

**UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI HUZURIDAGI
ILMIY DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02
RAQAMLI BIR MARTALIK ILMIY KENGASH**

UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI

XONIMQULOV JAMOLIDDIN ASATULLA O'G'LI

**SHPINEL STRUKTURALI KERAMIK PIGMENTLAR SINTEZI,
XOSSALARI VA FUNKSIONAL XUSUSIYATLARI**

02.00.15- Silikat va qiyin eriydigan nometall materiallar texnologiyasi

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

Toshkent – 2025

Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi avtoreferati mundarijasi
Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)
Contents of dissertation abstract of doctor of Philosophy (PhD)

Xonimqulov Jamoliddin Asatulla o‘g‘li Shpinel strukturali keramik pigmentlar sintezi, xossalari va funksional xususiyatlari.....	3
Хонимкулов Жамолиддин Асатулла угли Синтез, свойства и функциональные характеристики керамических пигментов шпинельной структуры.....	21
Khonimkulov Jamoliddin Asatulla ugli Synthesis, properties and functional characteristics of spinel structured ceramic pigments	39
E‘lon qilingan ishlar ro‘uxati Список опубликованных работ List of published works	43

**UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI HUZURIDAGI
ILMIY DARAJALAR BERUVCHI DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02
RAQAMLI BIR MARTALIK ILMIY KENGASH**

UMUMIY VA NOORGANIK KIMYO INSTITUTI

XONIMQULOV JAMOLIDDIN ASATULLA O'G'LI

**SHPINEL STRUKTURALI KERAMIK PIGMENTLAR SINTEZI,
XOSSALARI VA FUNKSIONAL XUSUSIYATLARI**

02.00.15- Silikat va qiyin eriydigan no metall materiallar texnologiyasi

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

Toshkent – 2025

Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi O'zbekiston Respublikasi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar Vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2025.2.PhD/K1019 raqam bilan ro'yxatga olingan.

Dissertatsiya ishi O'zR FA Umumiy va noorganik kimyo institutida bajarilgan.
Dissertatsiya avtoreferati uchta tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida (www.ionx.uz) va «ZiyoNET» axborot ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

Ilmiy rahbar:

Qodirova Zulayxo Raimovna
kimyo fanlari doktori, professor

Rasmiy opponentlar:

Yunusov Mirjalil Yusupovich
Texnika fanlari doktori, professor

Daminova Shaxlo Sharipovna
kimyo fanlari doktori, professor

Yetakchi tashkilot:

Farg'ona davlat texnika universiteti

Dissertatsiya ishi himoyasi O'zR FA Umumiy va noorganik kimyo instituti huzuridagi DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02 raqamli bir martalik Ilmiy kengashning «08» yanvar 2026 yil soat 14⁰⁰ dagi majlisida bo'lib o'tadi. (Manzil: 100170, Toshkent shahri, Mirzo Ulug'bek ko'chasi, 77-a. Tel.: (99871) 262-56-60; faks: (99871) 262-79-90; ye-mail: ionx@academy.uz).

Dissertatsiya ishi bilan Umumiy va noorganik kimyo institutining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (№ 115 raqam bilan ro'yxatga olingan). Manzil: 100170, Toshkent shahri, Mirzo-Ulug'bek ko'chasi, 77-a. Tel.: (99871) 262-56-60; faks: (+99871) 262-79-90

Dissertatsiya avtoreferati 2025 yil «25» dekabr kuni tarqatildi.
(2025 yil «25» dekabrda 115- raqamli reestr bayonnomasi).



N.X. Usanbayev

Ilmiy daraja beruvshi bir martalik
ilmiy kengash raisi, t.f.d., prof.

J.S. Shukurov

Ilmiy darajalar beruvshi bir martalik
ilmiy kengash kotibi, t.f.d., prof.

Sh.S. Namazov

Ilmiy darajalar beruvshi bir martalik
ilmiy kengash qoshidagi bir martalik
ilmiy seminar raisi, t.f.d., prof., akademik

KIRISH (Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi annotatsiyasi)

Dissertasiya mavzusining dolzarbligi va zarurati. Dunyoda zamonaviy materialshunoslikning muhim yo‘nalishlaridan biri sifatida yuqori haroratga chidamli shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilish, ularning faza hosil bo‘lish kinetikasi va mexanizmlarini chuqur tadqiq etish, mahalliy xomashyo hamda sanoat chiqindilaridan foydalanish orqali import o‘rnini bosuvchi pigmentlar ishlab chiqish bo‘yicha keng izlanishlar olib borilmoqda. Bu borada, keramik pigmentlar sintez qilishda mahalliy xomashyo va chiqindilardan foydalanish imkoniyatlarini asoslash muhim vazifalardan biridir. Shu bilan birga, yuqori haroratli pigmentlarning glazurlar tarkibida barqaror rang hosil qilishi va keramik buyumlarning estetik ko‘rsatkichlarini yaxshilash bo‘yicha tadqiqotlar xalqaro miqyosda dolzarb hisoblanadi. Mazkur yo‘nalishda olib boriladigan izlanishlar yangi avlod keramik materiallar ishlab chiqarishning nazariy va amaliy asoslarini shakllantirish, mahalliy xomashyo bazasini kengaytirish va “Yashil iqtisodiyot” talablariga mos texnologiyalarni yaratishda muhim ilmiy-amaliy ahamiyatga ega.

Jahonda yuqori haroratga chidamli shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilish, kuydirish jarayonidagi faza hosil bo‘lish kinetikasi va mexanizmlarini o‘rganish bo‘yicha keng qamrovli ilmiy tadqiqotlar olib borilmoqda. Bu borada, turli sintez usullari qo‘llanilganda keramik pigmentlar kristall fazalarining shakllanish jarayonlarini chuqur tahlil qilishga, temir tarkibli keramik pigmentlarning fizik-kimyoviy, fizik-texnik va funksional xossalarini tadqiq qilishga, kuydirish jarayonida temir oksidining xromofor sifatida rang hosil bo‘lishdagi ta’sir mexanizmlarini chuqur o‘rganishga, keramik pigmentlarning yorug‘likka, agressiv muhitga chidamliligi va yuqori haroratlardagi barqarorligini oshirishga, umuman olganda ularning funksional va estetik xossalarini yaxshilashga alohida e’tibor qaratilmoqda.

Respublikamizda tabiiy mineral va ikkilamchi xomashyolar, texnogen chiqindilar hamda kimyoviy reaktivlardan foydalanib turli xil ranglardagi keramik pigmentlar tarkibini ishlab chiqish, sintez qilish jarayonlarini tadqiq qilish va ularni keramik mahsulotlarni glazurlashda qo‘llash, shuningdek ularning funksional va estetik xususiyatlarini aniqlash bo‘yicha keng qamrovli chora-tadbirlar amalga oshirilib, muayyan ilmiy va amaliy natijalarga erishilmoqda. 2022-2026-yillarda Yangi O‘zbekistonni Taraqqiyot strategiyasida “... noan’anaviy noruda xomashyo va ikkilamchi resurslarni jalb etish hisobiga xomashyo bazasini kengaytirish” va “Yashil iqtisodiyot”¹ doirasida turli sanoat chiqindilaridan foydalanib, tayyor mahsulotlar ishlab chiqarish va joriy etishga qaratilgan muhim vazifalar belgilab berilgan. Bu borada, mahalliy xomashyo komponentlari asosida yuqori haroratga chidamli, mustahkam shpinel strukturaga ega bo‘lgan keramik pigmentlar sintezi bo‘yicha ilmiy-tadqiqot ishlari olib borish muhim ahamiyat kasb etadi.

O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2023-yil 11-avgustdagi “O‘zbekiston – 2030” strategiyasi to‘g‘risidagi PF-158 son, 2022-yil 28-yanvardagi “2022-2026-yillarda Yangi O‘zbekistonning Taraqqiyot strategiyasi”

¹ O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022 yil 28 yanvardagi PF-60 son «2022-2026 yillarda Yangi O‘zbekistonni Taraqqiyot strategiyasi to‘g‘risida» gi Farmoni

to'g'risidagi PF-60 son va 2017-yil 7-fevraldagi "2017-2021-yillarda O'zbekiston Respublikasini rivojlantirishning beshta ustuvor yo'nalishi bo'yicha Harakatlar strategiyasi" to'g'risidagi PF-4947 son Farmonlari, shuningdek 2020-yil 12-avgustdagi "Kimyo va biologiya yo'nalishlarida uzluksiz ta'lim sifatini va ilm-fan natijadorligini oshirish chora-tadbirlari" to'g'risidagi PQ-4805 son, 2019 yil 4-oktyabrdagi "2019-2030-yillarda O'zbekiston Respublikasining "Yashil iqtisodiyot"ga o'tish strategiyasini tasdiqlash" to'g'risidagi PQ-4477-son qarorlari hamda mazkur faoliyatga oid boshqa me'yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishga ushbu dissertasiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishining asosiy ustuvor yo'nalishlariga bog'liqligi. Mazkur tadqiqot respublikada fan va texnologiyalarni rivojlanishining VII "Kimyoviy texnologiya va nanotexnologiya" ustuvor yo'nalishiga muvofiq holda bajarilgan.

Muammoning o'rganilganlik darajasi. Nashr etilgan ilmiy adabiyotlarda shpinel strukturali keramik pigmentlar sintezi, ularning fizik-mexanik va estetik xossalarini yaxshilashga qaratilgan ilmiy izlanishlar G.N.Maslennikova, V.Pishch, N.V.Sedelnikova, C.Zanelli, M.Ardit, G.Cruciani, L.F.Koroleva, W. Zhang, M. Bai, V.M.Pogrebenkov, Y. Youn, M. Gaudon, M. Hosseini-Zori, E. A. Chavarriaga, M.Dondi, M.Muthuraman, G.Kosta, S.Yaojing kabi olimlarning ishlarida keng yoritilgan. Shpinel strukturali keramik pigmentlarni zamonaviy usullarda jumladan zol gel usulida sintez qilish bo'yicha bir qator ilmiy tadqiqotlar R. A. Candeia, C. S. Xavier, L.S.Ferreira, S.V.Motlounq, F.Dejene, H.C.Swart, O.M.Ntwaeaborwa, D.Zhang, Z.Q.Gong, Q.Shi, C.Li, R.A.Candeiaa, M.I.B.Bernardib, E.Longoc, D.L.Segal, P.J.White, M.E.Hadri, H.Ahamdane, I.Iraghni, T. Manfredini, F. Bondiolilar tomonidan, shuningdek shpinel strukturali keramik pigmentlarni qattiq fazali sintez usulida olish, tarkiblarini tuzish, xossalarini o'rganish bo'yicha A.E.Wahab, A.M. Hassan, A.M. Naser, V. Berbenni, V.P. Della, M.J. Ribeiro, G.George, L.S. Kumari, M.W.Borsoum, T.I.Dimitrov, A.V.Zaichuk, Y.K.Tzvetanova S.Kozhukharovlar tomonidan olib borilgan.

Respublikada mahalliy xomashyo resurslari asosida turli xil rangdagi keramik pigmentlar olish va polikomponent oksid sistemalarining fazaviy o'zaro munosabat diagrammalarini qurish bilan ularning kristall strukturalarini, faza hosil bo'lish jarayonlarini o'rganish bo'yicha bir qator tadqiqotlar olib borilgan. Ushbu yo'nalish bo'yicha qattiq fazali reaksiya, suyuqlanmadan kristallanish, hamda zol-gel sintezi usullaridan foydalanib olib borilgan ilmiy-tadqiqot ishlarining natijalari N.A.Sirajiddinov, A.P.Irkaxadjaeva, A.A.Ismatov, R.I.Abdullayeva, A.M.Eminov, Z.R.Qodirova, J.I.Alimdjanova, Sh.Yu.Azimov, D.K.Adilov, F.G'.Xomidov va U.A.Kodirova kabi yetakchi olimlar tomonidan olib borilgan ilmiy-tadqiqot ishlarida o'z aksini topgan.

Ta'kidlash lozimki, tadqiqotlar natijasida ushbu yo'nalishda muayyan natijalarga erishilgan bo'lsada, mineral xomashyo va sanoat chiqindilari hamda turli sintez usullaridan foydalanib shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilishda kristall fazalari va rang hosil bo'lish kinetikasi va mexanizmini aniqlash, hamda «tarkib-struktura-disperslik-xossa» funksional bog'liqligiga haroratning ta'siri bo'yicha ishonchli va ilmiy asoslangan ma'lumotlar yetarli emas.

Dissertatsiya mavzusining dissertatsiya bajarilgan oliy ta'lim muassasasining ilmiy-tadqiqot ishlari bilan bog'liqligi. Dissertatsiya tadqiqoti O'zbekiston Respublikasi Fanlar Akademiyasi Umumiy va noorganik kimyo institutining ilmiy-tadqiqot ishlari rejasiga muvofiq "Qurilish va texnik maqsadlarda foydalaniladigan funksional va silikat materiallarning energiya va resurs tejovchi tarkib va texnologiyalarini ishlab chiqish" (2020-2024 yy.) budjet mavzusi doirasida bajarilgan.

Tadqiqotning maqsadi shpinel strukturali keramik pigmentlarni qattiq fazali va zol-gel usulida sintez qilish, fizik-texnik xossalari va funksional xususiyatlarini aniqlashdan iborat.

Tadqiqotning vazifalari:

shpinel strukturali keramik pigment sintez qilish va temir tarkibli tabiiy rudalarni boyitish usullari bo'yicha mavjud ma'lumotlarni chuqur tahlil qilish;

Qiziltosh gematit rudasi va "Xorazm shakar" AJ ishlab chiqarish chiqindisi "defekat" larning kimyoviy-mineralogik tarkiblari, fizik-kimyoviy xossalari aniqlash;

zol-gel usulida shpinel strukturali (CaFe_2O_4) keramik pigmentlarni past haroratda sintez qilishda kristall fazalar hosil bo'lish kinetikasi va mexanizmlarini, rang hosil bo'lish sharoitlarini tadqiq qilish;

Qiziltosh gematit rudasini boyitish usullarini tanlash va tarkibida temir oksidining miqdori yuqori bo'lgan konsentratini olish imkoniyatlarini asoslash;

qattiq fazali usul orqali shpinel strukturali keramik pigment sintez qilishda kimyoviy reagentlar o'rniga gematit konsentratini, defekat va mineralizator sifatida bor oksidi (B_2O_3) ishlatish orqali funksional va estetik xususiyatlarini boshqarish imkoniyatlarini aniqlash;

shpinel strukturali keramik pigment namunasining sintez haroratiga, rangi va fizik-texnik xususiyatlariga, gematit konsentratini, defekat, hamda bor va xromofor oksidlarining ta'sirini aniqlash;

gematit konsentratini va defekat asosida sintez qilingan shpinel strukturali pigmentlarning fizik-kimyoviy, estetik xususiyatlarini va rang hosil bo'lish ko'rsatkichlarini aniqlash;

"gematit konsentratini-defekat" ikkilamchi sistemasining fazaviy o'zaro munosabat va rang o'zgarish diagrammalarini qurish;

sintez qilingan shpinel strukturali keramik pigmentning funksional hamda rang xususiyatlarini aniqlash va ulardan keramik koshinlar uchun glazur tarkibida foydalanish orqali dissertatsiya ishi natijalarini aprotatsiyadan o'tkazish.

Tadqiqotning ob'yekti sifatida mahalliy xomashyo komponentlari – kimyoviy reaktivlar, Qiziltosh koni gematiti, "Xorazm shakar" AJ ishlab chiqarish chiqindisi "defekat", sintez qilingan keramik pigment va ular asosida glazurlangan koshin namunalari olingan.

Tadqiqotning predmeti shpinel strukturali CaFe_2O_4 kristall fazalari hosil bo'lishini va fazaviy o'tish jarayonlarini hamda keramik pigmentlar fizik-kimyoviy va optik xossalari kuydirish haroratiga va sintez sharoitiga funksional bog'liqligini aniqlashdan iborat.

Tadqiqotning usullari. Dissertatsiya ishida fizik-kimyoviy tahlilning zamonaviy usullari (minerologik, rentgenospektral, rentgenofazali, differensial-

termik, IQ-spektroskopik, elektron mikroskopik) hamda keramika va zol-gel texnologiyalarining an'anaviy usullaridan foydalanilgan.

Tadqiqotning ilmiy yangiligi quyidagilardan iborat:

kalsiy va temir nitratlari hamda gematit konsentrati va defekat asosida keramik pigmentlarni zol-gel va qattiq fazali sintez qilishda 600-1100 °C kuydirish harorat oralig'ida CaFe_2O_4 kristall strukturasi hosil bo'lish jarayon qonuniyatlarini, ularning kinetikasi va mexanizmiga funksional bog'liqliklari asoslangan;

gematit rudasini yuvish va magnitli ajratishni o'z ichiga olgan boyitish usullarini qo'llash yordamida olingan konsentrat tarkibidagi Fe_2O_3 miqdorini 60,52 mas.% dan 95,67 mas.% gacha oshirish imkoniyati aniqlangan;

zol-gel va qattiq fazali usullar orqali shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilishdagi harorat o'zgarishining "tarkib-struktura-disperslik-xossa" funksional bog'liqligi ilmiy asoslangan;

"gematit konsentrati-defekat" sistemasida qattiq fazali usul orqali shpinel strukturali keramik pigment sintez qilishda kuydirish haroratini 1000 °C va 8 soat ushlab turish vaqtida, hamda 3 mas.% miqdorida B_2O_3 qo'shilganda esa 4 soat ushlab turish vaqtida to'q qizil rangning to'liq hosil bo'lishi aniqlangan;

"gematit konsentrati-defekat" ikkilamchi sistemasining fazaviy o'zaro munosabat va rang o'zgarish diagrammalari qurilgan hamda 900-1600°C haroratda termik ishlov berishda $\text{CaO}\cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ birikmalarining kristall fazalari strukturalarining shakllanish qonuniyatlariga bog'liq holda rang hosil bo'lish sohalari aniqlangan;

sintez qilingan shpinel strukturali keramik pigmentlarni turli maqsadlardagi keramik materiallar uchun glazur tarkibida foydalanish imkoniyatlari asoslangan.

Tadqiqotning amaliy natijalari quyidagilardan iborat:

boyitish usullarini tanlash natijasida Qiziltosh gematit rudasi tarkibida Fe_2O_3 miqdori 60,52 mas.% dan 95,67 mas.% gacha oshirilgan va gematit konsentrati olingan;

mahalliy xomashyo komponentlaridan, jumladan gematit konsentrati va defekatdan foydalanib, shpinel strukturali qizil rangli keramik pigmentlarning import o'rnini bosuvchi tarkiblari ishlab chiqilgan.

Tadqiqot natijalarining ishonchliligi olingan natijalar, zamonaviy fizik-kimyoviy tahlil usullari va keramik pigmentlar olish texnologiyasining an'anaviy tadqiqot usullari natijalari, hamda yangi tarkibdagi keramik pigmentlarni ishlab chiqarish sharoitida tajriba sinovlaridan o'tkazilganligi bilan asoslanadi.

Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.

Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati "gematit konsentrati - defekat" sistemasidagi fazaviy o'tish jarayonlari, shpinel strukturali yangi keramik pigmentlarni zol-gel va qattiq fazali usullar orqali sintez qilishda CaFe_2O_4 kristall strukturalarining shakllanishi, rang hosil qilish va fazaviy o'zaro munosabat diagrammalarini qurish, shuningdek, "tarkib-struktura-disperslik-xossa" funksional bog'liqligining sintez haroratining ta'sirida o'zgarishini aniqlash bilan izohlanadi.

Tadqiqot natijalarining amaliy ahamiyati mahalliy tabiiy xomashyo va chiqindi asosida talab darajasidagi, import o'rnini bosuvchi termik barqaror, shpinel strukturali keramik pigmentlarning resurs tejankor tarkiblarini, hamda ularni past haroratda olish texnologiyasini ishlab chiqish bilan asoslanadi,

shuningdek, Respublikada ekologik holatni yaxshilash orqali xomashyo bazasini kengaytirishga xizmat qiladi.

Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi. Shpinel strukturali keramik pigmentlarni mahalliy xomashyo va chiqindilar asosida sintez qilish, xossa va xususiyatlari tadqiq etish bo'yicha olingan ilmiy natijalarga asoslanib:

mahalliy tabiiy xomashyo va chiqindilardan foydalanib, yangi retsepturadagi keramik pigmentlar sintez qilish jarayonida zol-gel va qattiq fazali reaksiyalarini tadqiq etish orqali olingan natijalar "Qurilish va texnik maqsadlarda foydalaniladigan funksional va silikat materiallarning energiya va resurstejamkor tarkib va texnologiyalarini ishlab chiqish" (2020-2024yy.) byudjet mavzusi bo'yicha tadqiqotlarni bajarishda qo'llanma material sifatida foydalanilgan (O'zbekiston Respublikasi Fanlar akademiyasining 2025 yil 12 maydagi 4/1255-1155-son ma'lumotnomasi). Natijada, keramik pigmentlar sintezi, fazaviy o'tish jarayonlari, xossalari va funksional xususiyatlari bo'yicha ilmiy asoslangan fundamental ma'lumotlar olish imkonini bergan;

glazurlangan keramik koshinlar olish uchun gematit va defekat asosida sintez qilingan shpinel strukturali keramik pigment tarkibi "ART GLOSS GALLERY" QK ning "2026-2027 yillarda amaliyotga joriy etish bo'yicha istiqbolli ishlanmalar ro'yhati"ga kiritilgan ("ART GLOSS GALLERY" QKning 2025-yil 15-apreldagi 10/II 2025 -5 - son ma'lumotnomasi). Natijada talab darajasidagi import o'rnini bosuvchi keramik pigmentlar olish imkonini beradi.

Tadqiqot natijalarining aprobatsiyasi. Mazkur tadqiqot natijalari 2 ta xalqaro va 9 ta respublika ilmiy-amaliy anjumanlarda muhokamadan o'tgan.

Tadqiqot natijalarining e'lon qilinishi. Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 17 ta ilmiy ish nashr etilgan, shulardan O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya Komissiyasining doktorlik dissertatsiyasining asosiy ilmiy natijalarini chop etishga tavsiya etilgan ilmiy nashrlarda 6 ta maqola, jumladan 1 ta Scopus ma'lumotlar bazasidagi, 3 ta xorijiy va 2 ta respublika ilmiy jurnallarda chop etilgan.

Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi. Dissertatsiya tarkibi kirish, to'rtta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati va ilovalardan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 113 betni tashkil qiladi.

DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

Kirish qismida dissertatsiya mavzusi, o'tkazilgan tadqiqotlarning dolzarbligi va zarurati asoslangan, tadqiqotning maqsadi va vazifalari, obyekt va predmetlari tavsiflangan, respublika fan va texnologiyalari O'zbekiston Respublikasi rivojlanishining ustivor yo'nalishlariga mosligi ko'rsatilgan, tadqiqotning ilmiy yangiligi va amaliy natijalari bayon qilingan, olingan natijalarning ilmiy va amaliy ahamiyati ochib berilgan, tadqiqot natijalarini amaliyotga joriy qilish, nashr etilgan ishlar va dissertatsiya tuzilishi bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Keramik pigmentlar sintezining hozirgi holati va rivojlanish istiqbollari. Sintez usullari, xossalari va strukturalari**" deb nomlangan birinchi bobida so'nggi yillarda nashr etilgan ilmiy-texnik adabiyotlar va elektron manbalarda keramik pigmentlar sintezi, sintez qilishning an'anaviy va noan'anaviy usullari, shuningdek, ularni ishlab chiqarishda mineral xomashyo va ikkilamchi resurslardan foydalanishning zamonaviy tendensiyalari va hozirgi holati bo'yicha olib borilgan ilmiy izlanishlarni tanqidiy tahlil qilish natijalari keltirilgan.

Shu bilan birga, ilmiy adabiyotlarda zol-gel kabi noan'anaviy va zamonaviy usullar yordamida sintez qilinadigan shpinel strukturali keramik pigmentlar sinteziga oid yetarlicha to'liq va tizimli ma'lumotlarning cheklanganligi ushbu yo'nalishda chuqurroq tadqiqotlar olib borish zarurligini ko'rsatadi. Natijada mavjud adabiyotlarni tanqidiy tahlil qilish natijasida tadqiqotning asosiy maqsad va vazifalari shakllantirilgan.

Dissertatsiyaning **“Xomashyo komponentlarini kompleks tadqiq qilish, tadqiqot usullari va jixozlari”** deb nomlangan ikkinchi bobida keramik pigmentlar sintez jarayoni, fizik-kimyoviy tadqiq qilishning zamonaviy tadqiqot usullari, keramik pigmentlar omuxta tarkiblarini tuzish uchun ishlatiladigan dastlabki komponentlarning xususiyatlari, ya'ni kimyoviy reagentlar hamda tabiiy mineral va ikkilamchi xomashyo komponentlaridan, xususan Jizzax viloyatidagi Qiziltosh koni gematiti, “Xorazm shakar” Ajning shakar ishlab chiqarishdagi chiqindisi - defekatlarning fizik-kimyoviy xossalari, shuningdek ular asosida pigmentlarni zol-gel va qattiq fazali sintez qilish jarayonlari bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

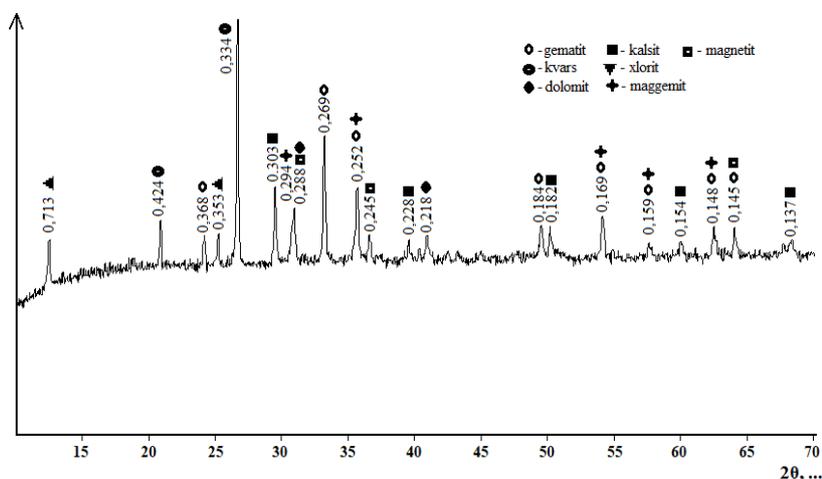
Sintez jarayonlari uchun asosiy komponentlar sifatida kimyoviy toza reaktivlar (CaCO_3 , Fe_2O_3 , B_2O_3 , $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), shuningdek, gematit va defekat tanlab olingan. Kimyoviy-analitik tahlil natijalari orqali gematit tarkibida temir (III) oksidi (Fe_2O_3) ning miqdori 57,90 mas. % ni (1-jadval), defekat tarkibida CaO miqdori 52,25 mas. % dan kam emasligi aniqlangan va bu natijalar rentgenfazali tahlil natijalari (1-rasm) bilan ham tasdiqlangan.

1-Jadval

Foydalanilgan xomashyo va chiqindining kimyoviy tarkibi

Namunalar nomi	Oksidlar miqdori, mas.,%									KY, mas.,%
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	CuO	ZrO_2	P_2O_5	
Gematit	22,99	2,80	57,90	0,12	3,25	6,30	0,09	0,46	0,13	5,96
Defekat	0,47	0,56	0,67	-	0,52	52,25	-	-	0,06	45,23

Rentgenfazali tahlil natijalari gematit tarkibida asosan gematit, maggemit, magnetit va kvars, suningdek, gematit tarkibida oz miqdorda kalsit va xlorit mineralari mavjudligi aniqlangan. Defekatning mineralogik tarkibi esa asosan kalsit mineralidan iborat ekanligi aniqlangan.



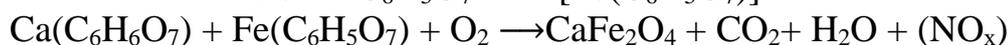
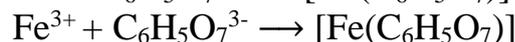
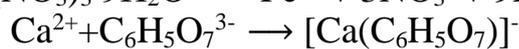
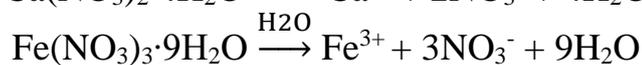
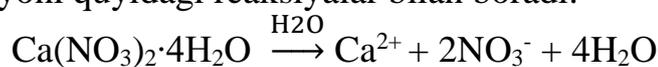
1-Rasm.
Qiziltosh koni
gematiti
namunasining
rentgenogrammasi

Dissertatsiyaning **“Shpinel strukturali pigmentlar sintezi, fizik kimyoviy xossalari, struktura hosil bo'lish kinetikasi va mexanizmi. Keramik**

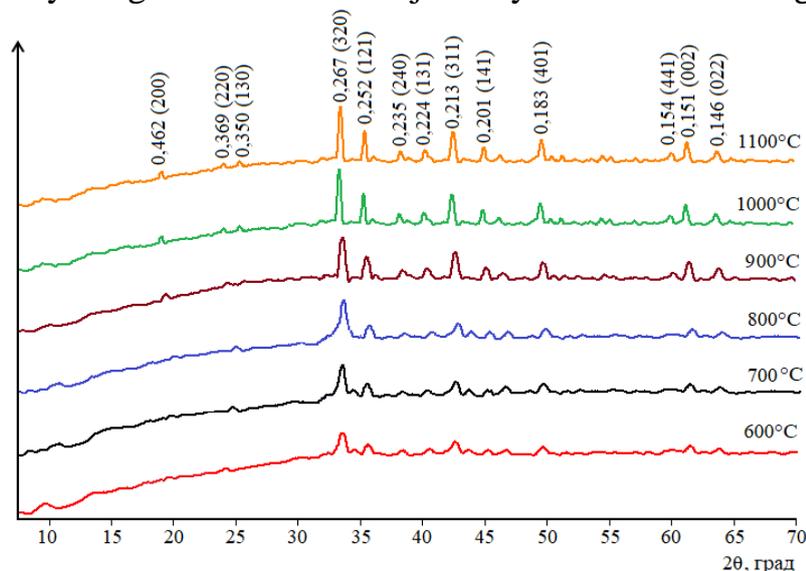
pigmentlar olish uchun qiziltosh gematitini boyitish” deb nomlangan uchinchi bobida shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilish uchun zol-gel va qattiq fazali sintez usullaridan foydalanish imkoniyatlari asoslangan va sintez jarayonida termik ishlov berishda CaFe_2O_4 kristall fazasi hosil bo‘lish kinetikasi, strukturaviy o‘zgarish qonuniyatlari va mexanizmlari tadqiq qilish, shuningdek, shpinel strukturali keramik pigmentlarni qattiq fazali sintez qilish uchun defekat chiqindisini va Qiziltosh gematiti boyitilgan konsentratini ishlatish imkoniyati, konsentrat olishda gematitni boyitish usullarini tanlash, hamda qattiq fazali sintez usuli orqali «gematit konsentrat-defekat» sistemasida pigmentlarning struktura hosil bo‘lish kinetikasi va mexanizmlari bo‘yicha olingan natijalar keltirilgan.

Shpinel strukturali keramik pigment sintez qilish uchun temir va kalsiyning nitratli tuzlari ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), xelatlovchi komponent sifatida limon kislota monogidрати va kimyoviy muhitni nazorat qilish uchun 30 % konsentratsiyali NH_4OH eritmasidan foydalanilgan. Barcha kimyoviy moddalar analitik tozalikka ega va qo‘shimcha tozalashsiz ishlatilgan.

Sintez qilish jarayoni quyidagi reaksiyalar bilan boradi:



Olingan kserogel namunasi amorf holatda ekanligi rentgenfazali tahlil orqali aniqlangan. Sintez qilingan kserogel namunalarining harorat ta’sirida CaFe_2O_4 kristall fazalarini hosil bo‘lish maqbul sharoitlarini, oraliq fazaviy o‘zgarishlarini tadqiq qilish uchun 600-1100°C haroratlarda 2 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgan va 2-rasmda tajribaviy namunalarni rentgenfazali tahlili keltirilgan.

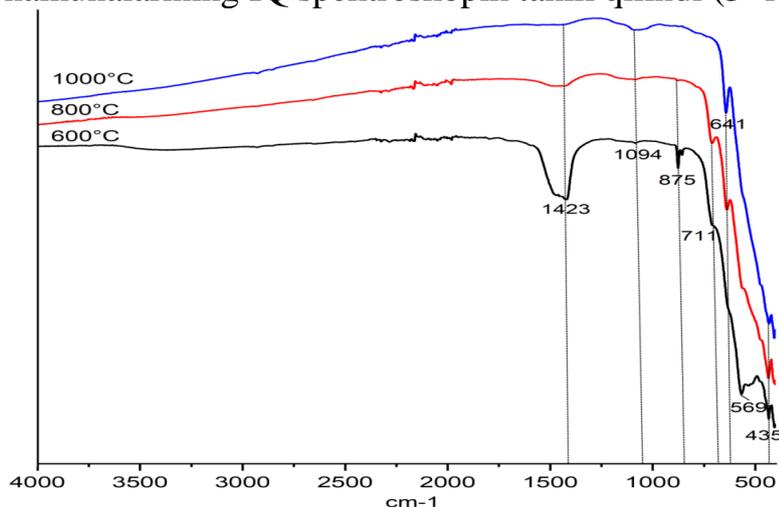


2- Rasm.
600-1100 °C haroratlarda
2 soat ushlab turish vaqti
bilan kuydirilgan kserogel
namunalarining
rentgenogrammalari

Kalsiy va temir nitratlari asosida sintez qilingan kserogel namunalarining turli haroratlarda kuydirilgan namunalarining rentgenfazali tahlil natijalari 600 °C da CaFe_2O_4 kristall fazalari hosil bo‘lishi boshlanishini ko‘rsatdi. Kuydirish haroratini 800°C gacha oshirilganda CaFe_2O_4 ga tegishli difraksiya maksimumlari intensivliklari biroz oshgani, kuydirish harorati 1000°C yetganda esa kristallanish jadallik bilan o‘sib difraksiya maksimumlari sinish burchaklari qisqarib,

intensivliklari maksimumga yetgani kuzatildi. Kuydirish haroratni 1100 °C ga oshirilganda difraksiya maksimumlari ($d=0,462; 0,369; 0,350; 0,267; 0,252; 0,235; 0,224; 0,213; 0,201; 0,183; 0,154; 0,151; 0,146$) intensivligi va miqdori o'zgarmaganligi aniqlandi, bu esa CaFe_2O_4 kristall fazasi to'liq hosil bo'lishi uchun 1000°C kuydirish harorati yetarli ekanligini anglatadi. CaFe_2O_4 difraksiya maksimumlari intensivliklari halqaro kristallografiya rentgendifraksiya bazasi kartoteka raqami (ICDD PDF-2 №00-032-0168) bilan solishtirildi va barcha difraksiya maksimumlari sintez qilingan namunani bilan bir hil ekanligi aniqlandi.

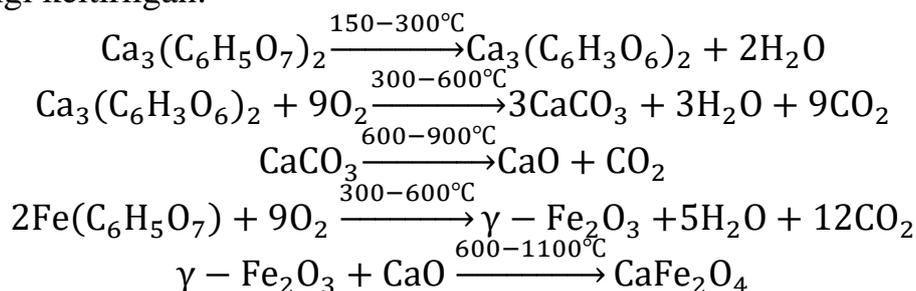
Turli haroratlarda 2 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgan kserogel namunalarining IQ spektroskopik tahlil qilindi (3- rasm).



3-Rasm.
600-1100 °C haroratlarda
2 soat ushlab turish vaqti
bilan kuydirilgan kserogel
namunalarining IQ
spetrogrammalari

600 °C da 1423 cm^{-1} va 875 cm^{-1} da aniqlangan yutilish chiziqlari karbonat guruhlarining (CO_3^{2-}) assimetrik va deformatsion tebranishlariga mos kelishi, bu esa CaCO_3 qoldiqlari to'liq parchalanmaganligini isbotladi. Harorat oshishi bilan ushbu chiziqlar intensivligi kamayib, 1000 °C da deyarli yo'qoldi, bu karbonatlarning termik parchalanib yo'qolganini ko'rsatdi. 1094 cm^{-1} dagi tebranishlar chastotasi 800 °C da paydo bo'lib, 1000 °C da kuchaydi, bu esa CaFe_2O_4 strukturasiidagi Fe–O bog'lanishlari bilan bog'liq panjara ichki tebranishlarini ifodalaydi. Shuningdek, 711, 641, 569 va 435 cm^{-1} sohalaridagi yutilish chiziqlari Ca–O, Fe–O bog'lanishlarining assimetrik va deformatsion tebranishlariga mos kelib, CaFe_2O_4 strukturasiining shakllanishini ko'rsatdi. Ayniqsa, 1000 °C da bu chiziqlarning intensivligi ortib, kristallik darajasi yuqori bo'lgan CaFe_2O_4 fazasi to'liq shakllanganini tasdiqladi.

DSK-TG, Rentgenfazali va IQ-spektroskopik tahlillar quyidagi reaksiyalarni tasdiqladi. Reaksiyada kalsiy sitratini kalsiy oksidgacha parchalanishi va temir oksidi bilan reaksiyaga kirishishi natijasida CaFe_2O_4 hosil bo'lishi reaksiyasi ketma ketligi keltirilgan:



Turli haroratlarda 2 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgan kserogel namunalarining tasvirlari 4-rasmda keltirilgan.



4-Rasm.
600-1100 °C haroratlarda
2 soat ushlab turish vaqti bilan
kuydirilgan kserogel
namunalarining tasvirlari

Keltirilgan tasvirlardan 1000°C haroratda kuydirilgan namunada to‘yingan qizil rangli pigment hosil bo‘lganligi, 1100°C haroratda esa pigment rangi biroz jigarrang tusga qarab o‘zgarishi aniqlangan. Kalsiy va temir nitratlari asosida sintez qilingan va turli haroratlarda kuydirilgan kserogel namunalarini rangi va fizik-kimyoviy tahlil natijalari asosida CaFe_2O_4 strukturali pigment sintez qilishda 2 soat ushlab turish vaqti bilan 1000°C kuydirish harorati eng yahshi natijani ko‘rsatgan.

Zol-gel usulida CaFe_2O_4 pigmentlar sintez qilinib, ularning struktura hosil bo‘lish jarayoni tadqiq etildi. Keyingi bosqichda esa qattiq fazali sintez usuli orqali toza reaktivlarni tannarhi arzon tabiiy xomashyo va chiqindilarga almashtirib shpinel strukturali keramik pigment sintez qilish bo‘yicha tadqiqotlar olib borilgan. Buning uchun temir va kalsiy tarkibli komponentlar o‘rniga Qiziltosh koni gematitini boyitish orqali olingan konsentrat va defekat ishlatilgan.

Tadqiqotlar natijasida gematit tarkibida SiO_2 , CaO va Al_2O_3 mavjudligi CaFe_2O_4 tarkibli pigment xossalariga ta’sir qilishi aniqlangan. Shuning uchun gematit xomashyosini boyitib, tarkibida temir oksidi miqdorini toza reaktiv darajasigacha oshirish va qo‘shimchalardan tozalash uchun mexanik, ya’ni yuvish va magnitli separetsiya usullari qo‘llanilgan. 2-jadvalda yuvilgan va magnitli separetsiya qilingan gematit namunalarini kimyoviy tahlil natijalari keltirilgan.

2-Jadval

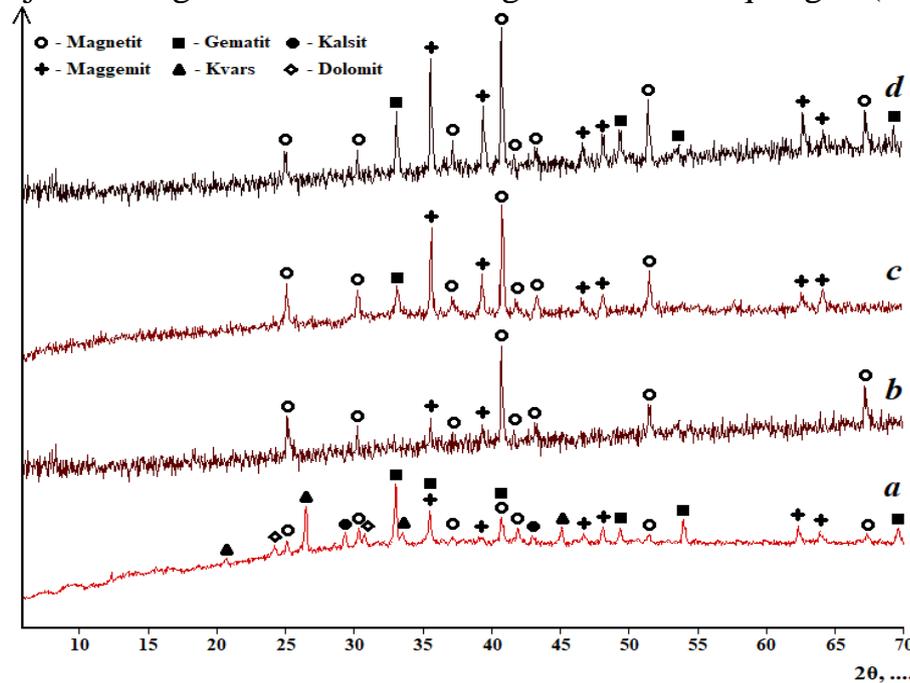
Qiziltosh koni gematiti namunalarining kimyoviy tarkibi

Namunalar nomi	Oksidlar miqdori, mas.,%									KY, mas.,%
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	CuO	ZrO_2	P_2O_5	
Tozalanmagan	22,99	2,80	57,90	0,12	3,25	6,30	0,09	0,46	0,13	5,96
Yuvilgan	17,74	0,11	70,69	0,13	0,68	5,78	0,10	0,50	0,14	4,13
Magnitli separetsiya qilingan	2,38	0,08	95,78	0,04	0,12	1,26	0,03	0,06	0,01	0,24

Gematit konsentrati olish uchun dastlabki bosqich - yuvib boyitish jarayonidan keyin gematit tarkibida SiO_2 , Al_2O_3 , MgO va CaO miqdorlari kamayib, Fe_2O_3 ulushi 57,90 mas. % dan 70,69 mas. % gacha oshgan. Keyingi bosqichda magnit separatsiyali boyitishdan keyin esa Fe_2O_3 miqdori 95,78 mas. % gacha oshib, toza reaktiv darajasiga yaqinlashgan. Ikki bosqichli boyitish natijasida asosiy qo‘shimcha oksidlar minimal darajaga tushgan.

Boyitishning har bir bosqichidan so‘ng boyitilgan namunalarni rentgenfazali tahlil qilingan va tahlil natijalariga ko‘ra, yuvib boyitilgan namunada xlorit mineraliga tegishli difraksiya maksimumlari butunlay yo‘qolib, kvars, kalsit va dolomitlarning intensivligi kamayganligi, gematit, maggemit va magnetit minerallariga tegishli difraksiya maksimumlari esa ortganligi aniqlangan.

Shuningdek, yuvilgan gematitning turli magnit induksiya kuchi ta‘sirida ajratib olingan namunalarni rentgenfazali tahlil qilingan (5-rasm).

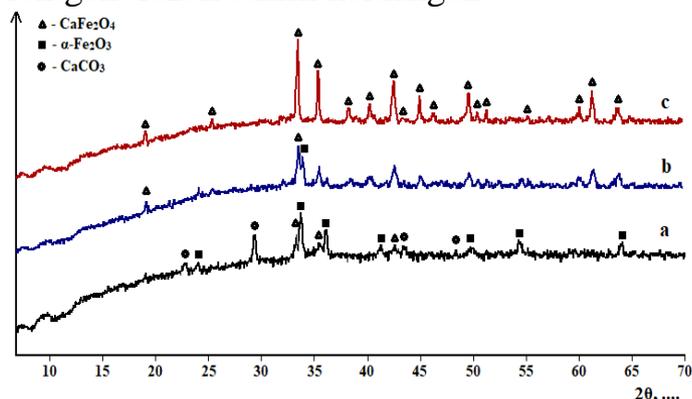


5-Rasm.
Yuvilgan gematitning turli magnit induksiya kuchi ta‘sirida ajratib olingan namunalarning rentgenogrammalari
a) yuvilgan b) 0,25 T
c) 0,35 T d) 1 T

Rentgenfazali tahlillarga ko‘ra, 0,25 T magnit induksiyada ajratilgan namunada asosan magnetit, kamroq maggemit va qisman gematit fazalari aniqlangan. Magnit induksiya kuchi 0,35 T gacha oshirilganda magnetit va ayniqsa maggemit mineraliga tegishli difraksiya maksimumlari miqdori va intensivligi oshgani kuzatilgan. Induksiya kuchi 1 T ga yetganda esa magnetit va maggemit minerallari difraksiya maksimumlaridan tashqari, gematit mineraliga tegishli maksimumlar miqdori oshganligi aniqlangan. Bu esa gematitning paramagnit xossasi tufayli uni yuqori magnit induksiyada qisman ajratish mumkinligini ko‘rsatgan.

Olib borilgan tadqiqotlar natijasiga ko‘ra, gematitni yuvish va magnetli separatsiya orqali boyitish natijasida gilli, karbonatli va boshqa aralashmalar kamayib, Fe_2O_3 miqdori sezilarli darajada ortgan. Magnetli separatsiya jarayonida magnit induksiya kuchini bosqichma-bosqich oshirish orqali avval ferromagnit xossaga ega magnetit, maggemit minerallari, so‘ngra yuqori induksiya sharoitida paramagnit gematit minerali qisman ajratilgan, natijada toza reaktiv darajasidagi Fe_2O_3 ga boy gematit konsentrati olingan va uni CaFe_2O_4 tarkibli pigment sintezi uchun istiqbolli xomashyo ekanligi isbotlangan.

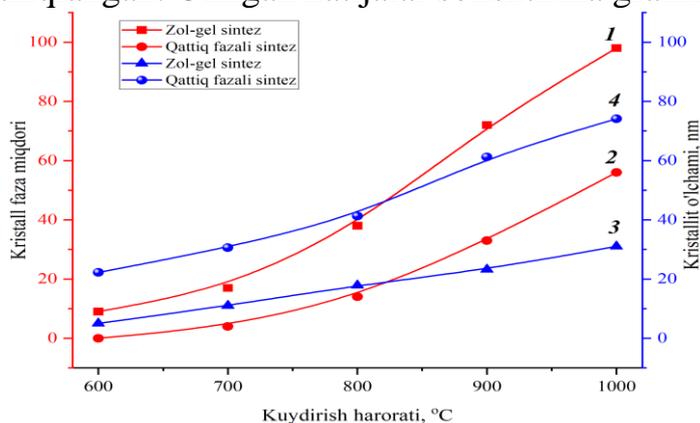
Tadqiqotning keyingi bosqichida boyutilgan gematit konsentri va defekat asosida qattiq fazali sintez usulida shpinel strukturali pigment olish bo'yicha tadqiqot olib borilgan. Shuningdek, tadqiqotda sintez qilish jarayonida kuydirish haroratlarini va izotermik ushlab turish vaqtini kristall faza hosil bo'lish kinetikasi va mexanizmlariga, oraliq oksidli birikmalarning shakllanish ketma-ketligiga, pigmentning kristallik darajasiga va rang barqarorligiga ta'siri aniqlangan. 6-rasmda 600-1000 °C harorat oralig'ida 8 soat ushlab turish vaqti bilan gematit konsentri va defekat asosida kuydirilgan tajribaviy pigment namunalarning rentgenofazali tahlili keltirilgan.



6-rasm.
Turli haroratlarda 8 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgan pigment namunalarning rentgenogrammalari:
a) 600 °C, b) 800 °C, c) 1000 °C

Rentgenfazali tahlil natijalari 600 °C haroratda kuydirishda CaFe₂O₄ kristall fazalariga tegishli difraksiya maksimumlari oz miqdorda va intensivligi juda past ekanligini, haroratini 800°C gacha oshirilganda intensivlik biroz oshgani, α-Fe₂O₃ ga tegishli difraksiya maksimumlari esa yetarlicha kamaygani, harorat 1000°C ga yetganda esa kristallanish jadallik bilan o'sib, CaFe₂O₄ ga tegishli difraksiya kattaliklari intensivliklari maksimumga yetgani aniqlangan. Shuningdek kuydirilgan namunalarning rang o'zgarishlari hamda rentgenfazali tahlil natijalari asosida fizik-kimyoviy xossalari aniqlangan. Kuydirish harorati oshishi bilan elementar katak parametrlari asta-sekin kamayib borgan, bu esa panjaraning zichlashuviga va tartiblangan kristall strukturaning shakllanishiga olib kelgan.

Zol-gel usulida CaFe₂O₄ strukturali keramik pigment sintez qilishda 1000°C harorat va 2 soatlik ushlab turish vaqti yetarli ekanligi aniqlangan. Shundan kelib chiqib, zol-gel va qattiq fazali usullardan foydalanib keramik pigment sintez qilishda namunalarni CaFe₂O₄ kristall fazasining hosil bo'lish miqdori va kristallit o'lchamining 2 soat ushlab turish vaqtida kuydirish haroratiga bog'liqligi aniqlangan. Olingan natijalar solishtirma grafik shaklida 7-rasmda keltirilgan.



7-Rasm.
Zol-gel va qattiq fazali usullarda sintez qilishda CaFe₂O₄ kristall fazasining hosil bo'lish miqdori va kristallit o'lchamining kuydirish haroratiga bog'liqlik grafi

Solishtirma grafik ma'lumotlari zol-gel usuli orqali sintez qilingan kserogelni 2 soat izotermik ushlab turish orqali kuydirishda CaFe₂O₄ ning kristall fazasini

qattiq fazali sintezga nisbatan ancha tez va to'liq hosil qilishi aniqlangan. 600 °C haroratda kristall faza miqdori zol-gel usulda sintez qilingan namunada 10 % atrofida, qattiq fazali sintez usulda ushbu mineralga tegishli hech qanday faza hosil bo'lmasligi aniqlangan. Zol-gel usulida sintez qilishda kristall faza to'liq hosil bo'lishi uchun 1000 °C kuydirish harorati yetarli bo'lsa, qattiq fazali usulda esa kristall faza miqdori 58 % atrofida bo'lishi aniqlangan. Ushbu haroratda kuydirilgan namunalarning kristallit o'lchami zol-gel usulda sintez qilingan namunadan ancha kichik ya'ni 26 nm, qattiq fazali sintezda esa ancha yirikligi (77 nm) aniqlangan.

Gematit konsentrati va defekat asosidagi pigment tarkibini turli haroratlarda 8 soat kuydirilib, rang o'zgarishi va rentgenfazali tahlil natijalariga ko'ra kristall faza miqdori, elementar katak parametrlari hamda Debay–Sherrer tenglamasi bo'yicha kristallit o'lchami aniqlangan va natijalar 3-jadvalda keltirilgan.

3-Jadval

Gematit konsentrati va defekat kompozitsiyasi asosidagi pigment tarkibini 1000°C haroratda turli ushlab turish vaqtlari bilan kuydirilgandagi fizik-kimyoviy parametrlari

Ushlab turish vaqti, soat	Mineral formulasi	Kristall faza miqdori, %	Hisoblangan kristallit o'lchami, nm	Elementar katak parametri, Å	Namuna ranggi
2	CaFe ₂ O ₄	32	55,28	a = 9,2459 b = 10,7184 c = 3,0374	
	α-Fe ₂ O ₃	17	57,31	5,0318 13,7227	
4	CaFe ₂ O ₄	53	63,21	a = 9,2431 b = 10,7157 c = 3,0248	
	α-Fe ₂ O ₃	11	64,09	5,0299 13,7203	
6	CaFe ₂ O ₄	76	69,13	a = 9,2405 b = 10,7135 c = 3,0223	
	α-Fe ₂ O ₃	6	70,01	5,0276 13,7181	
8	CaFe ₂ O ₄	98	74,11	a = 9,2384 b = 10,7011 c = 3,0208	
	α-Fe ₂ O ₃	2	76,24	5,0249 13,7163	
10	CaFe ₂ O ₄	100	81,34	a = 9,2371 b = 10,6988 c = 3,0195	
	α-Fe ₂ O ₃	-	-	-	

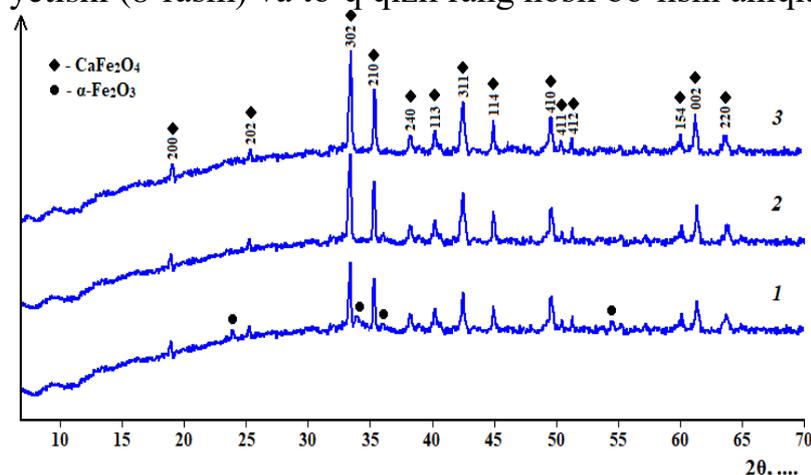
Dastlabki 2-4 soat ushlab vaqtida namunalar faza tarkibida α -Fe₂O₃ va CaFe₂O₄ aniqlanib, mos ravishda 17–11% gacha gematit va 32–53% gacha kalsiy ferrit mavjudligi qayd etildi. Ushlab turish vaqti ortishi bilan α -Fe₂O₃ fazasi miqdori keskin kamayib bordi va 6 soatda u 9 % gacha kamaygan bo‘lsa, 8 soatda atigi 2 % miqdorda ekanligi aniqlandi. Ushlab turish vaqti 10 soatgacha oshirilganda esa rentgenogrammada α - Fe₂O₃ kristal fazasiga tegishli difraktsiya maksimumlari qayd etilmadi, pigment tarkibi to‘liq CaFe₂O₄ fazasidan iborat ekanligi aniqlandi. Shu bilan birga, CaFe₂O₄ ga tegishli kristallitlarining o‘lchami dastlabki 55–63 nm diapazondan 81 nm gacha ortdi, bu esa izotermik ushlab turish vaqti ortishi bilan kristall panjaraning mukammallashib borayotganligini tasdiqlaydi. Elementar katak parametrlari $a \approx 9,24$ – $10,69$ Å, $b \approx 10,2$ – $11,0$ Å, $c \approx 3,0$ – $3,2$ Å oraliqda o‘zgarishi qayd etildi. Pigmentlarning rang xususiyatlari ham fazaviy o‘zgarishlarga mos ravishda o‘zgarib bordi. Dastlabki bosqichlarda och qizg‘ish rang kuzatilgan bo‘lsa, CaFe₂O₄ ning to‘liq hosil bo‘lishida rang to‘q qizil rangga ega bo‘ldi. 1000 °C haroratda 8 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgan namuna ranggi to‘yingan qizil rangli pigment olish imkoniyatini berishi aniqlandi.

Olib borilgan tadqiqotlar CaFe₂O₄ strukturali keramik pigmentlar sintezida zol-gel usuli yuqori sifatli mahsulot olish imkonini berishini, qattiq fazali usul esa mahalliy xomashyo va chiqindilardan foydalanish hisobiga iqtisodiy samaradorligini ta‘minlashini ko‘rsatdi.

Qattiq fazali sintez orqali keramik pigment olishda 1000 °C kuydirish haroratida izotermik ushlab turish vaqtining ko‘p bo‘lishi iqtisodiy va energiya tejamkorlik nuqtai nazaridan hozirgi davrning talablariga javob bermaydi. Shundan kelib chiqib, keramik pigment sintez qilishni nisbatan pastroq haroratlarda va qisqaroq izotermik ushlab turish vaqt oralig‘ida amalga oshirib, barqaror rang va mustahkam strukturaga ega bo‘lgan pigment olish dolzarb ilmiy-texnologik masalalaridan biridir.

Shu nuqtai nazardan, ushbu «gematit konsentratı–defekat» kompozitsiyasi asosida CaFe₂O₄ strukturali keramik pigment sintez qilish jarayoniga kristall faza hosil bo‘lish va rang o‘zgarishlarga ta‘sirini tadqiq qilish maqsadida tarkibga mineralizator sifatida bor oksidi (B₂O₃) kiritildi.

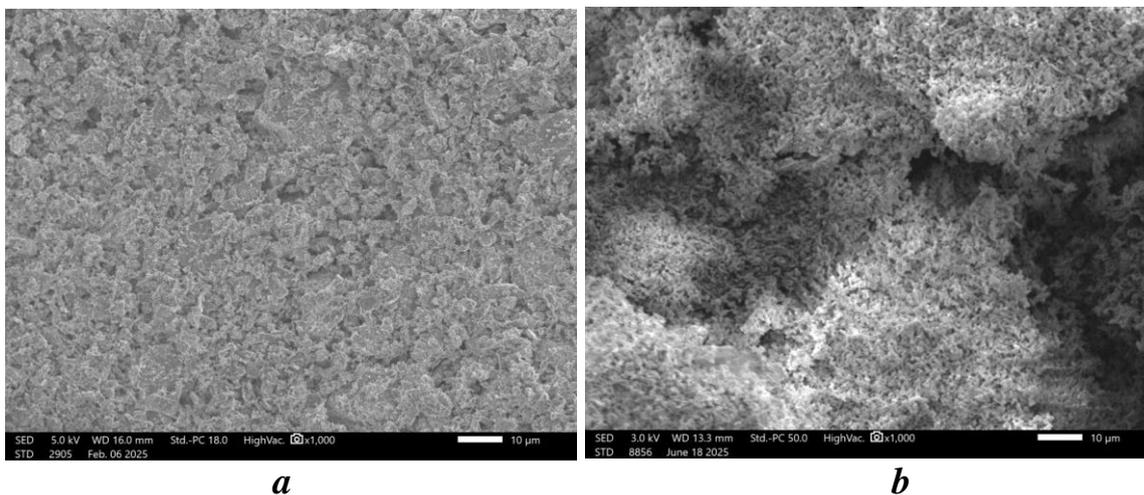
Gematit konsentratı va defekat asosidagi pigment tarkibiga B₂O₃ 1-3% gacha kiritilib o‘rganildi. 3 % gacha B₂O₃ kiritilganda esa 1000°C kuydirish haroratida 4 soat ushlab turishda CaFe₂O₄ kristall fazasi hosil bo‘lishi maksimum darajaga yetishi (8-rasm) va to‘q qizil rang hosil bo‘lishi aniqlandi.



8- Rasm.
3% B₂O₃ qo‘shilgan pigment tarkibini 1000 °C haroratda turli ushlab turish vaqtlari bilan kuydirilgan namunalarining rentgenogrammalari
 1) 2 soat 2) 4 soat
 3) 6 soat

Shuni qayd etish kerakki, bor oksidini tarkibga 3% dan yuqori miqdorda qo'shishda 1000 °C haroratda kuydirishdagi ushlab turish vaqtini kamaytirishga ta'siri sezilarli darajada o'zgarmadi.

Bor oksidi 3% miqdorda qo'shilgan va 4 soat ushlab turish vaqti bilan 1000°C haroratda kuydirilgan CaFe_2O_4 strukturali keramik pigment namunasini zol-gel usulida huddi shu haroratda 2 soat ushlab turish vaqti bilan kuydirilgandagi keramik pigment namuna bilan kristallarini shakllanganlik darajasi va zarracha o'lchamlarini solishtirish maqsadida SEM tahlillari orqali tadqiq qilindi (9-rasm).



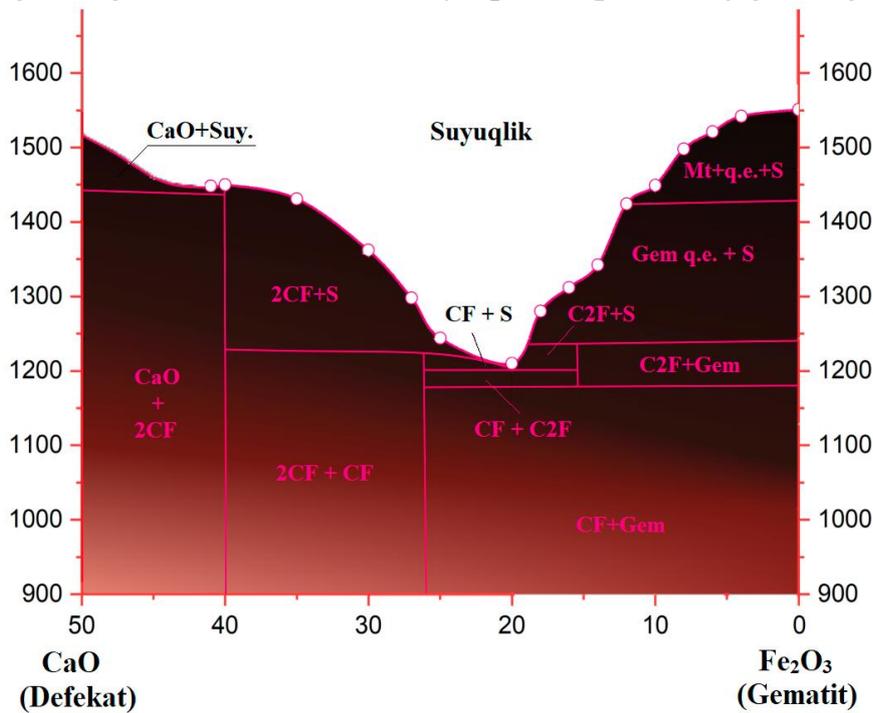
9-Rasm. Zol-gel (a) va qattiq fazali (b) usulida 1000 °C haroratda sintez qilingan pigment namunalarining SEM mikrotasvirlari

Qattiq fazali sintez usulida 4 soat ushlab turish vaqti bilan 1000 °C haroratda sintez qilingan, bor oksidi 3% miqdorda qo'shilgan tarkibli keramik pigment namunasining SEM mikrotasviri (9a-rasm) zarrachalarning nisbatan yirik o'lchamda ekanligini, ularning o'zaro qisman aglomeratlanganligini va zarrachalararo chegaralarning aniq ajralib turganligi kuzatildi. Aksincha, zol-gel usulida 2 soat ushlab turish vaqti bilan 1000 °C haroratda sintez qilingan pigment namunasining SEM mikrotasviridan (9b-rasm), zarrachalar bir tekis taqsimlangan, ularning o'lchamlari ancha kichikligi aniqlandi.

«Gematit konsentrati–defekat» sistemasida olib borilgan tadqiqotlar asosida olingan natijalardan foydalanib rang hosil bo'lish va fazaviy o'zaro munosabatlar diagrammalari qurildi (10-rasm).

Defekat (CaO) 50 mas.% - gematit 50 mas.% tarkibdan defekat 40 mas.% - gematit 60 mas.% gacha 900-1435 °C kuydirish harorat intervalida $\text{CaO} + 2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ minerali, shu tarkibda haroratni 1435 °C dan oshirilganda CaO hamda suyuq faza hosil bo'lishi aniqlandi. Shuningdek ushbu sohada kuydirish harorati oshishi bilan rang xususiyatlari och qizildan to'q qizil va keyin qoramtir tushgacha o'zgarishi kuzatildi. CaO 40–27 mas.% va gematit 60–73 mas.% tarkib sohasida 900-1200 °C kuydirish harorati oralig'ida asosan $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ va $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ fazalari kuzatildi. Kuydirish harorati 1200 °C dan yuqorida esa $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ va suyuq faza hosil bo'lgan. Ushbu tarkiblar intervalida kuydirish jarayonida past haroratlarda to'yingan qizil, 1200 °C ga yaqinlashganda jigarrang-qizil, yuqori haroratlarda esa asta-sekin jigarrang-qoramtir tusli ranggacha o'zgarishi aniqlangan. CaO 27 mas.% gematit 73 mas.% dan birlamchi gematit konsentratigacha bo'lgan tarkiblar oralig'ida 900-1170 °C kuydirish haroratida $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ va gematit fazalari mavjud bo'lib, haroratni 1170-1245°C gacha

yetkazilganda $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ va $\text{CaO}\cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$ hamda gematit fazalari shakllanadi. Kuydirish harorati 1250°C dan yuqorida esa gematit, keyin magnetit va suyuq faza hosil bo‘lishi, 1550°C dan keyin esa suyuqlanish boshlanishi aniqlandi. Ushbu sohada kuydirish haroratini oshib borishi bilan 1200°C gacha to‘q qizildan jigarrang hamda 1300°C dan yuqorida qoramtir-jigarrang tusga o‘tishi kuzatildi.



10-Rasm.
«Gematit konsentrati - defekat» sistemasining fazaviy o‘zaro munosabatlar va rang hosil bo‘lish diagrammasi

Shunday qilib, «gematit konsentrati–defekat» sistemasida $900\text{--}1600^\circ\text{C}$ kuydirish harorati intervalida olingan laboratoriya tajriba tadqiqotlari asosida qurilgan fazaviy o‘zaro munosabatlar va rang hosil bo‘lish diagrammasi pigmentlarning rangi va fazaviy tarkibini maqsadli boshqarish imkonini beradi, bu esa oldindan rejalashtiriladigan optik xususiyatlarga ega bo‘lgan termik barqaror keramik materiallarni ishlab chiqarishda muhim ahamiyat kasb etadi.

Ishlab chiqilgan tarkib asosida sintez qilingan pigment namunalari keyinchalik amaliyotda sanoat sharoitidagi samaradorligini va qo‘llanish imkoniyatlarini baholash maqsadida «ART GLOSS GALLERY» qo‘shma korxonasi ishlab chiqarish sharoitida tajriba sanoat sinovidan o‘tkazildi. Mazkur tajriba sinov jarayonida laboratoriya sharoitida sintez qilingan shpinel strukturali qizil rangli keramik pigmentlar turli konsentratsiyalarda glazur tarkibiga qo‘shilib, fasadbop keramik plitkalarining sirtini qoplash uchun ishlatildi.

4-Jadval

Tajriba glazurlari tarkibidagi qizil rangli keramik pigment miqdori va ularning rang xususiyatlari

Glazur namunalari	Qizil rangli keramik pigment miqdori, mas. %	Glazur zichligi, g/sm^3	Rangi
Gl.1	4	1,60	och qizil
Gl.2	6	1,62	qizil
Gl.3	8	1,65	to‘yingan qizil
Gl.4	10	1,67	to‘q qizil

Tayyorlab olingan bo‘g‘iq glazur tarkibidagi temir tarkibli pigment miqdori, ularning zichligi va rangi 4-jadvalda keltirilgan.

Sintez qilingan shpinel strukturali pigmentlardan foydalanib glazurlangan keramik plitkalar namunalarni texnologik va fizik-mexanik sinovlari amaldagi standartlarga muvofiq o‘tkazildi. Glazurlashdan keyingi kuydirilgan keramik sopolak namunalari yuzalari silliq, yaltiroq va bir xil rangga ega bo‘lib, pufakchalar, to‘lqinsimon shaklga va deformatsiyaga uchramaganligi aniqlandi.

Shunday qilib, tajriba–sanoat sinovlari natijasida, ishlab chiqilgan temir tarkibli spinel strukturali pigmentlar rangli keramik sopolak ishlab chiqarishda glazurlar tarkibida ishlatish uchun qo‘llash mumkinligi aniqlandi.

XULOSA

1. Kalsiy, temir nitratlari hamda “gematit konsentrati-defekat” sistemasi asosida keramik pigmentlarni zol-gel va qattiq fazali sintez qilishda 600-1100 °C harorat oralig‘ida shpinel strukturali CaFe_2O_4 kristall fazasining hosil bo‘lish kinetikasi va mexanizmi, shuningdek ularning fizik-kimyoviy xossalari aniqlangan.
2. Zol-gel usulida kalsiy, temir nitratlaridan foydalanib shpinel strukturali keramik pigment sintez qilishda 1000 °C kuydirish harorati 2 soat ushlab turish vaqtida to‘yingan to‘q qizil ranga erishish, shuningdek CaFe_2O_4 kristal strukturasining to‘liq shakllanishi aniqlangan.
3. Zol-gel usulidan foydalanib, shpinel strukturali keramik pigmentlarni sintez qilishda “tarkib-struktura-disperslik-xossa” funksional bog‘liqlik qonuniyatlarining haroratdan o‘zgarishi ilmiy asoslangan.
4. Qiziltosh gematiti va “Xorazm shakar” AJ ishlab chiqarish chiqindisi “defekat” larning kimyo-mineralogik tarkiblari, fizik-kimyoviy xossalari kompleks tadqiq qilingan.
5. Qiziltosh gematitini boyitishda yuvish va magnitli ajratish usullarini qo‘llash orqali gematit konsentrati tarkibidagi Fe_2O_3 miqdorining 65 mass.% dan 95,67 mas.% gacha oshirish imkoniyati aniqlangan.
6. “Gematit konsentrati-defekat” sistemasida qattiq fazali usul orqali shpinel strukturali keramik pigment sintez qilishda kuydirish haroratini 1000 °C va 8 soat ushlab turish vaqtida, hamda 3 mas.% miqdorida B_2O_3 qo‘shilganda esa 4 soat ushlab turish vaqtida to‘q qizil rangning to‘liq hosil bo‘lishi asoslangan.
7. “Gematit konsentrati-defekat” ikkilamchi sistemasining fazaviy o‘zaro munosabat va rang o‘zgarish diagrammalari qurilgan hamda 900-1600 °C haroratda termik ishlov berishda $\text{CaO}\cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ birikmalarining kristall fazalari strukturalarining shakllanish qonuniyatlariga bog‘liq holda rang hosil bo‘lish sohalari ko‘rsatilgan.
8. Gematit konsentrati va defekat asosida hamda bor oksididan foydalanib sintez qilingan shpinel strukturali keramik pigmentlarni turli maqsadlardagi keramik koshinlar uchun glazur tarkibida foydalanish imkoniyatlari asoslangan, hamda olingan ilmiy natijalarni keramik mahsulotlarni glazurlash bo‘yicha qo‘llanma material sifatida ishlatish mumkinligi ko‘rsatilgan.

**РАЗОВЫЙ НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.02/05.05.2023.К/Т.35.02 ПО
ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ ИНСТИТУТЕ
ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ХОНИМКУЛОВ ЖАМОЛИДДИН АСАТУЛЛА УГЛИ

**СИНТЕЗ, СВОЙСТВА И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
КЕРАМИЧЕСКИХ ПИГМЕНТОВ СО СТРУКТУРОЙ ШПИНЕЛИ**

02.00.15 — Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

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

Ташкент – 2025

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована под номером B2025.2.PhD/K1019 в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве высшего образования, науки и инноваций Республики Узбекистан.

Диссертация выполнена в Институте общей и неорганической химии АН РУз.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета www.iopx.uz и на информационно-образовательном портале «ZiyoNet» (www.ziynet.uz).

Научный руководитель:

Кадырова Зулайхо Раимовна
доктор химических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Юнусов Миржалил Юсупович
доктор технических наук, профессор
Даминова Шахло Шариповна
доктор химических наук, профессор

Ведущая организация:

**Ферганский государственный
технический университет**

Защита диссертации состоится «08» января 2026 году в 14⁰⁰ часов на заседании разового Научного совета DSc.02/05.05.2023.К/Т.35.02 при Институте общей и неорганической химии АН РУз. по адресу: 100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (+99871) 262-56-60; e-mail: iopx@academy.uz.

С диссертацией можно ознакомиться в информационно-ресурсном центре Института общей и неорганической химии (указан под номером 115). (Адрес: 100170, г. Ташкент, ул. Мирзо Улугбека, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60).

Автореферат диссертации разослан «25» декабря 2025 года
(реестр протокола рассылки № 115 от «25» декабря 2025 года)



Н.Х. Усанбаев

Председатель разового научного совета
по присуждению учёной степени, д.т.н., проф.

Ж.С. Шукуров

Ученый секретарь разового научного совета
по присуждению учёной степени, д.т.н.

Ш.С. Намазов

Председатель разового научного семинара
при разовом научном совете по присуждению
учёной степени, д.т.н., проф., академик

Введение (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире как одно из важных направлений современного материаловедения проводятся широкомасштабные исследования по синтезу термостойких керамических пигментов со шпинельной структурой, глубокому изучению кинетики и механизмов их фазообразования, а также по разработке импортозамещающих пигментов с использованием местного сырья и промышленных отходов. В этом плане обоснование возможностей использования природного сырья и вторичных ресурсов для синтеза керамических пигментов является важнейшей задачей. Наряду с этим, исследования по обеспечению устойчивой окраски высокотемпературных пигментов в глазурах и улучшению эстетических свойств керамических изделий имеют актуальное значение в мировом масштабе. Исследования в данном направлении имеют важное научно-практическое значение для разработки теоретических и прикладных основ производства керамических материалов нового поколения, расширения сырьевой базы за счёт местных ресурсов и промышленных отходов, а также создания технологий, соответствующих требованиям «Зелёной экономики».

В мире ведутся широкомасштабные научные исследования по синтезу термостойких керамических пигментов со шпинельной структурой, а также по изучению кинетики и механизмов фазообразования в процессе обжига. В этом направлении особое внимание уделяется глубокому анализу процессов формирования кристаллических фаз керамических пигментов при использовании различных методов синтеза, исследованию физико-химических, физико-технических и функциональных свойств железосодержащих керамических пигментов, детальному изучению механизмов влияния оксида железа в качестве хромофора на процессы цветообразования в ходе обжига, повышению светостойкости, устойчивости к агрессивным средам и термостойкости керамических пигментов, а также совершенствованию их функциональных и эстетических свойств.

В Республике проводятся широкомасштабные работы по разработке составов керамических пигментов различных цветовых оттенков с использованием природных минеральных и вторичных сырьевых ресурсов, техногенных отходов, а также химических реагентов. Осуществляются исследования процессов их синтеза и применения при глазуровании керамических изделий, а также изучаются их функциональные и эстетические характеристики, в результате чего достигнуты определённые научные и практические результаты. В Стратегии развития «Нового Узбекистана» на 2022–2026 годы определены важные задачи, направленные на расширение сырьевой базы за счёт привлечения нетрадиционного нерудного сырья и вторичных ресурсов, а также на производство и внедрение готовой продукции с использованием различных промышленных отходов в рамках концепции «Зелёной экономики»¹. В этом контексте проведение научно-исследовательских работ по синтезу керамических пигментов с высокой термостойкостью и прочной шпинельной структурой на основе местных сырьевых компонентов имеет важное научное и практическое значение.

¹ Указ Президента Республики Узбекистан УП-60 от 28 января 2022 года «О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022 — 2026 годы».

Данное диссертационное исследование в определённой степени способствует выполнению задач, предусмотренных в Указах Президента Республики Узбекистан №УП-158 от 11 августа 2023 г. «О Стратегии “Узбекистан – 2030”», №УП -60 от 28 января 2022 г. «О Стратегии развития Нового Узбекистана на 2022–2026 годы» и №УП -4947 от 7 февраля 2017 г. «О Стратегии действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017–2021 годах», кроме того, в Постановлениях Президента Республики Узбекистан №ПП -4805 от 12 августа 2020 г. «О мерах по повышению качества непрерывного образования и эффективности научных исследований в области химии и биологии» и №ПП -4477 от 4 октября 2019 г. «Об утверждении Стратегии перехода Республики Узбекистан на “Зелёную экономику” в 2019–2030 годах», а также в других нормативно-правовых документах, регулирующих данное направление деятельности.

Соответствие исследований с основными приоритетными направлениями развития науки и технологии в республике. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологии республики VII «Химическая технология и нанотехнология».

Степень изученности проблемы. В опубликованной научной литературе исследования, посвященные синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой и направленные на улучшение их физико-механических и эстетических свойств, широко представлены в работах таких учёных, как Г.Н.Масленникова, И.В.Пищ, Н.В.Седельникова, С.Zanelli, M.Ardit, G.Cruciani, Л.Ф.Королёва, W.Zhang, M.Bai, В.М.Погребенков, Y.Youn, M.Gaudon, M.Hosseini-Zori, E.A.Chavarriaga, M.Dondi, M.Muthuraman, G.Kosta, S.Yaojing. Современные исследования по синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой, в частности с использованием золь-гель метода, представлены в работах таких ученых, как R.A.Candeia, C.S.Xavier, L.S.Ferreira, S.V.Motloun, F.Dejene, H.C.Swart, O.M.Ntwaeaborwa, D.Zhang, Z.Q.Gong, Q.Shi, C.Li, R.A.Candeia, M.I.Bernardi, E.Longo, D.L.Segal, P.J.White, M.E.Hadri, H.Ahamdane, I.Iraghni, T.Manfredini, F.Bondioli, в то же время синтез керамических пигментов со шпинельной структурой твердофазным методом, разработка их состава и исследование свойств освещены в работах А.Е.Wahab, А.М.Hassan, А.М.Naser, V.Berbenni, V.P.Della, M.J.Ribeiro, G.George, L.S.Kumari, M.W.Borsoum, Т.И.Димитров, А.В.Зайчук, Й.К.Цветановой, С.Кожухарова.

В Республике проведён ряд исследований, направленных на получение керамических пигментов различных цветовых оттенков на основе местного сырья, а также на построение диаграмм фазовых взаимоотношений поликомпонентных оксидных систем с последующим изучением их кристаллических структур и процессов фазообразования. В данном направлении результаты научно-исследовательских работ, выполненных с использованием методов твёрдофазной реакции, кристаллизации из расплава и золь-гель синтеза, отражены в трудах ведущих учёных Н.А. Сираджиддинова, А.П. Иркахаджаевой, А.А. Исматова, Р.И. Абдуллаевой, А.М. Эминова, З.Р. Кодировой, Ж.И. Алимджановой, Ш.Ю. Азимова, Д.К. Адилова, Ф.Г. Хомидова и У.А. Кодировой.

Следует отметить, что, несмотря на достигнутые определенные результаты в данном направлении, недостаточно достоверных и научно обоснованных

данных по вопросам определения кристаллических фаз, кинетики и механизмов цветообразования при синтезе керамических пигментов со шпинельной структурой с использованием минерального сырья, промышленных отходов и различных методов синтеза, а также влияния температуры на функциональную зависимость «состав – структура – дисперсность – свойство».

Связь темы диссертации с научно-исследовательскими работами, выполняемыми в организации, где выполняется диссертация. Диссертационное исследование выполнено в Институте общей и неорганической химии АН РУз в рамках бюджетной тематики «Разработка энерго и ресурсосберегающих составов и технологии получения силикатных и функциональных материалов строительного и технического назначения» (2020-2024гг.).

Цель исследования заключается в синтезе керамических пигментов шпинельной структуры твёрдофазным и золь-гель методами, а также в определении физико-технических свойств и функциональных характеристик.

Задачи исследования:

проанализировать существующие данные по синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой и методам обогащения железосодержащих природных руд;

определение химико-минералогического состава и физико-химических свойств гематитовой руды «Кызылташ» и отхода АО «Хоразмшакар» – дефектата;

изучение кинетики и механизмов образования кристаллических фаз, а также условий цветообразования при низкотемпературном синтезе керамических пигментов со шпинельной структурой (CaFe_2O_4), получаемых золь-гель методом;

обоснование выбора методов обогащения гематитовой руды «Кызылташ» и определение возможностей получения концентрата с повышенным содержанием оксида железа;

определение возможностей управления функциональными и эстетическими свойствами керамических пигментов со шпинельной структурой, синтезируемых твердофазным методом с использованием вместо химических реагентов гематитового концентрата, дефектата и оксида бора (B_2O_3) в качестве минерализатора;

определение влияния температуры синтеза, состава и содержания гематитового концентрата, дефектата, а также оксидов бора и хромофорных элементов на цвет и физико-технические свойства образцов керамических пигментов со шпинельной структурой;

определение физико-химических и эстетических свойств, а также показателей цветообразования шпинельных пигментов, синтезированных на основе гематитового концентрата и дефектата;

построение диаграмм фазовых взаимоотношений и цветовых изменений двойной системе «гематитовый концентрат – дефектат»;

определение функциональных и цветовых характеристик синтезированных керамических пигментов со шпинельной структурой и апробация результатов диссертационной работы посредством их использования в составе глазури для керамических плиток.

Объектами исследования являются химические реагенты, гематит месторождения «Кызылташ», производственный отход акционерного общества

«Хоразм Шакар» – дефекат, синтезированные керамические пигменты, а также образцы керамической плитки, глазурованные на их основе.

Предметом исследования является установление закономерностей образования кристаллических фаз и фазовых переходов в шпинельной структуре CaFe_2O_4 , а также определение функциональной зависимости физико-химических и оптических свойств керамических пигментов от температуры обжига и условий синтеза.

Методы исследований. В диссертационной работе использованы современные физико-химические анализы (химико-аналитический, рентгенофазовый, рентгеноспектральный, дифференциально-термический, микроскопический, ИК спектроскопический, электронно-микроскопический) а также классической методы керамической и золь-гель технологий.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

научно обоснованы закономерности процесса формирования кристаллической структуры CaFe_2O_4 в интервале температур обжига 600–1100 °С при золь-гель и твёрдофазном синтезе керамических пигментов на основе нитратов кальция и железа, а также гематитового концентрата и дефеката, установлены их функциональные зависимости с кинетикой и механизмом фазообразования;

определено возможность повышения содержания Fe_2O_3 в концентрате с 60,52 мас.% до 95,67 мас.% за счёт применения методов обогащения, включающих промывку и магнитную сепарацию гематитовой руды;

научно обоснована функциональная зависимость «состав – структура – дисперсность – свойство» при изменении температуры синтеза керамических пигментов со шпинельной структурой, получаемых золь-гель и твёрдофазным методами;

определено полное формирование насыщенного тёмно-красного цвета при синтезе керамических пигментов со шпинельной структурой в системе «гематитовый концентрат – дефекат» твёрдофазным методом при температуре обжига 1000 °С и выдержке 8 ч, а при добавлении 3 мас.% V_2O_5 при выдержке 4 ч;

построены диаграммы фазовых взаимоотношений и цветовых изменений в системе «гематитовый концентрат – дефекат», а также определены области цветообразования в зависимости от закономерностей формирования кристаллических фаз соединений $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ и $2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ при термической обработке в интервале температур 900–1600 °С;

научно обоснованы возможности использования синтезированных керамических пигментов со шпинельной структурой в составе глазури для различных видов керамических материалов.

Практическая значимость исследования заключается в следующем:

в результате выбора оптимальных методов обогащения повышено содержание Fe_2O_3 в гематитовой руде месторождения «Кызылтош» с 60,52 мас.% до 95,67 мас.% и получен гематитовый концентрат;

разработаны импортозамещающие составы красных керамических пигментов со шпинельной структурой с использованием местных сырьевых компонентов, в том числе гематитового концентрата и дефеката.

Достоверность полученных результатов исследования подтверждается полученными экспериментальными данными, применением современных физико-химических методов анализа и традиционных методов исследования технологии получения керамических пигментов, а также проведением опытно-

промышленных испытаний новых составов керамических пигментов в производственных условиях.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в изучении процессов фазовых превращений в системе «гематитовый концентрат – дефекат», установлении закономерностей формирования кристаллической структуры CaFe_2O_4 при синтезе новых керамических пигментов со шпинельной структурой золь-гель и твёрдофазными методами, построении диаграмм фазовых взаимодействий и цветообразования, а также в определении изменений функциональной зависимости «состав – структура – дисперсность – свойство» под влиянием температуры синтеза.

Практическая значимость результатов исследования заключается в разработке ресурсосберегающих составов термостойких керамических пигментов со шпинельной структурой, соответствующих современным требованиям и являющихся импортозамещающими, на основе местного природного сырья и производственных отходов, а также в создании технологии их получения при пониженных температурах, что способствует расширению сырьевой базы и улучшению экологической ситуации в Республике.

Внедрение результатов исследований.

На основе полученных научных результатов по синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой из местного сырья и производственных отходов, по изучению их свойств и характеристик:

результаты, полученные в процессе исследования золь-гель и твёрдофазных реакций при синтезе керамических пигментов новой рецептуры с использованием местного природного сырья и производственных отходов были использованы в качестве справочного материала при выполнении исследований по бюджетной теме «Разработка энерго- и ресурсосберегающих составов и технологий функциональных и силикатных материалов для строительных и технических целей» (2020–2024 гг.) (Справка Академии наук Республики Узбекистан 4/1255-1155 от 12 мая 2025 г.). В результате получены научно обоснованные фундаментальные данные по синтезу керамических пигментов, процессам фазовых превращений, их свойствам и функциональным характеристикам;

состав керамического пигмента со шпинельной структурой, синтезированного на основе гематита и дефеката для получения глазурованных керамических плиток, включён в «Перечень перспективных разработок для внедрения в практику в 2026–2027 гг.» ООО «ART GLOSS GALLERY» (Справка ООО «ART GLOSS GALLERY» № 10/П 2025-5 от 15 апреля 2025 г.). В результате обеспечена возможность получения импортозамещающих керамических пигментов, соответствующих требованиям.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были обсуждены на 2 международных и 9 республиканских научно-практических конференциях.

Публикация результатов исследования. По теме диссертации опубликовано всего 17 научных работ. Из них 6 научные статьи, в том числе 1 в базе данных Scopus, 3 в зарубежных и 2 в республиканских научных журналах.

Структура и объём диссертации. Структура диссертации состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объём диссертации составляет 113 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснованы тема диссертации, актуальность и необходимость проведённых исследований, сформулированы цель и задачи, охарактеризованы объект и предмет исследования, показано соответствие работы приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, изложены научная новизна и практические результаты, раскрыто научное и практическое значение полученных данных, а также приведены сведения о внедрении результатов в практику, опубликованных работах и структуре диссертации.

В первой главе диссертации «Современное состояние и перспективы развития синтеза керамических пигментов. Методы синтеза, свойства и структуры» приведены результаты критического анализа научно-технической литературы и электронных источников последних лет, посвящённых вопросам синтеза керамических пигментов, традиционным и нетрадиционным методам их получения, а также современным тенденциям и текущему состоянию использования минерального сырья и вторичных ресурсов в их производстве. В то же время ограниченность полноты и систематизированности сведений в научной литературе, посвящённых синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой с использованием нетрадиционных и современных методов, таких как золь-гель, указывает на необходимость проведения более глубоких исследований в данном направлении. В результате критического анализа имеющихся литературных источников были сформулированы основные цель и задачи исследования.

Во второй главе диссертации «Комплексное исследование сырьевых компонентов, методы и оборудование исследования» представлены сведения о процессе синтеза керамических пигментов, современных методах их физико-химического изучения, а также о характеристиках исходных компонентов, используемых при составлении составов керамических пигментов, а именно химических реагентов, природного минерального и вторичного сырья, в частности гематита Кызылташского месторождения Джизакской области и дефеката – отхода сахарного производства АО «Хоразм Шакар». Кроме того, приведены данные о процессах синтеза пигментов золь-гель и твердофазным методами на основе указанных компонентов.

В качестве основных компонентов для процессов синтеза были выбраны химически чистые реактивы (CaCO_3 , Fe_2O_3 , V_2O_5 , $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), а также гематит и дефекат. По результатам химико-аналитического анализа установлено, что содержание оксида железа (III) (Fe_2O_3) в гематите составляет 57,90 мас.% (табл. 1), а в дефекате содержание CaO не менее 52,25 мас.%. Указанные данные подтверждены результатами рентгенофазового анализа (рис. 1).

Таблица 1

Химический состав используемого сырья и отхода

Наименование образца	содержание оксидов, мас.%									ППП, мас.%
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	CuO	ZrO_2	P_2O_5	
Гематит	22,99	2,80	57,90	0,12	3,25	6,30	0,09	0,46	0,13	5,96
Дефекат	0,47	0,56	0,67	-	0,52	52,25	-	-	0,06	45,23

Рентгенофазовый анализ показал, что в составе гематита в основном присутствуют гематит, маггемит, магнетит и кварц, а также в

незначительном количестве определены кальцит и хлорит. Минералогический состав дефеката представлен в основном кальцитом.

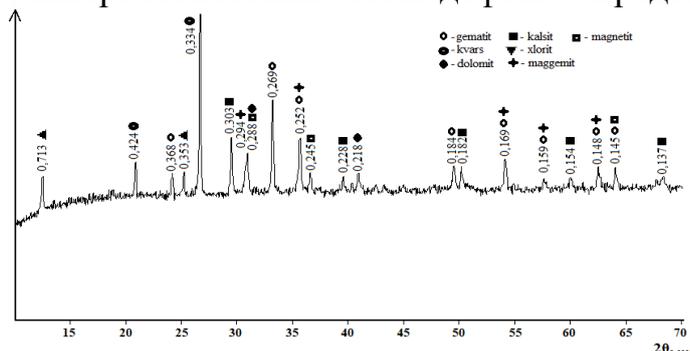
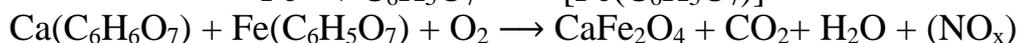
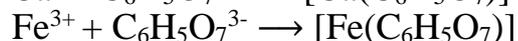
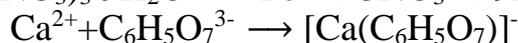
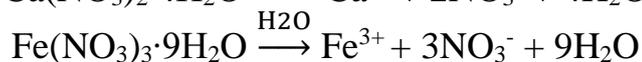
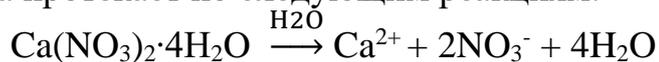


Рис.1.
Рентгенограмма
образца гематита
Кизилташского
месторождения

В третьей главе диссертации «Синтез пигментов со шпинельной структурой, их физико-химические свойства, кинетика и механизм структурообразования. Обогащение Кызылташского гематита для получения керамических пигментов», обоснованы возможности применения золь-гель и твердофазного методов синтеза пигментов со шпинельной структурой. Рассмотрены процессы образования кристаллической фазы CaFe_2O_4 при термической обработке, закономерности и механизмы структурных преобразований, а также исследована возможность использования в качестве сырья отхода дефеката и обогащённого концентрата Кызылташского гематита. Приведены результаты выбора методов обогащения гематита для получения концентрата, а также данные о кинетике и механизмах структурообразования пигментов в системе «гематитовый концентрат – дефекат» при их твердофазном синтезе.

Для синтеза керамических пигментов со шпинельной структурой использовались $(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}, \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$, лимонная кислота моногидрат в качестве хелатирующего компонента, а также 30%-ный раствор NH_4OH для регулирования химической среды. Все химические реагенты имели аналитическую чистоту и применялись без дополнительной очистки.

Процесс синтеза протекает по следующим реакциям:



Рентгенофазовым анализом установлено, что полученный ксерогель находится в аморфном состоянии. Для исследования оптимальных условий формирования кристаллической фазы CaFe_2O_4 в синтезированных образцах ксерогеля под воздействием температуры, а также промежуточных фазовых превращений, образцы подвергались обжигу при 600–1100 °С в течение 2 ч. На рис. 2 приведены рентгенограммы исследованных образцов.

Рентгенофазовый анализ образцов ксерогеля, синтезированных на основе нитратов кальция и железа и подвергнутых обжигу при различных температурах, показал начало формирования кристаллической фазы CaFe_2O_4 уже при 600 °С. При повышении температуры обжига до 800 °С интенсивность дифракционных максимумов, характерных для CaFe_2O_4 ,

несколько возросла. При температуре 1000 °С наблюдалось интенсивное развитие кристаллизации. Дифракционные максимумы сместились в область меньших углов и достигли максимальной интенсивности. При дальнейшем увеличении температуры обжига до 1100 °С интенсивность и число дифракционных максимумов ($d = 0,462; 0,369; 0,350; 0,267; 0,252; 0,235; 0,224; 0,215; 0,201; 0,183; 0,154; 0,151; 0,146$) не изменились, что свидетельствует о завершении формирования кристаллической фазы CaFe_2O_4 уже при 1000 °С.

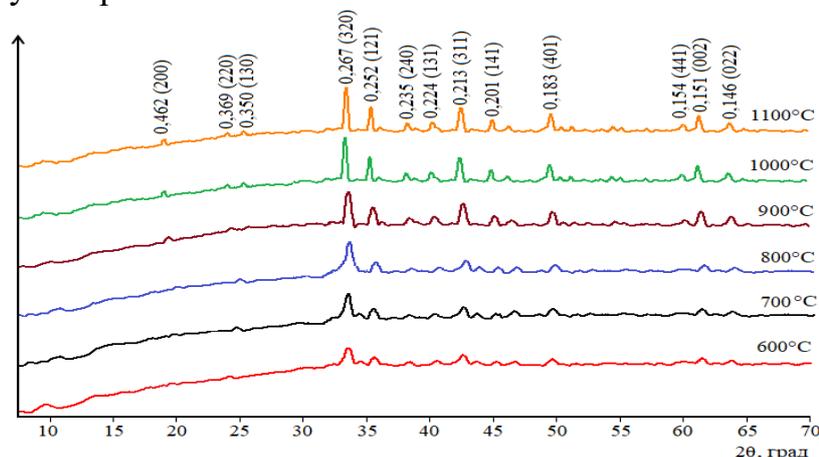


Рис. 2.
Рентгенограммы образцов ксерогеля, обожжённых при температурах 600-1100 °С с выдержкой 2 ч

Сравнение полученных дифракционных максимумов с эталонной картотеккой Международного центра дифракционных данных (ICDD PDF-2 №00-032-0168) показало их полное совпадение с данными синтезированных образцов.

Образцы ксерогеля, термообработанные при различных температурах с выдержкой 2 ч, были исследованы методом ИК-спектроскопии (рис. 3).

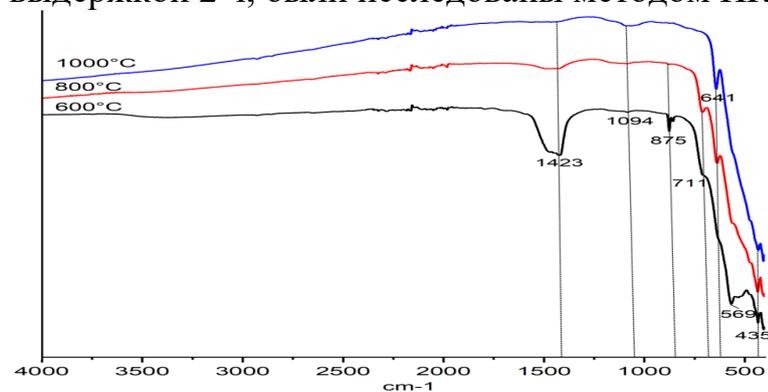
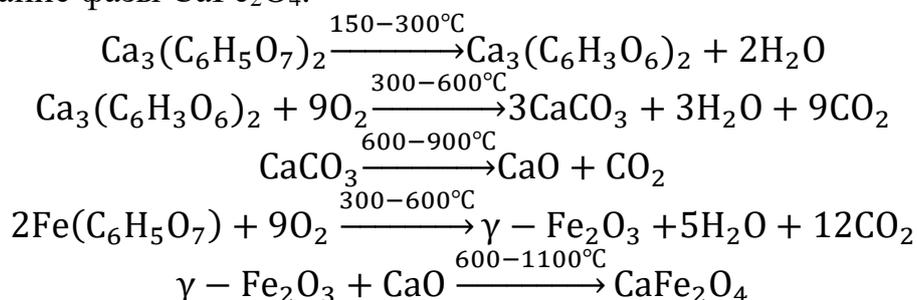


Рис. 3.
ИК-спектры образцов ксерогеля, термообработанных при температурах 600-1100 °С с выдержкой 2 ч

При 600 °С полосы поглощения при 1423 cm^{-1} и 875 cm^{-1} соответствуют асимметричным и деформационным колебаниям карбонатных групп (CO_3^{2-}), что свидетельствует о неполном разложении остаточного CaCO_3 . С повышением температуры интенсивность указанных полос уменьшается и при 1000 °С практически исчезает, что указывает на полное термическое разложение карбонатов. Колебания с частотой 1094 cm^{-1} появляются при 800 °С и усиливаются при 1000 °С, отражая внутренние колебания решетки, связанные с Fe–O связями в структуре CaFe_2O_4 . Кроме того, полосы поглощения в областях 711, 641, 569 и 435 cm^{-1} соответствуют асимметричным и деформационным колебаниям связей Ca–O и Fe–O, подтверждая формирование структуры CaFe_2O_4 . Особенно при 1000 °С

возрастание интенсивности этих полос указывает на полное формирование фазы CaFe_2O_4 с высоким уровнем кристалличности.

ДСК–ТГ, рентгенофазовый и ИК-спектроскопический анализ подтвердили последовательность протекания реакций. Установлено, что в ходе термического разложения цитрата кальция с образованием оксида кальция и его последующего взаимодействия с оксидом железа происходит формирование фазы CaFe_2O_4 :



Изображения образцов ксерогеля, подвергнутых обжигу при различных температурах с выдержкой 2 ч, представлены на рис. 4.



Рис. 4. Изображения образцов ксерогеля, обожжённых при температурах 600-1100 °С с выдержкой 2 часа.

Из приведённых изображений установлено, что при температуре обжига 1000 °С формируется насыщенно-красный пигмент, а при 1100 °С его окраска несколько изменяется в сторону бурого оттенка. На основе анализа цвета и физико-химических характеристик образцов ксерогеля, синтезированных на основе нитратов кальция и железа и обожжённых при различных температурах, определено, что при синтезе пигмента со структурой CaFe_2O_4 оптимальные результаты достигаются при температуре обжига 1000 °С с выдержкой 2 ч.

Таким образом, керамические пигменты со шпинельной структурой были синтезированы золь-гель методом, при этом исследован процесс их структурообразования. А на следующем этапе проведены исследования по синтезу керамических пигментов со шпинельной структурой твёрдофазным методом с заменой чистых реагентов на более доступное и экономичное природное сырьё и производственные отходы. Для этого вместо кальций- и железосодержащих компонентов использовались концентрат, полученный обогащением гематита Кызылташского месторождения, и дефека́т.

В результате исследований выявлено присутствие в гематите SiO_2 , CaO и Al_2O_3 , оказывающих влияние на свойства пигмента состава CaFe_2O_4 . В связи с этим для обогащения гематитового сырья, повышения содержания в нём оксида железа до уровня чистых реагентов и удаления примесей были применены механические методы такие как, промывка и магнитная сепарация. В табл. 2

приведены результаты химического анализа образцов гематита после промывки и магнитной сепарации.

Таблица 2

Химический состав исходных и обогащённых образцов гематита

Наименование образца	Содержание оксидов, мас.%,									ППП, мас.%
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	CuO	ZrO ₂	P ₂ O ₅	
Исходный	22,99	2,80	57,90	0,12	3,25	6,30	0,09	0,46	0,13	5,96
Промытый	17,74	0,11	70,69	0,13	0,68	5,78	0,10	0,50	0,14	4,13
После магнитной сепарации	2,38	0,08	95,78	0,04	0,12	1,26	0,03	0,06	0,01	0,24

После первой стадии обогащения гематита путём промывки, содержание SiO₂, Al₂O₃, MgO и CaO уменьшилось, а доля Fe₂O₃ возросла с 57,90 мас.% до 70,69 мас.%. На следующем этапе, после магнитной сепарации, содержание Fe₂O₃ увеличилось до 95,78 мас.%, приблизившись к уровню чистого реактива. В результате двухступенчатого обогащения количество основных примесных оксидов было сведено к минимуму.

После каждой стадии обогащения образцы подвергались рентгенофазовому анализу. Установлено, что в образце, обогащённом промывкой, дифракционные максимумы, относящиеся к минералу хлориту, полностью исчезли, интенсивность максимумов кварца, кальцита и доломита снизилась, а интенсивность дифракционных максимумов, соответствующих гематиту, маггемиту и магнетиту, возросла.

Кроме того, были проведены рентгенофазовые исследования образцов промытого гематита, выделенных при различной напряжённости магнитной индукции (рис. 5).

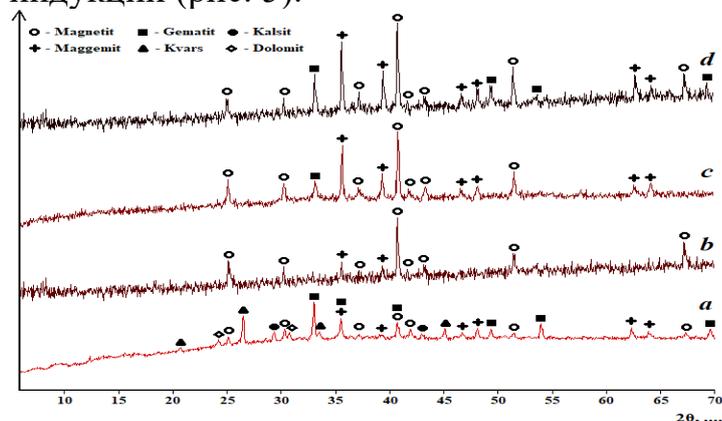


Рис. 5.
Рентгенограммы образцов промытого гематита, выделенных при различной напряжённости магнитной индукции:
а) промытый; б) 0,25 Т; в) 0,35 Т; д) 1 Т

Согласно результатам рентгенофазового анализа, в образце, выделенном при магнитной индукции 0,25 Тл, преобладает фаза магнетита, в меньшем количестве присутствует маггемит и частично гематит. При увеличении магнитной индукции до 0,35 Тл наблюдается рост количества и интенсивности дифракционных максимумов, соответствующих магнетиту и, особенно, маггемиту. При индукции 1 Тл, помимо максимумов магнетита и маггемита, отмечено увеличение количества дифракционных максимумов, принадлежащих гематиту. Это указывает на возможность частичного разделения гематита при высокой магнитной индукции вследствие его парамагнитных свойств.

По результатам проведённых исследований установлено, что обогащение гематита путём промывки и магнитной сепарации приводит к снижению содержания глинистых, карбонатных и других примесей и к существенному увеличению доли Fe_2O_3 . В процессе магнитной сепарации при поэтапном увеличении напряжённости магнитной индукции вначале выделяются ферромагнитные минералы – магнетит и маггемит, а при более высокой индукции частично отделяется парамагнитный минерал гематит. В результате получен гематитовый концентрат, обогащённый до уровня чистого реактива по содержанию Fe_2O_3 , который является перспективным сырьём для синтеза пигментов состава CaFe_2O_4 .

На следующем этапе исследований проведён синтез пигментов со шпинельной структурой твёрдофазным методом на основе обогащённого гематитового концентрата и дефеката. В ходе работы изучено влияние температуры обжига и времени изотермической выдержки на кинетику и механизмы формирования кристаллических фаз, последовательность образования промежуточных оксидных соединений, степень кристалличности и цветостабильность пигмента. На рис. 6 представлены результаты рентгенофазового анализа экспериментальных образцов пигментов, полученных на основе гематитового концентрата и дефеката при обжиге в интервале температур 600-1000 °С с выдержкой 8 часов.

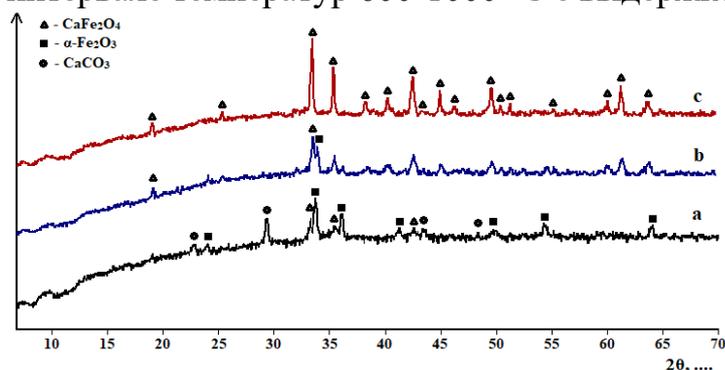


Рис. 6.
Рентгенограммы образцов пигментов, обожжённых при различных температурах с выдержкой 8 часов:
а) 600 °С, б) 800 °С,
в) 1000 °С

Результаты рентгенофазового анализа показали, что при температуре обжига 600 °С дифракционные максимумы, относящиеся к кристаллической фазе CaFe_2O_4 , наблюдаются в небольшом количестве и имеют очень низкую интенсивность. При повышении температуры до 800 °С интенсивность пиков несколько возрастает, тогда как дифракционные максимумы, соответствующие $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, заметно уменьшаются. При 1000 °С интенсивность дифракционных линий, принадлежащих CaFe_2O_4 , достигает максимума вследствие ускоренного процесса кристаллизации. Кроме того, на основании анализа изменений окраски обожжённых образцов и данных рентгенофазового анализа были определены их физико-химические свойства. Установлено, что с повышением температуры обжига параметры элементарной ячейки постепенно уменьшаются, что указывает на уплотнение решётки и формирование более упорядоченной кристаллической структуры.

При синтезе керамических пигментов со структурой CaFe_2O_4 золь-гель методом установлено, что температура 1000 °С и изотермическая выдержка 2 часа являются оптимальными условиями для полного формирования кристаллической фазы. На этой основе исследована зависимость количества образующейся фазы CaFe_2O_4 и размера кристаллитов от температуры обжига

при 2-часовой изотермической выдержке в процессе синтеза пигментов золь-гель и твердофазным методами. Полученные экспериментальные результаты представлены в сравнительном графическом виде на рис. 7.

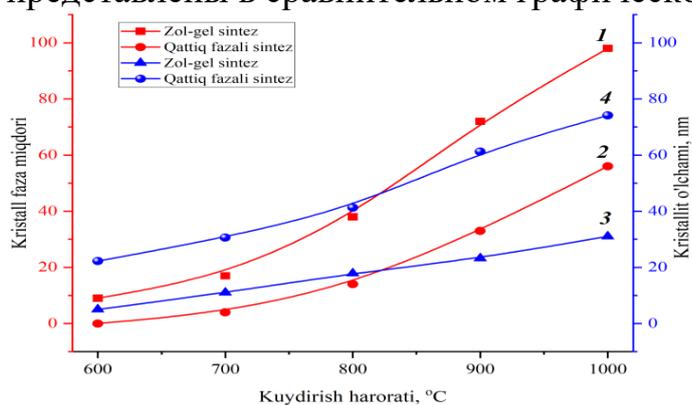


Рис. 7. График зависимости количества образующейся кристаллической фазы CaFe_2O_4 и размера кристаллитов от температуры обжига при синтезе золь-гель и твердофазными методами

Сравнительный анализ графических данных показал, что при обжиге ксерогеля, синтезированного золь-гель методом, с изотермической выдержкой 2 часа кристаллическая фаза CaFe_2O_4 формируется значительно быстрее и полнее, чем при твердофазном синтезе. Установлено, что при температуре 600 °C количество кристаллической фазы в образце, полученном золь-гель методом, составляет около 10 %, тогда как при твердофазном синтезе соответствующая фаза не формируется. Для полного образования кристаллической фазы при золь-гель синтезе достаточно температуры 1000 °C, в то время как при твердофазном методе содержание кристаллической фазы при этой температуре достигает лишь ≈ 58 %. Размер кристаллитов в образцах, обожжённых при данной температуре, также различается. При золь-гель синтезе он составляет около 26 нм, а при твердофазном синтезе увеличивается до 77 нм.

Состав пигмента на основе гематитового концентрата и дефеката был подвергнут обжигу при различных температурах в течение 8 часов. На основании анализа изменения цвета и результатов рентгенофазового анализа определены количество кристаллической фазы, параметры элементарной ячейки и размеры кристаллитов, рассчитанные по уравнению Дебая–Шеррера. Полученные результаты приведены в табл. 3.

В первые 2–4 ч выдержки в фазовом составе образцов были идентифицированы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и CaFe_2O_4 , причём содержание гематита составляло 17–11 %, а кальцийферрита 32–53 %. С увеличением времени выдержки количество фазы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ резко снижалось, через 6 ч оно уменьшилось до 9 %, а через 8 ч составляло лишь 2 %. При увеличении времени выдержки до 10 часов на рентгенограмме не были зафиксированы дифракционные максимумы, соответствующие кристаллической фазе $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, что свидетельствует о полном формировании пигмента, состоящего из фазы CaFe_2O_4 . При этом размер кристаллитов, характерных для CaFe_2O_4 , увеличился с первоначальных 55–63 нм до 81 нм, что подтверждает совершенствование кристаллической решётки с увеличением изотермического времени выдержки. Параметры элементарной ячейки изменялись в пределах: $a=9,24\text{--}10,69 \text{ \AA}$, $b=10,2\text{--}11,0 \text{ \AA}$, $c=3,0\text{--}3,2 \text{ \AA}$. Цветовые характеристики пигментов изменялись соответственно фазовым превращениям. На начальных стадиях наблюдался светло-красный оттенок, а при полном формировании фазы CaFe_2O_4 пигмент приобретал насыщенный тёмно-красный цвет. Установлено, что при температуре 1000 °C и выдержке 8 часов образец приобретает интенсивно-красную окраску, что свидетельствует о возможности получения пигмента с насыщенным красным цветом.

Таблица 3

Физико-химические параметры состава пигмента на основе композиции «гематитовый концентрат – дефекат» при термообработке 1000 °С с различным временем изотермической выдержки

Время выдержки, ч	Формула минерала	Содержание кристаллической фазы, %	Рассчитанный размер кристаллитов, нм	Параметры элементарной ячейки, Å	Цвет образца
2	CaFe ₂ O ₄	32	55,28	a = 9,2459 b = 10,7184 c = 3,0374	
	α-Fe ₂ O ₃	17	57,31	5,0318 13,7227	
4	CaFe ₂ O ₄	53	63,21	a = 9,2431 b = 10,7157 c = 3,0248	
	α-Fe ₂ O ₃	11	64,09	5,0299 13,7203	
6	CaFe ₂ O ₄	76	69,13	a = 9,2405 b = 10,7135 c = 3,0223	
	α-Fe ₂ O ₃	6	70,01	5,0276 13,7181	
8	CaFe ₂ O ₄	98	74,11	a = 9,2384 b = 10,7011 c = 3,0208	
	α-Fe ₂ O ₃	2	76,24	5,0249 13,7163	
10	CaFe ₂ O ₄	100	81,34	a = 9,2371 b = 10,6988 c = 3,0195	
	α-Fe ₂ O ₃	-	-	-	

Проведённые исследования показали, что при синтезе керамических пигментов со структурой CaFe₂O₄ золь-гель метод обеспечивает получение высококачественного продукта, тогда как твёрдофазный метод позволяет достичь экономической эффективности за счёт использования местного сырья и производственных отходов. Вместе с тем при твёрдофазном синтезе керамических пигментов длительная изотермическая выдержка при температуре обжига 1000 °С с точки зрения экономичности и энергосбережения не отвечает современным требованиям. В связи с этим актуальной научно-технологической задачей является получение пигментов с устойчивой окраской и прочной структурой при относительно низких температурах и сокращённом времени изотермической выдержки.

С этой точки зрения, с целью изучения влияния на процессы формирования кристаллических фаз и изменения окраски при синтезе керамического пигмента со структурой CaFe₂O₄ на основе композиции «гематитовый концентрат – дефекат» в состав был введён минерализатор оксид бора.

В состав пигмента на основе гематитового концентрата и дефеката был введён оксид бора (B₂O₃) в количестве до 3 %. Установлено, что при введении 3 % B₂O₃ и обжиге при 1000 °С в течение 4 часов формирование

кристаллической фазы CaFe_2O_4 достигает максимума (рис. 8), при этом образуется насыщенная тёмно-красная окраска пигмента.

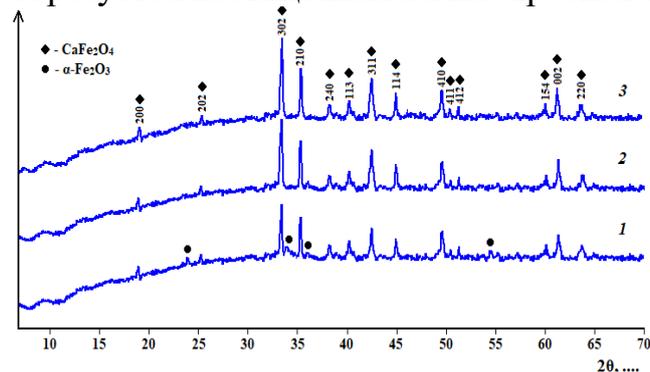


Рис. 8. Рентгенограммы образцов пигмента с добавлением 3 % V_2O_5 , обожжённых при температуре 1000 °С с различным временем изотермической выдержки
1) 2 часа 2) 4 часа 3) 6 часов

Следует отметить, что при введении в состав оксида бора в количестве свыше 3 % дополнительного сокращения времени изотермической выдержки при обжиге при 1000 °С не наблюдалось.

Для сравнения степени кристалличности и размеров частиц керамических пигментов со структурой CaFe_2O_4 , полученных при различных методах синтеза, проведены СЭМ-исследования (рис. 9). Образец, содержащий 3 % V_2O_5 , обожжённый при 1000 °С с изотермической выдержкой 4 ч, сопоставлен с пигментом, синтезированным золь-гель-методом при той же температуре и 2-часовой выдержке.

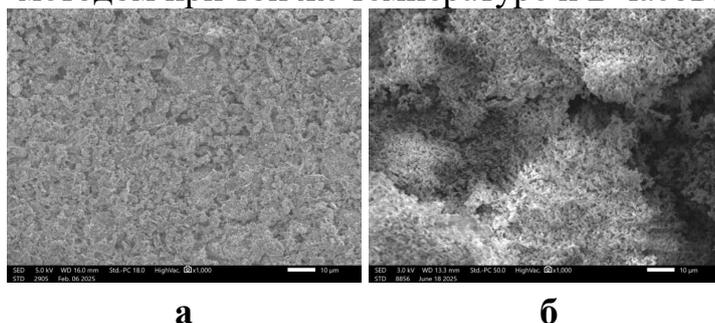


Рис. 9. СЭМ-микроснимки образцов пигментов, синтезированных при 1000°С золь-гель (а) и твёрдофазным (б) методами

При твёрдофазном синтезе керамического пигмента при температуре 1000°С с выдержкой 4 часа и введением 3 мас.% V_2O_5 (рис. 9а) установлено, что частицы имеют сравнительно крупные размеры, наблюдается их частичная агломерация, а межзеренные границы чётко выражены. Напротив, на СЭМ-микроснимках пигмента, синтезированного золь-гель методом при 1000 °С и выдержке 2 часа (рис. 9б), видно, что частицы равномерно распределены, имеют значительно меньшие размеры и более однородную морфологию.

На основе полученных результатов исследований в системе «гематитовый концентрат – дефекат» были построены диаграммы цветообразования и фазовых взаимоотношений (рис. 10).

В составе, содержащем дефекат (СаО) 50 мас.% и гематит 50 мас.%, а также при изменении состава до дефекат 40 мас.% – гематит 60 мас.% в интервале температур обжига 900–1435 °С, выявлено образование минеральных фаз СаО и $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$. При повышении температуры выше 1435 °С установлено формирование СаО и жидкой фазы. Кроме того, в данном диапазоне температур наблюдается изменение цветовых характеристик от светло-красного к тёмно-красному и далее к буровато-чёрному оттенку. В области составов, содержащих СаО 40–27 мас.% и гематит 60–73 мас.%, в интервале температур обжига 900–1200 °С преимущественно фиксируются фазы $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ и $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$. При температуре обжига выше 1200 °С наблюдается образование фаз $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ и

жидкой фазы. В интервале указанных составов в процессе обжига установлено, что при низких температурах образуется насыщенный красный цвет, при приближении к 1200 °С коричнево-красный, а при дальнейшем повышении температуры цвет постепенно переходит в буровато-чёрный оттенок. В области составов от CaO 27 мас.% – гематит 73 мас.% до исходного гематитового концентрата при температурах обжига 900–1170 °С определено наличие фаз CaO·Fe₂O₃ и гематита, а при повышении температуры до 1170–1245 °С формируются фазы CaO·Fe₂O₃, CaO·2Fe₂O₃ и гематит. При температуре обжига выше 1250 °С установлено образование гематита, затем магнетита и жидкой фазы, а при температуре свыше 1550 °С начинается процесс плавления. В данной области с повышением температуры обжига наблюдается постепенное изменение окраски от тёмно-красной при 1200 °С до бурой, а при температурах выше 1300 °С до буро-чёрного оттенка.

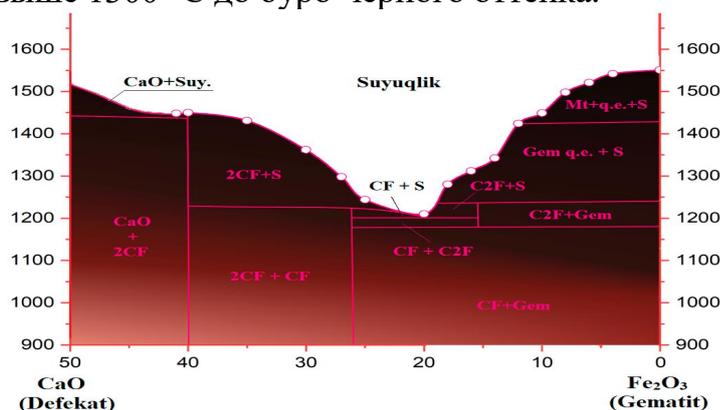


Рисунок 10.
Диаграмма фазовых
взаимоотношений и
цветообразования
системы «гематитовый
концентрат – дефекат».

Таким образом, на основе лабораторных исследований, проведённых в интервале температур обжига 900–1600 °С в системе «гематитовый концентрат-дефекат», была построена диаграмма фазовых взаимоотношений и цветообразования, которая позволяет целенаправленно управлять цветом и фазовым составом пигментов. Это имеет важное значение для производства термостойких керамических материалов с заданными оптическими свойствами.

С целью оценки эффективности и возможностей применения синтезированных пигментов в производственных условиях разработанные составы были испытаны в рамках опытно-промышленных испытаний на совместном предприятии «ART GLOSS GALLERY». В ходе испытаний синтезированные в лабораторных условиях керамические пигменты со шпинельной структурой красного цвета в различных концентрациях вводились в состав глазури и использовались для покрытия поверхности фасадных керамических плиток. Содержание железосодержащего пигмента, его плотность и цвет в составе полученной матовой глазури приведены в табл. 4.

Таблица 4

Содержание красного керамического пигмента в составе опытных глазурей и их цветовые характеристики

Образцы глазури	Содержание красного керамического пигмента, мас.%	Плотность глазури, г/см ³	Цвет
Gl.1	4	1,60	светло-красный
Gl.2	6	1,62	красный
Gl.3	8	1,65	насыщенно-красный
Gl.4	10	1,67	тёмно-красный

Технологические и физико-механические испытания образцов керамических плиток, глазурированных с использованием синтезированных пигментов со шпинельной структурой, проведены в соответствии с действующими стандартами. Установлено, что поверхность обожжённых после глазурирования керамических черепков является гладкой, блестящей и равномерно окрашенной, без пузырей, волнообразных деформаций и других дефектов.

Таким образом, в результате опытно-промышленных испытаний установлено, что разработанные железосодержащие пигменты со шпинельной структурой могут быть использованы в составе глазури при производстве цветных керамических черепков.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Выявлены кинетика и механизм образования кристаллической фазы CaFe_2O_4 со шпинельной структурой и определены её физико-химические свойства при золь-гель и твёрдофазном синтезе в системе «гематитовый концентрат – дефекат» в интервале температур 600–1100 °С.
2. Установлено полное формирование насыщенного тёмно-красного цвета и кристаллической структуры CaFe_2O_4 при синтезе керамического пигмента со шпинельной структурой золь-гель методом с использованием нитратов кальция и железа при температуре обжига 1000 °С с выдержкой 2 часа.
3. Научно обоснованы закономерности изменения функциональной зависимости «состав – структура – дисперсность – свойство» в зависимости от температуры при синтезе керамических пигментов со шпинельной структурой золь-гель методом.
4. Комплексно исследованы химико-минералогический состав и физико-химические свойства гематита месторождения «Кызылтош» и производственного отхода АО «Хоразм Шакар» – дефеката.
5. Установлена возможность повышения содержания Fe_2O_3 в гематитовом концентрате с 65 мас.% до 95,67 мас.% за счёт применения при обогащении гематита месторождения «Кызылтош» методов промывки и магнитной сепарации.
6. Обосновано полное формирование насыщенного тёмно-красного цвета при синтезе керамических пигментов со шпинельной структурой в системе «гематитовый концентрат – дефекат» твёрдофазным методом при температуре обжига 1000 °С и выдержке 8 часов, а при добавлении 3 мас.% V_2O_3 при выдержке 4 часов.
7. Построены диаграммы фазовых взаимоотношений и цветовых изменений в системе «гематитовый концентрат – дефекат» и показаны области цветообразования в зависимости от закономерностей формирования кристаллических фаз соединений $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ и $2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ при термической обработке в интервале температур 900–1600 °С.
8. Обоснованы возможности использования керамических пигментов со шпинельной структурой, синтезированных на основе гематитового концентрата и дефеката с добавлением оксида бора, в составе глазури для различных видов керамических плиток, а также показана возможность применения полученных научных результатов в качестве методического материала при глазурировании керамических изделий.

**ON-TIME SCIENTIFIC COUNCIL ON AWARDING OF SCIENTIFIC
DEGREE DSc.02/05.05.2023.K/T.35.02 AT INSTITUTE OF
GENERAL AND INORGANICAL CHEMISTRY**

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

KHONIMKULOV JAMOLIDDIN ASATULLA UGLI

**SYNTHESIS, PROPERTIES AND FUNCTIONAL CHARACTERISTICS
OF SPINEL STRUCTURED CERAMIC PIGMENTS**

02.00.15 - Technology of silicate and refractory non-metallic materials

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

Tashkent-2025

The dissertation subject of Doctor of Philosophy (PhD) is registered at Supreme Attestation Commission under the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan in number B2025.2.PhD/K1019

The dissertation work was carried out at the Institute of General and Inorganic Chemistry of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (uzbek, russian, english (resume)) on the scientific website page of the Scientific Council www.ionx.uz and on the information of "ZiyoNet" Information and educational portal www.ziyo.net/uz

Scientific supervisor:

Kadyrova Zulaykho Raimovna
doctor of chemical sciences, professor

Official opponents:

Yunusov Mirdjalil Yusupovich
doctor of technical sciences, professor

Daminova Shakhlo Sharipovna
doctor of chemical sciences, professor

Lead organization:

Fergana state technical university

The defense of the thesis will take place «08» January 2026 at 14⁰⁰ hours at a meeting of the DSc Scientific Council DSc.02/05.05.2023K/T.35.02 at the Institute of General and Inorganic Chemistry at the address: (Address: 100170, Tashkent, Mirzo Ulugbek St., 77-a. Tel.: (+99871) 262-56-60; fax: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionx@academy.uz).

The dissertation can be found at the information and resource center of the Institute of General and Inorganic Chemistry (indicated under the number 115). (Address: 100170, Tashkent, Mirzo Ulugbek st., 77-a. Tel.: (99871) 262-56-60; fax: (+99871) 262-79-90, e-mail: ionx@academy.uz).

The abstract of the dissertation was sent out «25» december 2025.
(registry of the mailing protocol No. 115 dated «25» december 2025.



N.H. Usanbaev
Chairman of the one-time scientific council
for the award of an academic degree,
Doctor of Technical Sciences, prof.

J.S. Shukurov
Scientific secretary of the one-time scientific
council for awarding academic degree,
Doctor of Technical Sciences prof.

Sh.S. Namazov
Chairman of a one-time scientific seminar
with a one-time scientific council for the award scientific degree,
doctor of technical Sciences, prof., academician

INTRODUCTION (abstract of PhD dissertation)

The purpose of the research is to synthesize spinel-structured ceramic pigments, to investigate their phase transition processes, properties, and functional characteristics.

The object of the study are domestic raw materials - various chemical reagents, hematite from the Qiziltosh deposit, the industrial by-product “defecate” from JSC Xorazm Shakar, experimental samples of synthesized solid solutions of ceramic pigments and glazed ceramic tiles based on them.

The scientific novelty of the study is as follows:

The kinetics and mechanism of CaFe_2O_4 crystal structure formation in the temperature range of 600–1100 °C were investigated, as well as the physicochemical properties of ceramic pigments synthesized by sol-gel and solid-state methods based on calcium and iron nitrates, as well as hematite concentrate and defecate compositions;

It was established that, by selecting appropriate beneficiation methods for Qiziltosh hematite ore, the Fe_2O_3 content in the hematite concentrate can be increased from 60.52 wt.% to 95.67 wt.%;

The interrelation “composition–structure–dispersion–property” with respect to the synthesis temperature of spinel-structured ceramic pigments obtained by sol-gel and solid-state methods was scientifically substantiated;

It was determined that, in the composition of hematite concentrate and defecate, the synthesis of spinel-structured ceramic pigments by the solid-state method results in the formation of an intense red color and CaFe_2O_4 structure at 1000 °C after 8 hours of calcination, while the introduction of 3 wt.% B_2O_3 enables complete formation at the same temperature within only 4 hours;

Phase relationship and color transformation diagrams of the binary system “hematite concentrate – defecate” were constructed, and the regions of color formation associated with the development of $\text{CaO}\cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, and $2\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ structures during calcination in the range of 900–1600 °C were identified;

The feasibility of using the obtained spinel-structured ceramic pigments in the composition of glazes for various ceramic materials was substantiated.

Implementation of research results. Based on the scientific results obtained from the synthesis and investigation of the properties of spinel-structured ceramic pigments using local raw materials and industrial wastes:

The designed compositions of ceramic pigments, synthesized through sol-gel and solid-state reactions using local raw materials and secondary components, were applied as reference material in the course of research on the budget project “Development of energy- and resource-saving compositions and technologies of functional and silicate materials for construction and technical purposes” (2020–2024) (Reference No. 4/1255-1155 of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, dated May 12, 2025). As a result, it became possible to obtain scientifically substantiated fundamental data on the synthesis of ceramic pigments, phase transition processes, properties, and functional characteristics;

The composition of a ceramic pigment with a spinel structure synthesized on the basis of hematite and defecate for the production of glazed ceramic tiles is included in the “List of promising developments for implementation in 2026-2027” by ART GLOSS GALLERY LLC (Reference by ART GLOSS GALLERY LLC No. 10/II 2025-5 dated April 15, 2025). As a result, it is possible to obtain import-substituting ceramic pigments that meet the requirements.

The structure and volume of the thesis. The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusions, a list of references and applications. The volume of the dissertation is 113 pages.

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

I bo'lim (I часть; part I)

1. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R., Eminov A.A., Khomidov F.G. Hematite ore of the Kyzyltash deposit – a promising raw material for ceramic pigment // Glass and ceramics. 2025. Vol.82. Nos. 7-8. P.299–303. Scopus (3), IF-0,6.
2. Хонимкулов Ж. А., Кодирова З. Р., Хомидов Ф. Г. Исследование химико-минералогического состава гематита кызылташского месторождения для получения пигментов // Узбекский химический журнал, 1-й выпуск, 2025. С.20-24. (02.00.00, №6)
3. Khonimkulov J.A., Khomidov F.G., Kadyrova Z.R., Usmanov H.L., Niyazova Sh.M. Sol-gel synthesis in the CaO-Al₂O₃ system using alumina-containing waste // The USA journals: The american journal of applied sciences. volume 06. 2024. P.7-11. ResearchBib (14), IF-11,70.
4. Khonimkulov J.A., Homidov F.G., Kadyrova Z.R. Synthesis methods and temperature effects on titanite microstructure // Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2024. 3(120). (02.00.00, №2)
5. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R. The importance and chemical-mineralogical analysis of “Osmonsoy” hematite in obtaining pigment // Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2024. 6(123). (02.00.00, №2)
6. Хонимкулов Ж. А., Кадырова З. Р., Хомидов Ф. Г. Применение золь-гель метода в нанотехнологии при синтезе полиоксидных систем щелочноземельных элементов // Узбекский химический журнал, специальный выпуск, 2023, С.28-34. (02.00.00, №6)

II бўлим (II часть; part II)

1. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R., Khomidov F.G. Материалы Международной научно-технической конференции, посвященной 90-летию со дня создания ИОНХ Академии наук Республики Узбекистан и 80-летию со дня создания АН РУз. Ташкент-2023. С.163-165
2. Хонимкулов Ж. А., Хомидов Ф.Г. Кодирова У.А. Низкотемпературный синтез алюмината стронция путем переработки глиноземсодержащих отходов. Химия и химическая технология в XXI веке XXIV Международной науч.прак. конференции студентов и молодых ученых имени выдающихся химиков Л.П. Кулёва и Н.М. Кижнера, посвящённой 85-летию со дня рождения профессора А.В. Кравцова конференции студентов и молодых ученых - Томск 2023, С.183-184.
3. Khonimkulov J.A., Khomidov F.G., Kadyrova Z.R., Toymetov B.Sh. Using sol-gel method for obtaining nanodispersed materials. Материалы Международной научно-технической конференции, посвященной 90-летию со дня создания ИОНХ Академии наук Республики Узбекистан и 80-летию со дня создания АН РУз Ташкент-2023 С.162-163.

4. Хонимкулов Ж.А., Хомидов Ф.Г., Кадырова З.Р. Золь-гель синтез моноалюмината кальция легированным оксидом европия. Седьмая международная конференция стран СНГ золь-гель синтез и исследование неорганических соединений, гибридных функциональных материалов и дисперсных систем «золь-гель 2023» С.125
5. Хонимкулов Ж. А., Кодирова У.А., Хомидов Ф.Г.. Синтез и свойства керамических пигментов со структурой виллемита. Сборник конференции Джиззах-2024. С.524-527.
6. Xonimqulov J.A. Gematitga zol-gel usulida sirkoniy-kremniy kiritish orqali qizil rangli pigment olish. Respublika il.amal konferensiya. Jizzax politexnika instituti. Kompozitsion, korroziyaga qarshi va qurilish materiallarini mahalliy xomashyolar hamda sanoat chiqindilari asosida olishning innovatsion texnologiyalari. Jizzax-2024. B.145-147.
7. Xonimqulov J.A., Qodirova Z.R. Xalqaro ilmiy-amaliy konferensiya, Olmaliq, O‘zbekiston. «Kimyo sanoatining dolzarb muammolari, innovatsion yechimlari va istiqbollari». Olmaliq 2024 y. B.38-39.
8. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R., Khomidov F.G., Kodirova U.A. Zol-gel usulida sintez qilingan shpinel strukturali keramik pigment sintezi va xossalari. Международной научно-технической конференции «Инновационные разработки и перспективы развития химической технологии силикатных и высокотемпературных материалов» посвященная 95-летию лаборатории Химии и химической технологии силикатов ИОНХ АН РУз и 70-летию д.х.н., проф. З.Р.Кадыровой. Ташкент-2025. С.20-21.
9. Khonimkulov J.A., Khomidov F.G., Kodirova U.A., Kadyrova Z.R., Synthesis of blue ceramic pigments using quartz sand and microsilica. Международной научно-технической конференции «Инновационные разработки и перспективы развития химической технологии силикатных и высокотемпературных материалов» посвященная 95-летию лаборатории Химии и химической технологии силикатов ИОНХ АН РУз и 70-летию д.х.н., проф. З.Р.Кадыровой. Ташкент-2025. С.138-139
10. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R., Khomidov F.G. Flotatsiya usuli bilan qiziltosh gematit mineralini boyitish. O‘zbekiston respublikasi oliy ta’lim, fan va innovatsiyalar vazirligi farg‘ona davlat texnika universiteti «kimyoviy texnologiya va mineral resurslardan samarali foydalanish: ilm-fandan amaliyotga» mavzusida xalqaro ilmiy-amaliy anj. Farg‘ona-2025. B.1115-1118.
11. Khonimkulov J.A., Kadyrova Z.R., Khomidov F.G., Kodirova U.A. Prospects for using local raw materials in the production of red ceramic pigment. Международной научно-технической конференции «Инновационные разработки и перспективы развития химической технологии силикатных и высокотемпературных материалов» посвященная 95-летию лаборатории Химии и химической технологии силикатов ИОНХ АН РУз и 70-летию д.х.н., проф. З.Р.Кадыровой. Ташкент-2025. С.138-139

Автореферат «Ўзбекистон кимё» журнали таҳририятида таҳрирдан ўтказилиб, ўзбек, рус ва инглиз тилларидаги матнлар ўзаро мувофиқлаштирилди.

Bosmaxona litsenziyasi:



9338

Bichimi: 84x60 ¹/₁₆. «Times New Roman» garniturası.
Raqamli bosma usulda bosildi.
Shartli bosma tabogʻi: 2,75. Adadi 100 dona. Buyurtma № 28/24.

Guvohnoma № 851684.
«Tipograff» MCHJ bosmaxonasida chop etilgan.
Bosmaxona manzili: 100011, Toshkent sh., Beruniy koʻchasi, 83-uy.