NAMANGAN DAVLAT UNIVERSITETI
ILMIY AXBOROTNOMASI, [2026-8]
ISSN:2181-1458
ISSN:2181-0427

02.00.00-KIMYO FANLARI
journal.namdu.uz
CHEMICAL SCIENCES

UDK 628.35:66.081.3:661.183.2:678.742.2

FAOLLASHTIRILGAN VA METALL BIRIKMALARI BILAN MODIFIKATSIYALANGAN KO‘ MIRLARNI RENTGEN-DIFRAKSION TAHLIL QILISH USULLARI

Obidjon Olimjon o‘ g‘ li Ummatov
G‘ olibjon Mamayunusovich Ochilov
Qo‘ qon davlat universiteti

Annotatsiya: *Ushbu maqolada faollashtirilgan uglerodli materiallarni turli metall birikmalari (Fe, Cu, Zn, Mn, Al, Mg) bilan modifikatsiyalashning sirt arxitekturasi va faza tarkibiga ta’siri adabiyotlar tahlili hamda rentgen-difraksion tahlil (XRD) usullari yordamida ko‘ rib chiqilgan. Turli o‘ tish va ishqoriy-yer metallari oksidlarining uglerod matrisasida taqsimlanishi, yangi faol va katalitik markazlar hosil qilish mexanizmlari hamda ularning g‘ ovaklik tuzilishiga ta’siri tizimlashtirilgan. Modifikatsiyalash jarayonida metall miqdori va termik ishlov berish haroratini optimallashtirishning materialning yakuniy fizik-kimyoviy xossalarini belgilashdagi roli ko‘ rsatib o‘ tilgan.*

Kalit so‘ zlar: *faollashtirilgan ko‘ mir, metall birikmalari, modifikatsiyalash, rentgen-difraksion tahlil (XRD), faza tarkibi, adsorbsiya, sirt maydoni.*

X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS METHODS FOR ACTIVATED AND METAL COMPOUND-MODIFIED CARBONS

Abstract: *In this paper, the effects of modifying activated carbon materials with various metal compounds (Fe, Cu, Zn, Mn, Al, Mg) on their surface architecture and phase composition are reviewed using literature analysis and X-ray diffraction (XRD) techniques. The distribution of various transition and alkaline-earth metal oxides within the carbon matrix, the mechanisms of generating new active and catalytic centers, and their overall impact on the porous structure are systematically classified. Furthermore, the role of optimizing metal loading and thermal treatment temperatures during the modification process in determining the final physicochemical properties of the materials is highlighted.*

Keywords: *activated carbon, metal compounds, modification, X-ray diffraction (XRD), phase composition, adsorption, surface area.*

МЕТОДЫ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННОГО АНАЛИЗА АКТИВИРОВАННЫХ И МОДИФИЦИРОВАННЫХ СОЕДИНЕНИЯМИ МЕТАЛЛОВ УГЛЕЙ

Аннотация: *В данной статье с использованием анализа литературы и методов рентгеновской дифракции (РФА) рассмотрено влияние модификации активированных углеродных материалов различными металлическими соединениями (Fe, Cu, Zn, Mn, Al, Mg) на архитектуру поверхности и фазовый состав. Систематизированы распределение оксидов различных переходных и щёлочноземельных металлов в углеродной матрице, механизмы формирования новых активных и каталитических центров, а также их влияние на пористую структуру. Показана роль оптимизации количества металла и температуры термической обработки в процессе модификации при определении конечных физико-химических свойств материалов.*

Ключевые слова: *активированный уголь, металлические соединения, модификация, рентгеновская дифракция (РФА), фазовый состав, адсорбция, площадь поверхности.*

Kirish

Bugungi kunda oqova suvlarni sanoat chiqindilari, og‘ ir metallar, antibiotiklar va turli organik ekologik pollutantlardan tozalashda faollashtirilgan ko‘ mirlar eng samarali adsorbentlar hisoblanadi. Biroq, oddiy faollashtirilgan ko‘ mirlarning selektivligi va ma’lum turdagi qutbli yoki anionli birikmalarga nisbatan sig‘ imi cheklangan bo‘ lib, bu ularni kimyoviy va strukturaviy jihatdan modifikatsiyalash zaruriyatini tug‘ diradi. Uglerod sirtiga o‘ tish va ishqoriy-yer metallari birikmalarini kiritish materialning nafaqat adsorbsion, balki katalitik va magnit xossalarini ham sezilarli darajada oshirish imkonini beradi.

Adabiyotlar tahlili

Ilmiy manbalarning tahlili shuni ko‘ rsatadiki, ferrosen va temir saqlovchi birikmalar bilan modifikatsiyalangan faollashtirilgan ko‘ mirlar fenol kabi aromatik birikmalarni yutishda dastlabki ko‘ mirga qaraganda yuqoriroq sig‘ im namoyon etadi. Temir saqlovchi nanozarrachalar materialning sirt va g‘ ovak xossalarini o‘ zgartirib, qo‘ shimcha koordinatsion markazlar hosil qiladi [1]. Masalan, lignin asosidagi magnit faollashtirilgan ko‘ mir kompozitlari suv muhitidan atenolol, karbamazepin, diklofenak va sulfametoksazol kabi murakkab farmatsevtik moddalarni muvaffaqiyatli ajratishda yuqori samaradorlik ko‘ rsatgan. Xususan, Mqehe-Nedzivhe va hammualliflari mezoporoz ferrosen-modifikatsiyalangan faollashtirilgan ko‘ mirni maxsus fenolni yutish uchun moslashtirib, xuddi shunday natijani tasdiqlagan [2].

Mis birikmalari (CuO, Cu_2O yoki metall Cu fazalari shaklida) uglerod matrisasiga kiritilganda, tizimda oksidlanish-qaytarilish jarayonlari faollashadi. Mis ionlari organik adsorbentlar bilan barqaror komplekslar hosil qilish xususiyatiga ega bo‘ lganligi sababli, bunday materiallar antibiotiklar va aromatik bo‘ yoqlarni destruksiya qilishda qo‘ llaniladi. Xususan, Cu, Cu_2O va CuO faza aralashmalarini saqlovchi g‘ ovak uglerod siprofloksatsinni adsorbsiyalashda yuqori kinetik ko‘ rsatkichlar qayd etgan. Shuningdek, uglerod yuzasining oksidlanish darajasi hamda sirt funksional guruhlarining tabiati aromatik va organik moddalarning adsorbsiya mexanizmiga sezilarli ta’sir ko‘ rsatishi turli ilmiy izlanishlarda qayd etilgan [1, 3, 6].

Rux oksidi (ZnO) kiritilgan tizimlarda esa sirtda bir vaqtning o‘ zida ham adsorbsion, ham fotokatalitik markazlar shakllanadi. ZnO ning gidroksillangan sirti qutbli organik molekulalar bilan kuchli dipol-dipol ta’sirlashuviga kirishadi. Masalan, magnitli Fe_3O_4 va ZnO nanozarrachalari bilan kompleks modifikatsiyalangan o‘ simlik asosidagi ko‘ mirlar siprofloksatsin adsorbsiyasida samarali bo‘ lib, magnitli komponent materialni sarflangan eritmadan magnit separatsiya yordamida oson ajratib olish imkonini beradi. Bu o‘ rinda, $ZnCl_2$ bilan faollashtirish jarayoni (bu yerda rux tuzi g‘ ovak hosil qiluvchi agent vazifasini baja-radi) va tayyor ko‘ mir sirtiga ZnO fazasini o‘ tirish to‘ liq farqli mexanizmlar ekanligini ta’kidlash lozim. Har ikki holatda ham yakuniy material tarkibidagi qoldiq rux miqdorini rentgen-difraksion tahlil yordamida nazorat qilish talab etiladi [7].

Marganes birikmalari (MnO_2 va aralash MnO_x oksidlari) uglerod sirtida Lyuis kislotali va faol kislorodli markazlarni hosil qiladi. Ular nafaqat adsorbsiyani, balki organik moddalarning katalitik oksidlanishini (geterogen Fenton-simon jarayonlar) ham tezlashtiradi [3]. Guruch somoni asosidagi faollashtirilgan ko‘ mirga Mn va Ce oksidlari kiritilganda fenolning adsorbsiyasi va keyingi termik oksidlanish orqali materialning yuqori darajada regeneratsiyalanishi isbotlangan. Biroq, metall oksidining miqdori kritik ahamiyatga ega: kam miqdordagi MnO_2 yangi faol markazlar hosil qilsa, uning ortiqcha miqdori (1 dan 50 % gacha bo‘ lgan kompozitlarda) uglerod sirtini to‘ liq qoplab, mikrog‘ ovaklarni bloklab qo‘ yadi.

Alyuminiy (Al_2O_3, $Al(OH)_3$ yoki Al-MOF) va magniy (MgO, $Mg(OH)_2$) birikmalari sirtning elektrostatik va kislota-asos tabiatini o‘ zgartiradi. Alyuminiy sirtidagi gidroksil guruhlari anionli tabiatga ega bo‘ yoqlar (masalan, Erioxrom qora T) va gerbitsidlar (paraquat) bilan vodorod bog‘ lari hamda kuchli elektrostatik bog‘ lanishlar hosil qiladi. Magniy oksidi (MgO) esa aksincha, sirtning asoslilik xossasini (pH_{pzc}) oshirib, kislotali funksional guruhli adsorbatlar bilan faol ta’sirlashadi. Garchi MgO bilan qoplash natijasida solishtirma sirt maydoni 1540 dan 1246 m2/g gacha kamaygan bo‘ lsa-da, kimyoviy markazlarning ortishi hisobiga metilen ko‘ kini yutish sig‘ imi yaxshilangan. Metall miqdorining ortishi har doim adsorbsiyani yaxshilamaydi, shu sababli xomashyoni kimyoviy-termik ishlash bosqichlarini mukammal boshqarish talab etiladi [5].

Tadqiqot metodologiyasi

Tadqiqot doirasida dastlabki xomashyo sifatida mahalliy yog‘ och chiqindilari tanlab olindi. Karbonizatsiya va keyingi kimyoviy hamda termik ishlov berish jarayonlari yog‘ och asosidagi uglerodli materialning makromolyukulyar karkasi va g‘ ovaklik tuzilishiga bevosita ta’sir ko‘ rsatadi. Tajribalarda faollashtirish jarayonidan so‘ ng uglerod qatlamlarining tartiblanish (kristallik va amorflik) darajasi o‘ zgarishi, shuningdek, metall tuzlari bilan modifikatsiyalash bosqichida uglerod matrisasi sirtida yangi mineral faza hamda faol kristall markazlarning hosil bo‘ lish qonuniyatlari o‘ rganildi.

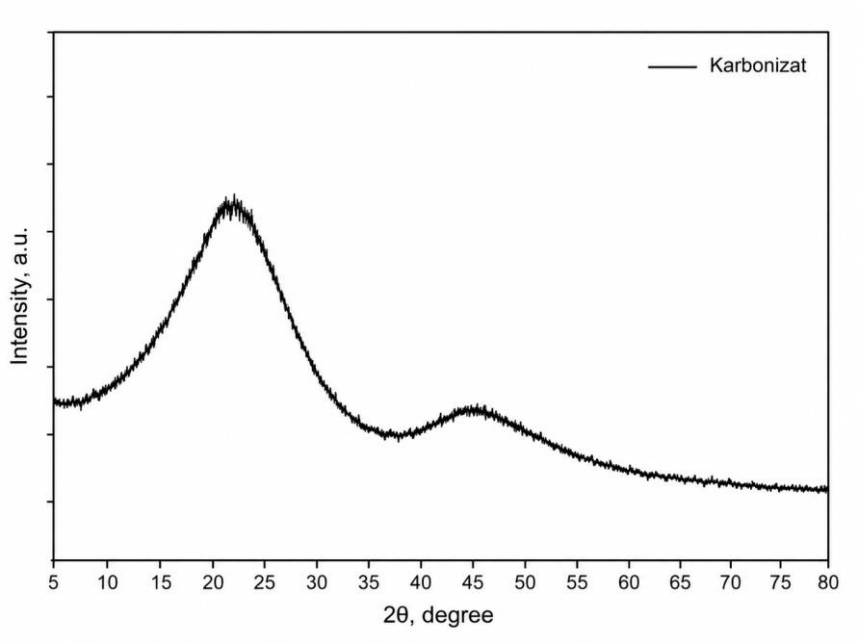
Shu maqsadda, dastlabki uglerodlangan material (karbonizat), kaliy gidroksidi (KOH) yordamida turli nisbatlarda kimyoviy faollashtirilgan ko‘ mirlar hamda temir (Fe), mis (Cu) va rux (Zn) birikmalari bilan modifikatsiyalangan kompozit namunalarining faza tarkibi rentgen-difraksion usulda tahlil qilindi. Olingan difraktogrammalar asosida uglerod fazasidagi strukturaviy o‘ zgarishlar va metall saqlovchi birikmalarning geterogen tabiati baholandi.

Rentgen-difraksion tadqiqotlar Rigaku MiniFlex 600 kukunli rentgen difraktometrida olib borildi. O‘ lchash jarayonlarida to‘ lqin uzunligi $\lambda = 1{,}5406$ Å bo‘ lgan Monoxromatik Cu-Kα nurlanishi qo‘ llanildi. Difraktogrammalar sintez qilingan namunalarning kristall va amorf fazalarini miqdoriy hamda sifat jihatidan aniqlash, shuningdek, faollashtirish va modifikatsiyalashdan keyingi panjara deformatsiyalarini baholash uchun keng burchaklar diapazonida (2θ burchagi 5°dan 80° gacha) qayd etildi.

Natijalar va ularning tahlili

Dastlabki karbonizatning strukturaviy holati

Sintez jarayonining birinchi bosqichida hosil bo‘ lgan va 500 °C haroratda olingan dastlabki karbonizat (C-500) namunasining rentgenogremmasi tahlil qilindi.

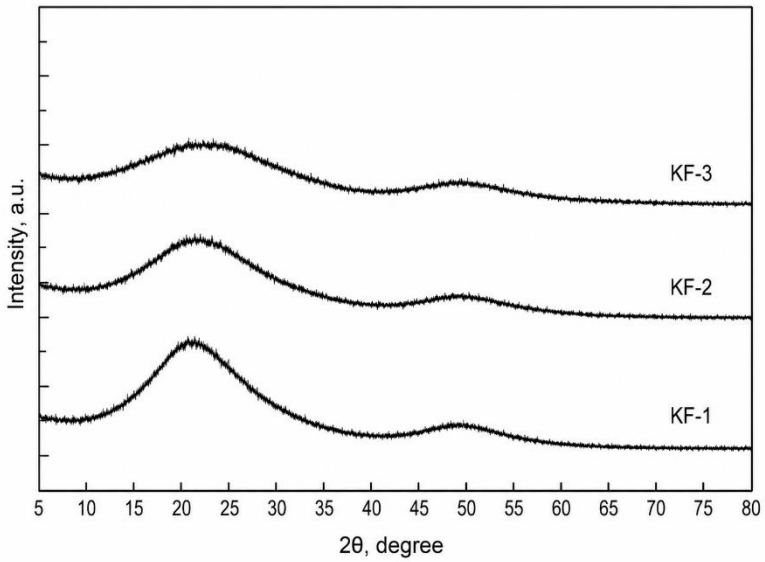


1-rasm. 500°C da olingan karbonizat (C-500) rentgenogremmasi.

1-rasmdagi C-500 karbonizat difraktogrammasida 2θ≈22–24° oralig‘ ida keng intensiv maksimum kuzatiladi. Ushbu maksimum tartibsiz joylashgan aromatik uglerod qatlamlariga xos bo‘ lib, odatda uglerodning (002) tekisligi bilan bog‘ lanadi. Maksimumning keng shaklda namoyon bo‘ lishi karbonizatda uzoq masofali kristall tartib mavjud emasligini, ya’ni material asosan amorf va turbostratik tuzilishga ega ekanligini ko‘ rsatadi.

2θ≈44–46° sohada ikkinchi, ancha kuchsiz va keng maksimum kuzatiladi. U uglerod tuzilishining (100)/(101) yo‘ nalishlariga tegishli bo‘ lib, aromatik qatlamlar ichidagi qisqa masofali tartiblanishni ifodalaydi. Ushbu refleksning past intensivligi 500 °C da karbonizatsiyalangan yog‘ och chiqindilarida uglerod karkasi hali yuqori darajada tartiblanmaganligini ko‘ rsatadi. Difraktogrammada grafitga xos tor va yuqori intensiv reflekslarning kuzatilmasligi ham C-500 namunasining grafitlashmagan, asosan tartibsiz uglerod tuzilishiga ega ekanligini tasdiqlaydi. Demak, 500 °C dagi termik ishlov yog‘ och tarkibidagi organik komponentlarning parchalanishi va aromatik uglerod karkasining shakllanishi uchun yetarli bo‘ lgan, biroq uglerod qatlamlarining yuqori darajada kristallanishiga olib kelmagan.

KOH bilan kimyoviy faollashtirishning strukturaga ta’siri



2-rasmda KOH bilan turli nisbatlarda faollashtirilgan KF-1, KF-2 va KF-3 namunalarining rentgenogrammalari keltirilgan.

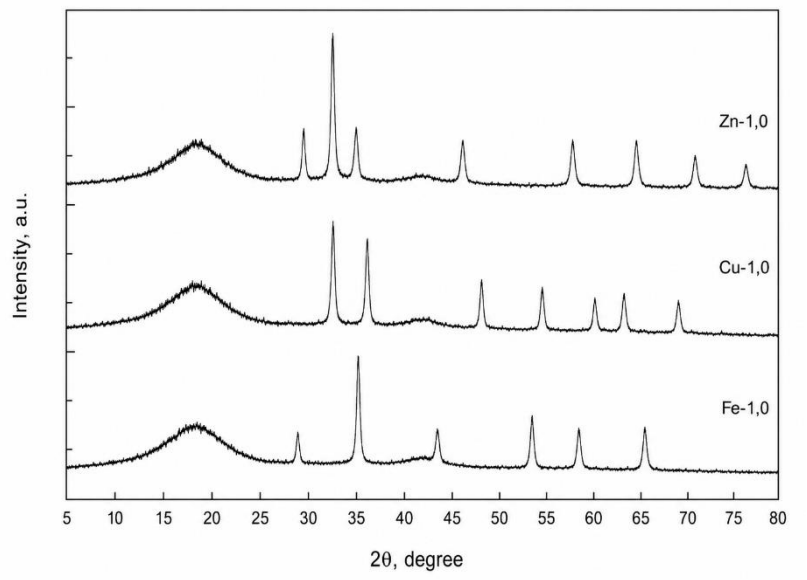
2-rasm. Kimyoviy faollantirilgan ko‘ mir namunalarining rentgenogrammalari.

Barcha namunalarda 2θ≈21–24° oralig‘ ida keng maksimum va 45–50° sohada ancha kuchsiz keng maksimum saqlanib qolgan. Bu reflekslar uglerod materiallarining tartibsiz, turbostratik tuzilishiga xos bo‘ lib, mos ravishda (002) va (100)/(101) yo‘ nalishlari bilan bog‘ lanadi. KF-1 dan KF-3 ga o‘ tganda asosiy maksimumning kengayishi va nisbatan yassilanishi kuzatiladi. KOH:karbonizat nisbatining 1:1 dan 3:1 gacha oshishi uglerod qatlamlari orasidagi tartibning yanada buzilishiga olib kelgan. Bu holat faollashtirish jarayonida KOH ning uglerod karkasi bilan ta’siri kuchayishi, yopiq g‘ ovaklarning ochilishi va yangi g‘ ovaklarning hosil bo‘ lishi bilan bog‘ liq.

KF-2 namunasida asosiy maksimum KF-1 ga nisbatan kengroq, biroq KF-3 dagidek kuchli yassilanmagan. KF-3 da esa maksimumning yanada kengayishi yuqori KOH miqdorida uglerod karkasining chuqurroq yemirilganini ko‘ rsatadi. Shu sababli KF-2 namunasi uglerod tuzilishining yetarli darajada tartibsizlanishi va karkasning haddan tashqari buzilmasligi o‘ rtasidagi nisbatan maqbul holatni namoyon etadi. Difraktogrammalarda aniq va yuqori intensivlikdagi yangi kristall reflekslarning kuzatilmasligi faollashtirishdan keyin ham namunalarning asosiy qismi amorf uglerod holatida saqlanib qolganini ko‘ rsatadi. Olingan natijalar KOH miqdorini oshirish uglerod tuzilishining tartibsizlanishini kuchaytirishini tasdiqlaydi.

Metall birikmalari bilan modifikatsiyalangan ko‘ mirlarning faza tarkibi

3-rasmda Fe-1,0, Cu-1,0 va Zn-1,0 namunalarining rentgen-difraktogrammalari keltirilgan.



3-rasm. Fe, Cu va Zn birikmalari bilan modifikatsiyalangan faollashtirilgan ko‘ mirlarning rentgen-difraktogrammalari.

Dastlabki C-500 karbonizat va KOH bilan faollashtirilgan namunalarda asosan 2θ≈22–24° hamda 43–45° sohalardagi keng maksimumlar kuzatilgan bo‘ lsa, metall tuzlari bilan ishlov berilgandan keyin ushbu fon ustida bir qator aniq reflekslar paydo bo‘ lgan. Demak, modifikatsiyalash jarayonida uglerodning amorf-turbostratik tuzilishi saqlanib qolgan, shu bilan birga metall saqlovchi kristall fazalar hosil bo‘ lgan.

Fe-1,0 namunasida 2θ≈30,2; 35,5; 43,2; 53,6; 57,1 va 62,7° atrofida reflekslar kuzatiladi. Ularning joylashishi temir oksidlaridan, avvalo Fe_3O_4 tipidagi fazaga xos reflekslarga yaqin. Ayniqsa, 35–36° sohadagi intensiv refleks Fe saqlovchi kristall fazaning hosil bo‘ lganini ko‘ rsatadi. C-500 va KF namunalarida bunday tor reflekslar kuzatilmaganligi sababli ularning paydo bo‘ lishi aynan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ bilan modifikatsiyalash natijasi hisoblanadi.

Cu-1,0 difraktogrammasida 35,5 va 38,7° sohalardagi reflekslar ancha yaqqol, shuningdek 48,7; 53–54; 58–62° oralig‘ ida ham qo‘ shimcha reflekslar mavjud. Bu maksimumlar CuO tipidagi mis oksid fazasiga xos qiymatlarga mos keladi. Termik ishlov jarayonida boshlang‘ ich $CuCl_2$ saqlanib qolmaydi, balki uning bir qismi uglerod yuzasida mis saqlovchi oksid fazalariga aylanadi. Shu sababli ushbu namunadagi yangi reflekslarni mis birikmalarining uglerod materialida mavjudligining rentgen-difraksion belgisi sifatida qarash mumkin.

Zn-1,0 namunasida esa 31,8; 34,4; 36,3; 47,5; 56,6; 62,9 va 67,9° atrofidagi reflekslar kuzatiladi. Ularning majmuasi ZnO ning geksagonal tuzilishiga xos difraksion maksimumlarga mos keladi. Zn qatorida reflekslarning nisbatan aniq ko‘ rinishi Zn saqlovchi fazaning ma’lum darajada kristallangan holatda shakllanganini ko‘ rsatadi.

Shu bilan birga, barcha uch namunada 20–25° oralig‘ idagi keng uglerod maksimumi saqlanib qolgan. Bu muhim holat: metall birikmalarining kiritilishi uglerod karkasini to‘ liq kristall fazaga aylantirmagan. Asosiy matritsa avvalgidek tartibsiz ugleroddan iborat, metall saqlovchi fazalar esa uning yuzasi va g‘ ovaklarida alohida kristall zarrachalar ko‘ rinishida shakllangan deb qarash mumkin. Rentgenogrammalar Fe, Cu va Zn saqlovchi yangi kristall fazalarning hosil bo‘ lganini yaxshi ko‘ rsatadi, biroq faqat XRD natijasiga asoslanib Fe^{3+}, Cu^{2+} va Zn^{2+} kationlari uglerod panjarasiga bevosita

kirgan deb aytish to‘ g‘ ri emas. Termik ishlovdan keyin ularning kimyoviy holati o‘ zgaradi. Shu sababli metallarning namunada haqiqatan saqlanib qolganini EDS yoki XRF natijalari bilan tasdiqlash, ularning tarqalishini esa SEM-EDS tasvirlari bilan ko‘ rsatish maqsadga muvofiq. XRD natijasi esa modifikatsiyadan keyin Fe-, Cu- va Zn-saqlovchi kristall fazalar hosil bo‘ lganini tasdiqlaydi.

Xulosalar

Rentgen-difraksion tahlil natijalariga ko‘ ra, C-500 karbonizat va KOH bilan faollashtirilgan KF-1, KF-2 hamda KF-3 namunalarining asosiy qismi tartibsiz, amorf-turbostratik uglerod tuzilishiga ega ekanligi aniqlandi. KOH:karbonizat nisbatining ortishi bilan $2\theta \approx 21–24°$ sohadagi asosiy maksimumning kengayishi uglerod qatlamlarining tartibsizlanishi kuchayganini ko‘ rsatdi. KF-2 namunasida uglerod karkasining yetarli darajada rivojlanishi va uning haddan tashqari yemirilmasligi o‘ rtasida nisbatan maqbul holat kuzatildi.

Fe, Cu va Zn birikmalari bilan modifikatsiyalashdan keyin uglerodning amorf asosiy tuzilishi saqlanib qolgan holda yangi metall saqlovchi kristall fazalar hosil bo‘ ldi. Fe-1,0 namunasida Fe_3O_4 tipidagi, Cu-1,0 da CuO tipidagi, Zn-1,0 da esa geksagonal ZnO fazasiga mos reflekslar aniqlandi. Bu modifikatsiyalash jarayonida metall birikmalarining uglerod yuzasida termik jihatdan barqarorroq fazalarga aylanganini ko‘ rsatadi.

Foydalanilgan adabiyotlar

1. Derylo-Marczewska A. et al. The effect of oxidative modification of activated carbon on adsorption of aromatic compounds from aqueous solutions // Molecules. 2025. Vol. 30. Article 3810. doi: 10.3390/molecules30183810.

2. Wang X., Zhu W., Wang N., Zuo X. Nitrogen-doped oxidized activated carbon as efficient metal-free bifunctional material for bisphenol removal: A tuning of surface chemistry // Journal of Environmental Chemical Engineering. 2022. Article 108509. doi: 10.1016/j.jece.2022.108509.

3. Hotová G. et al. The role of the oxygen functional groups in adsorption of copper (II) on carbon surface // Science of the Total Environment. 2020. Vol. 711. Article 135436. doi: 10.1016/j.scitotenv.2019.135436.

4. Kim W.K., Kim K.H., Vellingiri K., Younis S.A., Boukhvalov D.W. Tailoring the adsorption potential and selectivity of microporous carbon through a two-step chemical-thermal modification approach // Chemical Engineering Journal. 2025. Vol. 518. Article 164820.

5. Lompe K.M. et al. The influence of iron oxide nanoparticles upon the adsorption of organic matter on magnetic powdered activated carbon // Water Research. 2017. Vol. 123. P. 30–39. doi: 10.1016/j.watres.2017.06.045.

6. Mqehe-Nedzivhe K.C., Ojo B.O., Mabuba N. Tailoring mesoporous ferrocene-modified activated carbon for phenol removal in wastewater // Adsorption. 2025. Vol. 31. Article 49. doi: 10.1007/s10450-024-00591-3.

7. Haris M., Zavabeti A., Khan M.W., Murdoch B.J., Paz-Ferreiro J., Mahmood N., Eshtiaghi N. Carbon encapsulated iron oxide for simultaneous Fenton degradation and adsorption of cationic and anionic dyes from water // Journal of Environmental Chemical Engineering. 2022. Vol. 10. Article 108968.