

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ЩЕЛОЧНОЙ АКТИВАЦИИ УГЛЕРОДНОГО МАТЕРИАЛА С ДОПОЛНИТЕЛЬНЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ ВОДЯНЫМ ПАРОМ

А. А. Попова, И. Н. Шубин

*Кафедра «Техника и технологии производства нанопродуктов»,
alyona.popova.93@list.ru; ФГБОУ ВО «ТГТУ», Тамбов, Россия*

Ключевые слова: активированный углеродный материал; высокотемпературная активация; диагностика характеристик; технологические режимы.

Аннотация: Проведены экспериментальные исследования по определению эффективных технологических режимов высокотемпературной щелочной активации углеродного материала. В ходе проведения активации на реакционную смесь, состоящую из предварительно карбонизированного углеродного сырья и щелочи, осуществлялось дополнительное воздействие водяным паром. Установлены эффективные режимные значения, а именно: продолжительность процесса, температура, расход инертного газа и воды, обеспечивающие получение активированного высокопористого углеродного материала с удельной поверхностью по ВЕТ до $2700 \text{ м}^2/\text{г}$ и объемом пор по DFT более $1,32 \text{ см}^3/\text{г}$, приходящихся на микро- и мезометровый диапазоны.

Введение

Углеродные материалы, обладающие большой удельной поверхностью – более $1000 \text{ м}^2/\text{г}$ и объемом пор, превышающим $0,6...0,8 \text{ см}^3/\text{г}$, являются наиболее перспективными и востребованными в целом ряде высокотехнологичных отраслей промышленности: фармацевтической, энергетической, радиоэлектронной и др. Среди данных материалов особенно выделяются высокопористые материалы с большим содержанием пор, приходящихся на микро- и мезодиапазоны. Данные материалы могут применяться в качестве универсальных сорбентов для жидких и газовых сред, средств хранения и транспортировки газового сырья, катализаторов и т.д. Углеродные материалы, обладающие развитой системой микро- и мезопор, являются наиболее сбалансированными, сочетающими значительную удельную поверхность, соответствующую доступным порам и большой объем пор с достаточно крупными транспортными порами, обеспечивающими быструю диффузию молекул сорбируемых веществ [1 – 3]. Для получения активированных углеродных материалов различное углеродное сырье подвергают предварительной карбонизации, а далее активируют жидко- или газофазными реагентами, например, водяным паром, различными кислотами или щелочами и т.д. За счет чего создается необходимая большая удельная поверхность и высокопористая структура [4 – 6].

Предварительные исследования показали, что данные физико-химические и физико-структурные характеристики зависят как от исходных компонентов, применяемых для получения углеродсодержащих веществ (карбонизатов), так

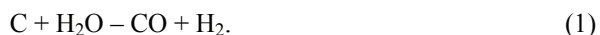
и от режимов активации (массового соотношения компонентов реакционной смеси, например, при щелочной активации, гидроксида калия (KOH) к активируемому углеродному сырью, температуры и времени активации, режима газообмена в реакционной зоне и ряда др.) [7 – 9].

Высокотемпературная щелочная активация представляет собой процесс термической обработки, заключающийся в ступенчатом нагреве реакционной смеси – карбонизата с щелочью, в заданном соотношении, с выдержкой в диапазоне 400...900 °С в инертной среде. В процессе термической обработки реакционной смеси протекают многочисленные химические реакции, сопровождающиеся образованием пористой структуры активируемого материала. Причем равновесие данных процессов может быть сдвинуто в ту или другую сторону в зависимости от размеров реактора, количества вещества, температуры и концентраций (парциальных давлений, химических активностей) компонентов [4 – 6].

Исследования процесса высокотемпературной щелочной активации углеродного материала позволили определить оптимальные режимные параметры процесса (продолжительность, температуру, расход инертного газа), в результате был получен высокопористый углеродный материал, характеристики которого значительно превышали имеющиеся аналоги [10, 11].

Однако дальнейший анализ литературных источников показал большие возможности и направления исследования активации при дополнительном, многофакторном воздействии на активируемый углеродный материал, что может положительно отразиться на практической реализации данного процесса в будущем, а именно активации с помощью комбинированного воздействия на исходный карбонизат не только щелочи, но и водяного пара [12]. В данной работе показано, что различные условия обработки, и особенно природа окислителей, оказывают существенное положительное влияние на концентрацию и тип функциональных групп [13]. Следовательно, физические свойства, например, гидрофильность и сорбционные характеристики, а также химическая реакционная способность, могут быть изменены. Традиционно активация углеродного сырья проводится в газовой фазе в присутствии KOH или H₂O при высоких температурах (700...900 °С), что приводит к значительному развитию пористости. Но, например, кислородсодержащие функциональные группы, которым обычно не уделяют достаточного внимания, могут также образовываться на углеродной поверхности в дополнении к структурным изменениям, вызываемым в процессе активации, и приводить к изменению структуры материала [14 – 16]. Во время термообработки пар может действовать как мягкий окислитель, в то время, как сложные окислительно-восстановительные реакции могут происходить между KOH, углеродом и соединениями, образующимися в качестве промежуточных продуктов во время химической активации [17]. Эти окислительно-восстановительные процессы позволяют использовать KOH и водяной пар для активации углеродных поверхностей без значительного изменения структуры за счет оптимизации параметров реакции. Различные кислородсодержащие функциональные группы на углеродном сырье разлагаются с выделением CO, CO₂ и воды в потоке инертного газа в различных диапазонах характеристических температур [18, 19].

В ряде работ исследованы различные параметры совместной обработки KOH и паром, включая введение пара, различное массовое соотношение KOH и углеродного сырья, температуру и варианты пост-обработки после воздействия паром. В результате, установлено, что начало активных реакций приходится на момент, когда активируемый углеродный материал нагревается до 450 °С в присутствии KOH. Пар при этом может окислять углеродную поверхность в соответствии с реакцией

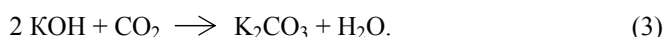


Кроме того, CO может быть преобразован в CO₂ в соответствии с реакцией конверсии водяного газа



Наличие КОН необходимо для протекания реакций окисления поверхности углерода посредством пара при температуре от 450 °С и выше.

Установлено, что большее количество гидроксида калия не оказывает существенного влияния на протекание реакций, в то время как меньшее было благоприятным, так как оно приводило к менее термически нестабильным группам, связанным с CO₂. Следовательно, КОН и введение водяного пара демонстрируют синергетический эффект при активации термически стабильными группами –СО–, что согласуется с другими литературными сообщениями и предварительными исследованиями о том, что соединения калия эффективно катализируют газификацию углеродных материалов паром, что значительно снижает температура реакции [20]. При этом установлено, что значительное количество CO₂ стало выделяться в диапазоне 550...610 °С, тогда как при более низких температурах выделение CO и CO₂ было незначительным, то есть разложение групп –СО– до CO₂ происходит согласно формуле (4), и выделение CO₂ во время совместной обработки, вероятно, связано с адсорбцией CO₂ КОН с образованием K₂CO₃



Выделение CO₂ резко прекращалось, когда температура опускалась ниже 550 °С. Это означало, что начальная температура эффективной активации углеродного материала во время совместной обработки близка к 550 °С. Результатом активации являлся углеродный материал с увеличенной удельной поверхностью с преобладанием мезопор. Остаточные частицы калия, обнаруженные в обработанных углеродных нанотрубках (УНТ) и другом углеродном сырье после отмывки, предположительно, присутствуют в виде интеркалированных частиц в слоях графена ниже внешней поверхности [12].

В результате установлена возможность проведения активации при более низких рабочих температурах, что несомненно имеет важное практическое значение, так как, в отличие от исследований в ранее рассмотренных работах, эксперименты, проведенные в рамках данной работы, носили прикладной характер и имели своей задачей определение возможности проведения относительно низкотемпературной активации, используя при этом свое сырье, режимные параметры процесса, оборудование, и направлены на получение материала с высокой удельной поверхностью и большим содержанием пор в микро и мезометровом диапазонах.

Цель работы – определение эффективных технологических режимов щелочной активации с дополнительным воздействием водяным паром на активируемый материал, обеспечивающих снижение температуры реализуемого процесса и получение активированного высокопористого углеродного материала с высокой удельной поверхностью.

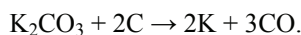
Объекты и методы исследования

Исследования, проведенные в работах [7, 10, 21] позволили установить, что высокотемпературная активация протекает за две ярко выраженные стадии: первая стадия химических превращений происходит в температурном интервале от 380...400 °С и примерно до 550 °С, при этом выделяются в основном водород,

окись углерода, пары воды и пары высококипящих органических веществ; вторая стадия процесса активации, судя по экспериментальным исследованиям, с выделением водорода и образованием металлического калия происходит при 600...750 °С



При этом на верхней границе применяемого температурного интервала возможно протекание следующей реакции:



В работе установлены основные направления проведения исследований, которые разбиты на несколько этапов.

На первом этапе исследовалась возможность уменьшения температуры активации. Эксперимент включал активацию реакционной смеси, состоящую из карбонизированного декстрина с оксидом графена и гидроксида калия, и проводился в следующей последовательности: нагрев и последующая выдержка в течение одного часа при 400 °С и двух часов при температурах 600, 750 и 850 °С при непрерывной подаче инертного газа – 1,3 л/ч в объем реактора + выдержка в течение часа с подачей водяного пара (в объем реактора дозировано подавалась вода, которая далее переходила в водяной пар). Выбор данных температур и продолжительности процесса обусловлен: по нижней границе – собственными предварительными исследованиями и литературными данными, а по верхней – пределами безопасной эксплуатации лабораторного оборудования.

На втором этапе исследовалось – уменьшение не только температуры протекания процесса активации, но и его продолжительности, то есть комплексное повышение эффективности процесса в целом, что наиболее значимо с промышленной точки зрения. Цель исследования на данном этапе – определение и уточнение наиболее эффективных режимных параметров активации. Проводили три серии экспериментов:

- в первой – время активной стадии активации сокращено с двух часов до одного часа + один час активации с дополнительной подачей пара;
- во второй – продолжительность процесса стандартна, но снижена нижняя температурная граница для уточнения и проверки эффективных режимных параметров (температуры);
- в третьей – продолжительность процесса стандартна, но обработка паром составляла два часа при температуре активации $T = 600$ °С, одновременно с выдержкой.

Для проведения экспериментальных исследований на обоих этапах использовалась лабораторная установка (рис. 1).

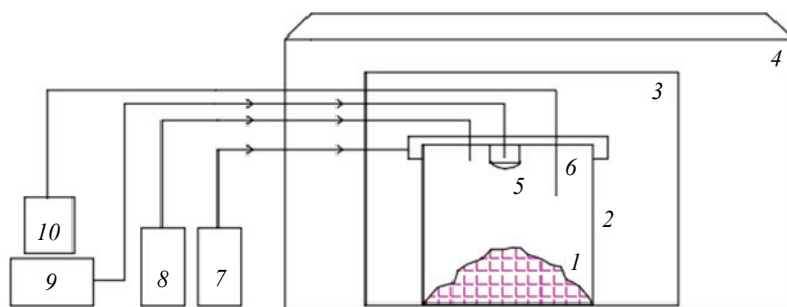


Рис. 1. Схема лабораторной установки:

1 – активируемый материал; 2 – реактор активации; 3 – муфельная печь; 4 – вытяжной шкаф; 5 – чаша для испарения воды; 6 – термopар; 7 – расходомер инертного газа для подачи в газовый шлюз; 8 – расходомер инертного газа для подачи в реактор активации; 9 – шприцевый дозатор; 10 – программатор

В муфельной печи 3 установлен реактор активации 2, в который подается инертный газ – аргон, причем, как непосредственно в сам реактор, так и в газовый шлюз, обеспечивающий герметичность. Расход инертного газа регулируется расходомерами газа лабораторными 7 и 8. В качестве дополнительного воздействия на активируемую реакцию смесь 1 в реактор подается с помощью шприцевого дозатора 9 вода, которая, попадая в чашу 5, испаряется. Температура в реакторе контролируется термопарой 6, подключенной к программатору «Овен ТРМ 101» 10. Причем муфельная печь установлена в вытяжном шкафу 4. Активируемый материал представляет собой реакцию смесь, которая состоит из карбонизата – предварительно термообработанного углеродного сырья и гидроксида калия в соотношении 1:3.

Диагностика характеристик активированного углеродного материала проводилась с помощью анализатора поверхности и пористости Nova Quantachrome E1200. Удельная поверхность определялась по многоточечному методу BET, удельный объем пор и их распределение по размерам – по методу DFT.

Результаты исследования и их обсуждение

На первом этапе исследований получены данные, представленные в табл. 1. Наиболее эффективным значением температуры при дополнительной обработке паром, который выполняет роль мягкого окислителя, является 600 °С. При этой температуре, согласно проведенному исследованию, наблюдается наиболее сильный синергетический эффект от температуры и воздействия пара на образование удельной поверхности и пористость. Соответственно, эффект от применения дополнительной обработки значительно увеличивался (снижение температуры активации – важный промышленный плюс, так как ее понижение с 750 до 600 °С – это переход к более простым технологическим процессам и оборудованию).

Также, из полученных результатов видно, что при увеличении температуры наблюдается уменьшение удельного объема пор со смещением их распределения из микро- в мезодиапазон, что можно объяснить интенсификацией суммарного воздействия высокой температуры, соединений калия и присутствия пара с последующим разрушением структуры углеродного материала, то есть разрушением микропористой структуры с образованием мезопористой.

Полученные результаты хорошо согласуются с химическими процессами, протекающими при активации, а также рассмотренными в работах [3, 12, 22], и указывают на смещение равновесия при изменении условий по сравнению со «стандартным» процессом активации [10]. Вследствие чего, можно предположить, что в качестве особенностей данного варианта активации будет наличие дополнительно протекающей окислительно-восстановительной реакции Будуара на поверхности активируемого углеродного материала. При этом лимитирующими будут являться реакции, которые чувствительны к исходным компонентам

Таблица 1

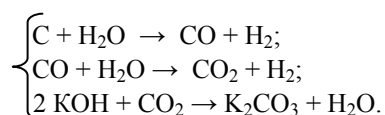
Исследование влияния обработки водяным паром на параметры активированного материала

Нагрев, °С	S_{BET} , м ² /г	S_{DFT} , м ² /г	$V_{\Sigma\text{DFT}}$, см ³ /г	$V_{\text{микропор}}$, см ³ /г	Размер пор тах/средний
600	2691	1845	1,329	0,82	5,16/2,08
750	1831	1481	0,892	0,63	5,29/1,88
850	2098	1416	1,278	0,51	5,68/3,2

**Результаты экспериментов по уточнению режимных параметров
процесса высокотемпературной активации**

Серия	$S_{\text{ВЕТ}}, \text{ м}^2/\text{г}$	$S_{\text{DFT}}, \text{ м}^2/\text{г}$	$V_{\Sigma\text{DFT}}, \text{ см}^3/\text{г}$	$V_{\text{микропор}}, \text{ см}^3/\text{г}$	$V_{\text{мезопор}}, \text{ см}^3/\text{г}$
Первая	1709	1588	0,758	0,755	0,003
Вторая	591	668	0,285	0	0,285
Третья	1297	1538	0,627	0	0,627

изменению температуры и характеризуются протеканием в условиях избыточного содержания водяного пара в присутствии металла, являющегося катализатором, в данном случае калия:



Результаты по второму этапу исследований, представлены в табл. 2. Их анализ позволяет сделать следующие выводы: *в первой серии* для получения высоких характеристик активированного материала не хватило времени активации; *во второй* – «процесс не пошел», так как не были созданы необходимые условия для протекания процесса активации; *в третьей* – получен мезопористый материал с невысокими характеристиками, что может свидетельствовать о неотработанности данного варианта реализации процесса.

Тем не менее полученные на этом этапе результаты исследований нельзя считать окончательными или отрицательными, так как данное направление совершенствования процесса активации является весьма перспективным, но требующим проведения дополнительных исследований и настройки режимных параметров, то есть необходимости проведения дополнительных исследований по определению продолжительности процесса – причем, как выдержки, так и подачи пара, а также уточнения температуры, подбора исходного углеродного сырья и ряда др.

Выводы

Проведенные исследования доказали возможность снижения температуры протекания высокотемпературной щелочной активации с 750 до 600 °С при подаче воды в реактор в объеме 17,5 мл³ в течении часа, что является главной составляющей при масштабировании данного процесса от лабораторных исследований до промышленного производства, являясь важным промышленным плюсом, в том числе реальным шагом для перехода к более простой реализации данного процесса. Это достигается за счет синергетического эффекта от суммарного воздействия КОН и водяного пара на активируемый углеродный материал, обеспечивая образование высокопористой удельной поверхности с большим объемом микро- и мезопор, при этом получен высокопористый углеродный материал с удельной поверхностью около 2700 м²/г по ВЕТ и объемом микро- и мезопор по DFT более 1,32 см³/г. Следовательно, все поставленные цели в рамках данного исследования успешно достигнуты.

Список литературы

1. Мищенко, С. В. Углеродные наноматериалы. Производство, свойство, применение / С. В. Мищенко, А. Г. Ткачев. – М. : Машиностроение, 2008. – 320 с.
2. Фенелонов, В. Б. Пористый углерод / В. Б. Фенелонов. – Новосибирск : Институт катализа СО РАН, 1995. – 518 с.
3. Адсорбционные системы аккумуляции метана на основе углеродных пористых структур / А. Ю. Цивадзе, О. Е. Аксютин, А. Г. Ишков [и др.] // Успехи химии. – 2018. – Т. 87, № 10. – С. 950 – 983.
4. Popova, A. A. Apparatus and Technological Design of the Production Process of Activated Highly Porous Carbon Material / A. A. Popova, I. N. Shubin // Journal of Physics: Conference Series. – 2021. – Vol. 1942. – P. 012025. doi: 10.1088/1742-6596/1942/1/012025
5. Попова, А. А. Синтез и исследование нанопористого углеродного материала / А. А. Попова, Р. Э. Алиев, И. Н. Шубин // Современная техника и технологии: проблемы, состояние и перспективы : материалы X Всероссийской науч.-практ. конф., 16–17 октября 2020 г., Рубцовск. – Рубцовск, 2020. – С. 136 – 141.
6. Influence of the Activating Agent and the Inert Gas (Type and Flow) Used in an Activation Process for the Porosity Development of Carbon Nanofibers / V. Jiménez, P. Sánchez, J. L. Valverde, A. Romero // Journal of Colloid and Interface Science. – 2009. – Vol. 336. – P. 712 – 722. doi: 10.1016/j.jcis.2009.04.017
7. Carbon Activation with KOH as Explored by Temperature Programmed Techniques, and the Effects of Hydrogen / D. Lozano-Castello, J. M. Calo, D. Cazorla-Amoros, A. Linares-Solano // Carbon. – 2007. – Vol. 45. – P. 2529 – 2536. doi: 10.1016/j.carbon.2007.08.021
8. Пат. № 2620404 Российская Федерация, МПК C01B 31/08. Способ получения мезопористого углерода / А. Г. Ткачев, А. В. Мележик, Г. В. Соломахо ; заявитель и патентообладатель ООО «НаноТехЦентр». – № 2016102551; заявл. 26.01.2016 ; опубл. 25.05.2017, Бюл. № 15. – 19 с.
9. Пат № 2736586 Российская Федерация, МПК B01J 20/20, B01J 20/30. Формованный наноструктурированный микропористый углеродный сорбент и способ его получения / А. Г. Ткачев, Н. Р. Меметов, А. Е. Кучерова, А. В. Мележик, И. Н. Шубин, А. Д. Зеленин, А. А. Попова ; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет». – № 2019121997 ; заявл. 09.07.2019 ; опубл. 18.11.2020, Бюл. № 32. – 7 с.
10. Попова, А. А. Особенности технологии получения нанопористого углеродного материала / А. А. Попова, М. К. Гусейнов, И. Н. Шубин // Вестн. Дагестанского гос. ун-та. Серия 1: Естественные науки. – 2021. – Т. 36, № 4. – С. 7 – 12. doi: 10.21779/2542-0321-2021-36-4-7-12
11. Попова, А. А. Аппаратурно-технологическое оформление производства активированного углеродного материала / А. А. Попова // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2021. – Т. 27, № 2. – С. 318 – 327. doi: 10.17277/vestnik.2021.02.pp.318-327
12. Synergistic Effect of Potassium Hydroxide and Steam Co-Treatment on the Functionalization of Carbon Nanotubes Applied as Basic Support in the Pd-Catalyzed Liquid-Phase Oxidation of Ethanol / W. Dong, W. Xia, K. Xie [et al.] // Carbon. – 2017. – Vol. 121. – P. 452 – 462. doi: 10.1016/J.CARBON.2017.06.019
13. Surface and Structural Characterization of Multi-Walled Carbon Nanotubes Following Different Oxidative Treatments // K. A. Wepasnick, B. A. Smith, K. E. Schrote [et al.] // Carbon. – 2011. – Vol. 49 (1). – P. 24 – 36. doi: 10.1016/J.CARBON.2010.08.034

14. KOH-Activated Multi-Walled Carbon Nanotubes as Platinum Supports for Oxygen Reduction Reaction / C. He, S. Song, J. Liu [et al.] // *Journal of Power Source*. – 2010. – Vol. 195, No. 21. – P. 7409 – 7414. doi: 10.1016/j.jpowsour.2010.05.050
 15. Porous Carbon Nanotubes Etched by Water Steam for High-Rate Large-Capacity Lithium-sulfur Batteries / Z. Xiao, Z. Yang, H. Nie [et al.] // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2014. – No. 23. – P. 8683 – 8689. doi: 10.1016/j.jpowsour.2010.05.050
 16. The Superior Electrochemical Performance of Oxygen-Rich Activated Carbons Prepared from Bituminous Coal / C. Zhang, D. Long, B. Xing [et al.] // *Electrochemistry Communications*. – 2008. – Vol. 10, No. 11. – P. 1809 – 1811. doi: 10.1016/j.elecom.2008.09.019
 17. Wang, J. KOH Activation of Carbon-Based Materials for Energy Storage / J. Wang, S. Kaskel // *Journal of Materials Chemistry*. – 2012. – No. 45. – P. 23710 – 23725. doi: 10.1039/C2JM34066F
 18. Quantitative Studies on the Oxygen and Nitrogen Functionalization of Carbon Nanotubes Performed in the Gas Phase / C. Li, A. Zhao, W. Xia [et al.] // *The Journal of Physical Chemistry C*. – 2012. – Vol. 116, No. 39. – P. 20930 – 20936. doi: 10.1021/jp306866q19
 19. Chen, P. The Influence of the Residual Growth Catalyst in Functionalized Carbon Nanotubes on Supported Pt Nanoparticles Applied in Selective Olefin Hydrogenation / P. Chen, L. M. Chew, W. Xia // *Journal of Catalysis*. – 2013. – Vol. 307. – P. 84 – 93. doi: 10.1016/j.jcat.2013.06.030
 20. Nzihou, A. A Review of Catalysts for the Gasification of Biomass Char, with Some Reference to Coal / A. Nzihou, B. Stanmore, P. Sharrock // *Energy*. – 2013. – Vol. 58. – P. 305 – 317. doi: 10.1016/J.ENERGY.2013.05.057
 21. Popova, A. A. Features of Nanoporous Carbon Material Synthesis / A. A. Popova, R. E. Aliev, I. N. Shubin // *Advanced Materials & Technologies*. – 2020. – No. 3 (19). – P. 28 – 32. doi: 10.17277/amt.2020.03.pp.028-032
 22. Попова, А. А. Исследование влияния технологических параметров на аппаратное оформление процесса производства активированного углеродного материала / А. А. Попова, И. Н. Шубин // *Известия высш. учеб. заведений. Машиностроение*. – 2022. – № 1 (742). – С. 20 – 30. doi: 10.18698/0536-1044-2022-1-20-30
-

Investigation of the Process of High-Temperature Alkaline Activation of Carbon Material with Additional Action of Water Vapor

A. A. Popova, I. N. Shubin

*Department of Equipment and Technology for Nanoproduction,
alyona.popova.93@list.ru; TSTU, Tambov, Russia*

Keywords: activated carbon material; high temperature activation; characteristics diagnostics; technological modes.

Abstract: Experimental studies have been carried out to determine the effective technological modes of high-temperature alkaline activation of carbon material. During the activation, the reaction mixture, consisting of pre-carbonized carbon raw materials and alkali, was additionally exposed to water vapor. Efficient regime values, namely

the duration of the process, the temperature, the consumption of inert gas and water, which ensure the production of an activated highly porous carbon material with a BET specific surface area of up to 2700 m²/g and a DFT pore volume exceeding 1.32 cm³/g per micro- and mesometric range, have been established.

References

1. Mishchenko S.V., Tkachev A.G. *Uglerodnyye nanomaterialy. Proizvodstvo, svoystvo, primeneniye* [Carbon nanomaterials. Production, property, application], Moscow: Mashinostroyeniye, 2008, 320 p. (In Russ.)
2. Fenelonov V.B. *Poristy uglerod* [Porous carbon], Novosibirsk: Institut kataliza SO RAN, 1995, 518 p. (In Russ.)
3. Tsvadze A.Yu., Aksyutin O.Ye., Ishkov A.G. [et al.] [Adsorption systems for methane accumulation based on carbon porous structures], *Uspekhi khimii* [Advances in chemistry], 2018, vol. 87, no. 10, pp. 950-983. (In Russ.)
4. Popova A.A., Shubin I.N. Apparatus and Technological Design of the Production Process of Activated Highly Porous Carbon Material, *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, vol. 1942, p. 012025, doi: 10.1088/1742-6596/1942/1/012025
5. Popova A.A., Aliyev R.E., Shubin I.N. *Sovremennaya tekhnika i tekhnologii: problemy, sostoyaniye i perspektivy* [Modern equipment and technologies: problems, state and prospects], Proceedings of the X All-Russian Scientific Practical Conference, 16-17 October, 2020, Rubtsovsk, 2020, pp. 136-141. (In Russ.)
6. Jiménez V., Sánchez P., Valverde J.L., Romero A. Influence of the Activating Agent and the Inert Gas (Type and Flow) Used in an Activation Process for the Porosity Development of Carbon Nanofibers, *Journal of Colloid and Interface Science*, 2009, vol. 336, pp. 712-722, doi: 10.1016/j.jcis.2009.04.017
7. Lozano-Castello D., Calo J.M., Cazorla-Amoros D., Linares-Solano A. Carbon Activation with KOH as Explored by Temperature Programmed Techniques, and the Effects of Hydrogen, *Carbon*, 2007, vol. 45, pp. 2529-2536, doi: 10.1016/j.carbon.2007.08.021
8. Tkachev A.G., Melezhik A.V., Solomakho G.V. *Sposob polucheniya mezoporigoto ugleroda* [Method for producing mesoporous carbon], Russian Federation, 2017, Pat. 2620404. (In Russ.)
9. Tkachev A.G., Memetov N.R., Kucherova A.Ye., Melezhik A.V., Shubin I.N., Zelenin A.D., Popova A.A. *Formovanny nanostrukturirovanny mikroporisty uglerodnyy sorbent i sposob yego polucheniya* [Molded nanostructured microporous carbon sorbent and method of its production], Russian Federation, 2020, Pat 2736586. (In Russ.)
10. Popova A.A., Guseynov M.K., Shubin I.N. [Features of the technology for obtaining nanoporous carbon material], *Vestnik Dagestanskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya I: Yestestvennyye nauki* [Bulletin of the Dagestan State University. Series 1: Natural Sciences], 2021, vol. 36, no. 4, pp. 7-12, doi: 10.21779/2542-0321-2021-36-4-7-12 (In Russ., abstract in Eng.)
11. Popova A.A. [Hardware and technological design of the production of activated carbon material], *Transactions of the Tambov State Technical University*, 2021, vol. 27, no. 2, pp. 318-327, doi: 10.17277/vestnik.2021.02.pp.318-327 (In Russ., abstract in Eng.)
12. Dong W., Xia W., Xie K., Peng B., Muhler M. Synergistic Effect of Potassium Hydroxide and Steam Co-Treatment on the Functionalization of Carbon Nanotubes

Applied as Basic Support in the Pd-Catalyzed Liquid-Phase Oxidation of Ethanol, *Carbon*, 2017, vol. 121, pp. 452-462, doi: 10.1016/J.CARBON.2017.06.019

13. Wepasnick K.A., Smith B.A., Schrote K.E., Wilson H.K., Diegelmann S.R., Fairbrother D.H. Surface and Structural Characterization of Multi-Walled Carbon Nanotubes Following Different Oxidative Treatments, *Carbon*, 2011, vol. 49 (1), pp. 24-36, doi: 10.1016/J.CARBON.2010.08.034

14. He C., Song S., Liu J., Maragou V., Tsiakaras P. KOH-Activated Multi-Walled Carbon Nanotubes as Platinum Supports for Oxygen Reduction Reaction, *Journal of Power Source*, 2010, vol. 195, no. 21, pp. 7409-7414, doi: 10.1016/j.jpowsour.2010.05.050

15. Xiao Z., Yang Z., Nie H., Lu Y., Yang K., Huang S. Porous Carbon Nanotubes Etched by Water Steam for High-Rate Large-Capacity Lithium-sulfur Batteries, *Journal of Materials Chemistry A*, 2014, no. 23, pp. 8683-8689, doi: 10.1016/j.jpowsour.2010.05.050

16. Zhang C., Long D., Xing B. [et al.] The Superior Electrochemical Performance of Oxygen-Rich Activated Carbons Prepared from Bituminous Coal, *Electrochemistry Communications*, 2008, vol. 10, no. 11, pp. 1809-1811, doi: 10.1016/j.elecom.2008.09.019

17. Wang J., Kaskel S. KOH Activation of Carbon-Based Materials for Energy Storage, *Journal of Materials Chemistry*, 2012, no. 45, pp. 23710-23725, doi: 10.1039/C2JM34066F

18. Li C., Zhao A., Xia W., Liang C., Muhler M. Quantitative Studies on the Oxygen and Nitrogen Functionalization of Carbon Nanotubes Performed in the Gas Phase, *The Journal of Physical Chemistry C*, 2012, vol. 116, no. 39, pp. 20930-20936, doi: 10.1021/jp306866q19

19. Chen P., Chew L.M., Xia W. The Influence of the Residual Growth Catalyst in Functionalized Carbon Nanotubes on Supported Pt Nanoparticles Applied in Selective Olefin Hydrogenation, *Journal of Catalysis*, 2013, vol. 307, pp. 84-93, doi: 10.1016/j.jcat.2013.06.030

20. Nzihou A., Stanmore B., Sharrock P. A Review of Catalysts for the Gasification of Biomass Char, with Some Reference to Coal, *Energy*, 2013, vol. 58, pp. 305-317, doi: 10.1016/J.ENERGY.2013.05.057

21. Popova A.A., Aliev R.E., Shubin I.N. Features of Nanoporous Carbon Material Synthesis, *Advanced Materials & Technologies*, 2020, no. 3 (19), pp. 28-32, doi: 10.17277/amt.2020.03.pp.028-032

22. Popova A.A., Shubin I.N. [Study of the influence of technological parameters on the instrumentation of the process of production of activated carbon material], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroyeniye* [News of higher educational institutions. Engineering], 2022, no. 1 (742), pp. 20-30, doi: 10.18698/0536-1044-2022-1-20-30 (In Russ., abstract in Eng.)

Untersuchung des Prozesses der alkalischen Hochtemperaturaktivierung von Kohlenstoffmaterial mit zusätzlicher Wirkung des Wasserdampfes

Zusammenfassung: Es sind experimentelle Studien durchgeführt, um die effektiven technologischen Modi der alkalischen Hochtemperaturaktivierung von Kohlenstoffmaterial zu bestimmen. Während der Aktivierung wurde das Reaktionsgemisch, bestehend aus vorkarbonisierten Kohlenstoffrohstoffen und Alkali,

zusätzlich dem Wasserdampf ausgesetzt. Es sind effiziente Regimewerte festgelegt, nämlich: die Dauer des Prozesses, die Temperatur, der Verbrauch an Inertgas und Wasser, die die Herstellung eines aktivierten hochporösen Kohlenstoffmaterials mit einer spezifischen Oberfläche nach BET bis zu $2700 \text{ m}^2/\text{g}$ und ein DFT-Porenvolumen von mehr als $1,32 \text{ cm}^3/\text{g}$ pro mikro- und mesometrischem Bereich gewährleisten.

Étude du processus de l'activation alcaline à haute température du matériau carboné avec un impact supplémentaire de vapeur d'eau

Résumé: Sont réalisées les études expérimentales pour déterminer les modes technologiques efficaces d'activation alcaline à haute température du matériau carboné. Au cours de l'activation, est effectué un effet supplémentaire de vapeur d'eau sur un mélange réactionnel constitué d'une matière première carbonisée et d'un alcali. Sont établies les valeurs de fonctionnement efficaces: la durée du processus, la température, le débit de gaz inerte et d'eau, qui permettent d'obtenir un matériau de carbone hautement poreux active.

Авторы: *Попова Елена Алексеевна* – аспирант кафедры «Техника и технологии производства нанопродуктов»; *Шубин Игорь Николаевич* – кандидат технических наук, доцент кафедры «Техника и технологии производства нанопродуктов», ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия.