

تحضير فحم مُنشَط بمساحة سطحية عالية من نبات القُبَار وتقييم كفاءة امدصاصه للفضة والمنغنيز الذائبة في المياه

محمد حسن احمد^{1*}، ايهاب انور احمد²، علي ابراهيم خليل¹

1- قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة تكريت، العراق

2- شركة مصافي الشمال، وزارة النفط، العراق

البحث مستل من أطروحة دكتوراه الباحث الأول



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

<https://doi.org/10.54153/sjpas.2023.v5i2.462>

الخلاصة:

تم في هذا البحث تحضير فحم منشط من نبات القُبَار (*Capparis Spinosa*) عن طريق تجفيف النبات وطحنه وتنشيطه كيميائياً ثم كربنته بجو خامل من النتروجين بدرجات حرارية تراوحت بين 600-800°C. تمت عملية التنشيط باستعمال تراكيز مختلفة من حامض الفسفوريك مرة، وهيدروكسيد البوتاسيوم مرة أخرى مع تغيير درجة الحرارة وزمن الكربنة لمعرفة تأثير ظروف التفاعل على المساحة السطحية للفحم الناتج. أجريت بعض الفحوصات على عينات الفحم المحضرة لمعرفة خصائصها الفيزيائية والكيميائية، وتحديد كفاءة الامدصاص عن طريق ترشيح عينات من المياه الجوفية لناحية الزاب الأسفل-كركوك في مرشح محشو بالفحم المحضّر لمعرفة نسبة امدصاص عنصرَي الفضة والمنغنيز على سطح دقائق الفحم المنشط.

معلومات البحث:

تاريخ الاستلام: 2023/02/08

تاريخ التعديل: 2023/03/10

تاريخ القبول: 2023/03/26

تاريخ النشر: 2023/09/30

الكلمات المفتاحية:

فحم منشط، قبار، مساحة سطحية، حامض الفسفوريك، هيدروكسيد البوتاسيوم

معلومات المؤلف

الايمل:

mohammad.h.ahmad.chem406@st.tu.edu.iq

الموبايل: 009647832718301

المقدمة:

يتطلب تزايد اعداد السكان وزيادة التصنيع والإنتاج الزراعي المزيد والمزيد من المياه ذات الجودة المناسبة. في العديد من المناطق هناك نقص في المياه السطحية والتي عادةً ما تكون ملوثة. موارد المياه الجوفية غالباً ما تكون ذات جودة غير كافية ويتم استغلالها بشكل مفرط. لذا فإن المياه الجوفية مهددة بالتلوث وتدهور مناسبتها في العديد من الأماكن. ففي الأونة الاخيرة تدهورت جودة المياه الجوفية بوصفها مياه شرب بسبب الأنشطة البشرية مثل الصناعات النفطية والتخلص من النفايات ومبيدات الآفات الزراعية. من المعروف أن بعض العناصر مثل المعادن الثقيلة بكميات زائدة لها تأثيرات صحية أهمها حساسية الجلد. وان التلوث الكيميائي والميكروبي لمياه الشرب يسبب أمراضاً حادة ومزمنة، مما يستدعي اتخاذ إجراءات لتنقية المياه الجوفية [1].

يحدث تلوث المياه الجوفية بسبب المواد العضوية، وخاصة المواد الدبالية (Humic Substances)، والعناصر الثقيلة، والتي يصعب إزالتها باستخدام أنظمة المعالجة التقليدية (التهوية، الترسيب، والترشيح) [2،3]. هذه الملوثات سامة للإنسان ووجودها في الماء يمكن أن يؤثر على لون الماء وتعكره ويمكن أن تنبعث منها رائحة غير مرغوب فيها [1].

من اجل الاهتمام بالبيئة وتقليل التلوث الحاصل فيها بسبب النشاطات البشرية، أدت الابحاث المستمرة في هذا المجال الى تطوير تقنيات جديدة لفصل الملوثات عن المياه قبل استعمالها وذلك باستخدام النباتات ومخلفاتها الزراعية لإنتاج مواد كربونية ذات قدرة امدصاص عالية للملوثات. أحد الطرائق الفعالة لإزالة الملوثات من الماء هي استعمال الفحم النباتي المنشط، إذ يستعمل على نطاق واسع كمادة ممدصة فعالة ومتعددة الاستخدامات لتنقية المياه والهواء والعديد من المواد الكيميائية والمنتجات الطبيعية [4]. إذ

يُعد الامدصاص على سطح الفحم المُنشَّط أحد أكثر الطرائق شيوعاً لإزالة الملوثات من المياه نظراً لخصائصه من حيث التكلفة الواطئة، سهولة التشغيل، صديق للبيئة، والمخاطر الصحية المنخفضة أثناء عملية تصنيجه [5].

فالكربون المُنشَّط عبارة عن مادة كربونية ذات بنية صلبة تتمتع بدرجة عالية من المسامية ومساحة سطحية كبيرة تحتوي على العديد من المجموعات الوظيفية المؤكسدة مثل الأحماض الكربوكسيلية والفينولات والكربونيل واللاكتونات. تولد عملية التنشيط -التي يتم إجراؤها عادةً في درجات حرارة عالية بواسطة المعالجة الكيميائية أو بالبخار- شبكة مسامية واسعة داخل المادة الكربونية إذ تكون بنيته الداخلية مسامية معقدة للغاية وشديدة التشعب [6]. هذه المسامات المنتشرة على سطح المادة ذات أهمية كبيرة وهي موجودة في ثلاثة أشكال، مسامات دقيقة (Microspores) بقطر أقل من (2nm)، مسامات متوسطة (Mesopores) بقطر يتراوح بين (20-50)nm، ومسامات كبيرة (Macropores) بقطر أكبر من (50nm) [7،8]. باستثناء المسامات الكبيرة التي تساهم بأقل مساهمة، فإن الأخرى تساهم في زيادة مساحة السطح ووجودها على الكربون أمر حيوي لأنها العامل الرئيسي لعمليات الامدصاص. تساعد المجموعات الوظيفية أيضاً في تعزيز القدرات الامدصاصية [9].

بشكل عام، يتم تصنيف الكربون المنشط بناءً على متوسط حجم الجسيمات، إما مسحوق (PAC = Powder Activated Carbon) بمتوسط قطر يتراوح بين (0.2-5)nm، أو حبيبي (GAC = Granular Activated Carbon) بقطر أقل من (80µm) وبتوسط قطر للجسيم بين (5-10)nm [10،11].

شبكة المسامات الهائلة المنتشرة على السطح الغرض منها زيادة المساحة السطحية، إذ تصل في بعض أنواع الفحم إلى (2500 m²/g). وبالتالي، ينتج عن هذا عدد كبير من مواقع الربط (Binding Sites) والتي تعمل على امتصاص الفضائل الذاتية في المحلول عن طريق التداخل معها واحتجازها داخل المسام، ويعتمد حجم المسامات وعددها على مصدر المادة النباتية وطريقة تصنيع الفحم والعوامل المنشطة [12]. يمكن وصف التركيب الكيميائي للفحم المنشط على أنه جرافيت، باستثناء الشوائب أو المواد الكيميائية الموجودة أثناء عملية التنشيط يمكن أن تؤدي إلى دمج مجموعات وظيفية على سطحه مثل الفينولات والأحماض الكربوكسيلية والبيريدين [13]. لذا فالكربون هو المكوّن الرئيسي للفحم المنشط وبنسبة قد تصل إلى 80%، مع عناصر أخرى كالأكسجين والنتروجين والتي تمثل النسبة المتبقية [14].

ونظراً لاستعمال الكربون المنشط على نطاق واسع في تنقية المياه، فقد تم إجراء أبحاث موسعة في تعديل سطحه كيميائياً من أجل زيادة قابلية الامدصاص. لذا فهناك طريقتان رئيسيتان للتنشيط في تحضير الكربون المنشط: الفيزيائية والكيميائية. تتضمن الطريقة الفيزيائية مرحلتين، الأولى هي التحلل الحراري (الكربنة) للمواد الخام في جو خامل من النتروجين أو الأركون، تليها المرحلة الثانية وهي مرحلة التنشيط للمخلفات الصلبة عند درجات حرارة عالية (900-1000)°C بوجود CO₂ أو N₂ أو بخار الماء. أما طريقة التنشيط الكيميائي فتتم باستعمال محلول مائي من المادة المنشطة، إذ يتم تشريب المادة الخام (مخلفات النباتات) بهذا المحلول لفترة من الزمن، يتبعه تحلل حراري في جو خامل عند درجات حرارة تتراوح بين (400-800)°C [15]. تتميز الطريقة الكيميائية عن تلك الفيزيائية بكون الأولى تتم تحت درجات أقل وتحتاج إلى وقت أقل للتنشيط. بالإضافة إلى ذلك، فإن الكربون المنشط، الذي يتم الحصول عليه عن طريق التنشيط الكيميائي، يمتلك مساحة سطح كبيرة ومسامية دقيقة متشعبة، والتي يمكن التحكم في حجمها عن طريق التحكم بنوع العوامل المنشطة وظروف التفاعل [16].

يمكن أن تؤدي المعالجة الكيميائية للكربون إلى زيادة انتقائيته لامتصاص أنواع معينة من المواد، ويتم ذلك من خلال إدخال مجموعات وظيفية وربطها كيميائياً بسطح جزيئات الفحم. يتحقق ذلك من خلال إجراءات معالجة كيميائية للمادة الأولية بحامض أو قاعدة أو ملح قبل كربنتها، وهذه العملية تربط أيونات سالبة أو موجبة سطحية مما لها اثر بالغ على امتصاص المركبات الكاتيونية والأنيونية وكذلك للأنواع العضوية المشحونة مثل الأصباغ [17].

التنشيط بالحوامض يتم عادةً بالحوامض المعدنية الشائعة مثل HCl و H₃PO₄ و HNO₃ و H₂SO₄، تحت ظروف تفاعل مختلفة لكل مادة أولية والهدف هو الحصول على فحم منشط يحتوي على أكبر كمية ممكنة من المسامات والمجموعات الوظيفية كالكحولات والأحماض الكربوكسيلية واللاكتونات، على سطحه [18]. يُنشَّط الفحم أيضاً بالقواعد، ويمكن استعمال KOH و NaOH و NH₃ وغيرها من القواعد الشائعة والتي تعمل على إدخال بعض المجموعات الوظيفية الموجبة كالأمينات الأروماتية والأميدات، ويمكن استعمال درجات حرارة عالية أثناء التنشيط لغرض التخلص من المجموعات الوظيفية الحاوية على الأوكسجين وبالتالي زيادة قاعدية الفحم وتحسين قابليته على امتصاص الفضائل السالبة [19].

تساعد إضافة الكربون المُنشَّط في عملية الامدصاص في إزالة مجموعة واسعة من الملوثات والمركبات المسببة لاسرطان مثل المستحضرات الصيدلانية والملوثات المعدنية وغير المعدنية والأصباغ وحتى الطعام والرائحة من المحاليل المائية [20].

فبالمقارنة مع الممدصات الأخرى مثل الزيوليت (Zeolite) والطين والبوليمرات، يُظهر الكربون المُنشَّط أداءً واستقرارًا أفضل من حيث الامدصاص [21].

أظهر الكربون المُنشَّط المُنتج من قشور جوز الهند ومخلفات خشب الصنوبر قوة ميكانيكية جيدة وقدرات امدصاص عالية تجاه الغازات المختلفة، وتُعد أحجار الزيتون (Olive Stones) وقشور اللوز أيضًا من المواد الخام المناسبة للكربون المُنشَّط بقدرات امدصاص عالية، وقوة ميكانيكية كافية، ومحتويات منخفضة من الرماد. فالمسامات الكثيرة والضيقة المنتشرة على سطحه تجعله مناسب للامدصاص الانتقائي للغازات [22]، وكذلك امدصاص أيونات المعادن [23]. كما تم استخدام بذور البرقوق والخوخ لتحضير الكربون المُنشَّط. أظهر الكربون من بذور الخوخ توزيعًا ضيقًا لحجم المسامات وخصائص جيدة مثل المناخل الجزيئية. كانت المواد الماصة المحضرة من بذور البرقوق ذات مسامية أفضل مقارنة بتلك المحضرة من أحجار الخوخ [24].

فالكربون المُنشَّط مادة متعددة الاستخدامات يمكن استخدامها ليس فقط بوصفها مادة ممدصة في الماء والغازات ولكن أيضًا بوصفها عامل مساعد أو محفز مشترك لإزالة الملوثات من الغازات والسوائل وكذلك استخلاص المواد الكيميائية [25]. أظهرت معظم الدراسات نتائج مرضية للكربون المُنشَّط، وتحديدًا فعالية إزالة المركبات العضوية مثل الصبغات والمركبات الفينولية والمركبات غير العضوية. كما أنها تستخدم في مجال صناعة الأدوية للتخلص من السموم المبتلعة من جسم الإنسان، واستعادة الذهب والفضة والمعادن الأخرى [26]، محفزات ومحفزات مساعدة في مرشحات اقنعة الوقاية من الغازات، الصناعات الغذائية، الصناعات الكيماوية، وشركات مكافحة ملوثات السيارات [27].

استعمل نبات القُبَّار (*Capparis Spinosa*) في هذا البحث كمادة أولية لتحضير الفحم المُنشَّط. وهو نبات معمر ينتشر في منطقة البحر الأبيض المتوسط والشرق الأوسط وبعض مناطق استراليا [28]، ينتمي لعائلة القباريات (*Capparidaceae*)، له جذور سميكة وعميقة، ويبلغ ارتفاع المجموع الخضري حوالي (30-100)cm ويكون ممتلئ بالأشواك [29]. ويُعد هذا النبات ذا أهمية اقتصادية في المناطق التي ينتشر فيها كونه واحد من أكثر المواد العطرية شيوعًا في منطقة البحر الأبيض المتوسط، ويستعمل بوصفه نكهة في الطهي وبوصفه مادة مدررة للبول وارتفاع ضغط الدم ويحتوي على العديد من المكونات النشطة كيميائيًا وأحد أهم فئات المركبات الموجودة فيه هي مركبات الفلافونويد [30].

المواد وطرائق العمل

تحضير الفحم المُنشَّط [31]AC Synthesis

جمع وتجهيز المادة الأولية: قُلِّع نبات القُبَّار وجمِع من أماكن انتشاره الطبيعية في قرية اشريعة التابعة لناحية الزاب الأسفل- محافظة كركوك. تم تقطيع الجزء الخضري (الساق، الأوراق والثمار) الى قطع صغير ليسهل طحنها لاحقًا وتُركت تحت الشمس لمدة (10) أيام لغرض تجفيفها جيدًا.

بعد تجفيف النبات، تم طحنه بواسطة خَلاط ونخله بمنخل لغرض التخلص من الأجزاء كبيرة الحجم وأصبح جاهزًا للمعالجة الكيميائية والحرارية (شكل 1).



(B)

(A)

شكل 1: (A) قلع وجمع نبات القُبَّار. (B) نبات القُبَّار بعد تجفيفه وطحنه

التنشيط: تم تنشيط مسحوق القُبار كيميائيًا باستعمال اثنان من العوامل المنشطة؛ حامض الفسفوريك [32]، وهيدروكسيد البوتاسيوم [31]. جُهزت ست قناني بلاستيكية ذات عنق كبير سعة (1L) وتم وضع (50g) من مسحوق نبات القُبار في كل قنينة بعد ترقيمتها. حُضرت ثلاثة محاليل بحجم (150mL) وتركيز (0.5, 1.0, and 1.5)M من كل عامل منشط وأضيفت الى القناني الحاوية على المسحوق لتصبح النسبة الوزنية للعامل المنشط الى القبار (3:1). تُركت القناني مع محتوياتها ليوم كامل وتم تجفيفها بالفرن عند (120°C) لمدة اربع ساعات وأصبحت جاهزة لعملية الكربنة.

الكربنة: صُمم المفاعل من قبل الباحث وتكوّن من ثلاثة انابيب حديدية مغلونة بقطر (1.25inch) وطول (25cm)، تم اغلاق أحد طرفي الانابيب باستعمال اللحام وترك الطرف الثاني مع غطاء لغرض ادخال المواد الأولية في الانبوب وغلقة اثناء التسخين. استعملت انابيب حديد مغلونة بقطر (0.2cm) لربط الانابيب ببعضها لغرض انسياب الغاز الخامل. أدخلت المواد الأولية المُنشطة بحامض الفسفوريك الى داخل الانابيب الثلاثة وتم غلق الانابيب جيدًا ووضع المفاعل في فرن الحرق نوع (CARBOLITE / ELF 11/6, 1100°C) بعد توصيله بقنينة غاز نتروجين كما موضح بالشكل 2.



شكل 2: وضع المفاعل داخل الفرن وربطه بقنينة غاز N₂

شُجّل فرن الحرق وتُبئت حرارته عند (600°C) بمعدل ارتفاع (40°C.min⁻¹) وفُتحت قنينة الغاز بمتوسط تدفق (60ml.min⁻¹). بعد مرور ساعتين تم فتح الفرن وبُرّد المفاعل وأُخذت عينات من كل انبوبة وأعيد المفاعل الى الفرن لساعة أخرى بعد رفع درجة حرارته الى (700°C) وسُجبت عينات ثانية وتكررت العملية في المرّة الثالثة بعد رفع درجة الحرارة الى (800°C).

تكررت العملية مع النماذج المُنشطة بهيدروكسيد البوتاسيوم وبذلك أصبح العدد الكلي للعينات المسحوبة (18) عينة موضحة في الجدول 1. غُسلت العينات بماء غير ايوني لإزالة أي مادة منشطة عالقة وجُففت وسُحقت وجُهزت للقياسات اللاحقة. شملت القياسات تحليل حيود الأشعة السينية X-Ray/XRD، والتصوير بالمجهر الإلكتروني الماسح (SEM-EDAX)، مجهر القوة الذرية (AFM)، مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية X-Ray/EDX، تحليل (BET) لحساب المساحة السطحية لدقائق الفحم النانوية بوحدة (m²/g)، طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) لتحديد المجاميع الوظيفية السطحية باستعمال مطياف (SHIMADZU-8400S)، وقياس محتوى الرماد حسب طريقة (ASTM D2866) [33] المتضمنة وزن كمية من الفحم وحرقتها بدرجة حرارة (650°C) لمدة ساعة ثم وزنها ثانية واستخراج النسبة المئوية للرماد.

التنقية Purification

صُمم مرشح تنقية المياه الجوفية كما موضح بالشكل 3 المجاور باستعمال عمود زجاجي سعة (60mL) بقطر (1.5cm). تُبئت السحاحة عمودياً على حامل حديدي وأُغلقَت نهايتها السفلى بطبقة من القطن لمنع نزول الكربون المنشط الى الأسفل. بعدها أُضيف (10g) من مسحوق الكربون المنشط بارتفاع (12cm) وأُغلقَت السحاحة من الأعلى بالقطن. وُضع (250mL) من ماء العينة في قمع فصل سعة (500mL) تم تثبيته أعلى السحاحة. جُمع الماء المُعالج من الاسفل في بيكر زجاجي وأُجريت عليه فحوصات الامتصاص الذري لعنصري الفضة والمنغنيز لمعرفة كفاءة امتصاص الفحم المنشط.



شكل 3: مرشح تنقية المياه الجوفية

جدول 1: عينات الفحم المُنشط محضرة بطرائق مختلفة

درجة الحرارة (°C)	الزمن (H)	KOH (M)	H ₃ PO ₄ (M)	رمز العينة
600	2	-	0.5	H ₁
600	2	-	1.0	H ₂
600	2	-	1.5	H ₃
700	3	-	0.5	H ₄
700	3	-	1.0	H ₅
700	3	-	1.5	H ₆
800	4	-	0.5	H ₇
800	4	-	1.0	H ₈
800	4	-	1.5	H ₉
600	2	0.5	-	H ₁₀
600	2	1.0	-	H ₁₁
600	2	1.5	-	H ₁₂
700	3	0.5	-	H ₁₃
700	3	1.0	-	H ₁₄
700	3	1.5	-	H ₁₅
800	4	0.5	-	H ₁₆
800	4	1.0	-	H ₁₇
800	4	1.5	-	H ₁₈

النتائج والمناقشة Results and Discussion

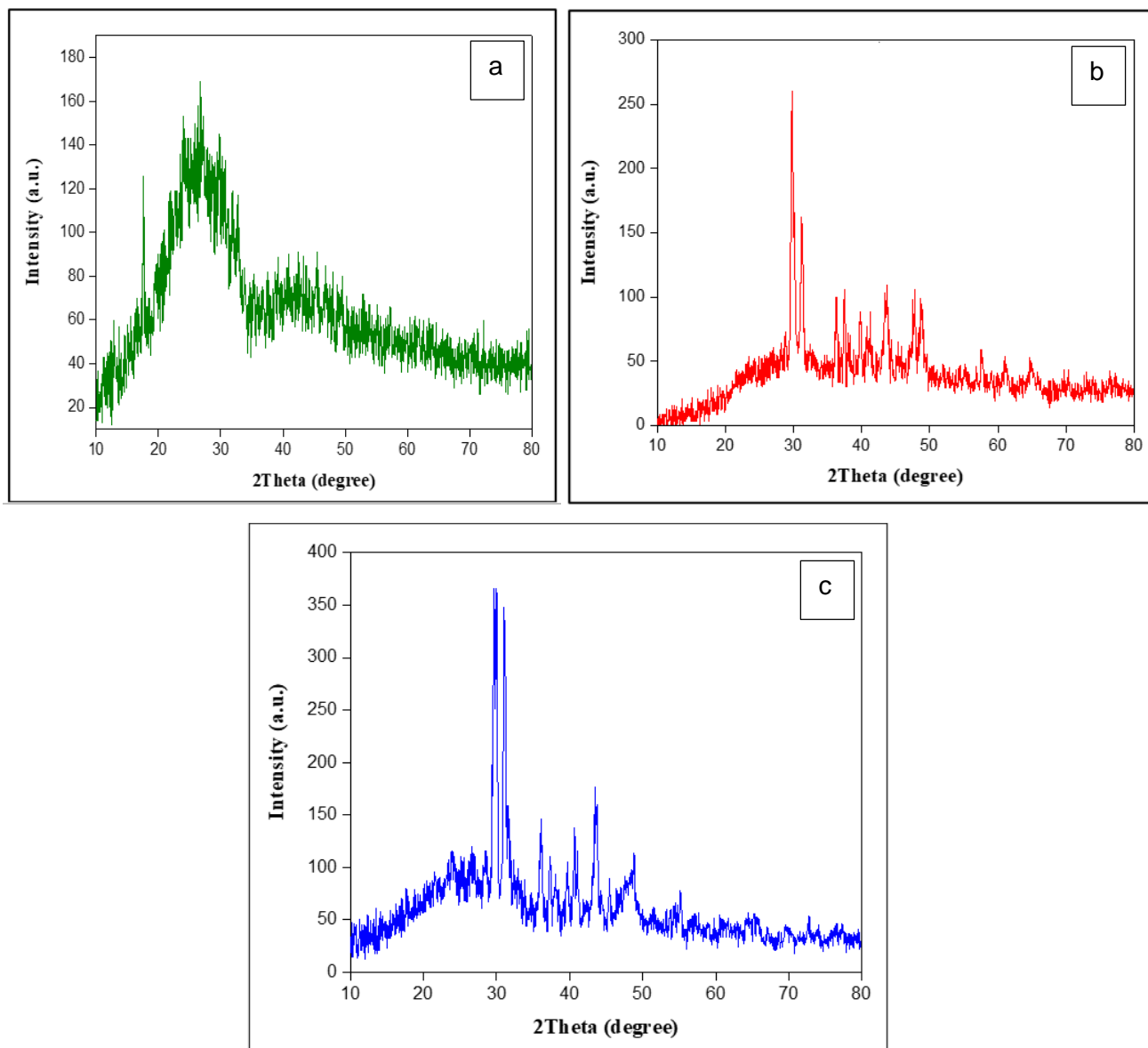
لتحديد أكثر طريقة ذات كفاءة عالية يمكن الاعتماد عليها في تحضير فحم مُنشط من نبات القُبار ذو مسامية ومساحة سطحية وكفاءة امدصاص عالية؛ تم اعتماد عدة أنواع من التحاليل الفيزيائية والمشهورة في هذا المجال يمكن ايجازها تالياً:

تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) X-Ray Diffraction Analysis

يُعد تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) تقنية تحليل شائعة الاستخدام توفر معلومات مفصلة عن التركيب الكيميائي والطبيعة البلورية والخصائص الفيزيائية للمواد. الشكل 4.a يوضح حيود الأشعة السينية لعينة الفحم المنشط (H_{10})، إذ لوحظ ظهور قمم حيود ذات شدة عالية تشير إلى وجود مركبات لا عضوية في عينة الكربون المنشط. قمم الحيود ظهرت عند $2\theta = 29.7^\circ, 31^\circ, 36.1^\circ, 37.3^\circ, 43.6^\circ, 47.6^\circ$ and 48.8° إذ وجد زيادة في عرض قمة الحيود عند 43.6° مع ارتفاع شدة القمم المجاورة تشير إلى أن عينة الكربون المنشط غير بلورية في طبيعتها (Amorphous). الحال مشابه مع بقية العينات المُنشطة بالقاعدة بظهور قمم حيود متعددة تدل على الطبيعة غير البلورية للعينات بالتالي قلة كفاءة الفحم المنشط في الامدصاص.

أظهر طيف حيود الأشعة السينية (شكل 4.b) لعينة الفحم المنشط (H_3) قمم حيود فقط الأولى عريضة في مدى $(2\theta=20.1^\circ-31^\circ)$ والثانية في مدى $(2\theta=38.3^\circ-49.8^\circ)$ تُشير إلى الطبيعة البلورية. إذ يشير اختفاء قمم إضافية في الطيف إلى عدم وجود مركبات أخرى أو بقايا الحامض المستخدم في العينة النهائية مما يؤكد اختفاء حامض الفسفوريك تماما ونجاح تخليق الفحم المنشط بصورة نقية [34].

كذلك؛ أظهر طيف الحيود (الشكل 4.c) لعينة الفحم المنشط (H_8) وجود قمة واحدة فقط عند $(2\theta=19.7^\circ-28.1^\circ)$. كذلك لوحظ ظهور قمم حيود ذات شدة عالية يعزى إلى وجود تكون أكاسيد ضمن مسار تخليق عينة الكربون المنشط. إذ أن ظهور أكثر من شكل لقمم الحيود يؤكد الطبيعة الشبه بلورية لعينة المحضرة.

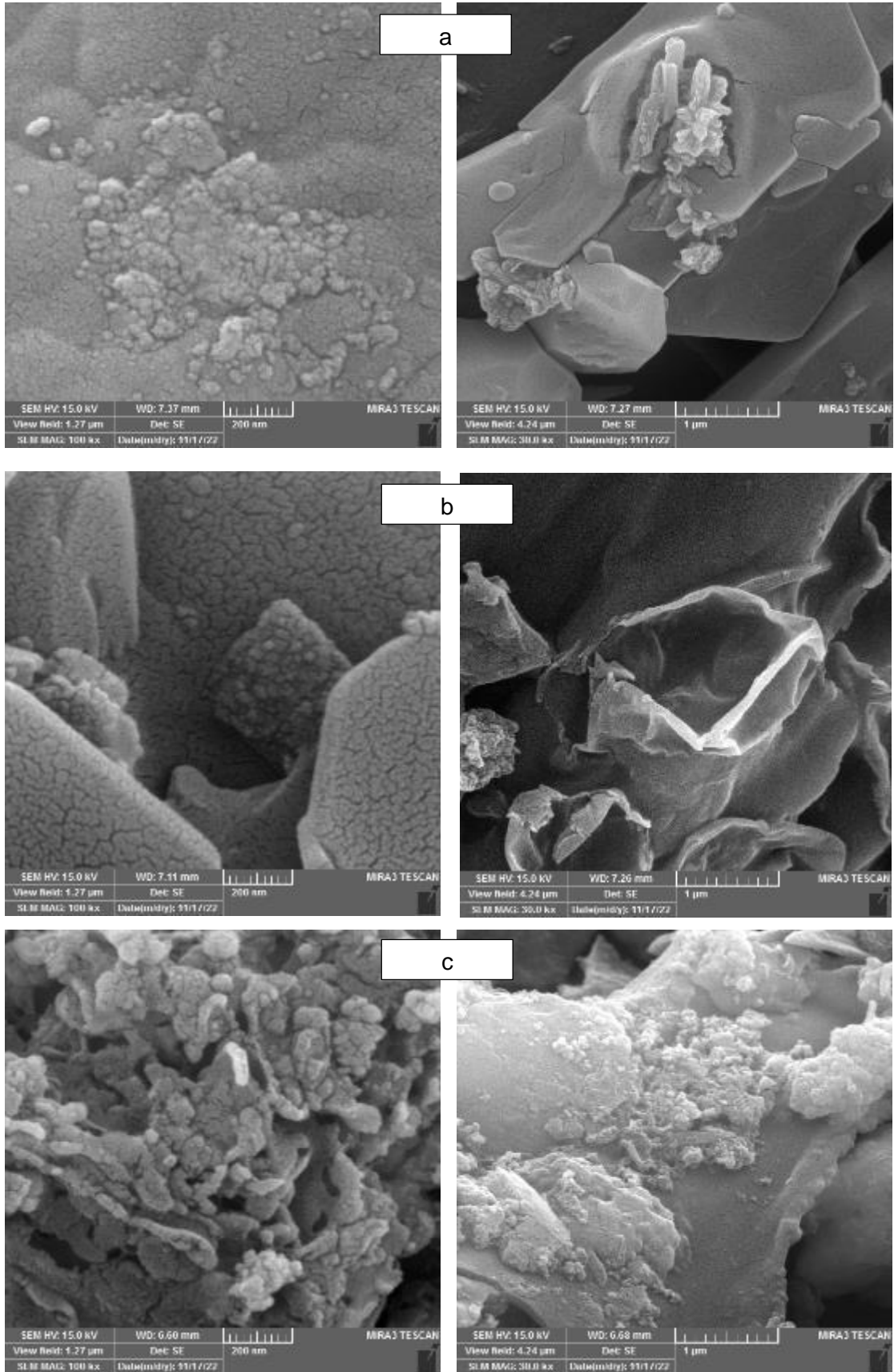


شكل 4: حيود الأشعة السينية (XRD) لعينات الفحم المنشط a. H_{10} / b. H_3 / c. H_8

المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) Scanning Electron Microscopy

تقنية تستعمل للتعرف على الهيئة الخارجية للعينات المحضرة مثل الحجم الدقائقي وشكل المسام والتركيب الكيميائي من خلال مسح سطح العينة بحزمة مركزة من الإلكترونات لتنتج صوراً مجهرية. الشكل (5.a) يوضح صور SEM لعينة الكربون المنشط (H10) بتكبيرات مختلفة. إذ لوحظ وجود تجمعات كروية الشكل موزعة بطريقة منتظمة مع وجود تشققات جانبية مجاورة ذات أعماق مختلفة. الشكل المسامي وزيادة معدل تراكم الدقائق النانوية يشير الى وجود اكاسيد ومركبات لا عضوية ضمن تركيب العينة [35].

في حين أظهرت صور المجهر الإلكتروني الماسح لعينة الكربون المنشط (H3) وجود طبقات سميكة مكدسة بشكل منتظم يعود الى الارتباط القوي بين ذرات الكربون كما موضح في الشكل (5.b). عدم وجود اشكال وتجمعات في صور التحليل تشير الى نقاوة العينة المحضرة. لوحظ أيضاً انخفاض معدل تكتل الطبقات مع زيادة خشونة السطح يعود الى نجاح تنشيط الكربون بواسطة حامض الفسفوريك. تحليل العينة (H8) اظهر وجود تجاوي عميقة ومسام غير منتظمة تتميز بحواف مجوفة سميكة غير مستوية (شكل 5.c). وجود هذه المسام يجعلها سطوح مفضلة للارتباط بالملوثات خلال عملية الامدصاص. لوحظ أيضاً زيادة معدل تكتل الدقائق نتيجة ارتباط الشبكة الكربونية للكربون مع مجاميع الاوكسجين الوظيفية [36].



شكل 5: صور (SEM) لعينات الفحم المنشط بتكبيرات مختلفة a. H₁₀ / b. H₃ / c. H₈

مجهر القوة الذرية (AFM) Atomic force microscopy

يُستعمل للتعرف على تضاريس العينات المحضرة مثل البنية و خشونة السطح ومتوسط سمك السطح. الجدول 2 يبين قيم خشونة السطح (R_a) والجذر التربيعي لمربع متوسط الخشونة (R_q) وسمك السطح ومعدل المساحة السطحية. اذ وجد ان معدل خشونة سطح عينات الفحم المنشط بالقاعدة قليلة وصلت في بعضها الى 0.79 وهي اقل مقارنة مع عينات الفحم الأخرى والمنشط بالحامض. يشير هذا الى انخفاض معدل توظيف سطح الفحم للامدصاص. في حين يشير معدل الجذر التربيعي (R_q) الى انه مقياس أكثر حساسية لقياس معدل ارتفاع القمة والفجوة مقارنة مع معدل خشونة السطح ويمثل ايضاً الانحراف القياسي لارتفاع السطح. عامل التواء السطح (R_{sk}) يستعمل لقياس تناسق المظهر الجانبي حول خط المتوسط. فإن كانت القيمة سالبة فهذا يشير الى ان الانخفاضات أكثر من الارتفاعات والسطح مستوي بينما إذا كانت القيمة موجبة فإن القمم تكون أكثر من الانخفاضات والسطح غير متماثل. معدل التواء السطح في العينات المُنشّطة بهيدروكسيد الصوديوم سالبة بينما عينات الفحم الأخرى المنشطة بحامض الفسفوريك كانت موجبة.

عامل حدة السطح (R_{ku}) يمثل توزيع النتوءات فوق وتحت خط الوسط لجميع العينات المقاسة. فإن كانت قيمة حدة السطح اقل من (3) فان السطح شبه مستوي او به نتوءات قليلة (و عر) بينما إذا كانت أكبر من ذلك فان طبيعة السطح شائكة وعشوائية. اذ وُجد من قيم عامل حدة السطح ان الكربون المنشط بالقاعدة ذات طبيعة وعرة بينما عينات الكربون المنشط الأخرى ذات طبيعة شائكة وعشوائية [38,37].

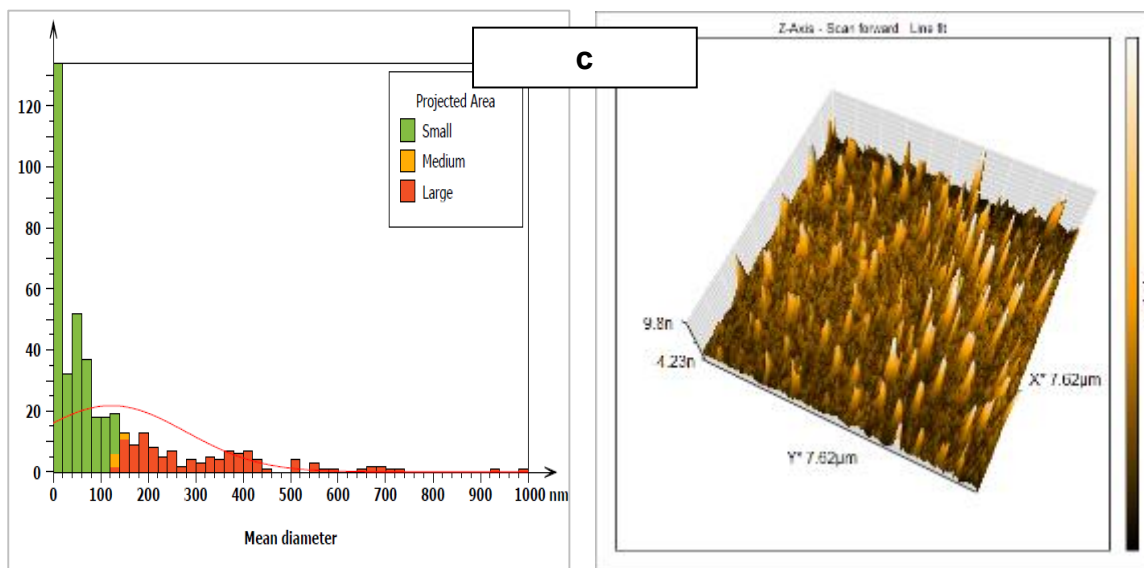
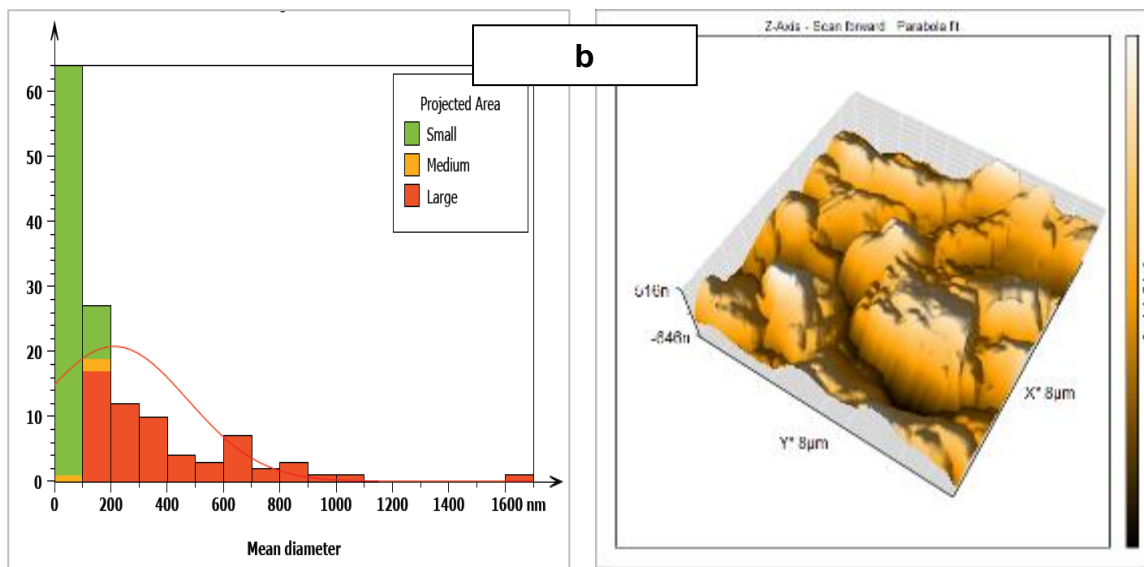
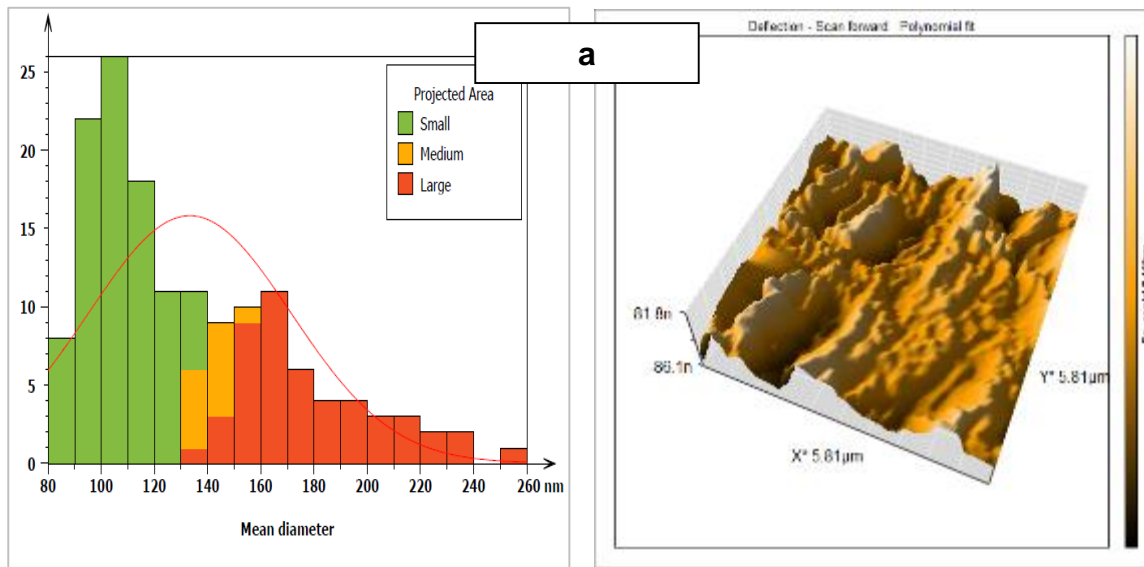
والاشكال (6.a , 6.b , and 6.c) تتضمن صور ثلاثية الابعاد لمجهر القوة الذرية ومعدل توزيع القطر المسامي لعينات الفحم المنشط (H_8 , H_3 , H_{10}) على التوالي.

جدول 2: معاملات الخشونة الإحصائية لعينات الفحم المنشط

Hybrid parameters			Height parameters(nm)				رمز العينة
t^* (nm)	d^{**} (nm)	$R_{dr}(\%)$	R_{qu}	R_{sk}	R_q	R_a	
02.33	64.7	0.54	7.13	1.22	46.1	7.54	H ₁
02.39	87.1	0.09	26.4	1.34	112	24.5	H ₂
04.22	66.3	0.08	18.2	0.88	82.0	32.2	H ₃
06.75	67.3	0.06	14.1	0.78	36.4	44.3	H ₄
01.32	145	0.22	13.3	0.45	84.6	28.8	H ₅
01.32	32.4	0.10	13.3	1.60	99.3	64.4	H ₆
01.48	49.0	0.16	16.5	1.99	97.2	96.6	H ₇
01.24	24.1	0.07	25.7	2.14	146	112	H ₈
03.29	146	0.41	18.2	-0.2	121	52.0	H ₉
24.33	122	0.22	0.44	-0.3	2.22	1.10	H ₁₀
22.16	178	0.34	0.48	-0.2	0.47	0.79	H ₁₁
66.38	134	0.74	0.63	-0.2	0.54	3.40	H ₁₂
112.3	200	0.13	1.20	-0.3	0.44	01.4	H ₁₃
99.21	178	0.39	1.44	-0.4	0.74	4.20	H ₁₄
87.36	245	0.48	0.99	-0.2	1.90	0.94	H ₁₅
124.3	201	0.47	0.42	-0.2	6.11	6.78	H ₁₆
117.3	188	0.39	0.33	-0.2	2.01	04.8	H ₁₇
119.3	164	0.33	0.65	-0.2	0.32	1.80	H ₁₈

* thickness

** diameter



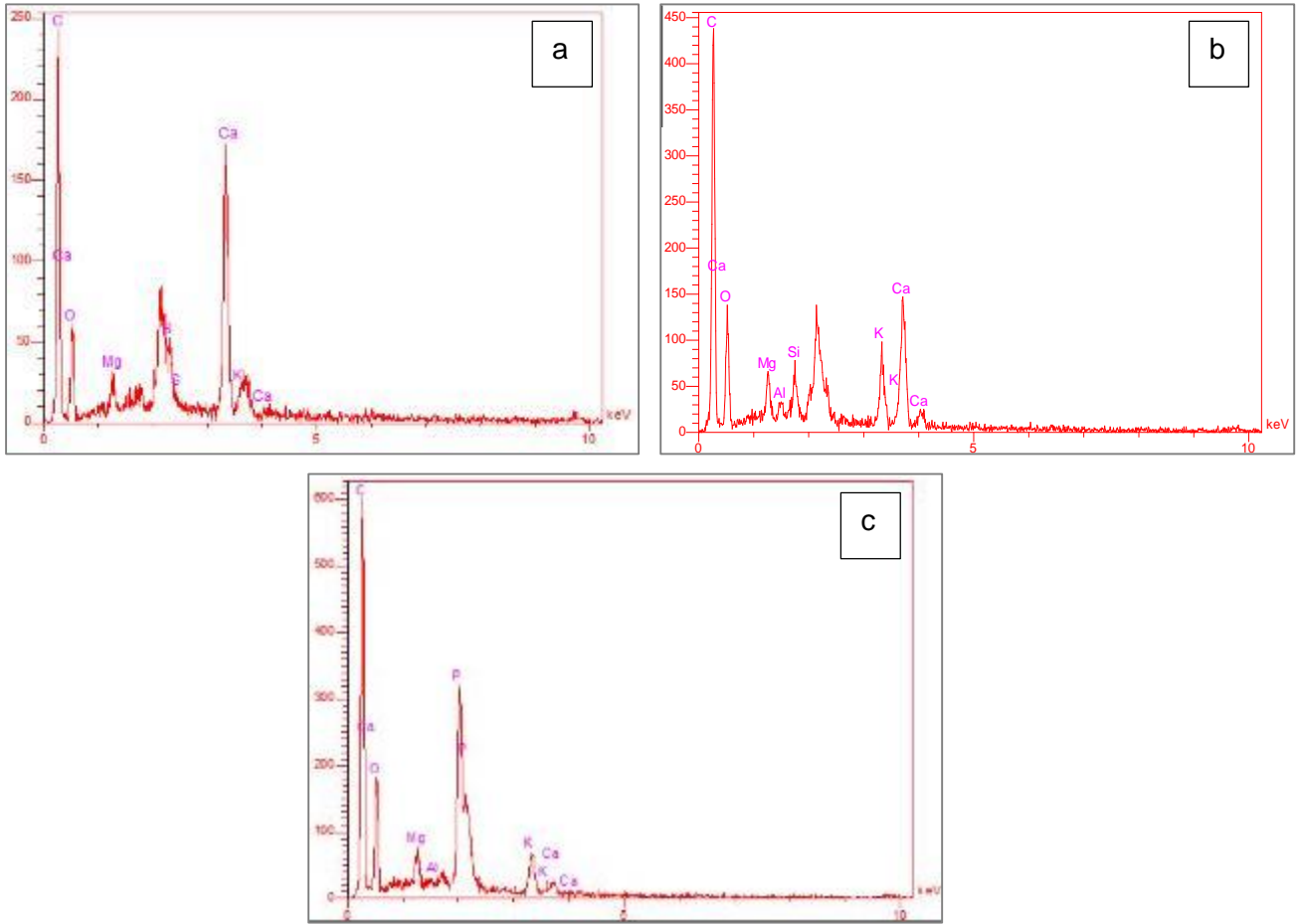
شكل 6: صور ثلاثية الأبعاد (يمين) ومعدل توزيع القطر المسامي (يسار) لدقائق الفحم المنشط H₁₀ / a. H₃ / b. H₈ / c.

تشتت الطاقة بالأشعة السينية (EDX) Energy Dispersive X-Ray

تقنية تحليلية تستعمل للتعرف على العناصر الكيميائية لسطوح عينات الفحم المنشط ونسبتها. الشكل (7.a) يوضح العناصر الموجودة في عينة الكربون المنشط (H₁₀). إذ وجد أن العينة تحتوي على نسبة مرتفعة من عنصر الكربون والأكسجين وهذا يشير إلى نجاح عملية الكربنة مع وجود نسبة وزنية منخفضة من عنصر البوتاسيوم تعود إلى بقايا هيدروكسيد البوتاسيوم المستعمل في عملية تنشيط السطح. بالإضافة إلى ذلك يظهر الطيف وجود عناصر المغنسيوم والكالسيوم والكبريت بنسب متفاوتة وطفيفة تعتبر كشوائب في عينة الكربون المنشط. في الجهة الأخرى، أظهر طيف EDX لعينة الكربون المنشط (H₃) زيادة النسب الوزنية لعنصري الكربون والأكسجين يعود إلى اكتمال كربنة السطح الذي يسبب زيادة محتوى الكربون، أيضاً لوحظ وجود عنصر الفسفور في العينة والنتائج من استعمال حامض الفسفوريك بوصفه عامل منشط كما موضح في الشكل (7.b). طيف EDX (الشكل 7.c) لعينة الفحم المنشط (H₈) بيّن وجود عناصر الكربون والأكسجين بنسب وزنية عالية مع وجود عناصر أخرى في الطيف هي المغنسيوم والالمنيوم والسليكون والبوتاسيوم والكالسيوم [39,40]. والجدول 3 يبين العناصر ونسبها في العينات الثلاث.

جدول 3: تحليل EDX لعينات الفحم المنشط (H₃, H₈ & H₁₀)

Samples	Elements	Wt (%)	V (%)
H ₁₀	C	53.44	68.05
	O	23.52	22.48
	Mg	0.67	0.42
	S	3.80	1.81
	Ca	15.96	6.24
	K	2.61	1.00
H ₃	C	63.32	73.29
	O	24.77	21.52
	Mg	0.80	0.46
	Si	6.61	2.83
	Al	1.74	0.92
	K	2.18	0.78
H ₈	Ca	0.58	0.20
	C	54.20	66.64
	O	28.58	26.38
	Mg	1.36	0.83
	Al	0.37	0.20
	Ca	1.37	0.72
	K	4.03	1.52
	P	10.09	3.72



شكل 7: طيف EDX لعينات الفحم المنشط a. H₁₀ / b. H₃ / c. H₈

تحليل المساحة السطحية Surface Area Analysis

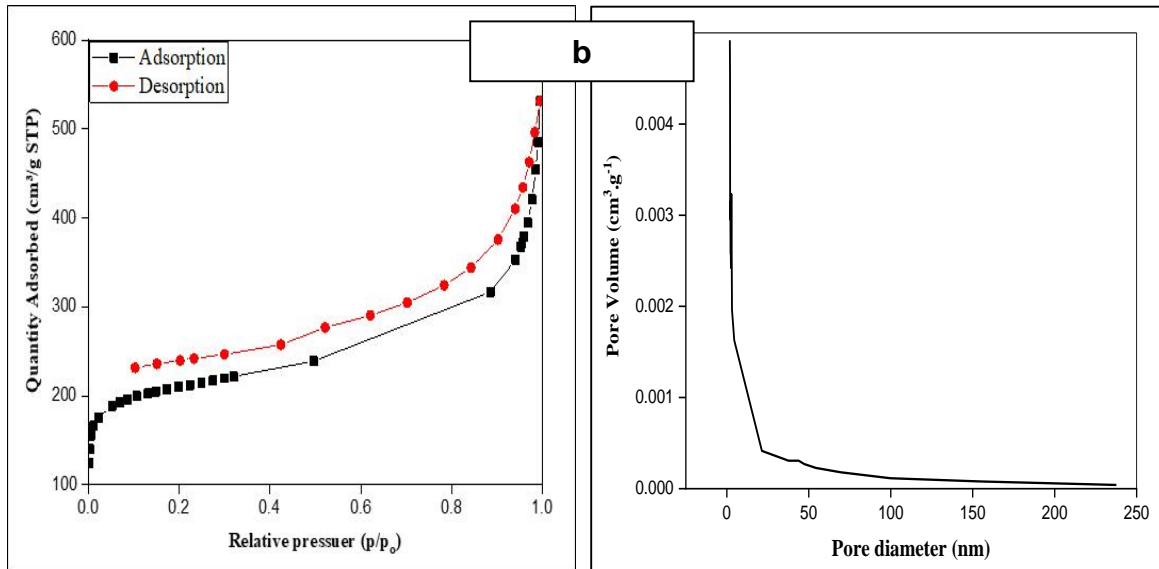
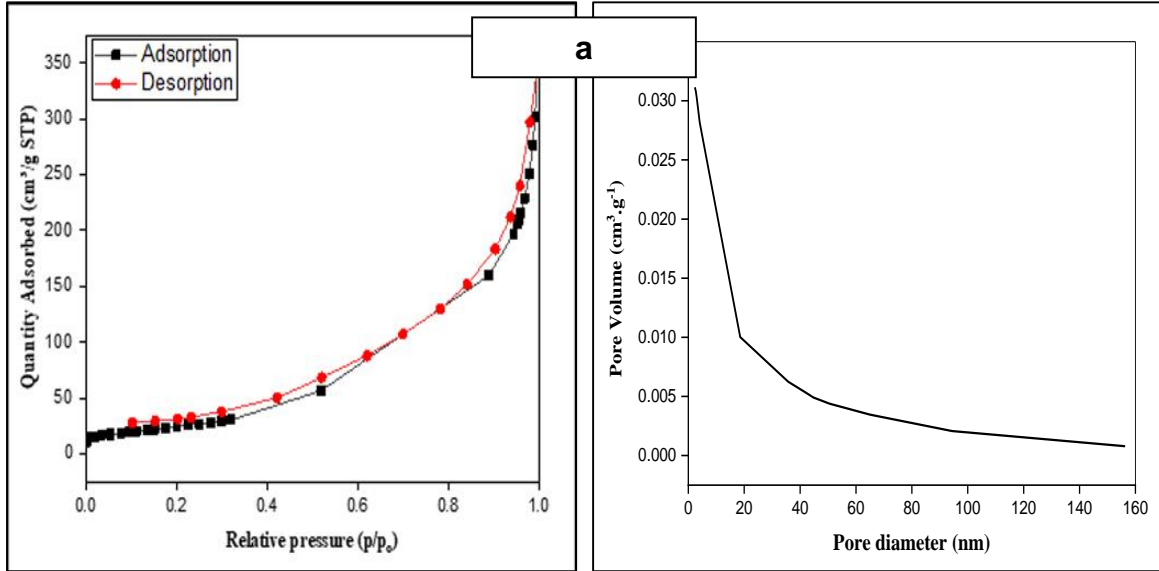
استناداً على تصنيف الاتحاد الدولي للكيمياء الصرفة والتطبيقية (IUPAC) لايزوثيرمات الامدصاص وجد ان عينات الفحم المنشط بالحامض تمتلك ايزوثيرمات من نوع (II)، يشير هذا الى حدوث امدصاص فيزيائي للغاز على السطوح الصلبة والتي كانت ذات طبيعة نانوية مسامية (Mesoporous). في حين تصنيف (IUPAC) لحلقات التباطؤ (hysteresis loops) يؤكد ان هذه العينات كانت من نوع (H4 loops) كما يوضحه الشكل (8.b) وهذا يشير الى وجود مسام ضيقة على شكل شق.

استناداً على تصنيف الاتحاد الدولي للكيمياء الصرفة والتطبيقية (IUPAC) لايزوثيرمات الامدصاص وجد ان عينات الفحم المنشط بالحامض تمتلك ايزوثيرمات من نوع (II)، يشير هذا الى حدوث امدصاص فيزيائي للغاز على السطوح الصلبة والتي كانت ذات طبيعة نانوية مسامية (Mesoporous). في حين تصنيف (IUPAC) لحلقات التباطؤ (hysteresis loops) يؤكد ان هذه العينات كانت من نوع (H4 loops) كما يوضحه الشكل (8.b) وهذا يشير الى وجود مسام ضيقة على شكل شق.

اما بالنسبة لعينات الكربون المنشط باستعمال (KOH) عند تراكيز مختلفة فإنها تتبع ايزوثيرم من نوع (III) وهذا يشير الى الارتباط الضعيف بين دقائق الفحم والمادة الممدصة وعادة يستخدم للسطوح غير المسامية (non-porous) كما موضح في الشكل (8.a). بينما حلقة التباطؤ كانت من النوع (H3 loop) وهذا يشير الى وجود تجمع من الدقائق على شكل لوحة او شق [41].

جدول 4: تحليل المساحة السطحية لعينات الفحم المنشط المحضرة

الحجم الدقائقي (m ³ /g)	قطر الدقيقة (nm)	BET (m ² /g)	رمز العينة	الحجم الدقائقي (m ³ /g)	قطر الدقيقة (nm)	BET (m ² /g)	رمز العينة
0.035	5.24	176.2	H ₁₀	0.056	1.24	800.0	H ₁
0.032	15.1	224.1	H ₁₁	0.054	0.98	420.8	H ₂
0.032	9.40	183.9	H ₁₂	0.054	1.7	427.4	H ₃
0.033	12.7	140.8	H ₁₃	0.044	0.90	347.3	H ₄
0.039	12.4	66.00	H ₁₄	0.063	1.2	604.1	H ₅
0.041	12.4	215.6	H ₁₅	0.066	1.5	689.1	H ₆
0.063	19.2	228.1	H ₁₆	0.061	1.4	930.7	H ₇
0.037	17.3	244.7	H ₁₇	0.058	0.90	1034	H ₈
0.038	18.7	236.4	H ₁₈	0.058	1.10	860.6	H ₉

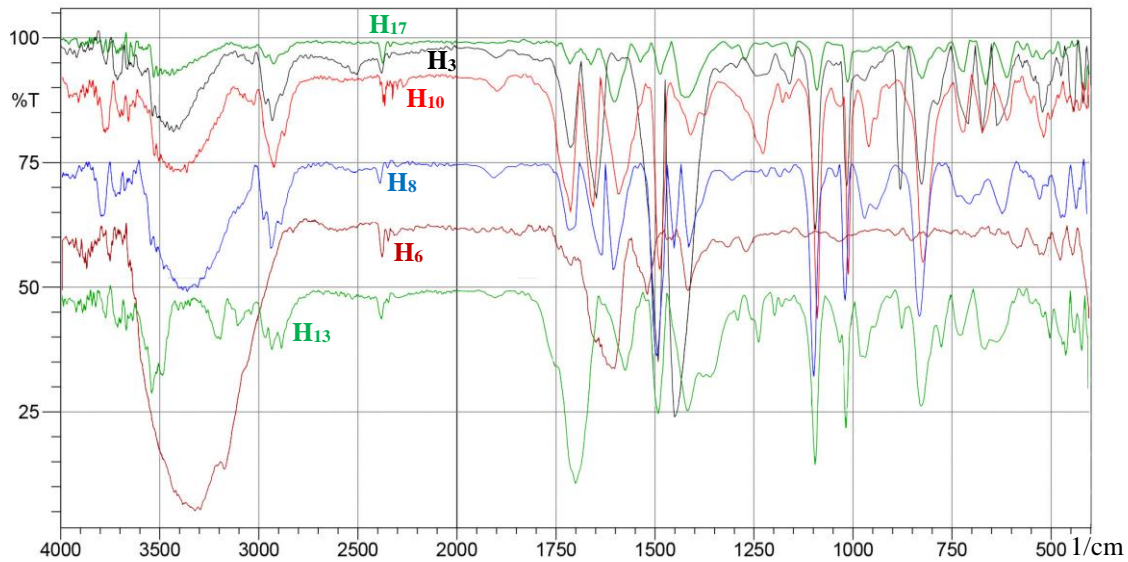


الشكل 8: ايزوثيرم امتصاص (Adsorption) – ابتزاز (Desorption) النتروجين (يسار) وتوزيع الحجم المسامي (يمين) لعينتي الفحم المنشط H₁₀ / b. H₈

طيف الأشعة تحت الحمراء FT-IR Spectrum

أظهر تحليل طيف الأشعة تحت الحمراء (شكل 9) حُزم امتصاص متعددة ومختلفة للعينات. من ضمن أكثر الحُزم وضوحًا والتي تكررت في اغلب العينات كانت حُزمة عريضة تمتد cm^{-1} (3100-3550)، تعود هذه الحزمة لاهتزازات المط لمجاميع (-OH) الكربوكسيلية او الكحولية ربما تكوّنت على سطح الفحم خلال عملية التنشيط نتيجة الاكسدة، ويكمن ان يعود سببها الى الاهتزازات المتوسطة لمجموعة الأمين (N-H). من ضمن الحُزم المميزة والواضحة والتي ظهرت في اغلب العينات كانت في منطقة اقل من cm^{-1} (3000) والتي تعود لمط الأصرة (C-H) الاليفاتية.

حُزم متكررة أخرى ظهرت في المنطقة المحصورة بين cm^{-1} (2200-2300) قد تعود لاهتزازات مط الأصرة (C≡N) أو (C≡C) للنتريلات او الالكينات على التوالي. وظهر حُزم أخرى في منطقة cm^{-1} (1700) تعود لمجاميع الكربونيل. حُزم متعددة ظهرت في المدى cm^{-1} (1400-1500) ممكن ان تعود لاهتزازات المط غير المتناظر للأصرة (N-O) لمجاميع النايتر او مط الأصرة (C-C) في الحلقات الاروماتية. حُزم متكررة اخرى ظهرت ضمن المدى cm^{-1} (1000-1100) قد تعود لاهتزازات المط للأصرة (C-OH) الكحولية.



شكل 9: طيف الأشعة تحت الحمراء FT-IR لعدد من عينات الفحم المنشط

Ash Contents Analysis تحليل محتوى الرماد

يُفيد هذا التحليل في معرفة محتوى الفحم المنشط من المكونات اللاعضوية وخصوصًا الاكاسيد المعدنية كالسليكات والمتبقية بعد حرق العينة، كذلك تبرز أهميته من خلال كشف الغش التجاري الحاصل للفحم نتيجة خلطه مع مضافات تقلل من كفاءته لذا يُعد كمقياس لنقاوة الفحم المنشط [42]. محتوى الرماد للعينات المُحضرة موضحة في الجدول 5.

جدول 5: محتوى الرماد لعينات الفحم المنشط

H ₉	H ₈	H ₇	H ₆	H ₅	H ₄	H ₃	H ₂	H ₁	رمز العينة
6.33	5.41	6.22	6.02	6.85	7.12	4.92	5.68	6.44	محتوى الرماد (% Wt/Wt)
H ₁₈	H ₁₇	H ₁₆	H ₁₅	H ₁₄	H ₁₃	H ₁₂	H ₁₁	H ₁₀	رمز العينة
16.3	10.8	19.7	20.3	11.6	22.4	14.1	18.3	15.7	محتوى الرماد (% Wt/Wt)

تُشير النتائج الى زيادة محتوى الرماد للعينات المُنشّطة بالقاعدة مقارنة بتلك المُنشّطة بالحامض. قد يُعزى ذلك الى بقايا هيدروكسيد البوتاسيوم المُستعملة في عملية التنشيط والمتخلفة بعد عملية الغسل نتيجة لتغلغلها في مسامات الفحم.

قيّم كفاءة الامدصاص Evaluation of Adsorption Efficiency

المجموعات الوظيفية السطحية، ومساحة السطح، وقدرة التبادل الكاتيوني هي العوامل الأساسية الثلاثة التي تؤثر على قدرة امدصاص الفحم المنشط للمعادن الثقيلة [43]. لذا فإن حجم الجسيمات الأصغر، ومساحة السطح الأكبر، والمجموعات الوظيفية السطحية المناسبة تزيد من قدرة الامدصاص [44,45]. آلية امدصاص المعادن الثقيلة معقدة، لأنها تختلف باختلاف المواد الأولية ونوع المعدن الثقيل [46]. قد تتضمن هذه الآليات امدصاص فيزيائي، امدصاص الكترولستاتيكي، تبادل ايوني، تكوين معقدات، ترسيب او اختزال [47].

قُيِّمت كفاءة الامدصاص لعينة الفحم المنشط (H₈) وذلك بقياس كفاءة امدصاصها لعنصري الفضة والمنغنيز اللذان يوجدان بالمياه السطحية والجوفية بصورة طبيعية وبحدود 2µg/L للفضة [48] و 10mg/L للمغنيز [49]. أُختيرت العينة (H₈) لأنها الاكبر مساحة سطحية من باقي العينات، كذلك حجم دقائقها النانوي الصغير جداً ومعدل توزيع اقطارها المسامية المنخفضة ونسبة الكربون العالية مقارنة مع البقية جعلها الأفضل من بين العينات الـ (18). جُمِعَت خمسة عينات من أبار مختلفة موزعة على مناطق ناحية الزاب الأسفل، وتم قياس تراكيز الفضة والمنغنيز بمطياف الامدصاص الذري (PerkinElmer / AAnalyst 200) في المختبر المركزي في جامعة تكريت، وكما موضح في الجدول 6.

جدول 6: كفاءة امدصاص عينة الفحم المنشط (H₈) في امدصاص الفضة والمنغنيز

رقم البئر	تراكيز الفضة (mg/L)		% للامدصاص	تراكيز المنغنيز (mg/L)		% للامدصاص
	قبل	بعد		قبل	بعد	
1	9.20	5.60	39.13	3.32	0.96	71.08
2	9.43	5.33	43.47	2.95	0.94	68.13
3	10.04	6.81	32.17	2.77	0.79	71.48
4	6.65	4.32	35.03	2.79	0.74	73.47
5	5.00	2.94	41.20	2.44	0.65	73.36
المعدل	8.06	5.00	38.20	2.85	0.81	71.50

أظهرت النتائج انخفاض كبير في تراكيز العنصرين بعد عملية التنقية وبنسبة إزالة بلغت (38.2% ، 71.50) للفضة والمنغنيز على التوالي. يعتقد الباحث باشتراك اكثر من ميكانيكية في عملية امدصاص العناصر الثقيلة: قد يكون الامدصاص الفيزيائي هو العامل الرئيسي والذي تسببه قوى فاندر-فالز بين العناصر الثقيلة والمجموعات الوظيفية المنتشرة على سطح دقائق الفحم [50]، وقد يحدث الامدصاص ايضاً بسبب القوى بين الجزيئات (Intermolecular Forces) لكن تأثيرها يكون ضعيف بسبب كونها عملية عكسية (Reversible) [51]. ربما تشترك عوامل أخرى في عملية الامدصاص كقوى كولوم (Coulombic Force) نتيجة التجاذب الحاصل بين ايونات الفضة والمنغنيز الموجبة مع مجاميع الهيدروكسيل والكربونيل السالبة المنتشرة على دقائق الفحم [52].

الاستنتاجات Conclusion

امكانية تحضير فحم مُنشّط ذو مساحة سطحية عالية من نبات القُبَّار (*Capparis Spinosa*) بوصفها مادة اولية باستعمال حامض الفسفوريك و هيدروكسيد البوتاسيوم بوصفها عوامل مُنشّطة. أظهرت النتائج ان الفحم المُنشّط بالحامض يمتلك مساحة سطحية عالية وله قابلية امدصاص كبيرة لغاز النتروجين ويحوي نسبة كربون عالية مقارنة بالفحم المُنشّط بالقاعدة. يمكن التحكم في مساحة السطح والطبيعة المسامية لدقائق الفحم عن طريق تغيير في ظروف التفاعل المتمثلة بنوع العامل المُنشّط، تركيزه، درجة الحرارة وزمن الكربنة. أظهر الفحم المُحضّر خصائص امدصاص جيدة تجاه العناصر الثقيلة الذائبة في المياه الجوفية (الفضة والمنغنيز) بنسبة امدصاص (38.2% ، 71.50) على التوالي.

References

1. Hur, J., Williams, M. A., & Schlautman, M. A. (2006). "Evaluating spectroscopic and chromatographic techniques to resolve dissolved organic matter via end member mixing analysis". *Chemosphere*, 63(3), 387-402.
2. Pisarek, I., & Głowacki, M. (2015). "Quality of groundwater and aquatic humic substances from main reservoir of Ground Water No. 333". *Journal of Ecological Engineering*, 16(5), 46-53.
3. Skoczko, I., Piekutin, J., Szatyłowicz, E., & Niedźwiecka, M. (2016). "Removal of boron from groundwater by filtration through selected filter bed materials". *Rocznik Ochrona Środowiska*, 18.
4. Spahis, N., Addoun, A., Mahmoudi, H., & Ghaffour, N. (2008). "Purification of water by activated carbon prepared from olive stones". *Desalination*, 222(1-3), 519-527.
5. Balasundram, V., Ibrahim, N., Kasmani, R.M., Hamid, M.K.A., Isha, R., Hasbullah, H., & Ali, R.R. (2017). "Thermogravimetric catalytic pyrolysis and kinetic studies of coconut copra and rice husk for possible maximum production of pyrolysis oil". *Journal of Cleaner Production*, 167, 218–228.
6. Han, S., Kim, S., Lim, H., Choi, W., Park, H., Yoon, J., & Hyeon, T. (2003). "New nanoporous carbon materials with high adsorption capacity and rapid adsorption kinetics for removing humic acids". *Microporous and Mesoporous Materials*, 58(2), 131-135.
7. Jodeh, S., Abdelwahab, F., Jaradat, N., Warad, I., & Jodeh, W. (2016). "Adsorption of diclofenac from aqueous solution using *Cyclamen persicum* tubers based activated carbon (CTAC)". *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 20(1), 32–38.
8. Aktaş, Ö., & Çeçen, F. (2006). Effect of type of carbon activation on adsorption and its reversibility. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology: International Research in Process, Environmental & Clean Technology*, 81(1), 94-101.
9. Elsayed, A. M., Askalany, A. A., Shea, A. D., Dakkama, H. J., Mahmoud, S., Al-Dadah, R., & Kaialy, W. (2017). "A state of the art of required techniques for employing activated carbon in renewable energy powered adsorption applications". *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 79, 503-519.
10. Ando, N., Matsui, Y., Kurotobi, R., Nakano, Y., Matsushita, T., & Ohno, K. (2010). "Comparison of natural organic matter adsorption capacities of super-powdered activated carbon and powdered activated carbon". *Water research*, 44(14), 4127-4136.
11. Graese, S. L., Snoeyink, V. L., & Lee, R. G. (1987). "Granular Activated Carbon Filter-Adsorber Systems". *Journal-American Water Works Association*, 79(12), 64-74.
12. Pezoti, O., Cazetta, A. L., Bedin, K. C., Souza, L. S., Martins, A. C., Silva, T. L., ... & Almeida, V. C. (2016). "NaOH-activated carbon of high surface area produced from guava seeds as a high-efficiency adsorbent for amoxicillin removal: Kinetic, isotherm and thermodynamic studies". *Chemical Engineering Journal*, 288, 778-788.
13. Figueiredo, J. L. (2013). "Functionalization of porous carbons for catalytic applications". *Journal of Materials Chemistry A*, 1(33), 9351-9364.

14. Dąbrowski, A., Podkościelny, P., Hubicki, Z., & Barczak, M. (2005). "Adsorption of phenolic compounds by activated carbon—a critical review". *Chemosphere*, 58(8), 1049-1070.
15. Minkova, V., Marinov, S. P., Zanzi, R., Björnbom, E., Budinova, T., Stefanova, M., & Lakov, L. (2000). "Thermochemical treatment of biomass in a flow of steam or in a mixture of steam and carbon dioxide". *Fuel Processing Technology*, 62(1), 45-52.
16. Savova, D., Apak, E., Ekinici, E., Yardim, F., Petrov, N., Budinova, T., Razvigorova, M. & Minkova, V. (2001). "Biomass conversion to carbon adsorbents and gas". *Biomass and Bioenergy*, 21(2), 133-142.
17. Pelekani, C., & Snoeyink, V. L. (1999). "Competitive adsorption in natural water: role of activated carbon pore size". *Water Research*, 33(5), 1209-1219.
18. Collins, J., Ngo, T., Qu, D., & Foster, M. (2013). "Spectroscopic investigations of sequential nitric acid treatments on granulated activated carbon: Effects of surface oxygen groups on π density". *Carbon*, 57, 174-183.
19. Yin, C. Y., Aroua, M. K., & Daud, W. M. A. W. (2007). "Review of modifications of activated carbon for enhancing contaminant uptakes from aqueous solutions". *Separation and Purification Technology*, 52(3), 403-415.
20. Din, M. I., Ashraf, S., & Intisar, A. (2017). "Comparative study of different activation treatments for the preparation of activated carbon: A mini-review". *Science Progress*, 100(3), 299–312.
21. Regti, A., Laamari, M.R., Stiriba, S.-E., & El Haddad, M. (2017). "Potential use of activated carbon derived from *Persea* species under alkaline conditions for removing cationic dye from wastewaters". *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 24, 10–18.
22. López-González, J. D. D., Martínez-Vilchez, F., & Rodríguez-Reinoso, F. (1980). "Preparation and characterization of active carbons from olive stones". *Carbon*, 18(6), 413-418.
23. Ferro-García, M. A., Rivera-Utrilla, J., Rodríguez-Gordillo, J., & Bautista-Toledo, I. (1988). "Adsorption of zinc, cadmium, and copper on activated carbons obtained from agricultural by-products". *Carbon*, 26(3), 363-373.
24. Rodríguez-Reinoso, F., Martín-Martínez, J. M., Molina-Sabio, M., Pérez-Lledó, I., & Prado-Burguete, C. (1985). "A comparison of the porous texture of two CO₂ activated botanic materials". *Carbon*, 23(1), 19-24.
25. Afif, A., Rahman, S. M., Azad, A. T., Zaini, J., Islan, M. A., & Azad, A. K. (2019). "Advanced materials and technologies for hybrid supercapacitors for energy storage—A review". *Journal of Energy Storage*, 25, 100852.
26. Vences-Alvarez, E., Razo-Flores, E., Lázaro, I., Briones-Gallardo, R., Velasco-Martínez, G., & Rangel-Mendez, J.R. (2017). "Gold recovery from very dilute solutions from a mine in closing process: Adsorption-desorption onto carbon materials". *Journal of Molecular Liquids*, 240, 549–555.
27. Danish, M., & Ahmad, T. (2018). "A review on utilization of wood biomass as a sustainable precursor for activated carbon production and application". *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 87, 1–21.
28. Chalak, L. and A. Elbitar (2006). "Micropropagation of *Capparis Spinosa* L. subsp. *rupestris* Sibth. & Sm. by nodal cuttings". *Indian Journal of Biotechnology* 5: 555-558.

29. Hassanein, R. A.; M. F. Gabr; A. M. Ahmed and Ghada A. Hegazi (2008). "Micropropagation of *Capparis Spinosa* Decne". *Catrina Journal : Archive* : 3(3), 187-196.
30. Rodriguez, R., Rey, M., Cuzzo, L., & Ancora, G. (1990). "In vitro propagation of caper (*Capparis spinosa* L.)". *In Vitro Cellular & Developmental Biology*, 26(5), 531-536.
31. Spahis, N., Addoun, A., Mahmoudi, H., & Ghaffour, N. (2008). "Purification of water by activated carbon prepared from olive stones". *Desalination*, 222(1-3), 519-527.
32. Kosheleva, R. I., Mitropoulos, A. C., & Kyzas, G. Z. (2019). "Synthesis of activated carbon from food waste". *Environmental Chemistry Letters*, 17(1), 429-438.
33. American Standard Test Method (ASTM D2866):. "Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon". (2011).
34. Kavitha, G., Subhapiya, P., Dhanapal, V., Dineshkumar, G., & Venkateswaran, V. (2021). "Dye removal kinetics and adsorption studies of activated carbon derived from the stems of *Phyllanthus reticulatus*". *Materials Today: Proceedings*, 45, 7934-7938.
35. Saka, C. (2012). "BET, TG-DTG, FT-IR, SEM, iodine number analysis and preparation of activated carbon from acorn shell by chemical activation with $ZnCl_2$ ". *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 95, 21-24.
36. Patra, C., Gupta, R., Bedadeep, D., & Narayanasamy, S. (2020). "Surface treated acid-activated carbon for adsorption of anionic azo dyes from single and binary adsorptive systems: a detail insight". *Environmental Pollution*, 266, 115102.
37. Kumar, B. R., & Rao, T. S. (2012). "AFM studies on surface morphology, topography and texture of nanostructured zinc aluminum oxide thin films". *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 7(4), 1881-1889.
38. Hammud, K. K., Raouf, A. M., Al-Sammarie, A., & Neema, R. (2016). "New chemically prepared-waste cooked tea based activated carbon: FTIR, XRD, AFM, and SEM spectroscopic studies". *Int J Res Pharm Chem*, 6(2), 220-229.
39. Palisoc, S., Dungo, J. M., & Natividad, M. (2020). "Low-cost supercapacitor based on multi-walled carbon nanotubes and activated carbon derived from *Moringa Oleifera* fruit shells". *Heliyon*, 6(1), e03202.
40. Mojoudi, N., Mirghaffari, N., Soleimani, M., Shariatmadari, H., Belver, C., & Bedia, J. (2019). "Phenol adsorption on high microporous activated carbons prepared from oily sludge: equilibrium, kinetic and thermodynamic studies". *Scientific Reports*, 9(1), 1-12.
41. Oginni, O., Singh, K., Oporto, G., Dawson-Andoh, B., McDonald, L., & Sabolsky, E. (2019). "Influence of one-step and two-step KOH activation on activated carbon characteristics". *Bioresource Technology Reports*, 7, 100266.
42. Ukiwe, L. N., Oguzie, E., & Ajaero, C. (2008). "Adsorptive property, ash content analysis of activated carbon derived from three Nigerian Plants: Water hyacinth (*Eichhornia crassipes*), Iroko (*Chlorophora excelsa*), and Gmelina (*Gmelina arborea*)". *The African Journal of Plant Science and Biotechnology*, 2(2), p109-111.
43. Gupta, S., Sireesha, S., Sreedhar, I., Patel, C. M., & Anitha, K. L. (2020). "Latest trends in heavy metal removal from wastewater by biochar based sorbents". *Journal of Water Process Engineering*, 38, 101561.
44. Mistar, E. M., Hasmita, I., Alfatah, T., Muslim, A., & Supardan, M. D. (2019). "Adsorption of mercury (II) using activated carbon produced from *Bambusa vulgaris* var. *striata* in a fixed-bed column". *Sains Malaysiana*, 48(4), 719-725.
45. Mistar, E. M., Ahmad, S., Muslim, A., Alfatah, T., & Supardan, M. D. (2018, March). "Preparation and characterization of a high surface area of activated carbon from *Bambusa*

- vulgaris—Effect of NaOH activation and pyrolysis temperature”. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 334, No. 1, p. 012051). IOP Publishing.
46. Qiu, B., Tao, X., Wang, H., Li, W., Ding, X., & Chu, H. (2021). “Biochar as a low-cost adsorbent for aqueous heavy metal removal: A review”. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 155, 105081.
 47. Lu, H., Zhang, W., Yang, Y., Huang, X., Wang, S., & Qiu, R. (2012). “Relative distribution of Pb²⁺ sorption mechanisms by sludge-derived biochar”. *Water Research*, 46(3), 854-862.
 48. ATSDR, T. (2000). ATSDR (Agency for toxic substances and disease registry). Prepared by clement international corp., under contract, 205, 88-0608.
 49. U.S. EPA. 2003a. Health Effects Support Document for Manganese. U.S. Environmental Protection Agency, Office of Water. EPA. EPA-822-R-03-003.
 50. GilPavas, E., & Correa-Sanchez, S. (2020). “Assessment of the optimized treatment of indigo-polluted industrial textile wastewater by a sequential electrocoagulation-activated carbon adsorption process”. *Journal of Water Process Engineering*, 36, 101306.
 51. Liu, X., & Wang, J. (2020). “Electro-assisted adsorption of Cs (I) and Co (II) from aqueous solution by capacitive deionization with activated carbon cloth/graphene oxide composite electrode”. *Science of the Total Environment*, 749, 141524.
 52. Zhao, W., Zheng, Y., Cui, L., Jia, D., Wei, D., Zheng, R., ... & Liu, J. (2019). “MOF derived Ni-Co-S nanosheets on electrochemically activated carbon cloth via an etching/ion exchange method for wearable hybrid supercapacitors”. *Chemical Engineering Journal*, 371, 461-469.

Preparation of activated charcoal with high surface area from capers plant and evaluation of its adsorption efficiency of silver and manganese dissolved in water

Mohammad Hasan Ahmed^{1*}, Ihab Anwer Ahmed² and Ali Ibrahim Khalil¹

1- Department of Chemistry, College of Science, University of Tikrit, Iraq

2- North Refinery Company, Ministry of Oil, Iraq

Article Information

Received: 08/02/2023

Accepted: 26/03/2023

Keywords:

Activated Carbon,
Capparis Spinosa, Surface
Area, Phosphoric Acid,
and Potassium Hydroxide

Corresponding Author

E-mail:

Mobile:

Abstract

In this research, activated charcoal was prepared from the *Capparis Spinosa* plant by drying the plant, grinding it, chemically activating it, and then carbonizing it with an inert atmosphere of nitrogen at temperatures ranging from 600-800°C. The activation process was carried out by using different concentrations of phosphoric acid once, and potassium hydroxide again, with changing the temperature and carbonization time to see the effect of the reaction conditions on the surface area of the resulting coal. Some tests were conducted on the prepared coal samples to find out their physical and chemical properties, and to determine the adsorption efficiency by filtration of groundwater samples of the Azzab Al-Asfal district - Kirkuk in a filter filled with the prepared charcoal to find out the adsorption rate of silver and manganese on the surface of activated charcoal particles.