



Production and Effect of Phosphoric Acid (H_3PO_4) on the Properties of Activated Carbon Obtained from Fig Wood

M. Khaze¹, M. Fazeli^{2*}, M. Ghaedi³, A. S. Javanmard⁴, H. Sharififard⁵

1- M. Sc. in Civil Engineering, Yasouj University

2- Assistant Professor of Civil Engineering, Yasouj University

3- Professor of Chemistry, Yasouj University

4- Assistant Professor of Biology, Yasouj University

5- Assistant Professor of Chemical Engineering, Yasouj University

Email: fazeli@yu.ac.ir

Abstract

Production of activated carbon by using agricultural wastage can greatly reduce production costs due to its cheapness and availability. In this study, activated carbon was produced using fig wood. Activation was performed using phosphoric acid with a ratio of 1:5 at 450°C. Activated carbon properties were obtained by using percentage yield and ash analysis, FTIR analysis, BET analysis, and SEM analysis. The percentages of yield and ash, the specific area and the total pore volume were 57.17%, 2.3%, 1004 (m^2/g) and 0.844 (cm^3/g) respectively. Based on adsorption-desorption analysis, the activated carbon was classified as two types I and II, with a combination of micropores and mesopores. The functional groups of activated carbon, including carboxylic acid, phenolic groups, etc., were found. The results of SEM analysis showed a microporous structure with frequent micropores.

Received: 7 May 2022

Accepted: 29 December 2022

Page Number: 9-19

Keywords:

Activated Carbon,
Agricultural Waste,
Fig Wood,
FTIR Analysis,
BET Analysis,
SEM Analysis

Please Cite this Article Using:

Khaze, M., Fazeli, M., Ghaedi, M., Javanmard, A. S., & Sharififard, H. (2024). Production and Effect of Phosphoric Acid (H_3PO_4) on the Properties of Activated Carbon Obtained from Fig Wood. *Iranian Chemical Engineering Journal*, 22(131), 9-19, [In Persian].



تولید و تأثیر اسیدفسفریک (H₃PO₄) بر ویژگی‌های کربن فعال حاصل از چوب درخت انجیر

مصطفی خاضع^۱، مهدی فاضلی^{۱*}، مهر اورنگ فائیدی^۳، اطهرالسادات جوانمرد^۴، حکیمه شریفی فرد^۵

۱- کارشناس ارشد مهندسی عمران، دانشگاه یاسوج

۲- استادیار مهندسی عمران، دانشگاه یاسوج

۳- استاد شیمی، دانشگاه یاسوج

۴- استادیار زیست‌شناسی، دانشگاه یاسوج

۵- استادیار مهندسی شیمی، دانشگاه یاسوج

پیام نگار: fazeli@yu.ac.ir

چکیده

تولید کربن فعال با استفاده از ضایعات کشاورزی به دلیل ارزان و در دسترس بودن می‌تواند از هزینه‌های تولید بکاهد. در این پژوهش، کربن فعال از چوب درخت انجیر تولید شد. فعال‌سازی با استفاده از اسیدفسفریک با نسبت ۱:۵ در دمای ۴۵۰ درجه سلسیوس انجام پذیرفت. خواص و ویژگی‌های کربن فعال با استفاده از آنالیز درصد بازده و خاکستر، آنالیز FTIR، آنالیز BET و آنالیز SEM به دست آمد. درصد‌های بازده و خاکستر، سطح ویژه و حجم منافذ کل به ترتیب ۵۷/۱۷ و ۲/۳ درصد، ۱۰۰۴ (m²/g) و ۰/۸۴۴ (cm³/g) به دست آمد. براساس آنالیز جذب و واجذب، کربن فعال به دو نوع I و II با ترکیبی از میکرو حفره و مزو حفره طبقه‌بندی شد. گروه‌های عاملی کربن فعال از جمله گروه‌های کربوکسیلیک اسید، فنولی و غیره مشاهده شد؛ نتایج آنالیز SEM نشان‌دهنده ساختار میکرو حفره با ریزحفرات فراوان بوده است.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۲/۱۷

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۱۰/۰۸

شماره صفحات: ۹ تا ۱۹

کلیدواژه‌ها:

کربن فعال،

ضایعات محصولات کشاورزی،

چوب درخت انجیر،

آنالیز FTIR،

آنالیز BET،

آنالیز SEM

* یاسوج، دانشگاه یاسوج، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی عمران

استناد به مقاله:

خاضع، مصطفی، فاضلی، مهدی، فائیدی، مهر اورنگ، جوانمرد، اطهرالسادات، و شریفی فرد، حکیمه. (۱۴۰۲). تولید و تأثیر اسیدفسفریک (H₃PO₄) بر ویژگی‌های کربن فعال حاصل از چوب درخت انجیر، نشریه مهندسی شیمی ایران، ۲۲(۱۳۱): ۹-۱۹.

فناوری نانو توانایی کنترل انواع چالش‌های زیست‌محیطی را با کنترل اندازه و شکل مواد در مقیاس نانو دارد. نانومواد کربنی به دلیل ماهیت غیرسمی، سطح زیاد، تجزیه‌پذیری آسان‌تر و به‌ویژه بهبود کیفیت محیط زیست، بی‌نظیر هستند. نانومواد کربن به دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی برتر می‌تواند برای پالایش پیشرفته آب آلوده به فلزهای سنگین استفاده شود. نانومواد بر پایه کربن از قبیل فولرن‌ها، گرافن، اکسید گرافن و کربن فعال به دلیل دارا بودن ویژگی‌های مختلف از جمله سطح ویژه بزرگ، اندازه در مقیاس نانو و در دسترس بودن ظرفیت بالایی برای حذف یون‌های فلزهای سنگین از آب دارد و اصلاح آن‌ها از نظر شیمیایی آسان‌تر است [۱]. کربن فعال به دلیل ساختار بسیار متخلخل توسعه یافته، پایداری و حضور گروه‌های عاملی مختلف همچون هیدروکسی، آمید و غیره توانایی استخراج و به‌دام‌اندازی یون‌های فلزهای زیادی را دارد [۲]. خواص مفید کربن فعال از زمان‌های قدیم شناخته شده است. امروزه کربن‌های فعال در طیف وسیعی از کاربردها مانند رنگ‌زدایی، آلودگی‌زدایی، ماسک‌های تنفسی برای محافظت در برابر گازهای سمی، به‌عنوان خشک‌کننده و یا عوامل دارویی در سم‌زدایی، بسیار مفید هستند [۳]. ویژگی‌های مفید کربن فعال در بسیاری از کاربردهای پالایش در فرایندهای صنعتی و شهری مورد توجه است. پالایش پساب، فرایندهای تمیز کردن گاز، حذف فلز از جریان‌های زباله و استفاده به‌عنوان کاتالیزور، کاربردهای اصلی کربن فعال است [۴]. با این حال، هزینه بالای کربن فعال کاربردهای آن را در بسیاری از موارد محدود می‌کند [۵]، از این رو، مواد اولیه کم‌هزینه و تجدیدپذیر به‌طور گسترده برای تولید کربن فعال استفاده می‌شوند. کربن فعال مبتنی بر زیست‌توده را می‌توان از تعدادی زیست‌توده غنی از کربن، مانند پوسته نارگیل، زغال‌سنگ، خاک‌اره و مانند این‌ها تهیه کرد [۶]. بیشتر مواد خام مورد استفاده در تولید زغال‌های زیستی و کربن‌های فعال را می‌توان به‌عنوان ضایعات تولید صنعتی یا کشاورزی در نظر گرفت. اگر قرار باشد یک ماده اولیه به‌عنوان منبعی در تولید ذرات زیستی و به‌ویژه برای کربن‌های فعال استفاده شود، باید واجد برخی ویژگی‌های بسیار مهم از قبیل موارد زیر باشد:

۱. میزان بالای کربن

۲. کم‌بودن میزان اجزای غیر آلی تشکیل‌دهنده خاکستر

۳. تخریب کم در هنگام ذخیره‌سازی

۴. چگالی بالا و محتوای به‌اندازه کافی فرار

۵. ثبات عرضه در کشور تولیدکننده

۶. بهای ارزان مواد [۷].

دو روش شناخته‌شده برای تولید کربن فعال وجود دارد که عبارت‌اند از فعال‌سازی فیزیکی و فعال‌سازی شیمیایی. فعال‌سازی فیزیکی در دمای بالاتر از ۱۰۰۰ درجه سلسیوس انجام می‌گیرد ولی در فعال‌سازی شیمیایی دمای واکنش کمتر از ۵۰۰ درجه سلسیوس است. دمای فعال‌سازی (کربنیزاسیون) یکی از مهم‌ترین شاخص‌هایی است که بر خواص فیزیکی کربن فعال تأثیر می‌گذارد. برتری‌های معمول استفاده از فعال‌سازی شیمیایی شامل امکان دستیابی به بازده نهایی کربن بالاتر، امکان انجام فرایند در یک مرحله، دمای فعال‌سازی موردنیاز پایین‌تر (در بیشتر موارد) و تنظیم آسان‌تر تخلخل در مقایسه با فعال‌سازی فیزیکی است. از کاستی‌های اصلی استفاده از ترکیبات شیمیایی ناسازگاری با محیط‌زیست و خوردگی برای تجهیزات است [۸]. محصول مرحله فعال‌سازی (کربنیزاسیون)، یک جامد با محتوای کربن بالاست که بر اساس ماده اولیه و شاخص‌های فرایند استفاده‌شده، معمولاً در محدوده ۲۵ تا ۵۰ درصد بر اساس جرم حساب می‌شود [۹، ۱۰]. انواع مختلف مواد شیمیایی از جمله هیدروکسید پتاسیم (KOH)، هیدروکسید سدیم (NaOH)، کلرید کلسیم ($CaCl_2$)، کربنات پتاسیم (K_2CO_3)، اسیدفسفریک (H_3PO_4)، اسیدسولفوریک (H_2SO_4) و کلرید روی ($ZnCl_2$) به‌عنوان فعال‌کننده‌های بالقوه استفاده شده‌اند [۱۱]. براساس ماهیت فیزیکی عامل فعال‌کننده و پیش‌ساز، می‌توان آن‌ها را با دو رویکرد مخلوط کرد [۱۲]:

۱. اختلاط فیزیکی فعال‌کننده و پیش‌ساز در شرایط خشک

۲. اختلاط فیزیکی فعال‌کننده و پیش‌ساز در شرایط اشباع

عامل فعال‌کننده شیمیایی نقش مهمی در خصوصیات کربن فعال حاصل دارد [۱۳]. استفاده از محلول اسیدفسفریک (H_3PO_4) به دلیل ماهیت ناآلاینده کربن فعال حاصل، ایجاد ریزمنافذ و مزوپورهای کربن فعال و سهولت بازیابی شیمیایی، اولویت قابل توجهی دارد [۱۲]. محلول اسیدفسفریک (H_3PO_4) از یک سو به‌عنوان کاتالیزور عمل و واکنش‌های برش پیوند را تقویت می‌کند و از سوی دیگر باعث تسهیل اتصال عرضی از راه چرخه‌شدن، تراکم و تشکیل لایه‌ای از

پیوند مانند استرهای فسفات و پلی فسفات می‌شود که از ساختار منافذ داخلی محافظت کرده، در نتیجه از سوختن بیش از حد جاذب جلوگیری می‌کند [۱۴]. در پژوهشی از چوب درختان پرتقال، زیتون و گز منطقه داراب فارس به‌عنوان مواد اولیه تولید کربن فعال استفاده شد. کربن فعال از نمونه چوب‌های گوناگون در سه حالت بدون فعال‌سازی، فعال‌سازی فیزیکی با بخار آب و فعال‌سازی شیمیایی با روی کلرید (در نسبت‌های ۵۰٪، ۱۰۰٪ و ۱۵۰٪) در شرایط همانند دما و زمان تولید و ویژگی‌های آن‌ها شامل سطح آزاد به‌روش BET و تصویرهای میکروسکوپ الکترونی با یکدیگر مقایسه شد. نتایج نشان‌دهنده رابطه مستقیم سطح آزاد کربن فعال تولیدی با نوع فعال‌سازی بوده، به‌طوری‌که این مشخصه‌ها در فعال‌سازی شیمیایی تفاوت چشمگیری نسبت به سایر روش‌ها داشته است. بیشترین BET مربوط به نمونه چوب پرتقال فعال شده با ۱۵۰٪ کلرید روی، با مقدار ۱۰۵۰/۲۲ است [۱۵]. در پژوهشی دیگر کربن فعال از لیگنین حاصل از پسماند کارخانه صنایع چوب و کاغذ با فعال‌سازی شیمیایی H_3PO_4 در سه دمای فعال‌سازی ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سلسیوس تولید شد. از میان جاذب‌های سنتز شده، نمونه کربن فعال سنتز شده در دمای فعال‌سازی ۵۰۰ درجه سلسیوس، دارای بالاترین مساحت سطح ویژه و حجم حفره‌های کل به‌ترتیب ۱۵۷۳/۳۱ مترمربع بر گرم و ۰/۸۹ سانتی‌متر مربع بر گرم بود که قابلیت بالای این پیش‌ماده را به‌عنوان جاذب کربن فعال نشان می‌دهد [۱۶]. در پژوهشی دیگر کربن فعال با استفاده از چوب بلوط با فرایند فعال‌سازی شیمیایی با استفاده از KOH در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس تولید شد. بالاترین سطح BET کربن فعال ۱۶۶۲ مترمربع بر گرم بود که در ۸۰۰ درجه سلسیوس با غلظت ۵۰ درصد وزنی KOH به‌دست آمد. فعال‌سازی KOH منجر به ایجاد ریزتخلخل در کربن‌های فعال شد [۱۷]. در پژوهشی دیگر از زیست‌توده ضایعات چوب (خاکاره کاج و راش) برای به‌دست آوردن کربن فعال با استفاده از فعال‌سازی شیمیایی با هیدروکسید پتاسیم (KOH) در دمای ۶۰۰ درجه سلسیوس برای ایجاد مساحت سطح بالا استفاده شد. کربن‌های فعال تهیه شده دارای سطح ویژه بسیار بالایی (از ۱۲۰۰ تا ۱۶۰۰ مترمربع بر گرم) و حجم ریزتخلخل بالا (حدود ۰/۵ سانتی‌متر مکعب در گرم) هستند [۱۸]. نمونه‌های چوب بلوط با فعال‌سازی شیمیایی با KOH به کربن‌های فعال تبدیل

شدند. اثرات غلظت و دما KOH بر بازده و ویژگی‌های کربن‌های فعال بررسی شد. عملکرد کربن فعال با افزایش دما و نسبت اشباع کاهش یافت. کمترین بازده کربن فعال در بالاترین دما (۸۰۰ درجه سلسیوس) با بالاترین غلظت ۱۰۰ KOH درصد وزنی به‌دست آمد. مساحت سطح BET کربن‌های فعال با کربن فعال تجاری قابل مقایسه بود. بالاترین سطح BET کربن فعال $1662 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ بود که در ۸۰۰ درجه سلسیوس با غلظت ۵۰ درصد وزنی KOH به‌دست آمد. فعال‌سازی KOH منجر به ایجاد ریزتخلخل در کربن‌های فعال شد [۱۹].

در مطالعه‌ای دیگر، با استفاده از باگاس و ساقه موز کربن فعال تولید شد. نمونه‌های خشک شده با محلول اسید فسفریک (H_3PO_4) و نسبت وزنی نمونه به فعال‌کننده ۱:۱، در دمای ۴۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۳۰، ۴۵ و ۶۰ دقیقه فعال‌سازی شدند. نتایج بازده کربن فعال در محدوده ۴۰/۰۳ تا ۴۶/۷۳ درصد با محتوای کربن بالا ۹۰/۳۳ درصد و بیشترین مساحت سطح براساس نتایج تجزیه و تحلیل BET به میزان ۱۱۳۰/۴۶۵ مترمربع بر گرم گزارش شد [۲۰]. در یک پژوهش، کربن فعال مشتق شده از هسته‌های زیتون با استفاده از فعال‌سازی به‌وسیله H_3PO_4 تهیه و نتایج سطح BET، ۱۲۱۸ مترمربع بر گرم و حجم منافذ کل ۰/۶ سانتی‌متر مکعب بر گرم نشان داده شد. ایزوترم جذب N_2 کربن فعال براساس طبقه‌بندی اتحادیه بین‌المللی شیمی خالص و کاربردی (IUPAC) به‌عنوان نوع I طبقه‌بندی شد که نشانه‌ای از ریزتخلخل بودن کربن فعال است. توسعه و گسترش تخلخل کربن فعال با مقدار H_3PO_4 موجود در ساختار داخلی پیش‌ساز زیست‌توده مرتبط است [۲۱]. در پژوهشی دیگر فعال‌سازی ضایعات غلاف کاکائو با H_3PO_4 به‌کمک ماکروویو بررسی و نتایج سطح BET، ۱۱۳۹/۱۷ مترمربع بر گرم و حجم منافذ کل ۱/۰۶۲ سانتی‌متر مربع بر گرم گزارش شد. توزیع سطح و حجم منافذ نشان داد که نسبت بیشتری از سطح و حجم منافذ از نوع مزوپورها هستند که نشان می‌دهد کربن فعال ماهیت مزوپور دارد [۲۲]. در مطالعه‌ای دیگر کربن فعال مشتق شده از زیست‌توده هسته زیتون فعال‌سازی شده با H_3PO_4 در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت حاصل شد. طبق نتایج آنالیز BET مساحت سطح، ۱۳۸۰ مترمربع بر گرم و حجم مزوپور ۰/۶۴۵ سانتی‌متر مربع بر گرم بود. مساحت سطح بالا نشان‌دهنده تعداد

۲. مواد و روش‌ها

۱-۲ تهیه و تعیین خواص جاذب

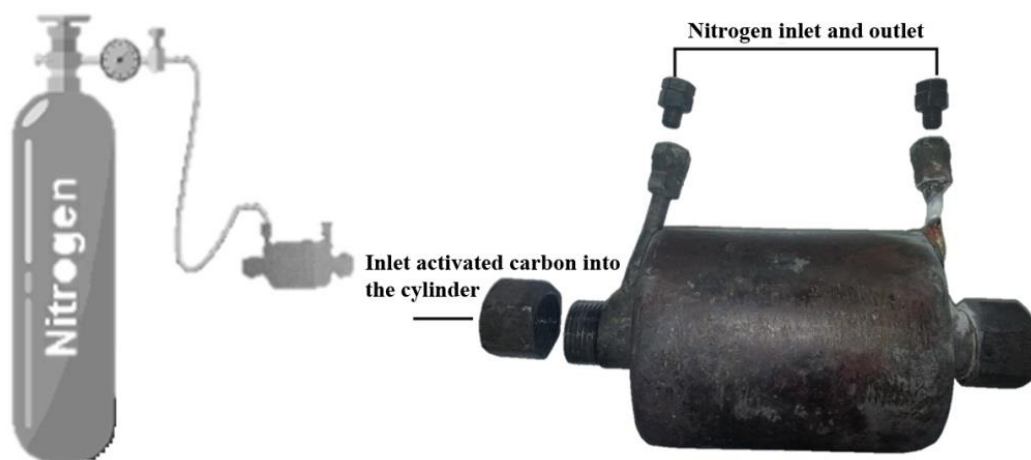
۱-۱-۲ سنتز جاذب

ابتدا مقدار ۱۰ گرم از نمونه پودر شده (چوب انجیر) درون آون (memert, Germany) به مدت ۳ ساعت در دمای ۸۰ درجه سلسیوس قرار داده، سپس به اندازه ۵ برابر وزنی نمونه، اسید فسفریک اضافه شد. سپس نمونه حاوی اسید درون آون در دمای ۸۰ درجه سلسیوس خشک شد. بعد از خشک شدن کامل، اقدام به باز کردن کلوخه‌های نمونه به وسیله هاون شد. بعد از این عمل، پودر حاصله به اتوکلاو نمایش داده شده در شکل (۱) منتقل شد. سپس برای اکسیژن زدایی از نمونه کربن فعال، گاز نیتروژن با فشار 1 bar به مدت یک ساعت به درون سیلندر تزریق شد. این فرایند در شکل (۱) دیده می‌شود. پس از یک ساعت و بلافاصله بعد از بستن شیر نیتروژن اقدام به بستن خروجی اتوکلاو کرده، هر دو ورودی و خروجی محکم بسته شد. سپس اتوکلاو به مدت ۲ ساعت درون کوره در دمای ۴۵۰ درجه سلسیوس قرار داده شد. سرعت حرارت دهی کوره بر روی ۵ درجه سلسیوس بر دقیقه تنظیم شد. بعد از گذشت مدت زمان ۲ ساعت، نمونه از کوره خارج و برای از بین بردن ناخالصی‌ها و اسیدهای چسبیده، اقدام به شست و شوی کربن فعال آماده شده با استفاده از آب مقطر داغ شد و شست و شو تا جایی ادامه داده شد که pH آب مقطر حاصل از شست و شو ثابت شود (pH=6.5). بعد از این مرحله، کربن فعال در دمای ۸۰ درجه درون آون خشک شد.

زیادی مکان فعال است و حجم مزوپور بالا سرعت انتقال جرم را افزایش می‌دهد و کربن فعال را برای کاربردهای کاتالیزوری مناسب می‌سازد [۲۳].

در مطالعه‌ای، کربن فعال از پوسته دانه کدو تنبل با فعال سازی شیمیایی H_3PO_4 با دمای فعال سازی در محدوده ۴۰۰-۶۰۰ درجه سلسیوس و در محدوده نسبت اشباع ۱-۳ تولید شد. بالاترین سطح BET و حجم منافذ کل کربن فعال به ترتیب ۱۴۲۱ مترمربع بر گرم و ۰/۹۰۸ سانتی متر مکعب بر گرم در دمای فعال سازی ۵۰۰ درجه سلسیوس و نسبت اشباع ۲ برآورد شد [۲۴].

هدف از این پژوهش بررسی اثر عامل فعال ساز بسیار مطرح H_3PO_4 بر ویژگی‌های ساختاری کربن فعال تولید شده از چوب درخت انجیر است. تولید کربن فعال از ضایعات گیاهی، دارای برتری‌هایی از قبیل کاهش هزینه تهیه مواد اولیه و کاهش میزان آلودگی محیط زیستی این ضایعات است. درخت انجیر در مناطق مختلف کشور از جمله استان فارس فراوان است و ضایعات حاصل از این درخت یک پسماند کشاورزی با فراوانی بالا و توزیع جغرافیایی گسترده در این مناطق است و می‌توان با تبدیل این ضایعات به کربن فعال، ارزش افزوده قابل توجهی را شاهد بود و از خروج ارز برای تهیه کربن فعال تاحدودی جلوگیری کرد.



شکل ۱. اتوکلاو مورد استفاده و روش اتصال به کپسول نیتروژن (نمونه باید درون اتوکلاو اکسیژن زدایی شود).

Figure 1. Autoclave used and how to connect to the nitrogen capsule (The sample must be deoxygenated in an autoclave).

۲-۲ تعیین خواص فیزیکی - شیمیایی جاذب سنتز شده

۱-۲-۲ بازده

میزان بازده کربن فعال با استفاده از رابطه (۱) تعیین شد [۱۹].

$$(1) \quad \text{بازده} = \frac{\text{وزن کربن فعال تولید شده}}{\text{وزن ماده اولیه}} \times 100$$

۲-۲-۲ خاکستر

میزان خاکستر جاذبها براساس استاندارد ASTM¹ D5832-98 و به کمک رابطه (۲) حساب شد [۲۵].

$$(2) \quad \text{درصد خاکستر} = \frac{\text{وزن ماده خشک اولیه}}{\text{وزن بوته - وزن بوته و باقی مانده}} \times 100$$

۳-۲ آنالیز ساختاری کربن فعال

کربن های فعال شده به دلیل داشتن اندازه های مختلف منافذ از جمله میکرو حفره، مزو حفره و ماکرو حفره به شدت ناهمگن هستند. خواص سطحی و ساختاری کربن های فعال شده را می توان به صورت مستقیم با به کارگیری روش های مختلف مانند میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیفسنجی بررسی کرد.

۱-۳-۲ طیفسنجی فرورسرخ

طیفسنجی فرورسرخ ساختار شیمیایی مولکولها را براساس ارتعاشات مولکولی مشخص می کند. گروه های عاملی سطح نمونه ها با استفاده از طیفسنجی فرورسرخ تبدیل فوریه (FTIR) PerkinElmer Spectrum ساخت کشور آمریکا مشخص شد. برای تهیه نمونه همگن و فشرده برای استفاده در دستگاه طیفسنجی، نمونه ها با بلوره های پتاسیم برماید (KBr) مخلوط شدند. طیف FTIR نمونه های مختلف در دامنه $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ بررسی شد [۲۶].

۲-۳-۲ میکروسکوپ الکترونی روبشی

با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، می توان اطلاعاتی را در مورد نمونه از جمله بافت، ترکیب شیمیایی، ساختار بلوره ای و جهت گیری مواد سازنده نمونه به دست آورد. دستگاه مورد استفاده TESCAN-Vega3 ساخت کشور جمهوری چک است [۲۷].

۳-۳-۲ تجزیه و تحلیل سطح BET

یکی از روش هایی که برای تعیین سطح ویژه جامدات استفاده می شود BET² است که عملکرد آن براساس جذب گاز نیتروژن است. در این روش پس از تشکیل لایه ای از مولکول های ماده جذب شونده بر روی سطح، سطح اشغال شده به وسیله هر مولکول براساس ضخامت متوسط یک مولکول حساب می شود و سپس با معلوم بودن مقدار ماده جذب شده، مساحت سطح کل نمونه اندازه گیری می شود. دستگاه مورد استفاده BELSORP miniII ساخت کشور ژاپن است [۲۷].

۳. نتایج و بحث

در این مطالعه آنالیزهای مربوط به کربن فعال حاصل اعم از درصد بازده و خاکستر، آنالیز FTIR، آنالیز BET، آنالیز SEM و آنالیز پتانسیل زتا انجام شد.

۱-۳ میزان کربن موجود در پودر چوب انجیر

درصد خاکستر و بازده کربن فعال تولید شده از چوب درخت انجیر به ترتیب $2/3$ و $57/14$ درصد است. در پژوهشی دیگر، کربن فعال برگ های گیاه لویی با استفاده از روش فعال سازی شیمیایی با H₃PO₄ با نسبت آغشته سازی صفر، ۲، ۴ و ۶ آماده شد. درصد بازده به ترتیب $39/22$ ، $62/73$ ، $71/83$ و $73/1$ درصد و هم چنین درصد خاکستر به ترتیب $3/2$ ، $4/49$ ، $5/09$ و $5/19$ برآورد شد [۱۹].

۲-۳ آنالیز FTIR

شکل (۲) طیف فرورسرخ گروه عاملی سطح پودر چوب انجیر و کربن فعال تولید شده از آن را نشان می دهد. با مقایسه شکل (۲) - (a,b) می توان دید که فعال سازی با استفاده از H₃PO₄ منجر به شکسته شدن پیوندهای زیادی در کربن فعال شده است. در شکل (۲) - (a)، اوج در $3405/67 \text{ cm}^{-1}$ ارتعاش کششی O-H پیوند هیدروژنی بین مولکولی در الکل هاست. اوج جذب در $2923/56 \text{ cm}^{-1}$ به ارتعاش کششی -CH₃ و -CH₂ به دلیل یک هیدروکربن آلیفاتیک یا یک سیکلوآلکان اختصاص داده شد. به همین ترتیب، هیدروکربن های گازی (مانند CH₄، C₂H₄ و C₂H₆) ممکن است تشکیل شوند. پیوند C≡N و

2. Brunauer Emmett Teller

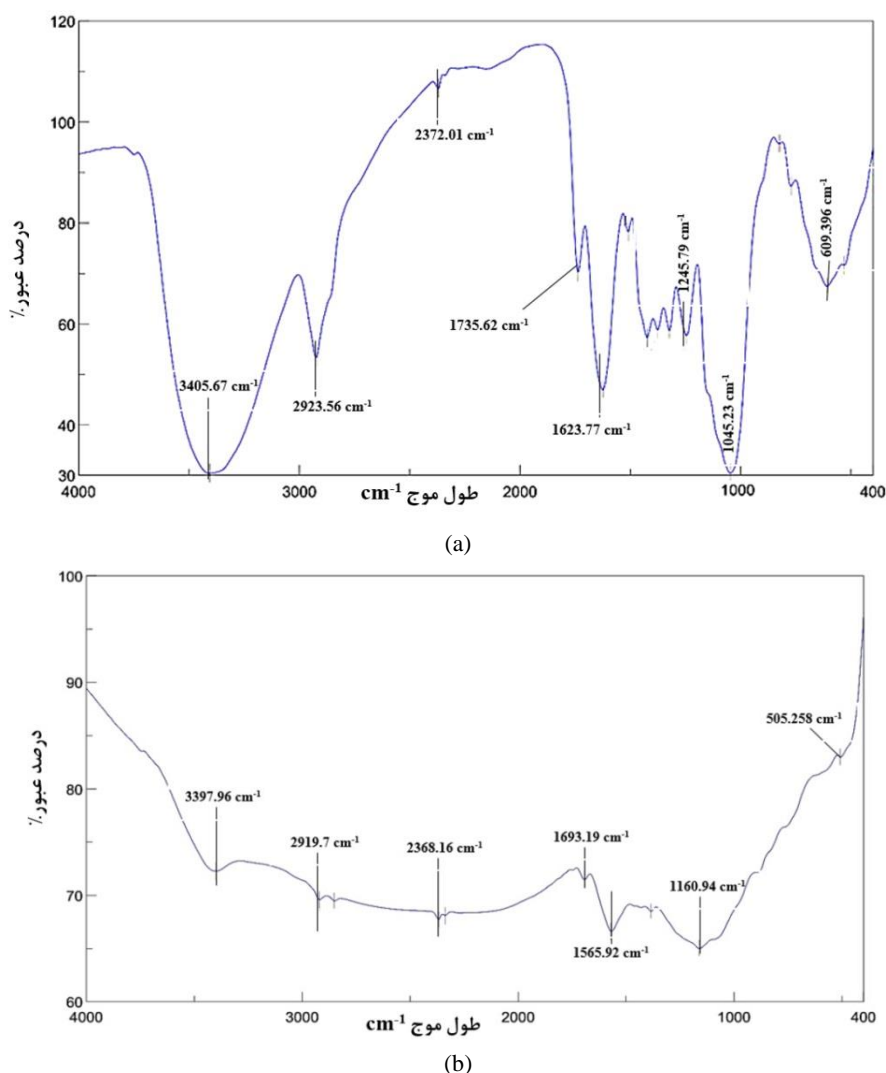
1. American Society for Testing and Materials

جذب/ واجذب شبیه به ایزوترم نوع I و II است که این ایزوترم معروف به جذب تک‌لایه- چندلایه است که در آن پوشش تک‌لایه کامل و جذب چندلایه آغاز می‌شود. سطح BET، که به سادگی نشان‌دهنده سطح داخلی است، به طور کلی به میکرو حفره و مزو حفره تقسیم می‌شود. سطح ریز منافذ نشان‌دهنده بخشی از کربن فعال است که به عنوان میکرو حفره طبقه‌بندی می‌شود [۲۸، ۲۹] و به دلیل نسبت زیادی از سطح و حجم منافذی که ریزمنفذ تشکیل می‌دهد، ریزمنفذ نقش مهمی در رفتار جذب کربن فعال ایفا می‌کنند؛ با توجه به این که ابعاد مولکولی ماده جذب آن قدر بزرگ نیست که وارد ریزمنفذ شود [۳۰].

$C\equiv C$ در اوج $2372/0.1\text{ cm}^{-1}$ پیوند کششی $C=O$ در اوج $1735/62\text{ cm}^{-1}$ پیوند کششی آلکنی $C=C$ و $C-C$ بین اوج‌های $1623/77\text{ cm}^{-1}$ و $1245/79\text{ cm}^{-1}$ هم‌چنین پیوند $C-O$ در اوج $1045/23\text{ cm}^{-1}$ مشاهده شد. کربن فعال تقریباً در $1045/23\text{ cm}^{-1}$ ناپدید شد (شکل (۲) - b)، که نشان می‌دهد مواد آلی مانند سلولز و همی سلولز کاملاً تجزیه شده و گروه‌های آلکیل بیشتری برای کربن فعال از بین رفته‌اند.

۳-۳ آنالیز BET

تعیین سطح ویژه، حجم کل و اندازه منافذ کربن فعال به کمک آنالیز جذب / واجذب و به کار بردن رابطه BET به دست آمد. ایزوترم‌های



شکل ۲. طیف‌سنج فروسرخ (FTIR) (a) برای پودر چوب انجیر و (b) پودر کربن فعال.
 Figure 2. Infrared spectrometer (FTIR) (a) for fig wood powder and (b) activated carbon powder.

سرعت جذب گاز نیتروژن بر روی ماده تقریباً بالا بوده و رفته‌رفته با پرشدن حفره‌ها، میزان جذب کاهش یافته است. این ایزوترم نشان می‌دهد که در ابتدا میکرو حفره‌های تقریباً زیادی در ماده وجود داشته و سپس با پرشدن این حفره‌ها با گاز نیتروژن، مزو حفره‌های موجود در ماده شناسایی شده است. منحنی جذب و واجذب مطابق شکل (۳) گویای این مطلب است که دو منحنی رفت و برگشتی، تقریباً بر هم منطبق‌اند و اختلاف ناچیزی با هم دارند. وجود میکرو حفره‌ها و مزو حفره‌ها در این نمونه واضح است و بر طبق دسته‌بندی آیوپاک می‌توان گفت که شکل منحنی جذب و واجذب نشان‌دهنده، مؤید وجود حفره‌های استوانه‌ای شکل در کنار حفره‌های با اشکال مخروط ناقص است.

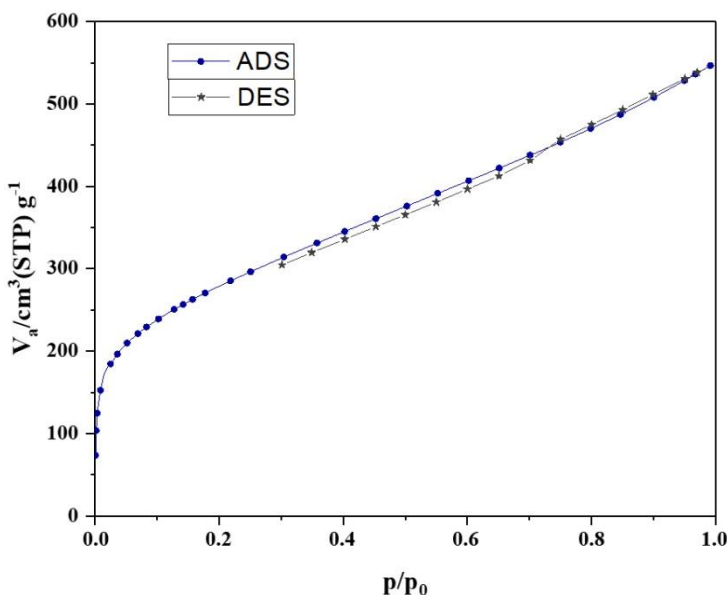
باتوجه به شکل به‌دست‌آمده از تجزیه و تحلیل سطح، جذب در توزیع حفره‌های گسترده‌ای انجام گرفته است. نتایج حاصل از این آنالیز در جدول (۱) آمده است. در این جدول خواص تخلخلی کربن فعال ارائه شده است. همان‌گونه که پیداست، کربن فعال تولیدی در مقایسه با پژوهش‌های دیگر از مساحت سطح ویژه قابل قبولی برخوردار و مقایسه حجم میکرو حفره و مزو حفره بیانگر این بوده است که کربن فعال مورد استفاده در این مطالعه دارای ساختار میکرو حفره و مزو حفره است. به‌طور کلی هرچه ماده مورد نظر دارای سطح ویژه بیشتری باشد، برهمکنش بیشتری با واکنش‌گرها خواهد داشت و در نتیجه انتقال جرم بهبود می‌یابد. در مطالعه حاضر، برای مقادیر p/p_0 پایین، میزان

جدول ۱. خصوصیات BET کربن فعال.

Table 1. BET characteristics of activated carbon.

	S_{BET} (m^2/g)	S_{micro} (m^2/g)	V_{total} (cm^3/g)	V_{micro} (cm^3/g)	V_{meso} (cm^3/g)	D_p (nm)
Current study	1004	871.5	0.8441	0.6611	0.6231	3.3631
[16] Ghane et al.	1573.3	268.1	0.891	0.103	0.787	2.2
Anisuzzaman et al. [19]	966.74					

S_{BET} : سطح ویژه ماده، S_{micro} : سطح حفره‌های میکرو، V_{total} : حجم کل حفره‌ها، V_{micro} : حجم حفره‌های میکرو، V_{meso} : حجم حفره‌های مزو و D_p : قطر حفره‌هاست.



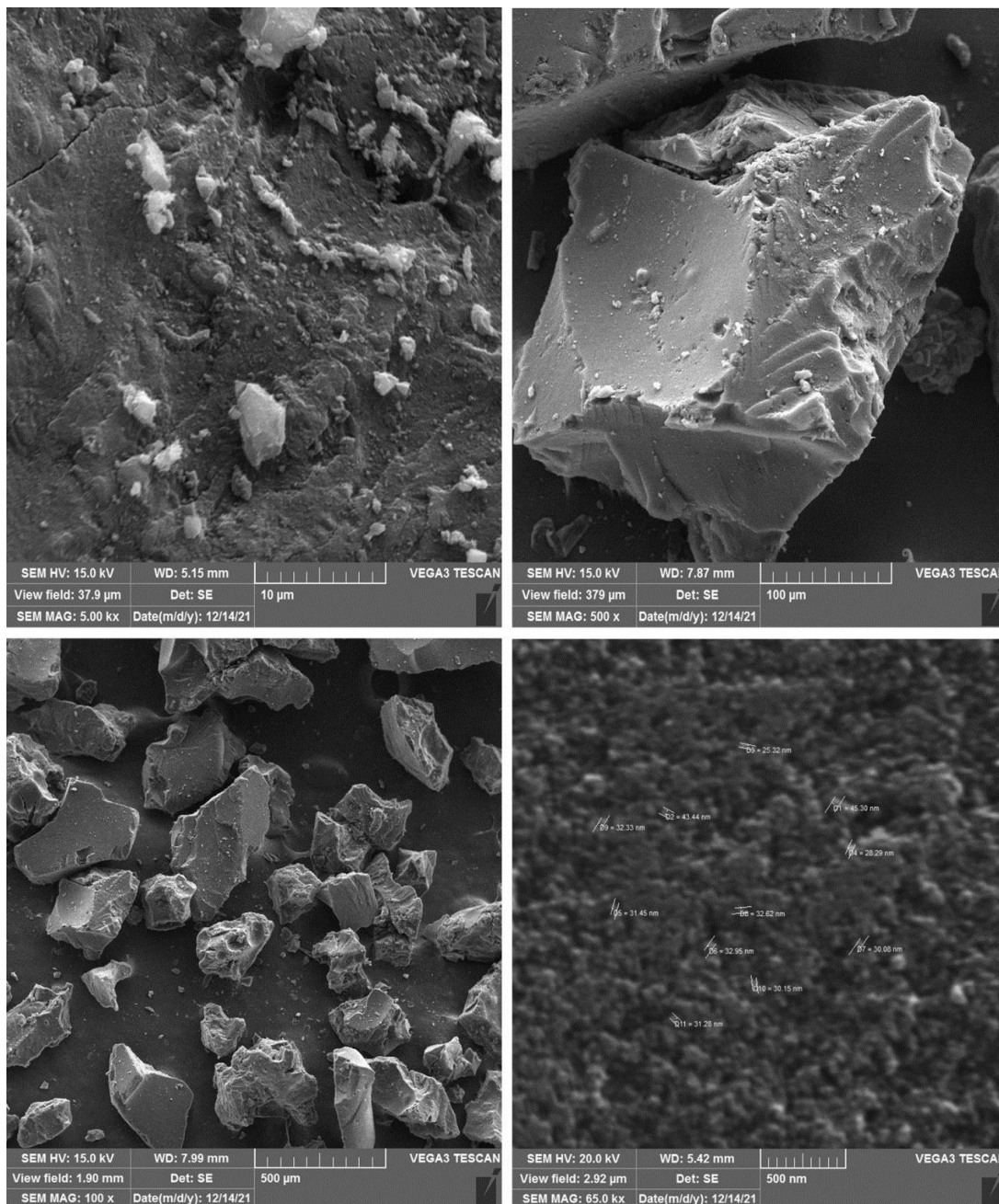
شکل ۳. آنالیز جذب و واجذب کربن فعال.

Figure 3. Activated carbon adsorption and desorption analysis.

روی سطح کربن فعال مؤثر بودند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی کربن فعال تهیه‌شده در نسبت اشباع ۱:۵ و دمای کربنیزاسیون ۴۵۰ درجه سلسیوس در شکل (۴) نشان داده شده‌است.

۳-۴ آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به‌طور گسترده‌ای برای مطالعه ریختمان سطح، از جمله ساختار منافذ، ساختار سطح و آرایش منافذ روی سطح مواد استفاده می‌شود. نسبت اشباع H_3PO_4 و دمای فعال‌سازی در ایجاد سطح بالا با منافذ به‌خوبی توسعه‌یافته



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ الکترونی تهیه‌شده با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از جاذب (فعال‌سازی‌شده با H_3PO_4 و نسبت اشباع ۱:۵).

Figure 4. Electron microscope images were prepared by scanning electron microscope (SEM) of the adsorbent (activated with H_3PO_4 and 1: 5 impregnation ratio).

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش برای تولید کربن فعال از پودر چوب درخت انجیر به‌عنوان ماده اولیه و با روش فعال‌سازی شیمیایی با H₃PO₄ استفاده شد. این فعال‌سازی در دمای ۴۵۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت و با نسبت اشباع ۱:۵ انجام پذیرفت. نتایج حاصل از آزمون FTIR نشان‌دهنده تولید موفق کربن فعال از چوب درخت انجیر است. حداکثر سطح BET و حجم منافذ کل به ترتیب ۱۰۰۴ مترمربع بر گرم و ۰/۸۴۴۱ سانتی‌متر مکعب بر گرم تعیین شد. ایزوترم‌های جذب/ واجذب کربن فعال شبیه به ایزوترم‌های نوع I و II است که به‌طور کلی به میکروحفره و مزو حفره تقسیم می‌شود. در ابتدا میکروحفره‌های قابل توجهی در ماده وجود داشته و سپس با پر شدن این حفره‌ها با گاز نیتروژن، مزو حفره‌های موجود در ماده شناسایی شده است. بررسی و مقایسه پژوهش حاضر با سایر پژوهش‌ها نشان از این دارد که نتایج آنالیزها به دمای فعال‌سازی و هم‌چنین نسبت اسیدفسفریک به ماده اولیه، برای تولید کربن فعال وابسته است. در این مطالعه، کربن فعال تولیدشده خواص سطح قابل توجهی از خود نشان داد و می‌توان گفت نتایج مطالعه حاضر با سایر پژوهش‌ها تا حد زیادی انطباق دارد. بنابراین می‌توان از این کربن فعال تولیدشده به‌عنوان جاذب مؤثر برای حذف مواد شیمیایی نامطلوب از جمله در شیرابه زباله استفاده کرد.

مراجع

- [5] Özdemir, M., Bolgaz, T., Saka, C., Şahin, Ö., (2011). Preparation and characterization of activated carbon from cotton stalks in a two-stage process. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 92: 171-175, doi: 10.1016/j.jaap.2011.05.010.
- [6] Khadiran, T., Hussein, M. Z., Zainal, Z., Rusli, R., (2015). Textural and chemical properties of activated carbon prepared from tropical peat soil by chemical activation method. *BioResources*, 10: 986-1007.
- [7] Tadda, M. A., Ahsan, A., Shitu, A., ElSergany, M., Arunkumar, T., Jose, B., Razzaque, M.A., Daud, N. N., (2016). A review on activated carbon: process, application and prospects. *Journal of Advanced Civil Engineering Practice and Research*, 2: 7-13.
- [8] Yorgun, S., Yildiz, D., (2015). Preparation and characterization of activated carbons from Paulownia wood by chemical activation with H₃PO₄. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 53: 122-131, doi: https://doi.org/10.1016/j.jtice.2015.02.032
- [9] Thompson, K. A., Shimabuku, K. K., Kearns, J. P., Knappe, D. R., Summers, R. S., Cook, S. M., (2016). Environmental comparison of biochar and activated carbon for tertiary wastewater treatment. *Environmental science & technology*, 50: 11253-11262, doi: 10.1021/acs.est.6b03239.
- [10] Wang, B., Gao, B., Fang, J., (2017). Recent advances in engineered biochar productions and applications. *Critical reviews in environmental science and technology*, 47: 2158-220, doi: 10.1080/10643389.2017.1418580.
- [11] Yorgun, S., Yildiz, D., Şimşek, Y. E., (2016). Activated carbon from paulownia wood: Yields of chemical activation stages. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 38: 2035-2042, doi: 10.1080/15567036.2015.1030477.
- [12] Balajii, M., Niju, S., (2019). Biochar-derived heterogeneous catalysts for biodiesel production. *Environmental Chemistry Letters*, 17: 1447-1469, doi: 10.1007/s10311-019-00885-x.
- [13] Oginni, O. J., (2018). *Characteristics of activated carbons produced from herbaceous biomass feedstock*. PhD Thesis, Davis College of Agriculture, Natural Resources and Design, West Virginia University, Morgantown, West Virginia, USA, doi: 10.33915/etd.3719.
- [14] Lim, W. C., Srinivasakannan, C., Balasubramanian, N., (2010). Activation of palm shells by phosphoric acid impregnation for high yielding activated carbon. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 88: 181-186, doi: 10.1016/j.jaap.2010.04.004.
- [1] Shukla, S. K., Mushaiqri, A., Said, N. R., Al Subhi, H. M., Yoo, K., Al Sadeq, H., (2020). Low-cost activated carbon production from organic waste and its utilization for wastewater treatment. *Applied Water Science*, 10: 1-9, doi: 10.1007/s13201-020-1145-z.
- [2] Kumar, A. and Jena, H. M., (2016). Preparation and characterization of high surface area activated carbon from Fox nut (*Euryale ferox*) shell by chemical activation with H₃PO₄. *Results in Physics*, 6: 651-658, doi: 10.1016/j.rinp.2016.09.012.
- [3] Shalna, T. and Yogamoorthi, A., (2015). Preparation and characterization of activated carbon from used tea dust in comparison with commercial activated carbon. *C International Journal of Recent Scientific Research*, 6: 2750-2755.
- [4] Fu, T., Li, Z., (2015). Review of recent development in Co-based catalysts supported on carbon materials for Fischer-Tropsch synthesis. *Chemical Engineering*

- [15] Baseri, G., Ismailzadeh, S., Hoseini, F., (2017). Production of activated carbon by chemical and physical activation of citrus, olive and oak wood and comparison of their properties. *Iranian, Chemical Engineering Journal*. Vol. 36. No. 1, 177-192, [In Persian].
- [16] Ghane, S., Karimzadeh, R., moosavi, E., (2021). Investigation of Lignin-based activated carbon synthesis parameters on its structural properties. *IQBQ*. Vol. 5. No. 3, 71-81, [In Persian].
- [17] Bag, O., Tekin, K., Karagoz, S., (2020). Microporous activated carbons from lignocellulosic biomass by KOH activation. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 12:s 1030-1037, doi: 10.1080/1536383X.2020.1794850.
- [18] Toteva, V., Ruskova, K., Zahariev, A., (2020). *Preparation and Characterization of Activated Carbon Derived from Lignocellulosic Waste Biomass*. International Conference on High Technology for Sustainable Development (HiTech), Sofia, Bulgaria, 1-4, doi: 10.1109/HiTech51434.2020.9363971.
- [19] Anisuzzaman, S. M., Joseph, C. G., Daud, W. M. A. B. W., Krishnaiah, D., Yee, H. S., (2015). Preparation and characterization of activated carbon from Typha orientalis leaves. *International Journal of Industrial Chemistry*, 6: 9-21, doi: 10.1007/S40090-014-0027-3.
- [20] Misran, E., Maulina, S., Dina, S. F., Nazar, A., Harahap, S. A., (2018). Activated carbon production from bagasse and banana stem at various times of carbonization. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 309: IOP Publishing, 012064, doi: 10.1088/1757-899X/309/1/012064.
- [21] Yakout, S. M., El-Deen, G. S., (2016). Characterization of activated carbon prepared by phosphoric acid activation of olive stones. *Arabian journal of chemistry*, 9: S1155-S1162. doi: 10.1016/j.arabjc.2011.12.002.
- [22] Villota, S. M., Lei, H., Villota, E., Qian, M., Lavarias, J., Taylan, V., Agulto, I., Mateo, W., Valentin, M., Denson, M., (2019). Microwave-assisted activation of waste cocoa pod husk by H₃PO₄ and KOH—comparative insight into textural properties and pore development. *ACS Omega*, 4, 7088-7095, doi: 10.1021/acsomega.8b03514.
- [23] Valero-Romero, M. J., Calvo-Muñoz, E. M., Ruiz-Rosas, R., Rodriguez-Mirasol, J., Cordero, T., (2019). Phosphorus-containing mesoporous carbon acid catalyst for methanol dehydration to dimethyl ether. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58: 4042-4053, doi: 10.1021/acs.iecr.8b05897.
- [24] Demiral, I., Aydın Şamdan, C., (2016). Preparation and characterisation of activated carbon from pumpkin seed shell using H₃PO₄. *Anadolu University Journal of Science and Technology A-Applied Sciences and Engineering*, 17: 125-138, doi: 10.18038/btda.64281.
- [25] Mussatto, S. I., Machado, E. M., Carneiro, L. M., Teixeira, J. A., (2012). Sugars metabolism and ethanol production by different yeast strains from coffee industry wastes hydrolysates. *Applied Energy*, 92: 763-768. doi: 10.1016/j.apenergy.2011.08.020.
- [26] Wang, L., Wang, X., Zou, B., Ma, X., Qu, Y., Rong, C., Li, Y., Su, Y., Wang, Z., (2011). Preparation of carbon black from rice husk by hydrolysis, carbonization and pyrolysis. *Bioresource technology*, 102: 8220-8224, doi: 10.1016/j.biortech.2011.05.079.
- [27] Méndez-Moreno, J. D. C., Garza-Rodríguez, I. M., Torres-Sánchez, S. A., Jiménez-Pérez, N. D. C., Sánchez-Lombardo, I., López-Martínez, S., Lobato-García, C. E., Morales-Bautista, C. M., (2020). Design of experiments to optimize soxhlet-HTP method to establish environmental diagnostics of polluted soil: Optimization of the soxhlet-HTP method by DOE. in Book: "*Design of experiments for chemical, pharmaceutical, food, and industrial applications*", IGI Global, 33-52. doi:10.4018/978-1-7998-1518-1.ch002.
- [28] Sing, K.S., (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). *Pure and applied chemistry*, 57: 603-619.
- [29] Lowell, S., Shields, J. E., Thomas, M. A., Thommes, M., (2006). "Characterization of porous solids and powders: surface area, pore size and density", Springer Science & Business Media, doi: 10.1007/978-1-4020-2303-3.
- [30] Bansal, R. C., Goyal, M., (2005). "Activated carbon adsorption". CRC press, Taylor and Francis Group, London, 520, doi: 10.1201/9781420028812.