Studying The Effect of Annealing Temperature and Annealing Time on Physical Properties of Graphite

Dr.Ali M .Mousa
Applied sciences Department, University of Technology/ Baghdad
Email:alzuhery2000@yahoo.com
Samer Bahjit
Applied sciences Department, University of Technology/ Baghdad

Received on: 26/8/2008 & Accepted on: 9/10/2008

ABSTRACT

Graphite electrodes prepared by using carbon black as a filler material and phenolic resin as a binder. The samples treated thermally within temperature rang of 750-950)c for two and three hours . the variation in electrical resistivity and structural properties as a function of the two variables were studied . electrical resistivity decreased with increasing treatment temperature and time. Increasing temperature resulting in graphitization degree increasing ,also the inter atomic distance comparing to the standard values decreased with increasing treatment temperature and time of treatment.

Keywords : Graphite, x-ray diffraction, Thermal annealing, Electrical resistivity.

دراسة تأثير الحرارة وزمن المعالجة على خصائص الكرافيت

الخلاصة

في هذا البحث صنعنا اقطاب كرافيت باستخدام هباب الكربون كمادة حشو واستخدمنا صمغ الفينول فورمالدهايد كمادة رابطة .جرت معالجة العينات حراريا بمدى من درجات الحرارة(700-950)°م ولزمنين ساعتين وثلاثة ساعات .درس التغير في المقاومية الكهربائية والخصائص التركيبية بدلالة المتغيرين زمن المعالجة ودرجة الكرفتة ,تناقص الكهربائية بزيادة كلا من درجة الحرارة وزمن المعالجة .بزيادة درجة حرارة المعالجة تزداد درجة الكرفتة ,تناقص الفرق في المسافات البينية للعينات مقارنة بالعينات المثالية بزيادة كلا من درجة حرارة وزمن المعالجة .

المقدمة

يشهد عصرنا الحالي ثورة علمية في مجال البدائل الصناعية للحد من مشكلة نفاذ المصادر التقليدية او حتى استبدالها بمواد مركبة ذات مميزات ايجابية تحقق شروط تقنية غير متوفرة في بعض المواد المعروفة. نستطيع استبدالها بغيرها لجملة اسباب و من هذه المواد الذي لايمكن الاستغناء عنها :الكرافيت الذي يعتبر واحد من اهم المواد التي عرفتها البشرية وذلك بسبب امتلاكه لخصائص ومميزات حرارية و كيميا و ية وميكانيكية انفردبها عن بقية المواد مكنته من تحمل الظروف المحيطية القاسية التي تفشل فيها معظم المواد الاخرى .والكرافيت بعض المواد تزداد اعلى نسبة متنانة الى الوزن الامر الذي يمكن من تشغيل قطع الكرافيت الى حدود المايكرون.استخدم الكرافيت الصناعي كمادة معدلة "moderator" وكمادة عاكسة "reflector" في المفاعلات النووية الحرارية بسبب امتلاكه مساحة مقطع لامتصاص النيوترونات قليلة وبنفس الوقت استخدم الكرافيت بشكل رئيس كقطب في مصاهرالصلب(2), وفي الوقت الحاضر يستخدم مع الليثيوم في اقطاب بطاريات الجافة (3)صناعيا تحضر اقطاب الكرافيت من الكاربون مع مادة رابطة ويصارالى كبس الخليط وبعدها تخرج المكبوسة لكي تجري عليها عملية الكرفتة على انها عملية

https://doi.org/10.30684/etj.30.17.13
2412-0758/University of Technology-Iraq, Baghdad, Iraq
This is an open access article under the CC BY 4.0 license http://creativecommons.org/licenses/by/4.0

معالجة القطب بالتسخين الكهربائي وصولاالى درجة حرارة 3000م) (4). والغرض من هذه الخطوة لاعطاء ذرات الكربون(الفحم النفطي) والمادة الرابطة الفرصة لكي تتوجه في تركيب شبيكة الكرافيت , وعملية الترتيب هذه تولد الكرافيت بخصائص مقاربة للخصائص المعدنية التي تجعل من الكرافيت ذي فائدة في العديد من التطبيقات.في المراحل المبكرة من الكرفتة ,تتواجد ذرات الكربون في طبقاتمنتظمة لمنظومة حلقة البنزين المتكثفة والمتولدة من بلمرة .ومن خلال دراسة الاشعة السينية للفحم الاولى يظهر تنظيم بمحورين (two-dimensional order) في المراحل الاولى من تطور الكرفتة (5).وبزيادة درجة حرارة صلادته "herdness" مع زيادة درجة الحرارة , وهو يتحمل التغيرات أبعاده مما جعل مصممي الصواريخ يعمدون الى أستخدامه في منطقة النوزلات (Nozzles) التي يتسبب اي تغيير في أبعادها الى حصول تغير في أبعادها الى حصول تغير كبير في أداء الصاروخ .والكرافيت واحد من أكثر المواد خمولاً "كيمياويا " وبمقدوره أن يشع طاقة حرارية أكثر من أية مادة أخرى في درجة الحرارة عينها . كذلك ينفرد الكرافيت بأمتلاكه لضغط بخاري واطئ مكنه من العلمل بدرجة حرارة (3000)°م وأضافة لما يمتلك الكرافيت أعلى نسبة متانة الى الوزن الامر الذي يمكن من تشغيل قطع الكرافيت الى حد المايكرون الفحم يزداد أرتفاع طبقات المستويات المتراصة . وتنحرف الطبقات حول أحداثي عمودي عليها . ولكن مع هذا لن يتطور الانتظام بالأحداثيات الثلاث ألا أذا بلغت درجة الحرارة 2200°م . وبزيادة درجة الحرارة الى 300°م تبلغ معظم ذرات الكربون الحالة التي عليها في بلورات الكرافيت المثالي . وأعتمادا على حجم وتوجه البلورات فأن خصائص الكرافيت المصنع يمكن تغييرها وبشكلمسيطر عليه لتلائم التطبيقات الحرجة المحتملة .

في الوقت الحاضر لاتختلف الأفران المستخدمة لكرفتة الاقطاب عما كان عليه الفرن الاول الذي صنع في عام 1895 من قبل اشيسون [6] . الفرن يعتمد على الطاقة الكهربائية لتسخين أطنان من الاقطاب لكي يصل الى درجة 3000 °م في عملية التسخين الكهربائي هذه يكون معدل التسخين (40 – 60) °م/ساعة . عليه يكون معدل التسخين بحدود ثلاثة أيام وبنهاية التسخين تكون درجة حرارة القطب قد بلغت - 3000 2800 °م ويكون معدل الطاقة الكلية الداخلة 4.5 واط .ساعة /كغم . بعد هذا تبدأ مرحلة التبريد والتي تتطلب (8-10) أيام ويفترض أن يتم التبريد مع المحافظة على عدم أتصال القطب بالهواء لكي تضمن عدم التأكسد [7-9] .

في هذا البحث حاولنا تصنيع أقطاب من هباب الكربون وأجرينا عليها عمليات تسخين في جو مفرغ بدرجتي حرارة (700 – 950) °م وزمن التسخين (ساعتين وثلاث ساعات) لتحديد مدى تأثير هذين العاملين في الخصائص التركيبة والخصائص الكهربائية كدالة لكل منهمنا ومدى اقتراب القطب من الخصائص المثالية للقطب

الجانب العملي والقياسات

اولا: صنعت اقطاب الكرافيت بطول (9cm) وقطر (33mm) وذلك بكبس مادة الحشو ومادة الربط داخل قالب اسطواني الشكل واستخدام قوة كبس (5طن). في هذا البحث استخدم هباب الكاربون (carbon black) كمادة حشو وبنسبة وزنية 80% لاسباب عديدة اهمها :

-كونها مادة تخلو من اي مخالفات رماد .

-خالية من الكبريت الذي يمكن يتاكسد ويسبب انتفاخ وتلف القطب .

-مادة يمكن تصنيعها في العراق

اما المادة الرابطة فكانت صمغ الفينول فورمالدهايد وبنسبة وزنية 20% من وزن القطب .يعتبر صمغ الفينول فورمالدهايد من الاصماغ الحرارية وعند الحرق يتحول الى كاربون . تبدا عملية التصنيع بالخلط الجيد لهباب الكاربون مع الصمغ وضمان ترطيب كل مادة هباب الكاربون وتركه لمدة نصف ساعة لضمان الامتصاص والتشرب وبعد ذلك توصضع الكمية داخل القالب وتتعرض للكبس ويجري ربط الجزأين الاعلى والاسفل للقالب بشكل محكم بحيث نضمن استمرار الكبس في العمليات اللاحقة . بعد ذلك يوضع القالب داخل فرن الحرق الابتدائي بدرجة حرارة (150c) ولمدة ساعة واحدة بعد انتهاء هذه الخطوة يستخرج القالبي لكي يبرد .

المرحلة الثانية :مرحلة الحرق وفي هذه المرحلة توضع العينة داخل انبوب من زجاج الكوارتز (الذي يتحمل درجة حرارية اعلى من 1000 درجة مئوية .) ثم تربط الى مضخة ميكانيكة دوارة لكي تسحب الابخرة التي تنتج اثناء عملية الحرق . يسخن فرن الحرق بمعدل تسخين قدره (100 درجة /دقيقة) وبسيطرة قدرها (+_5) درجة مئوية . الجدول (1) يبين مواصفات ظروف تحضير العينات قيد الدراسة .

PDF created with pdfFactory Pro trial version www.pdffactory.com

الجدول (1) مواصفات تحضير العينات

	زمن المعالجة (ساعة)	درجة الحرارة(م)
s1	700	2
s2	800	2
s3	850	2
s4	900	2
s5	950	2
s6	700	3
s7	800	3
s8	850	3
s9	900	3
s10	950	3

القياسات

بعد الانتهاء من الحرق تقطع الاقطاب الى اقراص بسمك (5ملم) تستخدم لفحص التوصيلية الكهربائية وقياس حيود الاشعة السينية

أ- قياس المقاومية الكهربائية

تم حساب المقاومية الكهربائية(p) بأستخدام قانون اوم وذلك بتصنيع قطبين على الجانبين المتقابلين باستخدام عجينة الفضة ومن خلال تسليط فرق جهد والتيار الذي يسري تحسب المقاومية الكهربائية (r) ومنها تحسب المقاومية الكهربائية ومن خلال العلاقة :

$$P=R*A/l \qquad (1)$$

حيث A: مساحة الاتصال ,1: المسافة الفاصلة بين الاقطاب

ب- قياسات البنية التركيبية

تفحص البنية التركيبية بواسطة حيود الاشعة السينية (diffraction X-ray) , وفي دراستنا استخدمنا منظومة (philips-pw 1840) بالمواصفات التالية الطول الموجي (A 1.54) وسرعة المسح (3 degree/min) ولمدى من الزاويا من 20-80 درجة .

تحسب قيمة المسافة البينية للمستويات (d) عند اية زاوية حيود (20) من معادلة براك (bags equation)

$$N =2d \sin \qquad \ldots. (2)$$

حيث n مرتبة حيود الاشعة , d المسافة البينية , زاوية الحيود,طول موجة الشعاع الساقط {11, 10}.

ولغرض المقارنة اعتمدنا المستوى (002) الذي يمتلك الشدة الاكبر من بين المستويات والمستوى الثاني هو العينة (001) .ومن خلال المقارنة بين النتائج التي حصلنا عليها مع النتائج القياسية تم رسم منحنيات توضح الانفراج في زوايا الحيود , المسافات البينية والانفعال الذي يصاحب العينات من خلا العلاقة التالية

$$C=d-d0 / d0 \qquad \ldots..(3)$$

حيث d0 تمثل المسافات البينية القياسية من (astm) و d تمثل المسافات البينية المقاسة .

من خلال المعلومات المستحصلة لنوعين مختلفين من الكرافيت اولهما طبيعي مستخرج من جزر سيلان ويحمل نفس الاسم (celon sample|).

والثاني صناعي يحمل الرمز(4H) يظهر فروقات واضحة لقيم المسافات البينية للمستويات وزوايا الحيود لكلا النوعين .

PDF created with pdfFactory Pro trial version www.pdffactory.com

النتائج والمناقشة

نتائج التوصيلية الكهربائية

الشكل (1)يوضح التغير في المقاوميه الكهربائية مع تغير درجة حرارة المعالجة في حالتي التلدين لساعتين وثلاثة ساعات .من مقارنة المنحنين يظهر جليا ان تأثير درجة حرارة التلدين يكون اكبر كلما ازدادت درجة الحرارة (واقل قيمة حصلنا عليها كانت اكبر من القيمة القياسية (4*10 اوم-سم) وهذا ما يؤكده الشكل رقم (2)الذي يوضح الفرق في قيم التوصيلية الكهربائية ( ) والتي تمثل الفرق في التوصيلية الكهربائية عند نفس درجة حرارة المعالجة بزمن ثلاثة ساعات وساعتين .من الشكل يظهر جليا ان الزيادة اسيه ويمكن تمثيلها بالعلاقة حيث ( ) تمثل التوصيلية الكهربائية عند درجة 700م

نتائج حيود الاشعة السينية للعينات قيد الدراسة. من مقارنة هذه المخططات يظهر لنا معلمات الحيود تختلف باختلاف ظروف التلدين . ولاجل المقارنة اعتمدنا المستوين (002)و (004) واللذان يمتلكان شدة الحيود 100%و80% على التوالي.

الجدول (2)يبين قيم المسافات البينية وشدة الحيود لقمم هذين المستويين بدلالة ظروف التلدين.

الشكلين (5,4) يظهران الزيادة في شدة الاشعة السينية للمستوى (002) عند زمن تلدين ساعتين وثلاثة ساعات. من مقارنة الشكلين يظهر جليا ان الشدة تزداد مع زيادة زمن التلدين وفي الوقت الذي تستقر قيم الشدة عند زمن الساعتين لايظهر مثل هذا الاستقرار عند التلدين لثلاثة ساعات مما يعني ان زيادة زمن التلدين سوف يعمل على تحسين التحول للفحم باتجاه الكرافيت . الشكلين (6)و(7) يظهران تناقص الفرق بين المسافات بين المستويات للمستوى(002)مع درجة حرارة التلدين ولزمني تعامل (2) ساعة و(3)ساعة .من الشكلين يبدو واضحا تأثير زيادة زمن التلدين . الشكل (8) يظهر الفرق في المسافة البينية عند نفس درجة حرارة التلدين ولزمني التلدين حيث يظهر الهبوط الحاد في المسافة البينية بزيادة زمن التلدين وذلك بسبب تحسن الخصائص التركيبة. الشكلين (9)و(10) يظهران التغير الاجهاد الذي يصاحب العينات بتغير درجة حرارة معالجة وعند زمني معالجة . من الشكلين يظهر جليا ان تغير زمن التلدين لم يؤثر كثيرا في قيم الاجهاد وهذا يعني انة ولتقليص قيم الاجهادات يتوجب استخدام درجات حرارية وازمان معالجة اخرى .

الاستنتاجات

بزيادة كلا من درجة حرارة وزمن من نتائج هذا البحث يمكن ان نؤشر التالي

1-ان استخدام هباب الكاربون افضل من استخدام الكاربون في عملية التصنيع لاقطاب الكرافيت لخلو هباب الكاربون من الكبريت اثناء تحضيره .

2-تقل المقاومية الكهربائية للعينات بزيادة درجة حرارة المعالجة. ولنفس درجة الحراة يكون النقصان بالمقاومية الكهربائية اكبر بزمن المعالجة .

3-بزيادة درجة حرارة المعالجة تزداد درجة الكرفتة , وتكون الزيادة اكبر بزيادة زمن المعالجة .

4-يقل الفرق بين المسافات البينية للعينات مقارنة بالعينات المثالية المعالجة

5-يقل الاجهاد في العينات بزيادة كلا من درجة حرارة وزمن المعالجة مما يعني تحسن الكرفتة .

شكر وتقدير

نشكر دائرة البحث والتطوير لدعمها المالي لانجاز البحث حسب العقد المرقم 273 في 6\6\2006

PDF created with pdfFactory Pro trial version www.pdffactory.com

الجدول (2) يبين قيم المسافات البينية وشدة الحيود لقمم المستون 002 و004

sample	002			004		
	20	I	d	20	I	d
S1	24.8	627	3.584	55.7	137	1.647
S2	24.4	1078	3.638	55.4	137	1.654
S3	25.1	901	3.543	-	-	-
S4	24.9	1588	3.559	53.4	294	1.713
S5	25.2	1666	3.496	-	-	1.695
S6	25	1333	3.547	54	392	1.635
S7	25.1	921	3.536	56	235	-
S8	25.2	1529	3.529	54.6	392	1.677
S9	25.2	1686	3.517	51	431	1.788
S10	24.4	1823	3.499	57.1	274	1.61

REFRENCES

[1]. Delage, F. C.Lage, P.Thouvenot; 2 nd international topical meeting on high temperature reactor technology Beijing , china ,22-24(2004) .
[2]. graphite electrod dc arc furnace ;report of u.s.department of energy, may 1999.
[3]. GnanarajJ.S.,R.W. Thompson ,S.N .Iaconati ,J.F.Dicar bo; Electrochemical and solid- state letter 8(2)A 128-A132(2005).
[4]. Kuznetsov ,D.M. V.K.Korobov; Refractories and industrial ceramics vol.42 (2001) 355-459.
[5]. franklin, R.E. acta crest .4, 253 (1951)
[6]. whittaker and l.i.grindstaff, M.P. garbon 7,615(1969).
[7]. Mckee;D.W. carbon 23,707 (1985).
[8]. Baker and J.J. chludzinski, R.T.K. carbon 19, 75 (1981).
[9]. Sampath, S. N. K. Kulkarni and N. C. jayderan,carbon 26, p 129 (1988).
[10].kirk-othmer, encylobedia of chemical technology, third edition, vol. 4, jhon wiley &sons inc., (1978).
[11]. fitezer and H.p Janoschek, E. high temperature –high pressures 9,234(1977).

PDF created with pdfFactory Pro trial version www.pdffactory.com