قوهٔ قضائیه

شماره دفتر ثبت اختراع ۵۸۹۷۸

تاریخ ثبت اختراع ۱۳۸۸/۰۲/۲۸ سازمان ثبت اسناد و املاک کشور

شماره دفتر ثبت اظهارنامه ۳۸۸۰۲۵۴۶

تاریخ تسلیم و حمایت ۱۳۸۸/۰۲/۱۶

۶۰۰ ریال

اداره کل ثبت شرکتها و مالکیت صنعتی

* ۰۰۹۱۸۷

(سری الف /۸۷)

گواهی نامه ثبت اختراع

کد (۳۰) الف (۱-۸۵) ت

طبق قانون ثبت اختراعات گواهی می شود اختراع راجع به

ساخت نانو کامپوزیت آهن / نانو لوله های کربنی بعنوان کاتالیزور هیدروژن در پیلهای سوختی.

که در تاریخ ..... در کشور ..... بشماره ..... تقاضای ثبت شده است

بنام مرتضی ترابی – مجتبی ترابی – سید خطیب الاسلام صدر نژاد

تابعیت: جمهوری اسلامی ایران

مقیم تهران کرج مشکین آباد پژوهشگاه مواد و انرژی

که نشانی خود را در ایران ..... به شرح فوق ..... تعیین نموده است

برای مدت بیست سال ..... ماه ..... روز

به ثبت رسیده است این ورقه که یک نسخه از توصیف و نقشه اختراع را به پیوست دارد بمالک

رئیس اداره مالکیت صنعتی

عنوان اختراع:

ساخت نانوکامپوزیت آهن/نانولوله های کربنی بعنوان کاتالیزور هیدروژن در پیلهای سوختی

همکاران :

مرتضی ترابی- مجتبی ترابی - سید خطیب الاسلام صدرنژاد

(بهار ۸۸)

ادعای اختراع

تولید نانوکامپوزیتهای آهن/نانوتیوب کربنی برای اولین بار بعنوان کاتالیزور احیای هیدروژن با استفاده از زوشهای الکتروشیمیایی تهیه گردید. نانوکامپوزیتهای حاصل دارای مورفولوژی ورقه ای شکلی بودند. با توجه به جذب نانوتیوب کربنی روی آهن و جلوگیری از رشد دندریتی آن، سطح تماس آن افزایش یافته و تخلخلهای نانویی زیادی در سطح ایجاد شده است. این افزایش سطح می تواند منجر به افزایش خواص مربوط به آن نیز گردد. برای احیای هیدروژن لازم است تا اتمهای پروتون یا همان H^+ در محلهای مشخصی جمع شده و پس از فرایند جذب سطحی بصورت گاز هیدروژن خارج شوند. تولید هیدروژن سریع و ارزان قیمت . البته ایمن، مورد توجه بسیاری از محققین قرار دارد بنحوی که ناتوانی در نیل به این اهداف منجر به تغییر در رویهٔ تولید هیدروژن شده است. بعلاوه تولید هیدروژن و ذخیره سازی آن همیشه با ایجاد تردی هیدروژنی بوده است که با توجه به خرابی های شدید ناشی از این تردی باید انتظار داشت که تقاضا برای مواد مقاوم در برابر این ماده با افزایش همراه باشد. کاتالیست سنتز شده در این روش علاوه بر اینکه پایداری بسیار خوبی دارد، بلکه می تواند در برابر تردی هیدروژنی نیز مقاوم باشد. قابلیت جذب آسان اتمهای هیدروژن یکی از خواص بسیار خوب این ماده می باشد. همچنین این ماده می تواند بعنوان مخزن ذخیره کنندهٔ هیدروژن مورد نظر قرار گیرد. این نانوکامپوزیت را می توان به هر شکلی در آورد و

روی هر گونه سطوحی آماده کرد. علاوه بر این با توجه به محتوی کربن نانوتیوب و خواص العادهٔ این ماده می توان از آن برای حس کردن یونهای مختلف و حتی ملکولهای مختلفی که دارای بار هستند مثل مولکولهای بایویی استفاده کرد. روشهای مختلفی برای سنتز این نانوکامپوزیت وجود دارند که یکی از مهمترین این روشها روش الکتروشیمیایی است. در این روش با اعمال پتانسیل یا جریان می توان به همراه آهن، کربن نانوتیوب را نیز نشاند. در این روش با کنترل پارامترهای فرایند می توان مورفولوژی، محتوی کربن نانوتیوب و اکتیویتهٔ الکتروکاتالیتیکی آن را نیز تغییر داد. در این کار ما با استفاده از روش الکتروشیمیایی و تنظیم شرایط مورد نظر در فرایند سنتز توانستیم تا نانوورقه های گل مانندی را با ضخامت دیوارهٔ حدود ۱۵nm و طول دیوارهٔ بیشتر از ۲μm را تولید کنیم. سنتز چنین ساختاری با این روش (الکتروشیمیایی) و این ابعاد تا بحال در جهان گزارش نشده است.

خلاصه اختراع:

در این کار ابتدا کربن نانوتیوبها در مدت زمان زیادی در آب مقطر دو بار تقطیر سونیکیت شدند. مدت زمان لازم برای این کار در حدود ۶ ساعت بود تا تمامی نانولوله های کربنی در آب پراکنده شوند. سپس به این مخلوط سولفات آهن و سولفات سدیم اضافه شد تا غلظت آنها به ۰/۱ مولار برسد. این محلول به مدت ۱ ساعت در دمای اتاق به آرامی هم زده می شود تا یک محلول کاملاً همگن تهیه شود. پس از انجام این مراحل و تهیهٔ محلول مورد نظر، الکترولیت حاصل در شیشهٔ مخصوص اتولب ریخته می شود. با آماده سازی کاتد پلاتینی و اتصال یک ورقه پلاتین به آند، جریان اعمال می شود. پس از گذشت زمان حدود ۳۰۰ ثانیه، نمونه از محلول خارج و وارد خشک کن می شود تا تحت خلأ در دمای محیط خشک شود.

شرح و توصیف اختراع:

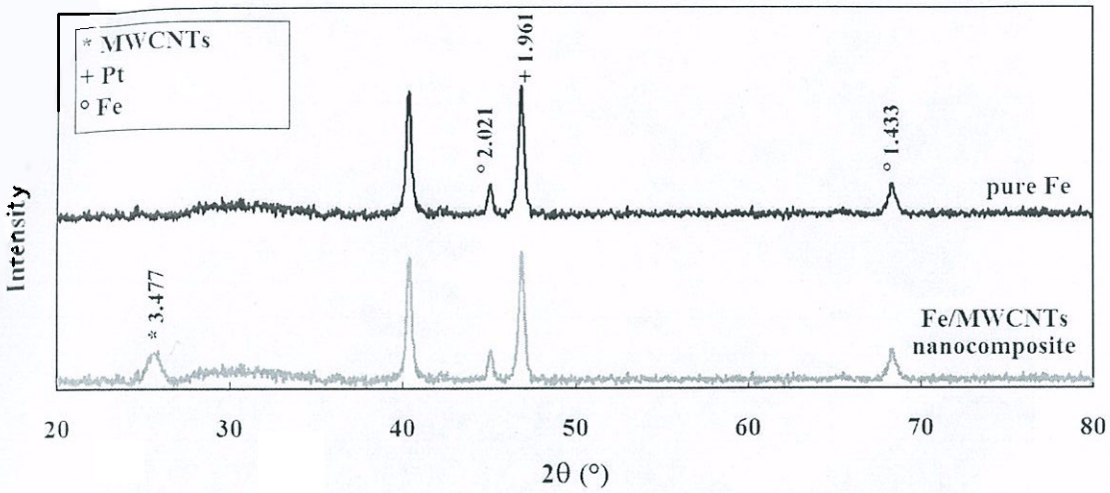
در این تحقیق از مواد زیر استفاده شده است:

۱) کربن نانوتیوب

۲) سولفات آهن و سولفات سدیم

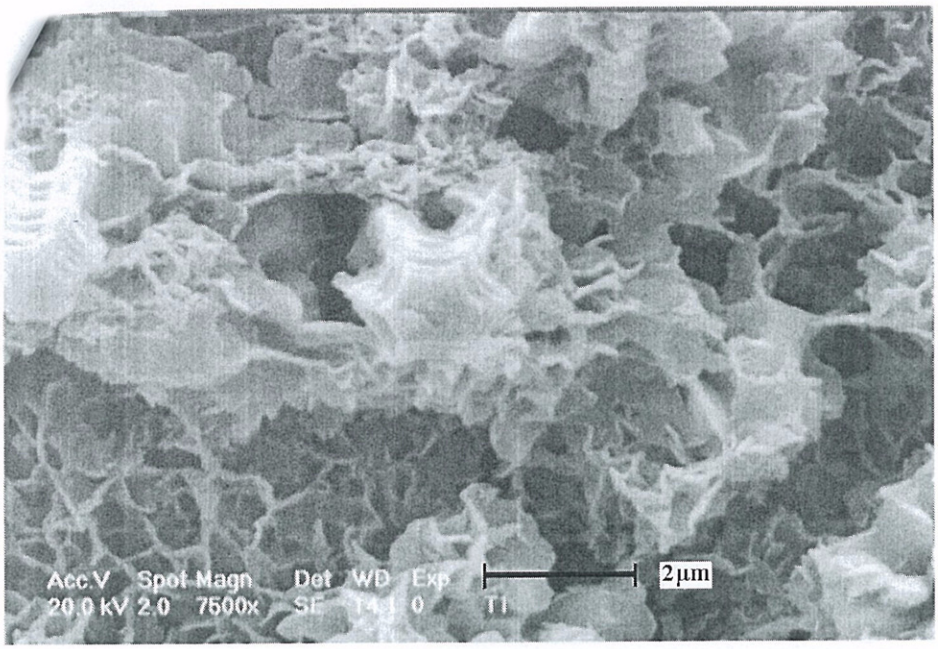
۳) هیدروکسید سدیم

ابتدا کربن نانوتیوب در آب مقطر سه بار تقطیر به مدت ۶ ساعت تحت سونیکیشن قرار می گیرد تا کربن نانوتیوبها به خوبی در آب پخش شوند. حال به محلول برای رسیدن به غلظت M ۰/۱ سولفات آهن و سولفات سدیم اضافه می کنیم. برای رسوب دادن الکتریکی نانوکامپوزیت آهن/کربن نانوتیوب از اعمال جریان و یا پتانسیل با استفاده از دستگاه پتانسیواستات/گالوانواستات استفاده می کنیم. کاتد را ورقه ای کوچک از پلاتین و آند را ورقه ای بزرگتر از آن در نظر میگیریم. حال محلول را در ظرف مخصوص دستگاه اتولب ریخته و با اعمال پتانسیل V ۱/۰- به مدت ۳۰۰ ثانیه آبکاری را انجام می دهیم. پوشش بدست آمده برای بررسی های بیشتر مورد آنالیز XRD و SEM قرار می گیرد. نتایج حاصل از آنالیز XRD در شکل ۱ نشان می دهد که نانوکامپوزیت تشکیل شده است. بعلاوه نمونه ای شاهد هم از جنس آهن خالص برای بررسی های بیشتر آماده شد که نتایج انالیز XRD مربوط به آن نیز در شکل ۱ قابل مشاهده است.

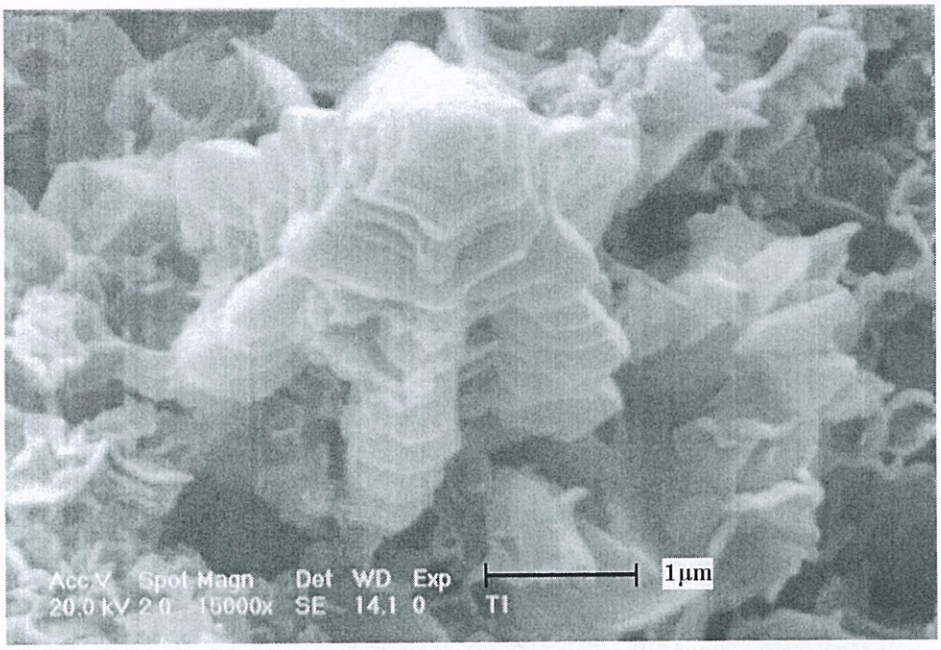


شکل شمارهٔ ۱) طیف XRD حاصل از نمونهٔ نانوکامپوزیتی و آهن خالص

برای بررسی های مورفولوژیکی و بررسی توزیع نانوتیوب کربنی در ساختار پوشش از آنالیز SEM استفاده گردید که نتایج آن را می توان در شکل ۲ برای آهن خالص و برای نانوکامپوزیت آهن/کربن نانوتیوب مشاهده کرد. شکل ۲ (الف) بیانگر مورفولوژی آهن خالص است که به همان روش الکتروشیمیایی سنتز شده است. همانطور که مشاهده می شود، مورفولوژی حاصل، متشکل از نانوورقه هایی است که در مکانهایی با هم تلاقی کرده اند و روی آنها بصورت گرانوله در آمده و بصورت دندریتهای هگزاگونال به رشد خود ادامه داده اند. شکل ۲ (ب) و ۲ (ج) بترتیب بیانگر ساختار دندریتی و ورقه ای حاصل در این پوشش هستند. برای بررسی های مورفولوژیکی نانوکامپوزیت آهن/کربن نانوتیوب نیز از SEM استفاده گردید. همانطور که در شکل ۳ نیز مشاهده می شود، می توان مورفولوژی ورقه و گل شکل این نانوکامپوزیت را بوضوح مشاهده کرد. در تصاویر ضمیمه نیز می توان توزیع عنصر کربن (بصورت کربن نانوتیوب) و اهن را مشاهده کرد. شکل ۳ (ب) نیز بیانگر همان مورفولوژی در بزرگنمایی بالاتر است.

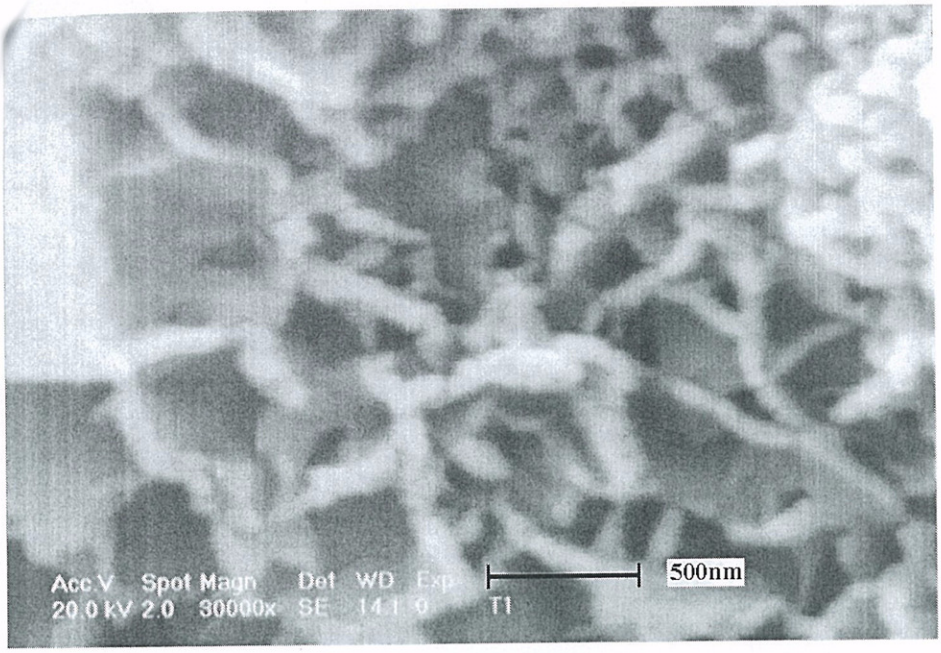


شکل ۲ (الف) تصویر SEM از پوشش آهن خالص (بزرگنمایی ۷۵۰۰×)



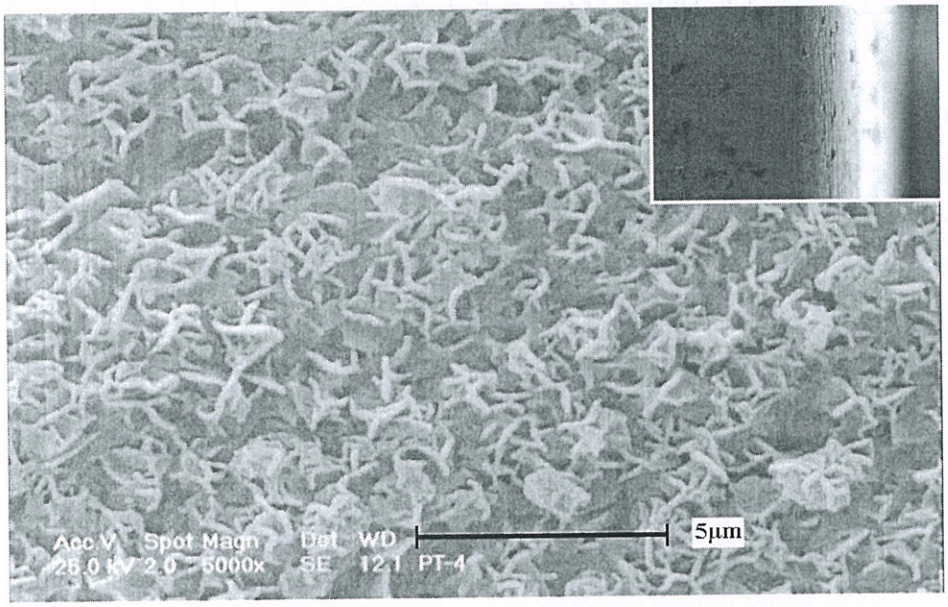
شکل ۲ (الف) تصویر SEM از پوشش آهن خالص با ساختار دندریتی

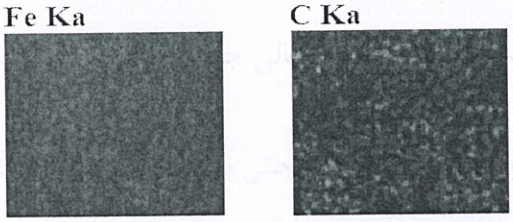
(بزرگنمایی ۱۵۰۰۰×)



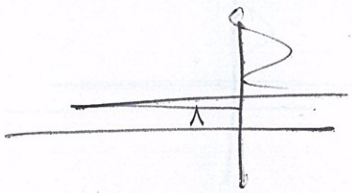
شکل ۲ (الف) تصویر SEM از پوشش آهن خالص با ساختار ورقه ای

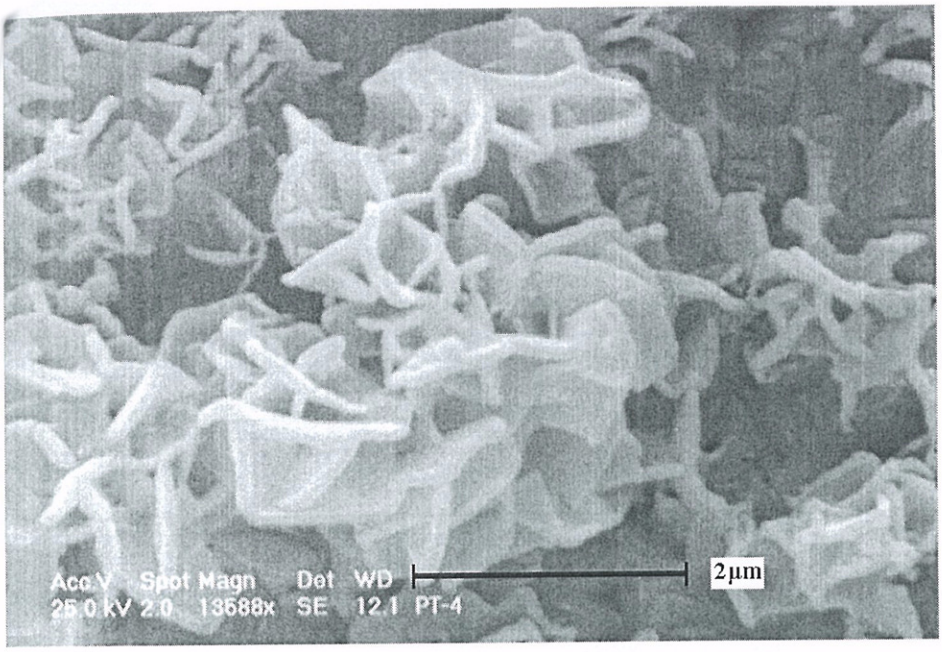
(بزرگنمایی ۳۰۰۰۰×)





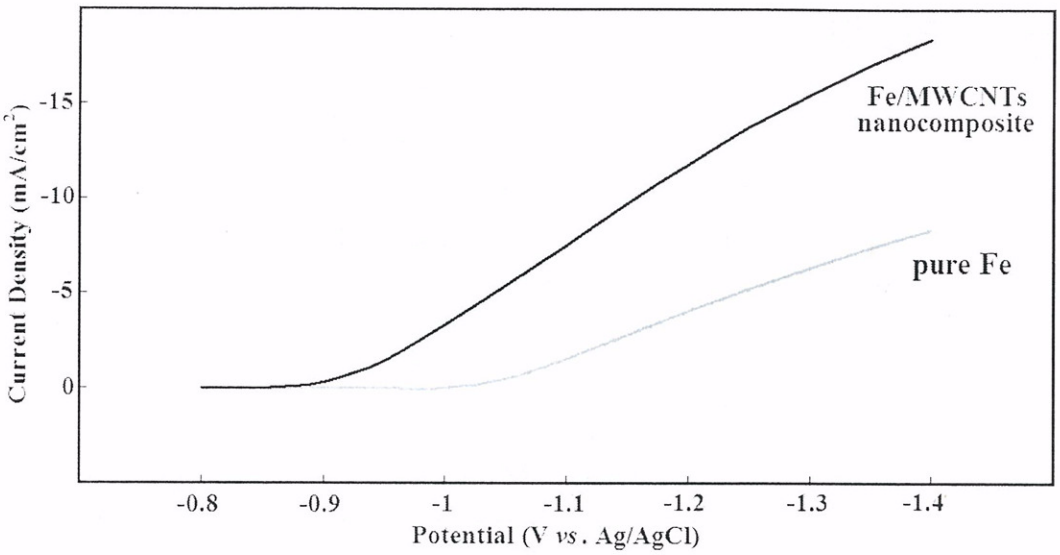
شکل ۳ (الف) تصویر SEM از پوشش نانوکامپوزیت



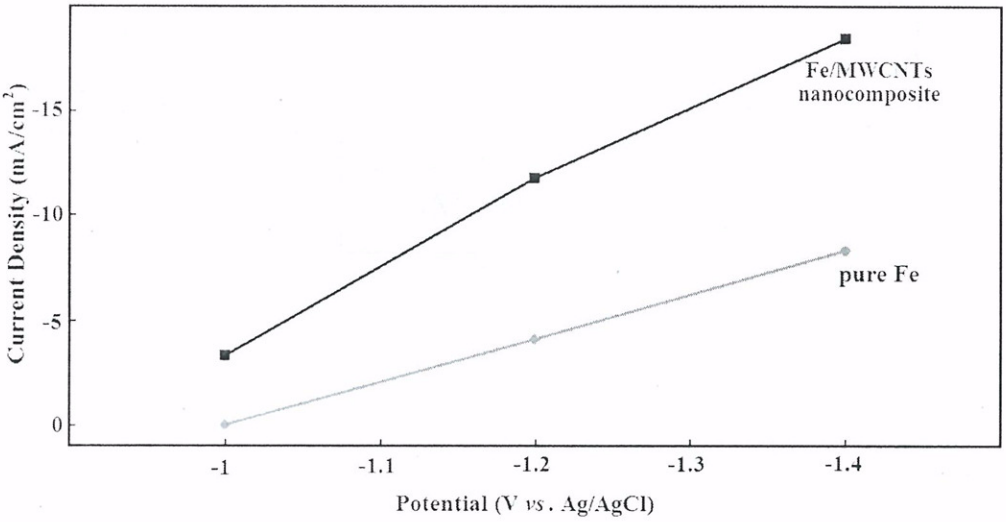


شکل ۳ (ب) تصویر SEM از پوشش نانوکامپوزیت (بزرگنمایی ۱۵۰۰۰×)

در ادامه برای بررسی خواص کاتالیستی این نانوکامپوزیت از تست الکتروشیمیایی استفاده شد. در این روش با استفاده از محلول 1M NaOH تست انجام شد و در پتانسیلهای منفی انجام گردید. شکل ۴ (الف) بیانگر نتایج این تست می باشد. در این تست با سرعت روبش 5mV/s پتانسیل از ۰/۸V- تا ۱/۴V- جاروب می شود. نتایج حاصل بیانگر این واقعیت است که نانوکامپوزیت آهن/کربن نانوتیوب دارای فعالیت بیشتر و بازدهی بالاتری نسبت به کاتالیستهای متداول می باشد و می توان از آن برای تولید هیدروژن در پیلهای سوختی استفاده کرد. شکل ۴ (ب) بیانگر اکتیویتهٔ این دو پوشش برای کاتالیز فرایند ازادسازی هیدروژن در محلول بازی را نشان می دهد.همانطور که مشخص است در یک پتانسیل مشخص، چگالی جریان ناشی از ازادسازی هیدروژن برای نانوکامپوزیت آهن/کربن نانوتیوب بیشتر از آهن و حتی بیش از ۲ برابر آن است.

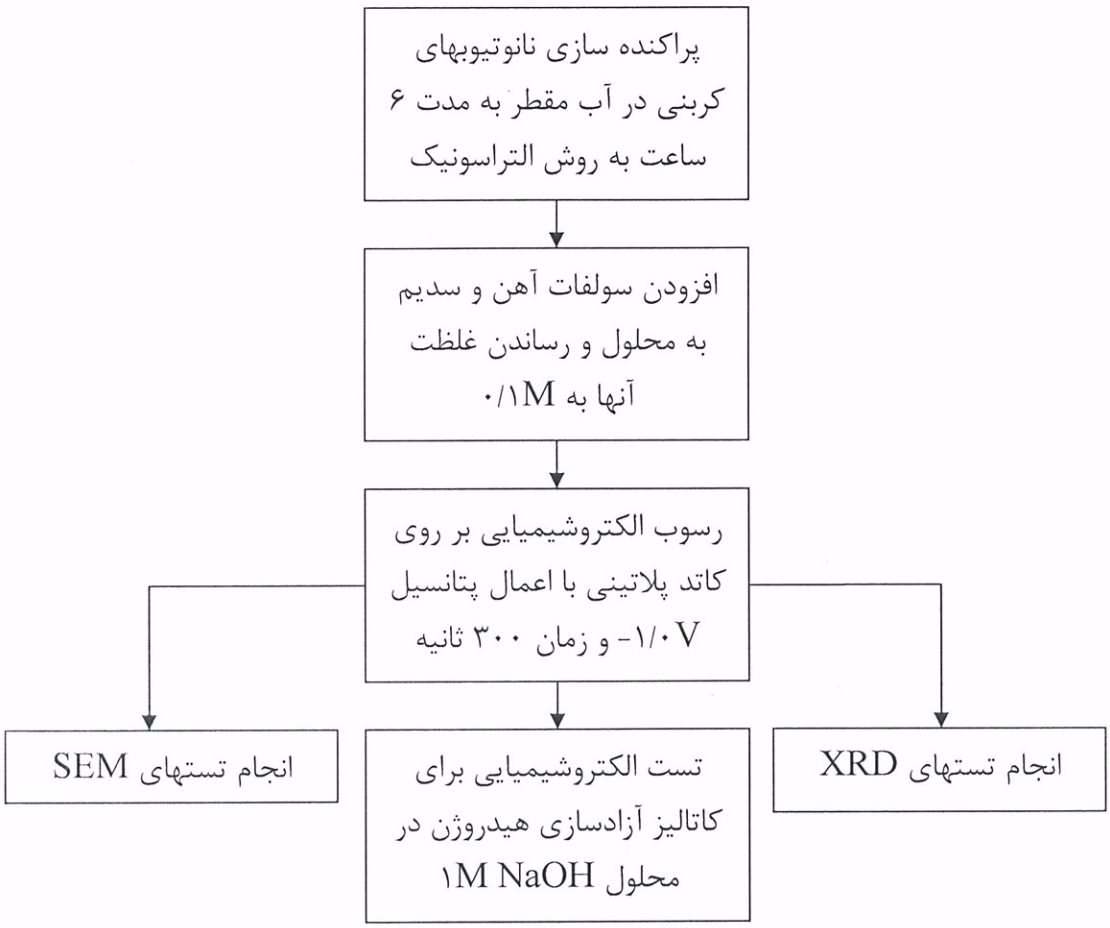


شکل ۴ (الف) نمودار ولتامتری برای تولید هیدروژن



شکل ۴ (ب) نمودار اکتیویتهٔ الکتروکاتالیتیکی آهن خالص و نانوکامپوزیت

نقشه اختراع:


پراکنده سازی نانوتیوبهای کربنی در آب مقطر به مدت ۶ ساعت به روش التراسونیک
افزودن سولفات آهن و سدیم به محلول و رساندن غلظت آنها به ۰/۱M
رسوب الکتروشیمیایی بر روی کاتد پلاتینی با اعمال پتانسیل ۱/۰V- و زمان ۳۰۰ ثانیه
انجام تستهای SEM
تست الکتروشیمیایی برای کاتالیز آزادسازی هیدروژن در محلول ۱M NaOH
انجام تستهای XRD