АННОТАЦИЯ
к диссертации на соискание степени доктора философии (PhD) по образовательной программе
«6D074000 – Наноматериалы и нанотехнологии»
Нысанбаевой Гульнуры Рыскуловны
на тему «Модифицированные углеродные наноматериалы пористого графита и рисовой шелухи»

Общая характеристика работы. В представленной диссертационной работе были получены и исследованы наноструктурированные пористые углеродные образцы графита и рисовой шелухи. Эти исследования позволили разработать малозатратные технологии синтеза наноструктурированных пористых образцов, модифицированных высокотемпературной термообработкой методом прямого окисления. Исследования показали, что эти методы обеспечивают контролируемый синтез наноструктурированных образцов с заданной морфологией и свойствами. Изучены физико-химические свойства, морфологическая структура, параметры обработки и сорбционные свойства модифицированных образцов.

Актуальность темы исследования. Проблемы создания малозатратных технологий синтеза многофункциональных наноструктурированных пористых образцов привлекают внимание исследователей. При синтезе наноструктурированных пористых образцов открываются широкие возможности управления структурой и свойствами образцов за счет видимых в нанометровой области размерных эффектов и вклада удельной поверхности в свойства образцов. Потенциал разработки высок при использования нефтесорбентов на основе наноструктурированных пористых образцов, таких как графит и рисовая шелуха.

Добыча нефти увеличивается с каждым годом, что сопровождается значительным загрязнением окружающей среды. Нефть входит в список десяти основных загрязнителей биосферы. Наибольшую угрозу представляют разливы нефти. Загрязнение поверхностных водных объектов нефтяными углеводородами происходит не только при аварийных разливах нефти, но и при транспортировке, бурении и хранении, что увеличивает антропогенную нагрузку на экосистему. Выделяют пять типов воздействия нефти на водные экосистемы:

- прямое отравление живых организмов, повлекшее смерть;
- нарушение физиологической активности водных организмов;
- прямая оболочка нефтепродуктов живого организма;
- возникновение заболеваний, вызванных поступлением углеводов в организм;
- негативные изменения в окружающей среде.

В настоящее время создание нефтяных сорбентов с особой морфологией и характеристиками является одной из важнейших задач ввиду их уникальных химических и физических свойств.

В связи с этим стоит задача создать экономичный нефтесорбент с высокими сорбционными свойствами для быстрого удаления нефтяных загрязнений с водной поверхности. Актуальной задачей решения этой проблемы является поиск наноструктурированных пористых образцов, содержащих углерод, пригодных для производства сорбентов для улавливания нефти с водной поверхности и очистки промышленных сточных вод. Основными требованиями к оптимальному углеродному сорбенту для сбора нефти и нефтепродуктов с поверхности воды являются: высокие нефтесорбционные свойства, возможность регенерации с утилизацией собранной нефти, низкая стоимость и др.

Основу таких веществ составляет кремнийорганические соединения как рисовая шелуха, а также графит, обладающий высокими сорбционными свойствами.

Таким образом, целью данной научной диссертационной работы является поиск высокоэффективных нефтесорбентов, таких как модифицированные наноструктурированные углеродные пористых образцы на основе графита и рисовой шелухи.

Цель работы – получение высокопористых образцов модифицированной наноструктуры на основе графита и рисовой шелухи с определением их нефтесорбционных свойств.

Для достижения поставленной цели необходимо выполнить следующие **задачи:**

1. разработка технологии синтеза модифицированных углеродных наноструктурированных пористых образцов графита и рисовой шелухи;
2. определение эффективных параметров и режимов структурной модификации методами термообработки;
3. характеристика синтезированных терморасширенного графита и карбонизированной рисовой шелухи по химическому составу, структурным особенностям, размерами частиц и морфологическими свойствами;
4. оценка нефтепоглощающей способности и оптимизация процесса поглощения терморасширенного графита и карбонизованной рисовой шелухи.

Объекты исследования: наноструктурированные пористые материалы на основе рисовой шелухи и графита, пористость, наночастицы металлов в смесях 20%графит/80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 30%графит/70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$, сорбционные свойства.

Методы исследования. В работе использованы следующие методы исследования: низкотемпературный адсорбционный анализ азота, сканирующий электронный и оптический микроскопический анализ, энергодисперсионный рентгеновский микроанализ, Рамановский спектроскопический анализ, рентгенофазовый анализ, инфракрасный спектроскопический анализ, спектрофотометрический анализ, сорбционная способность и метод выщелачивания.

Предмет исследования: определение условий синтеза при использовании метода термообработки целевых материалов, степени

вспучивания, необходимой для изучения нанопор полученных образцов и обеспечения полного завершения процесса, а также эффективного разделения фаз образцов для получения пористого наноструктурированного сорбента.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Термическая обработка смесей 20%графит/80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 30%графит/70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$ при температуре 800 ^{0}C в течение 5 минут позволяет получить наноструктурированные пористые материалы со средним диаметром пор 13,3 нм и 10,7 нм. их коэффициенты вспучивания были равны 70,1 см^3/г, 50,2 см^3/г, карбонизация рисовой шелухи при 900 ^{0}C (КРШ-900) в течение 60 минут в присутствии пропан-бутана привела к образованию наноструктурированного пористого материала со средним диаметром пор 11 нм и содержанием углерода 73,2%.

2. По данным сканирующей электронной микроскопии образцов терморасширенного графита ТРГ-1 и ТРК-2 под воздействием частиц цинка (Zn) и железа (Fe) размером 3-4 нм полученной в результате модификации графита и пор карбонизированного рисовой шелухи (ККК-900) придает образцам новые свойства, согласно Рамановским спектрам соотношение I_D/I_G равнялось значениям 0,75-0,87, что свидетельствовало об увеличении структурного беспорядка и графитизации структуры термообработанных образцов.

3. Нанопористые образцы, полученные термообработкой смесей 20%графит/ 80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 30%графит/ 70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$, показали нефтепоглощающую способность 90 г/г и 79 г/г, самая высокая часть этих образцов состоит из мезопор, которые очень подходят для адсорбции крупных органических молекул и вносят большой вклад.

4. Полученые термически обработаные образцы с соотношением 20%графит/ 80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 30%графит/ 70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$ сжиганием в нефтяном слое на поверхносим воды показал сорбционную способность по нефти -58 г/г және 45 г/г, это объясняется влиянием внешних факторов, таких как высота волны, скорость ветра и толщина слоя нефти.

Научная новизна работы.

1. Впервые предложены способы и оптимальные технологические условия получения углеродных наноструктурированных пористых материалов термической обработкой смесей 20%графит/80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 30%графит/70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$ и карбонизованной рисовой шелухи.

2. Определены степень графитизации неупорядоченной структуры по размеру пор и соотношению I_D/I_G образцов терморасширенного графита ТРГ-1 (20% графит/80%$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), ТРГ-2 (30%графит/ 70%$FeCl_3 \cdot 6H_2O$) и КРШ-900.

3. Выявлено, что сорбционная емкость наноструктурированных пористых сорбентов, разработанных на основе терморасширенного графита, составляет 90 г/г, это объясняется тем, что большая часть этих образцов состоит из мезопор.

Практическая значимость.

Образцы термообработанных сорбентов на основе графита и остатков переработки сельскохозяйственных отходов как рисовая шелуха делают наноразмерные модифицированные наноструктурированные пористые образцы более активными6 чем исходные материалы. Полученные наноструктурированные пористые образцы и образцы на их основе благодаря своим высоким нефтесорбционным и удерживающим свойствам перспективны для использования в качестве сорбентов для ликвидации разливов нефти и нефтепродуктов на водной поверхности.

Связь с научно-иследовательскими работами.

Диссертационная работа выполнена по плану проекта научно-исследовательской работы Института проблем горения «Разработка инновационной технологии дезактивации последствий аварийных разливов нефти на водной поверхности» в рамках программы грантового финансирования Республики Казахстан (государственная регистрация № 0115 РК 0085).

Автор данной диссертационной работы лично принимал участие.

Цели и задачи диссертационной работы были созданы совместно с научным руководителем PhD Кенес Какимович Кудайбергеновым. Все экспериментальные работы по получению наноструктурированных пористых материалов выполнены автором самостоятельно. Морфология поверхности, спектры комбинационного рассеяния света, микроскопические и оптические характеристики, структурные свойства, исследование морфологии поверхности, элементный анализ термически обработанных образцов проводились с помощью технологического персонала национальной нанолаборатории открытого типа КазНУ им. аль-Фараби.

Размер пор и удельную поверхность образцов анализировали с помощью анализатора TriStar II Plus (Micromeritics) в Лаборатории перспективных исследований материалов и лазерных технологий Назарбаевский Университете, г. Астана. Инфракрасный спектроскопический анализ, спектрофотометрический анализ, параметры сорбции и методы определения щелочности полученных образцов были выполнены в Научно-исследовательском институте горения в Неаполе, Италия.

Получены результаты диссертантом обсуждался с научными руководителем, доктором философских наук (PhD) К.К. Кудайбергеновым и зарубежным консультантом доктором философских наук (PhD), профессором Роберто Ди Капуа, а также докторами философских наук (PhD) М. Альфе и В. Гаргулио во время зарубежной стажировки в Научно-исследовательском институте горения в Неаполе, Италия.

Автор непосредственно участвовал в написании научных статей совместно с научным руководителем и апробации результатов работы путем участия в семинарах и конференциях. Автор является первым или корреспондентом всех основных научных статей, написанных по результатам проведенной работы.

Апробация работы.

Материалы диссертаций были представлены и обсуждены на следующих международных научных конференциях и симпозиумах:

Результаты исследования были представлены на международной конференции молодых студентов и ученых «Мир Фараби» (Алматы, 2016 г.),

IX Международный симпозиум «Горение и плазмохимия», (Алматы, 2017),

FMHIHC, Серия конференций IOP: Материаловедение и инженерия (Дубай, Объединенные Арабские Эмираты, 2018 г.),

7-я Международная конференция по углекислому газу для энергосбережения и защиты окружающей среды (ESCO'17), (Лион, Франция, 2017).

Публикации. По основным результатам диссертационной работы имеется 23 публикации, в том числе 1 статья в международном рецензируемом журнале, входящем в квартиль 3 квартала индекса CiteScore 36% перцентиль по базе данных Scopus, 7 статей - научных журналов, рекомендованных журналами Science и Комитет по обеспечению качества высшего образования Министерства науки и высшего образования РК 9 статей - в международных научных журналах и 4 тезиса - в сборниках международных конференций «Способ получения графитового сорбента» 2 авторских свидетельства №2235 от 21.06. .2016 и № 2713 от 26.06.2017 в полезные модели Республики Казахстан.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка отечественной и зарубежной литературы, содержащего 125 публикаций. Диссертация написана на 105 страницах, включая 67 рисунков, 12 таблиц, 14 формул и 2 приложения.