود که باعث ایجاد تخلخل می شود. عاملی دیگر در ایجاد تخلخل واکنش پتاسیم اکسید با سیلیسیوم دی اکسید است، که حذف سیلیسیوم در اینجا تخلخل را ایجاد می کند [۱، ۴].

از دیدگاه تئوری، هر پیش ماده ی حاوی درصد بالای کربن می تواند برای تولید کربن فعال شده انتخاب شود. اما ماده تشکیل شده ی جامد حاصل از عملیات پیرولیز باید چگالی بالا و همچنین دارای گازهای فرار کافی باشد، چرا که آزادسازی گازهای فرار در مرحله پیرولیز باعث ایجاد منافذ در کربن می شود. دانسیته بالا باعث می شود کربن از استحکام قوی و ساختار محکمی برخوردار گردد.

در میان کاندیداهای موجود برای تولید کربن فعال، سبوس برنج به دلیل داشتن بیشتر از ۳۷٪ وزنی کربن، یک کاندیدای مناسب برای تولید محصولات کربنی از جمله کربن فعال است [۱۳، ۱۴]. سبوس برنج عملاً یک پسماند کشاورزی است که عموماً در کشورهای تولیدکننده ی برنج و در تناژ بالا یافت می شود. تولید جهانی این ماده حدود ۶۸۵ میلیون تن است و سوختن آن در مزارع باز مستلزم صرف انرژی بوده، با از دست رفتن مقدار قابل توجهی انرژی و مهم تر از آن، ایجاد مشکلات محیط زیستی در مقیاس وسیع همراه است.

قرمز درمی‌آید. ماده به‌دست آمده به مدت ۲۴ ساعت با آب مقطر شسته خشک شد تا pH آن به کمتر از ۱۰ برسد.

در مرحله بعدی سبوس در بوته و داخل یک کوره مافل گذاشته شد و تا دمای  $400^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۱ ساعت حرارت دید. این کار باعث می‌شود که سبوس به خاکستر سبوس تبدیل شود و به رنگ سیاه در آید. بعد از انجام این مرحله سبوس یکبار دیگر با سدیم هیدروکسید (به مقدار ۳۰۰ میلی لیتر) و به مدت ۲۰ دقیقه شسته شد تا اثری از سیلیسیم بر جای نماند.

پس از آن، ماده جامد به صورت مکرر با آب مقطر شسته شد تا آثار باقی مانده سدیم هیدروکسید کم شود و ماده به pH خنثی (برابر با ۷) برسد. بعد از آن ماده جامد باقی‌مانده با صافی فیلتر شده و سپس به مدت ۲۴ ساعت خشک شد.

آلوارز و همکاران کربن‌فعال‌شده ای با مساحت سطح ویژه ۱۳۹۵ را با استفاده از دمش دی‌اکسید کربن بر خاکستر سبوس برنج در دمای ۸۰۰ به مدت ۱۵ دقیقه به‌دست آوردند [۲۴] که بیشترین گزارش شده برای کربن فعال‌شده از سبوس برنج تاکنون است.

## مواد و روش‌ها

شکل ۱ دیاگرام مراحل سنتز کربن فعال در پژوهش جاری) را نشان می‌دهد.

سبوس برنج از شالیزارهای بابل (با موقعیت جغرافیایی  $36^{\circ} 32' 39''$  شمالی و  $44^{\circ} 40' 52''$  شرقی) تهیه شد. ابتدا ۲۵ گرم سبوس برنج با اسید هیدروکلریدریک ۱ مولار (HCl) شسته شد تا ناخالصی‌های فلزی آن حذف شود. اسید هیدروکلریدریک به‌راحتی ناخالصی‌های فلزی در سطح سبوس را حذف می‌کند. سپس به مدت ۲۴ ساعت با آب مقطر شسته و فیلتر شد و به مدت ۲۴ ساعت خشک شد تا اسید باقی‌مانده بر روی سبوس پاک شود.

بعد از آن سبوس با ۵۰۰ میلی لیتر سدیم هیدروکسید ۱ مولار (NaOH) شسته می‌شود تا میزان سیلیسیوم سبوس به مقدار زیادی کاهش یابد. در این مرحله سبوس از نظر ظاهری به رنگ قهوه‌ای مایل به



شکل ۱- دیاگرام مراحل سنتز کربن فعال

گاززدایی در دمای ۱۸۰ تا ۱۹۰ درجه سانتی گراد و به مدت ۱۰ تا ۱۵ دقیقه در خلاء حرارت داده می‌شوند تا بخار آب و دی‌اکسیدکربن حذف گردد. روش بارت-جویر-هالدا (BJH) برای محاسبه‌ی توزیع اندازه‌ی حفره‌ها و قطر حفره‌ها به کار گرفته شد.

### نتایج و بحث

آنالیز نمونه سبوس برنج در جدول ۱ نشان داده شده است. چنانکه دیده می‌شود، میزان افت حرارتی (LOI) معادل ۸۲/۷۰ درصد و مقدار سیلیس موجود در نمونه ۱۵/۷۸ درصد است. مجموع میزان سایر ترکیبات نیز کمتر از ۱ درصد می‌باشد.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه در شکل ۲ نشان داده شده است. سه پیک ۲θ در حدود ۲۵°، ۴۵° و ۸۰° به وضوح مشاهده شد، که پیک‌های اصلی هستند. برای مشخص کردن فازها باید به این نکات توجه داشت: (۱) شستشو با اسید هیدروکلریدریک باعث جداسازی مواد فلزی با مقدار ناچیز از نمونه می‌گردد (۲) انتظار می‌رود که شستشو با سدیم هیدروکسید باعث جداسازی سیلیسیوم به شکل SiO<sub>2</sub> از نمونه شود؛ (۳) پتاسیم هیدروکسید اضافه شده، در مرحله‌ی شستشوی نهایی، ممکن است باقی بماند؛ (۴) ساختار کربن فعال به گرافیت بسیار شبیه است، بنابراین الگویی مشابه گرافیت خواهد داشت. بنابر نکات ذکرشده، مهم‌ترین اجزا و عناصری که باید بررسی شوند کربن، گرافیت، سیلیسیوم و پتاسیم هستند.

به منظور فعال کردن کربن در ماده جامد باقی‌مانده، باید آن را به یک ماده فعال‌کننده آغشته کرد. در این پژوهش از پتاسیم هیدروکسید (KOH) که طبق تحقیقات انجام گرفته به عنوان بهترین فعال‌کننده شناخته شده است [۴]، استفاده شد. ماده مرحله قبل (حدود ۳ گرم) را به مدت ۳۰ دقیقه در محلول پتاسیم هیدروکسید ۱ مولار شستشو داده شد.

بعد از خشک کردن ماده‌ی فعال‌شده، مجدداً محصول در بوته با درپوش مناسب قرار گرفت و به مدت ۱ ساعت در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد در کوره مافلی گذاشته شد تا کربن فعال حاصل شود.

در آخرین مرحله کربن فعال‌شده حاصله با آب مقطر چندین بار به منظور تخلیص و رسیدن به pH خنثی شست و شو شد.

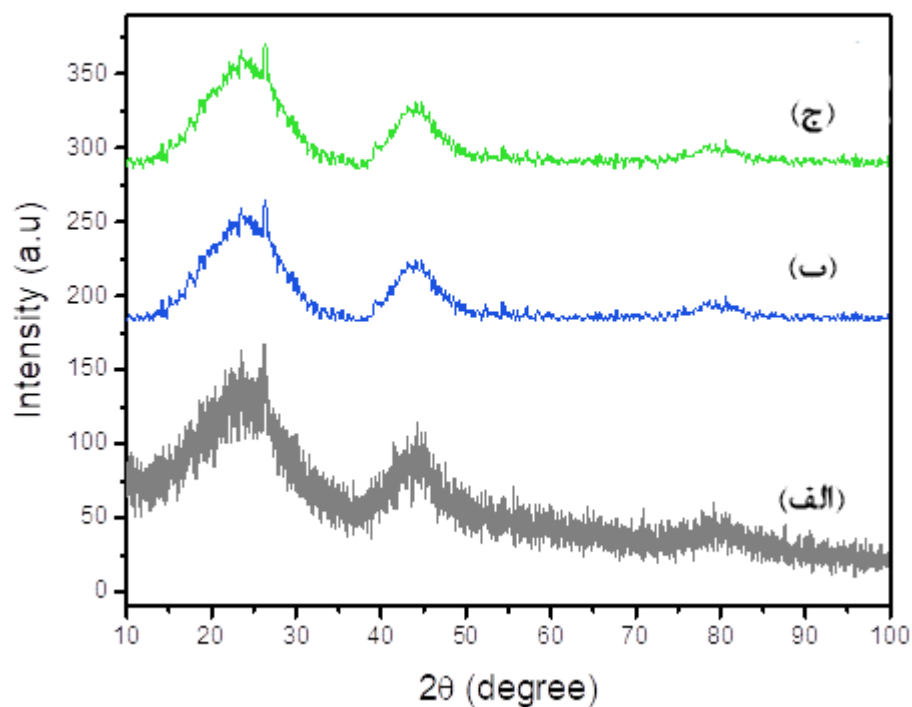
### آنالیزها

به منظور شناسایی ترکیب سبوس برنج، از آنالیز فلئورسانس پرتو ایکس (XRF) توسط دستگاه PERFORM X استفاده شد. آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) ماده سنتز شده توسط دستگاه Rigaku Ultima IV diffractometer در شرایط پودری و با مشخصات تشعشع Cu-Kα (λ=1.5405 Å) انجام گرفت. آنالیز رامان نیز توسط یک دستگاه رامان SENTERRA ساخت BRUKER آلمان و با مشخصات وضوح cm<sup>-1</sup> ۳-۵، بازه‌ی طیفی cm<sup>-1</sup> ۴۴۵-۱۸۰۵، قدرت لیزر ۱ mW، زمان قرارگیری ۱۰ s و اندازه روزنه ۵۰X μm انجام گرفته است. برای دقت بیشتر، آزمایش رامان سه بار تکرار شد.

به منظور بررسی اندازه ذرات و مورفولوژی پودرهای سنتز شده، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی توسط دستگاه CAMSCAN MV2300 با ولتاژ ۲۰ kV ضبط شد. برای اندازه‌گیری میزان سطح ویژه، حجم و توزیع حفرات (تخلخل)، با روش چند نقطه‌ای برونار-ایمت-تلا (BET)، از دستگاه BELSORP mini II استفاده شد. قبل از انجام آزمایش نمونه‌ها به منظور

جدول ۱- ترکیب شیمیایی سبوس برنج (تعیین شده توسط XRF)

LOI	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	ترکیب (%)
۸۲/۷۰	۰/۱۷۱	۰/۰۱۷	۰/۵۰۷	۰/۰۷۹	۰/۰۳۲	۰/۱۷۱	۰/۰۲۲	۱۵/۷۸	



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس کربن فعال به دست آمده (الف) الگوی خام، (ب) پس از حذف پس زمینه (ج) پس از حذف پس زمینه و هموار سازی

بررسی نوع کربن و آرایش اتمی آن با طیف رامان امکان پذیر خواهد بود.

با توجه به شکل (۲-الف)، در  $2\theta$  برابر با ۲۴ درجه، پیکی مشاهده می‌شود که می‌تواند مربوط به ترکیبات پتاسیم یا سایر ناخالصی‌ها باشد. تعیین ماهیت دقیق این فاز نیازمند آنالیزهای حساس تر مانند ICP است (در این مقاله ارایه نشده است).

برای آنالیز کامل نتایج، ابتدا پس‌زمینه حذف شد. شکل (۲-الف) نمودار حاصل از حذف پس زمینه را نشان می‌دهد. سپس برای وضوح بیشتر و از بین بردن نویزها، داده‌ها هموار شد. شکل (۲-ب) نمودار حاصل از هموار شدن<sup>۲</sup> داده‌ها را نمایان می‌سازد. طبق شکل (۲-الف) کربن دارای بیشترین تطابق با الگوی به دست آمده از آنالیز پراش پرتو ایکس است. گرافیت نیز با نمونه مورد نظر مطابقت دارد. لازم به ذکر است که تشخیص و

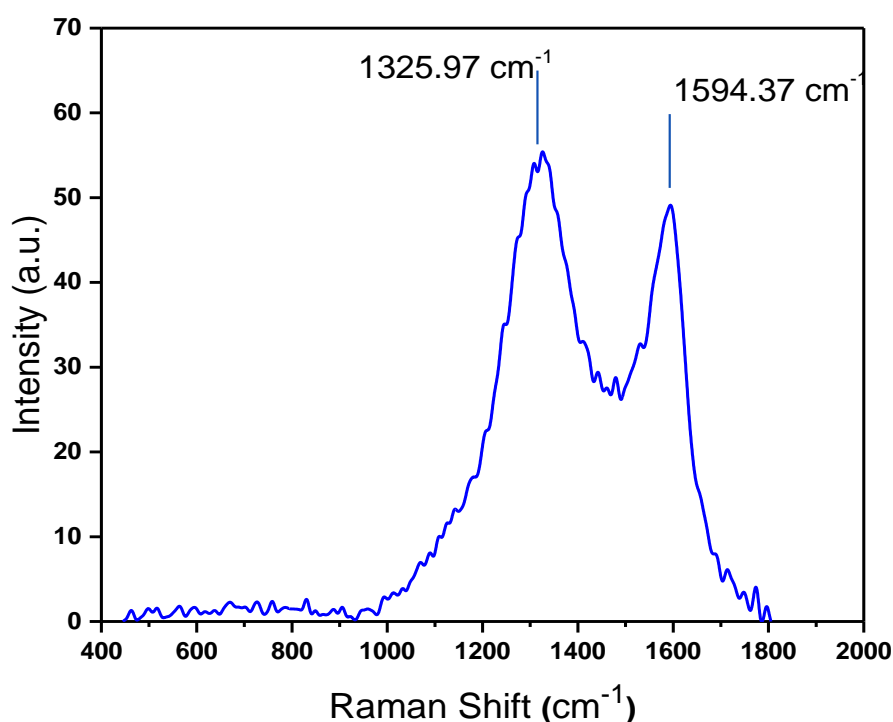
<sup>2</sup>- Smoothing

میانگین سه طیف رامان گرفته شده از نمونه را نشان می‌دهد.

پژوهشگران پیشین، اختلاف ناچیزی دارد [۶، ۱۷]. باند بدست آمده در حدود  $1326 \text{ cm}^{-1}$  (باند D) مربوط به کربن‌های بی‌نظم موجود در ساختار کربن فعال است که نشان‌دهنده‌ی مناطق نقص موجود در نمونه است. قله ظاهر شده در  $1594 \text{ cm}^{-1}$  (باند G) بیانگر باندهای کششی C=C (کشش پیوند دوگانه کربن-کربن) موجود در کربن فعال است. نسبت  $I_D/I_G$  برابر ۱/۱۲ می‌باشد. با استفاده از نسبت شدت پیک  $I_D/I_G$  می‌توان از اسپکتروسکوپی رامان برای مشخصه‌یابی میزان بی‌نظمی کربن حاصله استفاده کرد. هرچه این نسبت بیشتر باشد، نشان‌دهنده‌ی درجه‌ی بی‌نظمی بیشتر، گوشه‌ها و نواقص بیشتر است که برای بهبود ظرفیت برگشتی آند مطلوب است [۲۵ - ۲۷].

با استفاده از طیف‌سنجی رامان می‌توان تعیین کرد که ماده به‌دست آمده، کربن فعال شده است. شکل ۳ در نتایج این آزمایش دو قله قابل تشخیص است که عبارتند از: قله G و قله D که به ترتیب معرف نقص‌های شبکه‌ای باندهای  $sp^2$  و ساختار شبکه‌ای باندهای  $sp^3$  است. در طیف رامان اکسیدگرافن وجود دو قله D و G به ترتیب در محدوده‌های  $1580-1600 \text{ cm}^{-1}$  و  $1336-1350 \text{ cm}^{-1}$  معمول و مورد انتظار است. هم‌چنین هرچه پهنای پیک مربوط به D باند بیش‌تر باشد، میزان نقص‌های موجود در ساختار شبکه بیش‌تر می‌باشد. طبق پژوهش‌های پیشین مشخص شده است که نسبت D/G برای گرافیت حدود ۰/۸۴ است [۱]. این نسبت در این پژوهش به مقدار ۰/۸۳ به دست آمده که اختلاف ناچیزی با پژوهش‌های پیشین دارد.

قله‌های اندازه‌گیری شده در عدد موجی حدود  $1326 \text{ cm}^{-1}$  و نیز  $1594 \text{ cm}^{-1}$  می‌باشند. این نتایج با پیک‌های کربن فعال گرفته طبق آزمایش‌های انجام شده توسط



شکل ۳- طیف رامان نمونه کربن فعال

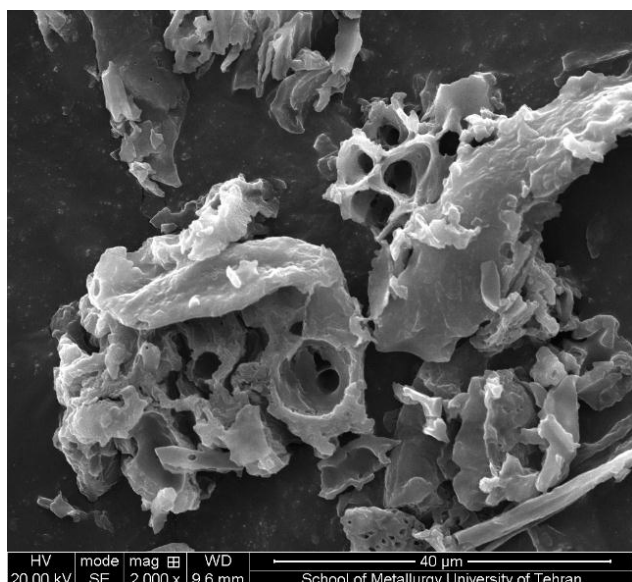
نمونه اندازه‌گیری شد. کربن بی‌نظم به‌دست آمده از سبوس برنج توسط لی با مساحت سطح ویژه  $m^2.g^{-1}$  ۳۵۱/۸۱ در باتری لیتیوم باتری استفاده شده است [۶]. از این رو، به نظر می‌رسد که کربن سنتز شده در پژوهش جاری نیز پتانسیل استفاده در باتری های لیتیومی پر ظرفیت را داشته باشد اگرچه تایید این ویژگی، نیازمند انجام آزمایش های الکتروشیمیایی تکمیلی می باشد.

### نتیجه گیری

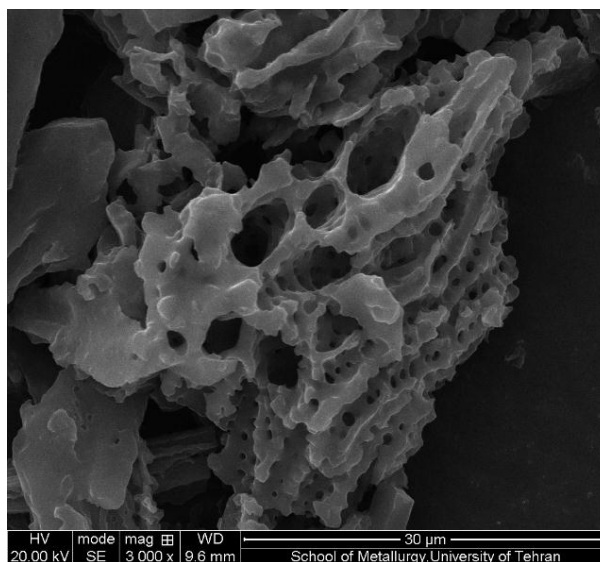
در این پژوهش با روش شیمیایی حرارتی از سبوس برنج کربن فعال استخراج شد. با توجه به آنالیز های انجام شده، مشاهده شد که کربن نمونه به صورت فعال در آمده و محصول به‌دست آمده دارای تخلخل منظم و دارای توزیع اندازه در محدوده مواد مزومتخلخل است. با استفاده از تصاویر میکروسکوپی و مساحت سطح ویژه نیز ریزساختار ماده و اندازه و توزیع تخلخل های آن بررسی شد. مشخصات ساختاری محصول نشان دهنده پتانسیل این ماده جهت استفاده در آند باتری لیتیومی یا سایر مصارف می باشد.

در شکل ۴، تصویر HRSEM نمونه در بزرگنمایی های مختلف آورده شده است. تخلخل زیاد مشخصه‌ی فعال شدن کربن است. با اندازه‌گیری این تخلخل ها در بزرگنمایی ۵۰۰۰ برابر (شکل ۵-الف) و ۱۰۰۰۰ برابر (شکل ۵-ب)، اندازه‌های تخلخل های باز با اندازه‌ی در محدوده‌ی نانومتری در ماده قابل شناسایی است. همانطور که در شکل ۵-ج، مشخص شده است، توزیع اندازه این حفرات با متوسط  $656 \text{ nm}$  قابل مشاهده است.

بررسی رفتار جذب-واجذب در شکل ۶ نشان می دهد که نمودار ایزوترم نمونه کربنی رفتاری از نوع ۴ (Type IV) دارد. این رفتار تایید کننده تشکیل ساختار مزو متخلخل همراه با توزیع اندازه در محدوده نانومتری می باشد. با آنالیز داده های این نمودار، سطح ویژه‌ی BET نمونه معادل  $580 \text{ m}^2.g^{-1}$  به دست آمد. طبیعت متخلخل پودر کربن فعال شده توسط نمودارهای اندازه-گیری سطح ویژه‌ی BET از ایزوترم های جذب-واجذب به دست آمده از روش BJH در شکل ۷ نشان داده شده است. توزیع اندازه حفره ها تا ۱۰ نانومتر نیز برای این



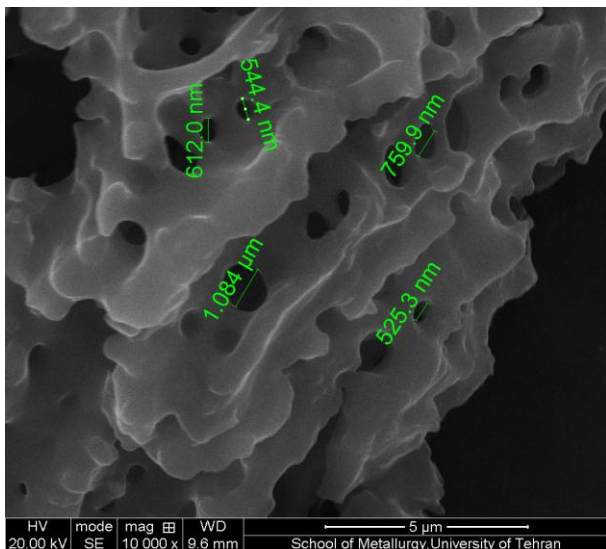
(ب)



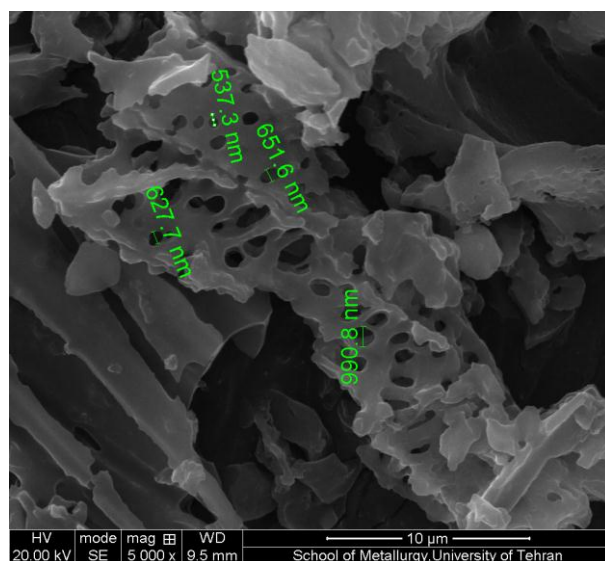
(الف)

شکل ۴- تصاویر میکروسکپ الکترونی کربن فعال در بزرگنمایی های مختلف

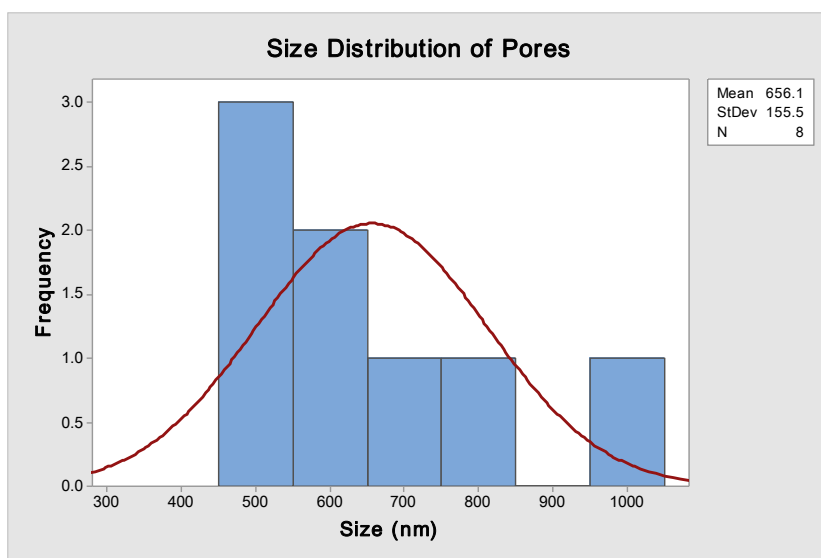




(ب)

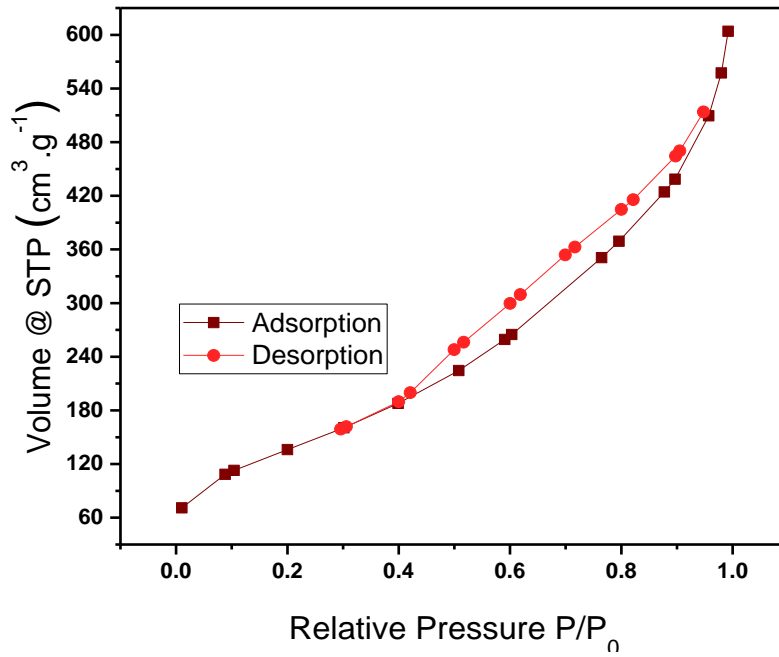


(الف)

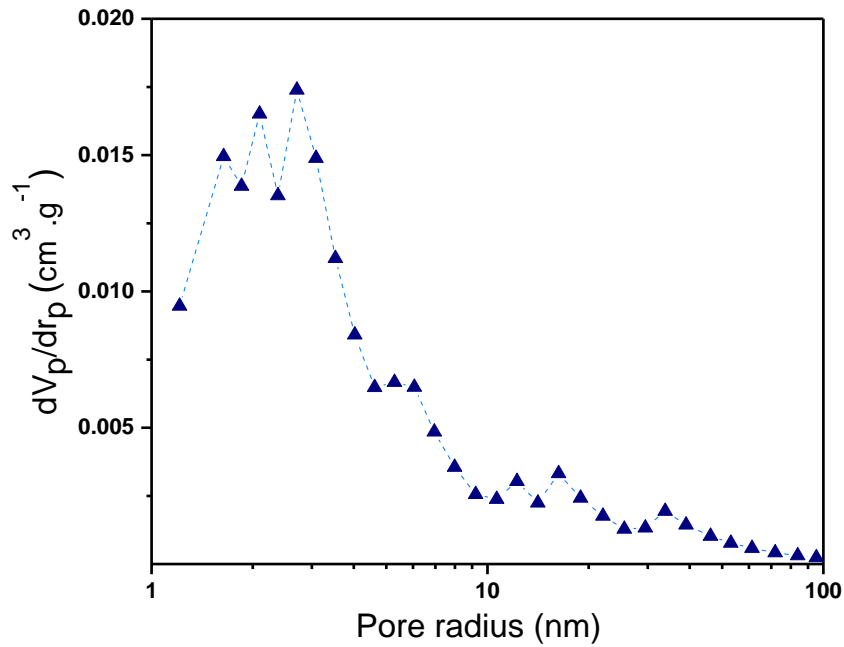


(ج)

شکل ۵- تصویر میکروسکپ الکترونی از حفره‌ها در بزرگنمایی‌های مختلف و توزیع اندازه آن‌ها



شکل ۶- ایزوترم جذب و واجذب کربن فعال شده نشان دهنده وجود ساختار مزومتخلخل



شکل ۷- توزیع اندازه حفره‌های کربن فعال شده بر اساس روش BJH

**References:**

- [1] E. Y. L. Teo, L. Muniandy, E.-P. Ng, F. Adam, A. R. Mohamed, R. Jose, et al., "High surface area activated carbon from rice husk as a high performance supercapacitor electrode," *Electrochimica Acta*, vol. 192, pp. 110-119, 2016.
- [2] E. Frackowiak and F. Beguin, "Carbon materials for the electrochemical storage of energy in capacitors," *Carbon*, vol. 39, pp. 937-950, 2001.
- [3] S. Bashkova, F. S. Baker, X. Wu, T. R. Armstrong, and V. Schwartz, "Activated carbon catalyst for selective oxidation of hydrogen sulphide: on the influence of pore structure, surface characteristics, and catalytically-active nitrogen," *Carbon*, vol. 45, pp. 1354-1363, 2007.
- [4] B. Viswanathan, P. I. Neel, and T. Varadarajan, "Methods of activation and specific applications of carbon materials," India, Chennai, 2009.
- [5] N. Soltani, A. Bahrami, M. Pech-Canul, and L. González, "Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials," *Chemical engineering journal*, vol. 264, pp. 899-935, 2015.
- [6] Y. Li, F. Wang, J. Liang, X. Hu, and K. Yu, "Preparation of disordered carbon from rice husks for lithium-ion batteries," *New Journal of Chemistry*, vol. 40, pp. 325-329, 2016.
- [7] F. Zhang, S. Cheng, D. Pant, G. Van Bogaert, and B. E. Logan, "Power generation using an activated carbon and metal mesh cathode in a microbial fuel cell," *Electrochemistry Communications*, vol. 11, pp. 2177-2179, 2009.
- [8] N. A. Travlou, M. Seredych, E. Rodríguez-Castellón, and T. J. Bandoz, "Activated carbon-based gas sensors: effects of surface features on the sensing mechanism," *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 3, pp. 3821-3831, 2015.
- [9] I. Mochida, Y. Korai, M. Shirahama, S. Kawano, T. Hada, Y. Seo, et al., "Removal of SO<sub>x</sub> and NO<sub>x</sub> over activated carbon fibers," *Carbon*, vol. 38, pp. 227-239, 2000.
- [10] A. Bhatnagar, W. Hogland, M. Marques, and M. Sillanpää, "An overview of the modification methods of activated carbon for its water treatment applications," *Chemical Engineering Journal*, vol. 219, pp. 499-511, 2013.
- [۱۱] آمنه اسحاقی، سام حائری پور، "تخریب فتوکاتالیستی رنگ راکتیو قرمز ۱۹۸ توسط نانوکامپوزیت دی اکسید تیتانیوم - کربن فعال"، فصلنامه علمی-پژوهشی مواد نوین، دوره ۷، شماره ۲۶، زمستان ۱۳۹۵، صفحه ۳۵-۴۸.
- [12] J. Wang and S. Kaskel, "KOH Activation of Carbon-based materials for energy storage", *Journal of materials chemistry*, vol. 22, 23710, 2012.
- [13] A. Salanti, L. Zoia, M. Orlandi, F. Zanini, and G. Elegir, "Structural characterization and antioxidant activity evaluation of lignins from rice husk," *Journal of agricultural and food chemistry*, vol. 58, pp. 10049-10055, 2010.
- [14] T. H. Liou, P. Y. Wang, "Utilization of rice husk wastes in synthesis of graphene oxide-based carbonaceous nanocomposites", *Waste Management*, vol. 108, pp. 51-61, 2020.
- [15] G. Athira, A. Bahurudin, S. Appari, "Sustainable alternatives to carbon-intensive paddy ", *Journal of cleaner production*, vol. 236, 117598, 2019.
- [16] M. Azadeh, C. Zamani, A. Ataie, J. R. Morante, and N. Setoudeh, "Role of the

milling parameters on the mechano-chemically synthesized mesoporous nanosilicon properties for Li-ion batteries anode", *Journal of physics and chemistry of solids*, vol. 139, 109318, 2020.

[17]T. H. Liou, "Evolution of chemistry and Morphology during carbonization and combustion of rice husk", *Carbon*, vol. 42, pp. 785-794, 2004.

[18]M. Azadeh, C. Zamani, and A. Ataie, "Synthesis of Si/MgO/Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> Composite from Rice Husk-Originated Nano-Silica," *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, vol. 49, pp. 92-96, 2016.

[19]M. Azadeh, C. Zamani, A. Ataie, and J. Morante, "Three-dimensional Rice husk-Originated Mesoporous Silicon and its Electrical Properties," *Materials Today Communications*, vol. 14, pp. 141-150, 2018.

[20]D. Kalderis, S. Bethanis, P. Paraskeva, and E. Diamadopoulos, "Production of activated carbon from bagasse and rice husk by a single-stage chemical activation method at low retention times," *Bioresource technology*, vol. 99, pp. 6809-6816, 2008.

[21]Y. Liu, Y. Guo, Y. Zhu, D. An, W. Gao, Z. Wang, et al., "A sustainable route for the preparation of activated carbon and silica from rice husk ash," *Journal of hazardous materials*, vol. 186, pp. 1314-1319, 2011.

[22]A. C. Lua and T. Yang, "Effect of activation temperature on the textural and chemical properties of potassium

hydroxide activated carbon prepared from pistachio-nut shell," *Journal of colloid and interface science*, vol. 274, pp. 594-601, 2004.

[23]X. Peng, J. Fu, C. Zhang, J. Tao, L. Sun, and P. K. Chu, "Rice Husk-Derived Activated Carbon for Li Ion Battery Anode," *Nanoscience and Nanotechnology Letters*, vol. 6, pp. 68-71, 2014.

[24]J. Alvarez, G. Lopez, M. Amutio, J. Bilbao, and M. Olazar, "Upgrading the rice husk char obtained by flash pyrolysis for the production of amorphous silica and high quality activated carbon," *Bioresource technology*, vol. 170, pp. 132-137, 2014.

[25]L. Chen, Y. Zhang, C. Lin, W. Yang, Y. Meng, Y. Guo, et al., "Hierarchically porous nitrogen-rich carbon derived from wheat straw as an ultra-high-rate anode for lithium ion batteries," *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 2, pp. 9684-9690, 2014.

[26]S.-W. Han, D.-W. Jung, J.-H. Jeong, and E.-S. Oh, "Effect of pyrolysis temperature on carbon obtained from green tea biomass for superior lithium ion battery anodes," *Chemical Engineering Journal*, vol. 254, pp. 597-604, 2014.

[27]S.-X. Wang, L. Yang, L. P. Stubbs, X. Li, and C. He, "Lignin-derived fused electrospun carbon fibrous mats as high performance anode materials for lithium ion batteries," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 5, pp. 12275-12282, 2013.