

УДК 621.319.45; 544.636

*Г. В. Соломахо\**

**ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА МАСШТАБИРОВАНИЯ  
ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА МЕЗОПОРИСТЫХ  
УГЛЕРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ  
ДЛЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ КОНДЕНСАТОРОВ**

Проблема перехода от лабораторных исследований к опытно-промышленному производству связана со многими нюансами – в первую очередь, масштабирование масс материалов, объемов аппаратов и температурных режимов.

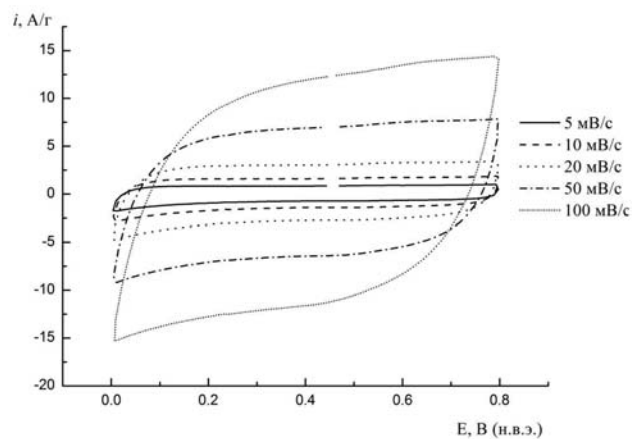
Описанная в статье [1] технология синтеза и активации мезопористых углеродных наноматериалов для электрохимических конденсаторов масштабирована для технологической линии производства в промышленных условиях. Технологическая линия зарегистрирована как заявка на патент [2].

Изначально проведено исследование в лабораторных условиях. Произведен синтез смеси фенолформальдегидной смолы, карбоксиметилцеллюлозы и графеновой пасты (в определенных соотношениях) при температурах 140, 160 и 300 °С в течение 16 часов в сумме. Полученный композит измельчен до фракции частиц менее 0,8 мм. Затем материал был подвергнут активации в среде гидроксида щелочного металла, а именно КОН. Температуры активации 400 и 750 °С, время – 3 часа в сумме. Процесс проходил в сфере аргона. Полученный продукт был отфильтрован от остатков щелочи и возможных остатков железа со стенок приспособления при помощи соляной кислоты и дистиллированной воды. Конечной стадией обработки явилось удаление гидроксильных групп путем термообработки при 350 °С в потоке аргона в течение 2 часов.

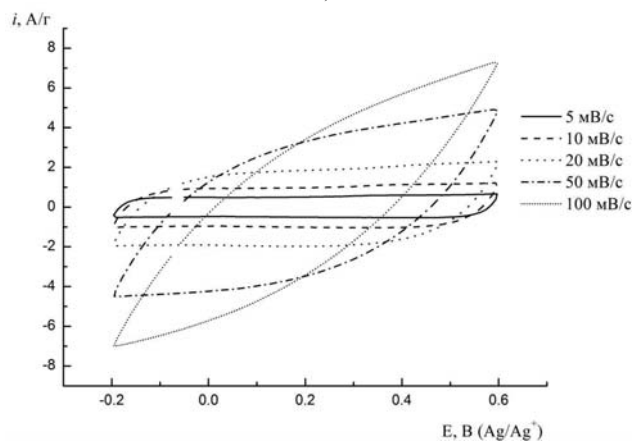
Полученный продукт был исследован на базах ТГТУ, ТГУ им. Г. Р. Державина (г. Тамбов) и ВГТУ (г. Воронеж). Результаты исследований отражены на рис. 1 и в табл. 1.

---

\* Работа представлена в отборочном туре программы У.М.Н.И.К. 2016 г. в рамках Одиннадцатой межвузовской научной студенческой конференции Ассоциации «Объединенный университет им. В. И. Вернадского» «Проблемы техногенной безопасности и устойчивого развития» и выполнена под руководством д-ра техн. наук, проф., зав. каф. ТТПН ФГБОУ ВО «ТГТУ» А. Г. Ткачева.



a)



б)

**Рис. 1. Циклические вольтамперограммы лабораторного образца:**  
*a* – в 3 М растворе  $H_2SO_4$ ; *б* – в 1 М растворе  $TEABF_4$  в AN

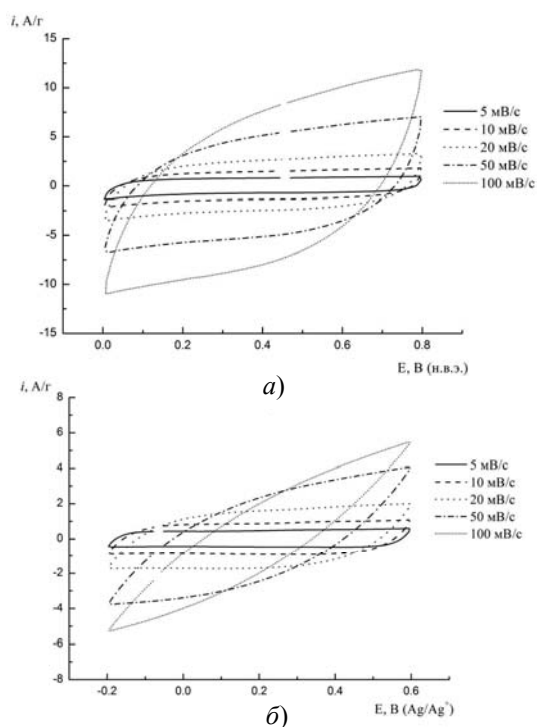
**1. Показатели пористости лабораторного образца**

Σ поверхность по БЭТ, $m^2/g$	Средняя ширина пор, нм	Объем пор, $cm^3/g$	Удельная поверхность, $m^2/g$
2817,11	3,62	2,25	1822,35

На основании положительных результатов лабораторных исследований отработанная технология применена в опытно-промышленном производстве мезопористых углеродных наноматериалов на базе ООО «НаноТехЦентр» (г. Тамбов).

Природа исходных веществ и пропорции материалов сохранены. Объем увеличен в 25 раз по сравнению с лабораторными исследованиями. Синтез композита проведен также при температурах 140, 160 и 300 °С в течение 16 ч в сумме. Процесс щелочной активации продлен с

3 до 4 ч + время остывания реактора с печью 8 ч. Материал подвергнут фильтрованию, как и в первом случае, а также обработан в потоке аргона при 350 °С в течение 2 ч.



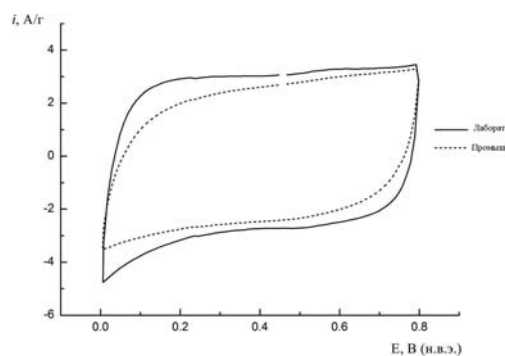
**Рис. 2. Циклические вольтамперограммы промышленного образца:**  
*a* – в 3 М растворе  $H_2SO_4$ ; *б* – в 1 М растворе  $TEABF_4$  в AN

## 2. Показатели пористости промышленного образца

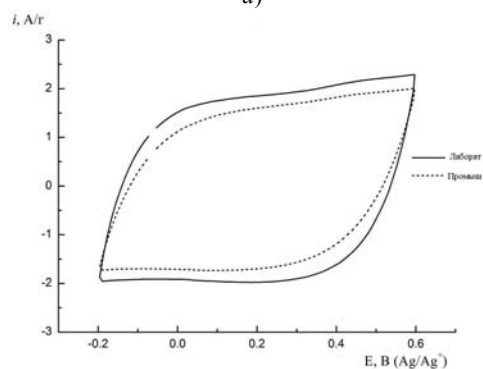
Σповерхность по БЭТ, м <sup>2</sup> /г	Средняя ширина пор, нм	Объем пор, см <sup>3</sup> /г	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г
2644,59	3,62	1,82	1727,18

Полученный продукт также был исследован на базах ТГТУ, ТГУ им. Г. Р. Державина (г. Тамбов) и ВГТУ (г. Воронеж). Результаты исследований отражены на рис. 2 и в табл. 2.

Для наглядного сравнения полученных образцов все показатели вынесем в общие графики и таблицы:



a)



b)

**Рис. 3. Сравнительное представление циклических вольтамперограмм для исследуемых образцов углеродных материалов при скорости развертки потенциала 20 мВ/с:**

*a* – 3 М H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; *б* – 1 М раствор TEABF<sub>4</sub> в AN

**3. Удельная емкость исследуемых углеродных материалов в 3 М растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

Образец	Удельная емкость $C_{уд}$ , Ф/г при скорости развертки потенциала $v$ , мВ/с				
	5	10	20	50	100
Лабораторный	161±8	149±7	137±7	116±8	97±8
Промышленный	140±1	127±2	111±4	83±4	60±2

**4. Удельная емкость исследуемых углеродных материалов в 1 М растворе TEABF<sub>4</sub> в AN**

Образец	Удельная емкость $C_{уд}$ , Ф/г при скорости развертки потенциала $v$ , мВ/с				
	5	10	20	50	100
Лабораторный	96±3	89±4	78±6	50±9	25±7
Промышленный	86±3	77±4	63±6	35±6	16±3

## 5. Характеристики пористости образцов

Образец	Σ поверхность по БЭТ, м <sup>2</sup> /г	Ср. ширина пор, нм	Объем пор, см <sup>3</sup> /г	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г
Лабораторный	2817,11	3,62	2,25	1822,35
Промышленный	2644,59	3,62	1,82	1727,18

На основании сравнительных таблиц и диаграммы можно сделать следующие выводы:

- электрод на основе лабораторного образца обладает меньшим электрическим сопротивлением;
- в растворе серной кислоты для промышленного образца прослеживается вклад импеданса Варбурга [3], отражающего влияние диффузии электроактивных частиц (ионов электролита к или от поверхности электрода);
- в органической среде для электродов на основе обоих образцов характерно «чистое конденсаторное поведение»;
- оба образца по характеристикам пористости соответствуют требованиям, предъявляемым электродному материалу.

Согласно вышеуказанным выводам, масштабирование технологии при переходе на опытно-промышленное производство прошло успешно в первом приближении. Для постоянного получения образцов с неизменными характеристиками необходимо отлаживать технологическую линию производства путем многочисленных экспериментов.

### Список литературы

1. *Соломахо, Г. В.* Исследование зависимости характеристик высокопористых углеродных наноматериалов для электрохимических конденсаторов от природы исходных веществ / Г. В. Соломахо // Проблемы техногенной безопасности и устойчивого развития. Вып VII. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2015. – С. 94 – 97.
2. *Заявка на патент № 2016102551 от 26.01.16.* Способ получения мезопористого углерода / А. Г. Ткачев, А. В. Мележик, Г. В. Соломахо. – 28 с.
3. *Концентрационные* эффекты электропроводящих наполнителей в углеродных электродах электрохимического конденсатора / М. Ю. Чайка, В. В. Агупов, В. С. Горшков, А. В. Глотов, А. Н. Ермаков, Т. А. Кравченко // Электрохимическая энергетика. – Воронеж, 2012. – Т. 12, № 2. – С. 72 – 76.

*Кафедра «Техника и технологии производства нанопродуктов»  
ФГБОУ ВО «ТГТУ»*