

УДК 661.183.2:621.9.048.6

## Двостадійна методика синтезу активованого вугілля з використанням активатора трихлорид феруму

Бордун І. М., к.ф.-м.н., докторант каф. ЕЗП

Борисюк А. К., с.н.с. каф. ПФН

Швець Р. Я., к.т.н., зав. лаб. каф. ПФН

Бабинюк О. П., студент групи ПФГВ-11 каф. ПФН

Національний університет «Львівська політехніка»

(вул. С. Бандери, 12, м. Львів, 79013, Україна)

Активоване вугілля (АВ) — це вуглецевий матеріал, який характеризується великою питомою площею поверхні, високою пористістю і фізико-хімічною стійкістю та відмінною реакційною здатністю поверхні. Завдяки цим рисам АВ широко використовується як функціональні матеріали для різних застосувань. Багато дослідників роблять акцент на синтезі АВ із використанням дешевих та доступних альтернативних прекурсорів, у першу чергу — відходів сільськогосподарського виробництва. Однак застосування біовуглецю в різних галузях обмежують його функціональні можливості, успадковані від вихідної сировини після термічної обробки. Хімічна активація такої сировини є важливим методом контрольованої зміни властивостей отриманого з неї АВ. Одними з часто використовуваних способів для цього є використання у якості активуючого агенту хлоридів металів, найчастіше  $ZnCl_2$  і  $FeCl_3$ . У роботах [1–4] показано важливі для суперконденсаторів (СК) особливості отриманого вугілля після використання трихлориду феруму. По-перше, практично відсутнє півколо на імпедансній залежності, що говорить про добру провідність матеріалу та низький внутрішній опір комірки, по-друге, добра здатність до циклювання у водних електролітах, що говорить про електрохімічну стабільність такого вугілля у процесі заряджання і розряджання комірок. Але не до кінця встановлено оптимальні режими модифікування, бо питома ємність, наприклад, у [1] у кислотному електроліті становить лише 57 Ф/г, а от у [4] вже подано 252,2 Ф/г у 0,5 М  $Na_2SO_4$  водному електроліті, хоча способи отримання є дуже схожими. Різниця між [1] і [4] полягала також і у різниці вихідної сировини. Так у [1] це були відходи переробки кавових зерен, а в [4] — соняшника. Проведені попередньо нами дослідження одностадійної активації, як це подано у розглядуваних роботах [1–4], з використанням у якості вихідної сировини кукурудзи та бурякового жому показали, що така методика дає не надто великі значення питомої ємності у лужному електроліті — для бурякового жому отримано значення у 41 Ф/г, а для кукурудзи — 72 Ф/г.

Проте у роботах з КОН модифікації, наприклад [5], показано ефективність двостадійної карбонізації-активації вугілля. Ця ідея і була використана для отримання АВ з активатором трихлорид феруму. У якості співвідношення сировина —  $FeCl_3$  було взято ідеї з роботи [3], де на 1 г сировини брали 1,5 г три-

хлориду феруму. У якості сировини для модифікування у нас слугували карбонізовані в інертній атмосфері при 400°C впродовж 90 хв стебла кукурудзи та жом цукрових буряків. Карбонізатор замочували у водному розчині трихлориду феруму (орієнтовно 10 г безводної солі на 100 мл води), витримували 24 години, а потім висушували у сушильній шафі при температурі 100°C. На наступному етапі модифікований трихлоридом феруму карбонізатор активували у інертній атмосфері при 700°C також впродовж 90 хв. Отримане АВ промивали тричі шляхом кип'ятіння у дистильованій воді впродовж 30 хв у посудині зі зворотнім холодильником. Далі АВ висушували до сталої маси при 100°C. Проведене визначення сумарного вмісту домішок за допомогою рентгенівського мікроаналізу для синтезованого вугілля з обох видів вихідної сировини дало значення близько 8 мас.% (крім кисню).

Отримане вугілля перемелювали у керамічній чаші та просівали на ситах. Фракцію у 40–63 мкм використовували для виготовлення електродів СК на основі нікелевої сітки. Полівінілденфторид використовували у якості зв'язуючого компоненту активної маси електрода. Електролітом слугував 30% водний розчин КОН. За допомогою гальваностатичних вимірювань отримано наступні усереднені для кожного виду вугілля результати: для вугілля з кукурудзи питома ємність становила 86 Ф/г, а кулонівська ефективність — 94%, для вугілля з бурякового жому — 96 Ф/г, а кулонівська ефективність — 95%. Досліджувані СК не розбиралися, оскільки потрібно було з'ясувати стабільність параметрів отриманого вугілля у часі. Вимірювання повторили через два тижні. Встановлено, що параметри СК у межах похибки залишилися такими самими.

Таким чином, запропонована двостадійна методика синтезу АВ показала достатньо добрі перспективи для застосування трихлориду феруму у якості активуючого агента. Отримані значення питомої ємності та кулонівської ефективності у водних електролітах є на достатньо високому рівні, що дозволяє проводити подальші дослідження у напрямі оптимізації умов синтезу.

- [1] *Rufford T. E., Hulikova–Jurcakova D., Zhu Z., Lu G. Q.* A comparative study of chemical treatment by FeCl<sub>3</sub>, MgCl<sub>2</sub>, and ZnCl<sub>2</sub> on microstructure, surface chemistry, and double-layer capacitance of carbons from waste biomass // *J. Mater. Res.* – 2010. – V. 25, no. 8. – P. 1451–1459.
- [2] *Wang M., Cheng S., Dang G., Min F., Li H., Zhang Q., Xie J.* Solvothermal Synthesized  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/graphite Composite for Supercapacitor // *Int. J. Electrochem. Sci.* – 2017. – V. 12. – P. 6292–6303.
- [3] *Samar K. Theydan, Muthanna J. Ahmed.* Optimization of preparation conditions for activated carbons from date stones using response surface methodology // *Powder Technology.* – 2012. – V. 224. – P. 101–108.
- [4] *Sun K., Yang Q., Zheng Y., Zhao G., Zhu Y., Zheng X., Ma G.* High Performance Symmetric Supercapacitor Based on Sunflower Marrow Electrode Material // *Int. J. Electrochem. Sci.* – 2017. – V. 12. – P. 2606–2617.
- [5] *Vervikishko D. E., Yanilkin I. V., Dobelev G. V., Volperts A., Atamanuk I. N., Sametov A. A., Shkol'nikov E. I.* Activated carbon for supercapacitor electrodes with an aqueous electrolyte // *High temperature.* – 2015. – V. 53, no. 5. – P. 758–764.