

**ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.К.01.03 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

ХАМИДОВ АНВАР МАМАДАЛИЕВИЧ

**АНОДЛИ АЛЮМИНИЙ ОКСИД АСОСИДА
НАНОКОМПОЗИТЛАРНИНГ ОЛИНИШИ ВА ХОССАЛАРИ**

02.00.01 – Ноорганик кимё

**КИМЁ ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2021

**Кимё фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
автореферати мундарижаси**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)
по химическим наукам
Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)
on chemical sciences**

Хамидов Анвар Мамадалиевич

Анодди алюминий оксид асосида нанокөмпозитларнинг олиниши ва
хоссалари..... 3

Хамидов Анвар Мамадалиевич

Синтез и свойства нанокөмпозитов на основе анодного оксиди
алюминия..... 21

Khamidov Anvar Mamadaliyevich

Synthesis and properties of nanocomposites based on anodic aluminum oxide 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 43

**ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.К.01.03 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

ХАМИДОВ АНВАР МАМАДАЛИЕВИЧ

**АНОДЛИ АЛЮМИНИЙ ОКСИД АСОСИДА
НАНОКОМПОЗИТЛАРНИНГ ОЛИНИШИ ВА ХОССАЛАРИ**

02.00.01 – Ноорганик кимё

**КИМЁ ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2021

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2021.4.PhD/K174 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Ўзбекистон Миллий университетида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус ва инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифаси (www.ik-kimyو.nuuz.uz) ва «Ziyonet» Ахборот-таълим порталида (www.ziyonet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Рўзимурадов Олим Нарбекович
кимё фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Даминова Шахло Шариповна
кимё фанлари доктори, профессор

Кулдашева Шахноза Абдулазизовна
кимё фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот:

Самарқанд Давлат университети

Диссертация химояси Ўзбекистон Миллий университети ҳузуридаги DSc.03/30.12.2019.K.01.03 рақамли Илмий кенгашнинг 2021 йил «23» 12 соат 12:00 даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100174, Тошкент, Университет кўчаси, 4-уй. Тел: (99871) 227-12-24, факс (99824)246-53-21; 246-02-24. e-mail: chem0102@mail.ru).

Диссертация билан Ўзбекистон Миллий университетининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (№ 139 - рақами билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100174, Тошкент, Университет кўчаси, 4-уй. Тел: (99871)227-12-24, факс (99824)246-53-21; 246-02-24. e-mail: chem0102@mail.ru).

Диссертация автореферати 2021 йил «10» 12 кун тарқатилди.
(2021 йил «10» 12 даги 20- рақамли реестр баённомаси).



З.А. Сманова

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Д.А. Гафурова

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш котиби, к.ф.д.

Ш.А. Кадирова

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш қошидаги илмий семинар раиси, к.ф.д., профессор

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Бугунги кунда дунё миқёсида замонавий нанотузилишли материаллар деярли барча соҳаларда, шу жумладан: нанотехнология, микробиология, ядро физикаси, тиббиёт, фармацевтика, ишлаб чиқариш, қишлоқ хўжалиги ва электроника соҳаларида асосий ўринни эгалламоқда. Анодли оксидлаш усули орқали олинган наноматериаллар ва нанокатализаторлар ҳам ишлаб чиқариш ва қайта ишлаш саноатининг муҳим ва ажралмас қисмига айланиб бўлган. Шунингдек, ушбу катализаторлар ишлаб чиқариш саноатида тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёнларида алоҳида аҳамиятга эга.

Жаҳонда замонавий нанотехнологик қурилмалар, улар асосида нанотузилишли материаллар ва катализаторлар олиш бўйича мақсадли тадқиқотлар амалга оширилмоқда. Жумладан, анодли оксидлаш шароитларини оптималлаштириш, яхшиланган текстуравий хоссаларга эга бўлган анодли алюминий оксид мембраналарини синтез қилиш, нанотрубкалар (наноғоваклик) олишнинг янги усулларини ишлаб чиқиш, “яшил синтез” усулида металл нанозаррачаларини олиш, уларни ғовакли мембраналарга киритиш ва натижада турли металл нанозаррачалари тутган ғовакли нанокөмпозит системаларни олиш алоҳида аҳамият касб этади.

Мамлакатимизда импорт ўрнини босувчи маҳаллий ва нанотузилишли катализаторлар ишлаб чиқариш борасидаги илмий тадқиқот ишлари жадал суратларда амалга оширилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегиясида¹ «саноатни сифат жиҳатдан янги босқичга кўтариш, маҳаллий хомашё манбаларини чуқур қайта ишлаб, тайёр маҳсулот ишлаб чиқаришни жадаллаштириш, янги турдаги маҳсулотлар олиш технологияларини ўзлаштириш ва такомиллаштириш» вазифалари белгилаб берилган. Бу борада ғовакли нанотузилишли системаларни синтез қилиш ва уларни самарали қўллаш саноат, ишлаб чиқариш билан боғлиқ бўлган турли муаммоларни ҳал этишда яхшиланган хоссага эга бўлган янги турдаги нанокатализаторларни олишга қаратилган илмий-амалий тадқиқотлар муҳим аҳамиятга эга.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сонли «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси тўғрисида» Фармони, 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ-3983-сонли «Ўзбекистон Республикаси кимё саноатини жадал ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида» ги, 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сонли «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибадорлигини ошириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги Қарорлари ижросини таъминлашда ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишда ушбу диссертация тадқиқоти натижалари муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланиши-

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони.

нинг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Анодли оксидлаш усули орқали нанокатализаторлар синтезини амалга ошириш бўйича жаҳоннинг етакчи олимлари томонидан илмий-тадқиқот ишлари олиб борилган. Жумладан, G.D.Bengough ва J.M.Stuart лар томонидан алюминий ва унинг қотишмаларини анодли оксидлаш орқали коррозиядан ҳимоя қилиш мумкин эканлиги аниқланган. Хусусан, F.Keller ва унинг илмий жамоаси томонидан анодли алюминий оксид мембранаси ғоваклик ва тўсиқ қатламдан иборат олти бурчакли тузилма деб таърифланган. Ушбу модель анодли алюминий оксид мембранасининг физик-кимёвий хоссаларини янада яхшироқ тушинишга қаратилган дастлабки тадқиқотлар учун асос бўлган. Шунингдек, анодли алюминий оксид асосидаги илмий тадқиқот ишларида W.B. Yang, Y.L. Zhou, X.H. Tang, B.J. Zhang, G.Lei каби хориж олимлари томонидан бир босқичли анодлаш усули орқали ғовакли мембраналар синтез қилиниб, уларнинг морфологияси ва физик-кимёвий хоссалари ўрганилган бўлса, D. Fang, H.Masuda, K.Fukuda, G.E.Thompson лар эса икки босқичли анодлаш усулини таклиф қилишган, натижада ғовакликлари диаметри 100 нм бўлган ғовак тузилишли анодли алюминий оксид мембраналари синтез қилинган.

Республикада нанотузилишли материаллар ва катализаторларни синтез қилиш соҳасида олиб борилаётган илмий-тадқиқот ишлари ҳам жадал тарзда ривожланиб бормоқда. Хусусан, мамлакатимиз олимлари М.П.Юнусов, О.Н.Рўзимуратов ва Ш.И.Маматкуловлар томонидан анодли оксидлаш усули асосида наноматериаллар ва нанокатализаторлар синтези, уларнинг физик-кимёвий ва каталитик хоссалари, шунингдек амалиётда қўлланилиш соҳалари атрофлича ўрганилган.

Анодли оксидлаш усули орқали синтез қилинган нанотузилишли материалларнинг физик-кимёвий хоссалари ҳақидаги маълумотлар илмий адабиётларда келтирилган, аммо бу каталитик системаларнинг сирт юзаси текстуравий хоссалари ва уларга таъсир этувчи омиллар, металл нанозаррачаларини синтез қилиш ва уларни ғовакли мембраналарга киритиш жараёнлари тўла ўрганилмаган. Шу сабабли, мазкур диссертация иши, юқоридаги жараёнларни тизимли тарзда тадқиқ этиш, шунингдек, янги “яшил синтез” усулида металл нанозаррачаларини олиш ва уларнинг физик-кимёвий хоссаларини тадқиқ қилишга қаратилган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Ушбу диссертация тадқиқоти Ўзбекистон Миллий университети илмий тадқиқот ишлари режасининг №ОТ-Ф-7-52 “Турли табиатли органик ва ноорганик моддаларнинг таъсирлашиш қонуниятлари ва реакция қобилияти ҳамда берилган комплекс хоссали янги бирикмалар олиш” лойиҳаси доирасида ҳамда, Тошкент шаҳридаги Турин Политехника университети илмий-тадқиқот ишлари режасининг “ПЗ-20170926279 – Нанотузилишли катализаторлар олишнинг технологиясини ишлаб чиқиш” (2018-2020 йй.)

мавзусидаги амалий лойиҳаси илмий-тадқиқот дастури доирасида бажарилган.

Тадқиқот мақсади икки босқичли анодли оксидлаш усули орқали анодли алюминий оксид (ААО) асосида ғовакли нанокөмпозит системалар олиш, уларнинг физик-кимёвий хоссаларини ва гидрогенлаш жараёнларида каталитик фаоллигини аниқлашдан иборат.

Тадқиқот вазифалари:

анодли оксидлаш усули ёрдамида анодли алюминий оксид мембранасини олиш ва уларга айрим 3d металлларини киритиш орқали ғовакли нанокөмпозит системалар синтезини амалга ошириш;

нанотузилишли системаларнинг шаклланишида ғовакликлар ҳосил бўлишига таъсир кўрсатувчи омиллар: электролит таркиби, электрод тури, температура ва вақт каби параметрларнинг таъсирини аниқлаш;

олинган нанокөмпозит системаларнинг текстуравий ва физик-кимёвий хоссаларини замонавий тадқиқот усуллари ёрдамида ўрганиш ва таҳлил қилиш;

синтез қилинган ғовакли нанокөмпозит системаларни тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёнларида каталитик фаоллигини аниқлашдан иборат.

Тадқиқотнинг объекти сифатида алюминий пластинкаси, айрим d – металл (Ni, Co, Mo) тузлари, борат кислота, сульфат кислота, фосфат кислота, хромат кислота, тўйинмаган углеводородлар танланган.

Тадқиқотнинг предмети анодли оксидлаш жараёнлари, ғоваклилик шаклланиш механизмлари, сирт юзада содир бўладиган ўзгаришлар ва уларга таъсир кўрсатувчи омиллар, шунингдек, “яшил синтез” усули билан металл нанозаррачаларини олиш ва уларнинг хоссаларини ўрганиш ҳисобланади.

Тадқиқот усуллари. Тадқиқотлар жараёнида электрон микроскопия, рентгенофазавий , газ-суюқлик хроматографияси (ГСХ), УВ- спектроскопия, термогравиметрик анализ (ТГА) каби тадқиқот усуллари қўлланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

илк бор “яшил синтез” усулида Ni, Co ва Mo металл нанозаррачалари синтез қилинган ва ушбу нанозаррачаларни анодли алюминий оксид (ААО) мембранасига киритиш орқали ғовакли нанокөмпозит системалар олинган;

анодли оксидлаш жараёнида ғовакликлар ҳосил бўлишига электролит, унинг ҳарорати, электрод табиати, ток кучи ва вақт каби параметрларнинг таъсири аниқланган;

илк бор ғовакли ААО мембранаси асосидаги нанотузилишли каталлизаторлар иштирокида тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёни амалга оширилган;

тўйинмаган (C6-C8) углеводородларни гидрогенлаш жараёнлари учун энг фаол каталлизатор Ni/Al₂O₃ бўлиб, маҳаллий каталлизаторлар билан таққосланганда унинг каталитик фаоллиги ва селективлиги юқори эканлиги аниқланган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

икки босқичли анодли оксидлаш усули асосида ғовак тузилишли

анодли алюминий оксид (ААО) мембраналари олинган ва анодлаш жараёнига таъсир этувчи омиллар аниқланган;

айрим d – металллар (Ni, Co, Mo) киритилган анодли алюминий оксид мембранаси асосидаги ғовакли нанокөмпозит системалар олинган;

наногузилишли системаларнинг шаклланишида ғовакликлар ҳосил бўлишига таъсир кўрсатувчи омиллар: электролит таркиби, электрод тури, температура ва вақт каби параметрларнинг таъсири тадқиқ қилинган;

олинган ғовакли ААО мембранаси асосидаги нанокөмпозит системалар каталитик гидрогенлаш жараёнларида қўлланилган ва уларнинг каталитик фаоллиги аниқланган.

Тадқиқот натижаларининг ишончилиги. Илмий тадқиқот ишида олинган натижалар замонавий физик-кимёвий усуллар – рентгенография, ЭДС усули, сканерловчи электрон микроскоп (СЭМ), трансмиссион электрон микроскоп (ТЭМ), атом куч микроскоп (АСМ), термогравиметрик анализ (ТГА), УВ- спектроскопия каби анализ усуллари билан исботланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти икки босқичли анодли оксидлаш усули орқали алюминий оксид асосида наногузилишли ғовак материаллар олиш асосларини ишлаб чиқиш, ғовакликларнинг шаклланиш механизмларини келтириш ва Ni, Ni-Mo, Co-Mo металл нанозаррачалари тутган ААО ғовак нанокөмпозит системалар, шунингдек, улар асосидаги гетероген катализаторларни тадқиқ этилганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти ғовакли ААО мембранаси асосида яхшиланган текстуралар хусусиятларга эга бўлган ғовак гузилишли нанокөмпозит системаларни синтез қилиш, металл нанозаррачалари киритилган ғовакли нанокөмпозит системаларни ишлаб чиқиш, ҳамда ишлаб чиқариш саноатида ва гидрогенлаш жараёнларида ушбу нанокөмпозит системаларнинг каталитик фаоллигини аниқлашдан иборат.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Анодли алюминий оксид асосида ғовакли нанокөмпозит системаларнинг олиниши ва хоссалари бўйича олинган илмий натижалар асосида:

тўйинмаган (C₆-C₈) углеводородларни гидрогенлаш жараёни Ni/Al₂O₃, Ni-Co/Al₂O₃ ва Co-Mo/Al₂O₃ таркибли катализаторлар иштирокида “Ўзбекнефтгаз” акциядорлик жамияти Газли нефт ва газ қазиб чиқариш бошқармасида амалиётга жорий этилган. (“Ўзбекнефтгаз” АЖ қошидаги Газли нефт ва газ қазиб чиқариш бошқармасининг 2021 йил 23 сентябрдаги №30/39-ОР сонли маълумотномаси). Натижада Ni/Al₂O₃ таркибли катализатор иштирокида гексаннинг конверсия даражаси анъанавий никель-молибден катализаторларига қараганда ҳароратни 50 °С гача камайтириш имконини берган;

анодли алюминий оксид асосида наноматериаллар синтез усуллари “Design, Fabrication and Application of Micro/Nano Composite Electrode Based on ITO Nanowire Array” (ИТО наносимлари асосида микро/нано көмпозит электродини лойиҳалаш, ишлаб чиқариш ва қўллаш) мавзусидаги халқаро илмий лойиҳасида ғовакли металл оксиди наноматериалларини олишда

фойдаланилган (Хитойнинг Kunming University Science and Technology университетининг 2021 йил 18 июндаги маълумотномаси). Натижада юқори самарадорликка эга бўлган янги наноматериаллар олиш имконини берган;

анодли оксидлаш усули ёрдамида олинган ғовакли алюминий оксиди асосидаги нанокөмпозит системалар ПЗ-20170929178 рақамли «Турли хил технологик газлар – суюлтирилган нефт газларини қуритиш учун адсорбент ишлаб чиқариш технологиясини яратиш» мавзусидаги амалий лойиҳасида тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёнида катализатор сифатида фойдаланилган (Ўзбекистон Республикаси Соғлиқни сақлаш вазирлиги ҳузуридаги Фармацевтика тармоғини ривожлантириш агентлигининг 2021 йил 5 июлдаги № 25-06/2255 маълумотномаси). Натижада, олинган ғовакли нанокөмпозит системалар ёрдамида юқори унум билан тўйинган углеводородлар олиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Диссертация ишининг асосий натижалари 4 та халқаро ва 13 та Республика илмий-амалий анжуманларида маъруза кўринишида баён этилган ва муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги. Диссертация мавзуси бўйича жами 23 та илмий иш чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг фалсафа доктори (PhD) диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этишга тавсия этилган нашрларда 4 та республика, 2 та мақола хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 108 бетни ташкил этади.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида диссертация мавзусининг долзарблиги ва муҳимлиги асослаб берилган, тадқиқот ишининг мақсад ва вазифалари белгиланган, унинг Ўзбекистон Республикасида фан ва технологияларни ривожланишининг устувор йўналишларига мувофиқлиги кўрсатилган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, уларнинг ишончлилиги асосланган, тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти очиқ берилган, амалиётга жорий қилиш истиқболи борасида хулосалар чиқарилган ҳамда чоп этирилган ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг «**Анодли алюминий оксид асосида наноматериалларнинг олиниши ва хоссалари**» деб номланган биринчи бобида анодли оксидлаш усули орқали ААО мембраналарини синтез қилиш, уларга металл нанозаррачаларини киритиш ва ААО мембранаси асосида металл нанозаррачалари тутган нанотузилишли катализаторлар синтезини амалга ошириш бўйича умумий маълумотлар, шунингдек, анодли оксидлаш жараёнига таъсир кўрсатувчи омиллар, гидрогенлаш жараёнида қўлланилувчи нанокатализаторлар, уларнинг олиниши, физик-кимёвий хоссаларига оид хорижий ва маҳаллий илмий адабиётларнинг таҳлил

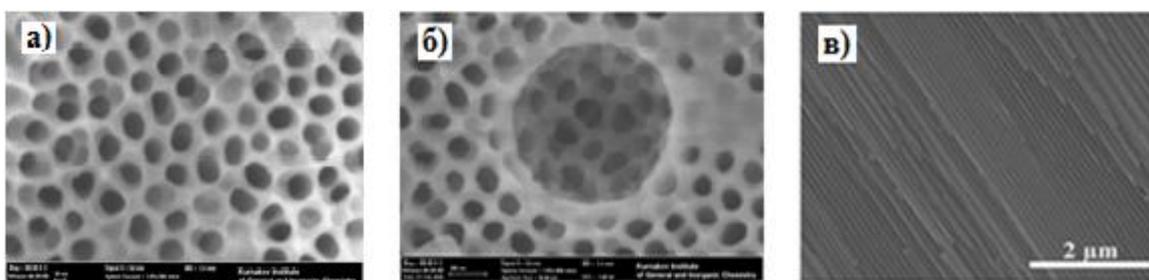
натижалари келтирилган.

Диссертациянинг «Анодли алюминий оксид асосида ғовакли мембраналар ва нанотузилишли композит системалар олиш» деб номланган иккинчи бобида анодли оксидлаш усули асосида анодли алюминий оксид (ААО) мембраналарини олиш жараёнлари, уларнинг физик-кимёвий ва каталитик хоссалари келтирилган. Бунда асосан қуйидаги муҳим жиҳатларга эътибор қаратилган: турли анодлаш шароитларида ААО мембраналарини олиш; анодлаш жараёни параметрларини ўзгартириш орқали мембрана ғовакликларининг ўлчами ва шаклланишини тартибга солиш; ғовакли наноматериалларнинг солиштирма юзаси, ғовакликлар ўлчамини катталаштириш ва уларни қўллаш орқали каталитик жараёнларни тадқиқ қилиш; металл нанозаррачалари киритилган ғовакли нанокомпозит системалар синтези, шунингдек, “яшил синтез” усулида металл нанозаррачаларини олиш усуллари бағишланган.

Диссертациянинг «Анодли алюминий оксид асосидаги ғовакли нанокомпозит системаларнинг хоссалари» деб номланган учинчи бобида бир ва икки босқичда анодланган ғовакли мембраналарнинг физик-кимёвий хоссалари, кислотали муҳит таъсирида ААО мембранасининг текстуравий хоссалари ўзгаришига ва анодлаш жараёнларига кучланиш, электролит концентрацияси, ҳарорат ва вақт каби параметрларнинг таъсири ўрганилган. Тадқиқот ишида турли металл нанозаррачалари киритилган анодли алюминий оксид асосидаги ғовакли нанокомпозит системаларни тайёрлаш жараёнлари ҳам кўрсатилган.

Дастлаб, бир босқичда оксалат кислота электролити иштирокида анодланган ғовакли мембраналарнинг морфологик хоссалри сканерловчи электрон микроскоп (СЭМ) ёрдамида ўрганилди, мембрана ғовакликлари ўлчами кичик ва улар сирт юзада тартибланмаган ҳолатда жойлашганлигини кўрсатди. Кимёвий ишлов берилган мембраналарда оксид қатлам мавжуд бўлмаслиги ва бу қатлам анодлангандан кейин шаклланишини рентгенофазавий таҳлил натижалари кўрсатди.

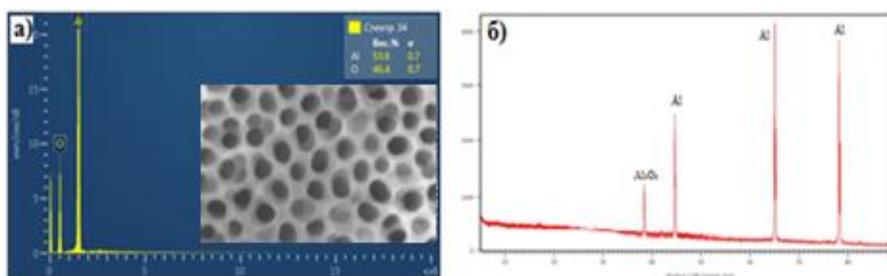
Икки босқичли анодланган алюминий пластинкаси сирт юзасининг морфологик хусусиятлари шуни кўрсатдики, ААО мембранасида шаклланган ғовакликларнинг диаметри ўртача 50-100 нм эканлиги (1а,б-расм), мембраналар ён томондан ўрганилганда ушбу наноғовакликлар узун найсимон шаклда ва тартибланган ҳолатда эканлиги аниқланди (1в-расм).



1-расм. Икки босқичли анодланган алюминий пластинкасининг СЭМ натижалари: а,б) устки томондан ва в) ён томондан кўриниши

Алюминий пластинкасини икки босқичли анодлаш натижасида ғовакликлари юқори даражада тартибланган, ғовакликлари девори қалин ва узун найсимон шаклдаги нанотрубкаларга эга бўлган ААО мембраналарини синтез қилиш мумкинлиги ва бундай натижага фақат маълум анодлаш жараёни параметрларини босқичма-босқич ўзгартириш орқалигина эришиш мумкинлиги аниқланди.

Анодланган ғовакли мембрананинг таркиби СЭМ га уланган энерго-дисперсион спектри (ЭДС) ва XRD анализ усуллари ёрдамида ўрганилди (2-расм).



2-расм. Икки босқичли анодланган ғовакли мембраналарнинг ЭДС (а) ва XRD анализ (б) натижалари

Анодланган алюминий пластинкасининг СЭМ-ЭДС таҳлил натижалари ғовакли мембрана 53.6% - алюминий ва 46.4% - оксид қатламдан иборат эканлигини кўрсатди (2а-расм). Шунингдек, XRD таҳлил натижалари анодланган алюминий пластинкасида оксид қатлам мавжудлигини, яъни алюминий пиклари $2\theta = 44.8^\circ, 65.2^\circ, 78.4^\circ$ бурчак остида ва Al_2O_3 пики $2\theta = 38.5^\circ$ (2б-расм) бурчак остида мавжуд эканлигини тасдиқлади.

Кучсиз кислотали муҳитнинг анодли алюминий оксид мембраналарига таъсири паст ҳароратларда 15-60 дақиқа мобайнида амалга оширилди. Натижада кимёвий ишлов бериш вақти ортиб бориши билан ААО мембранаси сирт юзасидаги ғовакликлар ўлчами ҳам катталашиб боришини СЭМ натижалари кўрсатди. Бир соат мобайнида ғовакликлар диаметри ўртача 30 нм дан 100 нм гача ортган бўлса, ғовакликлар орасидаги масофа эса ўзгаришсиз қолиши аниқланди.

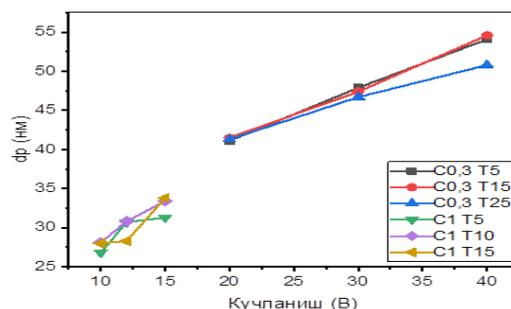
ААО мембранаси ғовакликларининг ўлчами анодлаш жараёни параметрларига боғлиқлиги ўрганилди. Ғовакли мембраналарнинг ғоваклик диаметри (\bar{d}_p , нм), ғовакликлараро масофа (\bar{d}_i , нм), оксид қатлам қалинлиги (\bar{e} , μm) ва ғоваклилик даражаси (\bar{P} , %) каби параметрлари СЭМ натижалари асосида ImageJ дастурий таъминоти ёрдамида таҳлил қилинди (1-жадвал). Намуналар қуйидагича номланди: С – оксалат кислота ва унинг концентрацияси, Т – ҳарорат, В – анодли кучланиш.

Оксалат кислота иштирокида концентрация, ҳарорат ва анодли кучланишни ўзгартириш орқали олинган ААО мембранаси морфологик параметрларининг ўртача қийматлари

Намуна	\overline{dp} (нм)	\overline{di} (нм)	\overline{e} (µм)	\overline{P} (%)
C0.3 T5 B20	41.1±3.3	49.9±4.3	3.7±0.6	28.2±1.8
C0.3 T5 B30	47.6±3.4	60.8±4.3	6.2±0.5	26.1±1.6
C0.3 T5 B40	54.1±3.2	76.1±6.3	9.4±0.5	28.9±4.2
C0.3 T15 B20	41.5±3.2	49.9±4.3	5.8±0.8	25.2±0.8
C0.3 T15 B30	47.4±3.3	62.4±6.7	10.1±1.0	22.2±2.5
C0.3 T15 B40	54.6±3.1	72.1±4.6	20.3±0.5	33.2±0.6
C0.3 T25 B20	41.3±2.7	51.2±4.3	8.9±0.7	26.3±0.7
C0.3 T25 B30	46.7±2.7	62.7±7.4	19.7±1.1	32.1±0.3
C0.3 T25 B40	50.8±2.8	70.6±4.8	31.6±0.8	26.8±0.4
C1 T5 B10	26.8±2.5	36.5±3.6	5.7±0.3	13.2±0.5
C1 T5 B12	30.7±2.8	40.8±4.4	9.5±0.2	20.2±0.9
C1 T5 B15	31.3±2.3	44.9±5.2	16.8±0.5	19.1±2.8
C1 T10 B10	28.1±3.2	38.2±5.1	9.9±0.2	15.4±1.7
C1 T10 B12	30.8±2.3	40.1±3.9	14.8±0.2	26.6±0.7
C1 T10 B15	33.4±3.4	45.5±4.4	21.4±0.6	27.8±0.3
C1 T15 B10	28.0±2.3	38.1±4.2	18.9±0.4	19.7±0.5
C1 T15 B12	28.3±3.1	42.5±4.7	25.9±0.3	20.8±0.6
C1 T15 B15	33.8±2.5	47.3±4.6	57.9±0.6	24.9±2.8

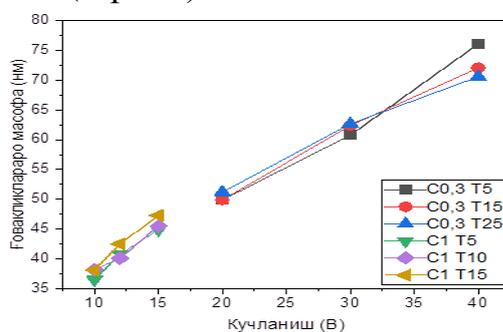
Ушбу жадвал натижаларидан маълум бўлдики, анодлаш жараёнининг энг минимал муҳити сифатида C1 T5 B10 бўлса, энг оптимал муҳит эса C0.3 T15 B40 да амалга ошиши аниқланди ва барча ғовакли мембраналар синтези ушбу анодлаш шароитида амалга оширилди. ААО мембранаси ғовакликлари шаклланишига анодлаш жараёни параметрларининг таъсири ўрганилди.

Ғоваклик диаметри (\overline{dp}). ААО мембранасини 0.3 ва 1 М ли оксалат кислота электролити иштирокида анодлаш натижалари шуни кўрсатдики, электролит ҳарорати ғоваклик диаметрига деярли таъсир кўрсатмаслиги, яъни ҳарорат ортиб бориши билан ғовакликлар диаметри жуда кам ўзгариши аниқланди. Анодлаш жараёни 0.3М, 30В ва 5 °С да амалга оширилганда ғовакликлар диаметри 47 нм бўлса, 25 °С да эса 46.7 нм ни ташкил қилган. Анодли кучланиш 10В дан 40В га ортиб борган сари ғовакликлар диаметри ҳам чизиқли равишда ортиши кузатилган бўлса, электролит концентрацияси 0.3М дан 1М га ўзгарганда эса ғоваклик диаметри ўлчамлари мос равишда камайиб бориши кузатилди (3-расм).



3-расм. ААО мембранасидаги ғовакликлар диаметрининг электролит концентрацияси, ҳарорат ва кучланишга боғлиқлиги

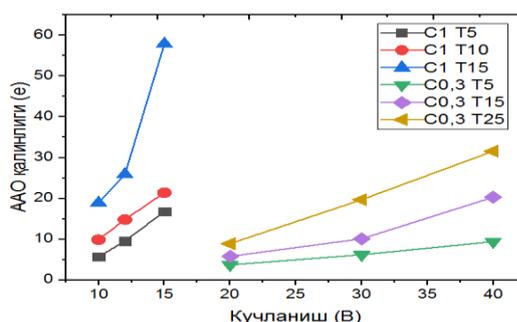
Ғовакликлараро масофа (\bar{d}_i). Бу жараёнда ҳам худди юқоридаги ғоваклик диаметри хоссаларига ўхшаш натижалар кузатилди, яъни электролит ҳарорати ғовакликлараро масофага ҳам деярли таъсир кўрсатмаслиги аниқланди (4-расм).



4-расм. ААО мембранаси ғовакликлараро масофасининг электролит концентрацияси, ҳарорат ва кучланишга боғлиқлиги

Анодли кучланиш 10В дан 40В га ортиб борган сари ғовакликлараро масофанинг мос равишда 36.5 нм дан 76 нм га чизикли равишда ортиши кузатилган бўлса, электролит концентрацияси 0.3М дан 1М га ортганда эса ғовакликлараро масофанинг чизикли равишда камайиши аниқланди. Жараён анодли кучланишга тўғри, концентрацияга тескари пропорционал бўлади.

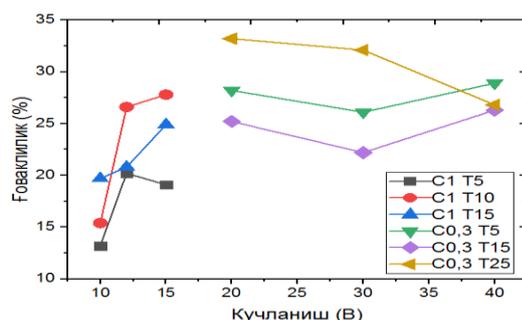
Оксид қатлам қалинлиги (\bar{e}). Анодлаш жараёнида электролит концентрацияси ортиб бориши билан оксид қатлам қалинлиги ҳам ортиб боришини СЭМ таҳлил натижалари кўрсатди, бу жараённи юқори концентрацияли электролитда ионлар миқдори кўп бўлиши билан изоҳлаш мумкин. Электролит ҳарорати ортиб бориши билан оксид қатлам қалинлиги ҳам мос равишда ортиб борган, яъни, 1М ,10В, 5 °С да оксид қатлам қалинлиги ~5 μm бўлса, 15 °С да ~19 μm ни ташкил этган (5-расм).



5-расм. ААО мембранаси оксид қатлам қалинлигининг электролит концентрацияси, ҳарорат ва кучланишга боғлиқлиги

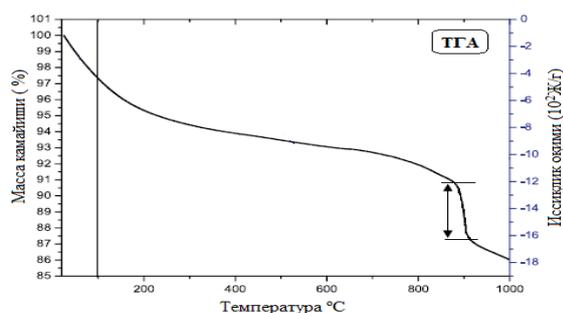
Шунингдек, анодлаш жараёнида кучланиш миқдори 10В дан 40В га ортиб бориши натижасида оксид қатлам қалинлиги ҳам мос равишда ортиб бориши аниқланди.

Ғоваклилик даражаси (\bar{P}). 0.3 М ли оксалат кислота электролити иштирокида 25 °С да синтез қилинган мембраналар учун анодли кучланиш ортиши билан ўртача ғоваклилик даражаси камайиши аниқланган бўлса, 5 ва 15 °С ли ҳароратларда эса ғоваклилик даражасининг ўзгариши камроқ кузатилди. Ғоваклик диаметри электролит ҳароратига сезиларли даражада боғлиқ эмаслиги айтиб ўтилган бўлса-да, ўртача ғоваклилик даражаси 5 ва 15 °С га қараганда 25 °С да камроқ эканлигини кўрсатди (6-расм).



6-расм. ААО мембранаси ғоваклилик даражасининг электролит концентрацияси, ҳарорат ва кучланишга боғлиқлиги

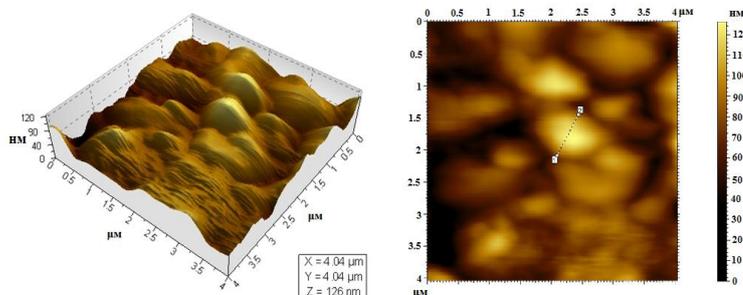
Оксалат кислота концентрацияси 1М ли шароитда юқоридаги натижаларнинг акси кузатилди, яъни ҳарорат 10 ва 15 °С бўлганда анодли кучланиш миқдори ортиши билан мембрананинг ўртача ғоваклилик даражаси ҳам сезиларли равишда ортишига олиб келди. ААО мембраналарини калцинациялаш жараёнида ғовакли мембрана массасининг ўзгариши термогравиметрик анализ (ТГА) усули ёрдамида таҳлил қилинди (7-расм).



7-расм. ААО ғовакли мембранасининг ТГА таҳлил натижаси

ТГА таҳлил натижаларидан ААО мембранасида масса камайишининг асосан учта босқичи мавжуд эканлиги аниқланди. Биринчи босқич хона ҳароратидан 100 °С гача бўлган ораликда ААО мембранаси ғовакликлари сирт юзасидаги ва ғовакликлар ички деворидаги сув молекулаларининг чиқиб кетиши билан, иккинчи босқич 100-200 °С оралиғида амалга ошиб, хемосорбцияланган сув молекулаларининг чиқиб кетиши билан боғлиқ бўлса, учинчи босқич 200-850 °С оралиғида оксалат кислота тузларининг чиқиб кетиши ҳисобига амалга ошади. ТГА натижалари синтез қилинган ААО мембранасининг ўртача 0.6-08% масса йўқотиши ва қуритилган ААО мембранаси ғовакликларида жуда кам миқдорда сув бўлиши аниқланди.

ААО мембранасила шаклланган ғовакликларнинг тузилиш топографияси атом куч микроскопи (АСМ) ёрдамида ҳам тадқиқ қилинди (8-расм). АСМ усулининг СЭМ усулидан афзаллик томони шундаки, СЭМ ёрдамида намуналарни текшириш учун намуна сирт юзаси юпқа ўтказувчи углерод, кумуш ёки олтин билан қопланади, бу эса ААО мембранаси сирт юзасидаги айрим нозик хусусиятларни беркитиши мумкин, шунинг учун ҳам бу жиҳатдан АСМ ёрдамида ўрганиш самарали усул ҳисобланади.



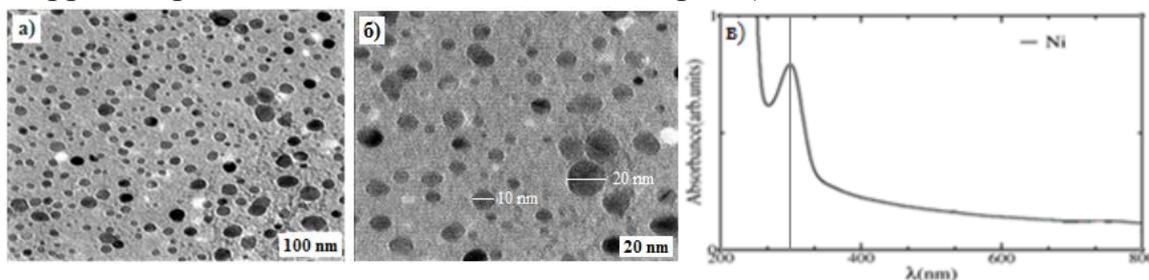
8-расм. ААО ғовакли мембранасининг АСМ таҳлил натижалари

АСМ усули натижалари ААО мембраналари сирт юзасида ғовакликлар шаклланганлиги, улар сирт юза бўйлаб текис тарқалганлиги ва бу ғовакликлар ўлчами ўртача 100 нм эканлигини яна бир бор тасдиқлади.

Икки босқичли анодли оксидлаш усулида синтез қилинган анодли алюминий оксид мембраналарининг морфологик хоссалари таҳлил қилинди ва турли металл нанозаррачаларини “яшил синтез” усулида олиш бўйича тадқиқот ишлари олиб борилди.

Амаранта ўсимлиги экстракти ёрдамида Ni, Co ва Mo нанозаррачалари синтез қилиниб, уларнинг физик-кимёвий хоссалари ўрганилди ва экстракт таркибидаги органик фитокимёвий моддалар металл нанозаррачаларини қайтарувчи ва барқарорлаштирувчи агент вазифасини бажариши аниқланди.

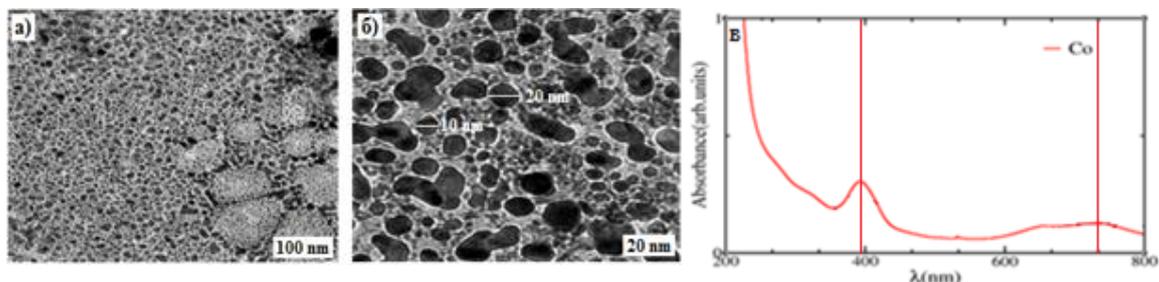
Ni нанозаррачаларининг физик-кимёвий хоссалари. “Яшил синтез” усулида олинган никель нанозаррачаларининг хоссалари трансмиссион электрон микроскоп (ТЭМ) ва УБ- спектрида тадқиқ қилинди. ТЭМ таҳлил натижалари никель нанозаррачалари сферик шаклда бўлиб, уларнинг ўлчами ўртача 10-20 нм эканлигини, УБ- спектр натижалари эса 300 нм тўлқин узунлигида характерли соҳа мавжудлигини кўрсатди, бу соҳадаги пик никель нанозаррачаларига мос келиши аниқланди (9-расм).



9-расм. Амаранта экстракти билан олинган Ni нанозаррачаларининг ТЭМ а) 100 нм, б) 20 нм ва в) УБ- спектр натижалари

Co нанозаррачаларининг физик-кимёвий хоссалари. Худди шунингдек, кобальт нанозаррачаларининг ТЭМ анализ ва УБ- спектрлари ҳам тадқиқ

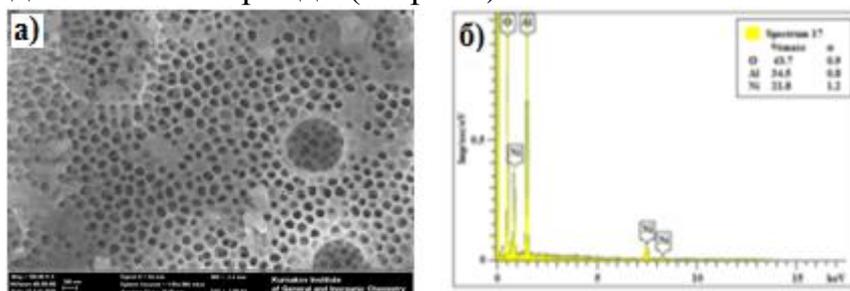
килинди. ТЭМ таҳлил натижалари кобальт нанозаррачаларининг шакли овалсимон ва уларнинг ўлчами ўртача 20 нм эканлигини кўрсатган бўлса, УБ- спектр натижалари 400 ва 750 нм тўлқин узунликларида характерли соҳалар мавжудлигини намоён қилди. Таҳлил натижаларидан бу пиклар кобальт нанозаррачаларининг ютилишига мос келиши аниқланди (10-расм).



10-расм. Амаранта экстракти билан олинган Co нанозаррачаларининг ТЭМ а) 100 нм, б) 20 нм ва в) УБ- спектр натижалари

“Яшил синтез” усулида олинган металл нанозаррачалари ААО мембранаси ғовакликларига босқичма-босқич равишда молекуляр қатламлаш усули орқали киритилди. Металл нанозаррачаларини ғовакликларга киритиш жараёни икки электродли электрохимёвий ячейкада -1.6В дан -2.2В гача доимий кучланишда 3-10 дақиқа мобайнида олиб борилди ва натижада ғовакли нанокомпозит системалар олинди.

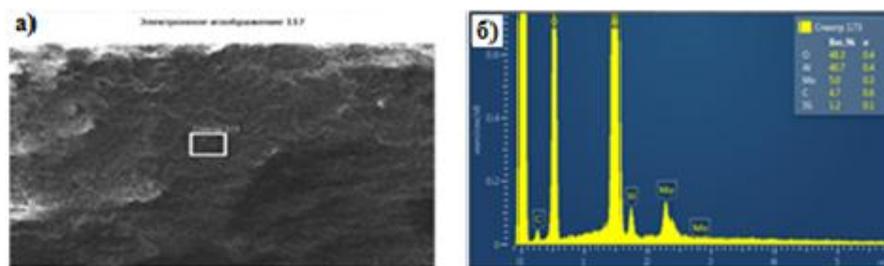
Ni/Al₂O₃ нанокомпозитнинг физик-химёвий хоссалари. Сканерловчи электрон микроскоп (СЭМ) ёрдамида ғовакли Ni/Al₂O₃ нанокомпозитнинг морфологияси ва химёвий таркиби тадқиқ қилинди. Ғовакли нанокомпозит система таркибидаги никель нанозаррачаларининг миқдорий таҳлили ЭДС усули ёрдамида амалга оширилди (11-расм).



11-расм. Ni/Al₂O₃ ғовакли нанокомпозит системанинг СЭМ (а) ва ЭДС (б) таҳлил натижалари

СЭМ ёрдамида олинган натижалар ғовакли Ni/Al₂O₃ нанокомпозитнинг сирт юзаси сферик шаклдаги наноғовакликлардан иборат (11а-расм), ЭДС таҳлил натижалари эса ААО мембранаси ғовакликларида Al-34.5%, Ni-21.8% ва O-43.7% миқдорда мавжуд эканлигини кўрсатди (11б-расм). Ушбу тадқиқот натижалари олинган ғовакли нанокомпозит системаларда кўшимча аралашмалар мавжуд эмаслигини тасдиқлайди.

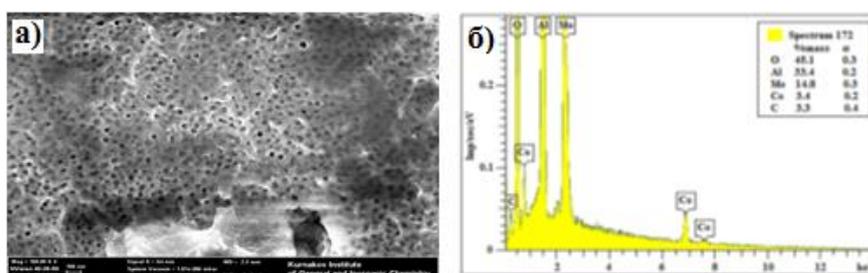
Ni-Mo/Al₂O₃ нанокомпозитнинг физик-химёвий хоссалари. Синтез қилинган Ni-Mo/Al₂O₃ ғовакли нанокомпозит системанинг сирт юзаси морфологик хоссалари СЭМ ёрдамида тадқиқ қилинганда ушбу нанокомпозит система сирт юзаси металл нанозаррачалари билан қопланганлигини кўрсатди (12а-расм).



12-расм. Ni-Mo/Al₂O₃ ғовакли нанокөмпозит системанинг СЭМ (а) ва ЭДС (б) таҳлил натижалари

ЭДС таҳлил натижаларига кўра, ААО мембранаси ғовакликларидида Al – 40.7%, O – 48.3%, Mo – 5.0% ва Ni – 1.2% микдорда мавжуд эканлиги аниқланди (12б-расм), бу олинган ғовакли нанокөмпозит системаларда кўшимча аралашмалар йўқлигини тасдиқлайди.

Co-Mo/Al₂O₃ нанокөмпозитнинг физик-кимёвий хоссалари. Шунингдек, Co-Mo/Al₂O₃ ғовакли нанокөмпозит системанинг сирт юзаси морфологик хоссаларини таҳлил қилиш натижалари шуни кўрсатдики нанокөмпозит сирт юзаси сферик шаклидаги наноғовакликларидан иборат эканлиги аниқланди.



13-расм. Co-Mo/Al₂O₃ ғовакли нанокөмпозит системанинг СЭМ (а) ва ЭДС (б) таҳлил натижалари

СЭМ таҳлил натижалари нанокөмпозит система сирт юзаси сферик шаклидаги 80-100 нм ли наноғовакликларидан иборат эканлигини ва Co-Mo нанозаррачаларини киритиш натижасида сирт юзада ўзига хос морфологик ўзгаришлар бўлганлигини кўрсатди (13а-расм). ЭДС таҳлил натижаларига кўра, ААО мембранаси Al-33.4%, Mo-14.8%, Co-3.4% ва O-45.1% дан иборат эканлиги аниқланди (13б-расм), ушбу тадқиқотлар олинган ғовакли нанокөмпозит системаларда кўшимча аралашмалар йўқлигини тасдиқлайди.

Диссертациянинг «**ААО асосидаги ғовакли нанокөмпозит системаларнинг гидрогенлаш жараёнида қўлланилиши**»² деб номланган тўртинчи бобида катализаторларнинг каталитик фаоллигини текширувчи каталитк қурилма, унга катализаторларни жойлаштириш шартлари, қурилманинг ишлаш шароитлари, синтез қилинган Ni/Al₂O₃, Ni-Mo/Al₂O₃, Co-Mo/Al₂O₃ ғовакли нанокөмпозит системалар иштирокида тўйинмаган (С6-С8) углеводородларни гидрогенлаш жараёнлари, шунингдек, ушбу нанотузилишли катализаторларнинг каталитик фаоллиги маълум катализаторлар билан таққосланган натижалар тадқиқ этилган.

² Муаллиф диссертация ишини бажаришда амалий ёрдам берганлиги учун Ўзбекистон Кимё Фармацевтика илмий-тадқиқот институти лаборатория мудури т.ф.д., проф. М.П.Юнусовга ҳамда катта илмий ходим, PhD. Ш.Т.Гуломовга самимий миннатдорчилик билдиради.

Катализаторлар қатлам-қатлам ҳолатда каталитик реакторга жойлаштирилди, реакторда катализатор қатламлари (кичик пластинка бўлаклари) ораси инерт моддалар (силикатлар) билан тўлдирилди. Сўнгра 30 дақиқа мобайнида 120 °С ҳароратда водород газини оқимида катализатор намлиги йўқотилгач, сатуратр ичидаги газ ҳолатдаги олефин - C₆/C₈ ва водород аралашмаси тўғридан-тўғри катализатор жойлаштирилган каталитик колонка орқали тегишли ҳароратларда ўтказилди. Гидрогенлаш жараёни 1 атм босим остида, ҳарорат 200, 250, 300 ва 350 °С да 2-12 соат мобайнида амалга оширилди.

Гидрогенлаш жараёнлари учун кимёвий тоза (99%) бўлган тўйинмаган углеводородлар (гексен-1, гептен-1 ва октен-1) ишлатилди, буни хроматографик таҳлил натижалари ҳам тасдиқлади. Уларнинг хроматографда ушланиб қолиш вақтлари мос равишда: 1.40 дақ; 3.10 дақ; 5.10 дақиқаларда кузатилган бўлса, гексан, гептан ва октан хроматограммалари эса тегишли равишда: 2.30 дақ; 4 дақ; 6.10 дақиқада намоён бўлди ва ушбу хроматограммалар таҳлил қилинди.

Синтез қилинган Ni/Al₂O₃ ғовак нанотузилишли катализатор тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёнида ҳароратга боғлиқ ҳолатда каталитик фаоллиги ўрганилди (2-жадвал). Ҳарорат ортиб бориши билан маҳсулот конверсияси даражасининг ҳам тегишли равишда ортиб бориши аниқланди.

2-жадвал

Конверсия даражасининг ҳароратга боғлиқлиги

Катализатор Ni/Al ₂ O ₃	H ₂ оқими тезлиги-1000 с ⁻¹ , босим 1 Атм			
	Конверсия даражаси; %.			
	200 °С	250 °С	300 °С	350 °С
C ₆ H ₁₄	32	45	73	90
C ₇ H ₁₆	29	40	68	85
C ₈ H ₁₈	24	37	66	82

Тадқиқот натижаларидан маълум бўлдики, синтез қилинган Ni/Al₂O₃ катализатори иштирокида гидрогенлаш жараёни олиб борилганда тўйинмаган углеводородларнинг (C₆ → C₈) молекуляр массаси (M_r) ортиб бориши билан уларнинг конверсия даражаси камайиб бориши кузатилди. Жадвал маълумотларидан гексан 200 °С да 32% конверсия даражасини намоён қилган бўлса, гептан - 29% ва октан - 24% ни ташкил этганлигини кўриш мумкин. Жараён ҳарорати ортиб бориши билан конверсия даражаси ҳам ортиб борган ва 350 °С да гексан - 90%, гептан - 85%, октан - 82% конверсияланиш даражасини кўрсатган.

Тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёни Ni-Mo/Al₂O₃ катализатори иштирокида тадқиқ қилинди ва катализаторнинг каталитик фаоллиги ўрганилди. Ушбу катализаторнинг Ni/Al₂O₃ дан фарқли томони шундаки гидрогенлаш жараёнида 200 °С да ўзининг каталитик фаоллигини намоён қилмаган (3-жадвал).

Конверсия даражасининг ҳароратга боғлиқлиги

Катализатор Ni-Mo/Al ₂ O ₃	H ₂ оқими тезлиги-1000 с ⁻¹ , босим 1 Атм			
	Конверсия даражаси; %.			
	200 °C	250 °C	300 °C	350 °C
C ₆ H ₁₄	-	40	69	84
C ₇ H ₁₆	-	37	67	81
C ₈ H ₁₈	-	32	61	74

Ni-Mo/Al₂O₃ ғовакли катализатори иштирокида барча тўйинмаган углеводородлар учун 250 °C дан бошлаб конверсия даражасини намоён қилган. Гексан - 40%, гептан 37% ва октан 32% конверсияланиш даражасини ташкил қилган бўлса, 350 °C да мос равишда: 84%, 81% ва 74% ни кўрсатди. Шунингдек, C₆ дан C₈ га ўтган сари конверсия даражаси камайиб бориши аниқланди.

Синтез қилинган Co-Mo/Al₂O₃ катализатори иштирокида ҳам гидрогенлаш жараёнлари олиб борилди, катализаторнинг фаоллиги ўрганилди, олинган тадқиқот натижалари Ni-Mo/Al₂O₃ катализатори билан таққосланди ва таҳлил қилинди (4-жадвал).

Конверсия даражасининг ҳароратга боғлиқлиги

Катализатор Co-Mo/Al ₂ O ₃	H ₂ оқими тезлиги-1000 с ⁻¹ , босим 1 Атм			
	Конверсия даражаси; %.			
	200 °C	250 °C	300 °C	350 °C
C ₆ H ₁₄	-	43	71	86
C ₇ H ₁₆	-	40	69	83
C ₈ H ₁₈	-	35	63	76

Жадвал маълумотларидан кўришиб турибдики, бу катализатор 200 °C да ўзи фаоллигини намоён қилмаган, гидрогенлаш жараёни 250 °C дан юқори ҳароратларда амалга ошган. Ҳарорат ортиб бориши билан тўйинмаган углеводородларнинг конверсияси даражаси ҳам ортиб борган. Гексанинг конверсия даражаси тегишли ҳароратларда 43% дан 86% гача, гептан 40% дан 83% гача ва октан 35% дан 76% гача унумни ташкил этган бўлса, C₆ → C₈ қаторида уларнинг конверсияланиш даражаси камайиб бориши тадқиқ қилинди. Ушбу олинган тадқиқот натижалари Ni-Mo/Al₂O₃ катализаторининг каталитик фаоллиги таҳлил натижалари билан таққосланганда Co-Mo/Al₂O₃ катализатори ўрганилган ҳароратларда тўйинмаган углеводородларни гидрогенлаш жараёнларида каталитик фаоллиги юқорироқ эканлиги аниқланди. Катализаторнинг каталитик фаоллигига ижобий таъсир кўрсатувчи омиллар ўрганилди ва таҳлил қилинди.

Тадқиқ қилинган ғовак тузилишли катализаторлардан фақат Ni/Al₂O₃ катализатори 200 °C да ўз фаоллигини намоён қилган ва гидрогенлаш жараёнлари учун энг самарали катализатор эканлиги аниқланган.

ХУЛОСАЛАР

1. Икки босқичли анодли оксидлаш усулидан фойдаланган ҳолда, ғовакликлари юқори даражада тартибланган анодли алюминий оксид мембранасини синтез қилишнинг асосий параметрлари аниқланди. Оксалат кислота иштирокида анодлаш жараёни шароитларига қараб ғовакликлари диаметри 20 - 100 нм бўлган ғовакли мембраналар олинди. Турли анодлаш шароитларида синтез қилинган нанокомпозит системаларнинг сирт юза морфологияси, ЭДС ва рентгенофазавий таҳлил усулларида тадқиқ қилинди.

2. “Яшил синтез” усулида амаранта ўсимлиги экстрактидан фойдаланган ҳолда никель, кобальт ва молибден нанозаррачаларини олиш усули тақлиф қилинган ва уларнинг оптик хусусиятлари ўрганилганда, 300, 400 ва 750 нм тўлқин узунликларида ўртача ўлчами 20-25 нм бўлган сферик тузилишли никель, кобальт ва молибден нанозаррачаларига характерли соҳалар аниқланди. Тадқиқот натижалари асосида патентга талабнома берилган.

3. Анодли алюминий оксид мембранасига никель, кобальт ва молибден нанозаррачаларини киритиш орқали олинган ғовакли нанокомпозит системаларнинг ғоваклик диаметри 50 нм ва қалинлиги 50 мкм ни ташкил қилган. Анодли алюминий оксид мембранаси ва унга металл нанозаррачалари киритилиши натижасида ҳосил бўлган ғовакли нанокомпозит системаларнинг физик-кимёвий хоссалари СЭМ ва элемент анализ усуллари ёрдамида ўрганилди. Натижалар шуни кўрсатдики, анодли алюминий оксид мембранасида ғовакли структуралар ҳосил бўлган ва бу ғовакли структурада никель, кобальт ва молибден нанозаррачалари мавжуд эканлиги аниқланди.

4. Тўйинмаган (C₆-C₈) углеводородларни гидрогенлаш жараёнида анодли алюминий оксид мембранасига киритилган никель, никель-молибден ва кобальт-молибден таркибли нанозаррачаларининг каталитик фаоллиги тадқиқ қилинди. Бунда Ni/Al₂O₃ системаси қўлланилганда гексан конверсияси 200 °C да, никель-молибден ва кобальт-молибден таркибли катализатордан фойдаланганда эса гексан конверсияси 250 °C дан юқори ҳароратда амалга ошиши аниқланди.

5. Ni/Al₂O₃ катализатори иштирокида гексаннинг чиқиш унуми маълум булган аналог никель тутган катализаторларига қараганда ҳароратни 50 °C гача камайтириши аниқланган ва “Ўзбекнефтегаз” АЖ қошидаги “Газли нефт ва газ қазиб чиқариш” бошқармаси амалиётига жорий қилишга тавсия этилган.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЁНЫХ СТЕПЕНЕЙ DSc.03/30.12.2019. К.01.03 ПРИ
НАЦИОНАЛЬНОМ УНИВЕРСИТЕ УЗБЕКИСТАНА**

НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА

ХАМИДОВ АНВАР МАМАДАЛИЕВИЧ

**СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ**

02.00.01 – Неорганическая химия

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ХИМИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Ташкент – 2021

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирован в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером B2021.4.PhD/K174.

Диссертация выполнена в Национальном университете Узбекистана.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета по адресу ik-kiŋuou.nuu.uz и Информационно-образовательном портале «ZiyoNET» по адресу www.ziyo.net.uz.

Научный руководитель: **Рузимурадов Олим Нарбекович**
доктор химических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Даминова Шахло Шариповна**
доктор химических наук, профессор

Кулдашева Шахноза Абдулазизовна
доктор химических наук, профессор

Ведущая организация: Самаркандский Государственный университет

Защита диссертации состоится «23» 12 2021 г в 12⁰⁰ часов на заседании Научного совета DSc.03/30.12.2019. K.01.03 при Национальном университете Узбекистана. (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Университетская, 4. Тел.: (998 71) 246-07-88; (998 71) 227-12-24, факс: (+99871) 246-53-21; 246-02-24, e-mail: chem0102@mail.ru).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Национального университета Узбекистана (зарегистрирован за № 139). (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Университетская, 4. Тел.: (+99871) 246-07-88, 277-12-24; факс: (+99871) 246-53-21; 246-02-24.)

Автореферат диссертации разослан «10» 12 2021 г.

(протокол рассылки №20-от «10» 12 2021 г).



З.А. Сманова

Председатель научного совета по присуждению ученых степеней, д.х.н., профессор

Д.А. Гафурова

Членский секретарь научного совета по присуждению ученых степеней, д.х.н.

Ш.А. Кадирова

Председатель научного семинара при научном совете по присуждению ученых степеней, д.х.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. На сегодняшний день современные наноструктурированные материалы играют ключевую роль практически во всех областях по всему миру, включая нанотехнологии, микробиологию, ядерную физику, медицину, фармацевтику, производство, сельское хозяйство и электронику. Наноматериалы и нанокатализаторы, полученные методом анодного окисления, также стали важной и неотъемлемой частью обрабатывающей промышленности. Эти катализаторы также имеют особое значение при гидрировании непредельных углеводородов в обрабатывающей промышленности.

В мире ведутся целенаправленные исследования по получению современных нанотехнологических устройств, на основе которых наноструктурированы материалы и катализаторы. В частности, оптимизация условий анодного окисления, синтез мембран из анодированного оксида алюминия с улучшенными текстурными свойствами, разработка новых методов получения нанотрубок (нанопор), получение металлических наночастиц методом «зеленого синтеза», их введение в пористые мембраны и в результате особое значение имеет получение различных металлических наночастиц.

В нашей стране проводятся научные исследования по производству отечественных и наноструктурированных катализаторов взамен импортных. Стратегия действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан ставит задачи «поднять промышленность на качественно новый уровень, глубокую переработку местного сырья, ускорение производства готовой продукции, освоение и совершенствование технологий для новых видов продукции». В связи с этим важное значение имеют научные и практические исследования, направленные на получение новых типов нанокатализаторов с улучшенными свойствами при синтезе пористых наноструктурированных систем и их эффективное применение при решении различных задач, связанных с промышленностью, производством.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указе Президента Республики Узбекистан от 7 февраля 2017 года № УП-4947 «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан»¹ и Постановлении Президента Республики Узбекистан от 25 октября 2018 года № ПП-3983 «О мерах по ускоренному развитию химической промышленности Республики Узбекистан», от 3 апреля 2019 года № ПП-4265 «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности» а также других нормативных актах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии республики. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологии VII – «Химическая технология и нанотехнология».

Степень изученности проблемы. Ведущие ученые мира провели исследования по синтезу нанокатализаторов методом анодного окисления. В частности, G.D. Bengough и J.M. Stuart обнаружили, что можно защитить алюминий и его сплавы от коррозии с помощью анодного окисления. В частности, мембрана из анодированного оксида алюминия была описана F.Keller и его научной группой как гексагональная структура, состоящая из пористого и барьерного слоев. Эта модель послужила основой для первоначального исследования, направленного на лучшее понимание физико-химических свойств анодной мембраны из оксида алюминия. Также, как и в научных исследованиях на основе анодного оксида алюминия W.B. Yang, Y.L. Zhou, X.H. Tang, B.J. Zhang, G.Lei пористые мембраны были синтезированы зарубежными учеными методом одностадийного анодирования, изучена их морфология и физико-химические свойства, D.Fang, H.Masuda, K.Fukuda и G.E.Thompson предложили метод двухэтапного анодирования, в результате которого образуется пористость. Синтезированы анодные мембраны из оксида алюминия с пористой структурой диаметром 100 нм.

Научно-исследовательские работы по синтезу наноструктурированных материалов и катализаторов в стране также быстро развиваются. В частности, ученые нашей страны М.П.Юнусов, О.Н. Рузимурадов и Ш.И. Маматкулов детально изучили синтез наноматериалов и нанокатализаторов на основе метода анодного окисления, их физико-химические и каталитические свойства, а также их применение на практике.

В литературе приведены данные о физико-химических свойствах наноструктурированных материалов, синтезированных методом анодного окисления, но текстурные свойства поверхности этих каталитических систем и факторы, влияющие на них, процессы синтеза металлических наночастиц и их встраивание в полученные пористые мембраны, полностью не поняты. Поэтому в данной диссертации основное внимание уделяется систематическому изучению вышеуказанных процессов, а также производству металлических наночастиц новым методом «зеленого синтеза» и изучению их физико-химических свойств.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего образовательного учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационная работа осуществлена в рамках проекта Национального университета Узбекистана ОТ-Ф-7-52-“Закономерности взаимодействия и реакционной способности органических и неорганических веществ различной природы и получение новых соединений с заданным комплексом свойств” а также практический проект научно-исследовательского плана Туринского Политехнического университета в Ташкенте по теме «ПЗ-20170926279 - Разработка технологии производства наноструктурированных катализаторов» (2018-2020 гг.)

Цель исследования – получение наноструктурированных композитных систем на основе пористого анодного оксида алюминия (АОА) методом двухстадийного анодного окисления, определение их физико-

химических свойств и каталитической активности в процессах гидрирования.

Задачи исследования:

синтез нанокompозитных систем путем получения пористой анодной мембраны из оксида алюминия методом анодного окисления и добавления в них некоторых 3d-металлов;

факторы, влияющие на образование пор при формировании наноструктурированных систем: определение влияния таких параметров, как состав электролита, тип электрода, температура и время;

изучение и анализ текстурных и физико-химических свойств полученных нанокompозитных систем с использованием современных методов исследования;

определение каталитической активности синтезированных нанокompозитных систем в гидрировании непредельных углеводородов.

Объект исследования – пластина алюминия, некоторые соли d - металлов (Ni, Co, Mo), борная кислота, серная кислота, фосфорная кислота, хроматная кислота, непредельные углеводороды.

Предмет исследований является изучение процессов анодного окисления, механизмов образования пористости, изменения поверхности и влияющих на них факторов, а также получение металлических наночастиц методом «зеленого синтеза» и их свойств.

Методы исследования. В процессе исследования использовались комплексные физико-химические методы исследования, такие как микроскопия, рентгенофазовая, газожидкостная хроматография (ГЖХ), УФ-спектроскопия и термогравиметрические анализ.

Научная новизна исследования:

впервые наночастицы металлов Ni, Co и Mo были синтезированы методом «зеленого синтеза», а нанокompозитные системы были получены путем введения этих наночастиц в пористую анодную мембрану из оксида алюминия (АОА);

определено влияние таких параметров, как электролит, его температура, природа электрода, сила тока и время, на образование пор при анодном окислении;

впервые гидрирование ненасыщенного углеводорода-гексена до гексана проводили в присутствии наноструктурированных катализаторов на основе пористой АОА-мембраны;

наиболее активным катализатором процессов гидрирования ненасыщенных (C₆-C₈) углеводородов является Ni/Al₂O₃, который, как было установлено, обладает высокой каталитической активностью и селективностью по сравнению с местными катализаторами.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

на основе метода двухстадийного анодного окисления получены мембраны из пористого анодного оксида алюминия (АОА) и определены факторы, влияющие на процесс анодирования;

получены пористые нанокompозитные системы на основе мембраны из анодированного оксида алюминия с включением некоторых d-металлов (Ni, Co, Mo);

факторы, влияющие на образование пор при формировании наноструктурированных систем: изучено влияние таких параметров, как состав электролита, тип электрода, температура и время;

полученные нанокompозитные системы на основе пористых АOA мембран были использованы в процессах каталитического гидрирования и определена их каталитическая активность.

Достоверность результатов исследования доказана такими современными физико-химическими методами - рентгеновскими лучами, ЭДС, сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), трансмиссионным электронным микроскопом (ТЭМ), атомно-силовым микроскопом (АСМ), термогравиметрическим анализом (ТГА) и УФ-спектроскопией.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследований - разработка основ получения наноструктурированных пористых материалов на основе оксида алюминия методом двухстадийного анодного окисления, изучение механизмов формирования пористости и исследование пористых нанокompозитных систем АOA, содержащих металлические наночастицы Ni, Ni-Mo, Co-Mo, а также их гетерогенные катализаторы.

Практическая значимость результатов исследований заключается в синтезе пористых нанокompозитных систем с улучшенными текстурными свойствами на основе пористых мембран АOA, разработке пористых нанокompозитных систем с металлическими наночастицами, а также каталитической активности этих нанокompозитных систем в процессах производства и гидрогенизации.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов по получению и свойствам наноструктурированных композитных систем на основе пористого анодированного оксида алюминия:

гидрирование непредельных (C₆-C₈) углеводородов в присутствии катализаторов, содержащих Ni/Al₂O₃, Ni-Co/Al₂O₃ и Co-Mo/Al₂O₃ (справка Газлийского нефтегазодобывающего управления АО «Узбекнефтегаз» №30/39-ОР от 23 сентября 2021 года). В результате скорость превращения гексана в присутствии катализатора, содержащего Ni/Al₂O₃, позволила снизить температуру до 50 °С по сравнению с обычными никель-молибденовыми катализаторами;

методы синтеза наноматериалов на основе анодного оксида алюминия использовались при производстве наноматериалов из пористого оксида металла в международном исследовательском проекте «Разработка, изготовление и применение микро/нанокompозитного электрода на основе массива нанопроволок ИТО» (справка Научно-технологического института Куньминского университета, Китай. 18 июня 2021 г.). Результатом стала разработка новых наноматериалов с высокой эффективностью;

нанокompозитные системы на основе пористого оксида алюминия,

полученного методом анодного окисления, были использованы в качестве катализаторов гидрирования непредельных углеводородов в практическом проекте ПЗ-20170929178 «Разработка технологии производства адсорбента для кондиционирования различных технологических газов, в том числе осушки сжиженного нефтяного газа» (справка Агентства по развитию фармацевтической промышленности Минздрава Республики Узбекистан № 25-06/2255 от 5 июля 2021 года). В результате полученные пористые нанокompозитные системы позволили получить насыщенные углеводороды с высоким выходом.

Апробация результатов исследования. Результаты исследования были доложены и обсуждены на 17 научно-практических конференциях, в том числе на 4 международных и 13 республиканских.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 23 научных работ, из них 6 научных статей, в том числе 4 в республиканских и 2 международных журналах, рекомендованных для публикации основных научных результатов диссертации доктора философии (PhD) Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан.

Структура и объём диссертации. Структура диссертации состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка использованной литературы и приложения. Объём диссертации составляет 108 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность и востребованность темы данных исследований, поставлены цели и задачи исследований, приведены и описаны объекты и предметы исследований, показано соответствие исследований приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики Узбекистан, изложены научная новизна и практические результаты исследований, обоснована достоверность полученных результатов, раскрыты научная и практическая значимость результатов диссертации, сделаны выводы о перспективах внедрения в практику результатов исследований и приведены сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации под названием **«Получение и свойства наноматериалов на основе анодного оксида алюминия (АОА)»** приведены общие сведения о синтезе мембран АОА методом анодного окисления, введении в них наночастиц металлов и синтезе наноструктурированных катализаторов, содержащих наночастицы металлов на основе мембраны АОА, а также факторах, влияющих на процесс анодного окисления, нанокатализаторах, используемых в гидрировании. Представлены результаты анализа зарубежной и отечественной научной литературы.

Во второй главе диссертации под названием **«Получение пористых мембран и наноструктурных композитных систем на основе анодного оксида алюминия»** обсуждаются процессы получения мембран из анодного оксида алюминия (АОА) на основе метода анодного окисления, их физико-химические и каталитические свойства. Основное внимание уделяется

следующим важным аспектам: получение мембран АОА при различных условиях анодирования; регулирование размеров и образования пор мембран путем изменения параметров процесса анодирования; удельная поверхность пористых наноматериалов, исследование каталитических процессов за счет увеличения размеров пор и их применения; синтез пористых нанокомпозитных систем с включением металлических наночастиц, а также способы получения металлических наночастиц методом «зеленого синтеза».

В третьей главе диссертации под названием «**Свойства пористых нанокомпозитных систем на основе анодного оксида алюминия**» были изучены физико-химические свойства анодированных пористых мембран в одну и две стадии, влияние таких параметров, как напряжение, концентрация электролита, температура и время, на изменение текстурных свойств АОА-мембраны в кислой среде и процессы анодирования. В исследовании также показаны процессы приготовления пористых нанокомпозитных систем на основе анодного оксида алюминия с включением наночастиц различных металлов.

Первоначально, когда морфологические свойства анодированных пористых мембран в присутствии щавелево-кислотного электролита на одном этапе изучались с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), размер пор мембран был небольшим и они находились в неупорядоченном состоянии. Результаты рентгенофазового анализа показали отсутствие оксидного слоя в химически обработанных мембранах и образование этого слоя после анодирования.

Морфологические свойства поверхности двухэтапной анодированной алюминиевой пластины показали, что поры, образующиеся в мембране АОА, имели средний диаметр 50–100 нм (рис. 1а, б), а при боковом исследовании мембран эти нанопоры оказались вытянутыми и расположенными (рис. 1в).

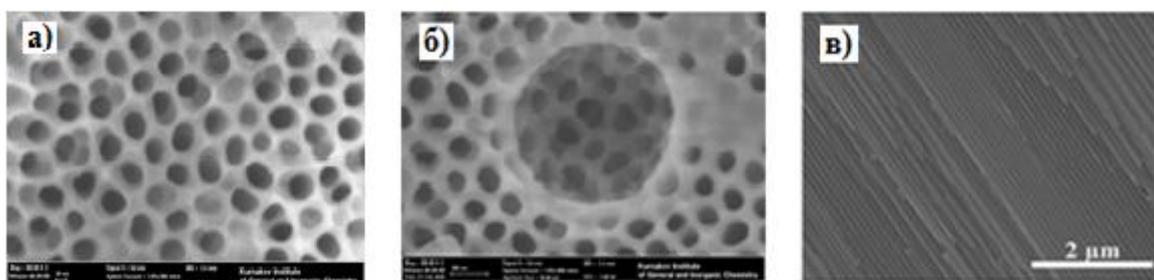
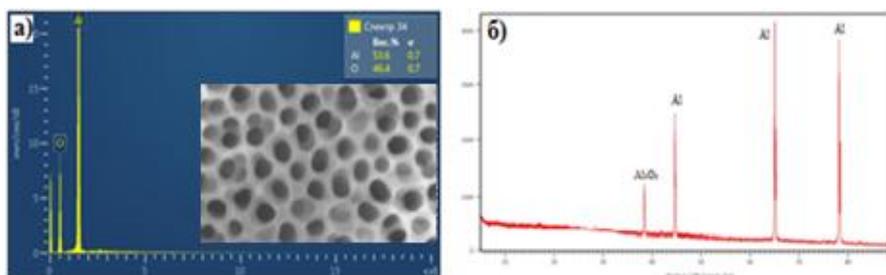


Рисунок 1. Результаты СЭМ двухэтапной анодированной алюминиевой пластины: а, б) вид сверху и в) вид сбоку

В результате двухэтапного анодирования алюминиевой пластины было обнаружено, что можно синтезировать мембраны АОА с высокоупорядоченными порами, пористыми стенками и длинными трубчатыми нанотрубками, и такого результата можно достичь только путем постепенного изменения определенного процесса анодирования. параметры.

Состав анодированной пористой мембраны был изучен с использованием методов анализа энергодисперсионного спектра (ЭДС) и рентгеноструктурного анализа (рис. 2).



Фигура 2. ЭДС (а) двухступенчатых анодированных пористых мембран и результаты рентгеноструктурного анализа (б)

Результаты анализа анодированной алюминиевой пластины с помощью СЭМ-ЭДС показали, что пористая мембрана состоит из 53.6% алюминия и 46.4% оксидного слоя (рис. 2а). Результаты XRD-анализа также подтвердили наличие оксидного слоя на анодированной алюминиевой пластине, то есть пики алюминия присутствовали под углом $2\theta = 44.8^\circ, 65.2^\circ, 78.4^\circ$, а пик Al_2O_3 - под углом $2\theta = 38.5^\circ$ (рис. 2б).

Воздействие слабокислой среды на анодные мембраны из оксида алюминия проводили при низких температурах в течение 15–60 мин. В результате результаты СЭМ показали, что размер пор на поверхности АОА-мембраны также увеличивается с увеличением времени химической обработки. Было обнаружено, что диаметр пор увеличивался в среднем от 30 нм до 100 нм в течение часа, в то время как расстояние между порами оставалось неизменным.

Исследована зависимость размера пор мембраны АОА от параметров процесса анодирования. Параметры пористых мембран, такие как диаметр пористости (\bar{d}_p , нм), межполюсное расстояние (\bar{d}_l , нм), толщина оксидного слоя (\bar{e} , мкм) и уровень пористости (\bar{P} , %) по результатам СЭМ программное обеспечение ImageJ анализировали с использованием (таб. 1). Образцы получили следующие названия: С - щавелевая кислота и ее концентрация, Т - температура, В - анодное напряжение.

Таблица 1

Средние значения морфологических параметров мембраны АОА, полученные при изменении концентрации, температуры и анодного напряжения в присутствии щавелевой кислоты

Намуна	$\overline{d_p}$ (нм)	$\overline{d_i}$ (нм)	\overline{e} (μм)	\overline{P} (%)
C0.3 T5 B20	41.1±3.3	49.9±4.3	3.7±0.6	28.2±1.8
C0.3 T5 B30	47.9±3.4	60.8±4.3	6.2±0.5	26.1±1.6
C0.3 T5 B40	54.1±3.2	76.1±6.3	9.4±0.5	28.9±4.2
C0.3 T15 B20	41.5±3.2	49.9±4.3	5.8±0.8	25.2±0.8
C0.3 T15 B30	47.4±3.3	62.4±6.7	10.1±1.0	22.2±2.5
C0.3 T15 B40	54.6±3.1	72.1±4.6	20.3±0.5	33.2±0.6
C0.3 T25 B20	41.3±2.7	51.2±4.3	8.9±0.7	26.3±0.7
C0.3 T25 B30	46.7±2.7	62.7±7.4	19.7±1.1	32.1±0.3
C0.3 T25 B40	50.8±2.8	70.6±4.8	31.6±0.8	26.8±0.4
C1 T5 B10	26.8±2.5	36.5±3.6	5.7±0.3	13.2±0.5
C1 T5 B12	30.7±2.8	40.8±4.4	9.5±0.2	20.2±0.9
C1 T5 B15	31.3±2.3	44.9±5.2	16.8±0.5	19.1±2.8
C1 T10 B10	28.1±3.2	38.2±5.1	9.9±0.2	15.4±1.7
C1 T10 B12	30.8±2.3	40.1±3.9	14.8±0.2	26.6±0.7
C1 T10 B15	33.4±3.4	45.5±4.4	21.4±0.6	27.8±0.3
C1 T15 B10	28.0±2.3	38.1±4.2	18.9±0.4	19.7±0.5
C1 T15 B12	28.3±3.1	42.5±4.7	25.9±0.3	20.8±0.6
C1 T15 B15	33.8±2.5	47.3±4.6	57.9±0.6	24.9±2.8

Из результатов этой таблицы было обнаружено, что минимальная среда для процесса анодирования была C1 T5 B10, в то время как наиболее оптимальная среда была C0.3 T15 B40, и синтез всех пористых мембран проводился в этих условиях анодирования. Изучено влияние параметров процесса анодирования на формирование пор мембран АОА.

Диаметр пористости ($\overline{d_p}$). Результаты анодирования мембраны АОА в присутствии 0.3 и 1М электролитов щавелевой кислоты показали, что температура электролита практически не влияла на диаметр пор, т.е. диаметр пор очень мало изменялся с повышением температуры. Когда процесс анодирования выполнялся при 0.3М, 30В и 5 °С, поры имели диаметр 47 нм и 46.7 нм при 25 °С. Когда анодное напряжение увеличивалось с 10В до 40В, диаметр пор также линейно увеличивался, в то время как при изменении концентрации электролита с 0.3М до 1М диаметр пор соответственно уменьшался (рис. 3).

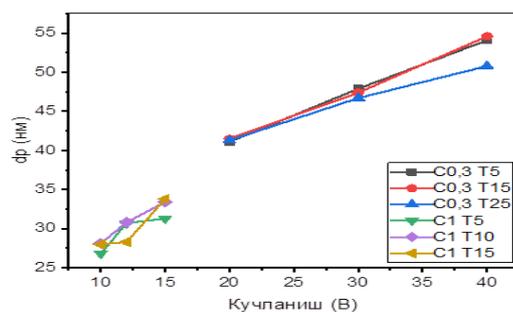


Рисунок 3. Зависимость диаметра пор на мембране АОА от концентрации электролита, температуры и напряжения.

Расстояние между порами (\bar{d}_i). В этом процессе аналогичные результаты наблюдались для указанных выше свойств пористости и диаметра, т.е. было обнаружено, что температура электролита практически не влияла на расстояние между порами (рис. 4).

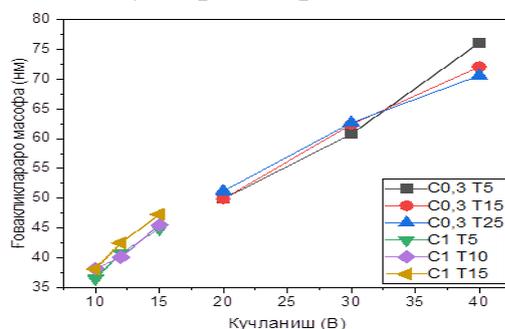


Рисунок 4. Зависимость расстояния между порами мембраны АОА от концентрации электролита, температуры и напряжения.

Когда анодное напряжение увеличивалось с 10В до 40В, линейное увеличение расстояния пористости наблюдалось с 36.5 нм до 76 нм, соответственно, в то время как линейное уменьшение расстояния пористости наблюдалось при увеличении концентрации электролита с 0.3М до 1М. Следовательно, было обнаружено, что расстояние между порами прямо пропорционально напряжению и обратно пропорционально концентрации электролита.

Толщина оксидного слоя (\bar{e}). Результаты анализа СЭМ показали, что по мере увеличения концентрации электролита в процессе анодирования толщина оксидного слоя также увеличивается, что можно объяснить большим количеством ионов в электролите с высокой концентрацией.

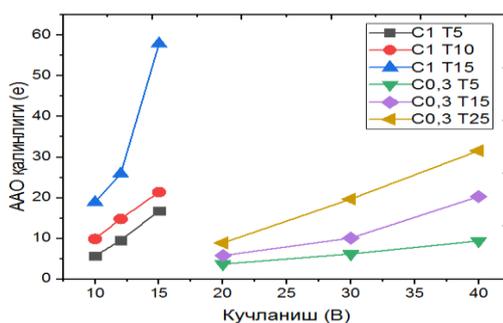


Рисунок 5. Зависимость толщины оксидного слоя мембраны АОА от концентрации, температуры и напряжения электролита

По мере увеличения температуры электролита толщина оксидного слоя также соответственно увеличивалась, например, в электролите 1М толщина оксидного слоя составляла ~5 $\mu\text{м}$ при 5 $^{\circ}\text{C}$ и 19 $\mu\text{м}$ при 15 $^{\circ}\text{C}$. Было обнаружено, что, когда величина напряжения увеличивалась на 10-40В во время процесса анодирования, толщина оксидного слоя также соответственно увеличивалась.

Уровень пористости (\bar{P}). Для мембран, синтезированных при 25 $^{\circ}\text{C}$ в присутствии 0.3 М электролита щавелевой кислоты, уменьшение средней пористости наблюдалось с увеличением анодного напряжения, в то время как меньшее изменение пористости наблюдалось при 5 и 15 $^{\circ}\text{C}$. Хотя было отмечено, что диаметр пористости существенно не зависит от температуры электролита, было показано, что средний уровень пористости был меньше при 25 $^{\circ}\text{C}$, чем при 5 и 15 $^{\circ}\text{C}$ (рис. 6).

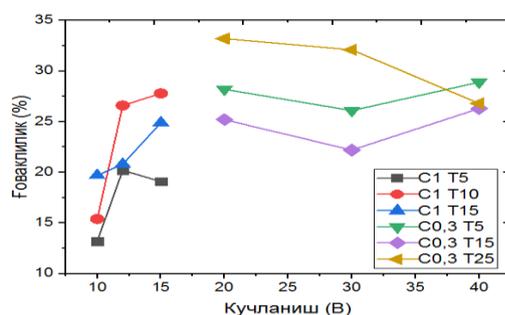


Рисунок 6. Степень пористости АОА-мембраны зависит от концентрации электролита, температуры и напряжения.

Противоположность приведенным выше результатам наблюдалась в условиях концентрации щавелевой кислоты 1М, то есть с увеличением анодного напряжения при температурах от 10 до 15 $^{\circ}\text{C}$ средняя пористость мембраны также значительно увеличивалась. Изменение массы пористой мембраны во время прокалывания мембран АОА было проанализировано с использованием метода термогравиметрического анализа (ТГА) (рис. 7).

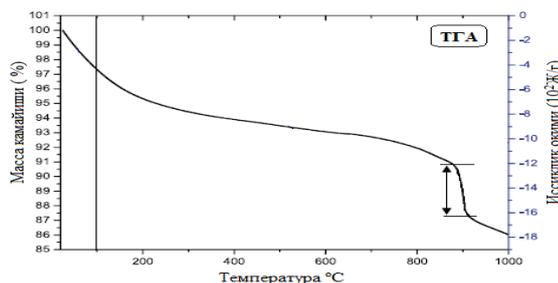


Рисунок 7. Результаты ТГА-анализа АОА мембраны

Результаты анализа ТГА показали, что в основном существует три стадии снижения массы в мембране АОА. а первом этапе при комнатной температуре до 100 $^{\circ}\text{C}$ пористость АОА-мембраны определяется высвобождением молекул воды с поверхности и внутренней стенки пор, если второй этап проходит в интервале 100-200 $^{\circ}\text{C}$ и связан с высвобождением хемосорбированных молекул воды и третья стадия происходит за счет выделения из мембраны солей щавелевой кислоты в интервале 200-850 $^{\circ}\text{C}$. Результаты ТГА выявили в среднем 0.6–0.8% потери массы синтезированной

мембраны АОА и очень небольшое количество воды в порах высушенной мембраны АОА. Структурная топография пор, образованных мембраной АОА, также была изучена с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ) (рис. 8). Преимущество метода АСМ перед методом СЭМ заключается в том, что поверхность образца для покрытия образцов с помощью СЭМ покрыта тонким проводящим углеродом, серебром или золотом, которые могут маскировать некоторые тонкие свойства поверхности мембраны АОА, поэтому исследование АСМ действенный метод.

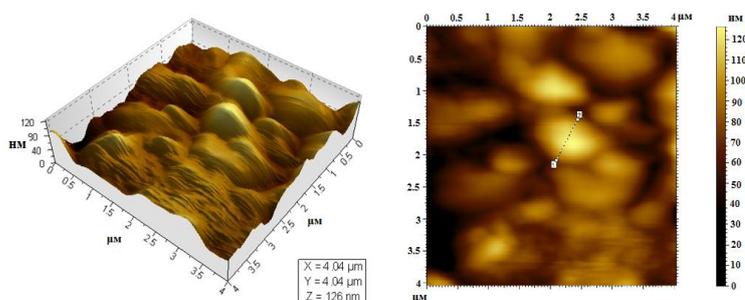


Рисунок 8. Результаты АСМ-анализа АОА мембраны

Результаты метода АСМ еще раз подтвердили, что поры образовывались на поверхности мембран АОА, что они были равномерно распределены по поверхности и что размер этих пор в среднем составлял 100 нм.

Проанализированы морфологические свойства мембран из анодированного оксида алюминия, синтезированного методом двухстадийного анодного окисления, и проведены исследования по получению наночастиц различных металлов методом «зеленого синтеза».

Наночастицы Ni, Co и Mo были синтезированы с использованием экстракта растения амаранта, изучены их физико-химические свойства и было определено, что органические фитохимические вещества в экстракте действуют как восстанавливающий и стабилизирующий агент для металлических наночастиц.

Физико-химические свойства наночастиц Ni. Свойства наночастиц никеля, полученных методом «зеленого синтеза», были исследованы в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) и в УФ-спектре (рис. 9).

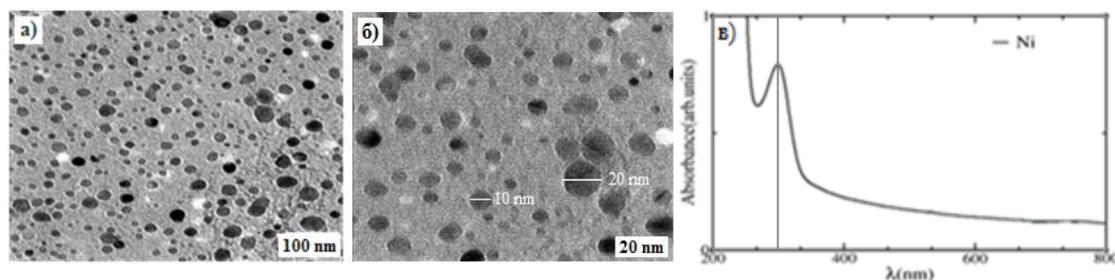


Рисунок 9. Наночастицы Ni полученные с экстрактом амаранта ПЭМ а) 100 нм, б) 20 нм и в) УФ-спектральные результаты

Результаты анализа ПЭМ показали, что наночастицы никеля имели сферическую форму со средним размером 10–20 нм, а результаты УФ-спектров показали характерное поле на длине волны 300 нм, которое соответствовало пику наночастиц никеля в поле. Результаты УФ-спектров

показали наличие характерного поля на длине волны 300 нм, и было обнаружено, что пик в этой области соответствует наночастицам никеля

Физико-химические свойства наночастиц Co. Также были получены ПЭМ-анализ и УФ-спектры наночастиц кобальта. Результаты ПЭМ-анализа показали, что форма наночастиц кобальта была овальной, а их средний размер составлял 20 нм, а результаты УФ-спектрального анализа показали наличие характерных полей на длинах волн 400 и 750 нм. Результаты анализа показали, что эти пики соответствуют поглощению наночастиц кобальта (рис. 10).

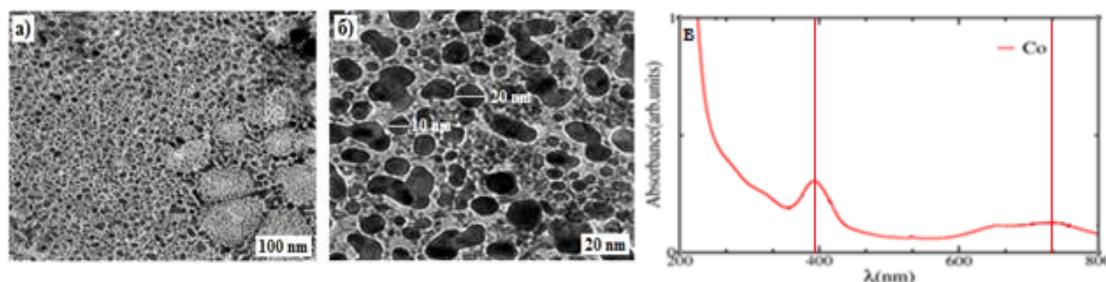


Рисунок 10. Наночастицы Co полученные с экстрактом амаранта ПЭМ а) 100 нм, б) 20 нм и в) УФ-спектральные результаты

Наночастицы металлов, полученные методом «зеленого синтеза», постепенно вводились в поры АОА-мембраны методом молекулярного наслоения. Процесс внедрения металлических наночастиц в поры проводили в двухэлектродной электрохимической ячейке при постоянном напряжении от -1.6В до -2.2В в течение 3-10 минут, в результате чего получались пористые нанокомпозитные системы.

Физико-химические свойства нанокомпозита Ni/Al₂O₃. Морфология и химический состав пористого нанокомпозита Ni/Al₂O₃ были изучены с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Количественный анализ наночастиц никеля в пористой нанокомпозитной системе был проведен с использованием метода ЭДС (рис. 11).

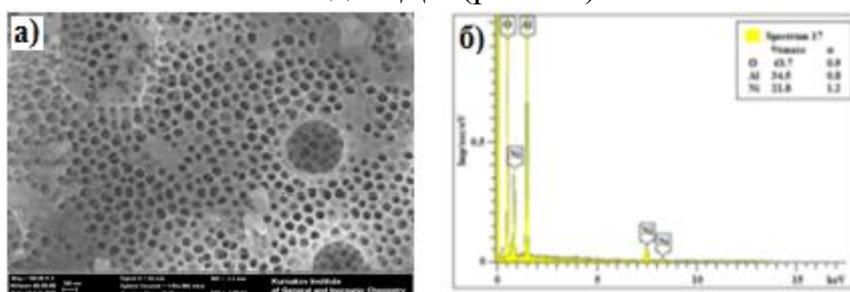


Рисунок 11. СЭМ (а) пористой нанокомпозитной системы Ni/Al₂O₃ и результаты анализа ЭДС (б)

Результаты СЭМ показали, что поверхность нанокомпозита Ni/Al₂O₃ состоит из сферических нанопор (рис. 11а), в то время как анализ ЭДС показал, что Al-34.5%, Ni-21.8% и O-43.7% присутствовали в поры мембраны АОА (рис. 11б). Результаты данного исследования подтверждают отсутствие дополнительных соединений в полученных пористых нанокомпозитных системах.

Физико-химические свойства нанокompозита Ni-Mo/Al₂O₃. Когда морфологические свойства поверхности синтезированной пористой системы нанокompозитов Ni-Mo/Al₂O₃ были исследованы с помощью СЭМ, было показано, что поверхность этой системы нанокompозитов покрыта металлическими наночастицами (рис. 12а).

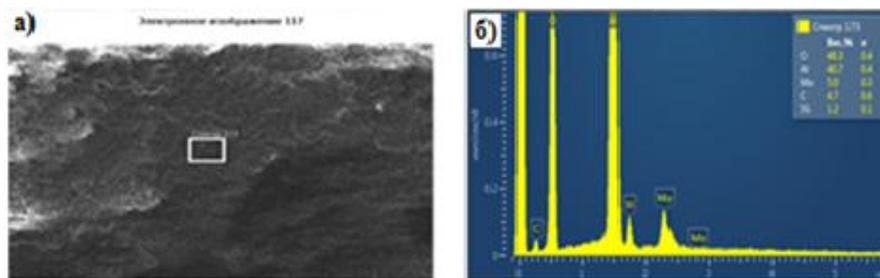


Рисунок 12. Результаты СЭМ (а) и ЭДС (б) анализа пористой нанокompозитной системы Ni-Mo/Al₂O₃

Анализ ЭДС показал, что поры мембраны АОА содержали Al – 40.7%, O – 48.3%, Mo – 5.0% и Ni – 1.2% (рис. 12б), что подтверждает отсутствие дополнительных примесей в полученных пористых нанокompозитных системах.

Физико-химические свойства нанокompозита Co-Mo/Al₂O₃. Также результаты анализа морфологических свойств поверхности пористой нанокompозитной системы Co-Mo/Al₂O₃ показали, что поверхность нанокompозита состоит из пор сферической формы.

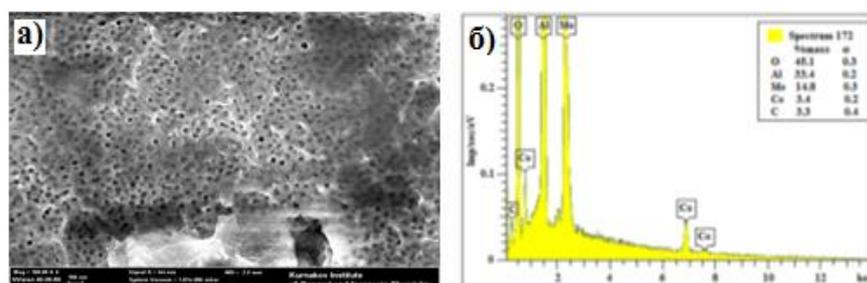


Рисунок 13. Результаты СЭМ (а) и ЭДС (б) анализа пористой нанокompозитной системы Co-Mo/Al₂O₃

Результаты анализа СЭМ показали, что поверхность нанокompозитной системы состоит из сферических наночастиц размером 80-100 нм, и в результате введения Co-Mo наночастиц на поверхности произошли специфические морфологические изменения (рис. 13а). Согласно ЭДС-анализу, мембрана АОА содержит Al-33.4%, Mo-14.8%, Co-3.4% и O-45.1% (рис. 13б), что подтверждает отсутствие дополнительных примесей в пористом нанокompозите.

В четвертой главе диссертации под названием “**Применение пористых нанокompозитных систем на основе АОА в процессе гидрирования**”³ исследуется каталитическое устройство для проверки каталитической активности катализаторов, условия размещения в нем

¹Автор выражает искреннюю благодарность заведующему лабораторией Узбекский научно-исследовательский институт химии и фармацевтики, д.т.н., проф. М.П. Юнусову и старшему научному сотруднику Ш.Т.Гуломову за практическую помощь в реализации диссертация.

катализаторов, условия работы устройства, непредельные (C6-C8) углеводороды в присутствии синтезированных Ni/Al₂O₃, Ni-Mo/Al₂O₃, Co-Mo/Al₂O₃ пористые нанокомпозитные системы, а также процессы гидрирования каталитической активности наноструктурированных катализаторов сравнивали с результатами известных катализаторов.

Катализаторы помещали в каталитический реактор в слоистом состоянии, при котором пространство между слоями катализатора (небольшими фрагментами пластин) в реакторе было заполнено инертными веществами (силикатами). После потери влаги катализатора в потоке газообразного водорода при температуре 120 °С в течение 30 мин смесь газообразного олефина - C₆/C₈ и водорода в сатураторе пропускали непосредственно через колонну с катализатором при соответствующих температурах. Процесс гидрирования проводили при давлении 1 атм, температурах 200, 250, 300 и 350 °С в течение 2-12 часов.

Для процессов гидрирования использовали химически чистые (99%) непредельные углеводороды (гексен-1, гептен-1 и октен-1), что также подтверждено результатами хроматографического анализа. Их времена удерживания на хроматографе наблюдались при 1.40 мин 3.10 мин 5.10 мин соответственно, в то время как хроматограммы гексана, гептана и октана наблюдались при: 2.30 мин 4 мин 6.10 мин, соответственно, и эти хроматограммы анализировались.

Исследована каталитическая активность синтезированного пористого наноструктурированного катализатора Ni/Al₂O₃ в процессе гидрирования непредельных углеводородов в температурно-зависимом состоянии (таб. 2). Было обнаружено, что скорость превращения продукта также увеличивается соответственно с повышением температуры.

Таблица 2

Температурная зависимость скорости конверсии

Катализатор Ni/Al ₂ O ₃	Скорость поток водорода-1000 с ⁻¹ , давление 1 Атм			
	превращение степень; %.			
	200 °С	250 °С	300 °С	350 °С
C ₆ H ₁₄	32	45	73	90
C ₇ H ₁₆	29	40	68	85
C ₈ H ₁₈	24	37	66	82

Результаты исследования показали, что в процессе гидрирования в присутствии синтезированного катализатора Ni/Al₂O₃ скорость их превращения снижалась с увеличением молекулярной массы (M_r) непредельных углеводородов (C₆ → C₈). Из данных таблицы видно, что гексан показал степень конверсии 32% при 200 °С, в то время как гептан - 29% и октан - 24%. С повышением температуры процесса степень конверсии также увеличивалась и при 350 °С степень конверсии гексана - 90%, гептана - 85%, октана - 82%.

Изучен процесс гидрирования непредельных углеводородов в

присутствии катализатора Ni-Mo/Al₂O₃ и изучена каталитическая активность катализатора. Отличие этого катализатора от Ni/Al₂O₃ состоит в том, что он не проявлял каталитической активности при 200 °С в процессе гидрирования (таб. 3).

Таблица 3

Температурная зависимость скорости конверсии

Катализатор Ni-Mo/Al ₂ O ₃	Скорость поток водорода-1000 с ⁻¹ , давление 1 Атм			
	превращение степень; %.			
	200 °С	250 °С	300 °С	350 °С
C ₆ H ₁₄	-	40	69	84
C ₇ H ₁₆	-	37	67	81
C ₈ H ₁₈	-	32	61	74

В присутствии пористого катализатора Ni-Mo/Al₂O₃ показал степень превращения от 250 °С для всех непредельных углеводородов. Гексан показал степень превращения 40%, гептана 37% и октана 32%, соответственно, при 350 °С: 84%, 81% и 74% соответственно. Также было обнаружено, что коэффициент конверсии снизился с С₆ до С₈.

Процессы гидрирования также проводились в присутствии синтезированного катализатора Co-Mo/Al₂O₃, активность катализатора изучалась, полученные результаты исследований сравнивались и анализировались с катализатором Ni-Mo/Al₂O₃ (таб. 4).

Таблица 4

Температурная зависимость скорости конверсии

Катализатор Co-Mo/Al ₂ O ₃	Скорость поток водорода-1000 с ⁻¹ , давление 1 Атм			
	превращение степень; %.			
	200 °С	250 °С	300 °С	350 °С
C ₆ H ₁₄	-	43	71	86
C ₇ H ₁₆	-	40	69	83
C ₈ H ₁₈	-	35	63	76

Из данных таблицы видно, что этот катализатор не проявлял активности при 200 °С, процесс гидрирования проходил при температурах выше 250 °С. Скорость превращения непредельных углеводородов также увеличивается с повышением температуры. В то время как степени конверсии гексана составляли от 43% до 86%, гептана от 40% до 83% и октана от 35% до 76% при соответствующих температурах, их степень превращения снижалась в серии С₆ → С₈, соответственно. В результате проведенного исследования сравниваются результаты анализа каталитической активности катализатора Ni-Mo/Al₂O₃ с тем, что катализатор Co-Mo/Al₂O₃ имеет более высокую каталитическую активность в гидрировании непредельных углеводородов при исследованных температурах. Изучены и проанализированы факторы, положительно влияющие на каталитическую активность катализатора.

Из исследованных катализаторов с пористой структурой только

катализатор $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ показал свою активность при 200 °С и оказался наиболее эффективным катализатором процессов гидрирования.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Методом двухстадийного анодного окисления определены основные параметры синтеза мембраны из анодированного оксида алюминия с высокопористой структурой. В зависимости от условий процесса анодирования в присутствии щавелевой кислоты были получены пористые мембраны диаметром 20 - 100 нм. Морфология поверхности нанокompозитных систем, синтезированных в различных условиях анодирования, исследована методами ЭДС и рентгенофазового анализа.

2. Предложен метод получения наночастиц никеля, кобальта и молибдена с использованием экстракта растений амаранта методом «зеленого синтеза», а при исследовании их оптических свойств сферическая структура наночастиц никеля, кобальта и молибдена со средним размером 20-25 нм при 300, 400 и 750 нм обнаружены. По результатам исследования подана заявка на патент.

3. Пористость пористых нанокompозитных систем, полученных введением наночастиц никеля, кобальта и молибдена в анодную мембрану из оксида алюминия, составляла 50 нм, а толщина составляла 50 мкм. Физико-химические свойства пористых нанокompозитных систем, образующихся в результате введения в нее мембраны из анодированного оксида алюминия и металлических наночастиц, исследованы методами СЭМ и элементного анализа. Результаты показали, что пористые структуры образовывались в анодной мембране из оксида алюминия и что пористая структура содержала наночастицы никеля, кобальта и молибдена.

4. Исследована каталитическая активность наночастиц никеля, никель-молибдена и кобальт-молибдена, внедренных в анодную мембрану из оксида алюминия, при гидрировании непредельных (C₆-C₈) углеводородов. Было обнаружено, что конверсия гексана происходит при 200 °С при использовании системы $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$, а конверсия гексана - при температурах выше 250 °С при использовании никель-молибденовых и кобальт-молибденовых катализаторов.

5. Определено, что в присутствии катализатора $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ выход гексана снижает температуру на 50 °С по сравнению с известными никель содержащими катализаторами и рекомендованы к внедрению в практику Газлийского нефтегазодобывающего управления АО «Узбекнефтегаз».

**SCIENTIFIC COUNCIL ON AWARD OF SCIENTIFIC DEGREES
DSc.03/30.12.2019.K.01.03 AT NATIONAL UNIVERSITY UZBEKISTAN**

NATIONAL UNIVERSITY OF UZBEKISTAN

KHAMIDOV ANVAR

**SYNTHESIS AND PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES BASED ON
ANODIC ALUMINUM OXIDE**

02.00.01 – Inorganic chemistry

**DISSERTATION ABSTRACT OF THE DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD)
ON CHEMICAL SCIENCES**

Tashkent – 2021

The title of the doctoral of philosophy (PhD) dissertation has been registered by the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan with registration numbers of B2021.4.PhD/K174.

The dissertation has been carried out in the National university of Uzbekistan.

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available online of Scientific council www.ik-kimyo.nuu.uz and on the website of "ZiyoNet" information-educational portal www.ziynet.uz.

Scientific supervisor:

Ruzimuradov Olim

Doctor of Chemical Sciences, Professor

Official opponents:

Daminova Shahlo

Doctor of Chemical Sciences

Kuldasheva Shakhnoza

Doctor of Chemical Sciences

Leading organization:

Samarkand State university

The defense of the dissertation will take place on « 23 » 12 2021 in « 12⁰⁰ » at the meeting of Scientific council DSc 03/30.12.2019.K.01.03 at the National University of Uzbekistan (Address: 100174, Tashkent, Universitetical street, 4. Phone: (99871)227-12-24, Fax: (99824) 246-53-21; 246-02-24. e-mail: chem0102@mail.ru).

The dissertation has been registreded at the Informational Resource Centre of National University of Uzbekistan under № 139 (Address: 100174, Universitetical street, 4. Tashkent, Administrative Building of the National University of Uzbekistan, tel.: (99871) 246-67-71).

The abstract of the dissertation has been distributed on « 10 » 12 2021 year

Protocol at the register № 20- dated « 10 » 12 2021 year



Z. Smanova

Chairman of the Scientific Council for
awarding of the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor

D. Gafurova

Scientific Secretary of the Scientific Council
for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences

Sh. Kadirova

Chairman of the Scientific Seminar
Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor

INTRODUCTION (abstract of doctor of philosophy (PhD) thesis)

The aim of the research work is to obtain nanostructured composite systems based on porous anode aluminum oxide (AAO) by the two-step anodic oxidation method, to determine their physicochemical properties and catalytic activity in hydrogenation processes.

The objects of the research work were selected aluminum foil, some d - metal (Ni, Co, Mo) salts, boric acid, sulfuric acid, phosphoric acid, chromatic acid, unsaturated hydrocarbons.

The scientific novelty of the research work is as follows:

for the first time, Ni, Co and Mo metal nanoparticles were synthesized by the “green synthesis” method, and nanocomposite systems were obtained by inserting these nanoparticles into a porous anodic aluminum oxide (AAO) membrane;

the influence of parameters such as electrolyte, its temperature, electrode nature, current strength and time on the formation of pores during anodic oxidation was determined;

for the first time the process of hydrogenation of unsaturated hydrocarbon-hexene to hexane was carried out in the presence of nanostructured catalysts based on a porous AAO membrane;

the most active catalyst for hydrogenation processes of unsaturated (C₆-C₈) hydrocarbons is Ni/Al₂O₃, which has been found to have high catalytic activity and selectivity compared to local catalysts.

Implementation of the research results.

based on the two-step anodic oxidation method, porous anodic aluminum oxide (AAO) membranes were obtained and the factors influencing the anodizing process were determined;

nanostructured composite systems based on porous anode aluminum oxide membrane with some d - metals (Ni, Co, Mo) included;

factors influencing the formation of pores in the formation of nanostructured systems: the influence of parameters such as electrolyte composition, electrode type, temperature and time was studied;

the obtained porous AAO membrane-based nanocomposite systems were used in catalytic hydrogenation processes and their catalytic activity was determined.

The structure and volume of the thesis. The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a list of references and an appendix. The volume of the dissertation is 108 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; part I)

1. **Патент.** № IAP-5-11. А Хамидов., О.Н. Рузимурадов., Х. Бутанов., Ш. Маматкулов. Способ получения наноструктурированных катализаторов методом анодного окисления. 2020.

2. **Патент.** № IAP -0457. А. Хамидов., О.Н. Рузимурадов., Х. Бутанов., Ш. Маматкулов. Получение металлических наночастиц методом “Зеленого синтеза”. 2020.

1. Khamidov A., Hoshimov F., Mamatkulov Sh., Butanov H., Yunusov M., Ruzimuradov O. Catalytic activity of Ni, Co, Mo supported anodic aluminum oxide nanocomposites // Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis. – Indonesia, 2020. – №15(3). – P. 845-852. (*Scopus; IF-1.54*).

2. Khamidov A., Ibragimov T., Ibragimova I. Nickel deposition into ordered alumina pores // Universum: химия и биология. – Россия, 2021. – № 8(86). – С. 86-89. (02.00.00; №2).

3. Khamidov A., Hoshimov F., Nurmanov S., Ruzimuradov O., Mamatkulov Sh. Fabrication and characterization of highly ordered AAO nanotubes // Chemistry and chemical engineering. – Tashkent, 2021. – № 1. – P. 9-13. (02.00.00; №3).

4. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Рузимурадов О.Н. Анодли алюминий оксидан (ААО) метал нанозаррачалари учун мембрана сифатида фойдаланиш // Илмий ахборотнома. – Самарканд, 2020. – №. 5. – Б. 42-46. (02.00.00; №9).

5. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Рузимурадов О.Н., Нурмонов С.Э. Разработка технологии наноструктурированного катализатора на основе оксида алюминия // Композиционные материалы. – Ташкент, 2020. (специальный выпуск). – С. 171-180. (02.00.00; №4).

6. Хамидов А.М., Рузимурадов О.Н., Нурмонов С.Э. Наноғовакли анодли алюминий оксид: сирт юзаси муҳандислиги ва янги пайдо бўлган усулларда эришилган ютуқлар // Композицион материаллар. – Тошкент, 2019. – №4. – Б. 71-74. (02.00.00; №4).

II бўлим (II часть; part II)

7. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Нурманов С.Э. Алюминий қаттик анодланиш жараёнида тўсиқ қатламини бевосита совутиш орқали наноғовакли алюминийнинг тузилишини ўрганиш // Илмий хабарнома. Серия: Кимё тадқиқотлари. – Андижон, 2020. – № 7(51). – Б. 99-107.

8. Khamidov A.M., Nurmanov S.E., Ruzimuradov O.N. Formation of anodic porous alumina in oxalic acid and electrodeposition of Ni // Национальная Ассоциация Ученых (НАУ). – Россия, 2020. – №33/60. – С. 37-41.

9. Khamidov A.M., Nurmanov S.E., Ruzimuradov O.N. Activity of nanocatalysts based on anodic aluminum oxide (AAO) // IX Научно-практическая конференция с международным участием “Наука настоящего и будущего”. – Россия, 2021. Том 1. – С. 192-193.
10. Khamidov A.M., Nurmanov S.E., Ruzimuradov O.N., Yarbekov A., Dong Fang. Influence of anodization parameters on pore characteristics of anodic alumina // International conference “SOL-GEL 2020”. – Samarkand, 2021. – P. 134-136.
11. Khamidov A., Ibragimova I., Ruzimuradov O., Mamatkulov Sh. Application of nickel-containing anodic aluminum oxide for the olefins hydrogenation process // Второй международный симпозиум «Химия для биологии, медицины, экологии и сельского хозяйства» ISCHEM 2021, С.Петербург.
12. Хамидов А.М., Ибрагимова И.Б., Рўзимуратов О.Н. “Яшил синтез” усулида металл нанозаррачаларини олиш // «Комплекс бирикмалар кимёсининг долзарб муаммолари» мавзусидаги республика илмий-амалий конференция. – Тошкент, 2021. – Б. 264-265.
13. Хамидов А.М., Рuzимуратов О.Н. Осаждение никеля в поры упорядоченного оксида алюминия // Материалы республиканской научно-практической конференции с международным участием учёных на тему «Актуальные проблемы химической технологии». – Ташкент, 2021. – С. 649.
14. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Маматкулов Ш.И., Рuzимуратов О.Н., Нурмонов С.Э. Тартибланган алюминий оксид нанотрубкаларини олиш // “Функционал полимерлар фанининг замонавий ҳолати ва истиқболлари” илмий-амалий анжуман материаллари. – Тошкент, 2020. – Б. 179.
15. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Рuzимуратов О.Н. Синтез и исследование наноструктур на основе пористого оксида алюминия // “Кимёнинг долзарб муаммолари” мавзусидаги республика илмий-амалий анжумани. – Тошкент, 2021. – Б. 16.
16. Хамидов А.М., Муродуллаев А.А., Нурманов С.Э. Получение наноструктурных катализаторов никеля на основе системы пористого оксида алюминия // “Кимёнинг долзарб муаммолари” мавзусидаги республика илмий-амалий анжумани. – Тошкент, 2021. – Б. 15.
17. Khamidov A.M., Hoshimov F.Kh., Ruzimuradov O.N. Two step anodizing process of aluminium and physical properties of oxide films // “Замонавий кимёнинг долзарб муаммолари” Республика миқёсидаги хорижий олимлар иштирокидаги онлайн илмий-амалий анжумани тўплами. – Бухоро, 2020. – Б. 247-249.
18. Khamidov A.M., Hoshimov F.Kh., Nurmanov S.E. Simple fabrication of highly ordered AAO nanotubes // «Actual problems and innovative technologies in the field of natural sciences». – Tashkent, 2020. – P. 351-353.
19. Khamidov A. Anodic aluminium oxide film formed in anodizing process // «Actual problems and innovative technologies in the field of natural sciences». – Tashkent, 2020. – P. 386-388.

20. Хамидов А.М., Ҳошимов Ф.Х., Нурмонов С.Э. Алюминий анодли оксидланиш усулида электр майдоннинг ўрни // "Илм-фан ва таълим соҳасидаги янгиликлар" халқаро олимлар иштирокидаги конференция маъруза материаллари. – Андижон, 2020. – Б. 105-106.

21. Хамидов А.М., Нурмонов С.Э. Анодли оксидланиш усули орқали Al_2O_3 нанотрубкаларини олиш // “Инновацион ғоялар ва технологиялар” мавзусидаги илмий-амалий анжуман. – Тошкент, 2019. – Б. 130-132.

22. Хамидов А., Рўзимурадов О., Нурмонов С. Анодли оксидланиш жараёнида алюминий пластинка юзасида нанотрубкаларнинг иккига ажралиши // Кимё, озик-овқат ва кимёвий технологияларни такомиллаштиришда инновацион ғоялар” мавзусидаги Республика илмий-амалий анжуман материаллари тўплами. – Наманган, 2019. – Б. 216-218.

23. Хамидов А.М., Рўзимурадов О.Н., Нурмонов С.Э. Икки босқичли анодли оксидланиш усули орқали Al_2O_3 нанотрубкаларини олиш // “Кимёнинг долзарб муаммолари” профессор-ўқитувчилар ва ёш олимларнинг илмий-амалий анжумани материаллари. – Тошкент, 2019. – Б. 84.

Автореферат «ЎзМУ хабарлари» журнали
таҳририятида таҳрирдан ўтказилди.

Босишга рухсат этилди: 00.00.2021 йил.
Қоғоз бичими 60x84 1/16. Адади __-нуска.
Буюртма №_____

“_____” босмахонасида чоп этилди.
Тошкент ш.