

**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС
ТАЪЛИМ ВАЗИРЛИГИ**

**МИРЗО УЛУҒБЕК НОМИДАГИ ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ
УНИВЕРСИТЕТИ**

Қўлёзма ҳуқуқида

УДК: 546.284-31.547.458.8

ЮЛДАШЕВА НАРГИЗА МУРАТБАЕВНА

**Золь-гель технологияси ёрдамида ДАЦ-кремнезем
нанокомпозицион гибрид материалларини синтез қилиш ва жараён
кинетикасини ўрганиш**

5A14050-Кимё (фан йўналишлари бўйича)

Кимё магистри академик даражасини олиш учун ёзилган

ДИССЕРТАЦИЯ

Иш қўрилди ва ҳимоя

қилишга рухсат берилди:

“Физикавий ва коллоид кимё”

кафедраси мудири к.х.н. Холиқов А.Ж.

“ “ 2014 й.

Илмий раҳбар

к.х.н. Юнусов Ф.У

Тошкент-2014 й.

**МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ
УЗБЕКИСТАН**

НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА

имени МИРЗО УЛУГБЕКА

На правах рукописи

УДК 546.284-31.547.458.8

ЮЛДАШЕВА НАРГИЗА МУРАТБАЕВНА

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ПРОЦЕССА ДАЦ-
КРЕМНЕЗЕМНОГО НАНОКОМПОЗИЦИОННОГО ГИБРИДНОГО
МАТЕРИАЛА С ПОМОЩЬЮ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ**

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание академической степени магистра

5A140501-Химия

**Научный руководитель:
к.х.н. Юнусов Ф.У**

Мундарижа

	КИРИШ.....	4
Бўлим 1.	Гибрид нанокмпозицион материалларнинг замонавий ҳолати ва истиқболлари (Шарҳ).....	8
1.1	Золь-гель жараён	8
1.2	Гибридли нанокмпозицион материаллар	13
1.3	Целлюлоза ва унинг эфирлари.....	16
Бўлим 2	Методик қисм. Намуналар характеристикаси, ўрганиш усуллари.....	24
2.1	Объектларни танлашдан мақсад.....	24
2.2	Реактивлар	25
2.3	Жиҳозлар.....	25
2.4	Бошланғич реагентларни тайёрлаш ва мақсадли маҳсулотларни олиш методикаси.....	25
2.5	Гибрид материалларни ўрганиш методикаси	27
Бўлим 3	Тадқиқот натижалари. Гибрид Диацетатцеллюлоза кремнеземли нанокмпозицион материални структураларини ва ҳоссаларини ўрганиш.....	30
3.1	Золь-гель усулида гибрид Диацетатцеллюлоза кремнеземли нанокмпозицион материални олиш ва жараёни кинетикасини ўрганиш.....	30
3.2	Нанокмпозицион материалларни ИК спектроскопияси методи ёрдамида ўрганиш.....	36
3.3	Нанокмпозицион гибрид материалларини термик анализ методи ёрдамида ўрганиш.....	50
3.4	Нанокмпозицион гибрид материалларини ретгенофазовий анализ методи ёрдамида ўрганиш.....	58
	Хулоса	71

Кириш

Сўнгги йилларда функционал органик-ноорганик гибрид материалларга бўлган қизиқиш уларни турли соҳаларда, хусусан, оптика, микроэлектроника, катализ, тиббий технология, хроматография каби соҳаларда ишлатишнинг истиқболлари билан боғлиқ. Ҳозирги кунда ОНГ композицион материалларни яратиш, ўрганиш ва ишлатиш муаммолари материалшуносликда энг долзарб муаммолардан бири ҳисобланади. Золь-гель усулида олинадиган ОНГ материаллар нанокomпозицион материалларга киради. Улар ҳақидаги фан сўнгги йилларда билимнинг полимерлар кимёси, коллоид кимё, ультрадисперс системаларни физик-кимёси, материалшунослик ҳақидаги турли соҳалари кесишиш нуқтасида пайдо бўлди. Бундай материалларни белгилаш учун адабиётларда кўпинча «гибрид нанокomпозитлар», «наногибридлар», «наноструктурали композитлар» терминлари ишлатилади. Наногибридларнинг характерли томони, уларнинг структура элементларини, органик ва ноорганик ингредиентларнинг тўрлари ва катламлари орасидаги масофани нанометрли ўлчамидадир. Одатда, улар бошланғич компонентлар хоссаларини синергизмни намоён қилади ва ўзига хос физик-кимёвий, термодинамик, реологик ва оптик хоссаларига эга, бу улардан амалиётда фойдаланиш учун қизиқиш пайдо бўлишига олиб келади. [1-3].

Бошқариладиган структурага эга нанокomпозитларнинг янги авлодини яратиш билан юқори самарадор сорбцион материалларни, катализаторларни, филтрлар ва бошқа конструкцион матрицалардан янги материалларни олиш имконини беради. Бундай материалларга мисол тариқасида полимер-кремнезем гибридлар хизмат қилиши мумкин. Бундай материаллар хроматографиянинг турли кўринишларида, гемо ва энтеросорбентлар, катализаторлар, биосенсорлар, оптик материаллар, мембраналар, плёнкалар учун сорбентлар сифатида ишлатилиши мумкин [4-5].

Уларни синтез қилиш учун золь-гель жараён универсал усул ҳисобланади, унинг ичига бир вақтнинг ўзида гидролиз ва кремний алкоксидларини полимерладиган бирикмалар ёки полимер эритмалар иштирокида конденсатланиш реакциялари киради. Улар нанокомпозицион материалларга хос бўлган хоссали органик ва ноорганик полимерларнинг структураси ва хоссаларига эга бўлиши мумкин. Шу муносабат билан сўнгги йилларда бундай материалларни синтез қилиш муаммоларига катта қизиқиш пайдо бўлмоқда.

Ишнинг долзарблиги. Табиий полимерлар асосида ажойиб хоссаларга эга бўлган наноматериаллар олишда қўлланиладиган золь-гель технологияга бўлган қизиқиш, уларни анъанавий усулда олиш анчагина мураккаблиги билан тушунтирилади. Шунинг учун янги физик-кимёвий хоссалар комплексига ва структурали хусусиятларга эга бўлган нанокомпозит материалларни яратиш, сорбция, катализ, оптика, электроника билан боғлиқ кўпгина амалий вазифаларни ечишда долзарб муаммо ҳисобланади. Органик полимер фаза сифатида табиий юқори молекуляр бирикмаларни, хусусан полисахаридларни, целлюлоза ва унинг эфирларини ишлатиш ўзига хос эътиборга лойиқ.

Пахта целлюлозаси ҳар йили янгиланадиган табиий ресурс бўлиб, замонавий технологиялар учун маҳаллий нанокомпозицион материалларни (мембрана, сорбцион материаллар, толалар) яратиш муаммосига долзарблик тусини беради.

Ишнинг мақсади. Тетраэтоксисилан (ТЭОС), диацетатацеллюлоза (ДАЦ), сирка кислотаси ва мочевина асосида диацетатцеллюлозанинг кремнеземли нанокомпозицион гибрид материални бир реакторли золь-гель жараёнини ўрганиш ва уларни хоссаларини тадқиқ қилиш, шунингдек, мочевина иштирокида золь-гель жараёнининг гелланиш кинетикасини ўрганиш.

Тадқиқот мақсади.

- Бошланғич моддаларни ҳар хил нисбатларда охирги маҳсулот ҳосил бўлишининг бир реактивли золь-гель жараёнини ўрганиш;
- Золь-гель жараёни кинетикасини ўрганиш ва мақсадли маҳсулот олишнинг оптимал режимини топиш;
- Ҳар хил таркибдаги диацетатцеллюлозанинг кремнеземли гибрид нанокомпозицион материални синтез қилиш;
- Синтез қилинган диацетатцеллюлозанинг кремнезем материални рентгенофазовий, термик анализ ва ИҚ спектроскопия методлари ёрдамида ўрганиш.

Тадқиқот объекти ва предмети. Тадқиқод объекти ТЭОС, ДАЦ, сирка кислотаси ва мочевина асосида диацетатцеллюлозанинг кремнеземли нанокомпозицион материалдир.

Тадқиқод предмети синтез қилинган гибрид материалнинг жараён кинетикасини ва хоссаларини ўрганиш бўлиб ҳисобланади.

Тадқиқот услубияти ва услублари. Наногибрид композицион материалларни олишда тетраэтоксисилан (ТЭОС) нинг кондинсацияси йўли билан силикагель олишнинг золь-гель усулидан фойдаланилди. У бир қанча кетма-кет ва паралел борадиган гидролиз, конденсация ва поликонденсация реакциялари билан боради.

Ишнинг илмий янгилиги шундаки, сирка кислотасида эритилган ТЭОС, ДАЦ, ва мочевина бошланғич реагентлардан ташкил топган реакция системада биринчи марта золь-гель амалга оширилди ва янги диацетатцеллюлозанинг кремнеземли нанокомпозицион гибрид материали олинди. Синтез қилинган нанокомпозицион материални физик-кимёвий хоссалари ўрганилди.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти ва тадбиқи. Золь-гель жараёнида олинган гидридлар турли хил фойдали хоссаларга эга. Масалан, селективлик адсорбция. Уларни турли соҳаларда, катализ, сорбция, тиббий

технология, хроматография каби соҳаларда ишлатишнинг истиқболлари билан боғлиқ.

Иш тузилиши ва таркиби. Магистрлик диссертацияси 3 та боб; адабиётлар шарҳи, тажриба қисм ва хулоса ҳамда жадваллар, расмлар, графиклардан иборат

Бажарилган ишнинг асосий натижалари. Биринчи марта диацетаткремнеземмочевина нанокомпозицион гибрид материали олинди. Синтез жараёнида гелъ ҳосил бўлишининг кинетикаси ўрганилди ва оптимал шароит топилди. Синтез қилинган материални рентгенофазовий, термик анализ ва ИҚ спектроскопия методлари ёрдамида физик-кимёвий хоссалари ўрганилди.

1-БЎЛИМ. ГИБРИД НАНОКОМПОЗИЦИОН МАТЕРИАЛЛАРНИНГ ЗАМОНАВИЙ ҲОЛАТИ ВА ИСТИҚБОЛЛАРИ (Шарҳ)

1.1. Золь-гель жараён

Замонавий материалшуносликда гибрид тушунчаси структурали моддаларнинг турли соҳаларида мавжуддир. Микрон ва нанометрли ўлчамларга эга бўлган материаллар гуруҳига гибрид боғловчилар, гибрид полимер-ноорганик нанокмпозитлар, органик-ноорганик гибрид системалар киради [17-18].

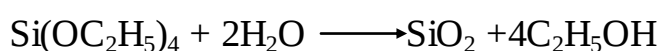
Шу ўринда таъкидлаб ўтиш жоизки, «гибрид» ва нанокомпозит тушунчалари бир биридан фарқ қилади. Улар ўзаро дисперс заррачаларнинг размери билан фарқланади. Нанокомпозит – гетероген материал бўлиб, органик полимерлар ва неорганик материалларнинг аралашishi натижасида олинади. Унинг ўлчами 100 нм дан катта бўлади. Гибрид эса гомоген материал бўлиб, органик полимерлар(ёки полимерланувчи мономерлар) ва неорганик перекурсорларнинг молекуляр даражада таъсирлашishi жараёнида ҳосил бўлади. Унинг ўлчами эса 100 нм дан кичик бўлади. Баъзи адабиётларда эса булар орасида кескин фарқ мавжуд эмас деб таъкидланган[43].

Замонавий материалшуносликнинг муҳим йўналишларидан бири берилган характеристикаларга эга бўлган наноматериалларни олиш ва улар асосида функционал наноматериаллар яратиш муаммолари билан боғлиқ. Бу муаммони ечиш учун кимёвий инерт матрицага киритилган заррачаларни, яъни нанокомпозит материалларни олиш билан боғлиқ бўлган ёндашувлар кенг ишлатилади.

Кўп ҳолларда матрица сифатида турли ғовак материаллар ишлатилади, ғовакларнинг ўлчамлари нанометрли диапазонда ётади. Бу ғовакларга турли бирикмаларни киритиш мумкин, кимёвий модификациядан кейин изланаётган материалнинг заррачаларини олиш мумкин, уларнинг ўлчами ва шакли матрица ғовакларини шаклини қайтаради, унинг деворлари эса уларни агрегациясини олдини олади ва ташқи муҳит таъсиридан ҳимоя қилади[21].

Золь-гель усулида наногибрид материалларни синтез қилиш мумкин. Золь-гель усулининг ўзига хос томони шундаки, модифицирлаш билан

биргаликда материалнинг ғовак структурасини шаклланиши содир бўлади. Золь-гель жараёнини нисбатан паст температурада олиб бориш, эритувчининг катализаторлик вазифасини бажара олиш, жараёнга ҳар хил қўшимчаларни қўша олиш, шунингдек, плёнка, моноклит, толалар, кукунлар шаклидаги мақсадли маҳсулотлар олиш мумкинлиги билан афзалдир. Бундан ташқари, золь-гель усули экологик жиҳатдан хавфсиз ва чиқиндисиздир. Гибрид полимер ноорганик нанокомпозицион материалларни золь-гель усули керамика соҳасидаги замонавий мувоффақиятларига асосланган. У органометалл бирикмаларни гидролизи йўли билан керамик типдаги материалларни ҳосил бўлишига асосланган. Бу усулга золь-гель номини қўлланилишига сабаб, бу синтезларнинг баъзиларида золь деб аталадиган заррачаларнинг дисперсияси продуцирланади, бу заррачалар эса гелларга агрегация бўлиши мумкин. Бу типдаги муҳим реакция тетраэтоксисиланнинг каталитик гидролизини ўз ичига олади:

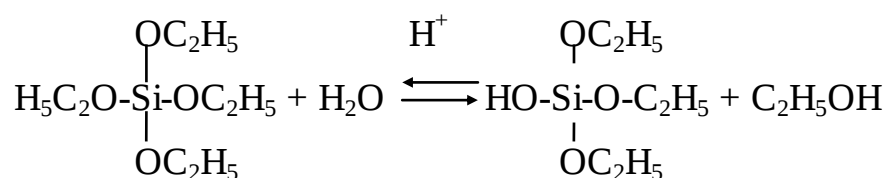


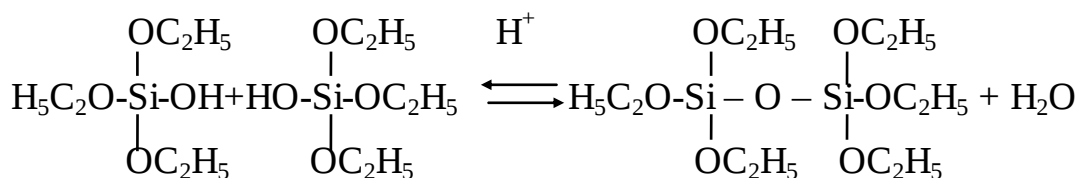
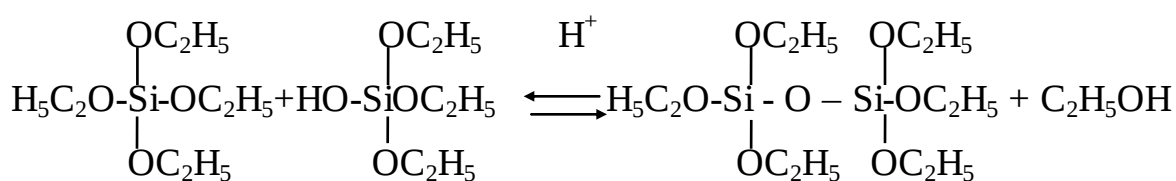
У гидролитик поликонденсация натижасида кремнеземли тўр ҳосил қилади.

Золь асосида композицион материаллар олиш жараёни бир неча босқичлардан иборат бўлади:

Босқич 1. Мономер кремний бирикмасининг гидролизи. Мономер эритмаси кремний кислотасининг мураккаб эфирлари, гологенидлари ёки неорганик тузлар ишқорий метал силикатларини гидролиз қилиш билан олиниши мумкин. Айниқса, $\text{Si}(\text{OR})_4$ га ўхшаш кремний кислотасининг суюқ алкил ҳосилалари кўп қўлланилади.

Гидролиз ва поликонденсация реакциялари натижасида золь ҳосил бўлади.





Босқич 2. Шаклга кириш. Золь шаклга қуйилади. Материал зич шаклда адгезияни камайтириш (ёки кўпайтириш) мақсадида ўзига қулай шаклни танлайди.

Босқич 3. Гель ҳосил бўлиши. Гель ҳосил бўлишидан олдин қовушқоқлиги ортади. Гидролиз маҳсулотлари (сув, спирт, туз) гелнинг уч ўлчамли фазовий структурасида қолади. Жараёнинг олдинги қовушқоқлик хоссаси сақланиб қолган босқичларида гелдан асосий толали маҳсулотларни шакиллантириш мумкин.

Босқич 4. Гелнинг етилиши. Бу босқич кимёвий поликонденсация реакциясининг давом этиши натижасида сувнинг ажралиши, гел структурасининг зичлашиши-синеризис юз беради. Етарлича мустаҳкам структуралар шакиллангунча гелнинг етилиши кузатилади.

Босқич 5. Қуритиш-гелнинг фазовий структурасидан суюқликларни йўқотилиши.

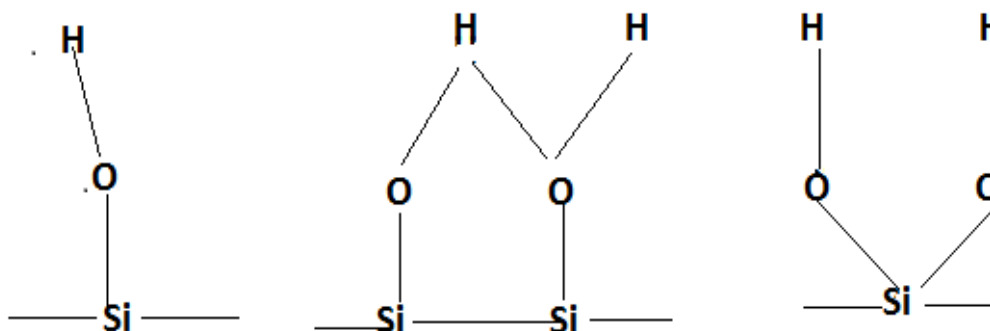
Композицион материалларни олишда бундай типдаги реакцияларни амалга ошириш одатда ноорганик фаза билан боғланишни яхшилаш учун функционал гуруҳлардан ташкил топган органик-полимер молекулалари иштирокида боради[17].

Даслаб «нанокомпозитлар» термини 1970 –йилда Ченбом томонидан таклиф қилинди[16-17]. Аноорганик бирикмалар сифатида кремний оксид,

алюминий, титан, цирконий, ванадий, молибден, металл фосфатлари ва халкогинидлари ишлатилади[18].

Кремнезем нанозаррачаларини ҳосил қилиш усуллари.

Кремнезем нанозаррачаларининг ҳосил бўлиши учун 2 турдаги усул ривожланган: золь-гель метод ва микроэмулсия методи. 1968 йил Штобер ва Финк этанол иштирокида ТЭОС нинг сувли эритмасини гидролизи ёрдамида монодисперс сферик кремнезм заррачаларини синтез қилишнинг оддий усулини маълум этди [19-20]. Бу усул аввалроқ Колбе томонидан кузатилган эди. Реагентлар концентрациясини ўзгартириш орқали олинган аморф кремнезем сфераларининг ўлчами 10 нм дан 2µм гача бўлади. Бу Штобер усули кейинчалик бошқа олимлар томонидан ривожлантирилди ва монодисперс кремнезем заррачаларини синтез қилиш учун энг оддий ва самарали йўналиш эканлиги исботланди. 1990 йил тескари микроэмулсияда ТЭОС нинг гидролизини назорат қилиш орқали наноўлчамли ва монодисперс кремнезем заррачалари тайёрланди. Микроэмулсия усули ҳам кремнезем нанозаррачаларини синтез қилишда кенг қўлланилади. [35-36]. Нанокремнезем структураси уч хил тўрларни ҳосил қилади. Кремнезем юзасидаги бу тўрларни силанол ва силоксан гуруҳлари пайдо қилади ва заррачаларни гидрофил табиатини таъминлайди. Кремнезем юзасидаги силанол гуруҳлари уч хил турда бўлади: озод ёки ажратилган силаноллар (1), водород боғли ёки вицинал силаноллар (2) ва геминал силаноллар (3) .



Расм 1. Уч турдаги юза силанол гуруҳларининг схематик намойиши

Силанол гуруҳлари мавжуд бўлган ҳолларда золь олишнинг асосий кимёвий жараёни бу поликонденсация реакцияларидир. Гель ҳоссаларига ва охирги маҳсулотлар структурасига таъсир қилувчи поликонденсация реакциясининг кинетикаси чин эритманинг золга ўтишдаги фазалараро сирт ҳосил бўлиши билан бошқарилади[18].

Айлернинг умумий хулосаларига кўра кремний кислотасининг сувли эритмасидаги поликонденсация реакциялари экспериментал жиҳатдан ўрганиш 1973 йилгача бажарилган. Унинг оқими золь хоссаларига боғлиқ бўлиб, заррачаларни ҳосил бўлиши ва ўсишини таъминлайди. Кремнезем гидролизини лиофил системаларига ўхшаш асосий хусусияти – гель ҳосил бўлиш қобилиятидир. Гель ҳосил бўлиш бу эркин дисперс системадан боғланган дисперс системага ўтишидир[20].

Кремний кислотасининг поликонденсациясини ўрганиш ҳақидаги тасаввурлар турли хил методлар жумладан, криоскопия [20], вискозиметрия [16-17], ядро-магнит резонанси [18-19], гель хроматографияси [26-21] ва бошқалар ёрдамида олинган экспериментал маълумотларга асосланган.

Золь-гель технология дисперс системеларнинг хоссаларини кенг доирада реалогик ўзгариши, жараённинг дастлабки босқичида материалларни микроструктурасини тартибга солиш, олинаётган материалларни гамогенлаштириш ва чиқаётган материалларни юқори тезлигини таъминлаш, юмшоқ шароит (хона температураси, оддий атмосфера босими) да синтезни амалга оширилиши, бир реакторли синтез, ҳамма реагентлар учун ягона эритувчининг мавжудлиги каби афзалликлари билан материаллар олишнинг анаънавий методларидан ажралиб туради[22]. Золь-гель жараёнининг ўзига хос ютуқлари ва камчиликлари қуйидагилардан иборат. Золь - Гель жараёни:

1. Ютуқлари:

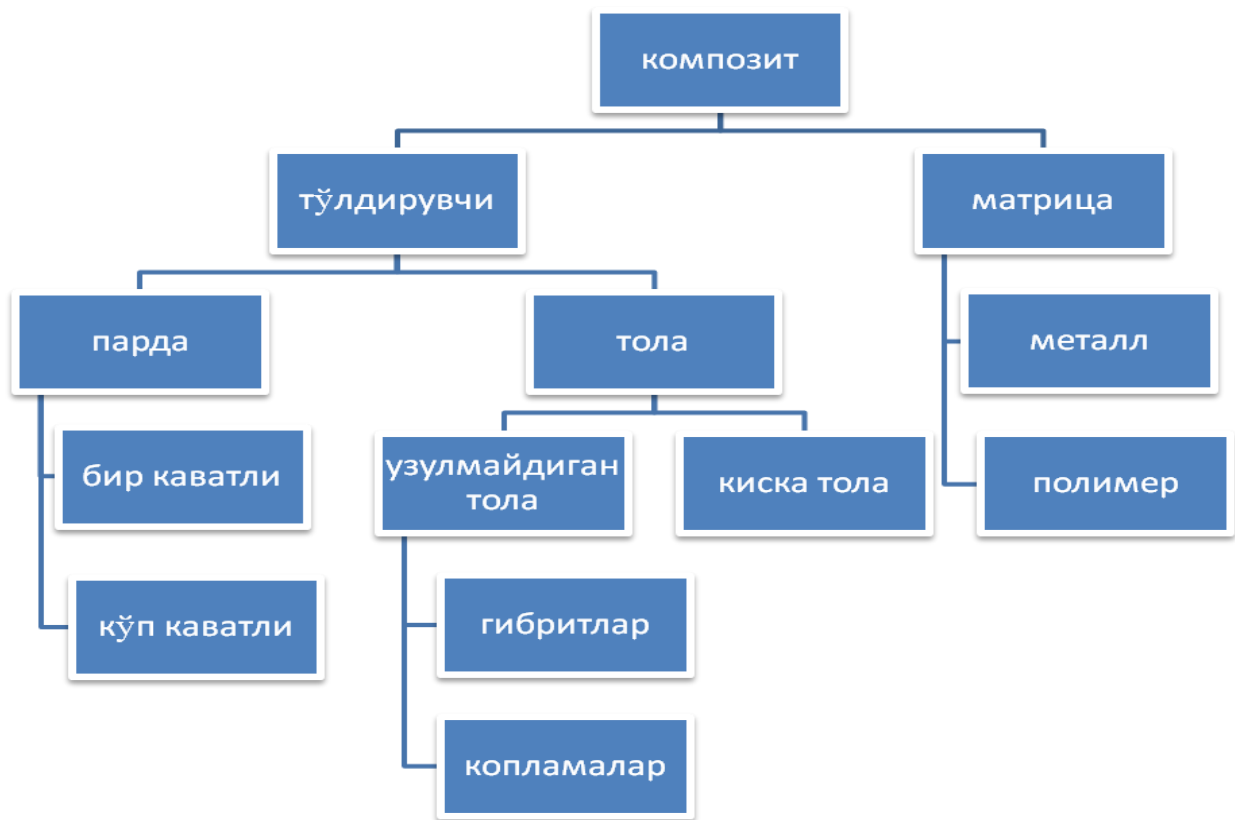
- Бир босқичли;
- Юмшоқ шароитли синтез;
- Кўп компонентли системалардан фойдаланиш имконияти;
- Юқори функционал гуруҳлар тутишидаги муваффақиятга эришиш;
- Ривожланган ғовак структурали ксерогель синтези;
- Барча реагентлар учун ягона эритувчи мавжудлиги;
- Юқори тозалик;
- Янги материаллар.

2. Камчиликлари:

- Кўп миқдордаги ҳажмий функционал гуруҳлар тутган ғовак материалар синтезидаги муаммолар;
- Бис (триалкокси) силанлардан фойдаланган ҳолда гел қариш вақтининг кўплиги;
- Қоплама юзасидаги гидролитик барқорорлик билан боғлиқ муаммолар;
- Адсорбентни механик хоссалари билан боғлиқ муаммолар.

1.2. Гибридли нанокомпозицион материаллар

Нанокомпозит материалларнинг шаклланишида тўрлар ва қаватлар, полимер ва ажралмас аорганик қисмлар ўртасида ўсиш кузатилади, шу билан бир қаторда металл сақловчилар нанометр ўлчамдаги заррачаларни ҳосил қилади [37-38-39].



Гибрид нанокомпозитлари худди дастлабки компонентлар каби синергизм хоссаларини намоён қилади, улар юқори механик мустаҳкамлиги ва термостабиллик жиҳатдан фарқланади.

Металлматрицали композитларда енгил металарнинг мустаҳкамлиги кучаяди.

Композицион материаллар турли хоссаларга эга бўлган компонентлар аралашмасидан олинадиган сунъий материаллардир. Компонентлардан бири матрица (асос) бўлса, бошқаси мустаҳкамловчи (тола, заррачалар) ҳисобланади. Матрица сифатида полимер, металл, керамика ва углеродли материаллар ишлатилади. Мустаҳкамловчи вазифасини шиша, бор, углерод толалари, органик тола, ипсимон кристаллар (карбитлар, боритлар, нитритлар ва ҳоказолар) нинг толалари ҳамда мустаҳкамлиги ва бирлиги

юқори бўлган металл симлар ўйнайди. Композитцияни тузишда уни ташкил этувчиларнинг индивидуал хоссаларидан самарали фойдаланилади. Композицион материалларининг хоссалари компонентлар таркиби, уларнинг миқдори ва улар орасидаги алоқаларнинг мустаҳкамлигига боғлиқ. Компонентларнинг ҳажмий миқдорини ўзгартириб, ишлатилишига қараб, керакли мустаҳкамлик, оловга чидамлилиги, модулга эга бўлган материал ёки зарур махсус хоссаларга эга бўлган композит олиш мумкин.

Композитцион материалдаги мустаҳкамловчининг ҳажми 20-80% ни ташкил этади. Матрицанинг хоссалари сиқилиш ва силжишда композицион материалнинг мустаҳкамлигини белгилайди.

Органик-ноорганик полимер гибридларини ўрганиш ҳозирги кунда ривожланаётган соҳалардан биридир. Шундай материалларни хоссаларини (қаттиқлик, эгилувчанлик ва ўзгарувчанлик) ўрганиш билан ноорганик хусусиятларини (қаттиқлик, кимёвий чидамлилиқ) бирлаштиришга имконият яратди.

Гибрид композитларнинг классификацияланиши асосида фазалараро компонентларни ўзаро таъсир тури ётади. Нанокompозитлар микроструктураларида аниқланган. Ван-дер-Вальс кучлари, водород боғлари ёки гидрофоб-гидрофиль каби ўзаро таъсирлар маълум [28-29]. Бу жараён оптимал белги бўйича ўзида полимер муҳитида наноўлчамли тўлдирувчиларнинг гомоген шаклланишини намоён қилади.

Золлар юқори энергияли сирт туфайли термодинамик беқарор системадир. Уларни барқарорлаштириш учун махсус усуллар мавжуд. Масалан: системанинг рН қийматини ошириш. Золь-гель усулида наноўлчамли ёки бошқа турли заррачаларни ва уларнинг бошланғич моддаларини барқарорлаштириш золнинг сиртидаги махсус наномер молекулаларида адсорбция ҳисобига содир бўлади.

Золь-гель методи ёрдамида яратилаётган материалларнинг полимер матрицаси ичидаги минерал зоналарни модификация қилиш янги

хусусиятларга эга бўлган органик-ноорганик гибрид материалларни тайёрлашда қўллаб келинмоқда. Бу усулдан фойдаланиш натижасида дисперслиги катта бўлган анорганик компонентларнинг фазасини органик полимер матричасида ўстириш мумкин, баъзан бу таъсирлар молекула даражасида бўлади.

Органик ва полимер компонентлари ўртасидаги ўзаро таъсирланиш типига қараб бундай органик-ноорганик материаллар 2 та асосий синфга бўлинади. Биринчи синфга кучсиз Ван-дер-Ваальс таъсирлашув, водород боғланиш ёки гидрофилъ-гидрофоб ўзаро таъсирлашувлар ҳисобига шаклланадиган микроструктуралар ва нанокомпозитлар киради. Иккинчи синф вакиллари эса органик ва ноорганик компонентларининг кучли ковалент ёки ион кимёвий боғлари орқали боғланган нанокомпозитлар ташкил этади.

Органик компонентлар сифатида синтетик ва табиий полимерлар ишлатилади. Сўнгги йилларда, айниқса, табиий полимерларга бўлган қизиқиш, шу жумладан, целлюлоза, хитин, хитозан ва бошқа полимерларга бўлган талаб янада юқори.

1.3. Целлюлоза ва унинг эфирлари

Асосий эътибор органик полимер фаза сифатида табиий юқори молекуляр бирикмалар, хусусан, полисахарид-целлюлоза ва унинг эфирларидан (ацетатлари) фойдаланишга қаратилмоқда.

Пахта целлюлозаси ҳар йили Республикамизда қайта янгиладиган табиий ресурс ҳисобланади ва замонавий технологиялар учун ўзимизда ишлаб чиқариладиган нанокомпозицион материаллар яратиш муаммосини ечишга ёрдам беради.

Целлюлоза ҳар қандай ўсимлик материалларининг асосини ташкил этувчи компонент ҳисобланади. Целлюлоза бир-бирлари билан β -(1→4)-

глюкозид боғлари билан боғланган D-глюкозалардан ташкил топган. У сувда эримайдиган полимер ҳисобланади. Водород боғларининг кўплиги ва уларнинг тузилиш характери аморф қисм билан алмашиб турган кристалл қисмлари пайдо бўлишини белгилайди.

Целлюлоза ҳосилаларининг хоссаларини йўналтирилган ўзгартиришга бўлган тенденция, янги наноструктурланган композицион материалларни пайдо бўлишига олиб келди. Шу муносабат билан, иккиламчи целлюлозадан ташкил топган гибридланган наноструктурланган композитни ишлаб чиқиш ўзига хос қизиқишни келтириб чиқаради.

Целлюлоза муҳим ва кенг тарқалган табиий юқори молекуляр бирикма ҳисобланади. Целлюлозадан ва унинг турли ҳосилаларидан олинадиган материалларнинг чегараланмаган хомашё базаси, нархининг пастлиги. Саноат соҳаларининг ривожланишини белгилаб берадиган кўпгина муҳим омилларга барқарор хомашё ҳисобланади. Пахта ва тахта целлюлозаси қоғоз ва картон тайёрлаш учун, сунъий тола, баъзи бир пластмассалар ва лаклар, нефть, текстил, озиқ-овқат, фармацевтика ва бошқа соҳалар учун эмульгаторлар ва қотирувчилар ишлатилади[29-30]. Целлюлоза толалари ўсимлик тўқималарида механик мустаҳкамликни таъминлаб беради, шунинг учун айнан табиат “композитлар 2” деб аталувчи материалларни биринчи бор яратган. Целлюлозадан кенг фойдаланиш имкониятлари бу табиий полимерни кимёвий тузилиши, структураси ва хоссаларини ўзига хос хусусиятлари билан аниқланади[31].

Целлюлоза эфирлари саноатда ацетат толалар олишда, ёнмайдиган киноплёнка ва қоғоз олиш учун. Пластмассалар, лаклар олиш учун ишлатилади. Целлюлоза ацетатлари асосида олинган маҳсулотлар юқори механик мустаҳкамликка ва яхши ташқи кўринишга эга. Целлюлоза ацетатларининг алангаланиш температураси 445°C , ёнганда у ёнадиган томчилар ҳосил қилади. Целлюлоза ацетатларидан олинган пластиклар целлюлоиддан камфораси йўқлиги билан, иссиққа чидамлилиги, кам ёниши

билан фарқ қилади. Целлюлоза ацетатидан олинган пленкалар сувга нисбатан барқарор. Уларни фото, кинопленка, шишаланиш учун материал сифатида ишлатилади [29].

Целлюлоза эфирларини уларни маҳсулотларга қайта ишлаш ва амалий фойдаланиш соҳалари билан боғлиқ бўлган муҳим характеристикаларидан бири, уларнинг эрувчанлигидир. Айнан целлюлозанинг ксантогенати эритмаларини қайта ишлаш билан вискоза толалари олинади, целлюлоза ацетатлари эритмаларини қайта ишлаш билан, диацетат ва триацетат толаларини қайта ишлаб кино ва фотопленкалар олинади.

Целлюлоза эфирлари асосидаги пластификаторлар тутган композицияларни қайта ишлаш (ацетатлар, ацетобутиратлар ва целлюлоза нитратлари, этилцеллюлоза), эфироцеллюлоза пластмассаларини олиш технологиясида ишлатилади. Целлюлозанинг сувда эрийдиган эфирлари (метил, карбоксиметилцеллюлоза, метилгидроксиэтил, метилгидроксипропил целлюлоза) сувли эритмаларнинг ва дисперсияларнинг қовушқоқлигини бошқариб турадиган моддалар сифатида ишлатилади. Қурилиш индустриясида, тиббиётда ва озиқ-овқат саноатида мазлар, кремлар, тиш пастаси, музқаймоқ, мева соклари, синтетик ювувчи воситалар тайёрлашда ишлатилади [29-30].

Целлюлоза эфирларини эритувчи кислоталилигига боғлиқлиги қизик ҳол. Бу хосса фармацевтикада таблеткаларни қоплашда кенг ишлатилади. Целлюлоза эфирини осон эриши мустаҳкам ва шаффоф плёнка олиш имконини беради, у кислотали шароитда эримайди, лекин сувли эритмаларда эрийди. Бу плёнка кислотали шароитда беқарор бўлган дориларни фаоллигини ва шароити ишқорий бўлган ичакда яхши сўрилишини таъминлайди [29].

Сўнгги ўн йил ичида термик ўзгартиришлар, чокланган сополимерлар, тўрсимон структураларни ҳосил бўлиши билан боғлиқ турли ишлар амалга оширилди. Натижада углеродли ва бошқа сорбцион-фаол материаллар,

тиббиётда ишлатиладиган материаллар, биокатализатор-толалар олинди. Целлюлоза экологик тоза ва қайта тикланидиган тоза хомашё манбаи сифатида янги сорбцион нанокомпозитлар олишда ишлатилади.

Целлюлоза ацетатлари ўзига хос хусусиятларга эга. Целлюлозанинг оддий эфирларидан фарқ қилиб, сувда эрийдиган АЦ асосидаги плёнка ва толаларни совунланиш усули билан гидратцеллюлозали тола ва плёнкаларга айлантириш мумкин [33-34].

АЦ физикавий ва кимёвий жihatдан бир жинсли бўлмаган маҳсулот ҳисобланади. АЦнинг сифати бир қатор кўрсаткичлар билан характерланади: этерификация даражаси, полимерланиш даражаси, термостабиллик, золлик, полидисперслик[33].

Целлюлоза ацетатлари ёрдамида золь-гель жараёни орқали нанометрдаги янги гибрид материаллар яратиш муваффақиятли амалга оширилади. Уларга электродинамика, оптика, аналитик кимё, катализ ва бошқа технологияларда қўлланиладиган материаллар киради. Бундай материаллар синтези учун паст температурали усулларга кўпроқ аҳамият берилади.

Уларнинг ҳосилалари ичида ацетилланган ҳосилалари етакчи ўринни эгаллайди. Суюқланиш температурасининг термик парчаланиш температурасидан юқорилиги сабабли, целлюлоза эфирларидан олинанидиган материаллар полимер эритмаларидан шаклланади. Углероднинг ассиметрик атомларининг борлиги, целлюлоза эфирларининг макромолекулаларининг глюкопиранозли циклларига айланиш вақтида кўзгу аксига хираллик бағишлайди. Бу звенонинг ва макромолекуланинг оптик фаоллигига сабаб бўлади, охир оқибатда эритмаларда анизотроп КД структурани холестерик типини белгилаб беради.

Ацетилланган ҳосилаларининг саноатда кўп ишлатилишга сабабчи бўлган асосий хоссалари бу: ёруғликка чидамлилиги, яхши физик-кимёвий хоссаларга эгаллиги, ёнмаслигидир. Ацетилцеллюлоза (АЦ) кўплаб

тармоқларда қўлланилади. Масалан: толалар, пластиклар, фото плёнкалар, доривор препаратлар учун қопламалар тайёрланади. Яна бир муҳим ўзига хос хоссалари механик ва кимёвий барқарорлиги, термик стабиллиги, стерилизацияланиши ва уларнинг нархига эътибор билан қарашимиз мумкин[7-8].

Бирламчи ва иккиламчи ацетат целлюлозалар, ацетат толалар, плёнкалар ва саноатда пластмассалар тайёрлаш учун кенг ишлатилади. Бундан ташқари ҳозирда улар асосида сенсорларни ишлаб чиқаришга бўлган қизиқиш пайдо бўлмоқда.

Металлоксидлари, кўпчилик табиий полимерлар (полисахаридлар-целлюлоза ҳосилалари) учун бир-бирига боғловчи сифатида қўлланади. Бу полимерлар ўзида юқори активликка эга бўлган гидроксил гуруҳларини сақлайди[17-20].

Юқори дисперсликка эга бўлган металл оксидлари АЦга кўшилганда кимёвий ва механик жиҳатдан барқарор бўлган гибрид плёнкадан олинган. Гидридларнинг термик барқарорлиги тоза ацетилцеллюлозаникига яқин. Композитли АЦ/ТЕОС мембраналари поливинилидин иштирокида тайёрланган[19-24].

АЦ/ТЕОС гидридлар олишда тетраэтоксисилан аорганик фазалар бошлангич моддалар сифатида қўлланилган[31]. Бу ҳолатда дастлаб АЦ модификацияларида 2 хил функционал гуруҳ бўлади. Унинг биринчи модификациясида ҳар 10 та АЦ звеноси такрорланган, иккинчисида эса 27 та звено такрорланган. Кундаланг ҳолатда гибрид плёнкалари ТЕОСнинг реакцияларидан сўнг ҳосил бўлган. Ҳамма гибрид плёнкаларда асосий доминант ҳолатда ТЕОС ва ўраб олинган АЦ матрицали молекуляр даражадаги фазалар фарқини кўрсатган[31-32]. Бу ишда золь-гель жараёнида олинган гидридлар турли хил фойдали хоссаларга эга бўлган. Масалан: ўтказувчанлик ва селективлик хоссаларига. Соф АЦдан фарқли равишда

олинган гибриддаги анорганик фазаларнинг таъсири туфайли замбуруғлар кўпайишига йўл кўйилмаслиги мумкин.

Баъзан ацетилцеллюлозадан органик ҳолатда фойдаланиш унинг барқарорлиги камлиги ва органик эритувчиларда кам эрувчанлигидир[26-16].

Органик ҳолатдаги ацетилцеллюлозанинг сиртида микроорганизмлар кўпайиш ҳолати пасайишини кўрсатган. Шунинг учун ацетилцеллюлозанинг хоссасининг ўзгариши турли хил усулларда аниқланган. Шунга кўра ацетилцеллюлозанинг органик-анорганик полимерлар билан биргаликда сўнгги вақтларда кўплаб органик-анорганик гидрид материаллар олинмокда. Шунинг учун материал таркибидаги органик полимерларнинг термик барқарорлигини ва механик хоссаларини яхшилаш учун тадқиқотлар қилинади. Кўп миқдордаги силикагель, алюминий оксид ва бошқа турдаги минерал тўлдирувчилар органик полимер матрицалари билан аралаштирилади ва қаттиқ материаллар олинади. Кўпчилик ҳолларда бу аралашма материаллари иқтисодий томондан самарадордир. Олинган материалда минерал тўлдирувчиларнинг заррача ўлчамлари катта бўлиши унинг ношаффоф бўлишига олиб келади ва электр ўтказувчанлик, ҳар хил бирикмаларнинг ўтишига халақит беради [24-25].

Матрицада металл оксидларини сақлаган мембраналарнинг термик барқарорлиги соф мембранарникидан юқори бўлади. Электрон микроскопия шуни курсатадики, металл оксиди заррачалари матрицада гомоген ҳолда десперсланган. Бундан ташқари десперсланган оксил Люисъ кислоталар хоссаларини намоён қилади [40-41]. Бунда кислоталарнинг қайтарилиши содир бўлади ва бундан шуни айтиш мумкинки, янги кислородли сенсорларни қайта ишлаш учун система фойдали потенциалга эга бўлади[28].

Целлюлоза диацетати термопластик полимер ҳисобланади. Саноатда ДАЦ тола олишда, пластмасса олишда, лак ишлаб чиқаришда, фотография плёнкалари олишда, доривор препаратлари қопламаларини олишда ишлатилади. Анъанавий материалларни эксплуатацион хоссаларини

яхшилаш замонавий технология учун долзарб тадқиқот муаммоси ҳисобланади[17].

ДАЦ ацетонда, сирка кислотада, метил ва этилацетатларда, диоксанда, циклогександа, этиленгликолларда, триацетинда яхши эрийди [33-34].

Диацетатцеллюлоза (ДАЦ) қаттиқлик, мустаҳкамлик, яхши электр хоссаларга ва яхши изоляцион ҳамда яхши коррозион мустаҳкамлик каби хоссалар эга. ДАЦ асосида композицион гибрид материаллар олиш унинг физикавий ва кимёвий хоссаларини ҳам кучли даражада текшириб кўришни талаб этади. Унинг муҳим физик хоссаси сувга эримаслигидир. Бунинг учун ДАЦнинг эритувчиларини топиш ва гомоген ҳолатга ўтказиш керак бўлади [16-18].

Диацетат плёнкалар кўпгина соҳларада ишлатилади. Диацетат плёнкалар намликни ютишга жуда сезгир, шунинг учун намлик ўзгарган вақтда ўлчамлари ўзгариб туради. Уларнинг шаффофлиги юқори, ялтироқ, қуруқ ҳолда узилишга нисбатан мустаҳкам. Улар кўпқаватли ламинантларнинг ташқи қатлами кўринишида мустаҳкам қатлам сифатида ишлатилади.

Целлюлоза макромолекуласини стереорегуляр тузилиши. Қутбли гуруҳларнинг борлиги ва қаттиқ занжирли полимерни ориентирланишини юқори даражаси целлюлоза ва унинг ҳосилалари асосида олинадиган турли хилдаги материалларни механик кўрсаткичларини белгилаб беради[36].

Шу муносабат билан тахмин қилишимизча, ДАЦ ва мочевина ингредиентларни поликонденсатланишнинг золь-гель жараёнига киритилиши, айтиб ўтилган реакцияларни амалга ошириш имконини беради.

ДАЦ нинг ишлатиш соҳалари



2-БЎЛИМ. Методик қисм. Намуналар характеристикаси, ўрганиш усуллари.

2.1 Объектларни танлашдан мақсад

ДАЦ термопластик полимер ҳисобланади. Унинг муҳим физик хоссаси сувга эримаслигидир. У кўплаб органик эритувчиларда (ацетонда, сирка кислотада, метил ва этилацетатларда, диоксанда, циклогександа, этиленгликолларда, триацетинда) яхши эрийди[33-35].

Диацетатцеллюлоза (ДАЦ) қаттиқлик, мустаҳкамлик, яхши электр хоссаларга ва яхши изоляцион ҳамда яхши коррозион мустаҳкамлик каби хоссалар эга. Целлюлоза макромолекуласини стереорегуляр тузилиши. Қутбли гуруҳларнинг борлиги ва қаттиқ занжирли полимерни ориентирланишини юқори даражаси целлюлоза ва унинг ҳосилалари асосида олинадиган турли хилдаги материалларни механик кўрсаткичларини белгилаб беради[36].

Мочевинани карбонат кислотанинг тўлиқ амиди сифатида қараш мумкин. Мочевина, бошқача айтганда, карбамид-сувда яхши эрийдиган оқ кристалл модда. Уни дастлаб 1828 йилда немис олими Вйолер аммоний сианатдан олган эди.

Мочевина жуда концентрланган органик брикма бўлиб, формалдегид смолалар ва дори-дармонлар (луминал, веронал ва. б) олишда бошланғич модда сифатида ишлатилади.

Мочевинанинг учта функционал гуруҳи бор, лекин комплекс ички сферасида фақат битта координацион жойни эгаллайди. Мочевина (карбомид) тўртта реакцион актив водород атомига эга бўлиб, назарий жиҳатдан у тўртта молекулани ўзига қабул қилиб, тетра бирикма ҳосил қилиш мумкин [42-43].

Шу муносабат билан тахмин қилишимизча, ДАЦ, ТЕОС ва мочевина ингредиентларни поликонденсатланишнинг золь-гель жараёнига киритилиши, айтиб ўтилган реакцияларни амалга ошириш имконини беради.

2.2. Реагентлар ва реактивлар

Тетраэтоксисилан ортокремний кислотасининг тетраэтилэфири, Ангор кимёвий реактивлар заводи (Россия)да ишлаб чиқарилган, МРТУ 6-09-3074-66. Синтез учун ТЭОС нинг 166-170⁰С да ҳайдалган фракциясидан фойдаланилди.

Мочевина ГОСТ 2081-92

Сирка кислота, ГОСТ 61-75, хч

Диацетатцеллюлоза, ГОСТ 6-05-451-80, Ферганское ПО «Азот» (Узбекистан)

2.3. Асбоб ва ускуналар

Сушильный шкаф SUP-4 фирмы NYSO (Польша);

ТЭОС ва эритувчини ҳайдаш прибори;

ИК спектрометр AVATAR-360, Vikolet. США. 4000 - 400 см⁻¹ с KBr;

Аналитик тарози, NAGEMA (ГДР).

Пипеткалар, колба, пеницил идишлар

Дифрактометр Drop-3M

SPECORD 75 IR

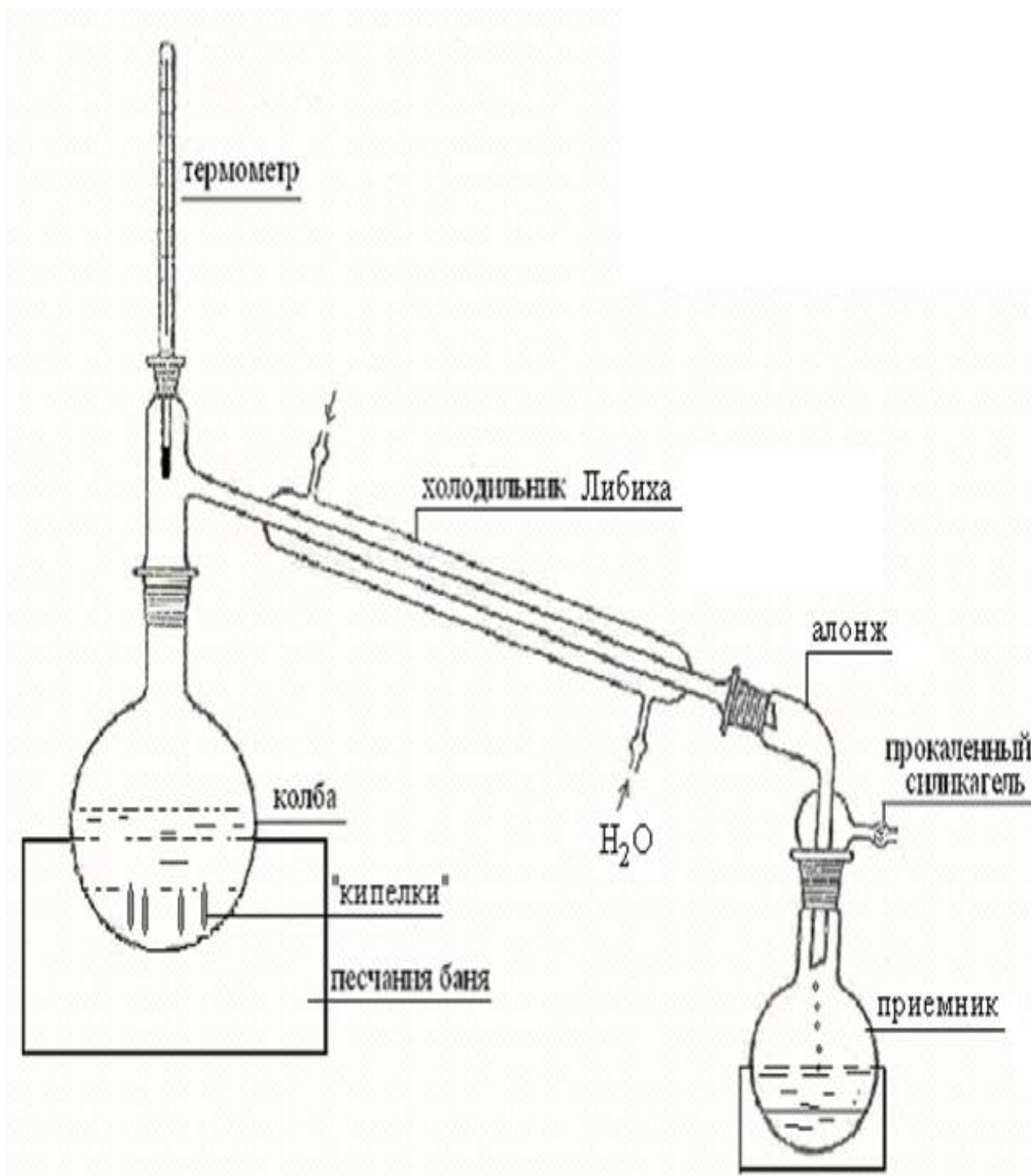
2.4. Бошланғич реагентларни тайёрлаш ва мақсадли маҳсулотларни олиш методикаси

2.4.1. Тетраэтоксисиланни қайта ҳайдаш усули

Ҳайдаш учун керакли асбобни йиғдик. Сўнгра ТЭОС ва спиртни керакли фракцияларда йиғиб олдик.

Ҳарорат то 166⁰С га қадар биринчи фракция йиғиб олинди. Ушбу ҳароратга етгач температура ўзгармай қолди ва иккинчи фракция ТЭОС ни йиға бошладик. Ҳайдашни 170⁰С гача давом эттирдик. Кейинги ишларда биз фақат иккинчи фракцияни ишлатдик.

$T_{\text{хона}} = 19^{\circ}\text{C}$, $P_{\text{атм}} = 755 \text{ мм.сим.уст.}$



Расм.2.Атмосфера босимида суюқликни хайдаш асбоби

2.4.2. ДАЦ эритмасини тайёрлаш

100 млли колбага 38 г сирка кислотаси куйилиб, 2 гр ДАЦ эритилди. Оғзи беркитилган идишда бир суткага қолдирилди. Механик

аралашмалардан тозалаш учун Шотта фильтридан ўтказилди. Ҳосил бўлган ДАЦнинг 5%ли эритмаси золь-гель жараёни олиб бориш учун ишлатилди.

2.4.3. ДАЦ/кремнезем гибрид материалларни олиш

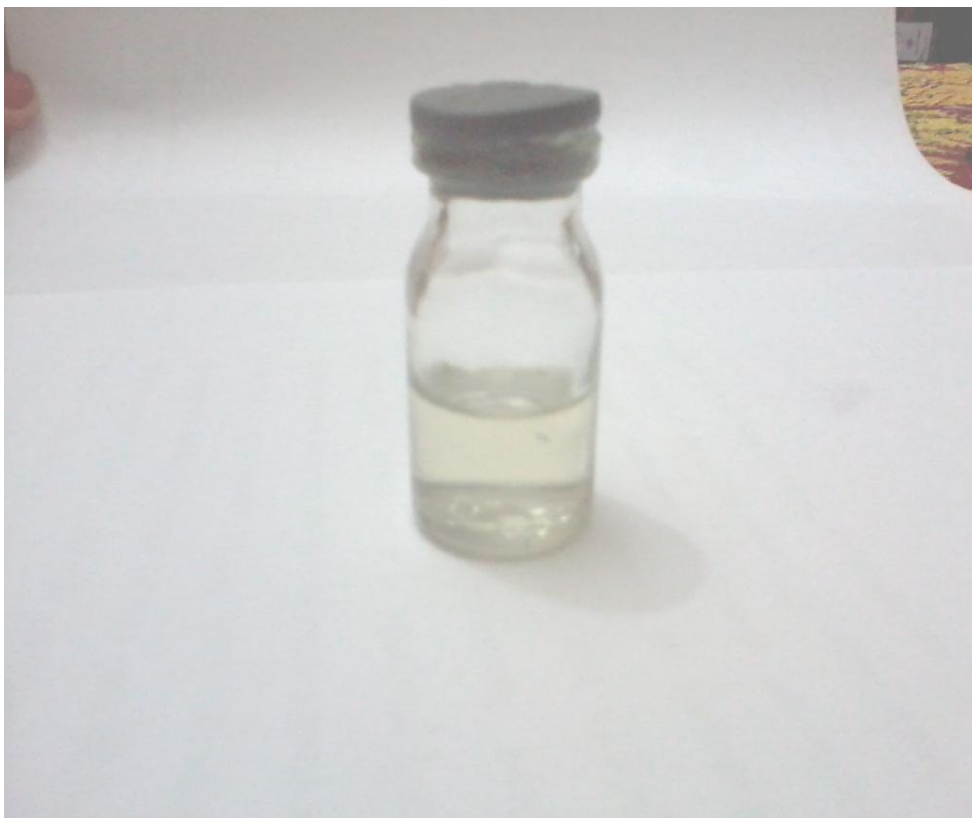
20 млли скляфнкага ДАЦ эритмаси солинди, устига ҳисобга кўра мочевина солинди. Кейин ТЭОСнинг керакли миқдори солинди. Худди шу принцип бўйича компонентларнинг турли нисбатларида бир қатор тажрибалар ўтказилди. Тажрибалар хона ҳароратида бажарилди.

2.5. Гибрид материалларни ўрганиш методикаси

2.5.1. Оқувчанликни йўқолиш вақтини ўлчаш.

Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолишини визуал кузатиш мумкин. Бунинг учун ТЭОСни реакцион аралашмага қўшиш вақти қайд этилади. Оқувчанлик вақтини йўқотиш вақти деб реакцион аралашма тутган склянка 45 градусга оғган вақти олинади. Эритма ўз шаклини йўқотмайди. ТЭОС қўшиш вақтини ва эритмани оқувчанлигини йўқотиш, яъни бошланишини ва тугаш вақтларини қайд этамиз. Эритманинг оқувчанлигини йўқолиш вақтини эритманинг оқувчанлик вақтларини бошланғич ва сўнгги вақтларини фарқига қараб билиш мумкин:

$$\Delta t_{\text{текч}} = t_{\text{даст}} - t_{\text{сўнги}}$$



Реакцион аралашмадан гелни ҳосил бўлиш кинетикасини ўрганиш учун ТЭОС/ДАЦ/ ва ТЭОС/ДАЦ/ мочевина эритмаларнинг турли нисбатлари олинди.

***Гибрид диацетатцеллюлозакремнезем нанокomпозицион
материалларнинг ИК спектроскопик анализи***

Полиамид-кремнеземли гибрид материалнинг ИК-спектр анализи. ИК-спектр ИК-спектрометрларда олинди: Specord 75-IR ва FTIR, тўлқин сони 400-4000 см интервалда. Бунинг учун ҳар бир наъмунадан 1-2 мг дан олинади ва эҳтиёткорлик билан 200 мг майдаланган ва қуритилган KBr билан аралаштирилади ҳамда таблетка тайёрланади. Хона температурасида олинган ИК-спектр натижалари иловада келтирилган.

***Гибрид диацетатцеллюлозакремнезем нанокomпозицион
материалларнинг Термогравиметрик анализи***

Тадаккот қилинаётган намуна доимий массада қуритилган агата ступкасида кичик дисперс ҳолатигача майдаланди. Кейин уни қайтадан қуритиш шкафида 70-100С да қолган намлик ва эритувчиларни йўқотгунча қуритилди.

Тайёрланган намунадан 10 мг тортилиб керамик идишда 700С атмосфера ҳавосида 5С/мин тезликда дериватографда қиздирилди. Такослайдиган инерт модда сифатида алюминийдфн фойдаланилди.

Термогравиметрик таҳлил яъни ўзида ёзилган қоғоз қайдига ТГ чизиғига биноан ўтказилди

***Гибрид диацетатцеллюлозакремнезем нанокomпозицион
материалларнинг Рентген фазали анализи***

Рентген фазали таҳлил монокроматланган CuK_α –нурланиш тулкин узунлиги $\lambda=1,537$ да ДРОН-2,0 дифрактометрда бажарилди. Намуналарни қайд қилиш 2θ да бурчак диапазони 2-40 да амалга оширилди. Таҳлил узи қогозда қайд қилинган рентгенограмма чизикларига мувофиқ утказилди.

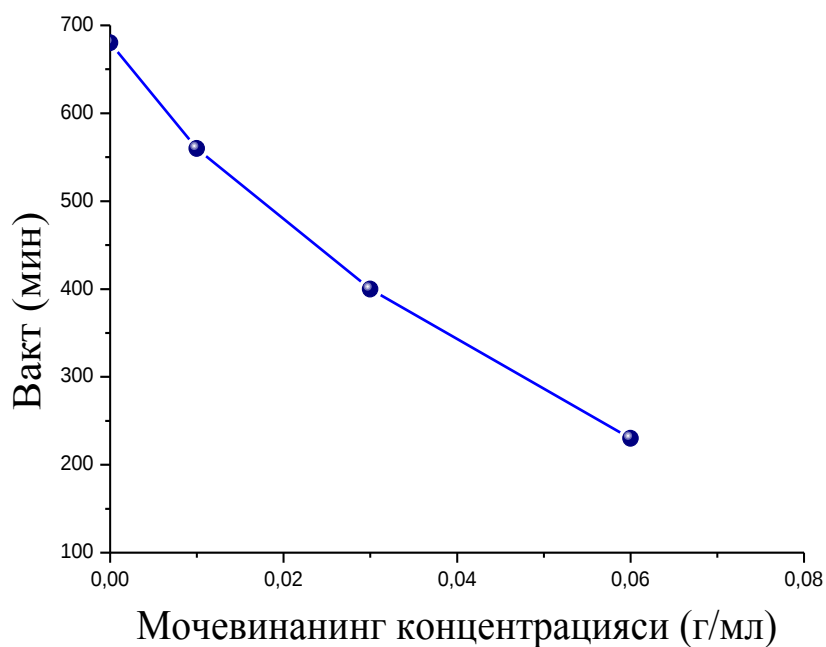
3.1. Золь-гель усулида гибрид диацетатцеллюлозакремнеземи нанокөмпозитион материални олиш ва жараён кинетикасини ўрганиш.



ТЭОСни ДАЦ/ТЭОС/Мочевина реакцион аралашмадаги гидролитик поликонденсацияланиши вақтидаги гелъ ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумотлар

Жадвал 1.

Нисбат ДАЦ/SO ₂ %	Реагентларнинг моляр нисбати, моль/моль			Гелъ ҳосил бўлиш вақти, мин:
	ДАЦ	SO ₂	Мочевина гр.	
70/30	2,3	1	0,00	680
			0,01	560
			0,03	400
			0,06	230

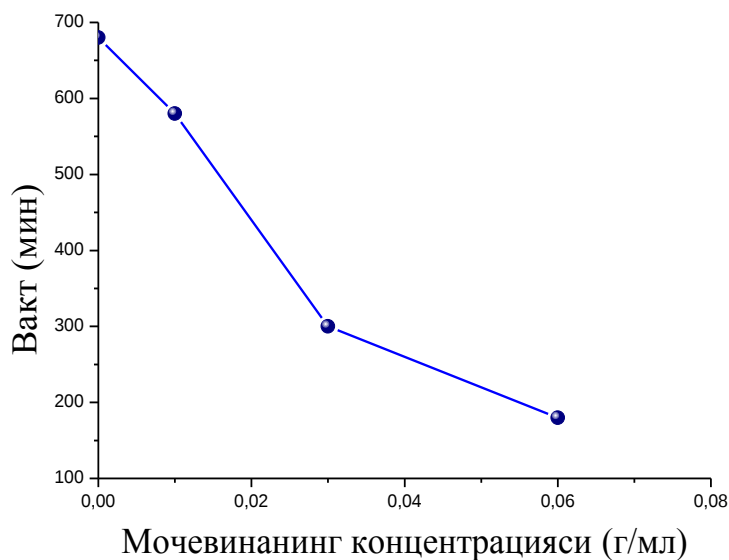


Расм 3. Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолиш вақтини ТЭОСнинг молига нисбатан мочевина миқдорига боғлиқлиги Гелланиш вақтига мочевинанинг таъсири, ТЭОС/ДАЦ 70/30%

ТЭОСни ДАЦ/ТЭОС/Мочевина реакцион аралашмадаги гидролитик поликонденсацияланиши вақтидаги гелъ ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумотлар

Жадвал 2.

Нисбат ДАЦ/ SO ₂ %	Реагентларнинг моляр нисбати, моль/моль			Гелъ ҳосил бўлиш вақти, мин: ДАЦ
	ДАЦ	SO ₂	Мочевина гр.	
60/40	1,5	1	0,00	680
			0,01	580
			0,03	300
			0,06	180

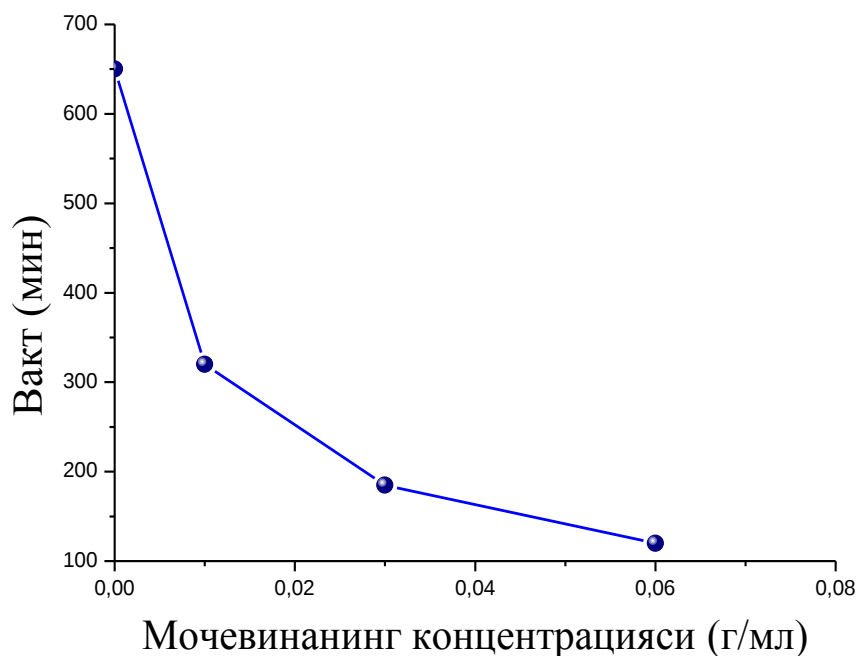


Расм.4. Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолиш вақтини ТЭОСнинг молига нисбатан мочевина миқдорига боғлиқлиги Гелланиш вақтига мочевинанинг таъсири, ТЭОС/ДАЦ 60/40%

ТЭОСни ДАЦ/ТЭОС/Мочевина реакцион аралашмадаги гидролитик поликонденсацияланиши вақтидаги гелъ ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумотлар

Жадвал.3

Нисбат ДАЦ/ SO ₂ %	Реагентларнинг моляр нисбати, моль/моль			Гель ҳосил бўлиш вақти, мин: ДАЦ
	ДАЦ	SO ₂	Мочевина гр.	
50/50	1	1	0,00	650
			0,01	320
			0,03	185
			0,06	120

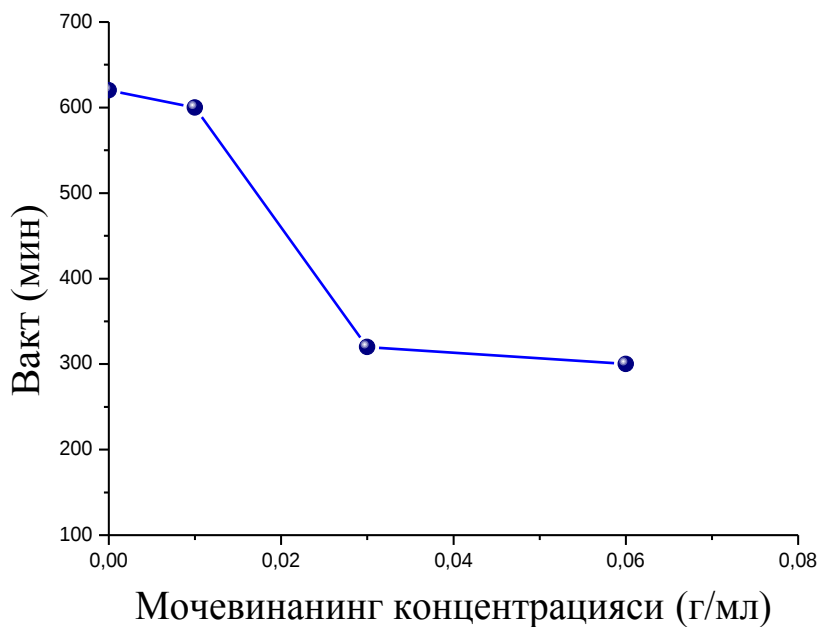


Расм.5. Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолиш вақтини ТЭОСнинг молига нисбатан мочевино микдорига боғлиқлиги
Гелланиш вақтига мочевинонинг таъсири, ТЭОС/ДАЦ 50/50%

ТЭОСни ДАЦ/ТЭОС/Мочевина реакцион аралашмадаги гидролитик поликонденсацияланиши вақтидаги гелъ ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумотлар.

Жадвал.4.

Нисбат ДАЦ/ SO ₂ %	Реагентларнинг моляр нисбати, моль/моль			Гелъ ҳосил бўлиш вақти, мин: ДАЦ
	ДАЦ	SO ₂	Мочевина гр.	
40/60	1	1,5	0,00	620
			0,01	600
			0,03	320
			0,06	300

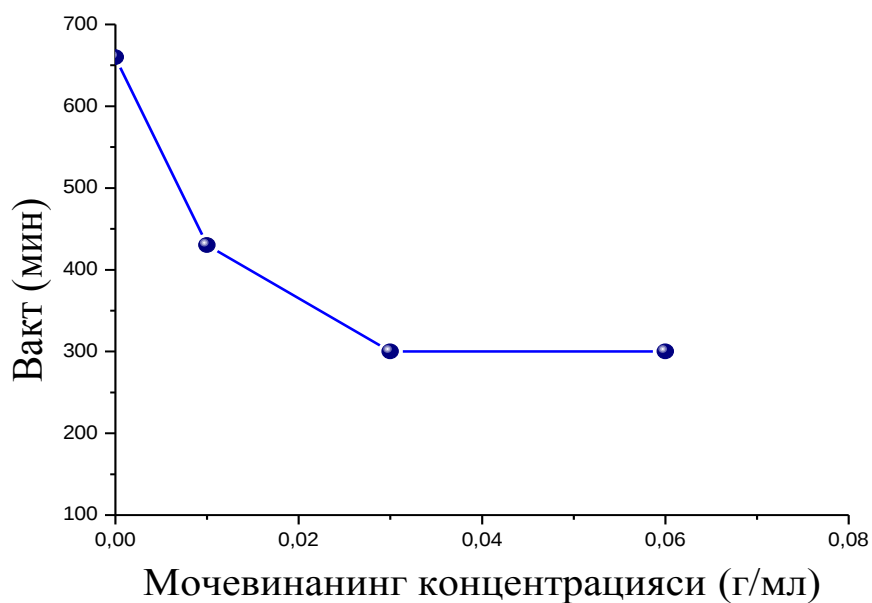


Расм.6. Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолиш вақтини ТЭОСнинг молига нисбатан мочевина миқдорига боғлиқлиги. Гелланиш вақтига мочевинонинг таъсири, ТЭОС/ДАЦ 40/60 %

ТЭОСни ДАЦ/ТЭОС/Мочевина реакцион аралашмадаги гидролитик поликонденсацияланиши вақтидаги гел ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумотлар

Жадвал.5.

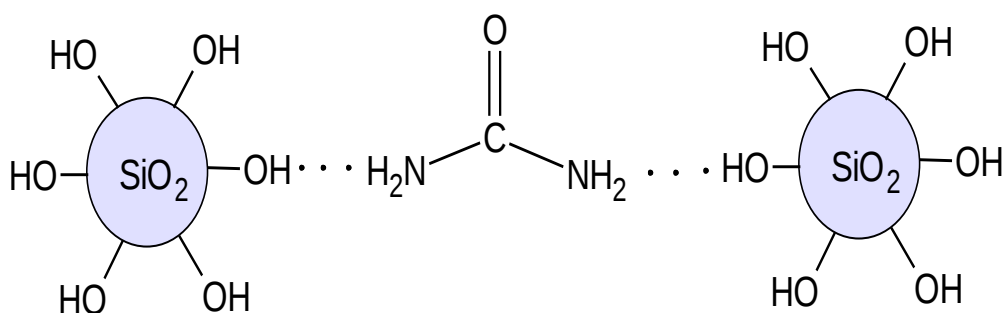
Нисбат ДАЦ/ SO ₂ %	Реагентларнинг моляр нисбати, моль/моль			Гель ҳосил бўлиш вақти, мин: ДАЦ
	ДАЦ	SO ₂	Мочевина гр.	
30/70	1	2,3	0,00	660
			0,01	430
			0,03	300
			0,06	300



Расм.7. Реакцион эритмаларни оқувчанлигини йўқолиш вақтини ТЭОСнинг молига нисбатан мочевина миқдорига боғлиқлиги. Гелланиш вақтига мочевинанинг таъсири, ТЭОС/ДАЦ 30/70%

Оқувчанликни йўқотиш вақтига қараб топилган гель ҳосил бўлиш жараёнини кинетикаси шуни кўрсатадики, мочевина миқдори ортиши билан оқувчанлик йўқолиш вақти камаяди, масалан, ДАЦ:SiO₂ 50/50 бўлганида мочевина қўшилмағнда геъ ҳосил бўлиш вақти 650 дақиқа, агар мочевина 0.01 гр қўшилса гель ҳосил бўлиш вақти икки марта камаяди. Агарда мочевинадан 0,06 гр қўшиладиган бўлса оқувчанлик йўқолиш вақти 120 дақиқага етади.

Бундай гель ҳосил бўлиш жараёнини секинлашишини шу билан тушунтириладики, мочевина-аминогруппа ва нуклиофил хусусиятига эга, бу силанол гурухлари юзасидаги золь кремнезем заррачалари билан водород боғлар ҳосил қилади.



Охириги битта amino гурух кремнезем золь заррачалари юзаси билан, иккинчисиэса кремнезем золь заррачасини тортади ва гель ҳосил бўлишини тезлаштиради ҳамда оқувчанлик йўқолиш вақтини камйтиради.

3.2. Нанокмозицион гибрид материалларини ИҚ спектроскопияси методи ёрдамида ўрганиш

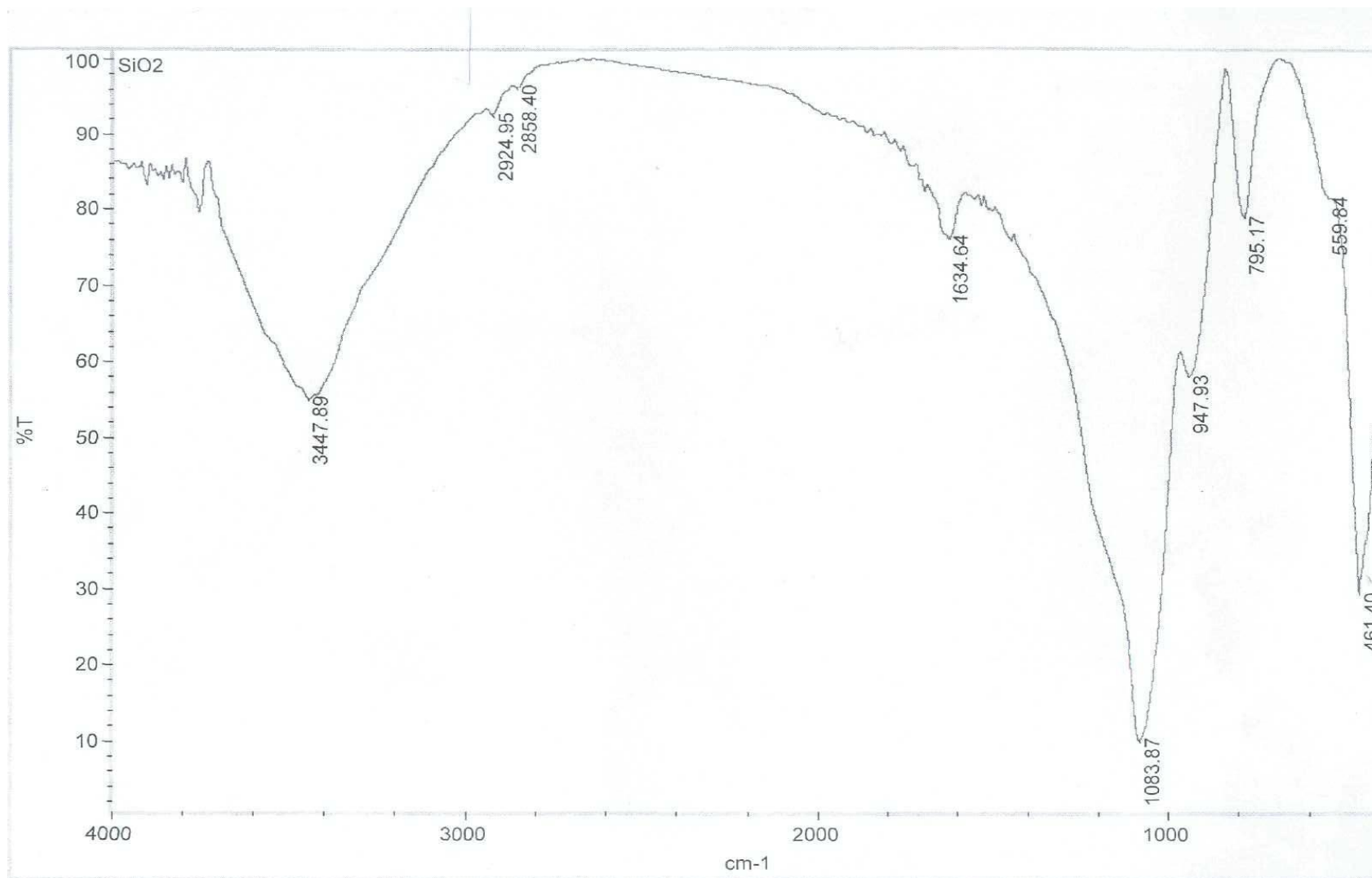
Олинган гибрид материалларни тузилиши ва структурасини ИҚ спектроскопия усулида ўрганилди.

Синтез қилинган гибрид намуналарининг ва уларни солиштириш учун тоза кремнезем, мочевина, ва дастлабки целлюлоза диацетати ИҚ спектрлари олинди. Олинган натижаларга кўра, кимёвий жараёнлар тўғрисида хулоса қилиш мумкин.

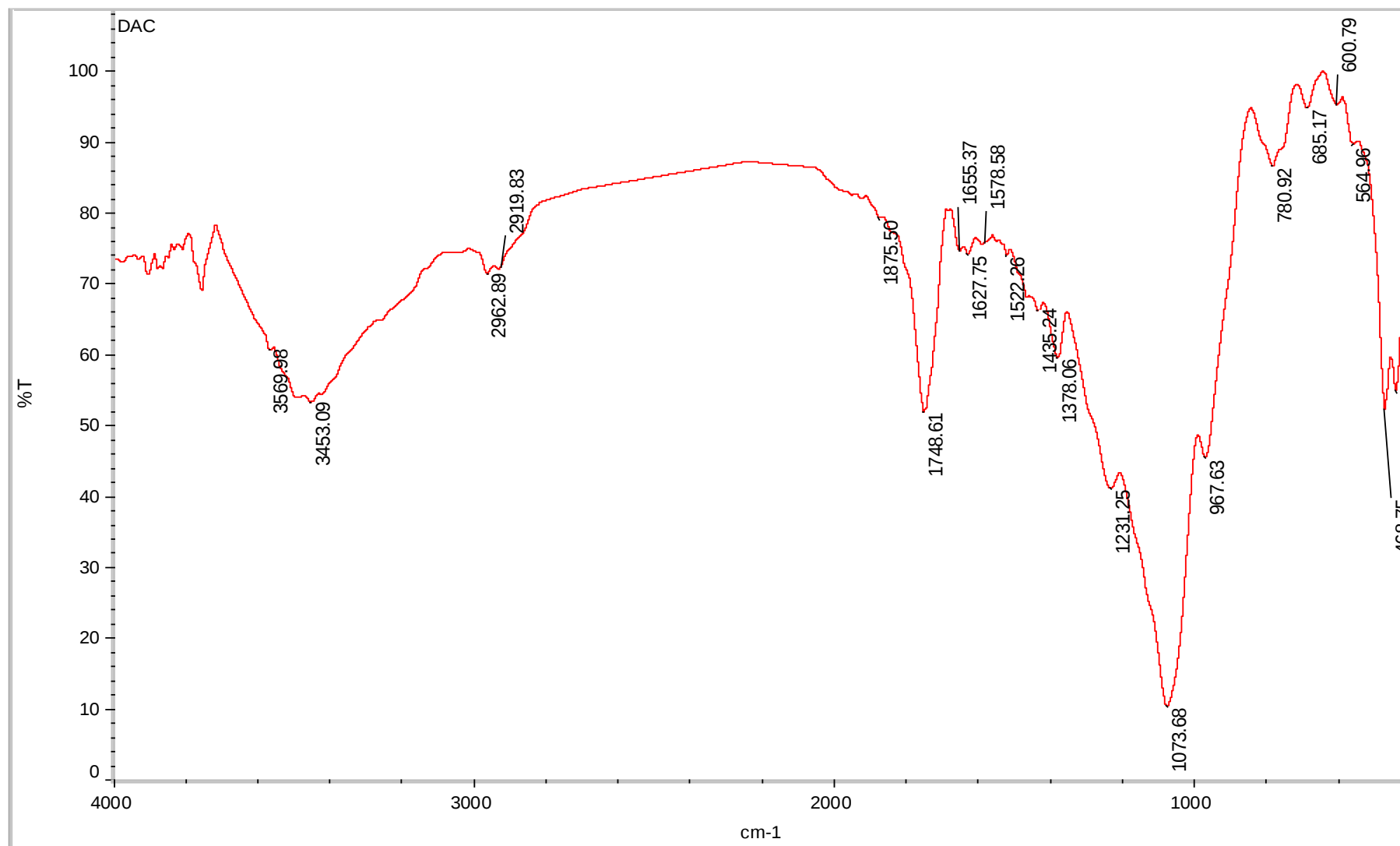
ДАЦ ва кремнезём тўрининг макромолекулалари ўртасидаги молекулалараро водород боғлари туфайли содир бўлади. ОН гуруҳлари сабабли юзага келадиган тебранишлар учун хос бўлган $3100\text{--}3700\text{ см}^{-1}$ чизик интенсивлиги эътиборга лойиқ, гибрид диацетаткремнезёмли материалларда чизик интенсивлиги ва кенглиги биров ортган бўлади.

Жадвал.6.

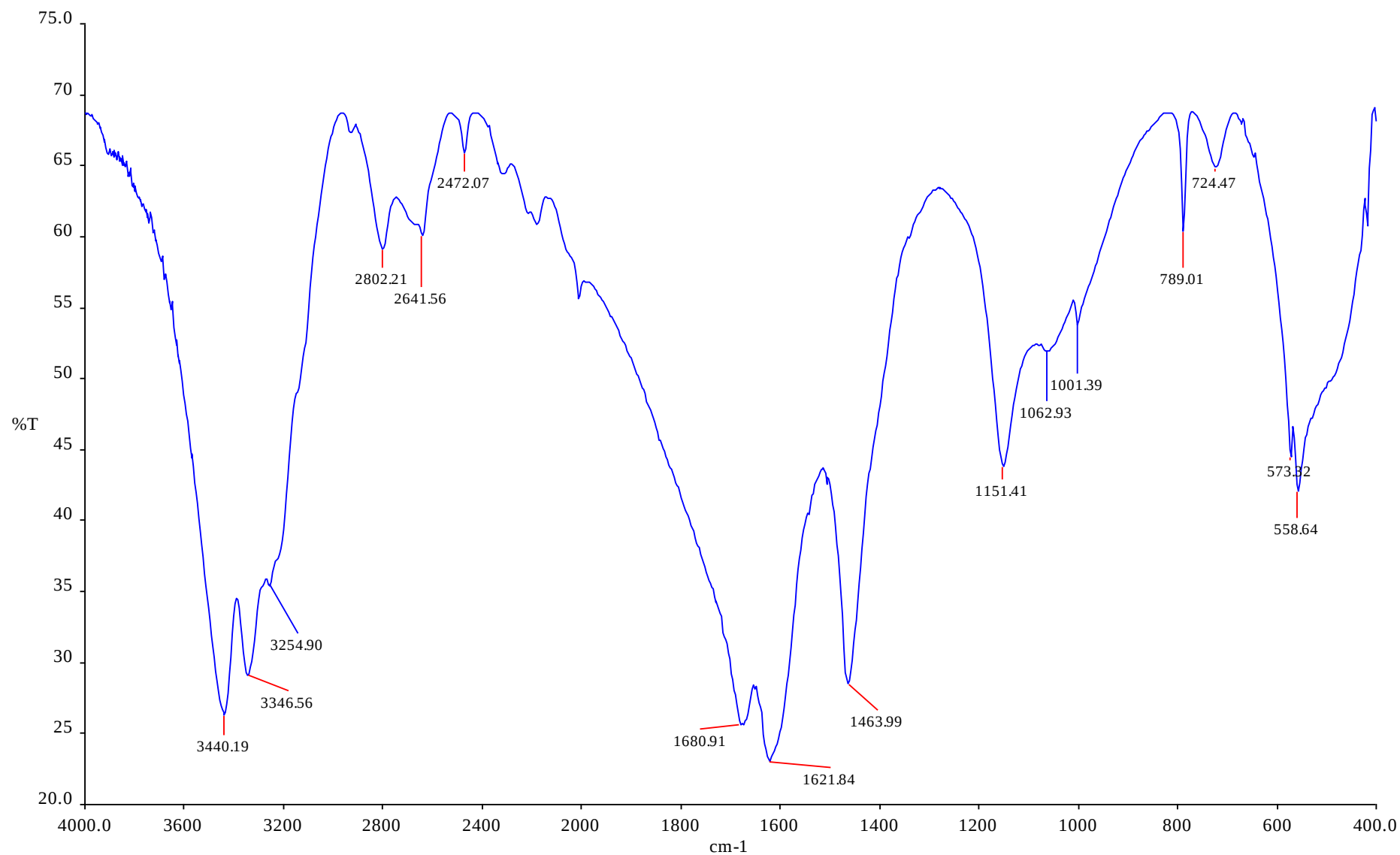
Кремнезем		ДАЦ		Мочевина	ДАЦ/SO ₂	Образец 3
см ⁻¹	ютилиш чизикларининг характери	см ⁻¹	ютилиш чизикларининг характери	см ⁻¹	см ⁻¹	см ⁻¹
3447,89	$\nu_{\text{Si-OH}}$ и Н-связей	3453,09	ν_{OH} и Н- связи	3440,19	3446,36	3449
-	-	1748,61	$\nu_{\text{C=O}}$		1750,97	1745
-	-	1378	$\nu_{\text{C-O-C}}$	2641,56	-	-
-	-	1231,25	$\nu_{\text{C-O}}$	1621,84	-	-
1083,87	$\nu_{\text{Si-O-Si}}$	1073,68	$\nu_{\text{C-O-C}}$	1151,41	1066,97	1077
947,93	$\nu_{\text{Si-OH}}$	967,63	$\nu_{\text{C-OH}}$	1001,39	965,49	963
793,17	$\nu_{\text{Si-O-Si}}$	780,92	$\nu_{\text{C-O-C}}$	789,01	787,62	799
461,4	$\nu_{\text{Si-O-Si}}$	468,75	$\nu_{\text{C-O-C}}$	558,64	467,95	460



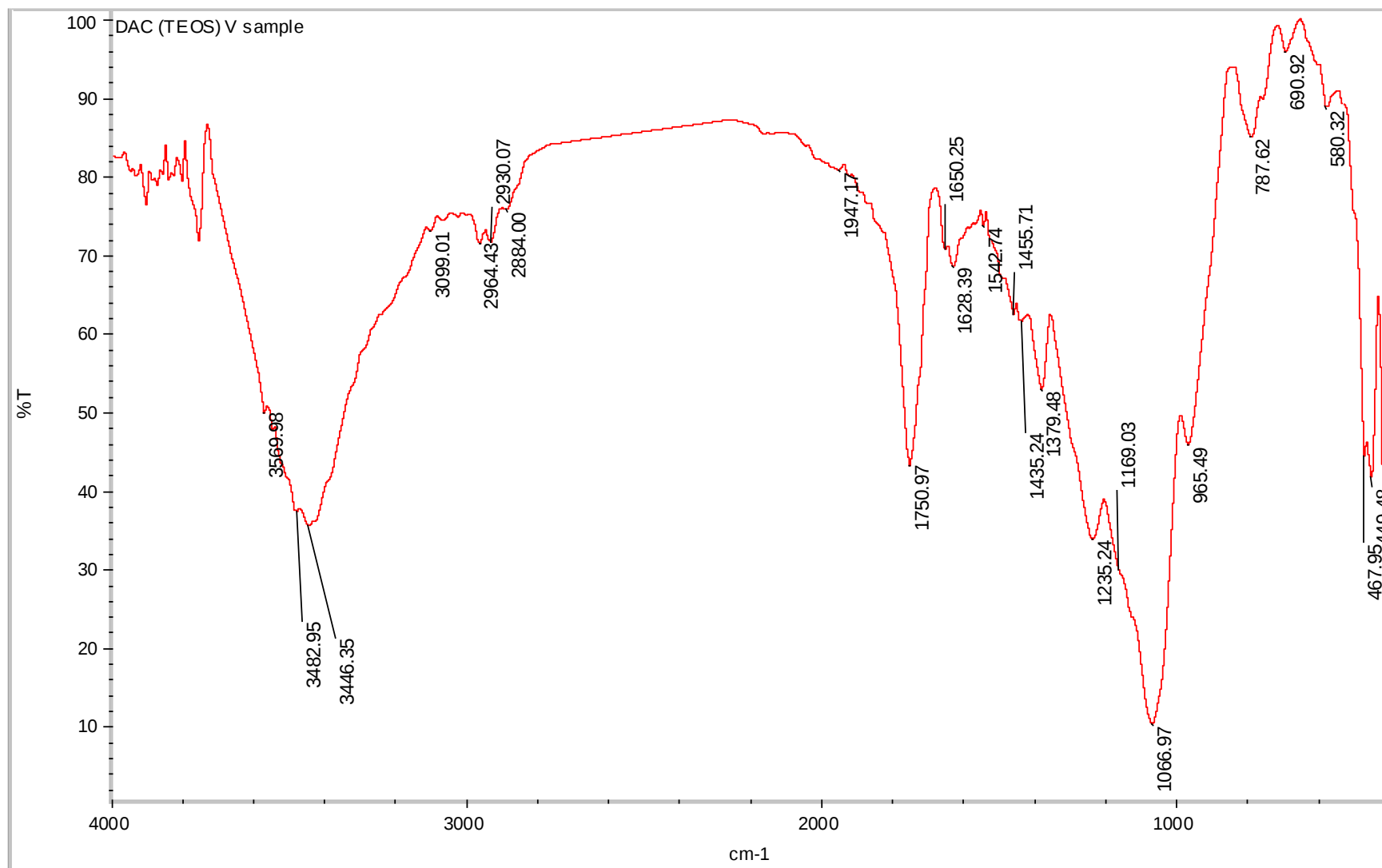
Расм.8. Тоза кремнеземнинг ИК-спектри



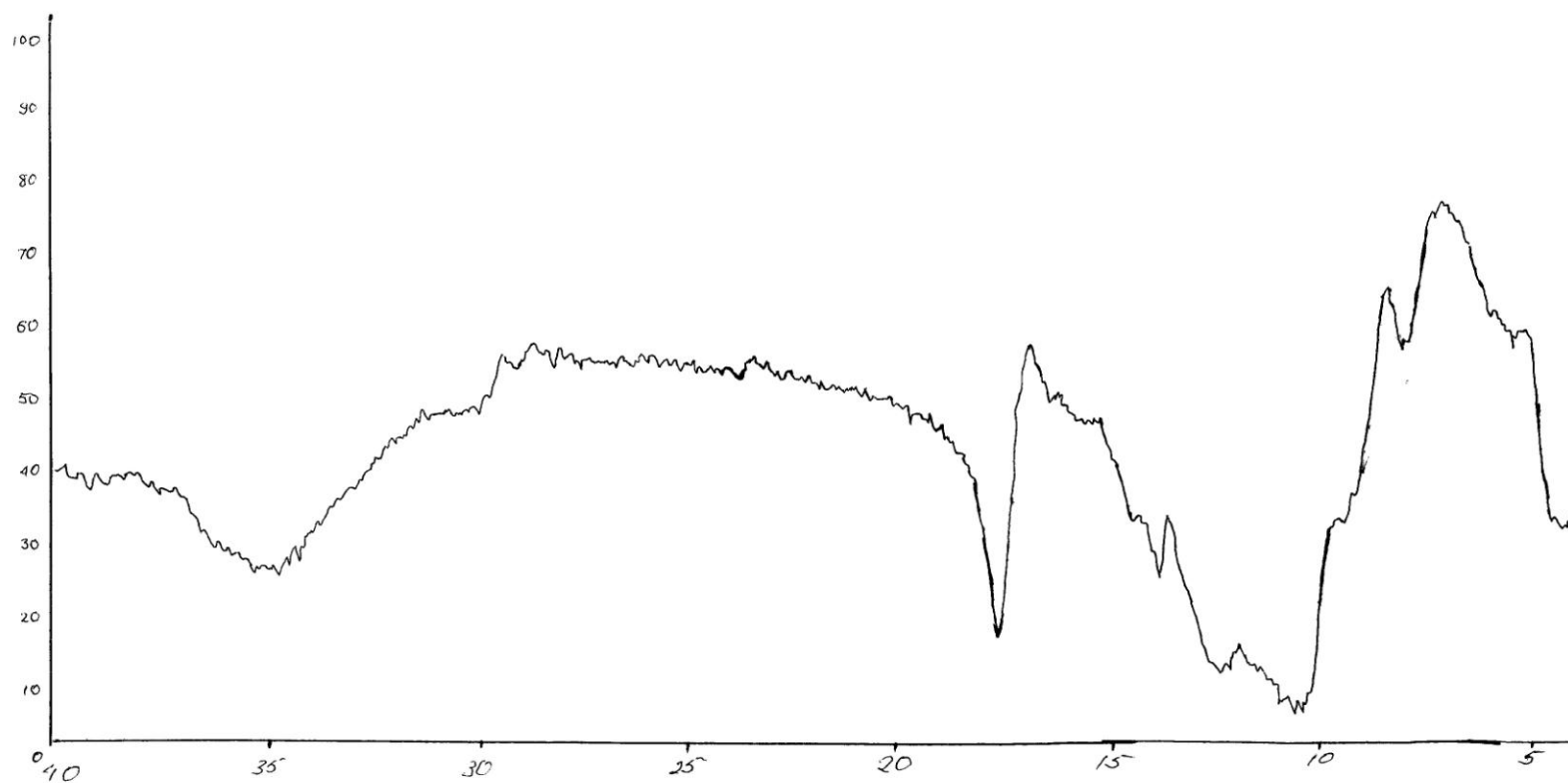
Расм.9. Тоза ДАЦ ИК-спектри



Расм.10. Тоза мочевинанинг ИК-спектри

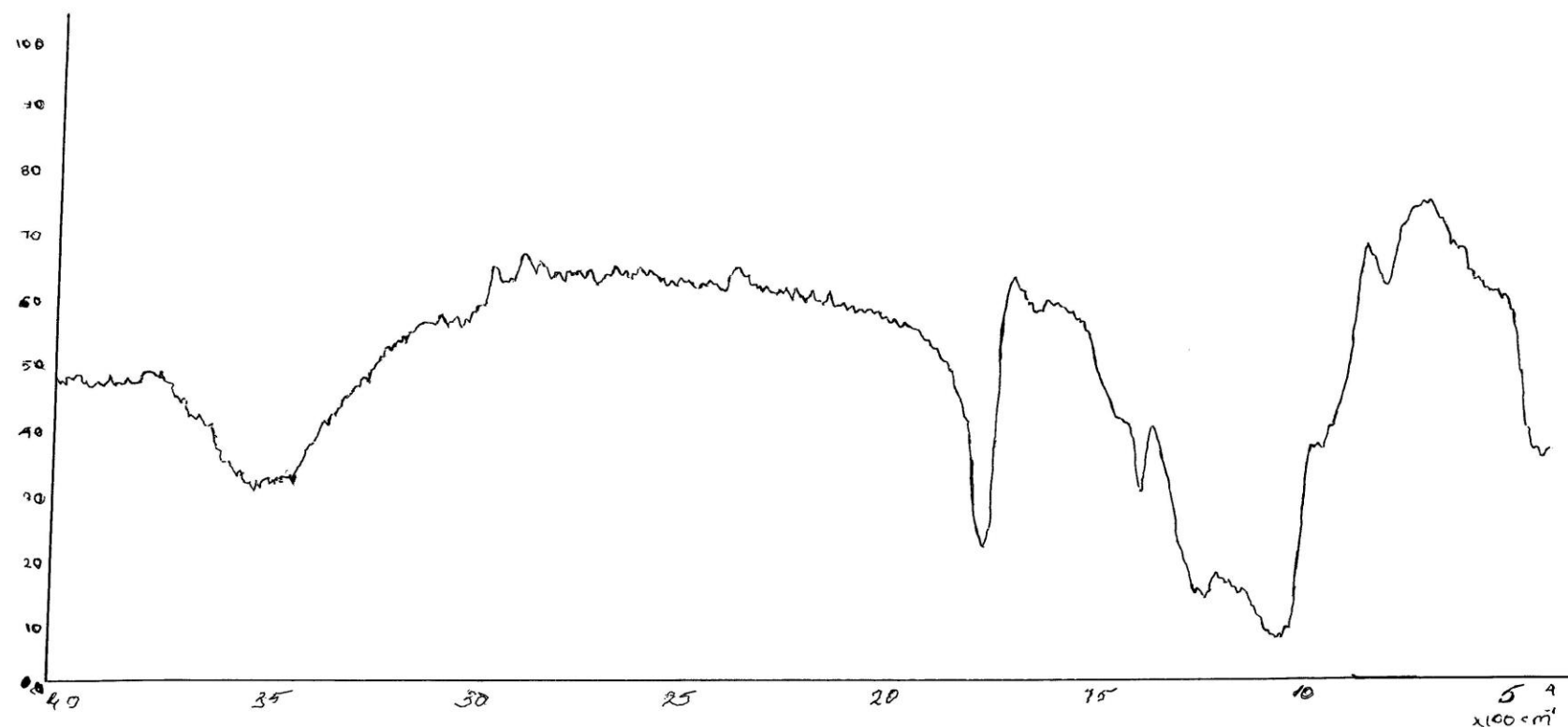


Расм. 11. Мочевинасиз синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозокремнезёмли нанокомпозицион гибрид материаллини ИҚ спектри



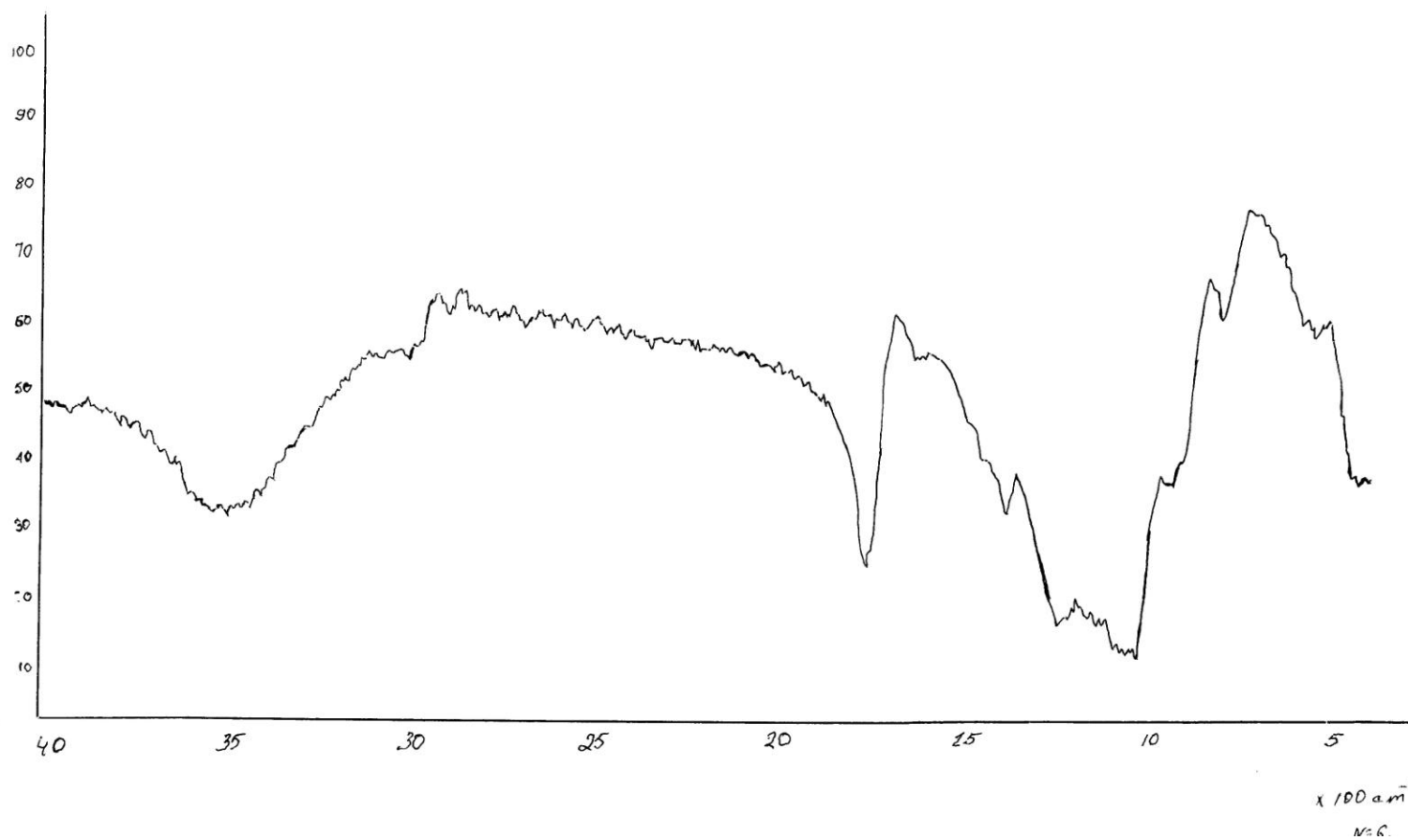
№ 5

Расм. 12. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални ИҚ спектри. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочеина

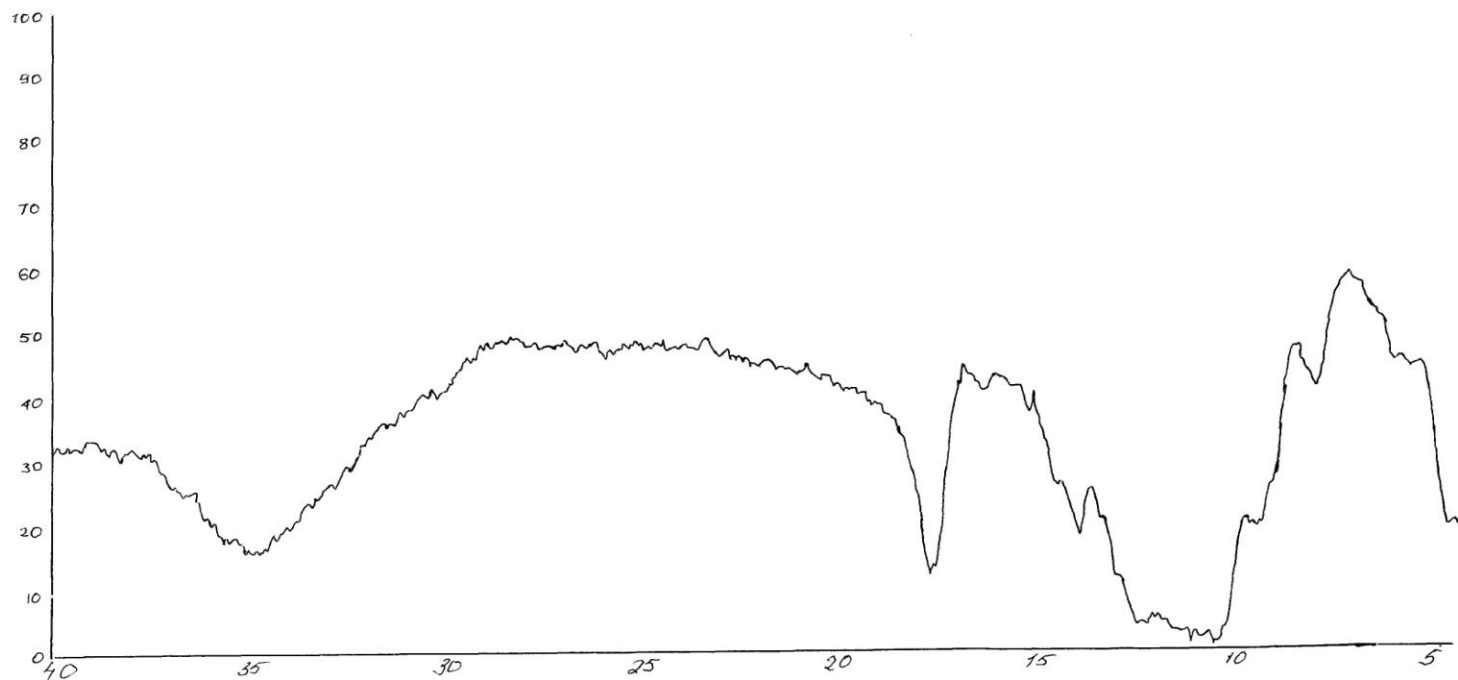


№

Расм. 13. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални ИҚ спектри. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина

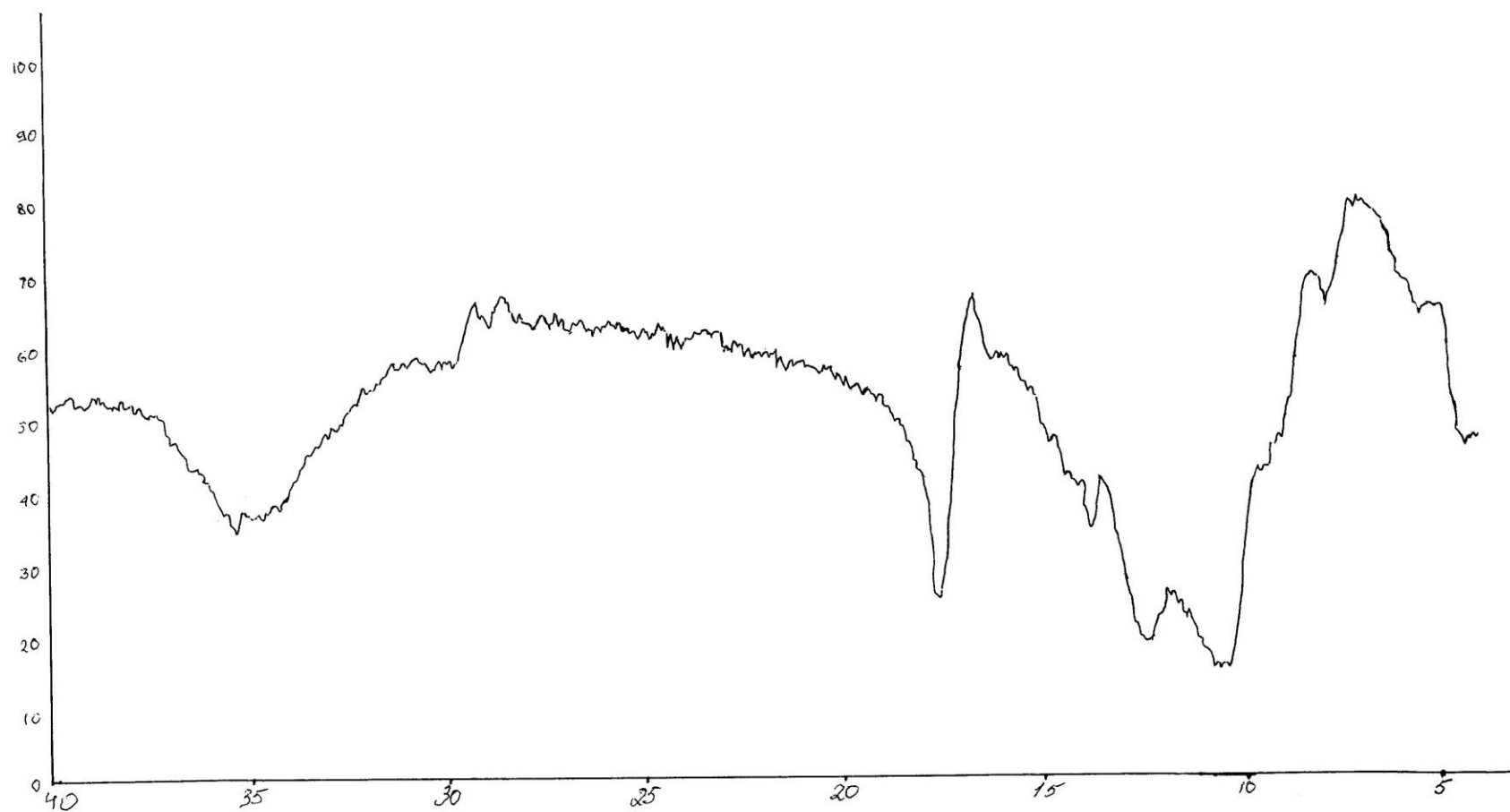


Расм. 14. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материаллини ИҚ спектри. 40/60 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина

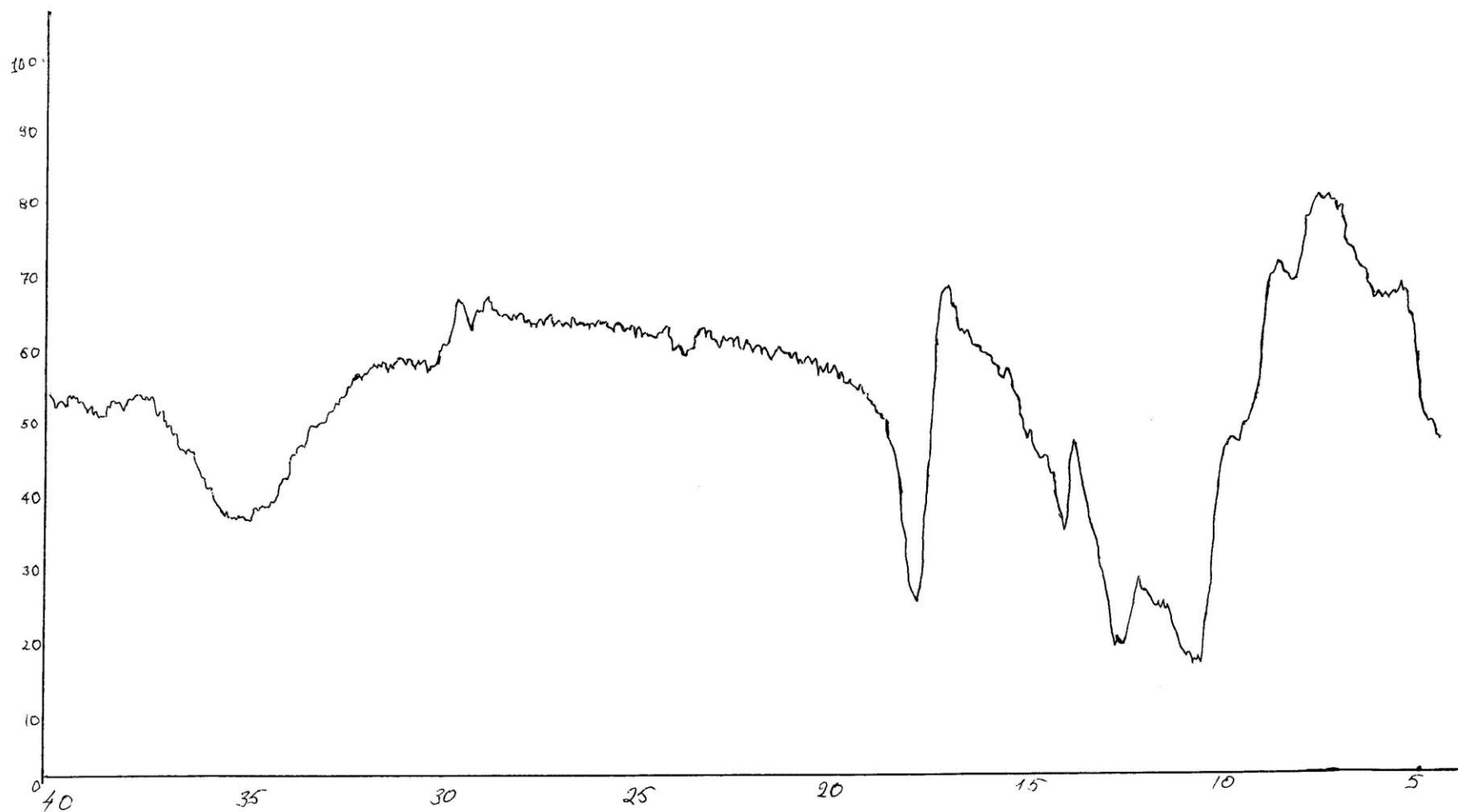


№ 2.

Расм. 15. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални ИҚ спектри. 30/70 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина



Расм. 16. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални ИҚ спектри. 60/40 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина



Расм. 17. Синтез қилинган гибрид диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални ИҚ спектри. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0 гр мочеина

Бошланғич материалларни ИҚ спектрларини таҳлилларига кўра куйидаги ютилиш чизикларини кўрсатиш мумкин.

ИҚ-спектридаги силоксан гуруҳлари ($\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$) учун характерли бўлган 1070 , 794 ва 467 см^{-1} ютилиш чизиклари ҳамда силанол гупуҳлари ($\equiv \text{Si} - \text{OH}$) учун характерли бўлган 958 см^{-1} ютилиш чизиклари кремнезем тўрлари мавжудлигини кўрсатади. Демак, золь-гель жараёнидаги ТЭОС нинг гидролитик поликонденсация реакцияси тўлиқлигича содир бўлган. Кремнеземдаги силанол гуруҳларини водород боғ ҳосил қилиши мумкинлиги билан боғлиқ бўлган 3447 см^{-1} даги характерли ютилиш чизиклари гибрид спектрида мавжуд бўлмаслигини алоҳида таъкидлаб ўтиш лозим. Чунки бу ўзгариш золь-гель жараёнининг сувсиз олиб борилиши билан боғлиқдир.

ДАЦ ва гибрид материалларни ИҚ спектрларини таққослаш вақтида $3200\text{--}3500 \text{ см}^{-1}$ частоталарда ютилиш интенсивлиги юқорилиги кузатилди. Бу ДАЦ ва кремнезем тўрининг макромолекулалари ўртасидаги молекулалараро водород боғлари туфайли содир бўлади. ОН гуруҳлари сабабли юзага келадиган тебранишлар учун хос бўлган $3100\text{--}3700 \text{ см}^{-1}$ чизик интенсивлиги эътиборга лойиқ, гибрид диацетаткремнеземли материалларда чизик интенсивлиги ва кенглиги биров ортган бўлади.

Тоза целлюлоза диацетатининг ИҚ спектрида ютиш частоталари соҳасида 1748 , 61 см^{-1} да чизиклар кузатилади, улар эфир гуруҳларни валент тебранишлари туфайли юзага келади. Гибрид материалнинг ИҚ спектрида бу ютилиш чизикларини қисқа тўлқинли соҳага силжиганлиги ($1757,39 \text{ см}^{-1}$) кузатилган. Бу силанол гуруҳлари ва ДАЦнинг ацетат гуруҳлари ўртасида водород боғларини борлигидан далолат беради.

ДАЦнинг $>\text{C}=\text{O}$ карбонил гуруҳларининг ютилиш чизикларини интенсивлигини пасайиши (1748 , 61 см^{-1}), ТЭОСнинг сувсиз гидролитик поликонденсацияда кремнеземнинг силанол гуруҳлари билан ДАЦ макромолекулаларнинг мураккаб эфирларидаги кислород атомларин ўртасидаги ўзаро таъсир билан боғлиқ бўлган ўзгаришлар содир бўлади.

ДАЦ ТЭОС билан гомоген эритма ҳосил қилади, бу ТЭОСнинг поликонденсатланишига ва ундан кейин фазавий ажралишни олдини олиши керак, натижада кремнеземнинг шаклланган уч ўлчамли структурасида ДАЦ макромолекулалари текис тақсимлана олади. Фазавий ажралишга ДАЦ молекулаларидаги ацетат гуруҳлар $>C=O$ билан кремнеземнинг силанол гуруҳларидаги $\geq Si-OH$ гидроксил гуруҳлари ўртасидаги кучли таъсир ҳалақит бериши мумкин, бунда водород боғлар ҳосил бўлади $\geq Si-OH \dots O=C <$.

Натижаларга кўра хулоса қилиш мумкинки, нанодисперс кремнезем иштирокида ДАЦ макромолекулаларининг ацетат гуруҳларида ўзаро таъсирлар содир бўлади ва янги сифатли гибрид материаллар ҳосил бўлади.

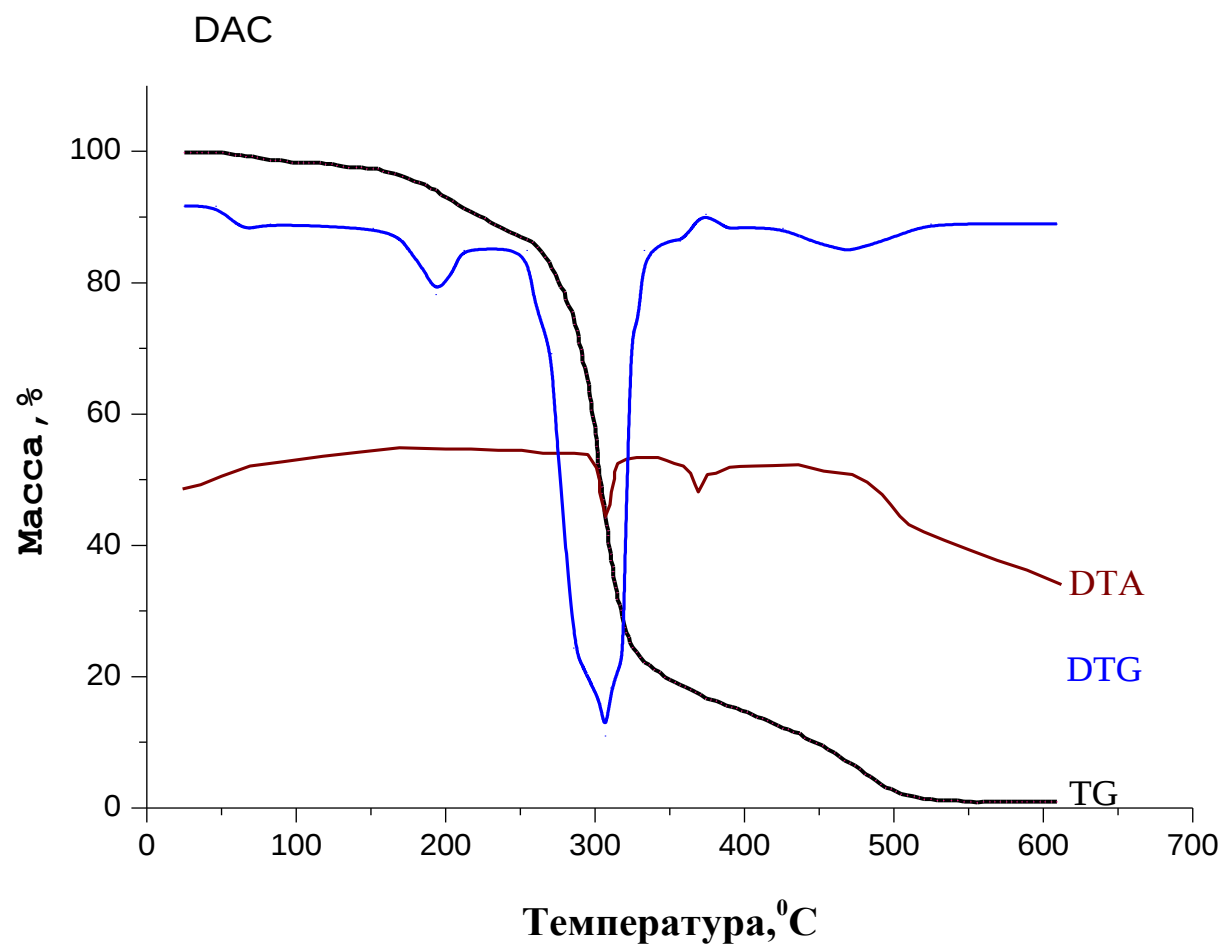
Жадвал.7.

Сирка кислота эритмасида синтез килинган гибрид ДАЦ/кремнезем нанокомпозитларининг ИК спектрида ютилиш чизиқлари

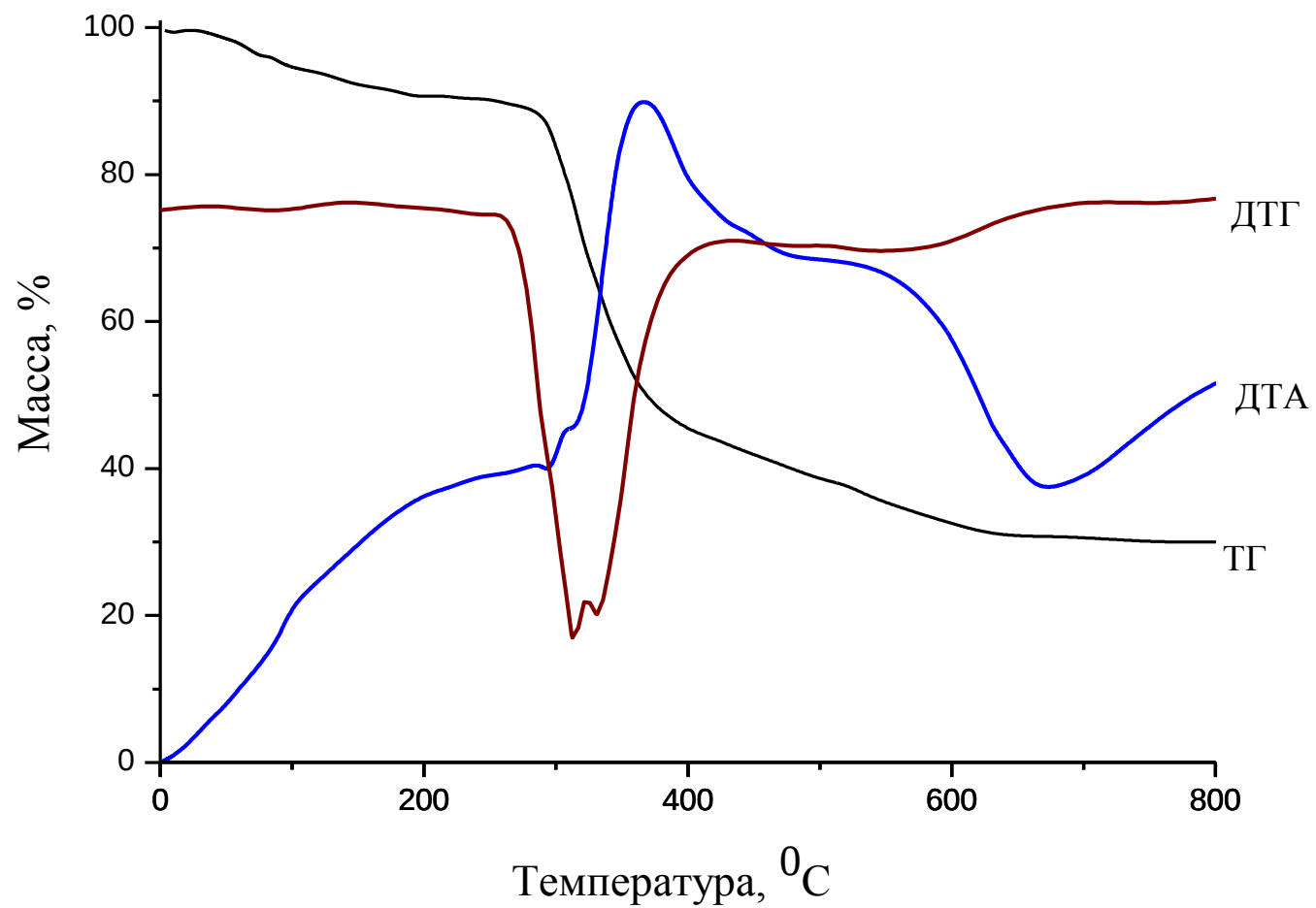
1		2		3	
см ⁻¹	ютилиш чизиқлари нинг характери	см ⁻¹	ютилиш чизиқлари нинг характери	см ⁻¹	ютилиш чизиқларининг характери
3554	$\nu_{Si-OH},$ ν_{OH}	3474	$\nu_{Si-OH},$ ν_{OH}	3490	$\nu_{Si-OH},$ ν_{OH}
3333		3372		-	
1758	$\nu_{C=O}$	1749	$\nu_{C=O}$	1756	$\nu_{C=O}$
1383		1384		1381	
1233	ν_{C-O}	1230	ν_{C-O}	1237	ν_{C-O}
1051	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	1048	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	1073	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$
951	ν_{C-OH} ν_{Si-OH}	948	ν_{C-OH} ν_{Si-OH}	951	ν_{C-OH} ν_{Si-OH}
796	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	795	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	795	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$
461	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	464	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$	463	ν_{C-O-C} $\nu_{Si-O-Si}$

3.3. Нанокмoпoзициoн гибрид материалларини термик анализ метoди ёрдамида ўрганиш

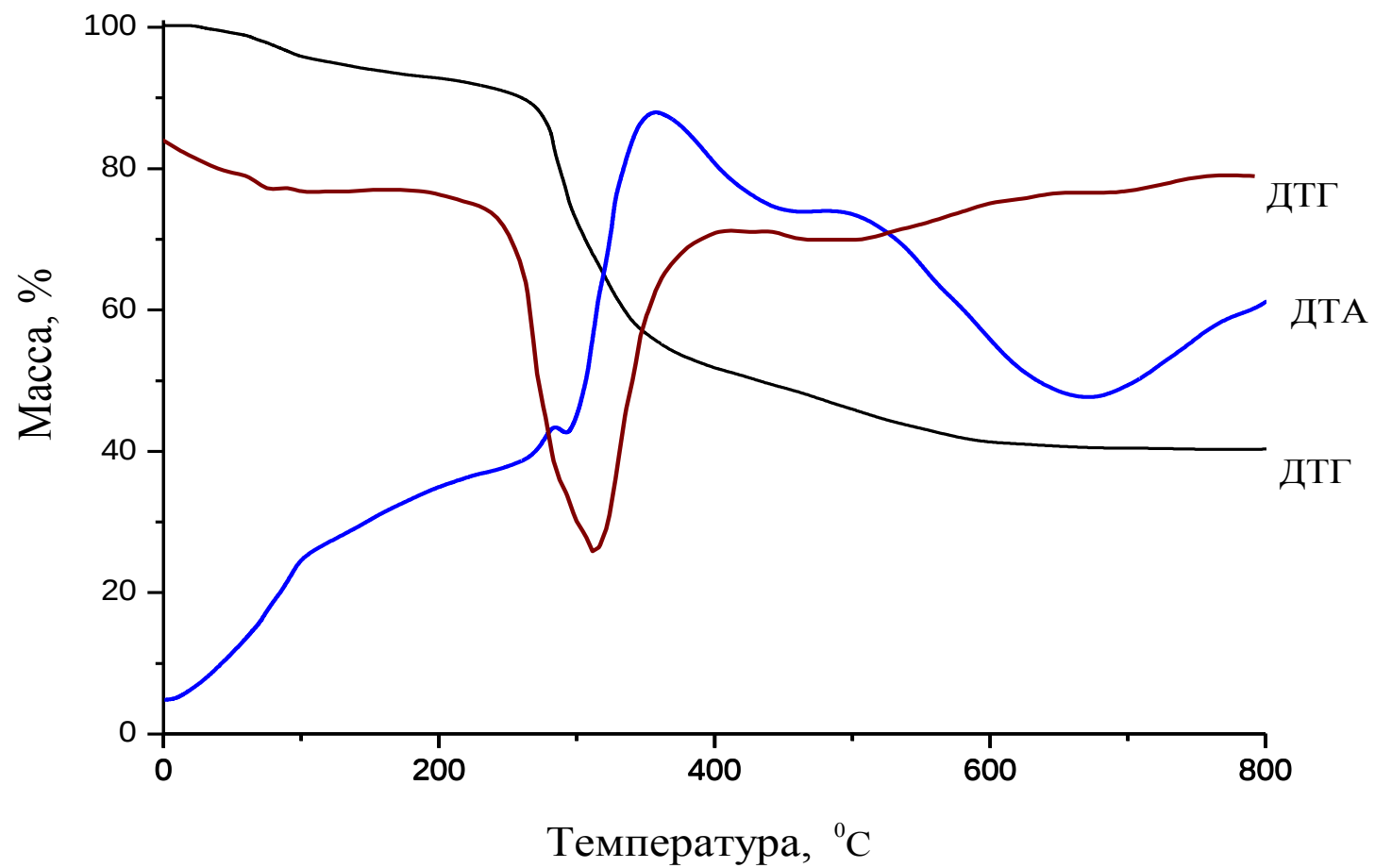
Олинган гибрид материалларни тузилиши ва структурасини термик анализ усулида ўрганилди. Олинган натижаларга кўра, кимёвий жараёнлар тўғрисида хулоса қилиш мумкин. Қуйидаги гибрид материалларни термик анализлари ўрганилди: тоза кремнезем, целлюлоза диацетати, нанокомпозит материал.



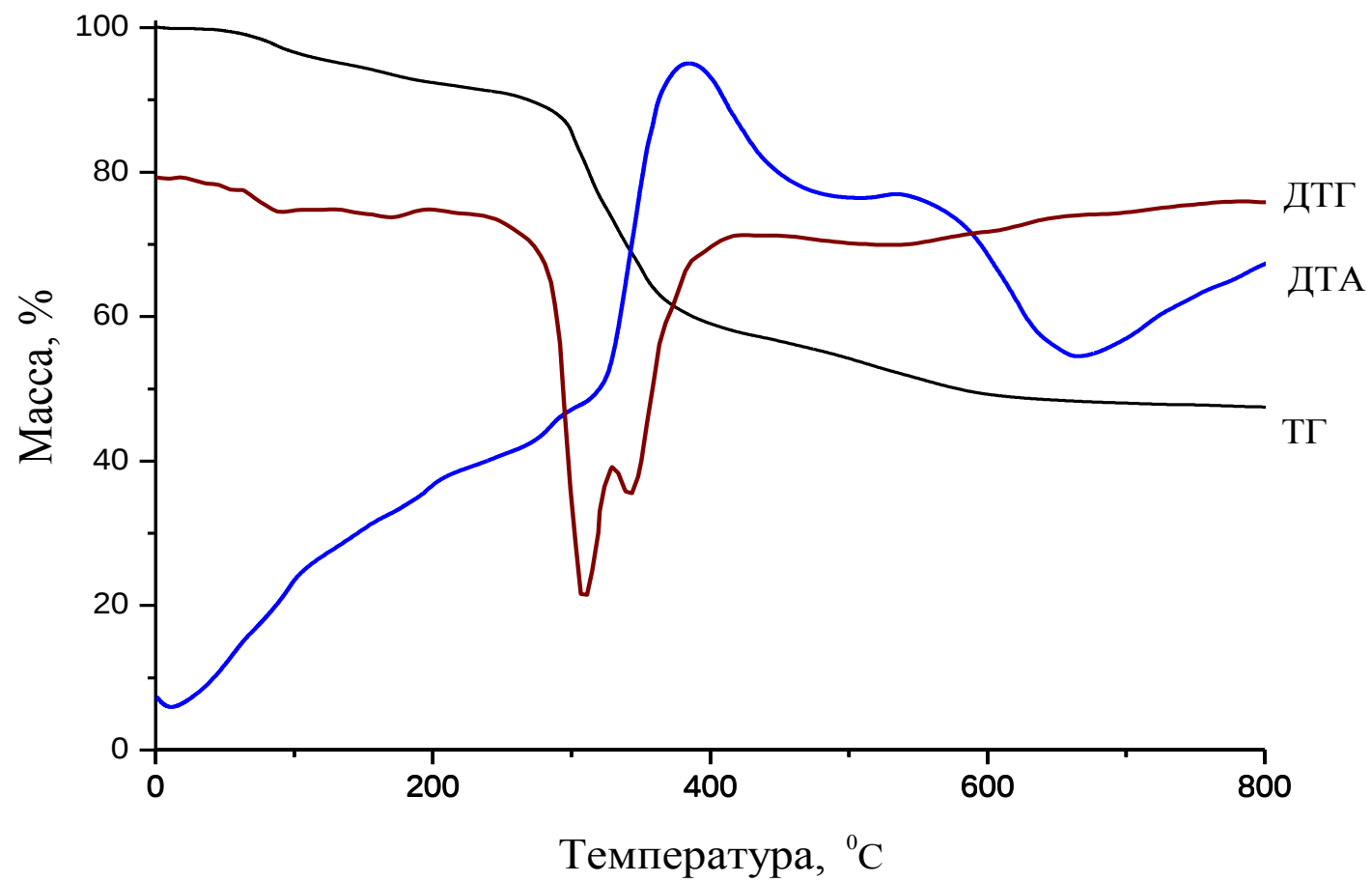
Расм. 18. Тоза ДАЦнинг термик анализи.



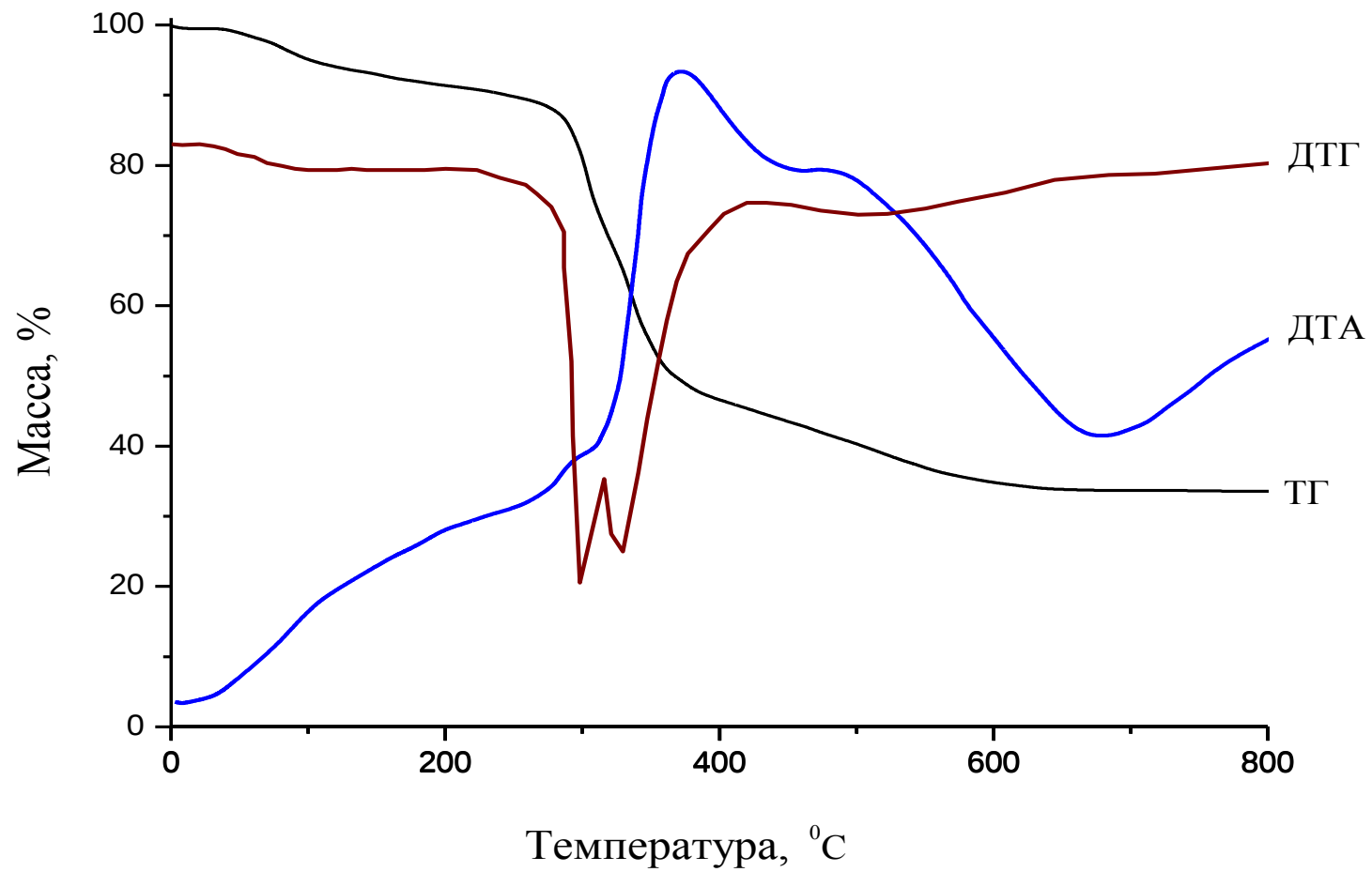
Расм. 19. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибридин термик анализи. 40/60 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочеина



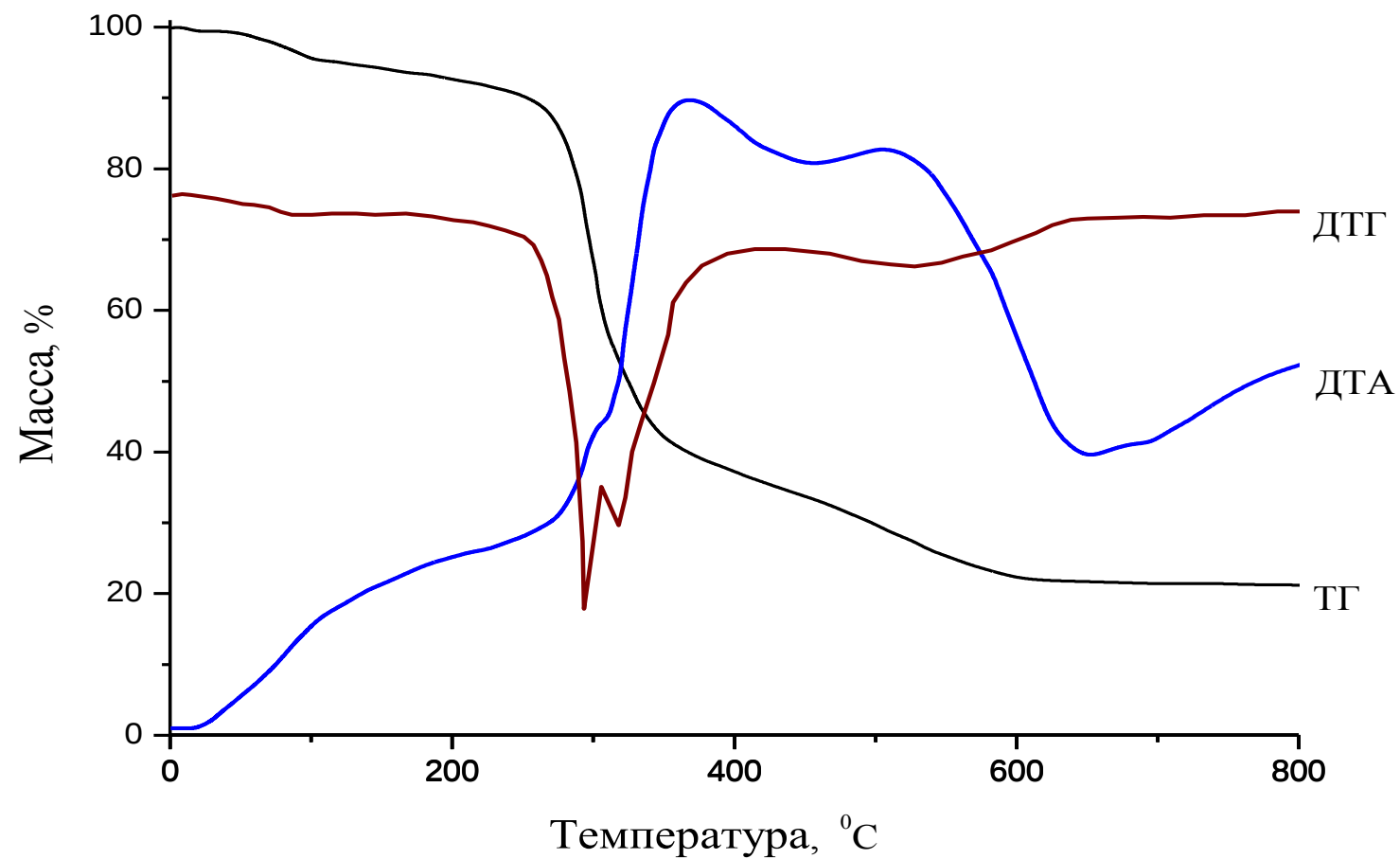
Расм.20. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални термик анализи. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0,01 гр мочеина



Расм.21. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материални термик анализи. 30/70 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочеина



Расм.22. Синтез қилинган диацетатцеллюлозокремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материаллини термик анализи. 60/40 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочевино



Расм.23. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибридини термик анализи. 70/30 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочеина

Термооксидланиш деструкцияни ўрганиш учун золь-гель усулида олинган ДАЦ ва гибрид ДАЦ кремнезем нанокomпозицион материал намуналари олинди.

ДАЦнинг термогравиметрик чизиғига қараганимизда кўришимиз мумкунки 200°C гача масса йўқолиши кузатилмайди ва асосий массанинг йўқолиш температура оралиғи $275\text{--}325^{\circ}\text{C}$. Айти шуерда ДТГда масса йўқолиш тезлигининг максимуми кузатилади.

ДТГда максимум ҳарорат 300°C га тўғри келади. ДАЦ массанинг йўқолиши қарийиб 100% ва 500 C да тўлиқ тугайди.

Гибрид нанокomпазиционматериаллар намуналарининг ТГ чизиғига қараганимизда кўришимиз мумкунки массанинг йўқолиши 80°C дан бошланиб 200°C гача давом этади. Бу ораликда массанинг йўқолиши 3%, бу далил шуни тушунтирадики ДАЦ-кремнезем нанокomпозицион материалининг юқори адсорбцион хусусиятга эгалиги, қуриган ҳолатда ҳавода туриб ҳаводаги учувчи моддалар ва сув буғларини адсорбция қилади. Шундан сўнг 300°C да кремнезем тўридаги ДАЦнинг деструкцияси бошланади.

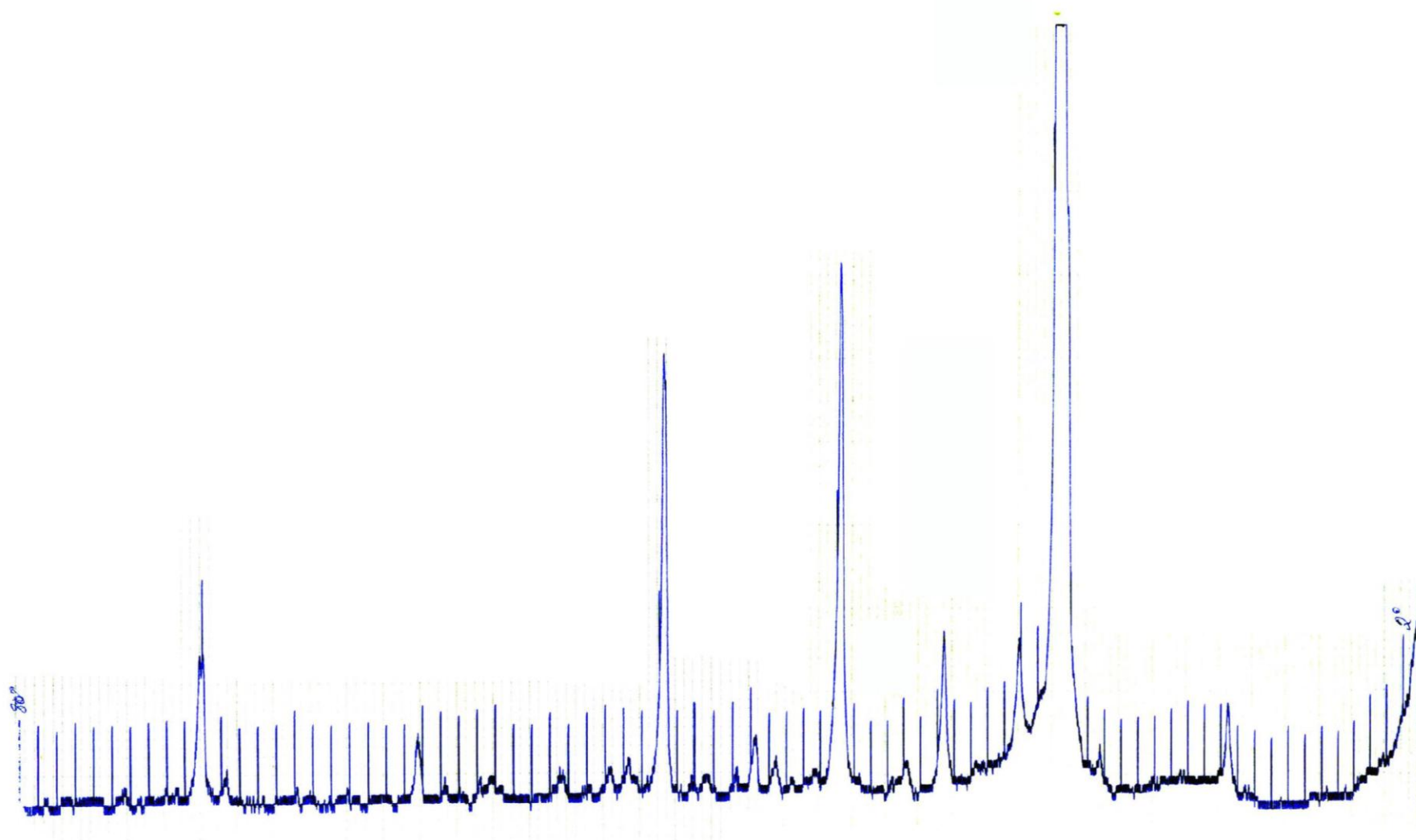
Бундан шуни кўришимиз мумкунки нанокomпозитлар деструкцияси бошланиши тоза ДАЦга қараганда $25\text{--}500^{\circ}\text{C}$ га юқори ва 600°C да тугайди.

Массанинг йўқолиши реагент миқдори билан мос тушади ва ТЭОСнинг тўлиқ гидролизидан дарак беради.

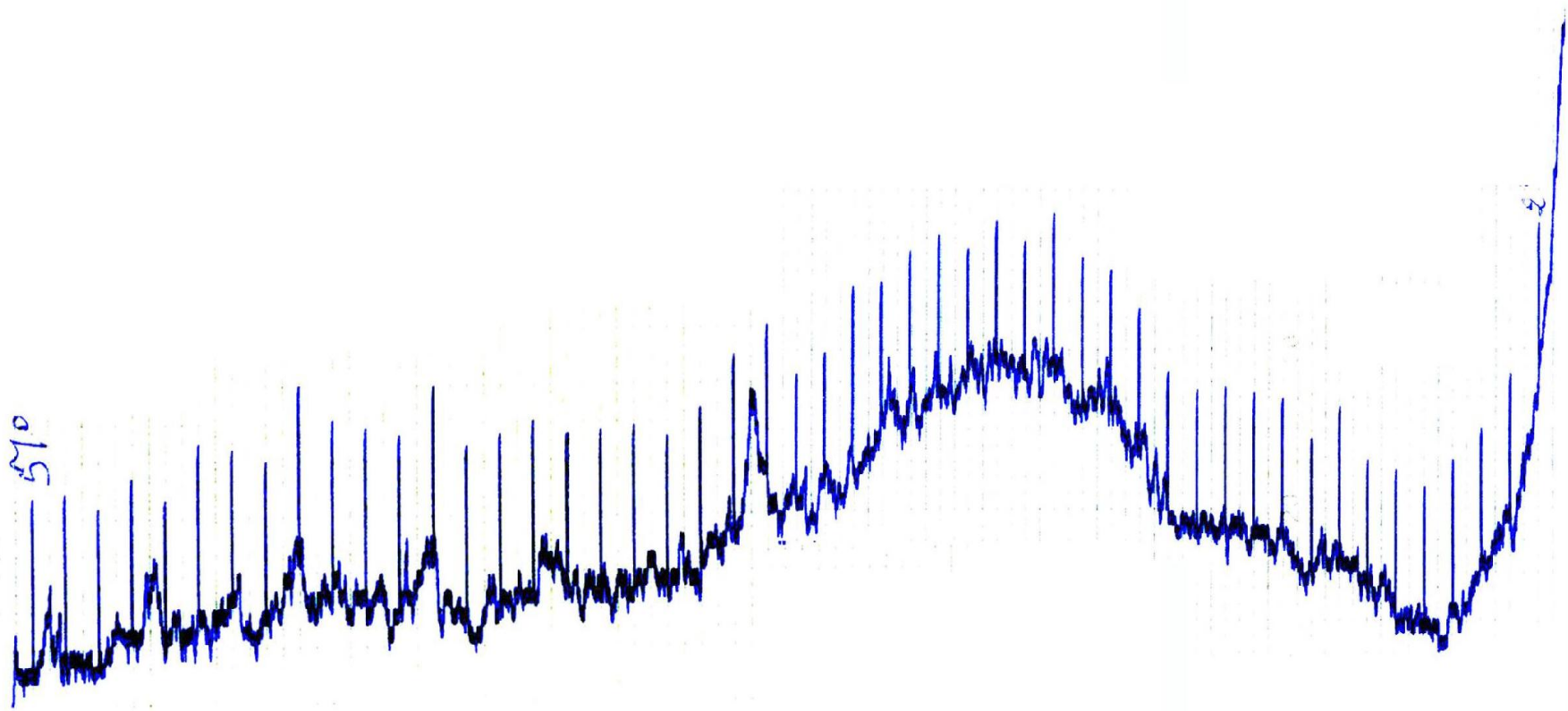
Энг катта қолдиқ 30/70 намунасида ва энг кичик қолдиқ 70/30 намунасида кузатилди. Олинган маълумотлар шуни курсатадики синтез натижасида нафақат кампанентлар аралашмаси балки ноораник кремнезем тўрига киритилган органик фазали гибрид нанокomпазицион материал вужутга келди.

3.4. Нанокмозицион гибри материалларини рентгенофазовий анализ методи ёрдамида ўрганиш.

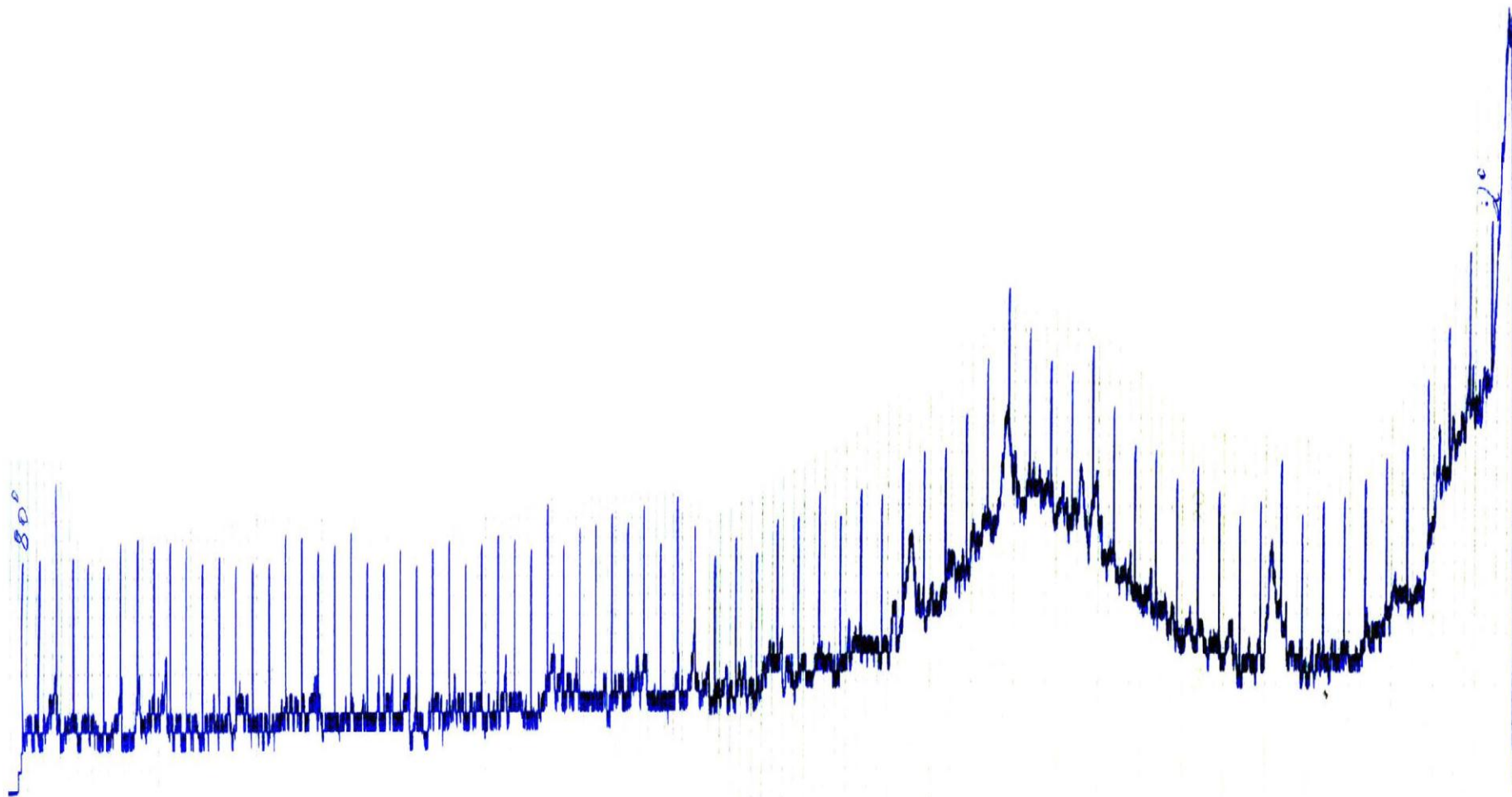
Олинган гибри материалларни кристаллик хоссалари рентгенофазовий усулида ўрганилди. Олинган натижаларга кўра, кимёвий жараёнлар тўғрисида хулоса қилиш мумкин. Қуйидаги гибри материалларнинг рентгенограммалари ўрганилди: тоза кремнезем, целлюлоза диацетати, нанокомпозит материал.



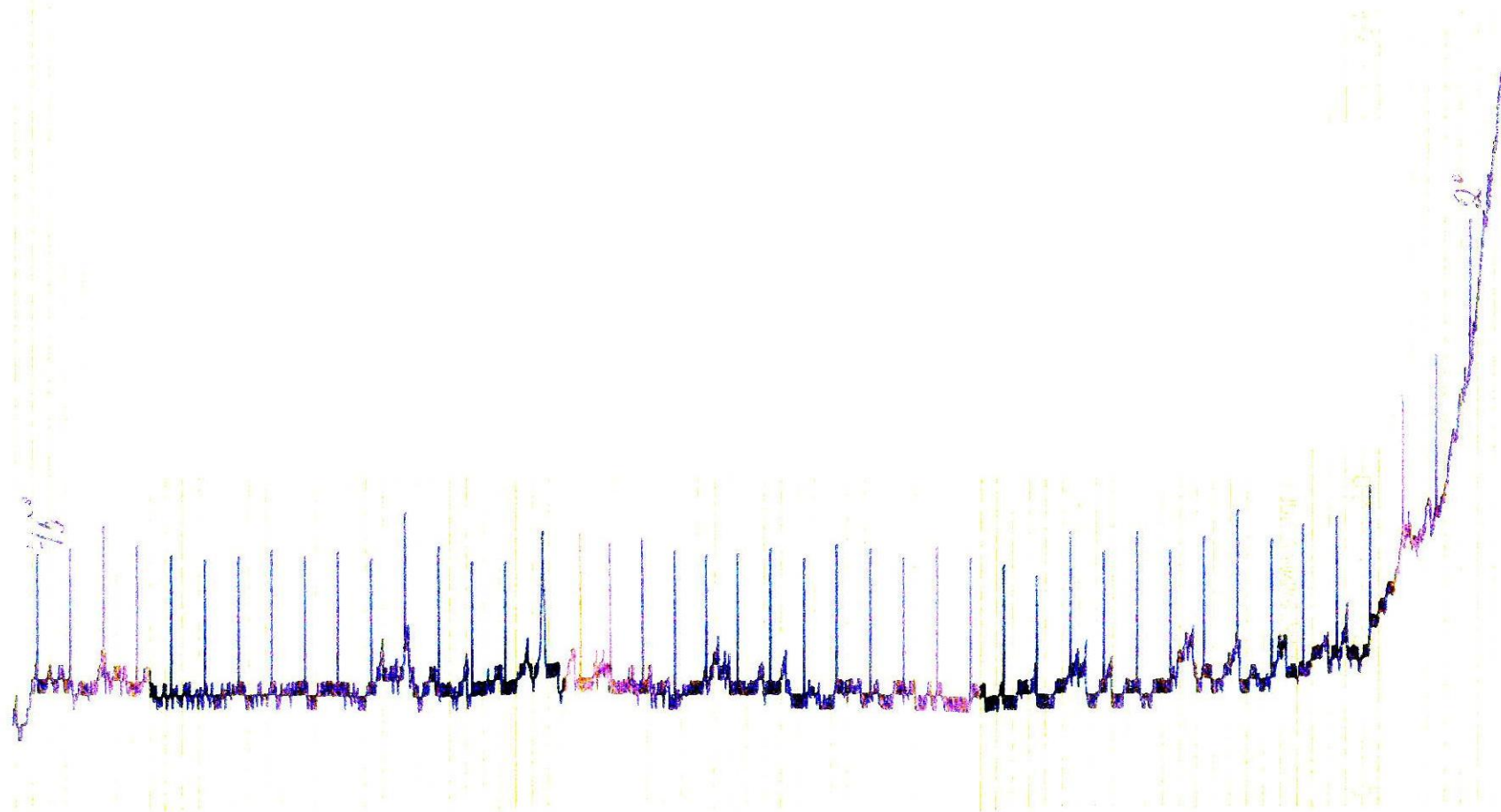
Расм.24. Тоза мочевинанинг рентген фазовий анализи.



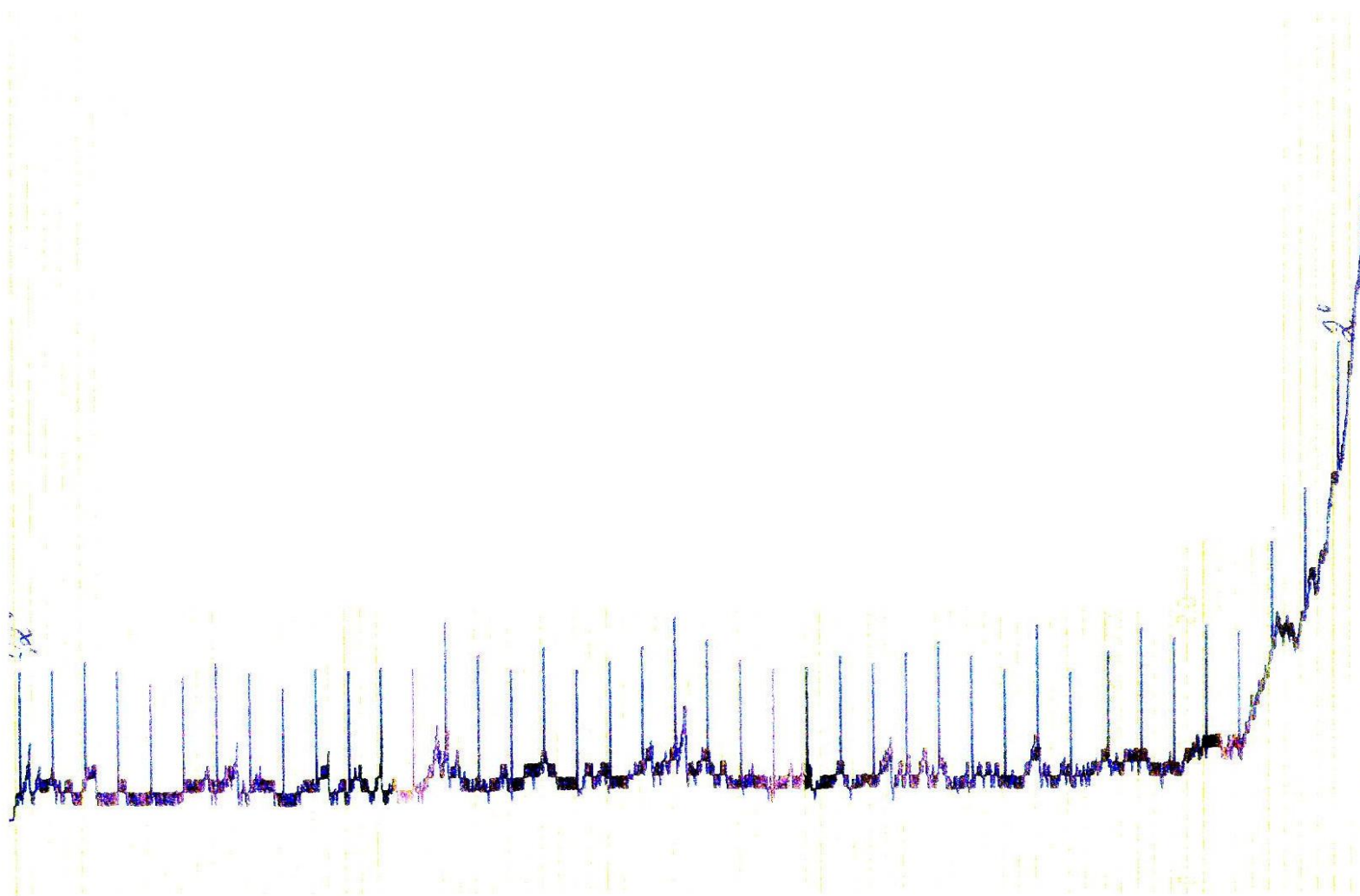
Расм.25. Тоза кремнеземнинг рентген фазовий анализи.



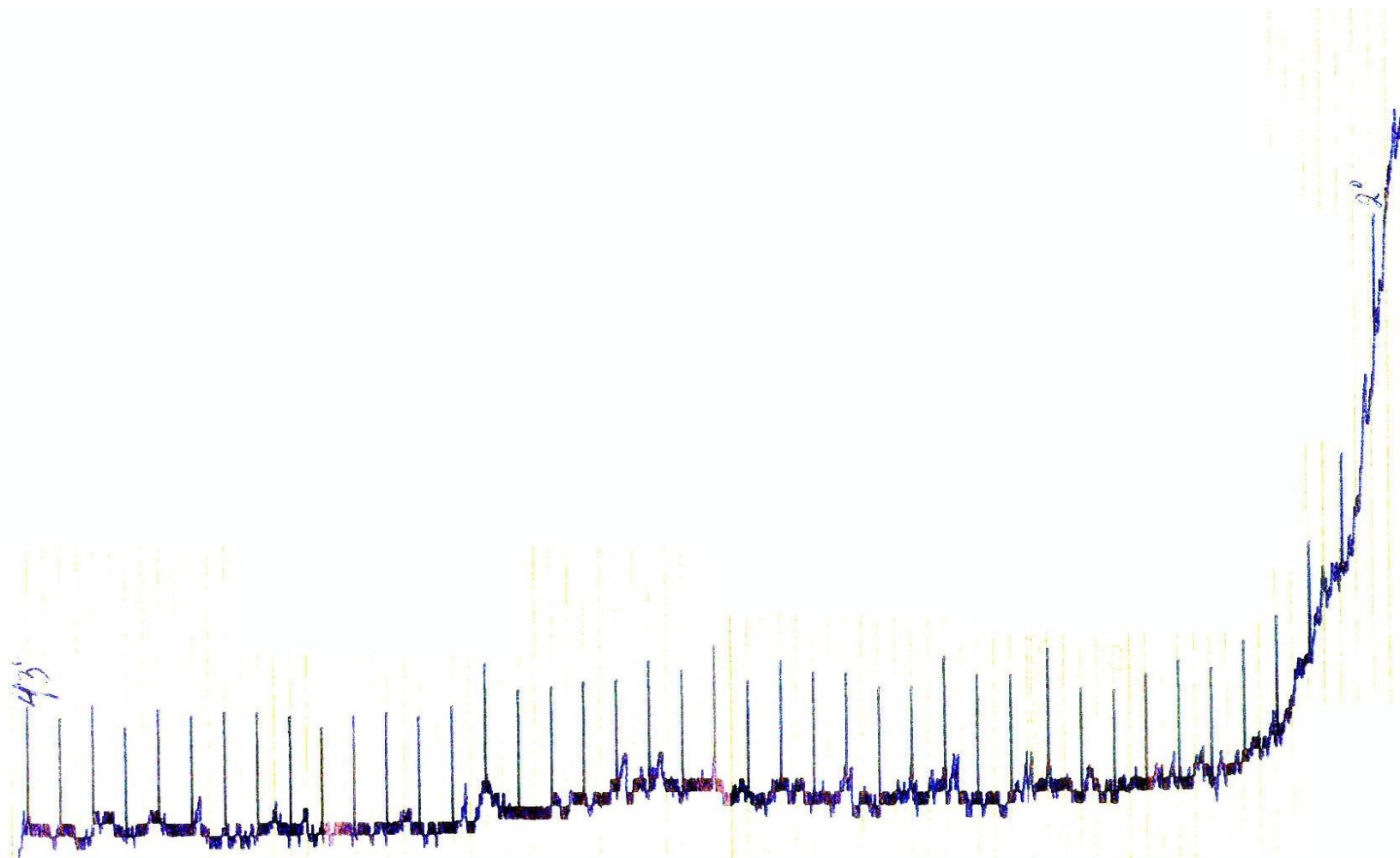
Расм.26. Тоза ДАЦнинг рентген фазовий анализи.



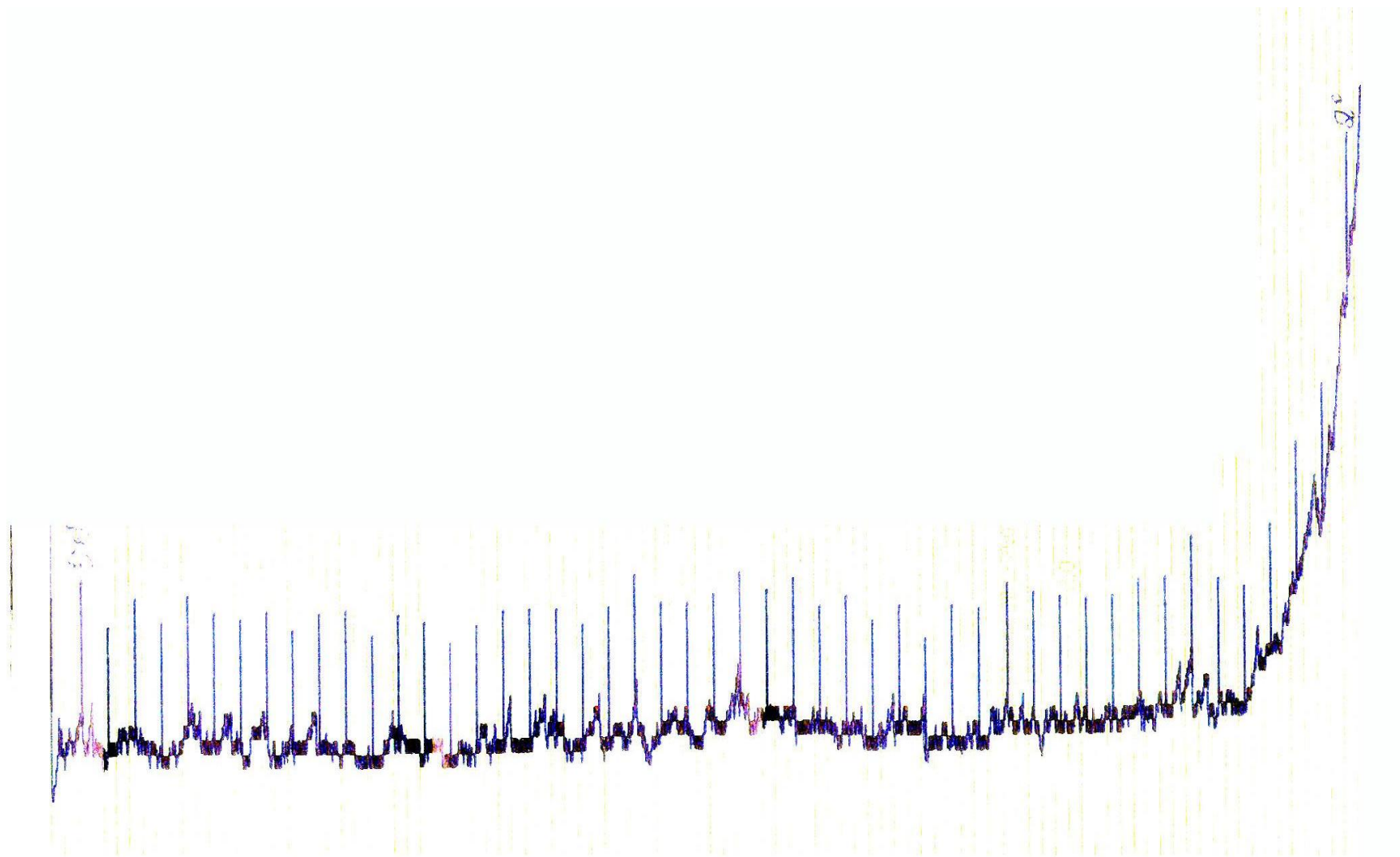
Расм.27. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибридининг рентген фазовий анализи. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0 гр мочевины.



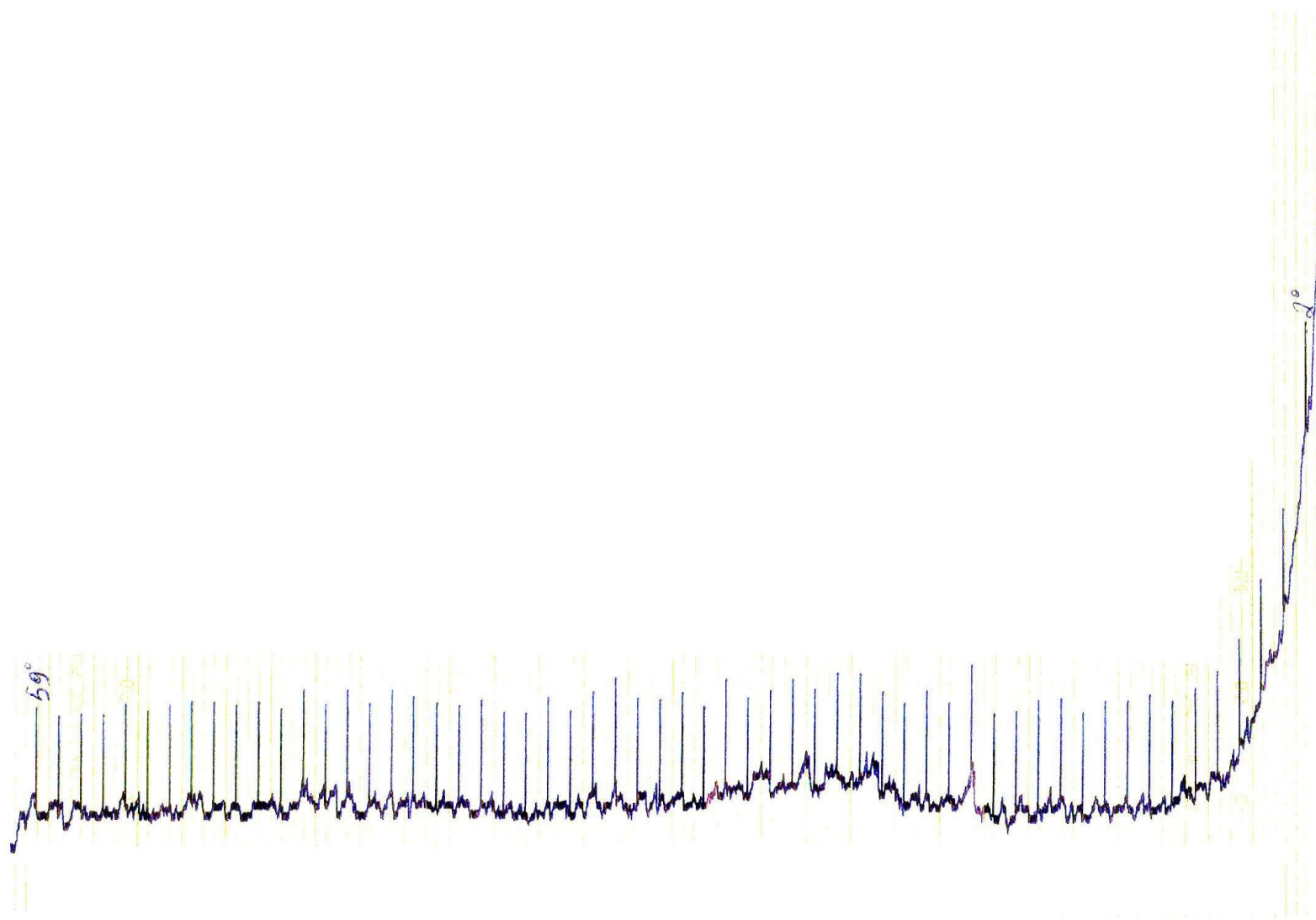
Расм.28. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибридининг рентген фазовий анализи. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0,06 гр мочевины.



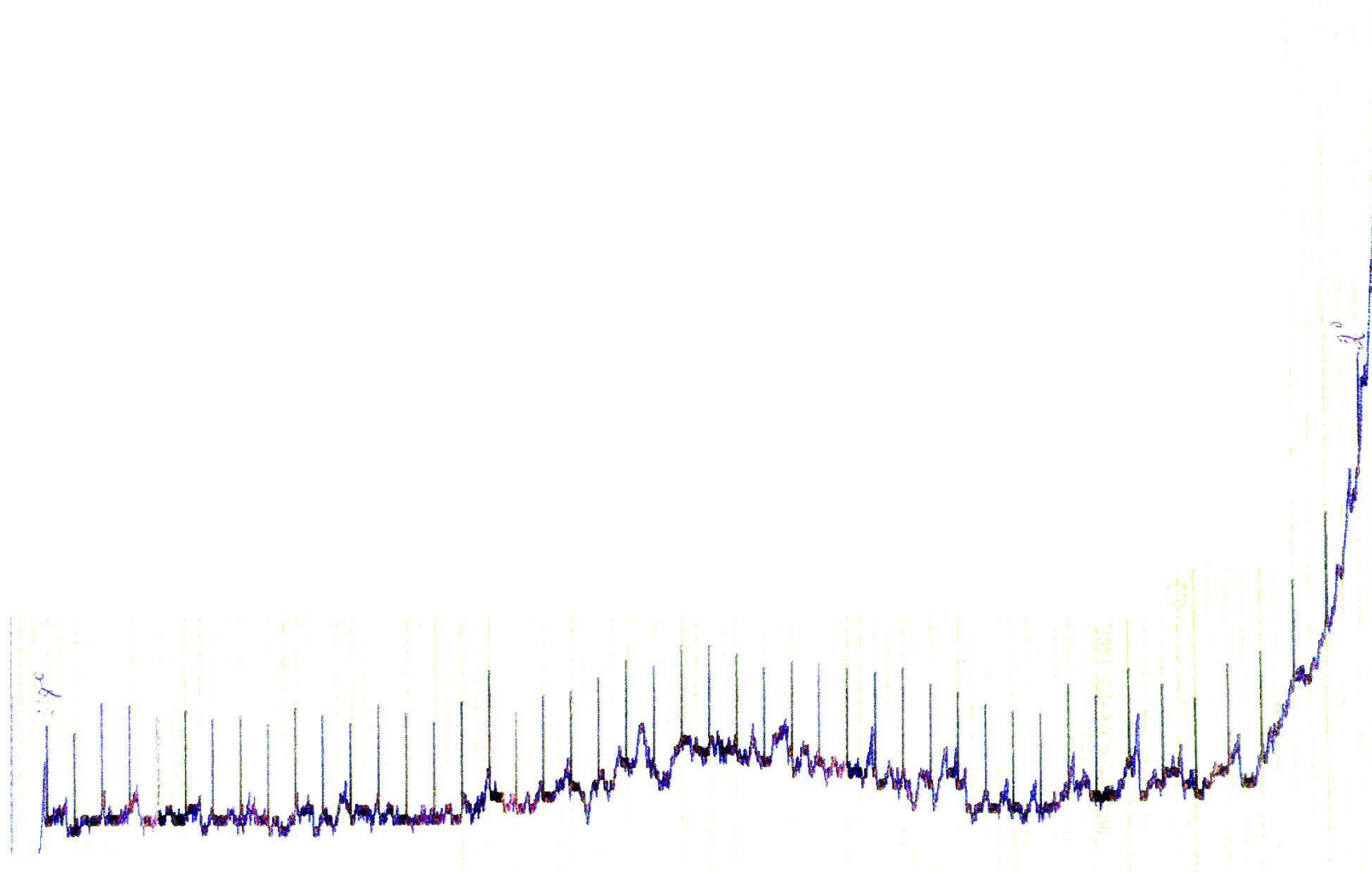
Расм.29. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материалнинг рентген фазовий анализи. 30/70 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеви́на



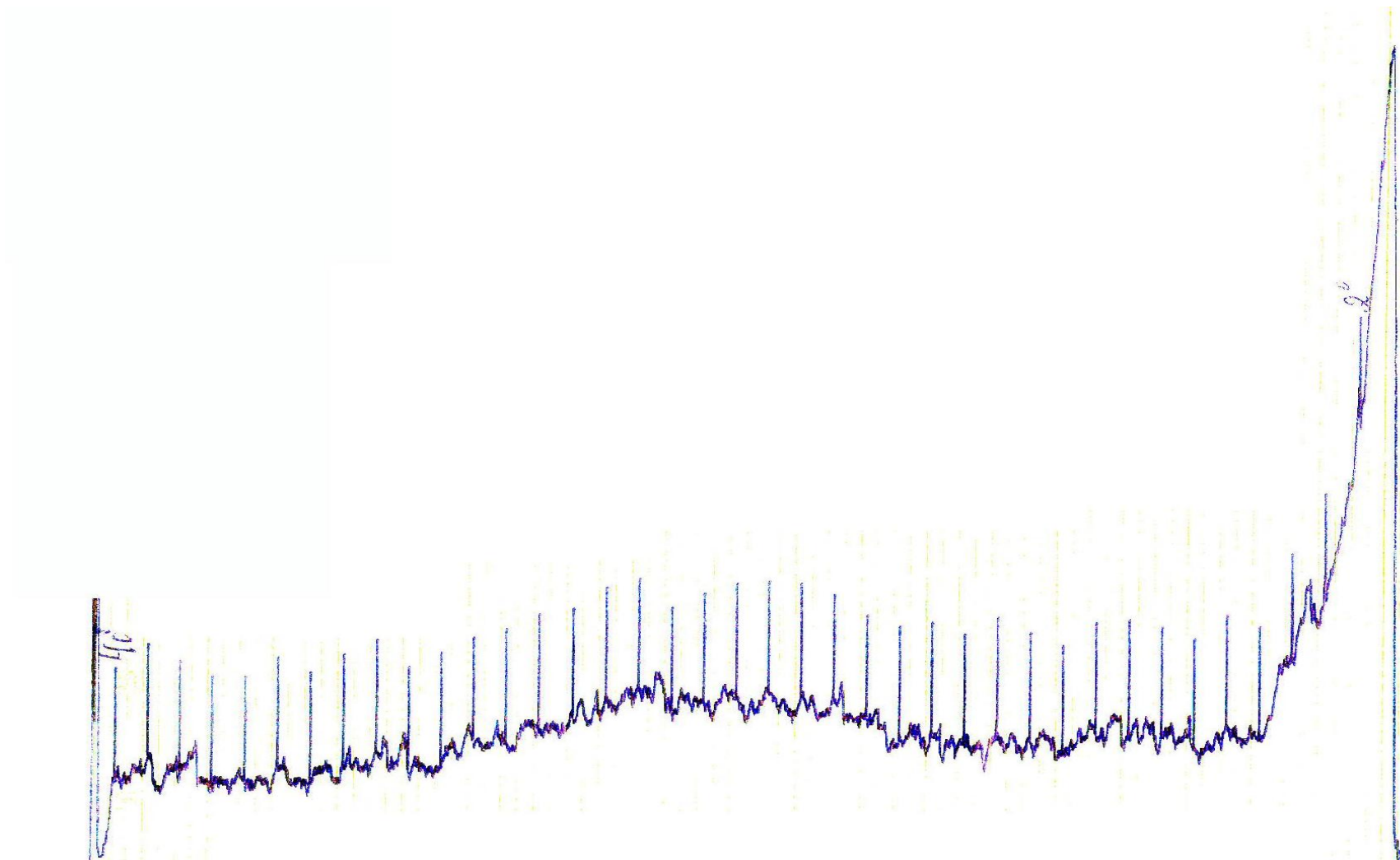
Расм.30. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материалнинг рентген фазовий анализи. 40/60 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина



Расм.31. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокомпозицион гибрид материалининг рентген фазовий анализи. 50/50 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочевины



Расм.32. Синтез қилинган диацетатцеллюлозкремнезёмли нанокөмпозицион гибридининг рентген фазовий анализи. 60/40 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина

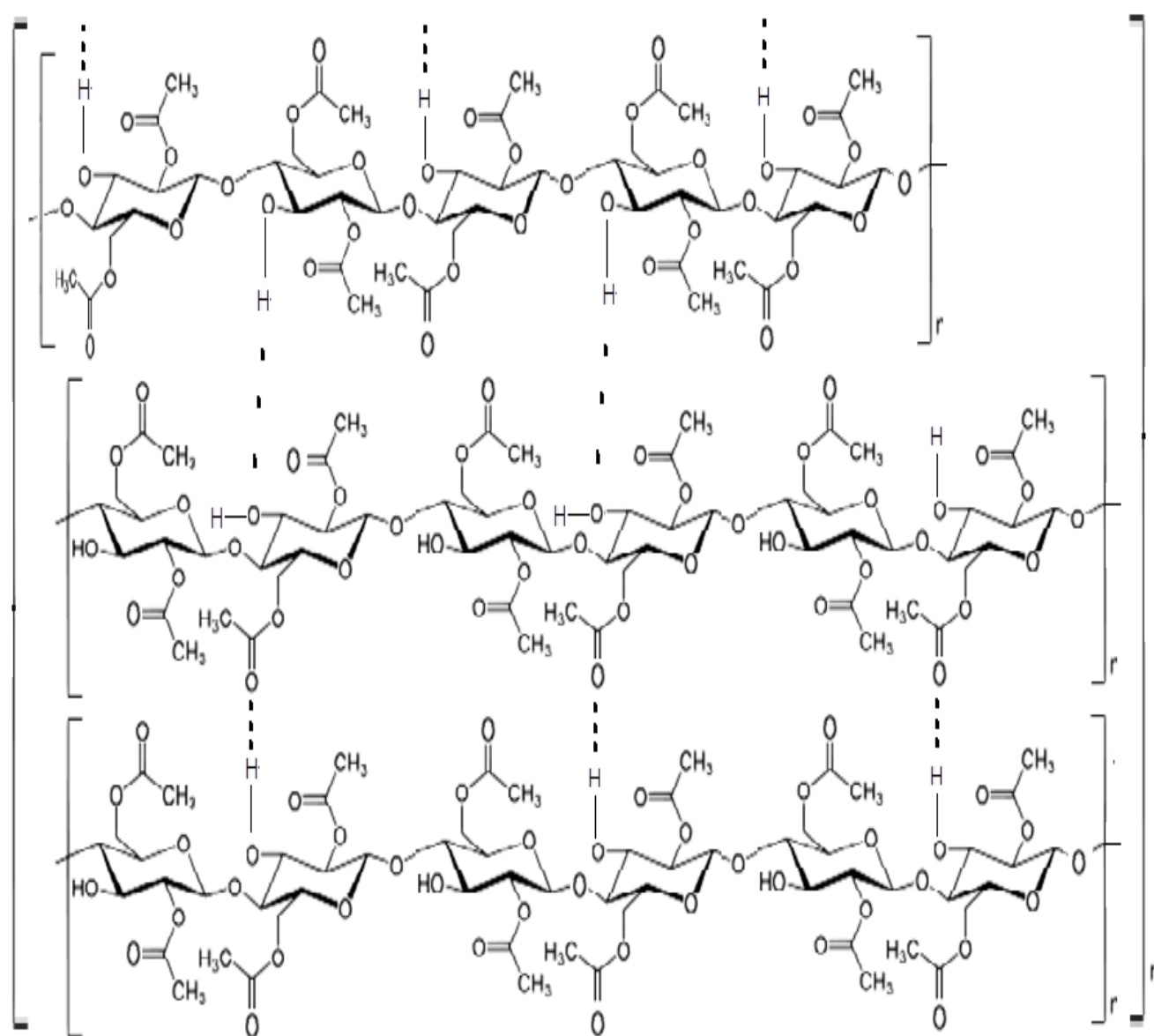


Расм.33. Синтез қилинган диацетатцеллюлозоскремнезёмли нанокөмпозицион гибрид материалининг рентген фазовий анализи. 70/30 ДАЦ/ТЭОС, 0,03 гр мочеина

Кремнезем фазасининг ДАЦ макромолекуласи билан таъсирини рентгено фазали таҳлилида ДАЦ нинг кристалланиши кўриш мумкин.

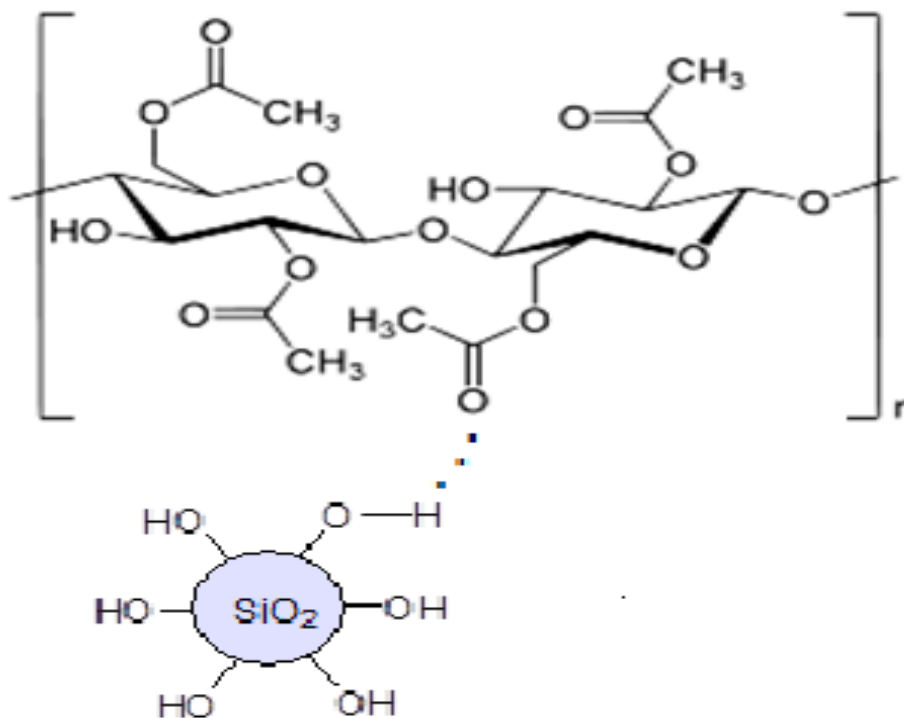
Бу ДАЦ дифрактограммаси билан гибрид ДАЦ кремнезем нанокомпозитларининг дифрактограммалари билан солиштирганимизда кўриниб турибди.(3,6.2,1)

ДАЦ нинг кристаллиги унда гидроксил гурухлари ва карбонил $>C=O$ гурухлари орасида водород боғланиш борлиги ацетат гурухлари схема бўйича юқори ориентрланган кристаллитларидаги ДАЦ макромолекуласининг кўшни занжирида



қачонки кремнезем золи кислоталли муҳитда (водород боғи ҳосил бўлиши учун қулай) шаклланса ДАЦ макромолекуласи $>C=O$ ацетат гуруҳлари ва кремнеземнинг $\equiv Si-OH$ силанол, OH гуруҳлари, ДАЦ нинг карбонил гуруҳлари ва $Si-OH$ орасида янги водород боғини вужудга келтиради.

Буни қуйидагича схематик тарзда тушинтириш мумкун



Макромолекулалар орасидаги водород боғларининг узилиши натижасида кристаллик камаяди ва аморфлик ортади.

Эритмада кремнезем нанозаррачасини шаклланишида ДАЦ молекуласи структурасида бузилиш кузатилади, гибрид ДАЦ кремнезем нанокмпозицион материали молекуласи, структурасининг топологик молекула усти даражалари ва тўлиқ структуралари ўзгаришига олиб келади.

Золь-гель усулида ҳар хил йўллар билан олинган намуналар хусусиятларини ўрганиш шуни кўрсатдики ИК спектрларида термо оксидли деструкция ва рентгено фазовий параметрларда ДАЦ ва SiO_2 турличадир.

ХУЛОСА

1. ТЭОС нинг хона температурасида реакцион аралашмага сув кўшмаган ҳолда гидролитик поликонденсация жараёни амалга ошиши имконияти борлиги кўрсатилди.

2. Ўрганилган шароитда реакцион эритмада гель ҳосил бўлиш вақти дастлабки реагентларнинг моль нисбатлари, кўшилаётган ТЭОС, ДАЦ, мочевина миқдори ва нисбатига боғлиқлиги ҳамда золь-гель жараёнининг давомийлигини бошқариш мумкинлиги ўрганилди.

3. ИҚ-спектроскопия, термик ва рентген фазовий анализ усуллари билан золь-гель жараёнида олинган маҳсулотда кремнезем тўрлари ҳосил бўлиши билан бир вақтда ДАЦ ва кремнезем орасида водород боғлар мавжудлиги кўрсатилди.

Фойдаланилган адабиётлар рўйхати

1. Schmidt H., Tonschker G., Goedicke S., Mennig M. The sol-gel process as a basic technology for nanoparticle-dispersed inorganic-organic composites Sol-Gel Sci. Technol. 2000, V. 19, p.39-51.
2. Bond R., McAuliffe I. Silicon Biotechnology: New opportunities for carbohydrate science Aust. J. Chem. 2003, V.56, p 7-11
3. Роговин А. и Шорыгина. Н.Н., “ Химия Целлюлозы и её спутников”. Москва, 1953.
4. Помогайло А.Д., Розенберг А.С., Уфлянд И.Е. Наночастицы металлов в полимерах. –М.:Химия, 2000. -505 с, 672 с.
5. Суздалев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. –М: Комкнига, 2006. -502 с.
6. Chujo Y., Saegusa T. A novel Inorganic-Organic hybrid membrane. Adv. Polym.Sci., 1992. -V.100. - P.11-19.
7. Brykalov A. Synthesis and investigation of chitosan silica sorbents for biomedical purposes. Proc. Inter. Conf. Analyt.Chem. - 2002. 25-29 Sept, P.175-177.
8. Molvinger K. Chitosan-Silica Hybrids Microspheres a new green Catalyst. Symp. Canadian de Catalyst Techn.Progr. Abst.of Papers May 17. 2004., P.45.
Mark J.E. Heterogeneous Chem. Rev, 1996. V.3. –P. 307-326.
9. Schmidt H, Tonschker G, Goedicke S, and Mennig M. The sol-gel process a basic technology for nanoparticle – dispersed inorganic-organic composites. J.Sol-Gel Sci.Technol. - 2000. - №1-3(19). - P.39-51.
10. Haas K-H. Advanced Engineering Materials, 2000. –V.2. -№9.
11. Помогайло А.Д. Гибридные полимер-неорганические нанокомпозиты. Успехи химии, 2000, Т.69, №1, 60-89 с.
12. Schmidt.H Sol-gel derived nanoparticles as inorganic phase's polymer-type matrices. Macromol. Symp. 2000. V. 159. P.43-55.

13. Liu J, Gao Y, Wang F, Li D, Xu J. Preparation and characteristic of a new class of silica/polyimide nanocomposites. *J. Mater. Sci.* 2002. V.37. P. 3085-3088.
14. Jang J., Park H. In situ sol-gel process of polystyrene/silica hybrid materials: effect of silane-coupling agents. *J. Appl. Polym. Sci.* 2002. V.85. P. 2074-2083.
- Шабанова Н.А., Саркисов П.Д., Основы золь-гель технологии нанодисперсного кремнезема. М.: ИКЦ «Академкнига», - 2004. 207С.
15. Miao Y., Tan S.N. Amperometric hydrogen peroxide biosensor with silica sol-gel chitosan films immobilization matrix, *Analytica Chimica Acta* 2001, 437, 87-93 p].
16. Komilla Surib, Annapoornib S., Sarkara A.K., Tandon R.P., Gas and humidity sensors based on iron oxide-polypyrrole nanocomposites. *Sensors and Actuators B* 81, 2002, 277-282p.
17. Shirley A., Rodriguez and Luis A. Colorn, Study of the Solution in the Synthesis of a Sol-Gel Composite Used as a Chromatographic Phase, *Chem. Mater.* 1999, 11, 754-762.
18. Zoppi R.A., Gocalves M.C. / Hybrids of cellulose acetate and sol-gel silica. *J. Appl. Polym. Sci.* 2002, Vol.84. P. 2196-2205
19. Старовойтова И.А., Хозин В.Г., Абдрахманова Л.А., Ушакова Г.Г. Гибридные органо-неорганические связующие, получаемые по золь-гель технологии, и их практическое использование в композиционных материалах. *Известия Казгасу*, 2010, № 2 (14), с. 273-277.
20. K.S.Kato. *Polymer Silica Nanocomposites Chemical Reviews*, 2008, Vol.108, N9
21. Айлер Р. Химия кремнезема. Пер. англ. - М.: Мир, 1982, Ч.1-2. - 1127с.
22. Dresselhaus MS, Dresslhaus G, Avouris P. Carbon nanotubes: synthesis, structure, properties and applications. Berlin: Springer Verlag; 2001.
23. И.Е. Неймарк «Синтетические минеральные адсорбенты и носители катализаторов» Киев: Наук.думка. 1982, 216с.

24. А.В. Киселев, В.И. Лыгин, И.Е. Неймарк и др. «Электронно-микроскопическое и адсорбционное исследования силиказоля и силикагелей» Колл.журн. 1958. Т.20, №1. с.52-58
25. G.B. Alexandr. The polymerization of monosilicic acid J.Amer.Chem.Soc. 2004. V.76, N8. P. 2094-2096.
26. И.Е. Неймарк, Р.Ю. Шейнфайн “Силикагель, его получения, свойства и применение” Киев: Наук. думка. 1979, 200с.
27. Acosta S., Arnal., Corriu R.J.P., Leclercg D., Mutin P.H., Vioux A.: A general nonhydrolytic sol-gel route to oxides. Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 346, 43-64 (1994)
28. Avnir D., Klein L.C., Levy D., Schubert U., Wojcik A.B. Organo-silica sol-gel materials. The Chem. Org. Silicon Comp. 1998. V.2. P.2317-2361.
29. Chen Yong-Chun, Zhou Shu-Xue, and Yang Hai-Hua. Interaction and microstructure of polyurethane silica hybrid films prepared by sol-gel process. J.Sol-Gel Sci.and Technol. - 2006. - №1(37). - P.39-47.
30. Гальбрайт Л.С. , Целлюлоза и ее производные, М: ХИМИЯ. 1996. 254с.
31. Рахманбердыев Г., Аулбеков С., Мухамеджанов М. и др. Тез, докл. Всесоюз. Науч. конф. «проблемы модификации природных и синтетических волокнообразующих полимеров». Москва, 29-30 окт.1991 г. М.,1991. с.90.
32. Берлин А.А. Соросовский Образовательный Журнал. 1995. № 1.с. 57-65
33. Петропавловский. Г.А. Гидрофильные частично замещенные эфиры целлюлозы и их модификация путем химического сшивания. Ленинград: Наука, 1988. 5с, 157с, 297с.
34. Роговин З.Н., Шорыгина Н.Н. Химия целлюлозы и ее спутников. М-Л.: Госхимиздат. 1953. 678 с.
35. Мухамеджанов М., Зайнутдинов У.Н., Мухамедкаримова М.Г. Тез докл. Всесоюз. Науч. Конф. «Проблемы модификации природных и синтетических волокнообразующих полимеров». Москва, 29-30 окт.1991г. М.,1991.с.81

36. Wang B., Li Bin., Deng Q., and Dong S. Amperometric glucose biosensor based on sol-gel organic-inorganic hybrid materials. *Anal.Chem.* - 1998. - №15(70). - P.3170-3174
37. Pavan F.A., Costa T.M.H., and Benvenuti E.V. Adsorption of CoCl_2 , ZnCl_2 and CdCl_2 on aniline/silica hybrid material obtained by sol-gel method. *Colloid.Surface Physicochem.Eng.Aspect.* - 2003. - №1-3(226). - P.95-100.
38. Шабанова Н.А., В.В. Папов, П.Д. Саркисов “Химия и технология нанодисперсных оксидов” М.: ИКЦ “Академкнига” 2006, 216с.
39. Wang Joseph. Sol-gel materials for electrochemical biosensors. *Anal.Chim.Acta.* - 1999. - №1-2(399). - P.21-27.
40. Neoh K.G., Tan K.K., Goh P.L., Huang S.W., Kang E.T., and Tan K.L. Electroactive polymer – SiO_2 nanocomposites for metal uptake. *Polymer.* - 1999. - №4(40). - P.887-893.
41. Кабулов Б.Д. Хроматография азотдержажих синтетический и пресоид:
42.Темирова М.И., Кодиров Т.Ж.«Чарм ва мўйна технологияси» Бухоро-2004 й.
43. Kato K.S. Polymer/Silica Nanocomposites *Chemical Reviews*, 2008, Vol.108,
44. Pandey J.K., Kumar A.P., Misra M., Mohanty A.K., Drzal L.T., Singh R.P. Recent advances in biodegradable nanocomposites. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology.* 2005; 5(4):497-526.
45. Liangming Wei, Nantao Hu and Yafei Zhang *Synthesis of Polymer Mesoporous Silica Nanocomposites Materials* 2010, Volume 3, Issue 73(7), 4066
46. Pinna, N.; Garnweitner, G.; Antonietti, M.; Niederberger, M. Nonaqueous synthesis of high-purity metal oxide nanopowders using an ether elimination process *Adv. Mater.* 2004
47. Красиков В.Д. Основы планарной хроматографии. - С-Петербург, Химиздат, 2005. - 232с. О. - 2010.
48. Wang Y.-W., Yen C.-T., and Chen W.-C. Photosensitive polyimide/silica hybrid optical materials. *Synthesis, properties and patterning. Polymer.* - 2005. - №18(46). - P.6959-6967

Ўзбекистон Миллий университети кимё факультети “Физикавий ва коллоид кимё” кафедраси магистранти Юлдашева Наргиза Муратбаевнанинг «Золь-гель технологияси ёрдамида гибрид нанокомпозитцион материаллар олиш ва жараён кинетикасини ўрганиш» мавзусидаги магистрлик диссертациясига илмий раҳбар

ТАҚРИЗИ

Юлдашева Наргиза Муратбаевна ЎЗМУ кимё факультети “Физикавий ва коллоид кимё” кафедраси магистратурасида таҳсил олди. У ўзининг ўқув ва иш фаолияти давомида қизиқувчанлиги, мақсадга интилувчанлиги, назарий билимларини ошириш устида кўп ишлаши ва олган билимларини амалиётга тадбиқ қила олиши ҳамда олинган натижалардан тўғри хулоса чиқара олишини кўрсатди.

Юлдашева Наргиза Муратбаевна тақдим этган магистрлик диссертация иши маҳаллий хомашёмиз, миллий бойлигимиз ҳисобланган пахта ёғочидан диацетат целлюлозани ажратиб олиб, ДАЦ-кремнезем нанокомпозицион материаллар олиш ва ўрганишга бағишланган.

Юлдашева Наргиза Муратбаевна томонидан магистратура мобайнида жами 3 та илмий иш, жумладан маъруза тезислари чоп қилинган.

Физикавий ва коллоид кимё кафедрасининг 2014 йил 15 майдаги 43-сонли мажлисида Юлдашева Наргиза Муратбаевнанинг магистрлик диссертация иши муҳокама қилинди ва ҳимояга тавсия этилди.

Умуман олганда Юлдашева Наргиза Муратбаевна ҳар томонлама етук, мустақил иш юрита оладиган мутахассис, кимё магистри академик даражасини олишга муносиб.

Илмий раҳбар:



к.ф.н. Юнусов Ф.У.