

**POLIMERLAR KIMYOSI VA FIZIKASI INSTITUTI HUZURIDAGI  
ILMIY DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/30.12.2019.K/FM/T.36.01  
RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDAGI  
BIR MARTALIK ILMIY KENGASH**

---

**POLIMERLAR KIMYOSI VA FIZIKASI INSTITUTI**

**QO‘ZIYEVA MAXLIYO MUXAMMADIYEVNA**

**OKSIDLANGAN NANOSELLYULOZANING OLINISHI, TUZILISHI VA  
XOSSALARI**

**02.00.05 – Sellyuloza va sellyuloza-qog‘oz ishlab chiqarish kimyosi va texnologiyasi  
02.00.12-Nanokimyo, nanofizika va nanotexnologiya**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)  
DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

**Toshkent – 2024**

**Falsafa doktori (PhD) Dissertatsiyasi avtoreferati mundarijasi**  
**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)**  
**Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)**

<b>Qo‘ziyeva Maxliyo Muhammmadiyevna</b> Oksidlangan nanosellyulozaning olinishi, tuzilishi va xossalari .....	3
<b>Кузиева Махлиё Мухаммадиевна</b> Получение, структура и свойства окисленной наноцеллюлозы.....	21
<b>Kuzieva Makhliyo Mukhammadievna</b> Preparing, structure and properties of oxidized nanocellulose .....	41
<b>E‘lon qilingan ishlar ro‘uxati</b> Список опубликованных работ List of published.....	44

**POLIMERLAR KIMYOSI VA FIZIKASI INSTITUTI HUZURIDAGI  
ILMIY DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/30.12.2019.K/FM/T.36.01  
RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDAGI  
BIR MARTALIK ILMIY KENGASH**

---

**POLIMERLAR KIMYOSI VA FIZIKASI INSTITUTI**

**QO‘ZIYEVA MAXLIYO MUXAMMADIYEVNA**

**OKSIDLANGAN NANOSELLYULOZANING OLINISHI, TUZILISHI VA  
XOSSALARI**

**02.00.05 – Sellyuloza va selluloza-qog‘oz ishlab chiqarish kimyosi va texnologiyasi  
02.00.12-Nanokimyo, nanofizika va nanotexnologiya**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)  
DISSERTATSIYASI AVTOREFERATI**

**Toshkent – 2024**

**Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi mavzusi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2024.1.PhD/K721 raqam bilan ro'yhatga olingan.**

Dissertatsiya Polimerlar kimyosi va fizikasi institutida bajarilgan.

Dissertatsiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida (polchemphys.uz) va «ZiyoNet» axborot-ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

**Ilmiy rahbar:** **Ataxanov Abdumutolib Abdupatto o'gli**  
texnika fanlari doktori, professor

**Rasmiy opponentlar:** **Qodirxonov Murodixon Rashidxonovich**  
kimyo fanlari doktori, dotsent

**Yo'ldoshov Sherzod Abdullayevich**  
kimyo fanlari doktori, katta ilmiy xodim

**Yetakchi tashkilot:** **Toshkent kimyo-texnologiya instituti**

Dissertatsiya himoyasi Polimerlar kimyosi va fizikasi instituti huzuridagi DSc.02/30.12.2019.K/FM/T.36.01 raqamli Ilmiy kengashning 2024 yil «\_\_» soat \_\_ dagi majlisida bo'lib o'tadi. (Manzil: 100128, Toshkent shahri, Abdulla Qodiriy ko'chasi, 7b uy. Tel.:(+99871) 241-85-94, faks: (+99871) 241-26-60, e-mail: [polymer@academy.uz](mailto:polymer@academy.uz))

Dissertatsiya bilan Polimerlar kimyosi va fizikasi institutining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin. ( 44 raqami bilan ro'yxatga olingan) (Manzil: 100128, Toshkent shahri, Abdulla Qodiriy ko'chasi, 7<sup>b</sup> uy. Tel. (+99871)241-85-94).

Dissertatsiya avtoreferati 2024 yil «\_\_» \_\_\_\_\_ kuni tarqatildi.

(2024 yil «\_\_» \_ dagi \_\_ raqamli reyestr bayonnomasi.)

**S.Sh. Rashidova**

Ilmiy darajalar beruvchi bir martalik Ilmiy kengash raisi, k.f.d., professor, akademik

**M.M. Usmanova**

Ilmiy darajalar beruvchi Bir martalik ilmiy kengash ilmiy kotibi, k.f.n., katta ilmiy xodim

**A.A. Sarimsakov**

Ilmiy darajalar beruvchi Bir martalik ilmiy kengash qoshidagi ilmiy seminar raisi, t.f.d., professor

## **KIRISH (falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi annotatsiyasi)**

**Dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zarurati.** Dunyoda biomoyillik, bioparchalanuvchanlik, xavfsiz va notoksik xossalarga ega bo'lgan tabiiy polimerlar asosidagi biomateriallarga ilmiy va amaliy jihatdan qiziqish tobora ortib bormoqda. Ushbu yo'nalishda qayta tiklanuvchi hom ashyo bazasiga ega bo'lgan, tabiatda eng keng tarqalgan sellyuloza asosida noyob xossalarga ega bo'lgan yangi nanomateriallar sintez qilish, ularning tuzilishi va xossalarini tadqiq qilish hamda turli sohalarda, jumladan, biotibbiyot yo'nalishida qo'llash imkoniyatlarni aniqlash va kengaytirish dolzarb masalalardan biri hisoblanadi.

Bugungi kunda jahonda xitin, xitozan, pektin, sellyuloza va boshqa tabiiy polisaxaridlarni modifikasiyalash orqali turli yo'nalishlarda, jumladan tibbiyot maqsadlarida noyob xossalarga ega bo'lgan tibbiy preparatlar yaratish bo'yicha ilmiy izlanishlar faol olib borilmoqda. Bu borada, sellyuloza strukturasi karboksil, karboksimetil, amin kabi faol funksional guruhlar kiritish orqali stimulsezgir, dori tashuvchi, bioparchalanuvchi birikmalarni yaratish kabi yo'nalishlarda maqsadli ilmiy izlanishlarni amalga oshirish muhim ilmiy va amaliy ahamiyatga ega.

Respublikamizda ham faol funksional guruhlar tutgan nanoolchamli va nanotuzilishi tabiiy polimerlar hosilalari asosida qishloq xo'jaligi, sanoat, farmasevtika sohalarda qo'llaniladigan yangi polimer mahsulotlar yaratishga doir ilmiy-amaliy tadqiqotlarga alohida e'tibor qaratilmoqda. Jumladan, mahalliy tabiiy polimerlar va ularning hosilalari asosida tibbiyot, qishloq xo'jaligi, veterinariya sohasida import o'rnini bosuvchi va eksportga mo'ljallangan mahsulotlar yaratishni rivojlantirishda ilmiy izlanishlarni yuqori darajada tashkil qilish bo'yicha keng qamrovli chora-tadbirlar amalga oshirilib, raqobatbardosh polimer mahsulotlarni ishlab chiqarish borasida muhim natijalarga erishilmoqda. Mamlakatimizni yanada rivojlantirish bo'yicha Yangi O'zbekiston Taraqqiyot strategiyasida<sup>1</sup>, 2030 – yilgacha bo'lgan ilm-fanni rivojlantirish konsepsiyasida<sup>2</sup> «...mahalliy xom ashyo resurslarini qayta ishlash, yangi farmatsevtik mahsulotlar ishlab chiqarish hajmlarini oshirish...» vazifalari belgilab berilgan. Bu borada O'zbekiston Respublikasida kasaliklarni og'riqsiz, tez davolash amaliyoti uchun katta ehtiyojga ega bo'lgan mahalliy xom ashyo manbalari asosida yangi dori tashuvchi preparatlar yaratish va ularni qo'llash imkoniyatlarini tadqiq qilishga yo'naltirilgan ilmiy-amaliy tadqiqotlar o'tkazish muhim ahamiyat kasb etadi.

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2018 yil 14 fevraldagi PQ-3532-sonli "Farmatsevtika tarmog'ini jadal rivojlantirish bo'yicha qo'shimcha chora-tadbirlar to'g'risida"gi, 2018 yil 25 oktyabrdagi PQ-3983-son "O'zbekiston Respublikasida kimyo sanoatini jadal rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida" 2018 yil 23 yanvardagi PQ-3489-sonli "Dori vositalari va tibbiyot mahsulotlarini ishlab chiqarish va importini yanada tartibga solish chora-tadbirlari to'g'risida"gi

---

<sup>1</sup>O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022 yil 28 yanvardagi PF-60-son «2022–2026 yillarga mo'ljallangan Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to'g'risida» Farmoni.

<sup>2</sup>O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2020 yil 29 oktabrdagi PF-6097-son «Ilm-fanni 2030 yilgacha rivojlantirish konsepsiyasini tasdiqlash to'g'risida» Farmoni.

hamda 2019 yil 3-aprildagi PQ-4265-sonli “Kimyo sanoatini yanada isloh qilish va uning investitsiyaviy jozibadorligini oshirish chora-tadbirlari to`g`risida” gi Qarori 2019 yil 30 dekabrda PQ-4554-sonli “O`zbekiston Respublikasi farmatsevtika tarmog`ida islohotlarni chuqurlashtirishga doir qo`shimcha chora-tadbirlar to`g`risida” gi, Qarorlari, shuningdek, mazkur faoliyatga tegishli boshqa me`yoriy-xuquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishda ushbu dissertatsiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

**Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalarini rivojlanishi ustuvor yo`nalishlariga mosligi.** Mazkur tadqiqot Respublika fan va texnologiyalar rivojlanishining VII. «Kimyoviy texnologiyalar va nanotexnologiyalar» ustuvor yo`nalishlariga muvofiq bajarilgan.

**Muammoni o`rganilganlik darajasi.** Dunyoning qator yetakchi ilmiy markazlarida turli usullarda nanosellyuloza hosilalarini sintez qilish, fizik-kimyoviy xossalarni o`rganish va turli sohalarda qo`llash bo`yicha ilmiy izlanishlar jadallik bilan olib borilmoqda. Chop etilgan nashrlarning ko`pchiligida asosan nanosellulozaning turli hil funksional guruh tutgan hosilalarini sintez qilishga bag`ishlangan. Sellyulozaning karboksil guruh tutgan hosilasining olinishi va qo`llash bo`yicha olib borilgan ilmiy yo`nalishlarni rivojlantirishga A. Isogai, T. Saito, S. Zang, D. Wang, M. Milichovskiy, S. Rowan, A. Besemer va bir qator ilmiy maktablar hissa qo`shishgan. Dunyoning ko`plab mamlakatlarida tabiiy polimerlar asosida mukoadgeziv va dori tashuvchi materiallar yaratish hamda qo`llash bo`yicha ilmiy izlanishlar ham olib borilmoqda. Tabiiy polimerlar (sellyuloza, xitozan, pektin va boshq.) asosida dori tashuvchi materiallar yaratish bo`yicha olib borilgan ilmiy yo`nalishlarni rivojlantirishga A. Schnurch, H. Peled, M. Bruschi, I. Bayer, R. Brannigan, J. Smart, A. Bernkop-Schnürch, V. Khutoryanskiy va bir qator ilmiy maktablar hissa qo`shib kelmoqda.

Respublikamizda mazkur yo`nalish rivojiga akademiklar S.Sh. Rashidova, A.S. Turayev, professorlar G.R. Raxmanberdiyev, A.A. Sarimsakov, A.A. Ataxanov, fan doktorlari H.E Yunusov, Sh A Yo`ldoshev va boshqalar o`z ilmiy izlanishlari bilan sellyuloza asosida tibbiy biologik preparatlar yaratish bo`yicha o`z hissalarini qo`shgan.

Ushbu izlanishlarga qadar adabiyotlarda oson va kam bosqichli usullar qo`llangan holda oksidlangan nanosellyuloza sintez qilish hamda ularni dori tashish tizimlarida mukoadgeziv materiallar sifatida qo`llash borasida ilmiy tadqiqot ishlari yetarlicha olib borilmagan. Bu o`z navbatida ushbu yo`nalishda chuqur va amaliy ishlarni amalga oshirish, oksidlangan nanosellyulozani murakkab bo`lmagan usullar yordamida sintez qilish hamda uning strukturasi qo`shimcha funksional guruhlar kiritish orqali biotibbiyotda qo`llash imkoniyatini beruvchi notoksik, bioparchanuvchi yangi mukoadgeziv materiallar yaratish istiqbollari yuzaga keltiradi.

**Dissertatsiya bajarilgan ilmiy-tadqiqot muassasasining ilmiy-tadqiqot ishi rejalari bilan bog`liqligi.** Dissertatsiya tadqiqoti O`zbekiston Respublikasi Fanlar akademiyasi Polimerlar kimyosi va fizikasi bazaviy ilmiy tadqiqot ishlari rejasi (2020-2024 y.) hamda FA-F7-T-008 “Nanopolimer tizimlar, maxsus xossalarga ega bo`lgan materiallarni yaratishda kinetik jihatlar va elektron

strukturaning o'rni" (2015-2019 y.) va A-FA-2021-388 "Mikrokristallik sellyuloza ishlab chiqarish texnologiyasini yaratish" (2021-2023 y.) mavzularidagi fundamental va amaliy loyihalar doirasida bajarilgan.

**Tadqiqotning maqsadi** turli xil yondashuvlar asosida oksidlangan nanosellyuloza va uning hosilalarini (dialdegid oksinanosellyuloza) sintez qilish, ularning tuzilish va xossalarini aniqlash.

**Tadqiqotning vazifalari:**

sellyulozaning nanoo'lchamli zarrachalarini bixromat oksidlash usuli orqali oksidlangan nanotsellyuloza sintez qilish, uning tuzilishi va xossalarini tadqiq qilish;

mikrokristallik sellyulozani permanganat oksidlash usuli yordamida oksidlangan nanosellyuloza sintez qilish, uning tuzilishlari va xossalarini o'rganish.

oksidlangan nanosellyuloza namunalarini periodat oksidlash orqali tarkibida ham aldegid ham karboksil guruhlari tutgan dialdegid oksinanosellyuloza olish, ularning tuzilishi va xossalari tadqiq qilish;

sintez qilingan nanosellyuloza hosilalarining (oksidlangan nanosellyuloza, dialdegid oksinanosellyuloza) maxsus xossalarini, jumladan, mukoadgeziv va toksikologik xossalarini tadqiq qilish.

**Tadqiqotning obyektlari** – mikrokristallik sellyuloza (MKS), nanosellyuloza (NS), oksidlangan nanosellyuloza (ONS), dialdegid oksinanosellyuloza (DAONS) hisoblanadi.

**Tadqiqot predmeti** mikrokristallik sellyuloza va nanosellyuloza asosida oksidlangan nanosellyuloza hosilalarini sintez qilish, dialdegid oksidlangan nanosellyuloza sintez qilish, kimyoviy reaksiya qonuniyatlarini o'rganish, namunalarning tuzilishi, fizik-kimyoviy va tibbiy-biologik xossalarini tadqiq qilishdan iborat.

**Tadqiqotning usullari.** Tadqiqotlarda IQ-Fure va UB-spektroskopiya usullari, rentgen strukturaviy analiz, atom kuchlanishli mikroskopiya (AKM), termogravmetriya, konduktometriya, vizkozometriya, fizik-mexanik va kimyoviy analiz usullaridan foydalanilgan.

**Tadqiqotning ilmiy yangiligi** quyidagilardan iborat:

ilk bora mikrokristallik sellyuloza asosida permanganat oksidlash usulini qo'llash orqali yuqori oksidlanish darajasiga ega bo'lgan oksidlangan nanosellyuloza sintez qilindi va uning tuzilishi va xossalari aniqlandi;

ilk bora nanosellyulozani bixromat oksidlovchi ta'sirida oksidlash orqali oksidlangan nanosellyuloza sintez qilindi va oksidlanish jarayoni aynan C6 da joylashgan gidroksil guruhida borishi hamda sellyulozaning glyukopiranoza halqasi saqlanib qolishi ko'rsatildi;

ilk bora strukturasida ham karboksil ham aldegid guruhlari tutgan oksidlangan nanosellyulozaning yangi hosilasi dialdegid oksinanosellyuloza sintez qilindi va tuzilishi hamda xossalari tadqiq qilindi;

ilk bora oksidlangan nanosellyuloza va dialdegid oksinanosellyuloza namunalari gel hosil qilish va yuqori mukoadgeziv xossalarga ega ekanligi aniqlandi hamda kamtoksik mukoadgeziv materiallar sifatida qo'llash

imkoniyatlari ko'rsatildi.

**Tadqiqotning amaliy natijalari** quyidagilardan iborat:

MKS va NS asosida ONS namunalari sintez qilishning maqbul sharoitlari aniqlangan va olingan namunalarning fizik-kimyoviy xossalari aniqlangan;

ONS namunalari asosida DAONS namunalari sintez qilingan hamda fizik-kimyoviy xossalari o'rganilgan;

ONS va DAONS namunalari asosida turg'un gel olish imkoniyatlari ko'rsatilgan;

sintez qilingan NS ning yangi namunalari kamtoksikligi va mukoadgeziv materiallarga xos bo'lgan xususiyatlarga ega ekanligi ko'rsatilgan.

**Tadqiqot natijalarining ishonchiligi.** Sellyuloza asosida nanoo'lchamli oksidlangan hosilalarini olinishi va ularning fizik-kimyoviy, hamda mukoadgeziv xossalarini o'rganish bo'yicha olib borilgan tajribalar natijalari zamonaviy fizik-kimyoviy va xalqaro standart usullar yordamida aniqlangan. Olingan ilmiy va amaliy natijalar respublika va xalqaro ilmiy anjumanlarda muxokama qilingan.

**Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.** Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati shundan iboratki, nanosellyulozaning oksidlangan hosilalarini turli yondashuvlar (permanganat va bixromat,) yordamida sintez qilingan, ularning tuzilishi va xossalari, shuningdek eritmaları va gellarining reologik xossalari o'rganilgan. Oksidlanish sharoitlarining kimyoviy tarkibga ta'siri, uning morfologiyasi va xossalariga ta'siri aniqlangan. Nanosellyuloza hosilalarining *in vitro* sharoitida og'iz bo'shlig'i shilliq pardalariga adgeziv xususiyatlari va shilliq pardalar sirtlari bilan o'zaro ta'sir qilish mexanizmlari tadqiq qilindi. O'tkazilgan tadqiqotlar asosida biotibbiyot maqsadlarida kerakli mexanik, biokimyoviy va biofizik xususiyatlarga ega bo'lgan yangi biomoyil gibrid materiallarni yaratish maqsadida mikrokristallik, nanosellyuloza oksidlanishinig istiqbolli strategiyalari ishlab chiqildi.

Tadqiqot natijalarning amaliy ahamiyati shundan iboratki, nanosellyulozaning yangi hosilalarini sintez qilishning oson va kam bosqichli usullari ishlab chiqildi. Sintez qilingan obyektlar tibbiy amaliyot uchun zarur bo'lgan xususiyatlar to'plamiga ega matritsalarini shakllantirishda, shuningdek, dori vositalarining inson organlarining shilliq pardalari orqali yuborish uchun mukoadgeziv xususiyatga ega bo'lgan dori tashuvchi vositalarning yangi polimer shakllarini yaratish imkonini beradi.

**Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi.** oksidlangan nanosellyulozaning sintezi, tuzilish tahlili, reaksiya mexanizmi va xossalari bo'yicha olingan ma'lumotlardan 4 ta xorijiy ilmiy jurnallarda yangi materiallar yaratish va fizik-kimyoviy tahlili uchun foydalanilgan (Polymers, 2023, V.15, Scopus, IF=5; Bioresource technology, 2024, V.399, Elsevier, IF=11.4; Green Chemistry, 2024, V.26, Royal Society of Chemistry, IF=9.8; Applied Materials & Interfaces, 2024, V.16, ACS, IF=8.5). Natijada sellyulozani selektiv oksidlash jarayonini amalga oshirish imkonini bergan;

oksidlangan nanosellyuloza hosilalari (ONS, DAONS) Reading universiteti (Buyuk Britaniya) tomonidan 2023-2024 yillarda bajarilgan "Polyaphrons as a platform formulation technology transmucosal drug delivery" mavzusidagi ilmiy

loyihada qo'llanilgan (Reading Universitetining 2024 yil 23 oktyabrdagi ma'lumotnomasi). Natijada oksidlangan nanosellyuloza va uning hosilalari kamtoksik mukoadgezivlikka ega materiallar ekanligi aniqlandi va ular asosida yangi avlod mukoadgeziv material yaratish istiqbollari ko'rsatildi.

**Tadqiqot natijalarining aprotatsiyasi.** Dissertatsiya bo'yicha olingan asosiy natijalar 12 ta xalqaro va 9 ta respublika ilmiy-amaliy anjumanlarida ma'ruza qilingan va muhokamadan o'tkazilgan.

**Tadqiqot natijalarining e'lon qilinishi.** Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 26 ta ilmiy ish chop etilgan, bulardan O'zbekiston Respublikasi Oliy Attestatsiya komissiyasining falsafa doktori (PhD) dissertatsiyalari asosiy ilmiy nashrlarini chop etishga tavsiya etilgan ilmiy nashrlarda 4 ta ilmiy maqola, jumladan, 1 ta respublika va 3 ta xorijiy jurnallarda nashr etilgan.

**Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi.** Dissertatsiya tarkibi kirish qismi, to'rtta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati va ilovalardan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 95 betni tashkil etadi.

## DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

**Kirish** qismida dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zarurati asoslangan, tadqiqotning maqsad va vazifalari, obyektlari va predmetlari belgilangan, O'zbekiston Respublikasida fan va texnologiyalarni rivojlantirishning ustuvor yo'nalishlariga mosligi ko'rsatilgan, uning ilmiy yangiligi va amaliy natijalari bayon qilingan, olingan natijalarning ishonchliligi asoslangan, nazariy va amaliy ahamiyati ochib berilgan, tadqiqot natijalarining amaliyotga joriy etish istiqbollari bo'yicha xulosa qilingan hamda nashr etilgan ilmiy ishlar va dissertatsiya tuzilishi bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Oksidlangan sellyuloza olishning yangi yondashuvlari va istiqbolli qo'llanish sohalari**" nomli birinchi bobida oksisellyulozaning olinishi, tuzilishi, xossalari va qo'llanilish sohalari haqida hamda hozirgi kunda amaliy tibbiyotda qo'llanilayotgan zamonaviy dori tashuvchi tibbiy vositalar, ularning olinish usullari, turlari, kimyoviy tarkibi, tuzilishi va xossalari haqida bag'ishlangan adabiyotlar sharhi keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Tadqiqot obyektlari va usullari**" nomli ikkinchi bobida oksidlangan nanosellyuloza va dialdegid oksidlangan nanosellyuloza olish uchun kerakli xom ashyo va materiallar, nanosellyuloza va mikrokristallik sellyuloza asosida uning oksidlangan hosilalarini sintez qilish usullari, yaratilgan materiallarning mukaddezi ko'rsatkichlarini model tizimlarda aniqlash va ularning fizik-kimyoviy tadqiq etish usullari tavsiflangan.

Dissertatsiyaning "**Oksidlangan nanosellyuloza va dialdegidoksisellyulozaning olinishi, tuzilishi va xossalari**" nomli uchinchi bobida turli oksidlovchilar ishtirokida oksidlangan nanosellyuloza, dialdegidoksinanosellyuloza sintezi, namunalarning fizik-kimyoviy xossalari tadqiq etilgan. Olingan oksidlangan nanosellyuloza namunalari asosida olingan gelning reologik xossalari tadqiq qilingan. Karboksil va aldegid guruh tutgan dialdegid oksidlangan nanosellyuloza olish va ularning tarkibi, tuzilishi va fizik-

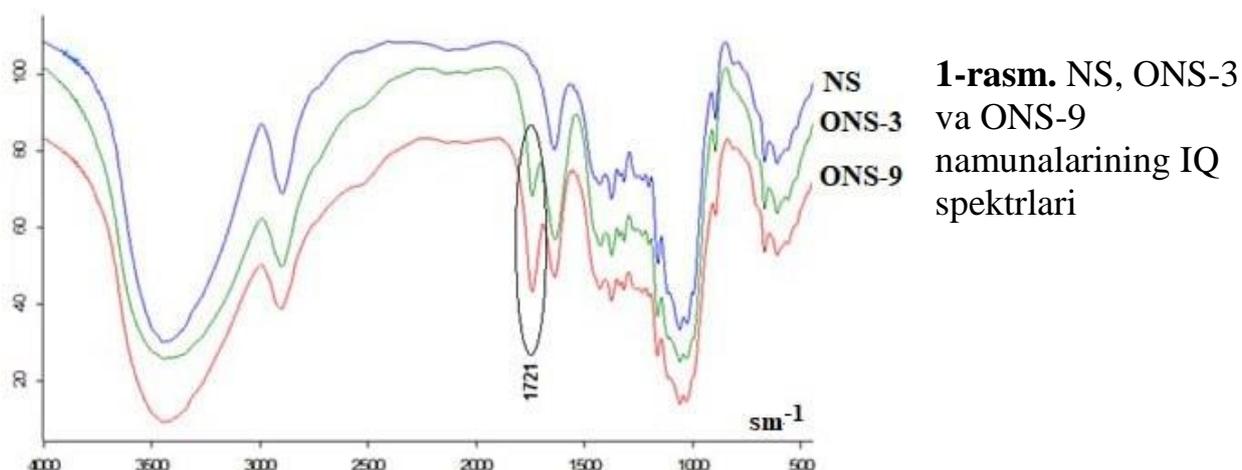
kimyoviy xossalari yangi mukoadgeziv xossaga ega bo'lgan preparatlar olishning imkoniyatlari mavjudligi to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Nanosellyuloza hosilalarini olish uchun xomashyo sifatida mikrokristallik selluloza va nanosellyuloza namunalari tadqiqot obyekti sifatida tanlab olindi.

Nanosellyulozaning  $K_2Cr_2O_7$  ishtirokida kislotali muhitda oksidlash jarayoni kaliy bixromatning sellulozani oksidlash uchun zarur bo'lgan minimal konsentrasiyasida (0,012 mol/l), xona haroratida ( $25^{\circ}C$ ) turli vaqt davomida (1-11 soat) olib borildi. Kaliy bixromatning minimal konsentrasiyasini tanlashga sabab reaksiya jarayoni tugagandan keyin, yakuniy mahsulot ONS tarkibidan xrom ionlaridan tozalashni osonlashtirish. Haroratning oshishi sellulozani destruksiya tezlashtirishga olib keladigan eng asosiy faktorlaridan biri ekanligini hisobga olib, reaksiya xona haroratida olib borildi. Turli xil vaqt davomida olib borilgan tajribalarda 3 soat davomida eng kam va 9 soatda eng maksimal oksidlanish darajasiga erishishga muvaffaq bo'lindi.

Konduktometrik titrlash natijalarini hisoblash shuni ko'rsatdiki, reaksiya davomiyligi oshishi bilan karboksil guruhlari miqdori 1,21 mmol/g dan (ONS-3 uchun) 1,36 mmol/g gacha (ONS-9 uchun) ortadi.

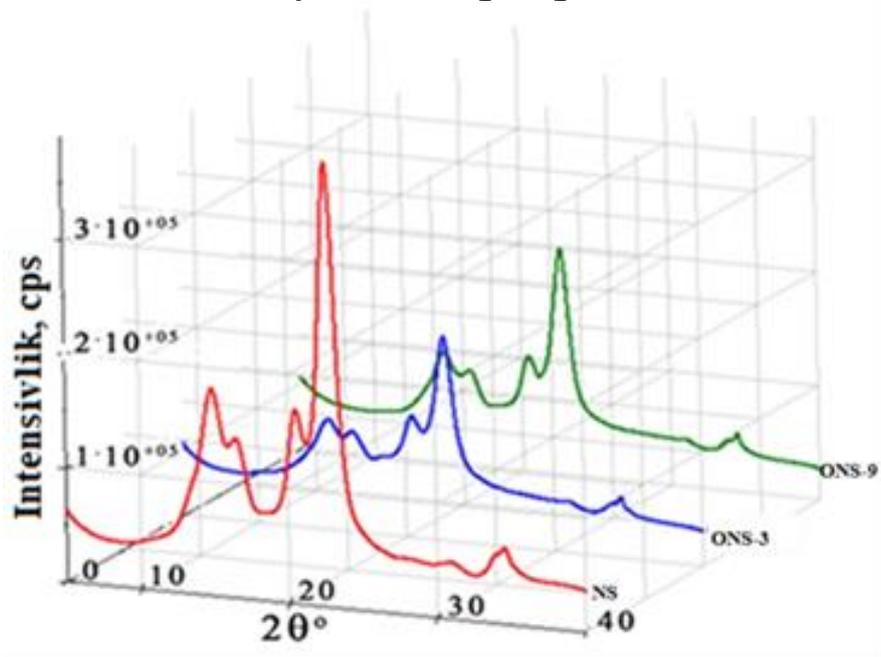
Karboksil guruhlarning shakllanishi infraqizil spektroskopiya tadqiqotlari bilan ham tasdiqlangan (1-rasm).



NS va ONS ning qiyosiy tadqiqotlari shuni ko'rsatdiki,  $3400\text{ sm}^{-1}$  atrofida -OH ning tebranishlari bilan bog'liq. Metilen va metin guruhlarning -CH bog'larining tebranishlari  $2800\text{-}2950\text{ sm}^{-1}$  atrofida namoyon bo'ldi. NS spektridan farqli o'laroq, ONS namunalarning IQ spektrlarida  $1721\text{ sm}^{-1}$  to'lqin uzunligida karboksil guruhining C=O valent tebranishi bilan bog'liq yangi yutilish paydo bo'ldi. Bu angidroglyukoza birligining asosiy gidroksil guruhlari ( $C_6$  da) muvaffaqiyatli karboksil guruhlarga aylantirilganligini ko'rsatdi ONS-9 ning IQ spektrlari cho'qqilarining intensivligi ONS-3 ga qaraganda kuchliroqdir, bu ko'proq miqdorda karboksil guruhlari mavjudligini va yuqori oksidlanish darajasini ko'rsatadi. Shu bilan birga,  $1425\text{ sm}^{-1}$  sohada -CH<sub>2</sub>- guruhlarning tebranishlari bilan bog'liq holda, signal intensivligi pasaygan,  $1315\text{ sm}^{-1}$  da yutilish zonasining intensivligi -CH<sub>2</sub>- ning tekislikdan tashqari tebranishlar bilan bog'liqdir.

UB-spektroskopik tadqiqotlar natijalari shuni ko'rsatdiki, taxminan 196, 240 va 290 nm sohada aldegid guruhlarining C=O guruhi (240, 290 nm) va karboksil guruhlari (190-210 nm) bilan bog'liq bo'lgan uchta absorbsiya cho'qqilari mavjud.

ONS namunalarining rentgenostrukturaviy tahlili 110 110, 200 va 004 tekisliklariga mos keladigan  $2\theta = 14^\circ, 16^\circ, 22^\circ$  va  $34^\circ$  sohasida to'rtta kristall refleksiya mavjudligini ko'rsatdi (2-rasm). Oksidlanish vaqti ortishi bilan ONS namunalarining kristallanish darajasi 88% dan 79% gacha kamaydi, bu esa NS kristall strukturasi qisman buzilganligidan dalolat beradi.



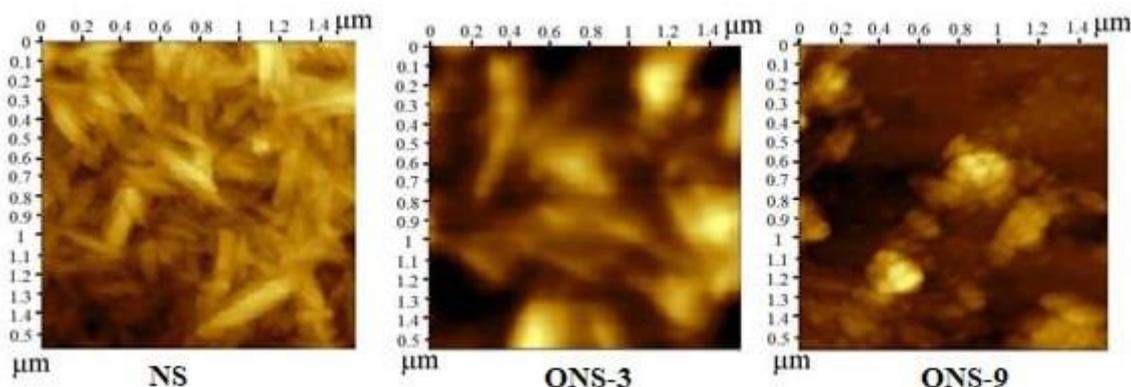
**2-rasm.** NS, ONS-3 va ONS-9 namunalarining rentgen difraktogrammasi

Rentgen nurlari diffraksiyasi tahlili ma'lumotlari bo'yicha hisoblangan kristallitlarning o'lchamlariga ko'ra bitta NS kristallitida sellulozaning 726 elementar birligi joylashgan va ulardan 220 tasi kristallit yuzasida joylashgan. Bu shuni anglatadiki, C6 uglerodda taxminan 220 gidroksil guruhi mavjud bo'lib, ular modifikatsiya uchun ko'proq moyil va agar bu gidroksil guruhlarning barchasi oksidlansa, oksidlanish darajasi 100% bo'ladi. Bu kristallitdagi elementar yacheykalardagi gidroksil guruhlari umumiy sonining taxminan 30% ni tashkil qiladi. Nazariy hisob-kitoblar shuni ko'rsatdiki, C6 uglerodidagi mavjud gidroksil guruhlarning 20-25% karboksil guruhlarga oksidlangan.

Namunalarning termik barqarorligi TGA usuli bilan o'rganildi. Barcha termogrammlar polimerlarning endotermik degradatsiyasini ko'rsatdi. TGA tahlili shuni ko'rsatdiki, ONS namunalarining parchalanish harorati dastlabki NS ga qaraganda pastroq va karboksil guruhi miqdori qanchalik yuqori bo'lsa, parchalanish harorati past bo'ldi. ONS namunalarida karboksil guruhlarning miqdori qanchalik ko'p bo'lsa, massa yo'qotish shunchalik ko'p bo'ldi. Massa yo'qotishning boshlanish harorati ONS namunasi uchun  $200^\circ\text{C}$  ni, NS namunasi uchun  $250^\circ\text{C}$  ni tashkil qildi.

Atom kuchlanishli mikroskop (AKM) tadqiqoti NS zarralari kengligi 50-100 nm va uzunligi 180-600 nm bo'lgan ignasimon shaklga ega ekanligini ko'rsatdi. NS va ONS yuqori sirt faollikka ega bo'lgani uchun, ular osongina aglomeratsiyaga uchraydi va mikron o'lchamdagi aglomeratlarni hosil qiladi. Oksidlanish

jarayonining davomiyligi oshishi bilan ONS zarrachalarining o'lchami kichrayishi kuzatildi, bu AKM tadqiqotlari natijalari bilan mos keladi (5-rasm). Oksidlanish jarayoni zarrachalar taqsimotining kichrayishiga olib kelishi ham aniqlandi, buni Lorenz taqsimoti bilan tavsiflandi.



**3-rasm.** NS va ONS namunalarining AKM tasvirlari

Oksidlanish jarayoni eni 30-80 nm va uzunligi 150-400 nm bo'lgan zarrachalar hajmining pasayishiga va sharsimon shaklga o'tish bilan NS ning ignasimon shaklining qisman buzilishiga olib keladi. Oksidlanish jarayonining uzoq davom etishi 120-160 nm o'lchamdagi sferik zarrachalar aglomeratlarining shakllanishiga olib keladi.

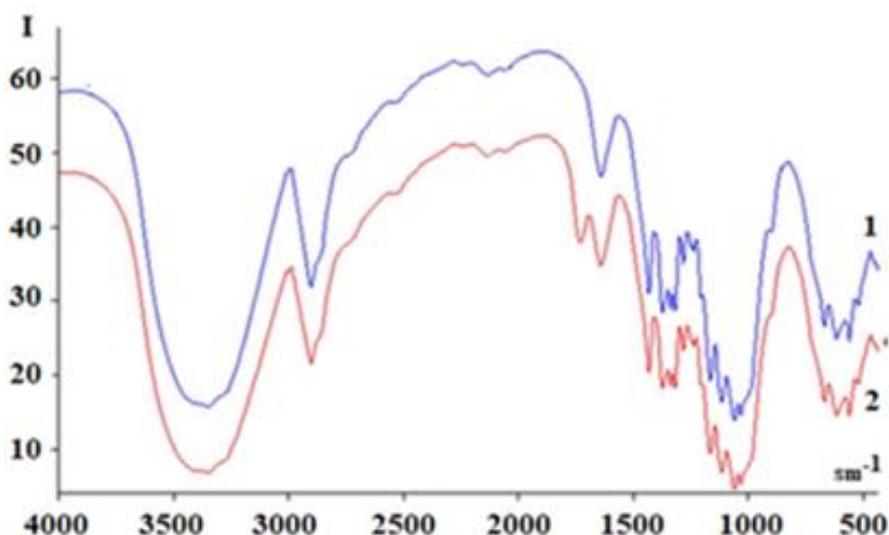
NS zarrachalarining o'lchamlari va taqsimoti dinamik nur tarqalishi (DLS) usuli bilan ham baholandi, bunda zarrachalarining o'lchamlari nanomikrometrgacha bo'lganligini va zarracha o'lchamlarining polimodal taqsimoti kuzatildi

**1-jadval.**

Zarrachalar hajmining taqsimlanishi

Namuna	Radius R, nm	Miqdori, %	Dinamik yorug'lik tarqalishi $D_t$ ( $m^2/s$ )
NS	182±9	98.8	$1.342 \times 10^{-12}$
ONS-3	127±7	89.3	$1.924 \times 10^{-12}$
ONS-9	113±5	84.5	$2.162 \times 10^{-12}$

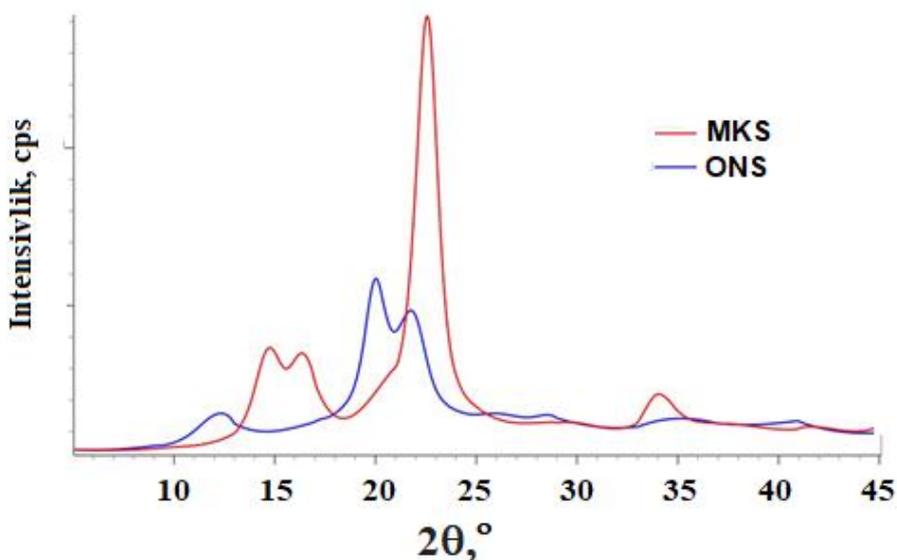
Keyingi tadqiqotlarimizda mikrokristallik sellyulozani kislotali muhitda kaliy permanganat ( $KMnO_4$ ) ishtirokida oksidlash jarayonlari o'rganildi. Ushbu oksidlanish tizimida  $MnO_4^-$  sellyulozaning C6-OH birligi tomonidan  $Mn^{2+}$  ga o'zgargan degan xulosaga kelish mumkin. Ortiqcha  $MnO_4^-$  ioni  $Mn^{2+}$  ni kolloid  $MnO_2$  ga oksidlanishida ishtirok etadi, bu esa o'z-o'zidan katalizator bo'lib, tizimga yuqori oksidlanishni ta'minlaydi. Kislotali muhit  $KMnO_4$  ni  $Mn^{7+}$  holatida ushlab turishga yordam beradi va samarali oksidlanishni ta'minlaydi. Reaksiya tugagandan so'ng,  $MnO_2$  ni rangsiz  $Mn^{2+}$  ga o'tkazish orqali reaksiyani to'xtatish uchun  $H_2O_2$  qo'shildi. ONS tizimi darhol oq rangga aylandi va reaksiya to'xtatildi.  $Mn^{2+}$  ionlari reaksiyon muhitdan sentrifugalash, yuvish va dializ usullari yordamida chiqarishga muvaffaq bo'lindi



**4-rasm.** MKS (1) va ONS (2) namunalarning IQ spektrlari

Karboksil guruhlarining shakllanishi IQ spektroskopik tadqiqotlar bilan tasdiqlandi (5-rasm). Infraqizil spektrlarida ~. MKS namunalari spektridan farqli o'laroq, ONS spektrlarida  $1721 \text{ cm}^{-1}$  to'liq uzunligida yangi yutilish diapazoni paydo bo'ldi, bu C=O ning vibratsion tebranishi bilan bog'liq.

Oksidlanish jarayonida karboksil (-COOH) va karbonil (C=O) guruhlarining shakllanishi UB spektrida yangi yutilish sohalarda cho'qqilar paydo bo'lishiga olib keldi. Oksidlanishdan so'ng, 200–210 nm soha atrofidagi yutilish spektri oksidlanish jarayonida kiritilgan karboksil yoki karbonil guruhlarining yutilishiga mos keladigan past intinsivlikdagi yutilish spektri kuzatish mumkin. Bu oksidlanmagan mikrokristallik sellyulozada mavjud bo'lmagan qo'shbog'larning ya'ni C=O guruhlarining  $\pi \rightarrow \pi^*$  o'tishlari natijasidir. MKS va ONS dagi kuzatilgan 240 nm yutilish spektrlari gidroksil guruhlarining O atomlaridagi bog'larda qatnashmaydigan juftlashgan elektronlarning asosiy holatidan qo'zg'atilgan holatga, ya'ni  $n \rightarrow \sigma^*$  o'tish natijasida hosil bo'ladi. Oksinanaoselyulozada hosil bo'layotgan 290 nm sohadagi yutilish spektrlari O atomidagi  $n \rightarrow \pi^*$  elektron o'tishlarga tegishli.



**5-rasm.** MKS va ONS namunalarning rentgen diftogrammalari

Mikrokristallik selluloza (MKS) kaliy permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) yordamida oksidlanganda kristallik darajasi MKSda 79% dan oksidlangan nanosellyulozada (ONS) 59% gacha pasayishi kuzatildi, bu oksidlanish jarayonida kristall qismlarning buzilishi bilan izohlandi. Oksidlanish dastlab sellulozaning amorf hududlarida boshlanadi, chunki bu yerda zanjirlar nisbatan tartibsiz joylashgan. Oksidlanish jarayoni davom etar ekan, u tartibli kristall hududlarga ham ta'sir qiladi. Bu selluloza strukturasi amorf qismining umumiy miqdorining o'sishiga olib keladi.

AKM tadqiqotlari shuni ko'rsatdiki, ONS o'lchami 106-180 nm gacha kamaygan hamda MKS namunalari kuzatiladigan shaklsiz aglomerat zarralar sferik va ignasimon shakllarga ega bo'lishi kuzatildi. Oksidlanish jarayonining zarra shakli va o'lchamiga ta'siri dinamik nur tarqalish (DLS) usuli bilan ham baholandi, bunda zarrachalarning o'lchamlari mikrometrdan nanometrgacha o'zgarishini ko'rsatdi va zarrachalarning polimodal taqsimoti ham kuzatildi.

Qo'shimchalardan tozalangan oksidlangan nanosellyuloza namunalarining tozalik darajasi atom adsorbsion spektroskopiya usuli yordamida Cr va Mn ionlari miqdori aniqlandi. Tahlil natijalari ONS namunalari tarkibida  $<0.192$  mg/g miqdorda Cr ionlari borligi va bu Cr ionlari uchun ruxsat berilgan konsentratsiyadan ancha kam ekanligi aniqlandi.

Olingan natijalar asosida ikki xil yangi usulda sintez qilingan, hamda adabiyotlar sharhida keltirilgan hozirgi kunda keng qo'llaniladigan TEMPO-oksidlash usulida olingan ONS namunalarining ko'rsatkichlari taqqoslandi (2-jadval).

## 2-jadval

Turli xil usulda olingan ONS namunalarining ko'rsatkichlari

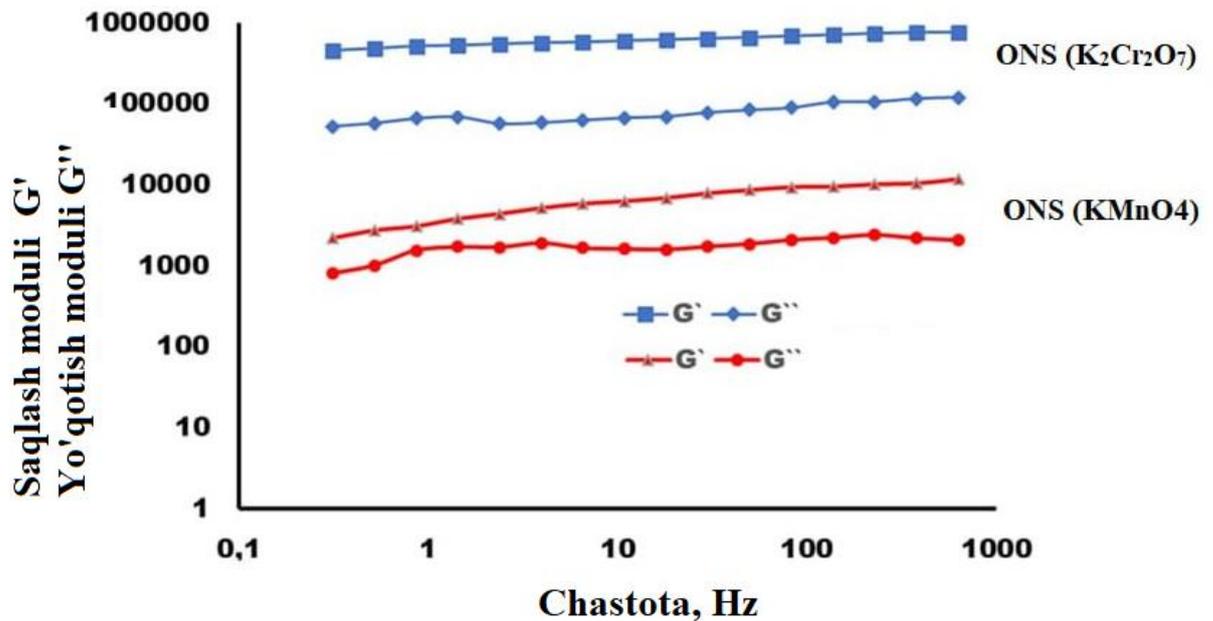
Namunalar	Zarra o'lchami	Polimerlanish darajasi	Karboksil guruh miqdori mmol/g	Reaksiya unumi %
NS	50-500 nm	240	-	-
MKS	50-450 mkm	350	-	-
ONS ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )	113-172 nm	172	1,31	88%
ONS ( $\text{KMnO}_4$ )	180-220 nm	192	1,18	93%
ONS (TEMPO)	184-230 nm	216	1,03	81%

Natijalar shuni ko'rsatdiki, taklif qilinayotgan bixromat va permanganat usulida sintez qilingan ONS namunalari TEMPO-oksidlash usulida olingan ONS namunasiga nisbatan tarkibida karboksil guruhi miqdori yuqoriligi, reaksiya unumi yuqoriligi va zarra o'lchamlari kichikligi bilan farq qiladi.

Olib borilgan tadqiqotlar sintez qilingan ONS namunalari gel hosil qilish xususiyatlari mavjudligi aniqlandi. Gel olish jarayonida natriy gidroksid eritmasidan foydalanildi. Natriy gidroksid ONS zanjirlari orasidagi vodorod bog'larni buzishi mumkin, bu esa ONS orasidagi molekulalararo ta'sirlashuvlarni kuchsizlantiradi va disperslik darajasini oshiradi.

Gellarning reologik sinovlari Anton Paar MCR 301 rotasion reometrida konus-tekislik o'lchov birligida (diametri 25 mm /  $2^\circ$ ) amplituda va chastotaga bog'liqlik rejimlarida  $25^\circ\text{C}$  haroratda o'tkazildi. Dinamik modulning amplitudaga

bog'liqligi elastik modulning doimiy qiymati ( $G'=\text{const}$ ) bilan tavsiflangan qovushqoq-elastiklikning chiziqli diapazonini aniqlashga xizmat qiladi. Ham permanganat, ham dixromat usullari bilan sintez qilingan ONS namunalari uchun qovushqoq-elastiklikning chiziqli diapazoni barcha ko'rib chiqilgan deformatsiya amplitudalari diapazonida kuzatiladi va o'rganilgan oraliqda  $G'>G''$  ekanligi, ya'ni saqlash moduli yo'qotish modulidan yuqori ekanligi aniqlandi.



6-rasm. ONS gellarning chastota bo'yicha reologik o'lchovlari

Chastotaga bog'liq bo'lgan o'rganishlar odatda buzilmaydigan kuchlanish oralig'ida namunaning vaqtga bog'liq harakatini tasvirlash uchun ishlatiladi. Chastota bo'yicha tadqiqotlar polimerlarning xatti-harakatlari va ichki tuzilishi haqida ma'lumot to'plash uchun, ya'ni tinch holatda material oqishga qodirmi yoki u mustahkam barqaror shaklni saqlab turadimi degan savolga javob olish mumkin. Saqlash va yo'qotish modulining chastotaga bog'liqligi bo'yicha olingan natijalarga asosan, o'rganilgan ONS namunalari gel sifatida o'zini namoyon qildi, chunki ular saqlash moduli deformatsiya chastotalarining barcha diapazonida yo'qotish modulidan yuqori bo'ldi va bu tadqiqotlarda ham bixromat usulida olingan namunalar nisbatan yuqori ko'rsatkichlarga ega bo'ldi.

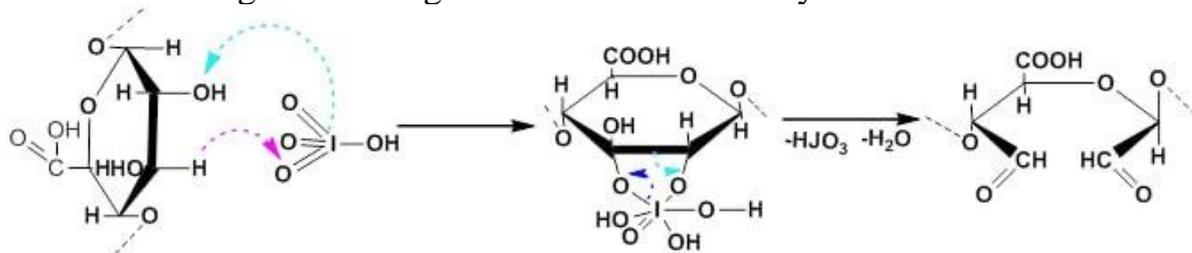
Olib borilgan tadqiqotlar asosida ONS va uning hosilalarini to'rt xil shaklda, ya'ni kukun, gel, kriogel (gubka) va plyonka shakllarda olindi (7-rasm).



7-rasm. ONS hosilalarining turli xil ko'rinishlari: (chapdan o'nga) kukunsimon; gel; gubka (kriogel), plyonka

Birlamchi o'tkazilgan tadqiqotlar asosida shakllantirilgan gellarni yuqori manfiy haroratlarda ( $-60^{\circ}\text{C}$ ) liofilizatsiyalash orqali to'rtli strukturaga, elastik va deformatsiyalanuvchi gubka (kriogellar) olish imkoniyati aniqlandi. Gellarni tekis yuzada  $40-50^{\circ}\text{C}$  haroratlarda quritish orqali mexanik mustahkam elastik plyonkalar olindi. Plonka va gubka ko'rinishidagi materiallar biotibbiyotda qo'llashda qiziqish uyg'otishi mumkin.

Tadqiqotlarimiz keying bosqichida ONS namunalari natriy periodat ( $\text{NaIO}_4$ ) ishtirokida selluloza strukturasiidagi ikkilamchi gidroksil guruhlarni oksidlash boyicha ilmiy izlanishlar olib borildi. Bu oksidlanish jarayoni o'ziga xos reaksiya mexanizmi bo'yicha sodir bo'ladi, bunda natriy periodat selluloza zanjirining elementar zvenosidagi C2-C3 bog'lanishini tanlab oksidlaydi:



Ushbu modifikatsiya sellulozaga yangi funksional xossalarni paydo qiladi, ayniqsa uning o'zaro bog'lanishlarni hosil qilish yoki keyingi kimyoviy reaksiyalarda ishtirok etish reaksiya faolligini kuchaytiradi.

Tadqiqotlarimizda DAONS namunalarning oksidlanish darajasini turli usullar, jumladan, yodometrik titrlash usuli va oksim usuli yordamida aniqlandi (3-jadval).

### 3-jadval

Dialdegid oksidlangan nanosellyuloza tarkibidagi aldegid guruhlarning miqdori

Namunalar	Reaksiya unumi, %	Oksidlanish darajasi, %	
		Yod soni bo'yicha	Gidroksil amin bo'yicha
ONS ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7+\text{NaJO}_4$ )	97,6	57	62
ONS ( $\text{KMnO}_4+\text{NaJO}_4$ )	92,9	52	58
ONS (TEMPO+ $\text{NaJO}_4$ )	89,2	48	51

IR-spektroskopiya tadqiqotlari spektrlarda  $1731\text{ cm}^{-1}$  to'rtin uzunligida DAONS ning karbonil guruhlari uchun xarakterli bo'lgan yutilish sohasi namoyon bo'ldi,  $888\text{ cm}^{-1}$  sohada yarimasetal tebranish cho'qqisining biroz siljishi ularning asosiy zanjiri strukturasiida o'zgarganligini anglatadi. Bundan tashqari,  $888\text{ cm}^{-1}$  sohada intensivlikning oshishi aldegid yoki gemiatsetal guruhlarning bilan bog'liqdir.

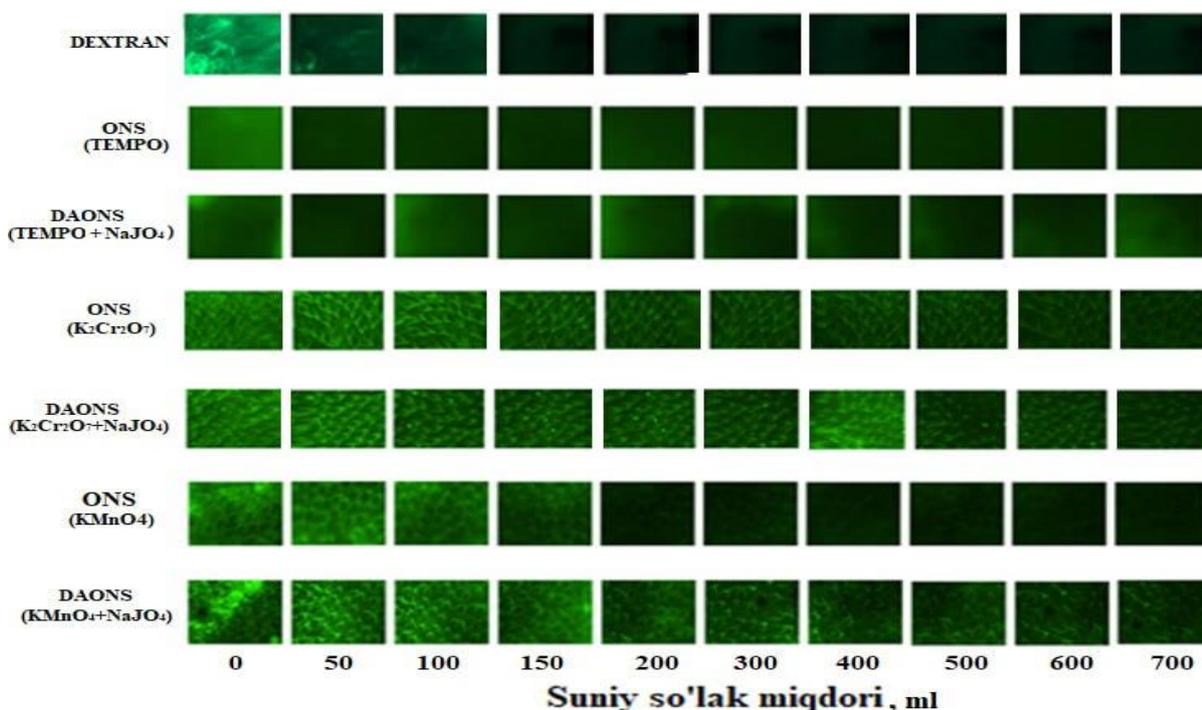
Termik analiz bo'yicha olib borilgan tadqiqotlarida ONS va DAONS namunalarning TGA egri chiziqlarida farqlar mavjudligi aniqlandi. ONS ning massa yo'qotish harorati taxminan  $200^{\circ}\text{C}$  da boshlandi va tez vazn yo'qotish  $300^{\circ}\text{C}$  da tezlashadi. Shu bilan birga, DAONS ning parchalanish harorati oksidlanish darajasining oshishi bilan past haroratli tomonga pasaygani kuzatildi. Ma'lumki,

sellyulozaning kimyoviy modifikatsiyasi o'zgartirilmagan sellyulozaga nisbatan termik parchalanishi sezilarli darajada o'zgardi.

Dissertatsiyaning “Oksidlangan nanosellyuloza va uning hosilalarini qo'llash imkoniyatlarini tadqiq etish” nomli to'rtinchi bobida ONS va uning hosilalarining turli xil sohalarda foydalanish imkoniyatlari to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Dastlab ONS ni polivinil spirti (PVS) asosida kompozit olishda qo'llash imkoniyati o'rganildi. Toza PVS bilan taqqoslanganda PVS/ONS kompozit namunalarning mexanik xossalari yaxshilanishi kuzatildi, bunda uning uzilishdagi mustahkamligi 28 MPa, uzilishdagi cho'zilishi 327%, Yung Moduli 142 MPa bo'ldi.

Olingan namunalarni qo'llanishining asosiy yo'nalishi sifatida biotibbiyot sohasi ko'rib chiqildi, chunki sellyuloza hosilalari mukoadgeziv material sifatida qo'llash potensialiga ega, bu oksidlanish jarayonida kiritilgan karboksil va aldegid guruhlari mavjudligi bilan tavsiflanadi. ONS ning kimyoviy tuzilishi uning shilliq musin qavat to'qimalari bilan vodorod bog'lanish va/yoki elektrostatik o'zaro ta'sir qilish qobiliyatini oshiradi. ONS namunalari shilliq qavat yuzasi bilan birinchi navbatda ONS ning gidroksil va karboksil guruhlari va shilliq qavat glikoproteinlarida (musinlar) mavjud bo'lgan gidroksil yoki amin guruhlari o'rtasidagi vodorod bog'lari orqali o'zaro ta'sirlashadi. ONS ning faol sirt yuzasi, biologik moyilligi va boshqarilishi mumkin bo'lgan kimyoviy xossalari uni yuqori mukoadgeziv materiallar yaratishda qo'llash imkonini beradi.



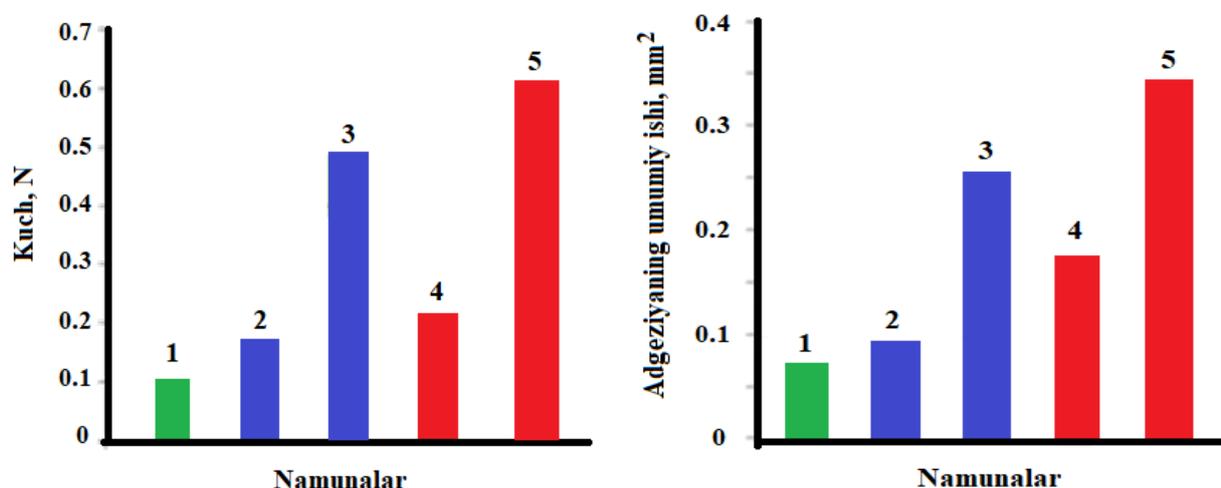
**8-rasm.** Turli hajmdagi sun'iy so'lak eritmalari bilan yuvilgan qo'y ogiz shilliq qavatiga namunalarning yopishishini ko'rsatadigan lyuminestsent tasvirlar

Sintez qilingan oksinanosellyuloza hosilalarining mukoadgeziv xossalari Reding universiteti (Buyuk Britaniya) olimlari tomonidan ishlab chiqilgan usul

asosida tekshirilgan. Bu usulga asosan tekshiriladigan material flyuorent xossaga ega bo'lgan maxsus birikma bilan (bizning tajribalarda fluorescein isosiosianat (FITC) dan foydalanilgan) belgilanadi va mukoadgeziv xossasi tekshirilayotgan materialning hayvonlar organlarida mavjud shilliq qavatidan (bizning tajribalarda yangi so'yilgan qo'yning og'iz bo'shlig'idagi shilliq qavatidan foydalanilgan) sun'iy so'lak bilan yuvilishida shilliq qavatda ushlanib qolgan miqdorinin maxsus flyuorent mikroskop yordamida tasvirga olish orqali nazorat qilinadi. Bunda FITC-dekstran namunasi kuchsiz mukoadgezivlikka ega ekanligi sababli salbiy nazorat sifatida ishlatildi.

Olingan natijalar shuni ko'rsatdiki, FITC-dekstran, TEMPO-usulida olingan namunalarga nisbatan ONS va DAONS namunalari yuqori mukoadgeziv xossalarni nomoyon qildi (8-rasm). Eng yuqori natijalarni DAONS ( $K_2Cr_2O_7+NaJO_4$ ) namunasi nomoyon qildi va bu uning tarkibidagi karboksil va aldegid guruhlarining mavjudligi va nisbatan yuqori miqdori bilan tushuntiriladi (2 va 3-jadval). Bu funksional guruhlar shilliq qavat yuzasida musinlar bilan turli hil bog'lar hosil qilish imkonini beradi.

Sintez qulungan ONS va uning hosilalarinining mukoadgeziv xossalarini aniqlashda kuchlanish usulidan ham foydalanildi. Bunda maxsus *Texture Analyzer* uskunasiidan foydalanildi. Bu usul qo'y og'iz bo'shlig'i shilliq qavatidan ONS va DAONS namunalarning ajralishi uchun sarf bo'ladigan kuchni aniqlashga asoslangan.



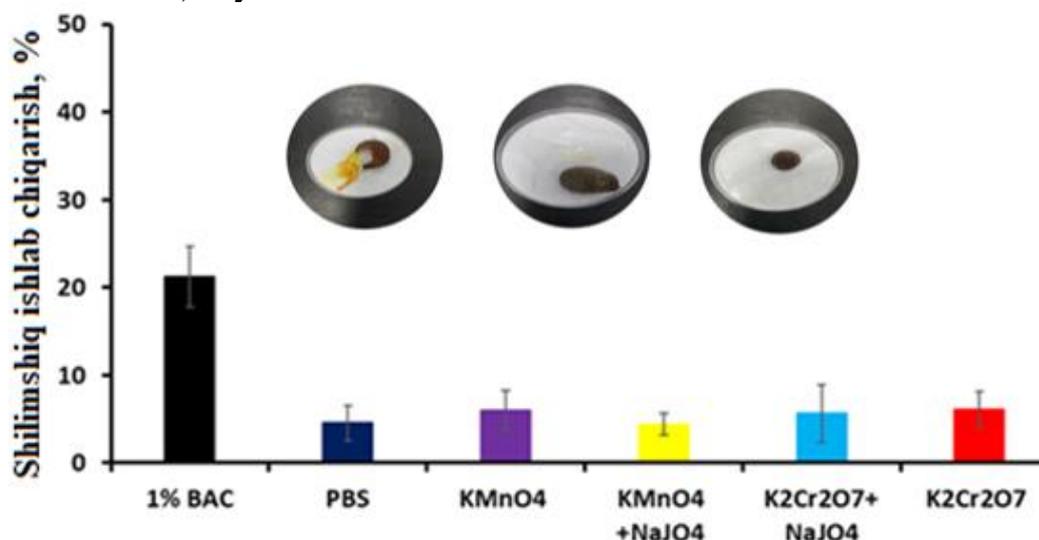
**9-rasm.** Kuchlanish usulida mukoadgeziv xossalarini o'rganish.

1-NS; 2-ONS ( $KMnO_4$ ); 3-ONS ( $KMnO_4+NaJO_4$ ); 4-( $K_2Cr_2O_7$ ); 5-( $K_2Cr_2O_7+NaJO_4$ )

Olingan natijalar ONS va DAONS namunalari NS namunasiga nisbatan ikki va undan ko'p baravar yuqori adgezivlik xossalarini nomoyon qildi, ya'ni NS namunalarni qo'yning og'iz shilliq qavatidan ajratib olish uchun 0.1N kuch talab qilingan bo'lsa, NS ning hosilalari uchun 0.20 va 0.24 N (ONS namunalari uchun) va 0.50 va 0.62 N (DAONS namunalari uchun) kuch sarflandi. By tajribalar natijalari ham mukoadgeziv xossalari bo'yicha olingan yuqoridagi natijalarni tasdiqladi, ya'ni tarkibida ham karboksil ham aldegid bo'lgan hamda ularning miqdori nisbatan ko'p bo'lgan namunalar yuqori natijalarni berdi

NS ning karboksil va aldegid tutgan yangi hosilalarining organizmlarga ta'sirini o'rganish maqsadida ularning toksikologik xossalari tadqiq qilindi, Ushbu tadqiqotlarimizda ma'lum bo'lgan standart usullardan farqli ravishda boshqacha yo'ndashuv orqali tekshiruvlar olib borildi. Bu usul ham nisbatan yangi hisoblanib Reding universiteti (Buyuk Britaniya) olimlari tomonidan ishlab chiqilgan va rivojlantirilmogda. Bu usul orqali materiallarning toksikologik xossalari haqida dastlabki ma'lumotlar olish mumkin.

Shilliq qavatning yallig'lanishi testi ko'z yoki oshqozon-ichak trakti kabi shilliq qavat to'qimalarida potensial shikastlanish darajasini baholash uchun asosan farmatsevtika va kosmetik tadqiqotlarda qo'llaniladigan muqobil *in vitro* testidir. Ushbu test shilliq qavatlari sezgir bo'lgan inson shilliq qavati to'qimalari bilan taqqoslanadigan shilliq qurtlardan (odatda *Arion lusitanicus* yoki *Lehmannia valentiana* turlaridan) foydalaniladi.



**10-rasm.** ONS va uning hosilalarining toksikologik xossalarini o'rganish

Shilliq qurtlar shilliq qavatining juda sezgir yuzasiga ega bo'lib, ular harakatlanishga yordam berish va himoyalaniish uchun o'zidan shilimshiq modda ishlab chiqaradi. Chiqarilgan shilimshiq miqdori bevosita kimyoviy moddalarning toksikligiga bog'liqligini va turli moddalarning shilliq qavatini shikastlantirish xususiyati uchun miqdoriy o'lchov sifatida ishlatilishi mumkinligini ko'rsatdi. Tadqiqotlarda salbiy ta'sir qiluvchi model sifatida 1%-li benzalkoniy xlorid (BAC) eritmasi qo'llanildi, va u shilliq qurt massasini  $24 \pm 2\%$  gacha kamayishiga olib keldi. Ijobiy nazorat sifatida ishlatiladigan PBS eritmasi shilliq qurtining massasining  $6 \pm 1\%$  ga kamayishiga olib keldi. Sintez qilingan ONS va DAONS namunalari ham ijobiy nazoratda olingan natijalarga yaqin ekanligi aniqlandi. Bu dastlabki natijalar sintez qilingan ONS va DAONS namunalari kam toksiklik xossaga ega ekanligidan dalolat beradi.

## XULOSALAR

“Oksidlangan nanosellyulozaning olinishi, tuzilishi va xossalari” mavzusida falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi bo'yicha olib borilgan tadqiqotlar natijasida quyidagi xulosalar taqdim etildi:

1. Sellyulozaning nanoo'lchamli zarrachalarini bixromat oksidlash usuli orqali oksidlangan nanosellyuloza sintez qilindi, bunda sellulozaning piranoz halqasini saqlangan holda C6 uglerodidagi gidroksil guruhini oksidlash orqali karboksil guruhlar soni 1,36 mmol/g ga erishildi, uning tuzilishi va tarkibi fizik-kimyoviy usullar yordamida isbotlandi. Oksidlanish jarayonining davomiyligini oshirish kristallanish darajasi va termal barqarorlikni pasayishi aniqlandi. Nazariy hisob-kitoblar amalga oshirildi va oksidlanish uchun mavjud bo'lgan C6 uglerodda joylashgan gidroksil guruhlari uchun model yaratildi. AKM va DLS usullari yordamida oksidlanish jarayoni zarrachalar o'lchamining pasayishiga (20-60 nm) va zarrachalar shaklining ignasimon shakldan sferik shaklga o'zgarishiga olib kelishi, zarrachalarning polimodal taqsimotga ega ekanligi ko'rsatilgan.

2. Mikrokrystalik sellulozani permanganat oksidlash usuli orqali tarkibida karboksil guruh miqdori 1,23 mmol/g tutgan oksidlangan nanosellyuloza sintez qilindi, uning tuzilishi va tarkibi fizik-kimyoviy usullar yordamida isbotlandi. IQ spektrlarida  $1720\text{ cm}^{-1}$  to'lqin uzunligida yangi cho'qqi paydo bo'lishi, sintez jarayonida MKS kristall tuzilishi buzilishi natijasida krisyallik darajasi 79% dan 59% gacha pasayishi, zarra o'lchamlari mikrometrdan nanometrgacha (106-180 nm) kamayishi, zarra shakllari sferik va ignasimon shakllarga ega bo'lishi kuzatildi.

3. Olingan oksidlangan nanosellyuloza namunalarining 2%li suvli eritmaları turg'un gel hosil qilish qobiliyati reologik tadqiqotlar yordamida isbotlandi. Bunda amplituda va chastotali bog'liqlik bo'yicha olib borilgan reologik tadqiqotlarda saqlash moduli yo'qotish modulidan yuqori ( $G' > G''$ ) ekanligi, o'rganilgan tizimlar nonyuton suyuqliklarga xos ekanligi, ya'ni siljish tezligi oshishi bilan qovushqoqlik kamayishi kuzatildi. Olingan gel namunali asosida kriogel (gubka) va plyonka shakllarda namunalar olish imkoniyati ko'rsatildi.

4. Strukturasida ham karboksil ham aldegid guruhlar tutgan oksidlangan nanosellyulozaning yangi hosilasi tanlab oksidlash usuli – peryodat usuli yordamida dialdegid oksinanosellyuloza sintez qilindi va tuzilishi IQ-spektroskopiya, rentgenostrukturaviy va termik analizlar yordamida tadqiq qilindi. Bunda dialdegid guruhlari boyicha oksidlanish darajasi 57/62% (bixromat usulida olingan ONS uchun) va 52/62% ni (permanganat usulida olingan ONS uchun) tashkil qildi.

5. Sintez qilingan nanosellyulozaning yangi hosilalari ONS va DAONS namunalarining tarkibida mavjud karboksil va aldegid guruhlari hisobiga yuqori mukoadgeziv xossalarga ega ekanligi, real sharoitlarga yaqinlashtirilgan holda (in vitro usulida) maxsus usullar (flyurosent mikroskopiya, texture analayzer) yordamida isbotlandi. Dastlabki tadqiqotlar asosida ONS va DAONS namunalarining kam toksik xususiyatga ega ekanligi, yangi usulni (maxsus shilliq qurtlar ishtirokida) qo'llagan holda, aniqlandi va bu natijalar sintez qilingan NS hosilalarini yangi turdagi mukoadgeziv materiallar sifatida qo'llash imkoniyatlari mavjudligini ko'rsatadi.

**РАЗОВЫЙ НАУЧНЫЙ СОВЕТ НА ОСНОВЕ НАУЧНОГО СОВЕТА  
DSc.02/30.12.2019.К/ФМ/Т.36.01 ПО ПРИСУЖ  
ДЕНИЮ УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ ИНСТИТУТЕ ХИМИИ И  
ФИЗИКИ ПОЛИМЕРОВ**

---

**ИНСТИТУТ ХИМИИ И ФИЗИКИ ПОЛИМЕРОВ**

**КУЗИЕВА МАХЛИЁ МУХАММАДИЕВНА**

**ПОЛУЧЕНИЕ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ОКИСЛЕННОЙ  
НАНОЦЕЛЛЮЛОЗЫ**

**02.00.05 – Химия и технология целлюлозы и целлюлозно-бумажного производства  
02.00.12 – Нанохимия, нанофизика и нанотехнология**

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

## Ташкент – 2024

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве высшего образования, науки и инноваций под номером B2024.1.PhD/K721.

Диссертация выполнена в Институте химии и физики полимеров.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета (polchemphys.uz) и Информационно-образовательном портале «Ziynet» (www.ziynet.uz).

**Научный руководитель:** Атаханов Абдумутолиб Абдупатто угли  
Доктор технических наук, профессор

**Официальные оппоненты:** Кодирхонов Муродхон Рашидхонович  
Доктор химических наук, доцент  
Йулдошов Шерзод Абдуллаевич  
Доктор химических наук, старший научный сотрудник

**Ведущая организация:** Ташкентский химико-технологический институт

Защита диссертации состоится «\_\_» \_\_\_\_\_ 2024 г. в \_\_ часов на заседании Научного совета DSc.02/30.12.2019.K/FM/T.36.01 при Институте химии и физики полимеров по адресу: 100128, г. Ташкент, ул. Абдулла Кадыри, 7б. Тел. (99871) 241-85-94; факс: (99871) 241-26-61, e-mail: [polymer@academy.uz](mailto:polymer@academy.uz)

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Института химии и физики полимеров за №\_\_ (Адрес: 100128, г. Ташкент, ул. Абдулла Кадыри, 7б, Тел. (99871) 241-85-94)

Автореферат диссертации разослан «\_\_» декабря «\_\_\_\_» \_\_\_\_ 2024 года  
(протокол рассылки № \_\_ от «\_\_» декабря 2024 года).

**С.Ш. Рашидова**  
Председатель Разового научного совета по  
присуждению ученых степеней, д.х.н.,  
профессор, академик

**М.М. Усманова**  
Ученый секретарь Разового научного совета  
по присуждению ученых степеней,  
к.х.н., старший научный сотрудник

**А.А. Саримсаков**  
Председатель Разового научного семинара

при научном совете по присуждению учёных  
степеней, д.т.н., профессор

## **ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))**

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** В мире возрастает научный и практический интерес к биоматериалам на основе природных полимеров, обладающих биосовместимостью, биоразлагаемостью, безопасными и нетоксичными свойствами. В этом направлении одним из актуальных вопросов является получение новых наноматериалов с уникальными свойствами на основе природных полимеров, в частности, целлюлозы и ее производных, исследование их структуры и свойств, а также применение в различных областях, в том числе, и в биомедицине.

В настоящее время в мире активно ведутся научные исследования по созданию новых материалов на основе производных хитина, хитозана, пектина, целлюлозы и других природных полисахаридов, с целью их использования в медицине, в том числе в системах доставки лекарственных средств. В связи с этим, важно проводить научные исследования, направленные на модификацию целлюлозы, путем введения активных функциональных групп, таких как карбоксильных, карбоксиметильных и аминных, которые могут способствовать созданию биоразлагаемых, стимулирующих лекарственных препаратов.

В нашей республике особое внимание уделяется научным и практическим исследованиям по созданию новых полимерных материалов на основе наноразмерных и наноструктурированных природных полимеров с активными функциональными группами, используемых в сельском хозяйстве, промышленности и фармацевтике. В частности, на основе отечественных природных полимеров и их производных приняты широкие меры по организации научных исследований на высоком уровне в области разработки создания импортозамещающей и экспортоориентированной продукции в сферах медицины, сельского хозяйства, и ветеринарии, а также конкурентоспособных полимерных материалов в производстве. В Новой Стратегии развития Узбекистана по дальнейшему развитию нашей страны<sup>1</sup>, в Концепции развития науки до 2030 года<sup>2</sup> определены задачи «...переработка местного сырья, ...увеличение объемов производства новой фармацевтической продукции...». В связи с этим важно проведение научных и практических исследований, направленных на изучение возможностей создания и применения новых материалов по доставке лекарственных препаратов на основе местного сырья, пользующихся большим спросом для лечения различных заболеваний в условиях Республики Узбекистан.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит для выполнения поставленных задач в Постановлениях и Указах Президента

---

<sup>1</sup> Указ Президента Республики Узбекистан № УП-60 от 28.01.2022 г. «О стратегии развития нового Узбекистана на 2022-2026 годы».

<sup>2</sup> Указ Президента Республики Узбекистан № УП-6097 от 29.10.2020 г. «Об утверждении Концепции развития науки до 2030 года».

Республики Узбекистан №3532 от 14 февраля 2018 года «О дополнительных мерах по опережающему развитию фармацевтической промышленности», №3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по опережающему развитию химической промышленности», №3489 от 23 января 2018 года «О мерах по дальнейшему регулированию производства и импорта лекарственных средств и изделий медицинского назначения», №4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию химической промышленности и повышению ее инвестиционной привлекательности», №4554 от 30 декабря 2019 года «О фармацевтической продукции Республики Узбекистан», а также других нормативно-правовым документах, связанных с этой деятельностью.

**Соответствие исследования с приоритетными направлениями развития науки и технологии в Республике.** Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологии республики Узбекистан VII «Химическая технология и нанотехнология».

**Степень изученности проблемы.** В ряде ведущих научных центров мира интенсивно ведутся научные исследования по синтезу производных наноцеллюлозы различными способами, изучению их физико-химических свойств, использованию в различных областях. Большинство опубликованных публикаций в основном посвящено синтезу производных наноцеллюлозы с различными функциональными группами. А. Isogai, T. Saito, S. Zang, D. Wang, M. Milichovskiy, S. Rowan, A. Besemer и ряд других внесли свой вклад в развитие научных направлений в области получения и применения производных целлюлозы, содержащих карбоксильных групп. Во многих странах мира также проводятся научные исследования по созданию и использованию мукоадгезивных и лекарственных материалов на основе природных полимеров. V. Khutoryanskiy, A. Schnurch, H. Peled, M. Bruschi, I. Bayer, R. Brannigan, J. Smart и другими учёными были развиты научные направления по созданию материалов для доставки лекарственных средств на основе природных полимеров (хитозан, целлюлоза, пектин и др.).

В Республике академики С.Ш. Рашидова, А.С. Тураев, профессора Г. Рахманбердиев, А.А. Саримсаков, А.А. Атаханов, доктора наук Х.Э. Юнусов, Ш.А. Йулдошев и др. учёные внесли свой весомый вклад в создание медико-биологических препаратов на основе целлюлозы.

До этих исследований достаточно широко не проводились научные исследования по синтезу окисленной наноцеллюлозы простыми и малостадийными методами и использованию их в качестве мукоадгезивных материалов в системах транспорта лекарственных средств. В свою очередь, это открывает перспективы проведения углубленной фундаментальной и практической работы в данном направлении, в плане синтеза окисленной наноцеллюлозы несложными методами и внедрения новых нетоксичных, биodeградируемых мукоадгезивных материалов, что дает возможность использовать их в биомедицине.

**Связь темы диссертации с научно – исследовательскими работами научно – исследовательского учреждения, где выполнена диссертация.**

Диссертационная работа выполнена в рамках планов научно-исследовательских работ Института химии и физики полимеров АН РУз в соответствии базовой программой Института (2020-2024 гг.), а также программами фундаментальных и прикладных проектов ФА-Ф7-Т-008 «Нанополимерные системы, роль кинетических аспектов и электронной структуры в создании материалов с особыми свойствами (2015-2019 гг.) и А-ФА-2021-388 «Создание технологии производства микрокристаллической целлюлозы» (2021-2023 гг.).

**Цель исследования** синтез окисленной наноцеллюлозы и ее производных (диальдегид оксинаноцеллюлозы) различными подходами и определение их структуры и свойств.

**Задачи исследования:**

синтез окисленной наноцеллюлозы путем бихроматного окисления наноразмерных частиц целлюлозы, исследование ее структуры и свойств;

синтез окисленной наноцеллюлозы методом перманганатного окисления микрокристаллической целлюлозы, исследование ее структуры и свойств;

получение диальдегид-оксинаноцеллюлозы, содержащей как альдегидные, так и карбоксильные группы, исследование их структуры и свойств;

исследование мукоадгезивных и токсикологических свойств, синтезированных производных наноцеллюлозы (окисленной наноцеллюлозы, диальдегид оксинаноцеллюлозы).

**Объекты исследования** является микрокристаллическая целлюлоза (МКЦ), наноцеллюлоза (НЦ), окисленная наноцеллюлоза (ОНЦ), диальдегидоксинаноцеллюлоза (ДАОНЦ).

**Предметом исследования** синтез окисленных производных наноцеллюлозы на основе микрокристаллической целлюлозы и наноцеллюлозы, синтез диальдегид-окисленной наноцеллюлозы, исследование кинетики химических реакций, структуры, физико-химических и медико-биологических свойств образцов.

**Методы исследования.** В исследованиях использованы методы ИК-Фурье и УФ-спектроскопии, рентгеноструктурного анализа, атомно-силовой микроскопии (АСМ), термогравиметрии, кондуктометрии, вискозиметрии, физико-механического и химического анализа.

**Научная новизна диссертационного исследования** заключается в следующем:

впервые синтезирована окисленная наноцеллюлоза с высокой степенью окисления, на основе микрокристаллической целлюлозы, методом перманганатного окисления, определены ее структура и свойства;

впервые путем бихроматного окисления наноцеллюлозы получена окисленная наноцеллюлоза и показана, что окислению подвергается гидроксильная группа на С6 углероде без разрушения глюкопиранозного цикла целлюлозы;

впервые синтезирована и изучена структура и свойства диальдегидоксинаноцеллюлозы – нового производного окисленной

наноцеллюлозы, содержащей в своей структуре как карбоксильные, так и альдегидные группы;

впервые обнаружено, что образцы окисленной наноцеллюлозы и диальдегидоксинаноцеллюлозы обладают гелеобразующими и мукоадгезивными свойствами, а также показана возможность использования их в качестве нетоксичных мукоадгезивных материалов.

**Практические результаты исследования заключаются в следующем:**

определены оптимальные условия синтеза образцов ОНЦ на основе МКЦ и НЦ, и определены физико-химические свойства полученных образцов;

синтезированы образцы ДАОНЦ на основе образцов ОНЦ и изучены их физико-химические свойства;

показаны возможности получения стабильного геля на основе образцов ОНЦ и ДАОНЦ;

показано, что новые образцы синтезированных НЦ обладают хемотоксичностью и свойствами, характерными для мукоадгезивных материалов.

**Достоверность результатов исследования.** Результаты экспериментов по получению наноразмерных окисленных производных целлюлозы и изучению их физико-химических и мукоадгезивных свойств подтверждены современными физико-химическими и международными стандартными методами. Полученные научные и практические результаты обсуждались на республиканских и международных научных конференциях.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.**

Научная значимость результатов исследования состоит в том, что с использованием различных подходов (перманганатное и бихроматное окисление) были синтезированы окисленные производные наноцеллюлозы, изучены их структура и свойства, а также реологические свойства растворов и гелей. Установлено влияние условий окисления на химический состав, его морфологию и свойства. В условиях *in vitro* изучены мукоадгезивные свойства производных наноцеллюлозы к слизистым оболочкам полости рта и механизмы их взаимодействия с поверхностью слизистых оболочек.

Практическая значимость результатов исследований заключается в том, что разработаны простые и малостадийные методы синтеза новых производных наноцеллюлозы.

**Внедрение результатов исследования.** На основании полученных научных результатов по получению, структуре и свойствам окисленной наноцеллюлозы:

полученные результаты по синтезу, анализу структуры, механизму реакции и свойствам окисленной наноцеллюлозы были использованы для создания новых материалов и физико-химического анализа, и нашли свое отражение в 4 статьях, опубликованных в зарубежных научных журналах (Polymers, 2023, V.15, Scopus, IF=5; Bioresource technology, 2024, V.399, Elsevier, IF=11.4; Green Chemistry, 2024, V.26, Royal Society of Chemistry,

IF=9.8; Applied Materials & Interfaces, 2024, V.16, ACS, IF=8.5). В результате позволило выполнить синтез селективного окисления целлюлозы;

окисленные производные наноцеллюлозы (ОНЦ, ДАОНЦ) были использованы в научном проекте «Polyaphrons as a platform formulation technology transmucosal drug delivery», реализуемом Университетом Рединга (Великобритания) в 2023-2024 гг. (Справка Университета Рединга от 23 октября, 2024г). В результате установлено, что окисленная наноцеллюлоза и ее производные проявляют мукоадгезивные свойства и показаны перспективы создания на их основе мукоадгезивных материалов нового поколения.

**Апробация результатов исследования.** Основные результаты диссертации были представлены и обсуждены на 12 международных и 9 республиканских научно-практических конференциях.

**Опубликованность результатов исследования.** Всего по теме диссертации опубликовано 26 научных работ, из них 4 научные статьи опубликованы в научных изданиях, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистана для публикации основных научных результатов диссертации доктора философии (PhD), в том числе 1 в республиканском и 3 в зарубежных журналах.

**Структура и объем диссертации.** Структура диссертации состоит из введения, четырех глав, заключения и списка использованной литературы. Объем диссертации составляет 95 страниц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснованы актуальность и необходимость темы диссертации, определены цели и задачи, объекты и предметы исследования, показана ее совместимость с приоритетными направлениями развития науки и техники в Республике Узбекистан. Описаны ее научная новизна и практические результаты, установлена достоверность полученных результатов, раскрыта теоретическая и практическая значимость, обобщены и опубликованы научные труды и сведения о структуре диссертации о перспективах реализации исследования.

В первой главе диссертации «**Новые подходы получения окисленной целлюлозы и перспективные области ее применения**» представлен обзор литературы, посвященной получению, структуре, свойству и области применения оксицеллюлозы, а также современным лекарственным изделиям на основе полисахаридов, используемых в практической медицине.

Во второй главе диссертации «**Объекты и методы исследования**» представлена информация об использованном сырье и материалах для получения окисленной наноцеллюлозы и диальдегид-окисленной наноцеллюлозы, о методах синтеза окисленных производных на основе наноцеллюлозы и микрокристаллической целлюлозы, о физико-химических методах исследований.

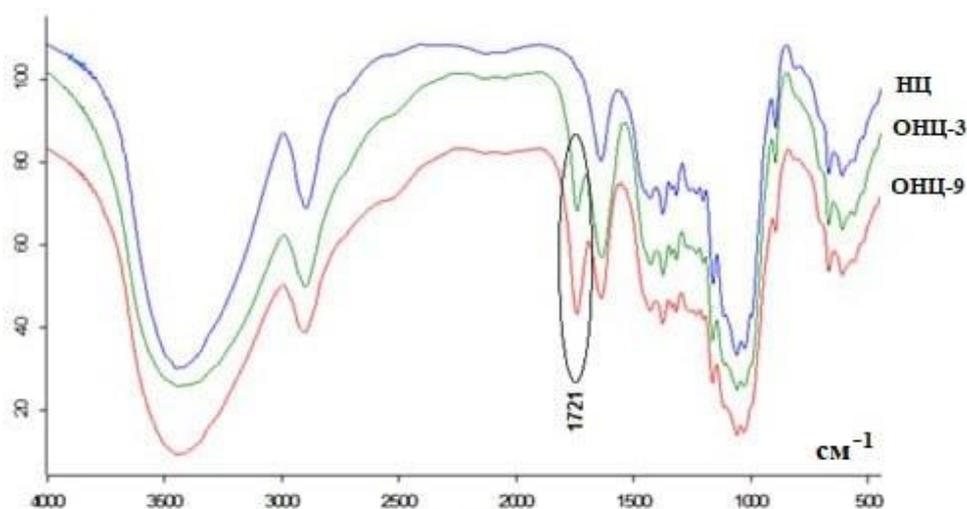
В третьей главе диссертации «**Получение, строение и свойства окисленной наноцеллюлозы и диальдегидоксицеллюлозы**» представлены

результаты по синтезу окисленной наноцеллюлозы и диальдегидоксицеллюлозы в присутствии различных окислителей, а также физико-химические свойства образцов. Изучены реологические свойства геля, полученного на основе образцов окисленной наноцеллюлозы. Приведены сведения о возможностях получения окисленной диальдегид наноцеллюлозы, содержащей как карбоксильные, так и альдегидные группы, а также о возможности получения новых препаратов с мукоадгезивными свойствами.

В качестве объектов исследования были выбраны образцы микрокристаллической целлюлозы и наноцеллюлозы как сырья для получения производных наноцеллюлозы.

Окисление наноцеллюлозы в присутствии  $K_2Cr_2O_7$  в кислой среде проводили при минимальной концентрации бихромата калия, необходимой для окисления целлюлозы (0,012 моль/л), при комнатной температуре ( $25^{\circ}C$ ) в течение различных периодов времени (1-11 часы). Причиной выбора минимальной концентрации бихромата калия явилось облегчение удаления ионов хрома из конечного продукта ОНЦ после завершения процесса реакции. Учитывая, что повышение температуры является одним из основных факторов, приводящих к ускорению разрушения структуры целлюлозы, реакцию проводили при комнатной температуре. В опытах, проведенных в разные промежутки времени, удалось достичь минимального уровня окисления за 3 часа, а максимального – за 9 часов.

Результаты кондуктометрического титрования показали, что с увеличением продолжительности реакции количество карбоксильных групп увеличивается от 1,21 ммоль/г (для ОНЦ-3) до 1,36 ммоль/г (для ОНЦ-9). Образование карбоксильных групп также было подтверждено исследованиями инфракрасной спектроскопии (рис. 1)



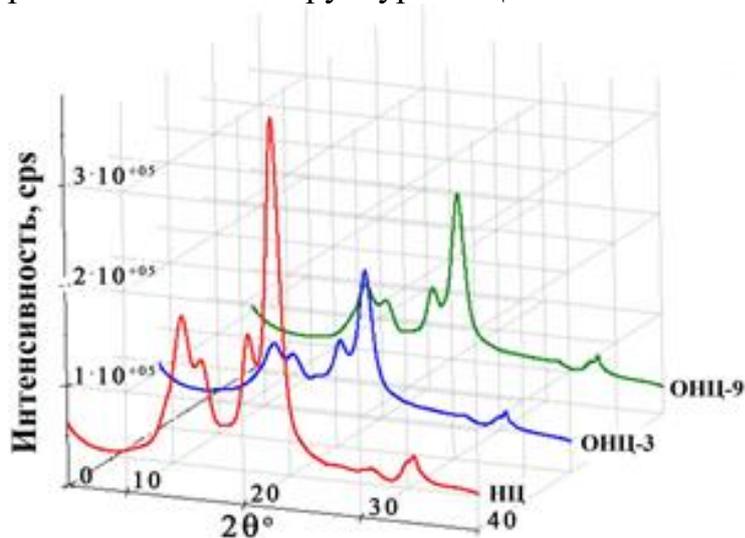
**Рис. 1.** ИК спектры образцов НЦ, ОНЦ-3 и ОНЦ-9

Сравнительное исследование спектров НЦ и ОНЦ показало, что полоса поглощения около  $3400\text{ см}^{-1}$  обусловлено колебаниями  $-OH$ . Колебания связей  $-CH$  метиленовой и метиновой групп появляются в районе  $2800-2950\text{ см}^{-1}$ . В ИК-спектрах образцов ОНЦ в отличие от спектра НЦ наблюдается

новая полоса поглощения, связанная с валентным колебанием карбоксильной группы  $C=O$  при длине волны  $1721\text{ см}^{-1}$ . Это показывает, что гидроксильные группы ангидроглюкозного звена при углероде С6 успешно были окислены до карбоксильных групп. Интенсивность пиков ИК-спектров ОНЦ-9 сильнее, чем у ОНЦ-3, что указывает на наличие большего количества карбоксильных групп и более высокую степень окисления. При этом наблюдается уменьшение интенсивности полос поглощения в районе  $1425\text{ см}^{-1}$ , связанных колебаниями  $-CH_2-$  групп.

Результаты УФ-спектроскопических исследований показали, что имеются три пика поглощения в области примерно 196, 240 и 290 нм, связанные с  $C=O$  (240, 290 нм) карбоксильных и (190-210 нм) альдегидных групп.

Рентгеноструктурный анализ образцов ОНЦ показал наличие четырех кристаллических рефлексов в области  $2\theta = 14^\circ, 16^\circ, 22^\circ$  и  $34^\circ$ , соответствующих плоскостям 110, 110, 200 и 004 (рис. 2). По мере увеличения времени окисления кристаллическость образцов ОНЦ уменьшалась с 88% до 79%, что свидетельствует о частичном разрушении кристаллической структуры НЦ.



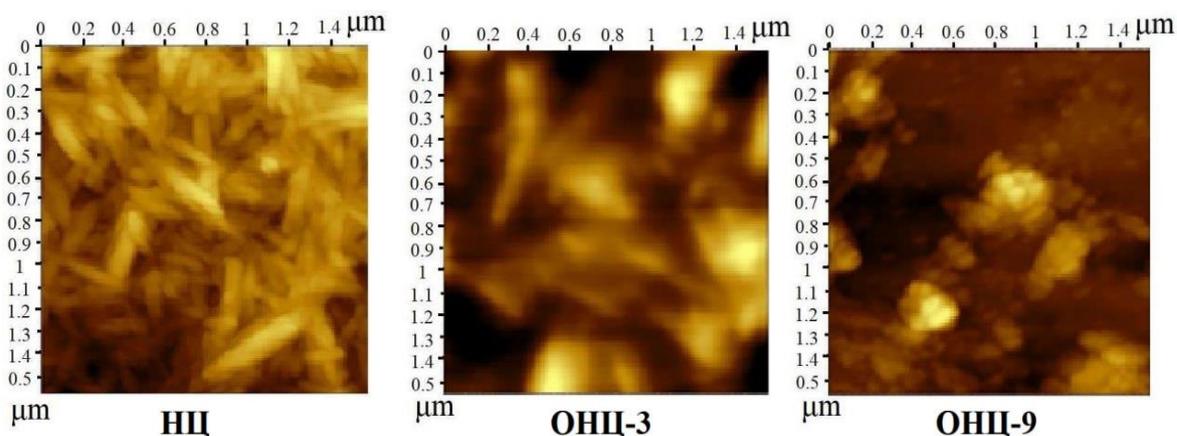
**Рис. 2.** Рентгенограммы образцов НЦ, ОНЦ-3 и ОНЦ-9

Согласно размерам кристаллитов, рассчитанным по результатам рентгеноструктурного анализа, один кристаллит НЦ содержит 726 элементарных единиц целлюлозы, из них 220 расположены на поверхности кристаллита. Это означает, что углерод С6 имеет около 220 гидроксильных групп, которые более доступны для модификации, и если все эти гидроксильные группы окисляются, то степень окисления должен составить 100%. Количество доступных гидроксильных групп составляет около 30% от общего числа гидроксильных групп в элементарных ячейках кристаллита. Теоретические расчеты показали, что 20-25% имеющихся гидроксильных групп на углероде С6 были окислены до карбоксильных групп.

Термическую стабильность образцов исследовали методом ТГА. Результаты показали эндотермическую деградацию полимеров, при этом температура разложения образцов ОНЦ была ниже, чем у исходных НЦ,

причем чем выше содержание карбоксильных групп, тем ниже температура разложения. Чем больше количество карбоксильных групп в образцах ОНЦ, тем больше потеря массы. Максимальная потеря массы образца для ОНЦ наблюдается при температуре 200°C, тогда как для НЦ при температуре 250°C.

Исследование методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) показало, что частицы НЦ имеют игольчатую форму шириной 50-100 нм и длиной 180-600 нм. Поскольку НЦ и ОНЦ обладают высокой поверхностной активностью, они легко агломерируются и образуют агломераты микронного размера. По мере увеличения продолжительности процесса окисления наблюдалось уменьшение размера частиц ОНЦ (рис. 3). Также было обнаружено, что процесс окисления приводит к сужению распределения частиц по размерам, которое описывается распределением Лоренца.



**Рис. 3.** АСМ-снимки образцов НЦ и ОНЦ

Процесс окисления приводит к уменьшению размеров частиц шириной 30-80 нм и длиной 150-400 нм, а также частичному разрушению игольчатой формы НЦ с переходом к сферической форме. Длительность процесса окисления приводит к образованию агломератов сферических частиц размером 120-160 нм.

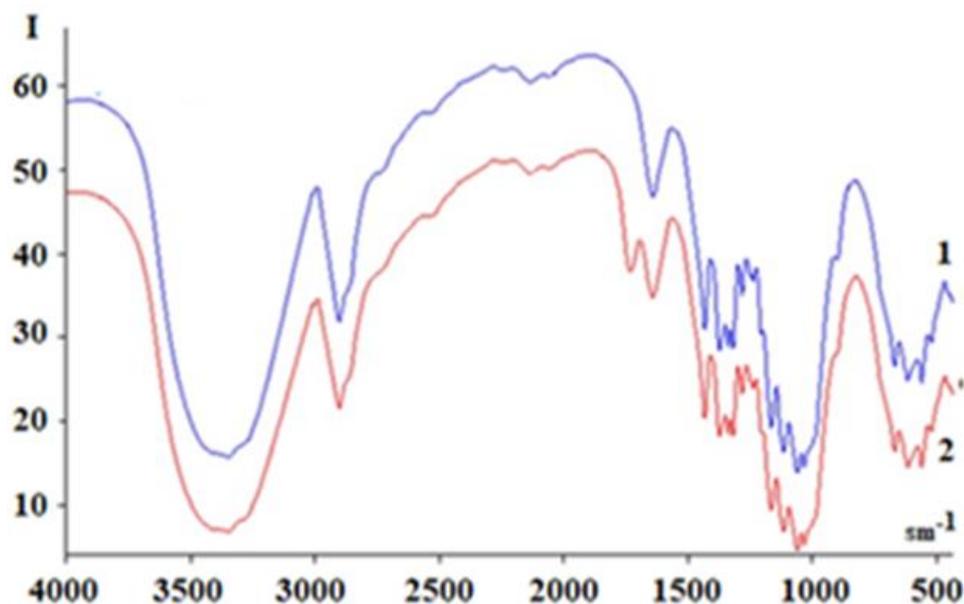
Размер и распределение частиц оценивались методом динамического рассеяния света (ДРС), который показал, что размер частиц находится в диапазоне от нано до микрометра и наблюдается полимодальное распределение частиц.

**Таблица 1.**

**Распределение частиц по размерам**

Образец	Радиус R, нм	Количество %	Динамическое рассеяние света $D_t$ ( $m^2/s$ )
НЦ	182±9	98.8	$1.342 \times 10^{-12}$
ОНЦ-3	127±7	89.3	$1.924 \times 10^{-12}$
ОНЦ-9	113±5	84.5	$2.162 \times 10^{-12}$

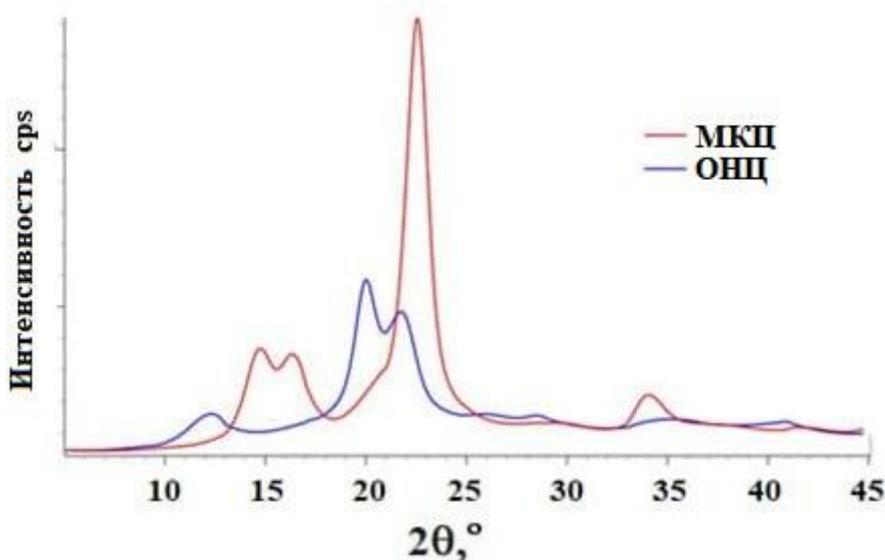
В наших дальнейших исследованиях были изучены процессы окисления микрокристаллической целлюлозы в присутствии перманганата калия ( $\text{KMnO}_4$ ) в кислой среде. В этой системе ионы  $\text{MnO}_4^-$  окисляют первичные гидроксильные группы ( $\text{C6-OH}$ ) целлюлозы до карбоксильных групп, восстанавливаясь до  $\text{Mn}^{2+}$ . Кислая среда помогает нейтрализовать гидроксид калия. После завершения реакции добавляли раствор  $\text{H}_2\text{O}_2$ , чтобы остановить реакцию путем превращения  $\text{MnO}_2$  в бесцветный  $\text{Mn}^{2+}$ . Ионы  $\text{Mn}^{2+}$  удаляли из реакционной среды методами центрифугирования, промывки и диализа.



**Рис. 4.** ИК спектры образцов МКЦ (1) и ОНЦ (2)

Образование карбоксильных групп было подтверждено данными ИК-спектроскопии (рис. 4). В инфракрасных спектрах ОНЦ, в отличие от спектра образцов МКЦ, наблюдается полоса поглощения при длине волны  $1721 \text{ cm}^{-1}$ , связанная с колебательным колебанием  $\text{C=O}$ .

Образование карбоксильной ( $-\text{COOH}$ ) и карбонильной ( $\text{C=O}$ ) групп привело к появлению пиков в новых областях поглощения в УФ-спектре. После окисления можно наблюдать спектр поглощения в диапазоне  $200\text{--}210 \text{ nm}$  со спектром поглощения низкой интенсивности, соответствующим поглощению карбоксильных или карбонильных групп, введенных в процессе окисления. Это результат  $\pi \rightarrow \pi^*$ -переходов двойных связей, т.е. групп  $\text{C=O}$ , которых не наблюдается в спектрах микрокристаллической целлюлозы. Наблюдаемые спектры поглощения  $240 \text{ nm}$  в МКЦ и ОНЦ формируются в результате перехода спаренных электронов из основного состояния в возбужденное состояние, т.е.  $n \rightarrow \sigma^*$ , которые не участвуют в связях на атомах  $\text{O}$  гидроксильных групп. Спектры поглощения в области  $290 \text{ nm}$ , образующиеся в ОНЦ, относятся к электронным переходам  $n \rightarrow \pi^*$  в атоме  $\text{O}$ .



**Рис. 5.**  
Рентгеновская  
диффрактограмма  
образцов МКЦ и  
ОНЦ

При окислении МКЦ перманганатом калия степень кристалличности МКЦ уменьшается с 79% до 59%, что объясняется разрушением кристаллической структуры в процессе окисления. Процесс окисления начинается сначала в аморфных участках целлюлозы, где структура менее упорядочена. Поскольку процесс окисления продолжается, он также влияет на упорядоченные области кристаллитов, и это приводит к увеличению общего количества аморфной части структуры целлюлозы.

Исследования АСМ показали, что размер ОНЦ уменьшился до 106-180 нм, а бесформенные частицы агломерата, наблюдаемые в образцах МКЦ, приобрели сферическую и игольчатую форму. Влияние процесса окисления на форму и размер частиц оценивали также методом динамического рассеяния света (ДРС), который показал изменение размера частиц от микрометра до нанометра, а также наблюдалось полимодальное распределение частиц.

Степень чистоты очищенных образцов окисленной наноцеллюлозы от ионов Cr и Mn определяли методом атомно-адсорбционной спектроскопии. По результатам анализа установлено, что в пробах ОНЦ содержится <0,192 мг/г ионов Cr, что значительно меньше допустимой концентрации для ионов Cr.

**Таблица 2**

Показатели образцов ОНЦ, полученных разными методами

Образцы	Размер частиц	Степень полимеризации	Количество карбоксильной группы ммоль/г	Выход реакции %
НЦ	50-500 nm	240	-	-
МКЦ	50-450 mkm	350	-	-
ОНЦ (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )	113-172 nm	172	1,31	88%
ОНЦ (KMnO <sub>4</sub> )	180-220 nm	192	1,18	93%
ОНЦ (ТЕМПО)	184-230 nm	216	1,03	81%

На основании полученных результатов было проведено сравнение параметров образцов ОНЦ, синтезированных двумя новыми методами и полученных широко используемым, в настоящее время, методом ТЕМПО-окисления, представленных в обзоре литературы (табл. 2). Результаты показали, что образцы ОНЦ, синтезированные предложенным бихроматным и перманганатным методами, отличаются от образца ОНЦ, полученного методом ТЕМПО-окисления, содержанием карбоксильной группы, высоким выходом реакции и малым размером частиц.

Проведенные исследования показали, что синтезированные образцы ОНЦ обладают гелеобразующими свойствами. В процессе получения геля использовали раствор гидроксида натрия. Гидроксид натрия способен разрывать водородные связи между цепями ОНЦ, что ослабляет межмолекулярные взаимодействия между ОНЦ.

Реологические испытания гелей были проведены на ротационном реометре Anton Paar MCR 301 на измерительном узле типа «конус-плоскость» (диаметр 25мм/2°) при температуре 25 °С в режимах амплитудной и частотной зависимости. Амплитудная зависимость компонент динамического модуля служит для обнаружения линейной области вязкоупругости, характеризуемой постоянством величины модуля упругости ( $G' = \text{const}$ ). Для образцов ОНЦ, синтезированных как перманганатным, так и дихроматным методом линейная область вязкоупругости наблюдается во всем рассмотренном диапазоне амплитуд деформации, при этом модуль сохранения превышает по величинам модуль потерь.

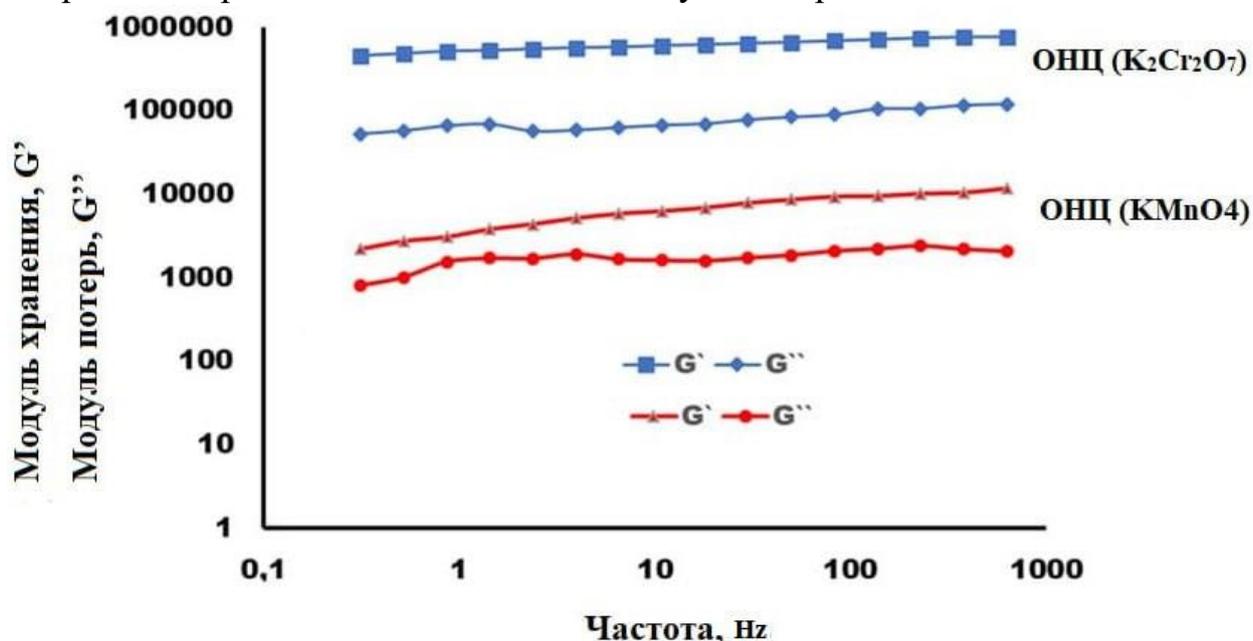


Рис. 6. Частотная развертка образцов ОНЦ

Частотные развертки обычно служат для описания, зависящего от времени поведения образца в неразрушающем диапазоне деформаций. Частотная развертка является методом для сбора информации о поведении и внутренней структуре полимеров, т.е. является ли материал в состоянии покоя способным течь, или он сохраняет стабильность формы с твердой консистенцией. При исследовании частотной зависимости модуля упругости и потерь образцы ОНЦ ведут себя подобно гелям, поскольку для них модуль упругости превышает модуль потерь во всем диапазоне частот деформирования, при этом значения модуля упругости и потерь были высокие в случае образцов ОНЦ, полученных бихроматным методом.

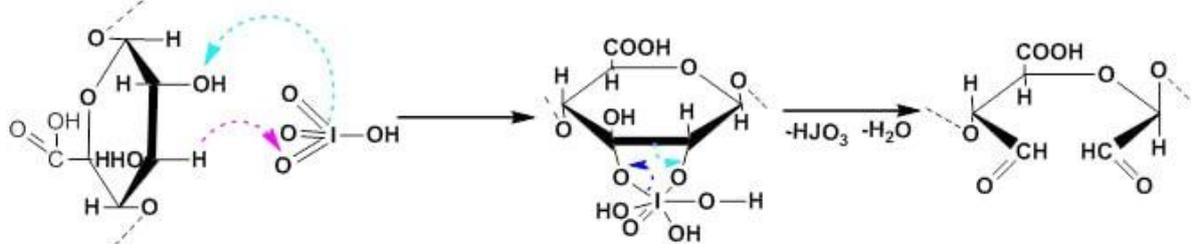
На основании проведенных исследований была показана возможность получения ОНЦ в четырех различных формах: в виде порошка, геля, криогеля (губки) и пленочной формы (рис. 7).



**Рис.7.** Различные формы производных ОНЦ: (слева направо) порошкообразная; гель; губка (криогель), пленка

На основании первичных исследований выявлена возможность получения эластичных и деформируемых губок (криогелей) сетчатой структуры путем лиофилизации гелей при высоких отрицательных температурах ( $-60^{\circ}\text{C}$ ). Механически прочные эластичные пленки получали путем высушивания гелей на плоской поверхности при температуре  $40-50^{\circ}\text{C}$ . Материалы в виде пленок и губок могут представлять интерес для биомедицинских применений.

На следующем этапе исследований образцы ОНЦ были подвергнуты окислению (вторичные гидроксильные группы) периодатом натрия ( $\text{NaIO}_4$ ). Этот процесс окисления обусловлен реакцией особого механизма, при которой периодат натрия избирательно окисляет связь гидроксильные группы на углеродах C2-C3 в элементарной цепи целлюлозы:



Эта модификация позволяет образовать в структуре целлюлозы новые функциональные группы (альдегидные), что будет способствовать образованию новых связей или участвовать в последующих химических реакциях.

В наших исследованиях степень окисления образцов ДАОНЦ определяли различными методами, в том числе методом йодометрического титрования и оксимным методом (табл. 3).

**Таблица 3**

Количество альдегидных групп в образцах ДАОНЦ

№	Образцы	Продукт реакции %	Уровень окисления, %	
			По количеству йода	По гидроксиламину
1	ОНЦ ( $K_2Cr_2O_7+NaJO_4$ )	97.6	57	62
2	ОНЦ ( $KMnO_4+NaJO_4$ )	92.9	52	58
3	ОНЦ (ТЕМПО+ $NaJO_4$ )	89.2	48	51

На ИК-спектрах наблюдалась полоса поглощения, характерная для карбонильных групп ДАОНЦ при длине волны  $1731\text{ см}^{-1}$ , при этом небольшой сдвиг пика полуацетальных колебаний при  $888\text{ см}^{-1}$  свидетельствующий об изменении структуры их основной цепи. Кроме того, увеличение интенсивности в области  $888\text{ см}^{-1}$  связано с альдегидными или полуацетальными группами.

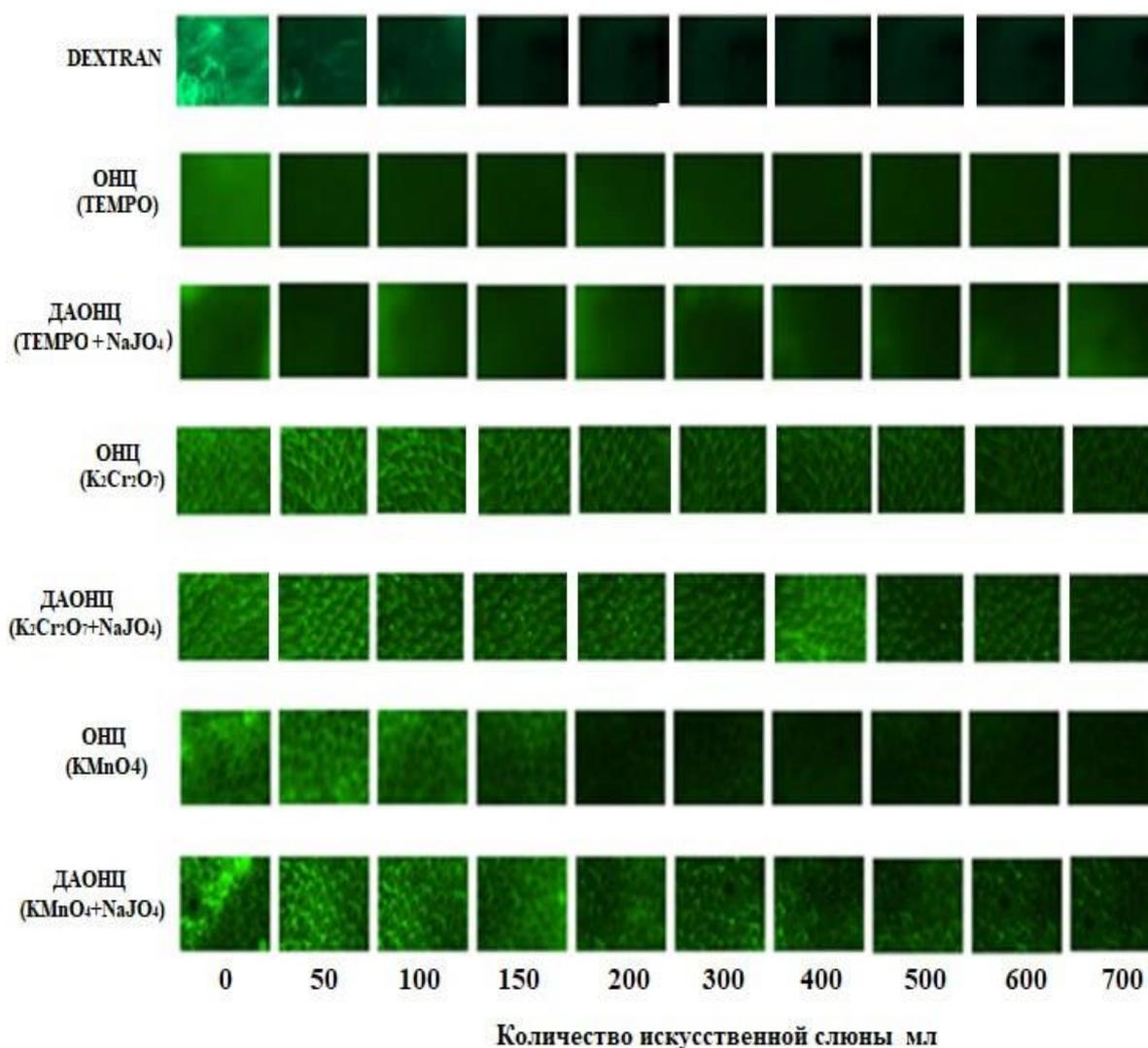
В ходе исследований, проведенных по термическому анализу, установлено, что имеются различия в кривых ТГА образцов ОНЦ и ДАОНЦ. Потеря массы образцов ОНЦ начиналось примерно при  $200^\circ\text{C}$ , и начало ускоряться при  $300^\circ\text{C}$ . В то же время наблюдалось, что с увеличением степени окисления температура разложения ДАОНЦ снижалась в сторону более низких температур. Известно, что химическая модификация целлюлозы существенно усиливает термическую деструкцию по сравнению с немодифицированной целлюлозой.

Четвертая глава диссертации **«Исследование возможностей использования окисленной наноцеллюлозы и ее производных»** посвящена возможностям использования ОНЦ и ее производных в различных областях.

Было изучено возможность использования ОНЦ при получении композитов на основе поливинилового спирта (ПВС). По сравнению с чистым ПВС наблюдалось улучшение механических свойств композитных образцов ПВС/ОНЦ, где его предел прочности составил 28 МПа, относительное удлинение при разрыве 327 %, модуль Юнга 142 МПа.

В качестве основной области применения полученных образцов рассматривалась биомедицина, поскольку синтезированные производные целлюлозы имеют потенциал для использования в качестве мукоадгезивного материала, который характеризуется наличием карбоксильных и альдегидных групп, вводимых в процессе окисления. Химическая структура ОНЦ способствует к образованию водородных, Ван-дер-вальсовых связей и/или электростатическому взаимодействию с тканями слизистой оболочки.

Функциональные группы ОНЦ взаимодействуют с поверхностью слизистой оболочки преимущественно посредством водородных, Ван-дер-вальсовых связей с гидроксильными или аминогруппами, присутствующими в гликопротеинах слизистой оболочки (муцинах). Активная поверхность, биосовместимость и контролируемые химические свойства ОНЦ позволяют использовать его при создании высокомукоадгезивных материалов.



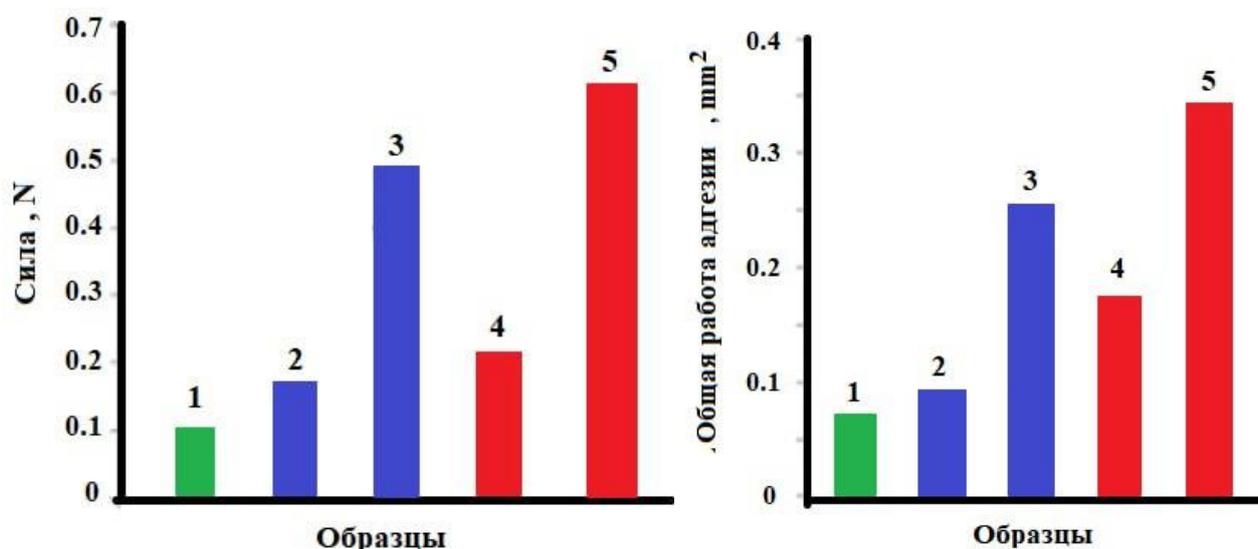
**Рис. 8.** Изображения образцов внутренней полости рта овца, промытых искусственной слюной, полученных флуоресцентным микроскопом.

Мукоадгезивные свойства синтезированных производных ОНЦ исследовали методикой, разработанной учеными Университета Рединга (Великобритания). Согласно этой методике, к исследуемому материалу связывают специальное соединение, обладающее флуоресцентными свойствами (в наших экспериментах использовался изоцианат флуоресцеина (FITC), и мукоадгезивное свойство определяют на слизистые оболочки органов животных (в наших экспериментах внутренняя полость рта свежезабитой овцы). Контроль количества образцов ОНЦ, оставшихся на слизистой оболочке при промывании искусственной слюной проведен с

помощью специального флуоресцентным микроскопом. Декстран использовался в качестве отрицательного контроля из-за его слабой мукоадгезии.

Полученные результаты показали, что образцы ОНЦ и ДАОНЦ проявляют более высокие мукоадгезивные свойства по сравнению с образцами, полученными методом ТЕМПО-окисления (рис. 8). Наиболее высокие результаты получены для образца ДАОНЦ ( $K_2Cr_2O_7+NaJO_4$ ), что объясняется наличием и относительно высоким содержанием в его составе карбоксильных и альдегидных групп (табл. 2 и 3). Эти функциональные группы позволяют образовывать различные связи с муцинами на поверхности слизистой оболочки.

Методом механическое определение силы мукоадгезивного взаимодействия также были определены мукоадгезивные свойства синтезированных ОНЦ и их производных. Для этого использовалось специальное оборудование Texture Analyzer. Этот метод основан на определении силы, необходимой для отделения образцов ОНЦ и ДАОНЦ от слизистой оболочки полости рта овец.

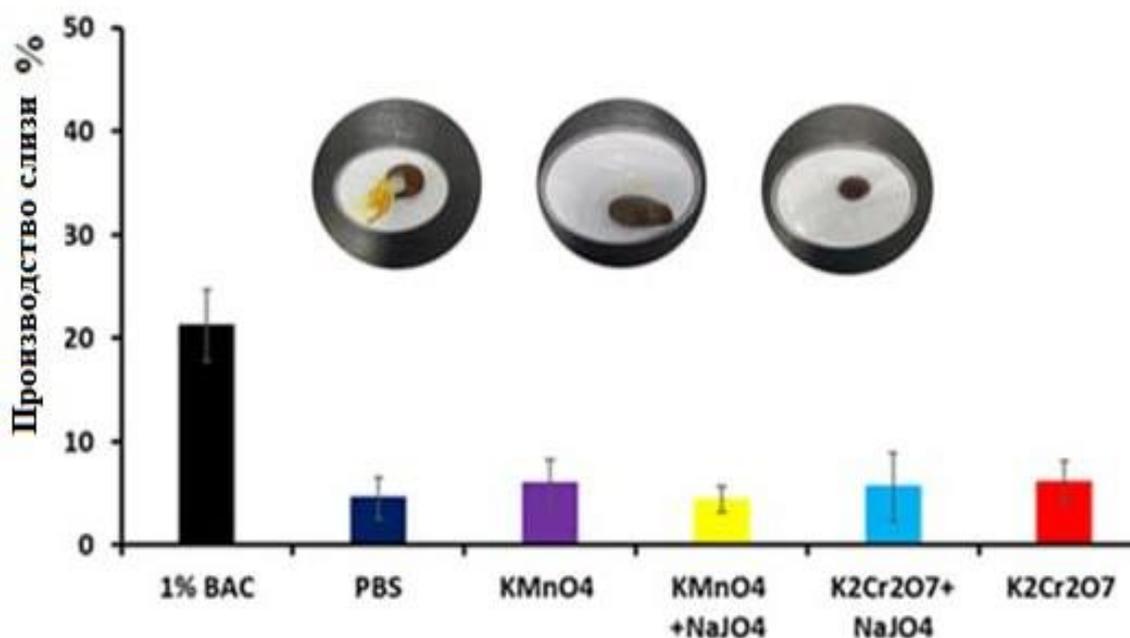


**Рис. 9.** Механическое определение силы мукоадгезивного взаимодействия. 1- НЦ; 2-ОНЦ ( $KMnO_4$ ); 3-ОНЦ ( $KMnO_4+NaJO_4$ ); 4-( $K_2Cr_2O_7$ ); 5- ( $K_2Cr_2O_7+NaJO_4$ )

Полученные результаты показали, что образцы ОНЦ и ДАОНЦ проявляли в два и более раза высокие адгезионные свойства по сравнению с образцом НЦ, то есть если для отрыва образцов НЦ потребовалось усилие 0,1 N, а для производных НЦ потребовалось 0,20 и 0,24 N (для образцов ОНЦ), 0,50 и 0,62 N (для образцов ДАОНЦ).

С целью изучения влияния новых производных НЦ, содержащих карбоксильных и альдегидных групп, на организм были изучены их токсикологические свойства. Этот метод считается относительно новым и

был разработан и развит учеными из Университета Рединга (Великобритания). С помощью этого метода можно получить предварительную информацию о токсикологических свойствах материалов. Это альтернативный тест *in vitro*, используемый в основном в фармацевтических и косметических исследованиях для оценки степени потенциального повреждения тканей слизистой оболочки, и в этом тесте используются черви (обычно виды *Arion lusitanicus* или *Lehmanna valentiana*).



**Рис. 10.** Токсикологические свойства ОНЦ и его производных

Слизистые черви имеют очень чувствительную поверхность слизистой оболочки, которая вырабатывает собственное слизистое вещество, способствующее движению и защите. Было показано, что количество выделяемой слизи напрямую связано с токсичностью химических веществ и может использоваться как количественная мера токсичности различных веществ. В качестве модели отрицательного эффекта в исследованиях использовался 1%-ный раствор бензалкония хлорида (ВАС), который вызывал снижение массы червей на  $24 \pm 2\%$ . Фосфатно-буферный солевой раствор (PBS), использованный в качестве положительного контроля, привел к снижению массы слизевых червей на  $6 \pm 1\%$ . Полученные результаты с синтезированными образцами (ОНЦ и ДАОНЦ) были близки к результатам, полученным в положительном контроле. Эти предварительные результаты свидетельствуют о низкой токсичности синтезированных образцов ОНЦ и ДАОНЦ.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследований, проведенных по теме «Получение, структура и свойства окисленной наноцеллюлозы» были представлены следующие выводы:

1. Синтезирована окисленная наноцеллюлоза бихроматным способом окисления наноразмерных частиц целлюлозы, с содержанием карбоксильных групп до 1,36 ммоль/г и исследованием ее структуры доказано, что окислению подвергается первичная гидроксильная группа на углероде С6 без разрушения пиранозного кольца целлюлозы. Установлено, что увеличение продолжительности процесса окисления приводит к снижению степени кристалличности и термической стабильности. Проведены теоретические расчеты и показана модель структуры кристаллитов целлюлозы, с указанием гидроксильных групп, расположенных на углероде С6, доступных для окисления. Методами АСМ и ДРС было показано, что процесс окисления приводит к уменьшению размера частиц (20-60 нм) и изменению формы частиц от игольчатой к сферической, и что частицы имеют полимодальное распределение.

2. Перманганатным способом окисления микрокристаллической целлюлозы синтезирована окисленная наноцеллюлоза с содержанием карбоксильных групп 1,23 ммоль/г, физико-химическими методами доказана ее структура и состав. В ИК-спектрах наблюдается новая полоса поглощения на  $1720\text{ см}^{-1}$ , степень кристалличности снижается с 79% до 59% в результате разрушения кристаллической структуры МКЦ в процессе синтеза, размер частиц уменьшается от микрометров до нанометров (106-180 нм), а частицы имеет сферическую и игольчатую форму.

3. Реологическими исследованиями, проведенных по амплитудной и частотной зависимости, было показано, что 2 % водные растворы окисленной наноцеллюлозы проявляют свойства гелей, и значения модуля упругости выше, чем модуля потерь ( $G' > G''$ ). Также были получены образцы ОНЦ в форме криогеля (губки) и пленки.

4. Подходом селективного периодатного окисления синтезировано новое производное окисленной наноцеллюлозы - диальдегидоксинаноцеллюлоза, имеющая в структуре как карбоксильную, так и альдегидную группы и методами ИК-спектроскопии, рентгеноструктурного и термического анализа изучена ее структура. Степень окисления диальдегидных групп составила 57/62 % (для ОНЦ, полученных бихроматным методом) и 52/62 % (для ОНЦ, полученных перманганатным методом).

5. Показано, что новые производные наноцеллюлозы обладают высокими мукоадгезивными свойствами за счет присутствующих в образцах ОНЦ и ДАОНЦ карбоксильных и альдегидных групп. На основании предварительных исследований (с использованием специальных слизистых

червей) установлено, что образцы ОНЦ и ДАОНЦ обладают низкой токсичностью, и эти результаты указывают на возможность использования синтезированных производных НЦ в качестве новых видов мукоадгезивных материалов.

**ONE TIME SCIENTIFIC COUNCIL BASED ON THE SCIENTIFIC  
COUNCIL FOR AWARDING SCIENTIFIC DEGREES  
DSc.02/30.12.2019.K/FM/T.36.01 AT THE INSTITUTE  
OF POLYMER CHEMISTRY AND PHYSICS**

---

**INSTITUTE OF POLYMER CHEMISTRY AND PHYSICS**

**KUZIEVA MAKHLIYO MUKHAMMADIEVNA**

**PREPARING, STRUCTURE AND PROPERTIES OF OXIDIZED  
NANOCELLULOSE**

**02.00.05 – Chemistry and technology of cellulose and cellulose-paper production  
02.00.12-Nanochemistry, nanophysics and nanotechnology**

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

**Tashkent – 2024**

**The theme of the doctor of philosophy (PhD) is registered at the Supreme Attestation Commission under the Ministry of higher education, science and innovation № B2021.1.PhD/K721.**

The doctoral dissertation has been carried out at the Institute of Polymer Chemistry and Physics Academy Sciences of Uzbekistan.

The abstract of doctoral dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available on the website of the Research Council (polchemphys.uz) and the «ZiyonET» information and educational portal (www.ziyonet.uz)

<b>Scientific supervisor:</b>	<b>Atakhanov Abdumutolib Abdupatto ugli</b> Doctor of Technical Science, Professor
<b>Official opponents:</b>	<b>Kodirkhonov Murodkhon Rashidkhonovich</b> Doctor of Chemical Sciences, dotsent <b>Yuldoshov Sherzod Abdullaevich</b> Doctor of Chemical Sciences, senior researcher
<b>Leading organization:</b>	<b>Tashkent institute of chemical technology</b>

The defense of the dissertation will take place on «\_\_\_\_\_» of December 2024 at «-» at a meeting of Scientific council DSc.02.30.12.2019.K/FM/T.36.01 at the Institute of Polymer Chemistry and Physics (Address: 100128, Tashkent, Abdulla Kadiri str., 7<sup>6</sup>, Tel.: (998-71)-241-85-94; fax: (998-71) 241-26-61; e-mail: polymer@academy.uz).

The doctoral dissertation has been registered at the Informational Resource Centre of Institute of Polymer Chemistry and Physics (registration number 27) (Address: 100128, Tashkent, Abdulla Kadiri str., 7<sup>6</sup>, Ph.: (998-71)-241-85-94;).

The abstract of the dissertation is distributed on «\_\_\_» of \_\_\_\_\_ 2024 y.

(Protocol at the register №44 dated «\_\_\_» of \_\_\_\_\_ y 2024 y).

**S.Sh. Rashidova**  
Chairman of the Once-only Scientific Council  
for awarding scientific degrees, Doctor of  
chemical sciences, professor, academician

**M.M. Usmanova**  
Scientific Secretary of the Once-only Scientific  
Council for the awarding scientific degrees,  
PhD in chemical sciences, senior researcher

**A.A. Sarimsakov**  
Chairman of the scientific seminar at the Once-  
only Scientific council for awarding scientific  
degrees, Doctor of technical sciences, Professor

## INTRODUCTION (abstract of PhD dissertation)

**The aim of the research work** is synthesis of oxidized nanocellulose and its derivatives (dialdehyde oxynanocellulose) by various approaches and investigation of their structure and properties.

**The object of research work** is microcrystalline cellulose (MCC), nanocellulose (NC), oxidized nanocellulose (ONC), and dialdehyde oxynanocellulose (DAONC).

### **Scientific novelty of the research work:**

for the first time, oxidized nanocellulose with a high degree of oxidation was synthesized using the permanganate oxidation method based on cotton microcrystalline cellulose, and its structure and properties were investigated;

for the first time, oxidized nanocellulose was prepared by dichromate oxidation of nanocellulose and it was shown that the hydroxyl group on the C6 carbon undergoes oxidation without destroying the glucopyranose cycle of cellulose;

for the first time, a new derivative of oxidized nanocellulose-dialdehyde oxynanocellulose containing both carboxyl and aldehyde groups in its structure was synthesized and investigated;

for the first time, it was discovered that oxidized nanocellulose and dialdehyde oxynanocellulose have gel-forming and mucoadhesive properties, and the possibility of using them as non-toxic mucoadhesive materials was shown.

**Implementation of the research results.** On the basis of scientific results obtained on the preparing, structure and properties of oxidized nanocellulose:

the results obtained on the synthesis, structure analysis, reaction mechanism and properties of oxidized nanocellulose was used in 4 foreign journal papers with high impact factor (IF) to create new materials and physicochemical analysis (Polymers, 2023, V.15, Scopus, IF=5; Bioresource technology, 2024, V.399, Elsevier, IF=11.4; Green Chemistry, 2024, V.26, Royal Society of Chemistry, 2024, V.16, ACS, IF=8.5). As a result, the synthesis of selective oxidation of cellulose was made possible;

oxidized nanocellulose derivatives (ONC, DAONC) were used in the scientific project "Polyaphrons as a platform formulation technology transmucosal drug delivery", implemented by the University of Reading (UK) in 2023-2024. (Reference from the University of Reading dated October 23, 2024). As a result, the mucoadhesive properties of polymeric drugs of a new composition were revealed, which can be used in the drug delivery system.

**The outline of the thesis.** The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion and a list of references. The volume of the dissertation is 95 pages.

**E'LON QILINGAN ISHLAR RO'YXATI**  
**СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ**  
**LIST OF PUBLISHED WORKS**

**I bo'lim (I часть; part I)**

1. Kuziyeva M.K., Atakhanov A.A., Shshobutdinov S., Ashurov N.Sh., Yunusov K., Jiang G. Preparation of oxidized nanocellulose by using potassium dichromate// Cellulose. – 2023. -V. 30(9). -pp. 5657–5668. (№3. Scopus, IF=6.2)
2. Voronova M.I., Surov O.V., Kuziyeva M.K., Atakhanov A.A. Thermal and mechanical properties of polymer composites reinforced by sulfuric acid-hydrolyzed and TEMPO-oxidized nanocellulose: a comparative study// Chem. Chem. Tech. -2022. -V. 65(10). -pp. 95-105. (№3. Scopus, IF=1.2)
3. Atakhanov, A.A., Mamadiyurov, B., Kuzieva, M., Ashurov, N.S., Abdurazakov, M. Comparative studies of physic-chemical properties and structure of cotton cellulose and its modified forms// Khimiya Rastitel'nogo Syr'ya. -2019. -V. 3. -pp. 5–13 (№3. Scopus, IF=0.6)
4. Atakhanov A.A., Turdikulov I. X., Kuzieva, M.M. «Nanocellulose: Obtaining, properties, structure». «Uzbek Chemical Journal». Special issue. -2017. -pp. 200-210. (02.00.00. №6)

**II бўлим (II часть; part II)**

1. Атаханов А.А, Турдикулов, И.Х. Кузиева М.М., Рашидова С.Ш. Наноцеллюлоза и нанокпозиционные материалы на ее основе. Международная конференция «Наука, техника и инновационные технологии в эпоху могущества и счастья»/ г. Ашхабад, 12-13 июня 2017 года; с. 46-52.
2. Кузиева М.М., Атаханов А.А. Карбоксилнаноцеллюлозанинг олиниши ва хоссаларини ўрганиш». «Иқтисодиёт тармоқларининг инновацион ривожланишида полимерлар ҳақидаги фан ва таълим интеграциясини чуқурлаштириш»/ Республика илмий анжумани, Тошкент, 10-ноябрь, 2017 йил, Тезислар тўплами, 36-37 бетлар.
3. Турдикулов И.Х, Кузиева М.М., Назарова З.М., Атаханов А.А. «Пахта целлюлозаси, микрокристаллик целлюлоза ва наноцеллюлозаларнинг хоссаларини солиштирма тадқиқ қилиш ». «Иқтисодиёт тармоқларининг инновацион ривожланишида полимерлар ҳақидаги фан ва таълим интеграциясини чуқурлаштириш» Республика илмий анжумани, Тошкент, 10-ноябрь, 2017 йил, Тезислар тўплами, 75-76 бетлар.
4. Qo'ziyeva M.M Azizova M.A., Ataxanov A.A. «Nanosellyulozaning oksidlangan hosilalarini olish va tadqiq etish». «Актуальные проблемы физики и химии полимерных композитов, а также технология конструктивных материалов» Халқаро анжумани, Наманган, 12-13 июл, 2017 йил. Тезислар тўплами, 1 қисм.
5. Кузиева М.М., Карева Н.Д., Муслимова М., Атаханов А.А. «Определение функционального состава целлюлозы и продуктов её

кислотного гидролиза и исследование влияния на реакционную активность». Целлюлоза ва унинг ҳосилаларини кимёси ва технологиясини долзарб муаммолари” Республика илмий-техникавий анжумани, Тошкент 15-17 май 2018-йил Тезислар тўплами, 210-211 бетлар.

6. Қўзиева М.М., Турдиқулов И.Ҳ., Атаханов А.А. Оксидланган наноцеллюлозанинг тузилиши ва хоссаларини физик-кимёвий усулларда тадқиқ қилиш. Инновацион ривожланиш даврида интенсив ёндашув истикболлари” халқаро анжумани. Наманган, 2018 йил 10-11 июль. Тезислар тўплами, 165-167 б.

7. Холмуминов А.А., Турдиқулов И.Ҳ., Мамадиёров Б.Н., Кузиева М.М., Атаханов А.А. Исследование реологических свойств водных суспензий наноцеллюлозы “Современные проблемы науки о полимерах” Узбекско-Казакский Симпозиум, Ташкент, 27-28 сентябрь, 2018 год. Сборник тезисов. –С. 138-140.

8. Қўзиева М.М., Атаханов А.А. Изучение свойство и структуры оксинаноцеллюлозы физико-химическими методами. «Полимерлар ҳақидаги фаннинг замонавий муаммолари» Республика илмий анжумани Тезислар тўплами 25-26 ноябр 2020й. 72-73 б.

9. Қўзиева М.М., Атаханов А.А. Исследование физико-химических свойств оксинаноцеллюлозы“ XXI аср интеллектуал ёшлар асри Республика илмий анжумани”Тезислар тўплами. Тошкент-2021 24 апрель. 180-181 бетлар.

10. Қўзиева М.М., Атаханов А.А. Исследование возможности окисления наноцеллюлозы с солями неорганических кислот. Фан ва таълимни ривожлантиришда ёшларнинг ўрни мавзусидаги Республика илмий ва илмий-назарий анжуман материаллари 30 сентябрь 2021 йил 25-26 бетлар.

11. Атаханов А.А., Кулумбетов А.А., Мамадиёров Б.Н., Югай С.М., Кузиева М.М., Ашуров Н.Ш., Рашидова С.Ш. Структурные исследования наночастиц целлюлозы методами атомно-силовой микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Электроно-лучевые технологии и рентгеновская оптика в микроэлектронике. Г Черногловка 13-17 сентября 2021.

12. Қўзиева М.М. Ашуров Н.Ш., Ғуломжонов Х., Атаханов А.А. Электроспиннинг методи ёрдамида оксидцеллюлозадан тола олиш. //Материалы международной научно-практической конференции «Фундаментальные и практические аспекты функциональных полимеров», Ташкент, 17-18 марта 2023 год, стр. 316-318

13. Kuzieva M.M., Atakhanov A.A. New approach of isolation of oxidized nanocellulose using potassium dichromate. Материалы Международной научно-практической конференции «интеграция науки, образования и производства –залог прогресса и процветания» Том II. 9-10 июня 2022 года, город Навои.с.139-141.

14. Kuzieva M.M., Axatov A., Ataxanov A.A. Oxidation of microcrystalline cellulose by potassium permanganate. «Комплекс бирикмалар кимёси ва аналитик кимё фанларининг долзарб муаммолари» Республика илмий-

амалий конференцияси материаллари тўплами, Термиз, 2022 йил 19-21 май, 315-316 бетлар.

15. Kuzieva M.M., Atakhanov A.A. Oxidized nanocellulose and its applications. International scientific conference on actual problems of the chemistry of Natural compounds and their derivaties. Tashkent. March 15-16. 2023. P 210.

16. Kuzieva M.M., Shakhobutdinov S.Sh, Ashurov N.SH, Atakhanov A.A. Electrophysical properties of oxidized nanocellulose. Узбекско-Казахский Симпозиум «Современные проблемы науки о полимерах», 23-24 сентября 2022 г., г. Ташкент.

17. Kuzieva M.M., Atakhanov A.A., Shakhobutdinov S.S. Preparation and properties of oxynanocellulose Сборник тезисов международной научно-практической конференции «Современные тренды высшего образования и науки в области химии и химической инженерии», посвященной 90-летию со дня рождения академика НАН РК Е.М. Шайхутдинова, Алмата, 10-12 мая 2023 г., стр. 93-94.

18. Kuzieva M.M., Ataxanov A.A. TEMPO-mediated oxidation of microcrystalline cellulose. “Замонавий физик-кимёвий тадқиқот усулларининг илмий ва ишлаб чиқариш соҳасидаги интеграцияси” илмий-амалий анжумани материаллар тўплами 22-23 сентябр 2023 йил.

19. Kuzieva M.M., A.A Atakhanov. Rashidova S.Sh. Oxidized cellulose formulations for oral drug delivery system. Организационный комитет Казахско - Узбекского Симпозиума «Современные проблемы науки о полимерах» Алмата, 12-13 октябрь 2023 г, стр. 137-138.

20. Атаханов А.А., Мамадиёров Б., Кузиева М.М., Эргашев Д., Рашидова С.Ш. Новые производные наноцеллюлозы с мукоадгезивными свойствами. Узбекско-Российский Симпозиум «Перспективы науки о полимерах» на тему: «Нанополимеры: синтез, структура и применение» Симпозиум посвящен 32 летию Независимости Республики Узбекистан, а также 80 летию Академии наук Республики Узбекистан 2-3 ноябрь 2023 г. Ташкент. 35-36 с.

21. Qo`ziyeva M.M., Ataxanov A.A. Nanosellyulozani kuchli oksidlovchilar ishtirokida oksidlanishi va kimyoviy xossalari Bosma O`zbekiston ilm-fani taraqqiyotida fanlar akademiyasi olimalarining roli: natijalar va istiqbollar ma`ruzalar to`plami. Toshkent. 2023-yil 10-noyabr. 195-198 b.

22. Kuzieva M.M., Shakhobutdinov S.S., Atakhanov A.A. Dialdehyde oxynanocellulos as a new mucoadhesive material Узбекско-Таджикский Симпозиум с Международным участием «Современное состояние и перспективы развития науки о полимерах: синтез, структура, свойства и применение», 24-25 октября 2024 года. 90-91 с.

Avtoreferat “O‘zbekiston Polimerlar jurnali” tahririyatida tahrirdan o‘tkazilib,  
o‘zbek, rus va ingliz tillaridagi matnlar o‘zaro  
muvofiqlashtirildi.

Bosishga ruxsat etildi: 11.12.2024-yil.  
Bichimi 60x84<sup>1/16</sup>, “Times New Roman”  
garniturada raqamli bosma usulida bosildi.  
Shartli bosma tabog‘i 2.9. Adadi: 100. Buyurtma: № 141.  
Tel  
Guvohnoma reestr №  
nashriyotida bosildi.  
Toshkent sh.,