

**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС ТАЪЛИМ
ВАЗИРЛИГИ
МИРЗО УЛУҒБЕК НОМИДАГИ ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ
УНИВЕРСИТЕТИ**

Кимё факултети

«Физикавий ва коллоид кимё» кафедраси

МАДИЕВА НАРГИЗА УТЕГЕНОВНА

МАЛАКАВИЙ БИТИРУВ ИШИ

**ПОЛИАМИДКРЕМНЕЗЕМ НАНОКОМПОЗИЦИОН МАТЕРИАЛЛАРНИ
ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИЯСИ АСОСИДА ОЛИШ**

Илмий раҳбар:

к.ф.н Юнусов Ф.У

Тошкент 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА

ИМЕНИ МИРЗО УЛУГБЕКА

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Кафедра физической и

коллоидной химии

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА

МАДИЕВА НАРГИЗА УТЕГЕНОВНА

**ПОЛУЧЕНИЕ ПОЛИАМИДКРЕМНЕЗЕМНОГО
НАНОКОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА ПО ЗОЛЬ-ГЕЛЬ
ТЕХНОЛОГИИ**

Научный руководитель:

К.х.н., Ф.У. Юнусов

Ташкент-2014 г.

МУНДАРИЖА

	КИРИШ	4
I БОБ	Золь-гель технология ва нанокomпозицион материаллар (Адабиётлар шарҳи).....	7
II БОБ	Методик қисм. Намуналар характеристикаси, ўрганиш усуллари	
	1. Илмий текшириш объектини танлаш ва асослаш	27
	2. Реагентлар ва раеактивлар.....	29
	3. Асбоб ва ускуналар.....	29
	4. Бошланғич реагентларни тайёрлаш ва мақсадли махсулотларни олиш методикаси.....	30
	5. Олинган гибрид материал намуналарини физик-кимёвий хоссаларини ўрганиш.....	33
III БОБ	Тадқиқот натижалари. Гибрид поликапроамидкремнеземли нанокomпозицион материални структураларини ва хоссаларини ўрганиш	34
	1. Золь-гель усулида гибрид поликапроамидкремнеземли нанокomпозицион материални олиш ва жараён кинетикасини ўрганиш.....	34
	2. Нанокomпозицион материалларни ИК спектроскопик ўрганиш.....	38
	Хулоса	52
	Фойдаланилган адабиётлар рўйхати	53
	ИЛОВА	58

КИРИШ

Ҳозирги кунда нанотехнологияга бўлган қизиқиш ортиб бормоқда. Бу эса янги ёндашувлар ёрдамида яхшиланган хоссали техника, биотехнология, кимё, тиббиёт, оптика, механика ва бошқа кўплаб соҳаларда муҳим ҳисобланган гибрид материаллар жумладан, катализаторлар, хроматография учун адсорбентлар, керамикалар, ҳимоя қопламалар, сенсорлар, ғовак материаллар, композицион материаллар олиш имконини беради [1]. Шунинг учун ҳам ҳозирги кунда полимер-кремнезем материаллар бутун дунёда инновацион нуқтаи назардан қаралмоқда.

Нанокимёвий тадқиқотларнинг асосий мавзуси нанозаррача ва унга мувофиқ келувчи наносистемалардир[2].

Кейинги ўн йилликда ўз таркибида ноорганик наноўлчамли структуралар эга композит полимер материалларни олиш шароитини мувофиқлаштириш ва синтез қилиш усулларини тадқиқ қилиш шунингдек, уларнинг хоссаларини ўрганиш жадал ривожланмоқда. [3].

Нанокompозит материаллар ҳозирда оптика ва оптикэлектроникада[4,5], микроэлектроникада [5], катализда [6], сенсорли қурилмаларда[7], биотехнология ва медицинада [8], упаковкaловчи материалар ишлаб чиқаришда [9], қурилишда [10] ишлатилмоқда.

Золь-гель технологияси, жумладан, полимер эритмалари иштирокида кремний алкоксидларини гидролитик поликонденсация золь-гель жараёни уларни олиш учун қулай усул ҳисобланади. Бундай материаллар органик ва ноорганик полимерларга хос тузилиш ва комплекс хоссаларга эга бўлиши мумкин. Золь –гель жараёнининг ўзи ажралиб чиқаётган модданинг қайтиши ҳисобига амалий жиҳатдан чиқиндисиз ва экологик жиҳатдан ҳавфсиз ҳисобланади.

Ишнинг долзарблиги. Табиий полимерлар асосида ажойиб хоссаларга эга бўлган наноматериаллар олишга олиб келадиган 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. Бу муаммони ечиш учун маълум фазалар танлаш керак бўлади. Бундай фазадар фазифасини полимерлар, модификацияланган селикогеллар ва бошқа моддалар бажариши мумкин. Шунинг учун бугунги кунда саноатда кенг ишлаб чиқариладиган, яхшиланган хоссали полимерлар (полиамидлар, полиимидлар, поликапролактама кабилар) дан фойдаланиш энг асосий вазифа бўлиб қолмоқда. Чунки янги мономерлар синтез қилиш, улардан полимерлар олиш иқтисодий жиҳатдан анча қиммат ва кўп вақт талаб этади.

Полимерларни қайта ишлаш ва хоссасини ўзгартиришда қулай бўлган методлардан бири золь-гель методдир. Бу метод бир реакторли оддий қурилмадан ташкил топганлиги, кремнезем прекурсори сифатида олинган алкоксисиланларнинг гидролитик поликондесация реакциясининг юмшоқ шароитда амалга оширилиши ва реакция системасига функционал мономерлар, полимерлар ва биополимерлар киритиш имконияти, барча реагентлар учун ягона еритувчи мавжудлиги, охириги маҳсулот структурасини бошқариш имкони борлиги билан ажралиб туради. Бундай органик/неорганик компонентлар табиатан исталган нисбатда ва наноўлчамда аралашishi мумкин. Сўнги йилларда турли хил оксидлар ва уларнинг аралашмаси монокристалларини ҳамда органик/неорганик гибридларни олишда ушбу метод кенг қўлланилади. Методнинг яна бир қизиқ томони шундаки, тетраэтоксисилан (ТЭОС) нинг гидролизи учун сувнинг стехиометрик равишда реакция еритмага қўшилишидир. Бундай ёндашув сув қўшмаган ҳолда ҳам реакцияни амалга ошириш имконини беради. Бу ҳолда ТЭОС гидролизи учун сув реакция еритмадаги органик

моддаларнинг ўзаро таъсиридан олинади. Биз учун қизиқ ҳолат шуки, полиамид-кремнеземли гибрид материал олишнинг сувсиз амалга ошириш имкони мавжуддигидир.

Ушбу ишдан мақсад. Тетраэтоксисилан (ТЭОС) ва поликапроамид (ПКА) асосида поликапроамидкремнеземли нанокөмпозицион гибрид материални синтезининг золь-гель жараёнини ўрганиш ва уларни хоссаларини тадқиқ қилиш, шуненгдек, глицерин ва трилон Б иштирокида золь-гель жараёнини бориш қонуниятларини аниқлаш.

Тадқиқот мақсади

- «Сувсиз» золь - гель методи ёрдамида ТЭОС нанокөмпозицион гибрид материалларини синтиз қилиш методикасини яратиш;
- Тетраэтоксисилан/поликапроамид/трилон-Б/глицерин концентрациялари нисбатларини гель ҳосил бўлиш вақтини ўрганиш;
- Поликапроамидкремнеземли гибридли нанокөмпозицион материални ИҚ-спектроскопия анализи ёрдамида текшириш.
- Синтез қилинган поликапроамидкремнеземли гибридли нанокөмпозицион материални сорбциясини ўрганиш;

Малакавий битирув ишининг тузилиши ва ҳажми. Битирув иши 57 бетларда акс этган. жумладан, кириш, 3 та боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати, ҳамда 5 та жадвал, 9 та расм ва 2 та графиклардан ташкил топган.

I БОБ. Золь-гель технологияси ва нанокomпозицион материаллар

(Адабиётлар шарҳи)

«Нанодисперс кремнезем» атмаси табиий учрайдиган (кварц, опал) ёки техник фаолияти жараёнида яратилган (аэрозоль, гидрозоль, сликогель) турли туман, ҳар – хил кўринишдаги дисперс кремнезем (золлар, геллар, суспензиялар ва ҳ. к.) ларни бирлашмасидир. Нанодисперс кремнезем – золь-гель методи ёрдами билан олинадиган оксид материалларнинг асосий компоненти ва энг муҳим объекти. Нанодисперс кремнеземнинг энг муҳим намоёндаларига золлар(қаттиқ дисперс фаза ва суюқ дисперсион муҳитдан ташкил топган ультрамикроден дисперс системалар), Броун ҳаракатида қатнашувчи заррачалар киради [11].

Шу ўринда таъкидлаб ўтиш жоизки, «гибрид» ва нанокomпозит тушунчалари бир-бирдан фарқ қилади. Нанокomпозит – гетероген материал бўлиб, органик полимерлар ва неорганик материалнинг аралашishi натижасида олинади. Унинг ўлчами 100 нм дан катта бўлади. Гибрид эса гомоген материал бўлиб, органик полимерлар ва неорганик перекурсорларнинг молекуляр даражада таъсирлашishi жараёнида ҳосил бўлади. Ўнинг ўлчами эса 100 нм дан кичик бўлади.

Композицион материаллар турли хоссаларга эга бўлган компонентлар арлашмасидан олинадиган сунъий материаллардир. Компонентлардан бири матрица (асос) бўлса, бошқаси мустаҳкамловчи (тола, заррачалар) ҳисобланади. Матрица сифатида полимерлар, металл, керамика ва углеродли материаллар ишлатилади. Мустаҳкамловчи вазифасини шиша, бор, углерод толалари, органик тола, ипсимон кристаллар (карбидлар, боридлар, нитридлар) нинг толалари бажаради. Композицион материалларининг хоссалари компонентлар таркиби, уларнинг миқдори ва улар орасидаги алоқаларнинг мустаҳкамлигига боғлиқ. Компонентларнинг ҳажмий миқдорини ўзгартириб, ишлатилишига

қараб, керакли мустаҳкамлик, оташга чидамлилик, эластиклик модулига эга бўлган материал ёки зарур махсус хоссаларга (масалан, магнит ва бошқа хоссалар) эга бўлган композиция олиш мумкин.

Золь-гель методни кремнийорганик бирикмалар билан бир каторда функционал органик полимерлар учун қўллаш мумкин. Қуйидаги жадвал 1 да кремнезем гибрид материални олиш учун қўлланиладиган айрим таркибида алмашинмайдиган ёки N-алмашинадиган амид группалар тутган органик полимерлар келтирилган[12-14] .

Жадвал 1.

Номи	Структур звеноси	Адабиёт
Поли(N-ацетилэтиленимин) ёки поли(2-метил-2-оксазолин)	$\begin{array}{c} \text{---N---CH}_2\text{CH}_2\text{---} \\ \\ \text{C} \\ / \quad \backslash \\ \text{CH}_3 \quad \text{O} \end{array}$	Saegusa 1995
Полиакриламид	$\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---} \\ \\ \text{C=O} \\ / \\ \text{NH}_2 \end{array}$	Yang J. 2002 (стр. 1817) Chernev G., 2005
Сополимер акриламид ва 2-гидроксиэтилметакрилат	$\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---} \sim \\ \\ \text{C=O} \\ / \\ \text{NH}_2 \end{array}$	Zargba-Grod Iwong, 2004
Поли (N,N - диметилакриламид)	$\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---} \\ \\ \text{C=O} \\ / \\ (\text{CH}_3)_2\text{N} \end{array}$	Tamaki R., 1998

Поли(N-винилпирролидон)	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{N} \\ \\ \text{C}=\text{O} \end{array} $	
Полиуретанлар	$ \begin{array}{c} -\text{NH}-\text{C}- \\ \\ \text{O} \end{array} $	Chen Yong Chun, 2006;
Полиимидлар	$ \begin{array}{c} \\ -\text{N}-\text{C}- \\ \\ \text{O} \end{array} $	Zheng Yi-He, 2005; Mei-Hui, 2006; Huang Jun-Chao, 2001; Musto P., 2004;

Маиший ва ишлаб чиқаришда ишлатиладиган ип, тола поликапроамид бўлиб, кенг омма орасида капрон деб аталади. Бу полимернинг оммабоблиги асосан ўзининг мустахкам хусусиятлари ва олинишдаги арзонлиги билан боғлиқ.

Поликапроамид синтетик тола ишлаб чиқариш саноатида муҳим ахамиятга эга. Уни тола ишлаб чиқаришда бошланғич материал сифатида кенг қўлланилади. Бу полиамид асосида перлон ёки капрон деб номланган синтетик тола яратилган [63]

Поликапроамид ўзининг тузилиш бўйича полиамидларга тегишли. Полиамидлар- юқори молекулали бирикмалар бўлиб, макромолекула занжири асосида такрорланувчи $-\text{C}(\text{O})-\text{NH}-$ амид гуруҳ тутади.

Поли-ε-капроамид (полиамид-6, капрон, капролон, перлон, силон, амилан, найлон-6, пласкон) $[-\text{NH}-(\text{CH}_2)_5\text{CO}-]_n$ шохсимон рангсиз, юпқа қатламларда шаффоф масса, кристаллик даражаси 60% гача, ўртача оғирлиги $10-35 \cdot 10^3$ мол.м. $T_{\text{суюк}} 225^\circ\text{C}$, эриш температураси 210°C , мўртлик температураси -25° дан -30° гача, зичлиги $1,13\text{г/см}^3$, концентрланган H_2SO_4 ва HCOOH да, крезолда, фтроланган спиртда ва бошқа кучли қутбланган эритувчиларда эрийди [64]. Юқори сув шимиб олиш қобилиятига эга (кристаллик даражасига қараб массаси бўйича 12% гача).

Поли-е-капроамидга юқори пишиқлик хос бўлиб, шаклини баланд хароратда ҳам сақлайди.

Инерт атмосферада ўзининг суюқланиш температурасида ҳам парчаланмайди. Хавода юқори температурада узок вақт сақланганда ёки озон билан ишланганда пероксидгуруҳ ҳосил қилиб оксидланади (бу хусусиятида поли-е-капроамидга винил мономерларини пайвандлашда фойдаланилади). Поли-е-капроамид сув билан гидролизланмайди, сезиларли гидролиз ишқор ва айниқса кислоталар иштирокида қиздирилганда боради.

Поли-е-капроамид амид гуруҳнинг Н атоми бўйича, ўрин олиш реакциясига киришади.

Поли-е-капроамид доимий механик таъсирга чидамли. Капролоннинг юқори диэлектриклик хусусияти уни радио- ва электротехника ишлаб чиқариш саноатида ишлатиш имконин беради[64].

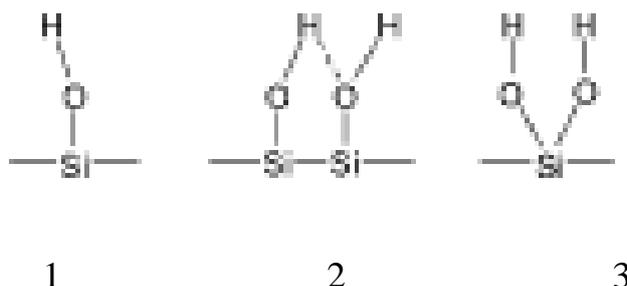
Поли-е-капроамид чизикли структурага эга бўлган полимер. Унинг макромолекулалари текис чизикда аррасимон кўринишга эга. Полимернинг ип, тола бўлганлиги ва бундай конформация занжирларни яқин жойлашишини қийинлаштириб, занжирни тўғри чизикли жойлашишини оширади. Шундай экан капрон аморф модда ҳисобланади.

Поли-е-капроамид асосан тола, тишли ғилдирак, болт ва бошқа машина деталларини, электро ва радиотехникада изоляцион материаллар ишлаб чиқаришда ишлатилади.

Кремнезем нанозаррачаларини ҳосил қилиш усуллари

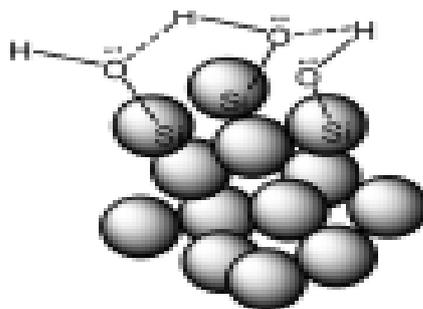
Кремнезем нанозаррачаларининг ҳосил бўлиши учун 2 турдаги усул ривожланган: золь-гель метод ва микроэмулсия методи. 1968 йил Стобер ва Финк этанол иштирокида ТЭОС нинг сувли эритмасини гидролизи ёрдамида монодисперс сферик кремнезм заррачаларини синтез қилишнинг оддий усулини маълум этди [15]. Бу усул аввалроқ Колбе томонидан кузатилган эди. Реагентлар

концентрациясини ўзгартириш орқали олинган аморф кремнезем сфераларининг ўлчами 10 нм дан 2нм гача бўлади. Бу Стобер усули кейинчалик бошқа олимлар томонидан ривожлантирилди ва монодисперс кремнезем заррачаларини синтез қилиш учун энг оддий ва самарали йўналиш эканлиги исботланди. 1990 йил тескари микроэмулцияда ТЭОС нинг гидролизини назорат қилиш орқали наноўлчамли ва монодисперс кремнезем заррачалари тайёрланди. Микроэмулсия усули ҳам кремнезем нанозаррачаларини синтез қилишда кенг қўлланилади [16-19]. 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).



Расм 1. Уч турдаги юза силанол гуруҳларининг схематик намоиши

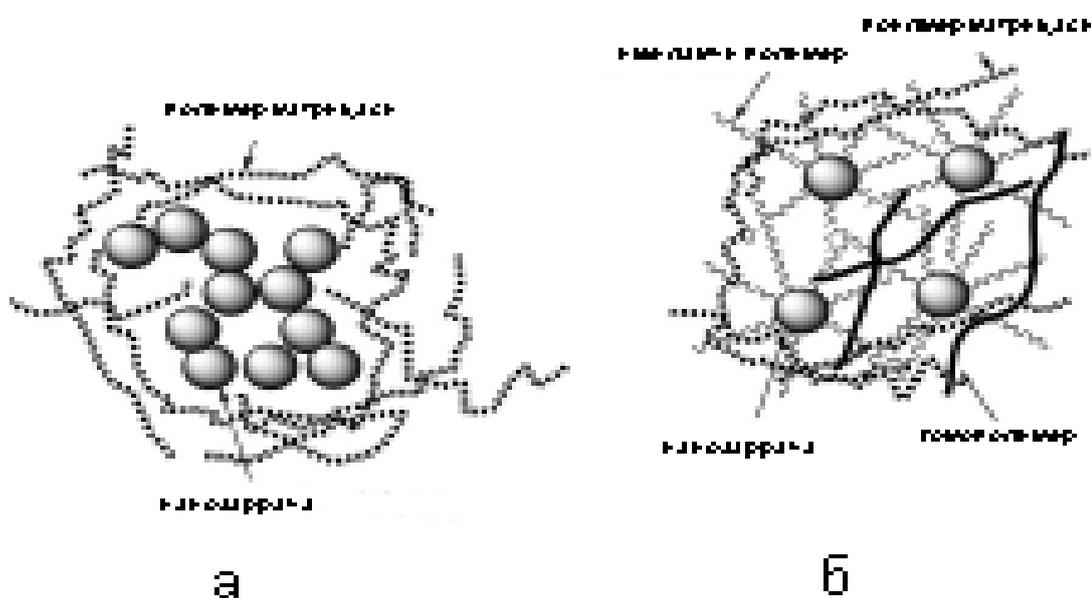
Туташ заррачаларга тегишли бўлган силанол гуруҳлари ўз навбатида водород боғлар ҳосил қилади. Бу эса расм 2 да кўрсатилганидек агрегатлар ҳосил бўлишига олиб келади.



Расм 2. Силанол гуруҳлари ўртасидаги водород боғланиш орқали кремнезем заррачалари орасида агрегатлар ҳосил бўлиш схемаси.

Юқорида кўрсатилганидек, нанозаррачаларнинг агрегатлар ҳосил қилишига бўлган мойиллиги туфайли полимер матрицасида нанозаррачаларнинг гамоген дисперслигини ҳосил қилиш кўп қийинчиликлар туғдиради. Натижада полимерларга киритилган нанозаррачалар баъзида бир қанча бўшашган кластерларни сақлайди (расм 3) ва одатдаги заррача/полимер системасига қараганда ёмонроқ хоссаларини намоён қилади. Нанозаррачаларни бу хоссасини йўқотиш ва модификациялаш зарур[20].

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



Расм 3. Полимерларга киритилган нанозаррачаларнинг бўшашган кластерларни ҳосил қилиши (а) ва уларни модификациялаш (б).

Айлернинг умумий хулосаларига кўра кремний кислотасининг сувли этритмасидаги поликонденцасия 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 – гел ҳосил бўлиш қобилиятидир. Гель ҳосил бўлиш бу – эркин дисперс системадан боғланган дисперс системага ўтишидир[21].

Кремний кислотасининг поликонденцасиясини ўрганиш ҳақидаги тасаввурлар турли хил методлар жумладан, криоскопия[22], вискозиметрия[23,24], ядро-магнит резонанси[25,26], гел хроматографияси[27,28] ва бошқалар ёрдамида олинган экспериментал маълумотларга асосланган.

Золь-гел жараёни паст температурада турли анорганик моддалардан фойдаланиб юқори сифатли ва тоза керамика ва шиша тайёрлашни англатади. Золь-гель жараёнининг енг муҳим хусусиятлари бундай композит материалларни бошқа йул билан тайёрлаб булмаслиги ва ҳосил булган материалнинг хоссасини дастлабки моддалар аралаштириши нисбати орқали бошқарилишидир. 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[29].

Кўзда тутилган золь-гель материалларни тайёрлаш орқали турли хусусиятли мембраналарни ҳосил қилиш мумкин. Бу материаллар клиник сенсорлар, газларни турли ионлар ва рН ни аниқловчи сенсорлар, янги золь-гель лазер

материаллар тайёрлаш имконини бериши мумкин. Шуненгдек тадқиқот натижасида электрокимё учун турли хоссага эга наноконпозицион электродлар тайёрлаш мумкин.

Золь-гель жараёнининг ўзига хос ютуқлари ва камчиликлари жадвал 2 да келтирилган[30].

Золь – Гель жараёни
<p>1. Ютуқлари</p> <ul style="list-style-type: none"> – Бир босқичли – Юмшоқ шароитли синтез – Кўп компонентли системалардан фойдаланиш имконияти – Юқори функционал гуруҳлар тутишидаги муваффақиятларга эришиш – Ривожланган ғовак структурали ксерогель синтези – Барча реагентлар учун ягона эритувчи мавжудлиги – Юқори тозалик – Янги материаллар
<p>2. Камчиликлари</p> <ul style="list-style-type: none"> – Кўп миқдордаги ҳажмий функционал гуруҳлар тутган ғовак материалар синтезидаги муаммолар – Бис (триалкокси) силанлардан фойдаланган холда гель қариш вақтининг кўплиги – Қоплама юзасидаги гидролитик барқорорлик билан боғлиқ муаммолар – Адсорбентни механик хоссалари билан боғлиқ муаммолар

Золь асосида композицион материаллар олиш жараёни бир неча босқичлардан иборат бўлиб, улардан энг асосийлари ва унинг схемаси қуйида келтирилган[31].

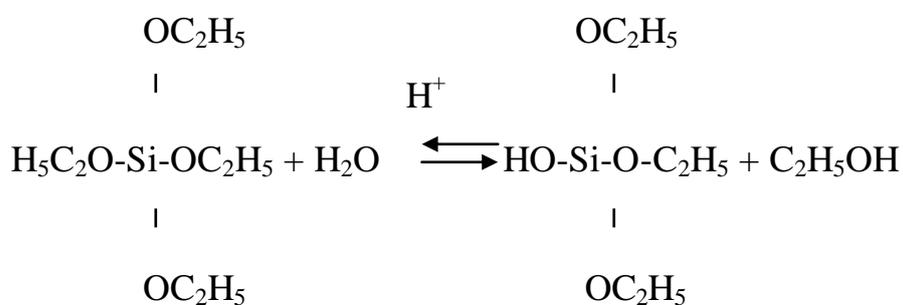
Босқич 1. Мономер кремний барикмасининг гидролизи. Мономер эритмаси кремний кислотасининг мураккаб эфирлари, гологенидлари ёки неорганик тузлар – ишқорий метал силикатларини гидролиз қилиш билан олиниши мумкин. Айниқса, Si(OR)_4 га ўхшаш кремний кислотасининг суяқ алкил хосилалари кўп қўлланилади. Бу ерда $\text{R} \rightarrow -\text{CH}_3, -\text{C}_2\text{H}_5, -\text{C}_3\text{H}_7$ гуруҳлар.

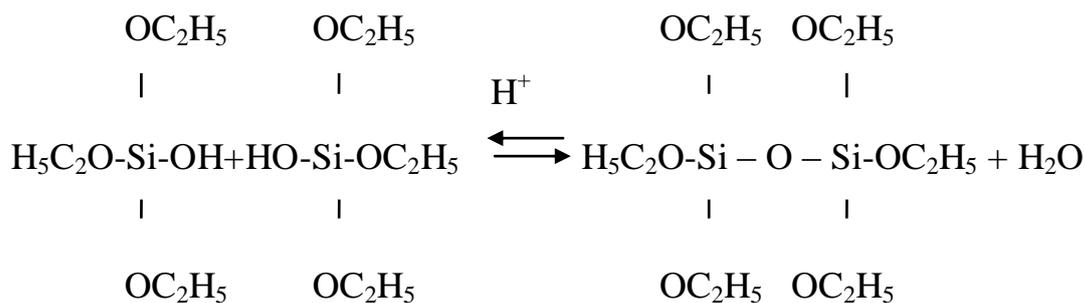
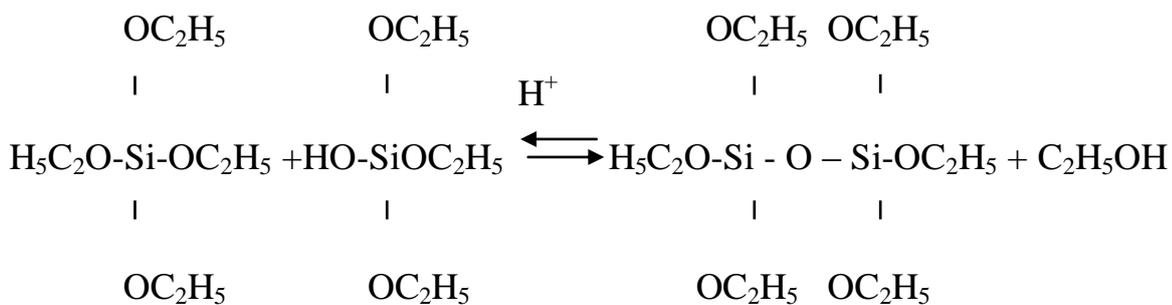
Кремнезем синтези учун золь-гель жараёнининг иккита сувли - гидролизга асосланган ва сувсиз - гидролизга асосланмаган ёндашувлари мавжуд[32].

Кремнезем прекурсори сифатида одатда тетраалкоксисиланлар (Si(OR)_4) ишлатилади. Ўзига хос гибрид синтезларини амалга ошириш учун бу икки йўналишдан қай бирини танлаш синтез қилинаётган гибриднинг табиатига, бир қанча компонентларнинг сувга бўлган таъсирчанлигига, мақсадларнинг қўйилиши ва бошқаларга боғлиқ. Кўп ҳолларда бу икки йўналишнинг бирга қўлланилиши охириги маҳсулотнинг структурасини бошқаришда анчагина ютуқларга олиб келади.

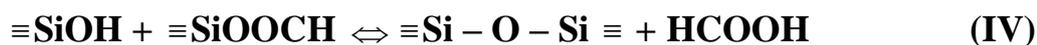
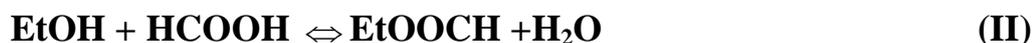
Гидролиз ва поликонденсация реакциялари натижасида золь ҳосил бўлади.

Кремний кислотасининг алкилгалоидларининг гидролиз ва поликонденсация реакциялари асосини қуйидаги уч реакция ташкил этади:





Агар синтез сувсиз системада амалга оширилса гидролиз ва конденсация реакциялари қуйидаги тўрт реакцияга асосланади



Сувсиз системадаги гибридлар синтезига бундай ўзгача ёндашув Sharp of Du Pont томонидан таъсирланган[33]. Бу ёндошув *in situ* реакция жараёнидаги сув ҳосил бўлишига боғланган. Ушбу йўналиш бир қанча полимерлар учун эритувчи, золь – гель жараёнида катализатор ва эритувчи ҳисобланган карбон кислота – чумоли кислотанинг кучидан фойдаланишга асосланган. Сув эса юқорида кўрсатилганидек (II) этерификация реакцияси асосида ҳосил қилинади. (IV) конденсация реакцияси золь-гель жараёнидаги бошқа конденсация реакцияларига нисбатан тезроқ 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 ютилиши. 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. Гелдан эркин сувнинг йўқотилиши қўшимча (Лаплас) босими ҳосил бўлишига олиб келади. Лаплас босими ғовакдаги суюқликнинг эгри сиртига боғлиқ:

$$\Delta P = 2\sigma / r_M,$$

ΔP = эгри ва текис сиртга эга бўлган суюқлик ичидаги босим фарқи;

r_M = суюқликнинг эгри мениски радиуси;

σ = дисперс мухитнинг сирт таранглиги;

Материалнинг аҳамиятлилик даражасига боғлиқ ҳолда жараён исталган босқичда тугатилиши мумкин. Маҳсулотнинг сўнги морфологиясини бошқариш учун золь-гель жараёнидаги турли хил босқичлар қуйидаги расмда тасвирланган[34].

Золь-гель технология ўзининг золь олиш босқичида модификацияланган компонентлар киритиш имконини беради. Бундай ҳолларда микроғовакли алюмосиликагеллар, алюминийсликатларининг оптик тиниқ геллари,

сликагеллар, бор, титан, германийнинг лигерланган бирикмалари ҳамда юқори эффектли суюқлик хроматографияси учун сорбентлар олинади.

Золь-гель технология ёрдамида яна аналитик кимёда турли хил моддаларни аниқлаш учун фойдаланиладиган модификацияланган, органик ва неорганик реагентлардан ксерогеллар олиш мумкин[35,36].

Модификацияланган юзали силикагеллар газ ёки суюқ фазадан органик ва кремний-органик бирикмаларни адсорбция қилиши мумкин. Кимёвий модификацияланган кремнезем катализатор сифатида ва юқори эффектли суюқлик хроматографиясида фойдаланиш учун катта қизиқиш уйғотади[36-38].

Сўнги йиллардаги фойдаланишнинг асосий қисмини ташкил этаётган ва турли хил 200 дан ортиқ фирмалар томонидан ишлаб чиқарилаётган силикагел маркаларини олишдаги ҳеч қандай деталлар маълум этилмайди. Бундан ташқари хорижий фирмалар томонидан ишлаб чиқарилаётган сорбентлар фойдалилиги кам ва қимматлилиги билан бир қанча муаммолар туғдирмоқда. Шунинг учун бугунги кунда кенг диапазондаги молекуляр массаларни ажратишда юқори селективликка эга бўлган, микроғовакли микросферик сорбентларни яратиш муаммоси долзарб бўлиб турибди.

Синтетик микросферик силикагел олишнинг асосий йўлларида бири – полиэтоксисиланлардан сорбентлар синтез қилиш усулидир.

Бундай усулда тайёрланган турли хил функционал гуруҳли, кимёвий модификацияланган органик фазали сорбентлар керакли ҳолларда алюминий, сирконий ёки титан оксидлари ёрдамида ковалент боғ билан ҳимояланган бўлиб, гидролитик барқарорликни оширади ва сувли эритмаларда рН 9 дан катта бўлган ҳолларда юқори эффектли суюқлик хроматографиясида фойдаланишни таъминлайди[39].

Кўпгина мутахассислар гель ҳосил бўлиш вақтини (жараённинг тезлигига боғлиқ ҳолда) визуал – кўз билан кўриш усули орқали баҳолашади: оқувчанликни йўқолиши ёки “таёқча”, шарикчани “қулаш” методи.



Расм 4. Гель ҳосил бўлиш вақтини визуаль усул билан аниқлаш

Ғовакли полимер-кремнезем композицион материаллар яратишда ўзига хос бир мунча муаммолар мавжуд. Жумладан, композитнинг механик мустаҳкамлиги, солиштирма сирти, ғоваклилиги, функционал хоссалари каби талаб этиладиган характеристикаларини ҳосил бўлишини тезлатиш ва жараёни бошқариш кабилар. Наногибрид материалнинг хоссалари кўп ҳолларда дастлабки реагентларнинг наноўлчамда таъсирлашуви натижасида золь-гель жараёнида ҳосил бўлаётган заррачаларни структуравий агрегацияланиши орқали аниқланади. Агрегатнинг морфологияси олиб борилаётган синтезнинг кинетикаси ва шароити хусусан, рН кўрсаткичи, дисперс муҳитнинг табиати, махсус қўшилаётган моддалар ва температурага боғлиқ.

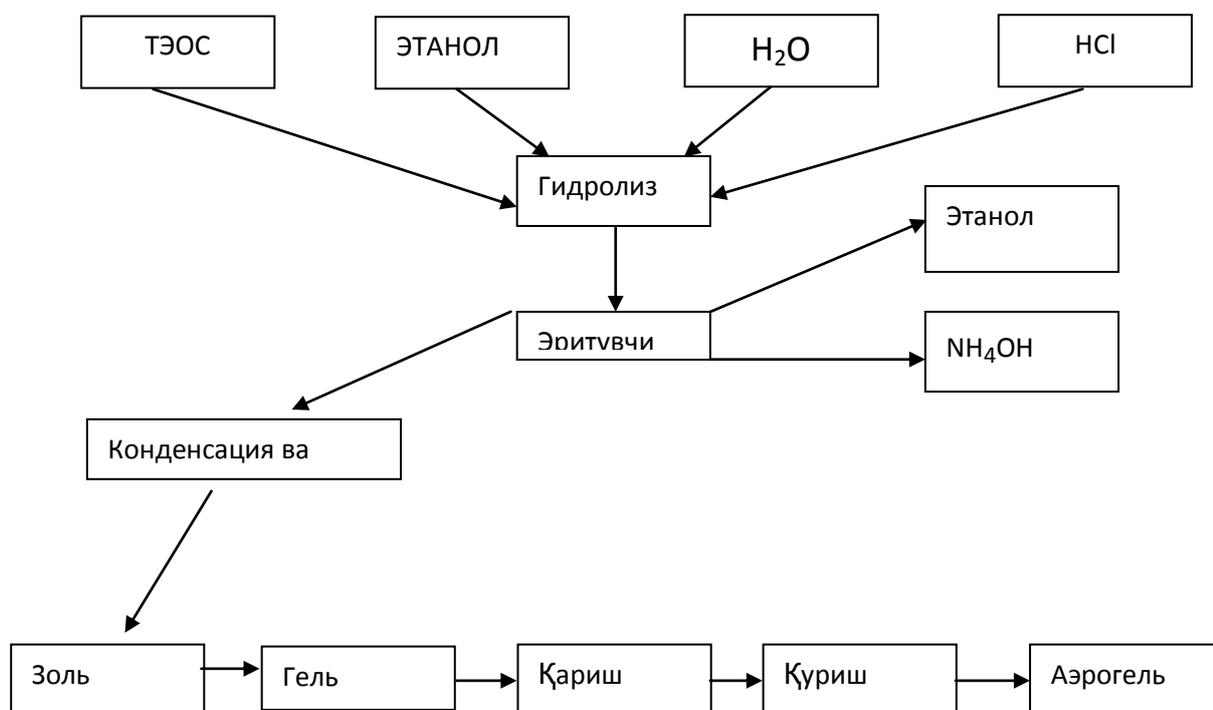
Гель ҳосил бўлиши системанинг хоссаси айтарли даражада ўзгармайдиган вақт, индукцион даврдан олдин юз беради. Индукцион даврнинг охирида қовушқоқлик кескин ортади, унинг изидан оқувчанликни йўқолиши кузатилади. Гель ҳосил бўлиш вақти (индукцион даврнинг давомийлиги) жараённинг кинетик характеристикасига боғлиқ бўлади. Кремний кислотасининг сувдаги эритмасида поликонденсация реакциясининг бориш йўлидаги индукцион давр вақтида янги фазаларнинг шаклланиши бошланади, уларнинг ўсиши ва коагуляцияси содир бўлади. Бу жараёнлар гель ҳосил бўлишидан олдин юз беради.

Олдинги ишларда гель ҳосил бўлиши поликремний кислотаси молекулаларининг таъсирлашуви натижаси сифатида қараларди[40]. Планк ва Эккернинг қарашларига кўра гель куйимолекуляр кремний кислоталаридан ташкил топган силанол гуруҳлари қатнашувчи ичкимолекуляр (ичкимицелляр) ва мицеллараро водород боғлар кремнийгели синеризисига олиб келувчи силоксан боғларига ўтади.

Ҳозирги вақтда гель ҳосил бўлиши системадаги кремний кислотасининг сувдаги эритмасини конденсация реакцияси жараёнидаги бирламчи глобуляр заррачаларнинг таъсирлашуви натижаси деб ҳисобланади[41-43].

Хроматография учун яратилаётган сорбцион материаллар ўзининг кўп босқичли ва иқтисодий жиҳатдан қимматлиги ҳамда кўзланган селективликни бермаслиги билан бир қатор муаммолар туғдиради. Бундай материаллар одатда гидролитик беқарор бўлади. Шу билан боғлиқ ҳолда золь-гель жараёни ёрдамида функционал гуруҳли, селектив полимер-кремнезем композицион материаллар олиш учун янги ёндашувлар таклиф этилмоқда. Бугунги кунга келиб замонавий усуллар билан бир қаторда айрим фойдали ҳисобланган ананавий усуллар ҳам сақланиб қолган.

Ғовакли кремнезем синтез қилишнинг ананавий усулларида яна бири аэрогель ҳисобланади. Бу жараён ТЭОСнинг этанолдаги эритмасида ва стехиометрик сув иштирокида амалга оширилади. Бу ерда катализатор сифатида HCl қўлланилади. Жараён куйидаги схема асосида олиб борилади:



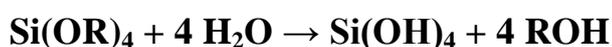
Расм 5. Аэрогель усулида ғовакли кремнезем синтез қилишнинг схематик ифодаланиши

Золь-гель жараёнига таъсир этувчи омиллар

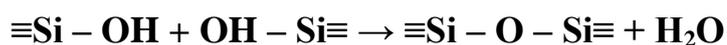
Золь-гель жараёнидаги гидролиз ва конденсация реакцияларининг кинетикасига бир қанча омиллар масалан, сув/SiO₂ концентрацияси нисбати, рН кўрсаткичи, катализатор, эритувчи табиати, температура фактори ва бошқалар таъсир қилади[45]. Қуйида шу факторларнинг таъсири ҳақида батафсил маълумот берамиз.

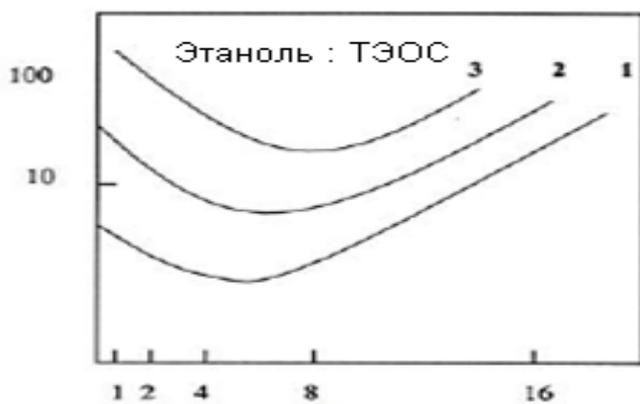
1. СУВ:ТЭОС нисбати таъсири

Гидролиз содир бўлиши учун керак бўлган стехиометрик сув



конденсация реакциясидан қўшиладиган сув



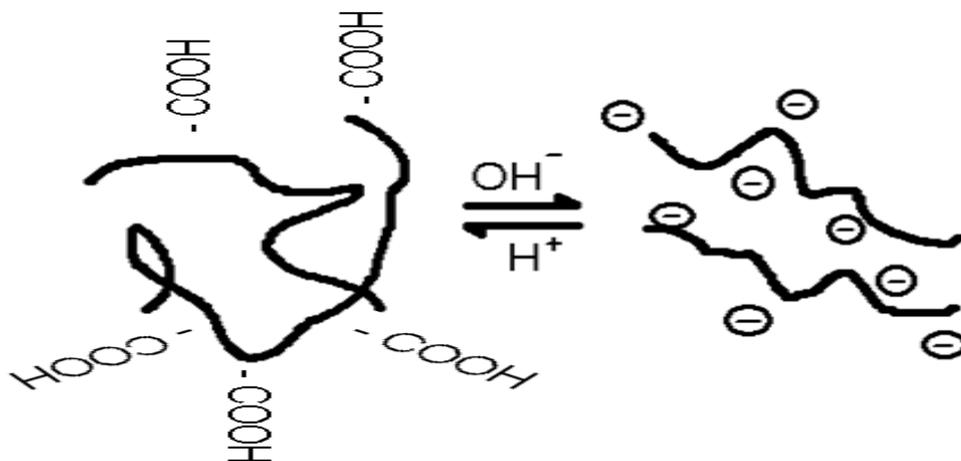


Оз миқдордаги сув = реагентларнинг конценрацияси камайиши ҳисобига гидролиз секинлашади.

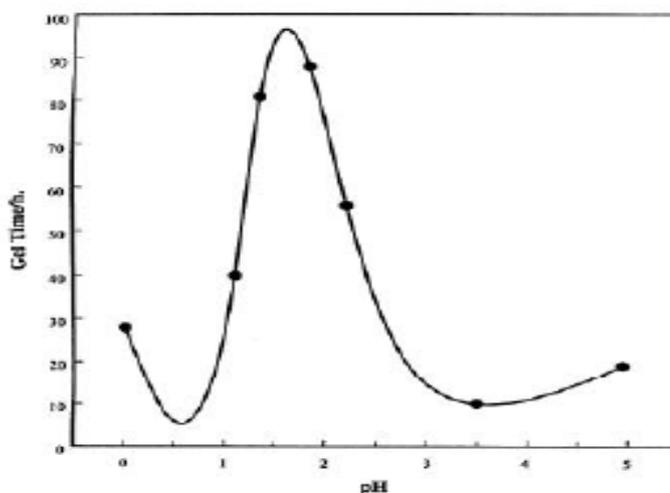
Кўп миқдордаги сув = реагентларнинг суйилиши ҳисобига гидролиз секинлашади.

2. рН кўрсаткичи таъсири

Бу кўрсаткич нафақат золь ҳосил бўлиш вақтига балки олинаётган полиамид-кремнезем материалнинг морфологиясига ҳам катта таъсир этади[46]. Ҳаммамизга маълумки, полимерлар анионининг конформацияси уларнинг сувли эритмасининг рН кўрсаткичига боғлиқ. Бу кўрсаткич ошиб бориши билан полимерлар анион ҳолатига ўтади ва керакли рН кўрсаткичида улар ёйилишни бошлайди:



Полиакрил кислотаси учун $pH > 4$ бўлган ҳолатда ушбу жараён кузатилади[47]. Жуда кичик pH кўрсаткичи(1.2-2.00)да полистиролсулфат кислотасидаги сулфо кислота гуруҳлари осонлик билан диссоциацияга учрайди. Бундай шароитда полимер занжирлари орасидаги ўзаро итарилиш кучлари агрегация юз беришига қаршилик қилади. Бу эса полимеркремнезем гибридини олиш жараёнида органик полимерларни наноўлчамда бўлишига ёрдам беради.

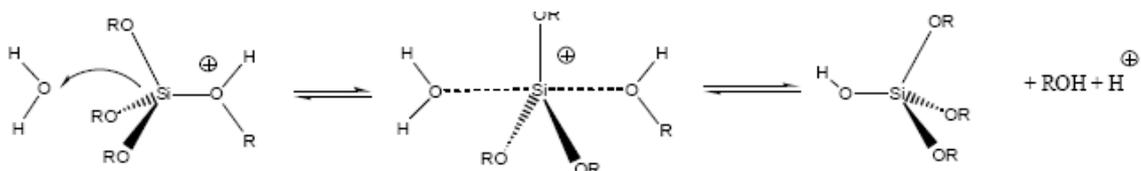


Расм 6. ТЭОС гидролизи (гель ҳосил бўлиш вақти) ни катализловчи H^+ нинг тезлиги pH функцияси сифатида[48].

3. Катализатор таъсири[49]

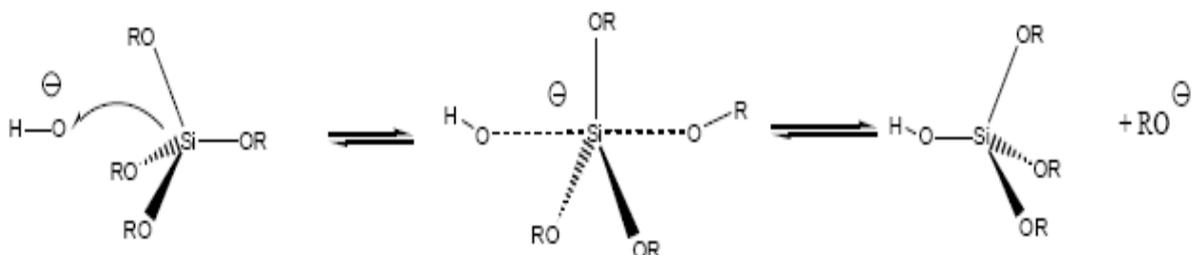
Кислота катализатори иштирокидаги гидролиз:

- қанча кўп алкокси гуруҳ гидролизга учраса реакция тезлиги шунча пасаяди
- $RSi(OR)_3$ $Si(OR)_4$ га нисбатан кўпроқ реакцияга киришади



Ишқорий катализатори иштирокидаги гидролиз:

- қанча кўп алкокси гуруҳ гидролизга учраса реакция тезлиги шунча кучаяди
- $\text{RSi(OR)}_3 \text{ Si(OR)}_4$ га нисбатан камроқ реакцияга киришади



$\text{Si} - \text{O} - \text{Si}$ боғлари сони ортиб бориши билан $\text{Si} - \text{OH}$ нинг кислоталилиги кучайиб боради.

4. Эритувчи табиатининг таъсири

Золь-гель жараёнида қўлланиладиган эритувчилар гомоген органик/неорганик гибрид материаллар олишда жуда муҳим аҳамиятга эга [50].

Эритувчи сифатида сув, метанол ва этанол, чумоли ва сирка кислота, N,N-диметилацетамид, диметилформаид(ДМФА), N-метил-2-пирролидон, тетрагидрофуран (ТГФ) кабилар қўлланилади[51,52]. Эритувчи табиати ва миқдорига қараб олинаётган гибрид материалларининг хоссалари ҳам бир-биридан фарқланади.

Золь-гель жараёнида қўлланилаётган эритувчилар гель ҳосил бўлишида катта рол ўйнайди. Масалан, этанол кислотали шароитда содир бўлаётган ТЭОС гидролизидаги маҳсулотлар концентрациясини оширади[53]. Диметилформаид эса гель ҳосил бўлишини тезлаштиради[54]. Бу ҳодиса реакцион системада рН кўрсаткичининг ортиши билан силоксан тўрлари ҳосил бўлувчи конденсация реакциясининг тезлиги катталашishi билан тушунтирилади.

5. Температура таъсири

Гель ҳосил бўлишининг активланиш (ёки фаолланиш) энергияси ΔE_a гель ҳосил бўлиш тезлигига боғлиқ ҳолда температура бўйича аниқланади[55].

Аррениус тенгламасига биноан:

$$\frac{d(\ln k)}{dT} = - \frac{\Delta E}{RT^2}.$$

Бу ерда k – жараённинг тезлик константаси.

Вақт бўйича кинетик чизиқли трансформация қилиш методидан фойдаланган ҳолда активланиш энергияси ΔE_a ни аниқлаш мумкин. Вақт ўзгариши бўйича активланиш энергиясини топишда ситеманинг исталган параметрларидан фойдаланиш мумкин. Кўп компонентли системалардаги жараённинг тезлиги қуйидаги тенглама орқали ифодаланиши мумкин:

$$v = k \cdot [A]^m \cdot [B]^n$$

бу ерда $[A]$, $[B]$ – реагентлар концентрацияси

$$\ln v = \ln k + m \cdot \ln[A] + n \cdot \ln[B]$$

Барча температураларда реагентлар концентрацияси ўзгармаслик шартидан

$$m \cdot \ln[A] + n \cdot \ln[B] = \text{const}$$

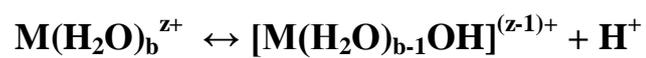
ни ҳосил қиламиз. У ҳолда

$$\frac{d(\ln k)}{dT} = \frac{d(\ln v)}{dT}$$

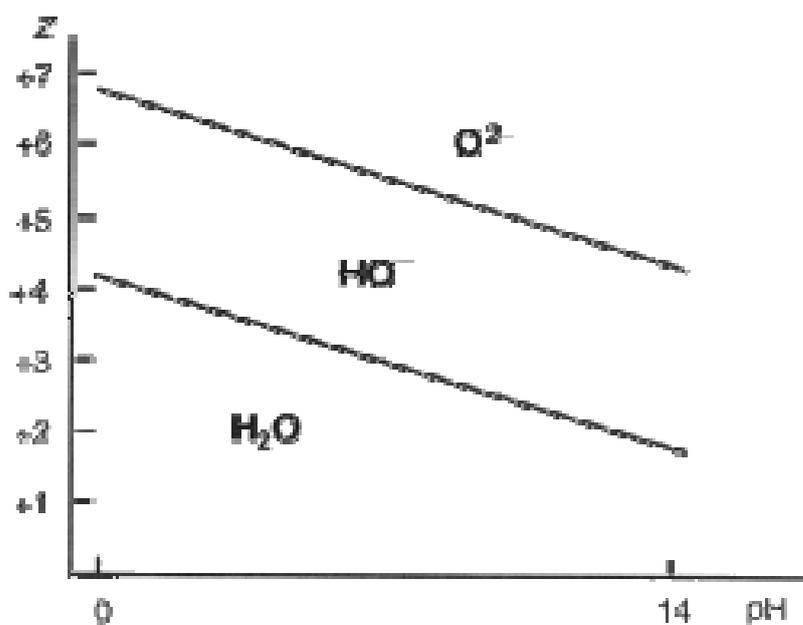
Гель ҳосил бўлишининг активланиш энергияси ΔE_a ни ҳисоблаш учун одатда температуранинг вақтга боғлиқлик графигидан фойдаланилади.

6. Коллоид таъсирлар

Гидролиз



Конденсация – полимерланиш



II БОБ. Методик қисм. Намуналар характеристикаси, уларни ўрганиш усуллари

II.1. ИЛМИЙ ТЕКШИРИШ ОБЪЕКТИНИ ТАНЛАШ ВА АСОСЛАШ

Наногибрид материаллари оддий материаллар билан солиштирилганда бир қанча афзалликларга эга бўлиб, золь-гель метод эса органик/неорганик фазалар асосида бундай материалларни синтез қилиш учун энг қулай методдир. Золь-гель методни кремний-органик бирикмалар билан бир қаторда функционал органик полимерлар учун қўллаш мумкин[56].

Ғовакли полимер-кремнезем композицион материаллар яратишда ўзига хос бир мунча муаммолар мавжуд. Жумладан, композитнинг механик мустаҳкамлиги, солиштира сирти, ғоваклилиги, функционал хоссалари каби талаб этиладиган характеристикаларини ҳосил бўлишини тезлатиш ва жараёни бошқариш қабилар. Наногибрид материалнинг хоссалари кўп ҳолларда дастлабки реагентларнинг наноўлчамда таъсирлашуви натижасида золь-гель жараёнида ҳосил бўлаётган заррачаларни структуравий агрегацияланиши орқали аниқланади. Агрегатнинг морфологияси олиб борилаётган синтезнинг кинетикаси ва шароити хусусан, рН кўрсаткичи, дисперс муҳитнинг табиати, махсус қўшилаётган моддалар ва температурага боғлиқ.

Бугунги кунгача бир қанча илмий текшириш гуруҳлари алкоксисиланларнинг гидролитик поликонденсация реакцияси ва функционал гуруҳли полимерлар, темплантлар, қўшимча моддалар (оксидлар, тузлар ва металл комплекслари) ёрдамида бундай материалларни синтез қилишган. Бу материаллар қуйидаги асосий талабларни таъминлаши керак:

- структуравий характеристикалар (ғоваклилик, солиштира сирт) ни бошқариш;
- сирт функционал гуруҳлари (ОН, NH₂, NHCOCH₃) нинг осон уйғунлашуви ва концентрация;
- анализ жараёнида “адсорбцион хотира” нинг мавжудлиги;

- термик ва гидролитик барқарорлик;
- механик мустаҳкамлик;
- бир босқичли синтез[57-59].

Золь-гель синтези эса бундай талабларга жавоб берувчи янги композицион материалларни синтез қилиш учун тўлиқ жавоб берадиган метод ҳисобланади. Таклиф этилаётган золь-гель метод бир босқичли синтез ва функционалликни бошқариш имкони мавжудлиги билан ажралиб туради.

Сўнги йилларда турли хил таркибли ва ҳар хил структурали нанокомпозицион гибрид материалларини синтезига асосий эътибор қаратилмоқда. Ноорганик прекурсорлар сифатида кремний, алюминий, сирконий, ванадий, молибден алкоксидлари ҳамда металл галогенидлари ва фосфатлари ва бошқалар қўлланилади. Олинаётган гибрид материалларда органик полимерларнинг (қуйи зичлик, мустаҳкамлик, ихчамлик кабилар) ва ноорганик фазаларнинг (қаттиқлилик, шаффофлик, юқори мустаҳкамлик, термик барқарорлик кабилар) хоссалари мужассамдир.

Золь-гель жараёнига қўшилаётган функционал гуруҳли органик бирикмалар – полимерлар ёки мономерлар, ноорганик фаза билан боғланиб гибрид материалнинг хоссаларини яхшилайти. Янада аниқроқ қилиб айтганда, бу функционал гуруҳлар нафақат сорбентнинг юзасида балки, сорбент матрицаси ичида ҳам жойлашади. Бундан ташқари, полиамид-6 – $\text{NH} - \text{CO} - (\text{CH}_2)_5 - \text{NH} - \text{CO} - (\text{CH}_2)_5$ – қўлланилганда унинг таркибидаги – $\text{NH} - \text{C} = \text{O} -$ функционал гуруҳлари сорбентни тўғри фазали ва қайтар фазали хроматографияда қўллашда афзалликлар яратади[60-63]. Полиамид-6 лиофил ва гидрофил моддаларни адсорбциялаш хоссасига эга.

II.2 Реагентлар ва реактивлар

1. Тетраэтоксисилан – ортокремний кислотасининг тетраэтилэфири, Ангор кимёвий реактивлар заводи (Россия)да ишлаб чиқарилган, МРТУ 6-09-3074-66. Синтез учун ТЭОС нинг 166-170⁰С да хайдалган фракциясидан фойдаланилди.
2. Полиамид-6 (поли-ε-капроамид, капрон, нейлон-6) – синтетик полиамид. Эластик ва етарлича мустаҳкам. Чумоли кислотадаги 5% ли эритмаси синтез учун қўлланилди.
3. Трилон - Б
4. Глицерин ва чумоли кислота ҳақидаги маълумотлар жадвал-3 да келтирилган.

II.3 Асбоб ва ускуналар

- Эритувчи ва ТЭОСни ҳайдаш асбоби;
- ИК спектрометр AVATAR-360, Vikolet. США. 4000 - 400 см⁻¹ с KBr;
- Аналитик тарози, NAGEMA (ГДР).
- Пипеткалар, колба, пеницил идишлар

Айрим реагентларнинг физик ва кимёвий хоссалари

Жадвал 3.

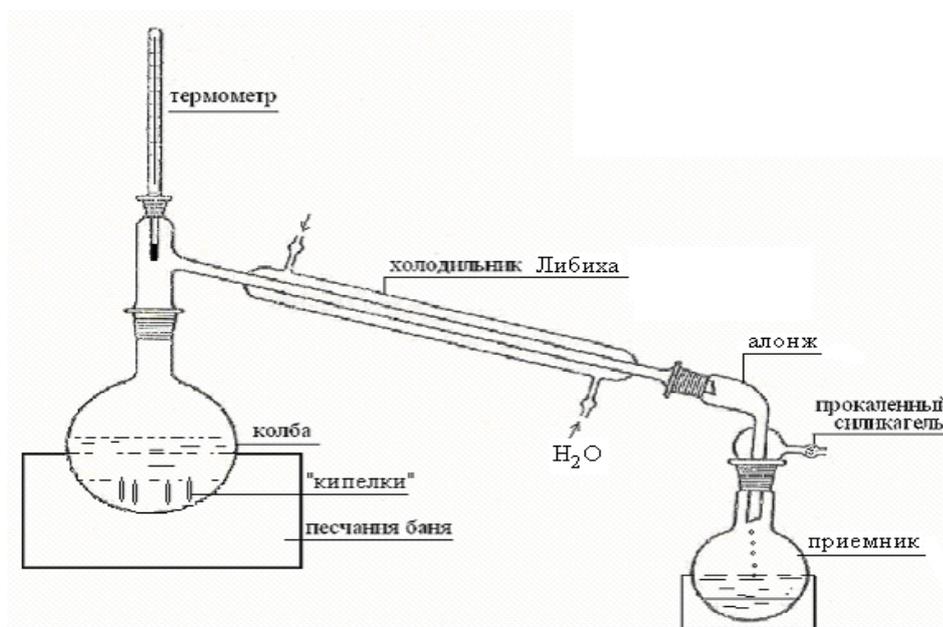
№	Хоссалари	Этанол	Глицерин	Чумоли кислота
1	Молекуляр формуласи	C ₂ H ₆ O	C ₂ H ₈ O ₃	CH ₂ O ₂
2	Молекуляр массаси(г/моль)	46,07	92,1	46,03

3	Агрегат ҳолати	Рангсиз суюқлик	Рангсиз суюқлик	Рангсиз суюқлик
4	Зичлиги(г/см ³)	0,789	-	-
5	Tқай,С ^о	78,4	290	101
6	Tсуюқ,С ^о	-114,3	18	8,4
7	Сувда эрувчанлиги	яхши	яхши	яхши
8	Дипол моменти(D)	1,074·10 ⁻¹	1,49	-

II.4 Бошланғич реагентларни тайёрлаш ва мақсадли маҳсулотларни олиш методикаси

II.4.1. Тетраэтоксисиланнинг қайта ҳайдаш усули

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



Расм 7. Атмосфера босимида суюқликни ҳайдаш асбоби

Ҳарорат 85°C га етганда спирт ҳайдала бошланди, то 166°C га қадар биринчи фракция йиғиб олинди. Ушбу ҳароратга етгач температура ўзгармай қолди ва иккинчи фракция ТЭОС ни йиға бошладик. Ҳайдашни 170°C гача давом эттирдик.

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

II.4.2. Поликапроамид эритмасини тайёрлаш

250 мл сиғимли идишга техник тарозида 25 гр ПКА тортиб олдик ва устига 200 мл чумоли кислота қуйиб эритмани 3 кунга қолдирдик. Кейин эса механик аралашмалардан тозалаш учун Шотта воронкасида филтрладик.

Кўрсатилган вақт ўтгач ПКА ни чумоли кислотадан ажратиб олиб, 500 мл дистилланган сувда ювдик. Оқ чўкма ҳосил бўлди, чўкмани филтрлаб олиб яна дистилланган сувда 5-6 марта ювдик. сўнгра 50°C ли қуритиш шкафида то масса ўзгармай қолгунча қуритдик. Қуритилган ПКА данг 5 % чумоли кислотадаги эритмани таёрладик.

II.4.3. Полимер-кремнезем гибрид материалининг синтези

20 млли склянкага ПКА эритмаси солинди, устига ҳисобга кўра глицерин қуйилди. Кейин ТЭОСнинг керакли миқдори солинди. Комплексон агент сифатида трилон Б турли нисбатларда солинди.

Худди шу принцип бўйича компонентларнинг турли нисбатларида бир қатор тажрибалар ўтказилди. Тажрибалар хона ҳароратида бажарилди. Бу тажрибаларда қўлланилган нисбатлар 4 жадвалда келтирилган.

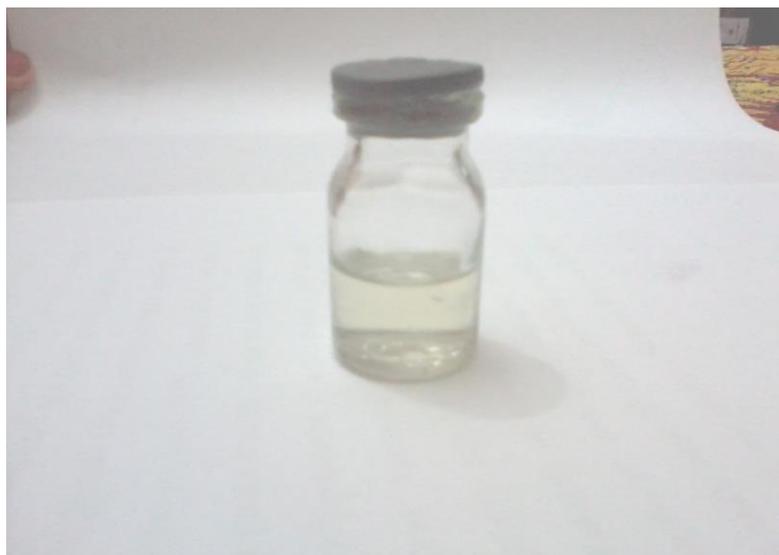
2.4. Гибрид материалларни ўрганиш методикаси

2.4.1. 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 сўнги вақтларини фарқига қараб билиш мумкин:

$$\Delta t_{\text{оқув}} = t_{\text{даст.}} - t_{\text{охир.}}$$





**Расм. 8. Синтез қилинган гибрид гелларининг оқувчанлигини
визуаль аниқлаш**

Реакцион аралашмадан гелни ҳосил бўлиш кинетикасини ўрганиш учун ТЭОС/ПКА/Трилон Б/ Глицерин эритмаларининг турли нисбатлари олинди. Олинган натижалар Жадвал.4 ифодасини топган.

II.5. Олинган гибрид материал наъмуналарининг ИҚ-спектроскопияси

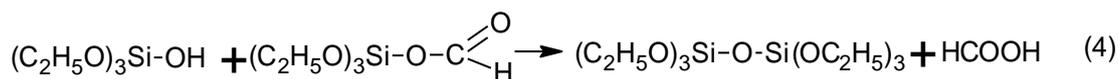
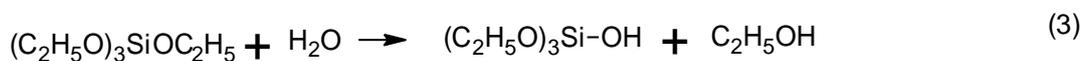
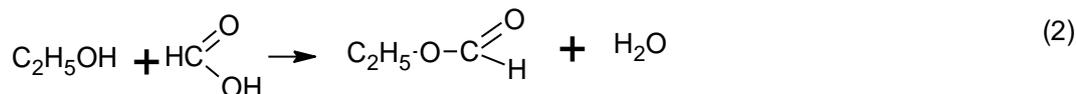
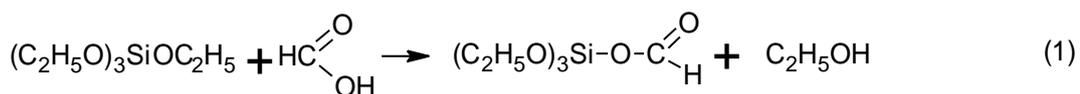
Полиамид-кремнеземли гибрид материалининг ИҚ-спектр анализи. ИҚ-спектр ИҚ-спектрометрларда олинди: Specord 75-IR ва FTIR, тўлқин сони 400-4000 см интервалда. Бунинг учун ҳар бир наъмунадан 1-2 мг дан олинади ва эҳтиёткорлик билан 200 мг майдаланган ва қуритилган КВг билан аралаштирилади ҳамда таблетка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

III БОБ. Тадқиқот натижалари. Гибрид поликапроамидкремнеземли нанокомпозицион материалнинг тузилишини ва хоссаларини ўрганиш

III.1. Золь-гель усулида гибрид поликапроамидкремнеземли нанокомпозицион материални олиш жараёнидаги гель ҳосил бўлиш кинетикасини ўрганиш

Олинган тажриба натижалари шуни кўрсатдики, бир реакторли “сувсиз” золь-гель жараёнида ТЭОС, Трилон Б ва глициринлардан иборат ПКА нинг чумоли кислотали эритмасида кимёвий коллоид ўзгаришлар, ҳамда ўзаро мураккаб физик -кимёвий таъсирлашувлар бориб, полимеркремнеземли гибрид нанокомпозицион материал шаклланишига олиб келади.

Чумоли кислота ТЭОС молекуласи билан актив таъсирлашиб оралик маҳсулоти золь-гель ўзгаришларда иштирок этади. Лекин аввал ТЭОС НСООН билан, НСООН этанол билан бир қатор кимёвий таъсирдан этанол ва сув ҳосил бўлиб сўнг, сув молекуласи таъсирида ТЭОС гидролизланади. НСООН билан этанол этерификациясида (поликонденсациянинг бошланғич жараёнида ҳосил бўлган) ва нихоят конденсация реакциясидан оралик оксисилан билан силан, силоксан олигомерлари ҳосил бўлиши билан бир вақтда НСООН регенерациясига олиб келади. Реакцион системага этанол ёки глицерин қўшилганда, чумоли кислота билан таъсирлашиб тегишли мураккаб эфирлар ва сув ҳосил қилади.



Шундай қилиб реакция эритмада бошланғич реагентларнинг кимёвий жараёнида биринчидан; спирт ва чумоли кислота этрификациясида, иккинчидан; оксисилонларнинг ўзаро конденсацияси натижасида сув ажралади.

Реакция сувнинг миқдори реакция эритмадаги бошланғич реагентлар таркибига боғлиқ бўлиб коллоид-кимёвий жараённинг боришига замин яратиб, турли натижалар беради ва гел ҳосил бўлиш кинетикасига таъсир этади.

Маълумки ТЭОС золь-гель ўзгаришларида гел ҳосил бўлиш кинетикаси ТЭОС нинг гидролиз тезлигига ва оксисилан оралиқ маҳсулотлар конденсациясига боғлиқ. ТЭОСнинг гидролиз жараёни устун бўлса, золь-гель жараёни секин бориб, оксисилон поликонденсацияси гидролиздан устун бўлганда жараён тезлашади.

Шуни тақдирлаш керакки, гидролизланиш ва поликонденсация реакциялари кинетикаси сезиларли даражада бошланғич реагентлар нисбатига боғлиқ бўлиб, ҳар бир ҳолатда конкрет стереокимёвий вазият вужудга келади. Бир тарафдан ТЭОС гидролизи ва оксисилан оралиқ маҳсулотларининг поликонденсацияси, иккинчи тарафдан кремнезем бошланғич заррачалар марказининг ҳосил бўлиши. Реакция эритмада асосий структура ҳосил қилувчи элементларни ўсиши заррачаларни кўзғатувчи силаноль гуруҳ юзасидаги –ОН поликонденсация реакцияси ҳисобига амалга ошириб, активлиги эритмада иштирок этувчи макромолекуланинг экранлантирувчи таъсирга боғлиқ. Бу

турли моль нисбатларида олинган ТЭОС ва ПКА реагентларидан ташкил топган реакцион системанинг гел ҳосил бўлишининг вақти бўйича яхши кўринади.

1-2 расмдаги гел ҳосил бўлиш вақтига боғлиқлик графигидан глицерин ва Трилон Б миқдорининг ортиши билан гел ҳосил бўлиш жараёни секинлашганини кўриш мумкин.

Жадвал 4.

***ТЭОС/ПКА/Трилон Б/ Глицерин* реакцион системадаги ТЭОС нинг гидролитик поликонденсациясидаги гел ҳосил бўлиш кинетикаси бўйича маълумот.**

№	Реагентларнинг нисбатлари, гр.				Гель ҳосил бўлиш вақти, мин
	ТЭОС	ПКА	Глицерин	Трилон Б	
500	0.345	2	-	-	23
501			0,15		30
502			0,32		35
503			-	0,1	42
504			0,15		160
505			0,32		300
506			-	0,3	160
507			0,15		300
508			0,32		400
509			-	0,6	330
510			0,15		400
511			0,32		950

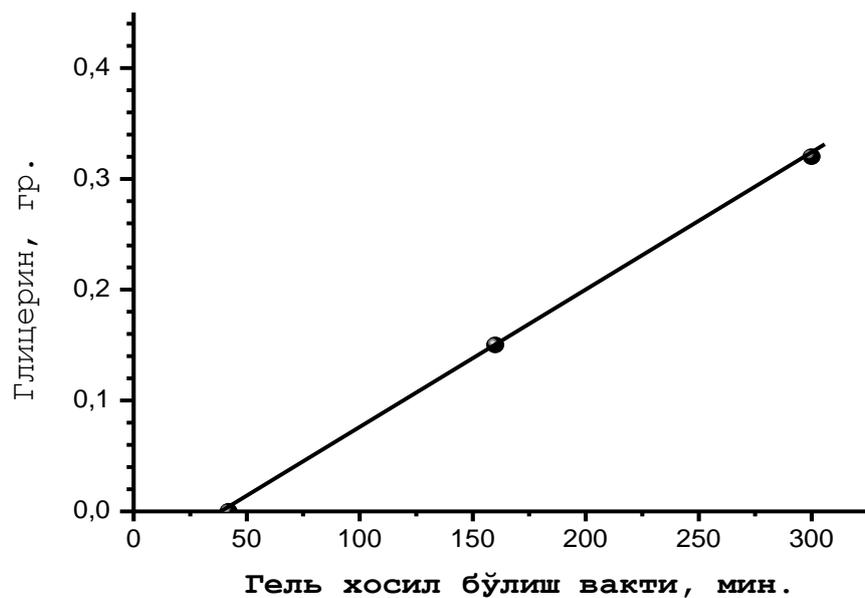


График 1. Глицерин миқдорида оқувчанлик ўзгаришининг вақтга боғлиқлиги (503-505)

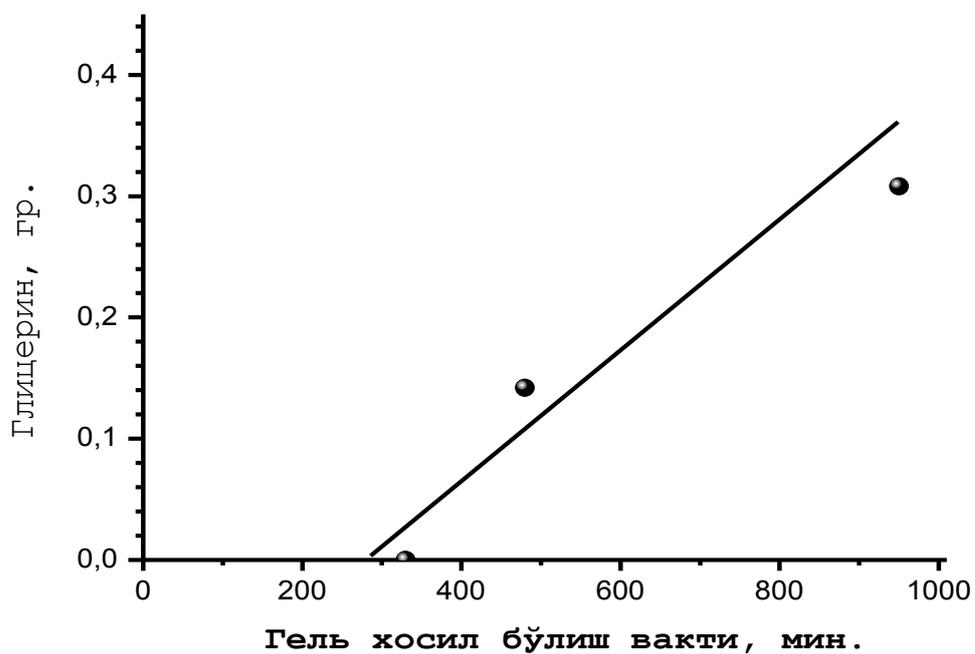


График 2. Глицерин миқдорида оқувчанлик ўзгаришининг вақтга боғлиқлиги (509-511)

Тажриба натижалари шуни кўрсатади реакцион мухитга глицерин кўшиш гел хосил бўлиш вақтига сезиларли таъсир этади. Масалан бошланғич реагентларнинг нисбатлари ўзгармаган ҳолда (Жадвал.4, намуна 502) 0.15 гр. глицерин билан реакцион системадаги гел хосил бўлиш вақти 160 минутни ташкил қилса, 0.15 гр. кўшилганда 300 минутга тенг (Жадвал. 4, намуна 503)

Шундан келиб чиқиб, реакцион системадаги глицерин миқдорини ўзгартирган ҳолда, гел хосил бўлиш жараёнидаги энг қулай муддатини аниқлаш мумкин. ПКА полимер ташкил этувчи миқдорини гел хосил бўлиш вақтига таъсирини ҳисобга олган ҳолда, золь-гел жараёнининг кейинги тадқиқотлар бошланғич ТЭОС, ПКА турли нисбатида ва этанол, глицерин ёки улар аралашмаларининг турли миқдорда кўшилишига қаратилди.

Реакцион эритмада бошланғич реагентлар нисбатида бўлганда глицерин ва трилон Б миқдорининг таъсири ўрганилган натижаларда трилон Б миқдорининг ортиши оқувчанлик йўқолиши вақтини ошириб ва ўз навбатида гел хосил бўлиш вақтини ҳам ортишини кўрсатади. (График 1-2.).

Бу реакцияда (ТЭОС гидролизида оралик маҳсулот иштирокида) рақобатлашувчи гидролиз ва конденсация реакцияларидан ташқари золь заррачалари учун четки омиллар иштирок этишини ва бу золь заррачалари таъсирини ва кремнезем тўри хосил бўлишини қийинлаштиради.

III.2. Нанокөмпозицион материалларни ИК спектроскопик ўрганиш

ТЭОС нинг золь-гел ўзгаришида эритувчи ва бир вақтнинг ўзида катализатор сифатида чумоли кислотадан фойдаланилганда, реакцион эритмада, у ўзига ПКА ва ГЛК ни кўшиб, турли хил физикавий ва кимёвий жараёнлар

ҳисобига мураккаб комплекслар келиб чиқади. Охирги маҳсулотнинг ИҚ-спектри маълумотларидан фойдаланилган ҳолда кимёвий жараёнлар ҳақида далиллар келтириш мумкин. Расма 9-11 да полиамид кремнезем гибриди, поликапроамид, кремний-оксид ва Трилон Б ларнинг ИҚ-спектри тасвирланган. Ушбу моддалардаги функционал гуруҳларнинг характерли ютилиш чизиқларини солиштириш учун жадвал 6 да бир қанча маълумотлар келтирилган.

Полиамид-кремнезем гибриди ИҚ-спектридаги силоксан гуруҳлари ($\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$) учун характерли бўлган 1070 , 794 ва 467 см^{-1} ютилиш чизиқлари ҳамда силанол гуруҳлари ($\equiv \text{Si} - \text{OH}$) учун характерли бўлган 958 см^{-1} ютилиш чизиқлари 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 чизиқлари гибрид спектрида мавжуд бўлмаслигини алоҳида таъкидлаб ўтиш лозим. Чунки бу ўзгариш золь-гель жараёнининг сувсиз олиб борилиши билан боғлиқдир.

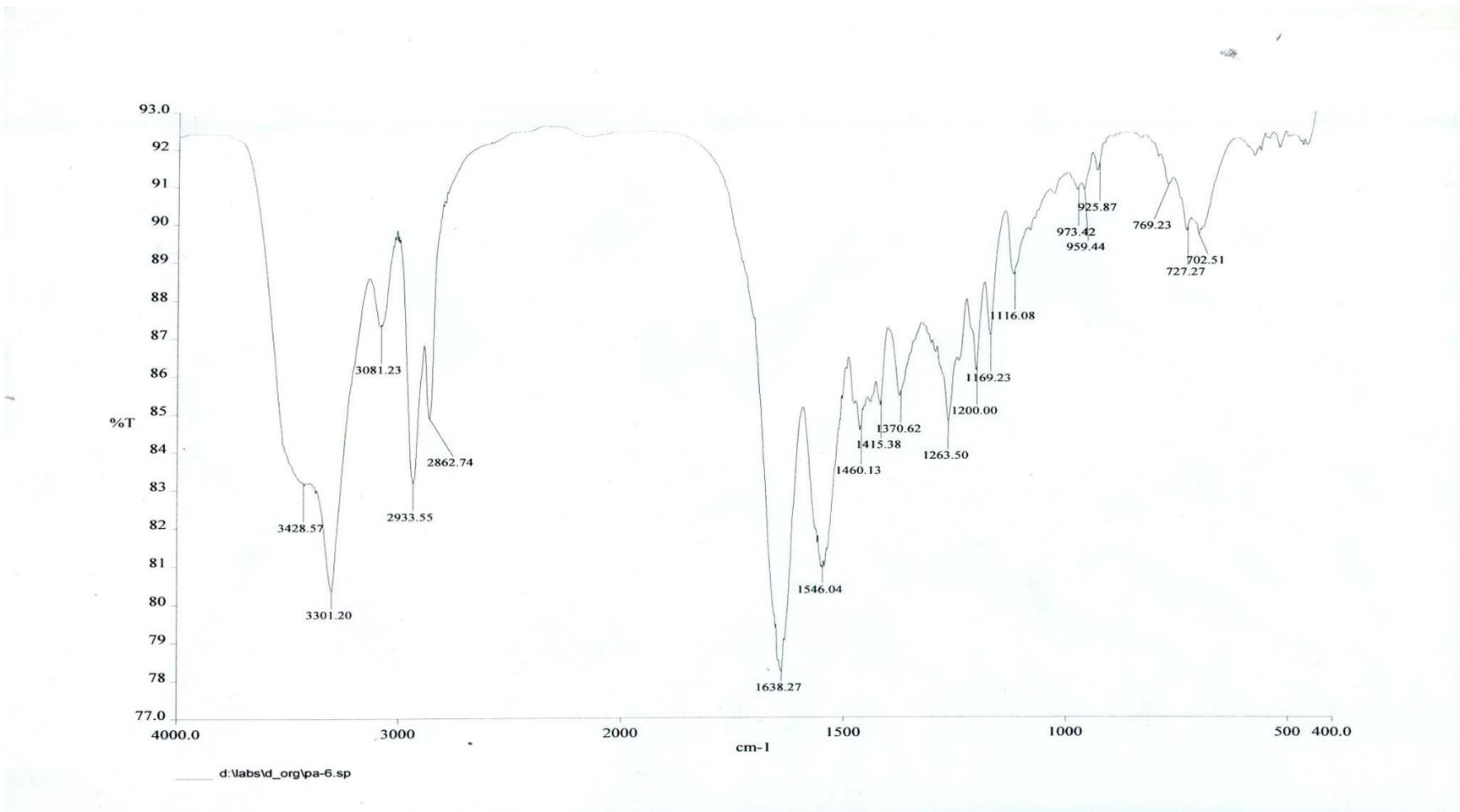
Агар поликапроамидкремнеземли гибрид материални ИҚ-спектрини карасак поликапроамида да мавжуд бўлган 3081 см^{-1} дан 3092 см^{-1} гача ютилиш чизиқлари гибрид спектрида мавжуд эмас. Бу чизиқ Ферми резонансига учраган иккиламчи амид гуруҳининг валент тебранишларига тегишлидир. Эҳтимол, бундай ўзгариш кремнезем тўридаги силанол гуруҳларининг ПКА даги амид гуруҳлари билан таъсирлашишига боғлиқ. Амид 1 ва амид 2 га тегишли ютилиш соҳаларида оз бўлса ҳам $\nu \text{ C}=\text{O}$ га тегишли ютилиш чизиқлари таъсирини кузатиш мумкин.

**SiO₂, дастлабки компонентлар ва полиамид-кремнезем гибриди учун
ИҚ-спектридаги характерли ютилиш чизиқлари.**

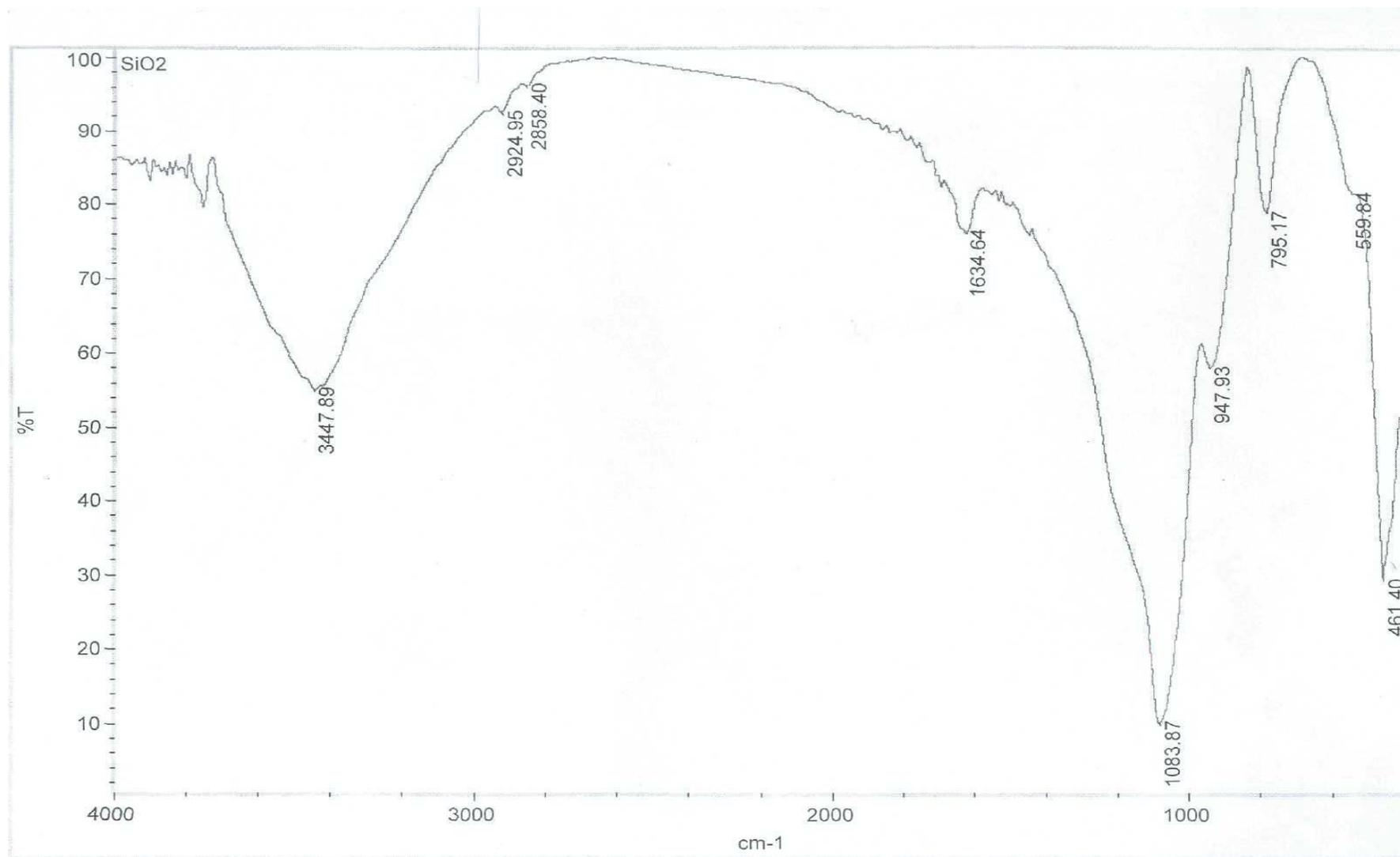
частота, см ⁻¹	Ютилиш чизиқларининг характеристикаси		
	SiO ₂	ПКА	ПКА/ SiO ₂ гибрид
3447	Н боғланган Si – OH		
3414			$\nu_{\text{озод}} \text{NH}$
3301		νNH	
3130			
3081		$\nu_{\text{боғланган}} \text{NH}$ резонанс Ферми, амид II	
3092			$\nu_{\text{боғланган}} \text{NH}$ резонанс Ферми, амид II
1638		$\nu \text{C} = \text{O}$, амид I	
1640			$\nu \text{C} = \text{O}$, амид I
1626			
1537			
1527			
1499			
1546		$\nu \text{C} - \text{N}$, NH амид II	
1549			$\nu \text{C} - \text{N}$, NH амид II
1082	Si – O – Si		
1075			Si – O – Si
947	Si – OH		
958			Si – OH
795			Si – O – Si
794	Si – O – Si		
461	Si – O – Si		
467			Si – O – Si

Расм 9. ИҚ-спектр натижалари

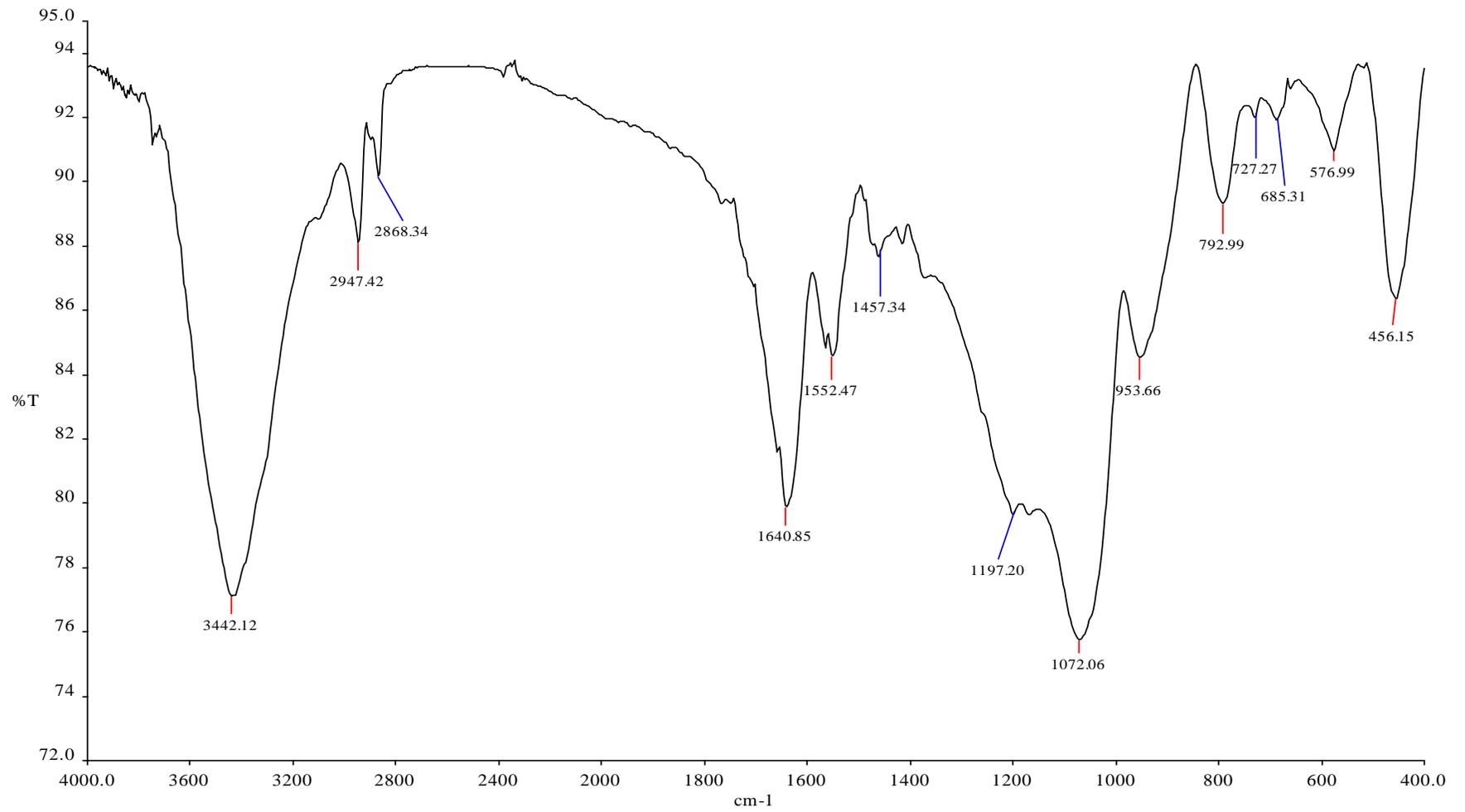
1. Поликапроамид



2. Кремнезем



3. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



4. Трилон Б

SPECORD



Probe *Обр. 2*
 Nr. *Трилон Б*
 Datum, Name

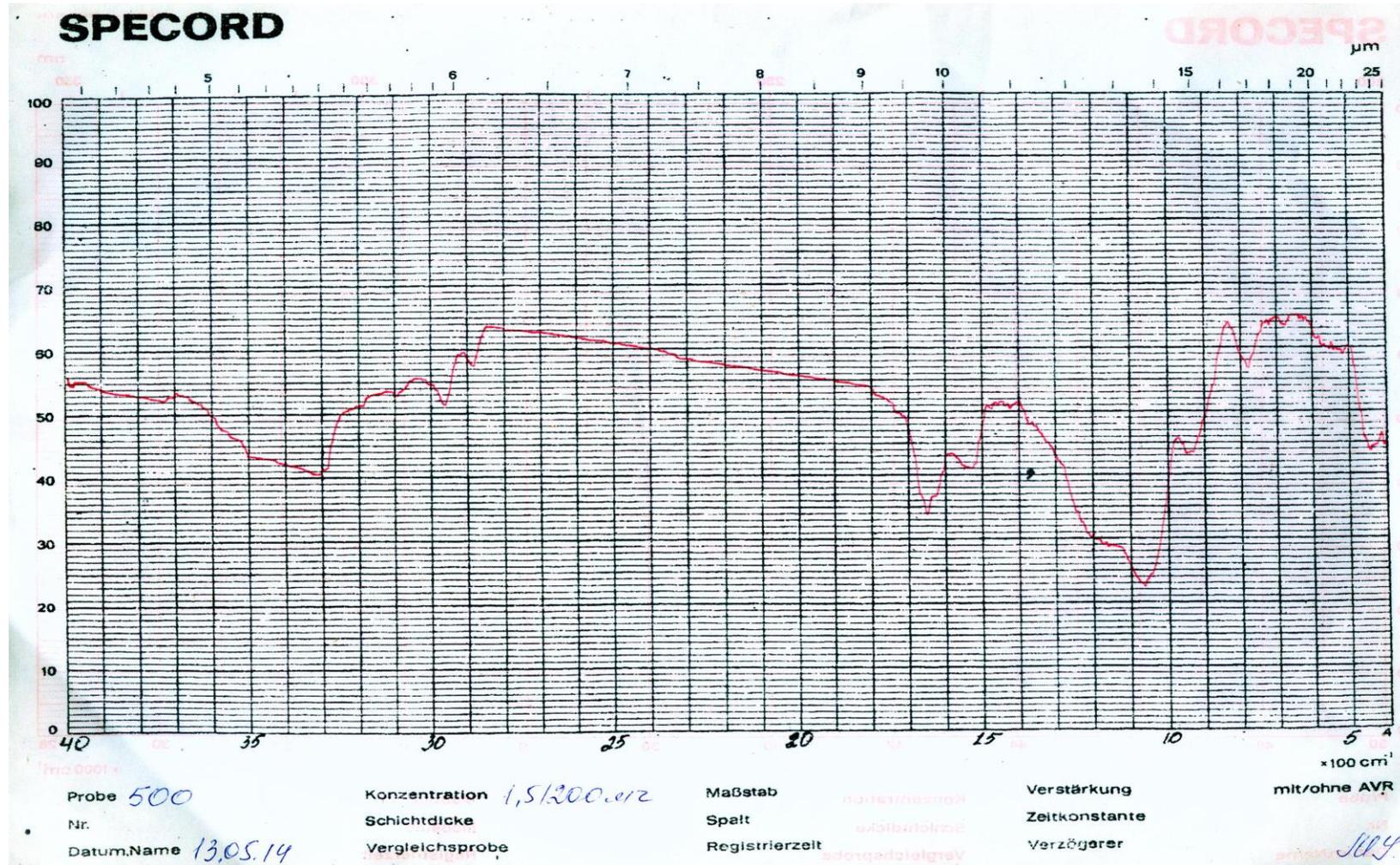
Konzentration
 Schichtdicke
 Vergleichsprobe

Maßstab
 Spalt
 Registrierzeit

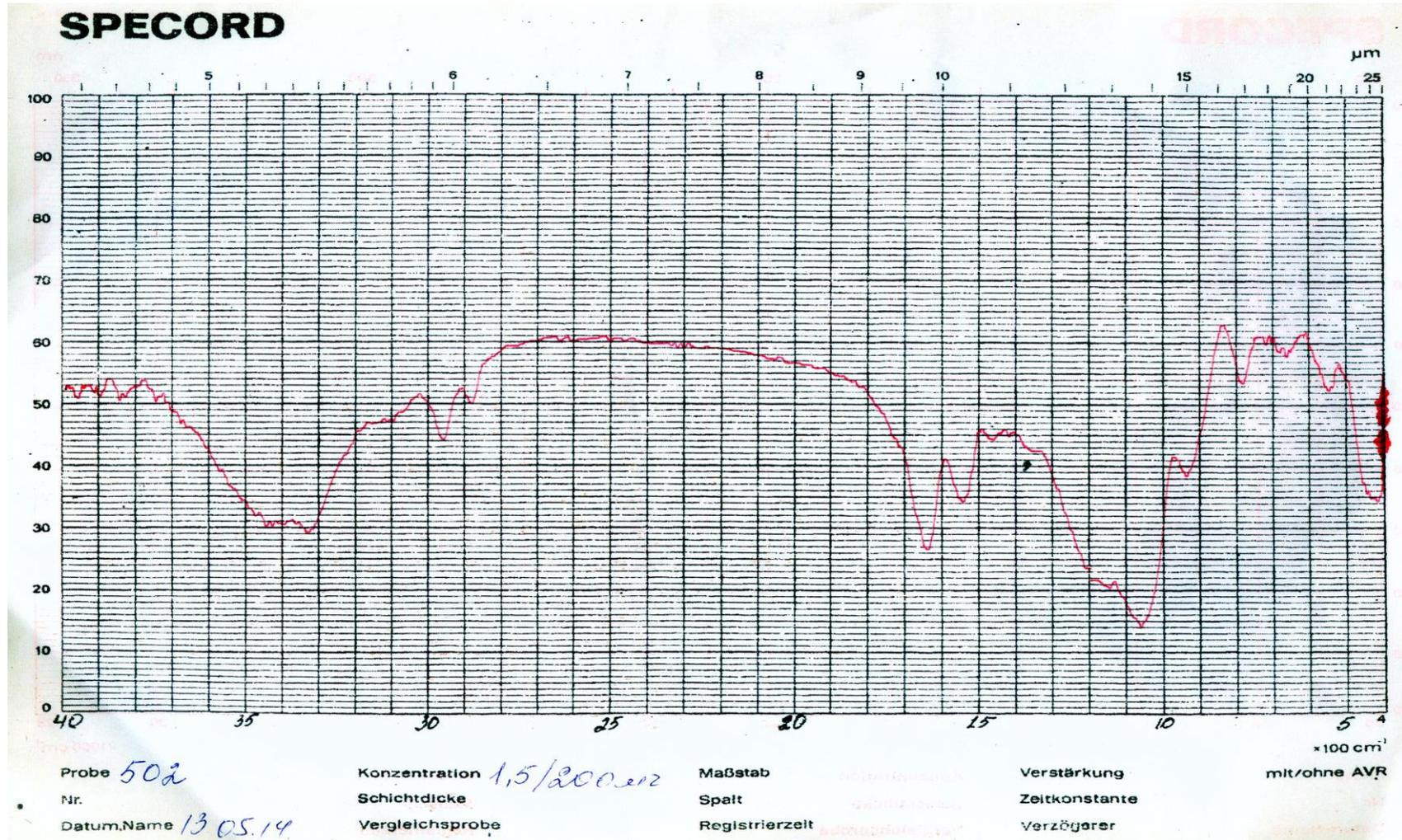
Verstärkung
 Zeitkonstante
 Verzögerer

mit/ohne AVR

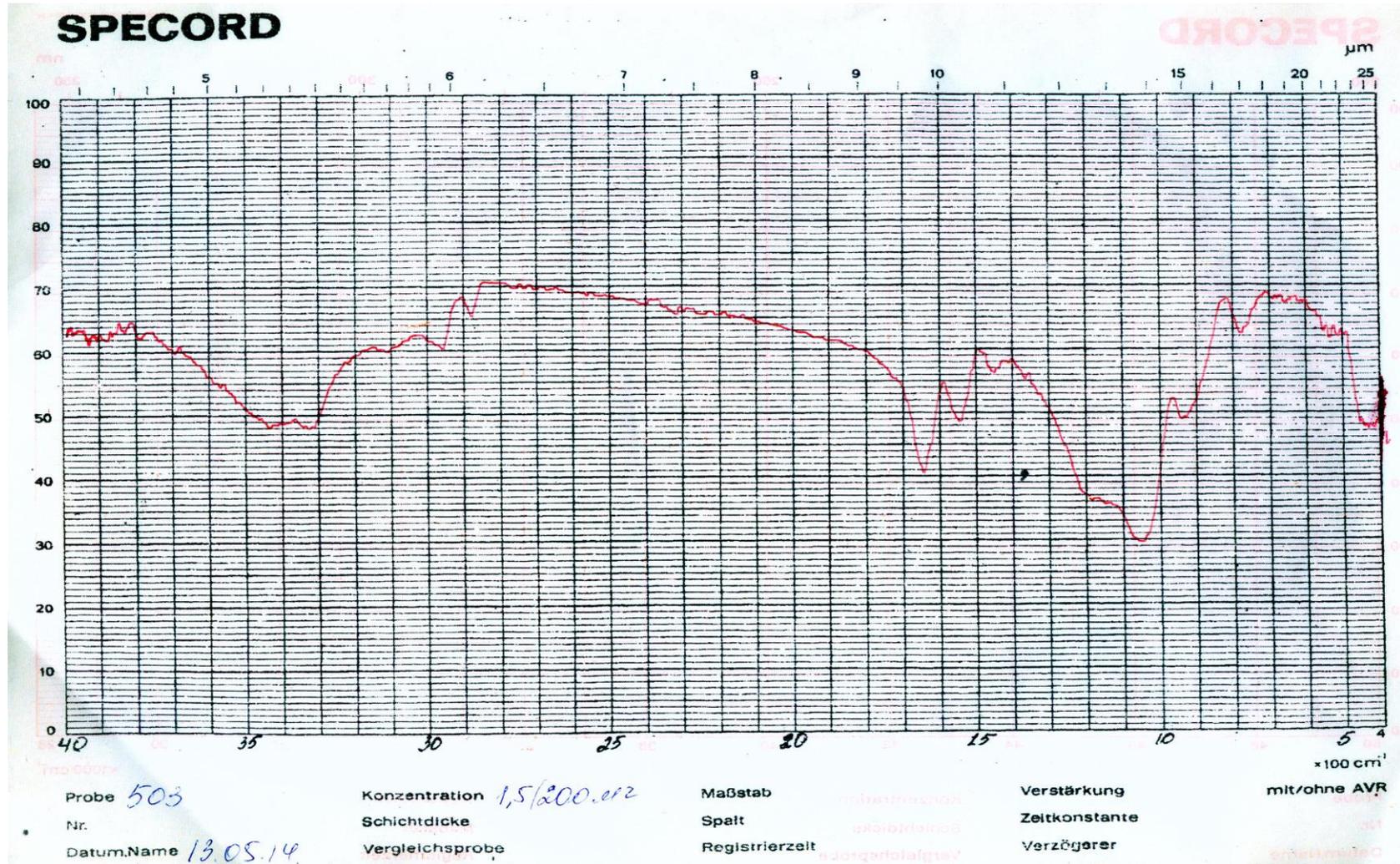
5. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



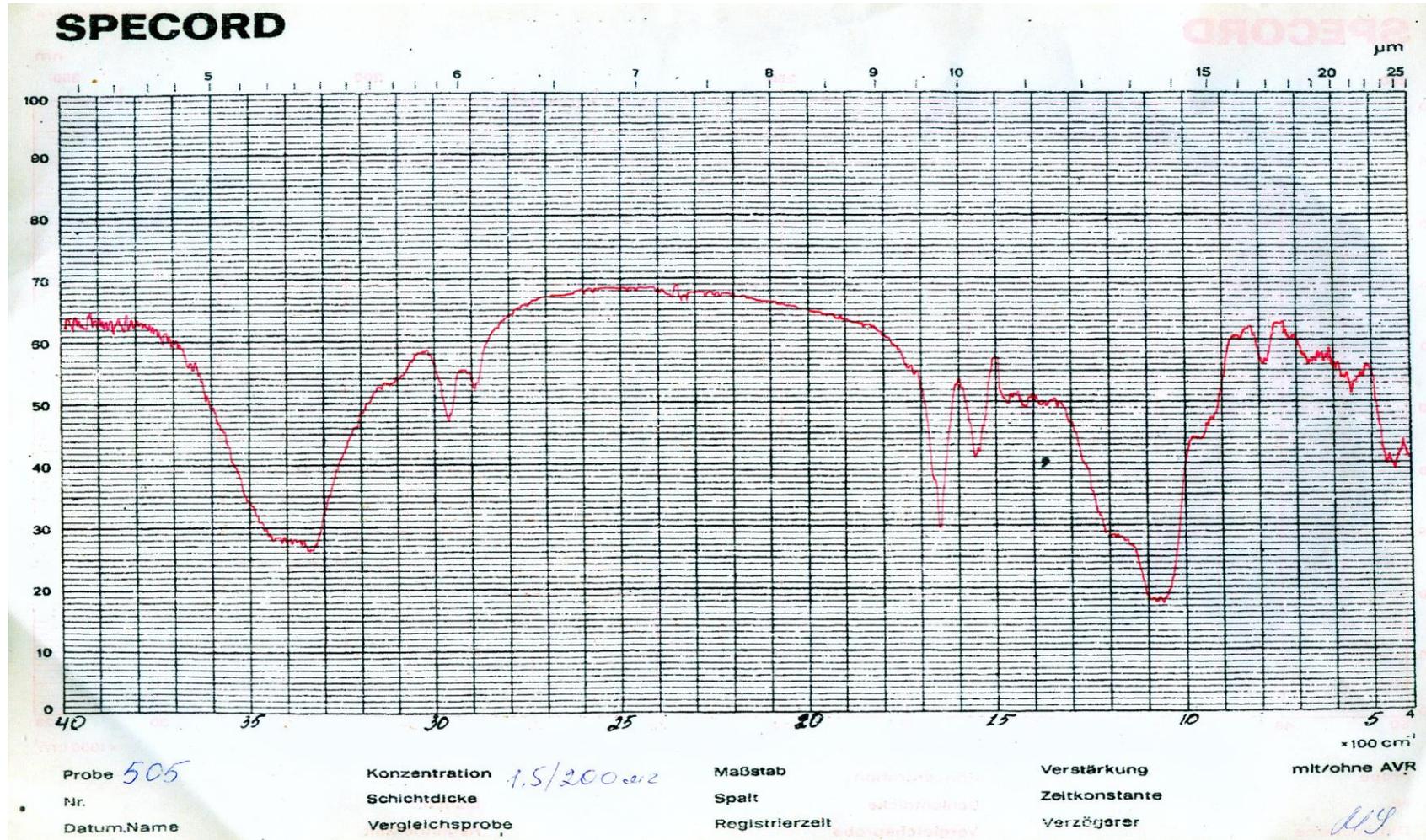
6. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



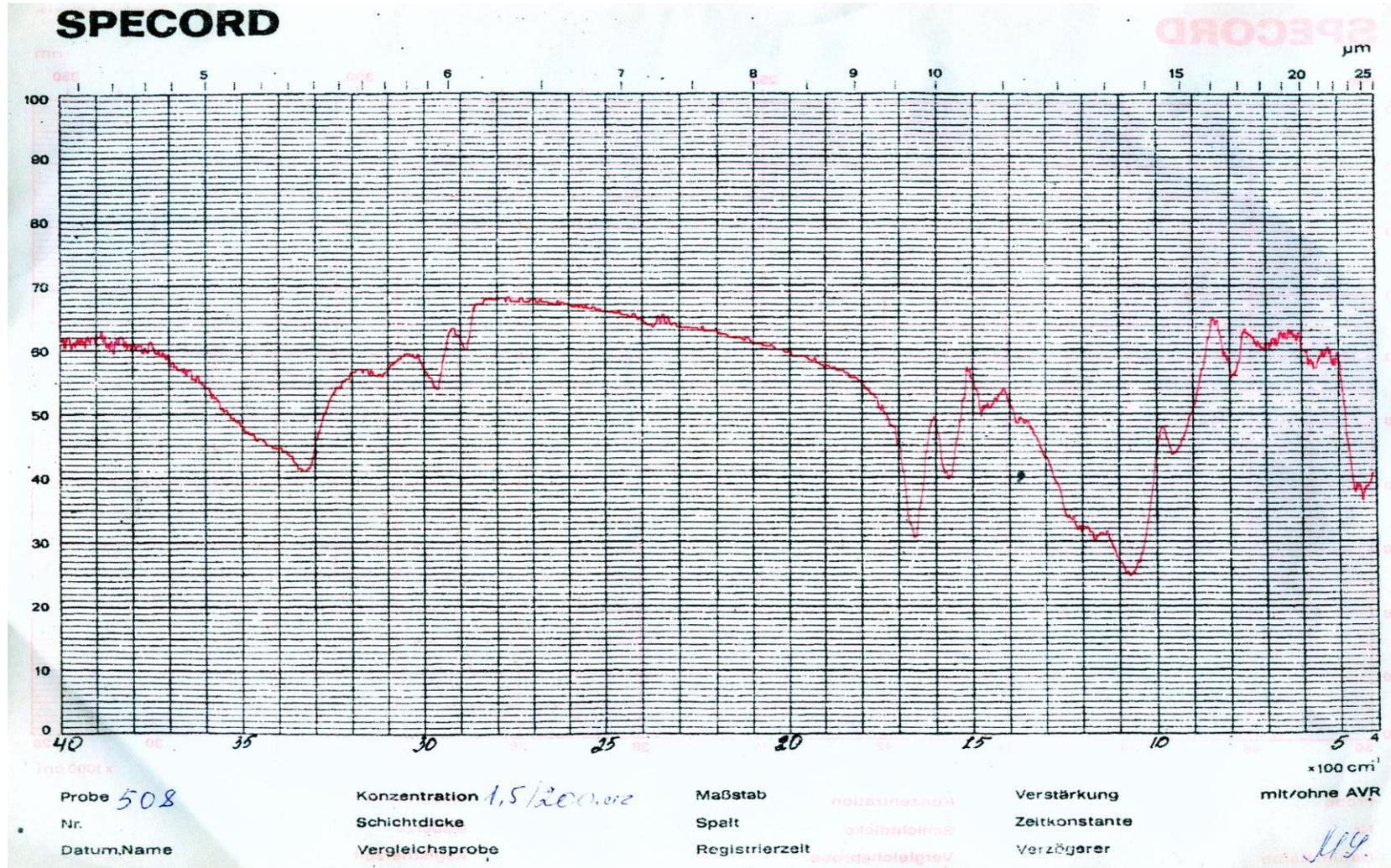
7. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



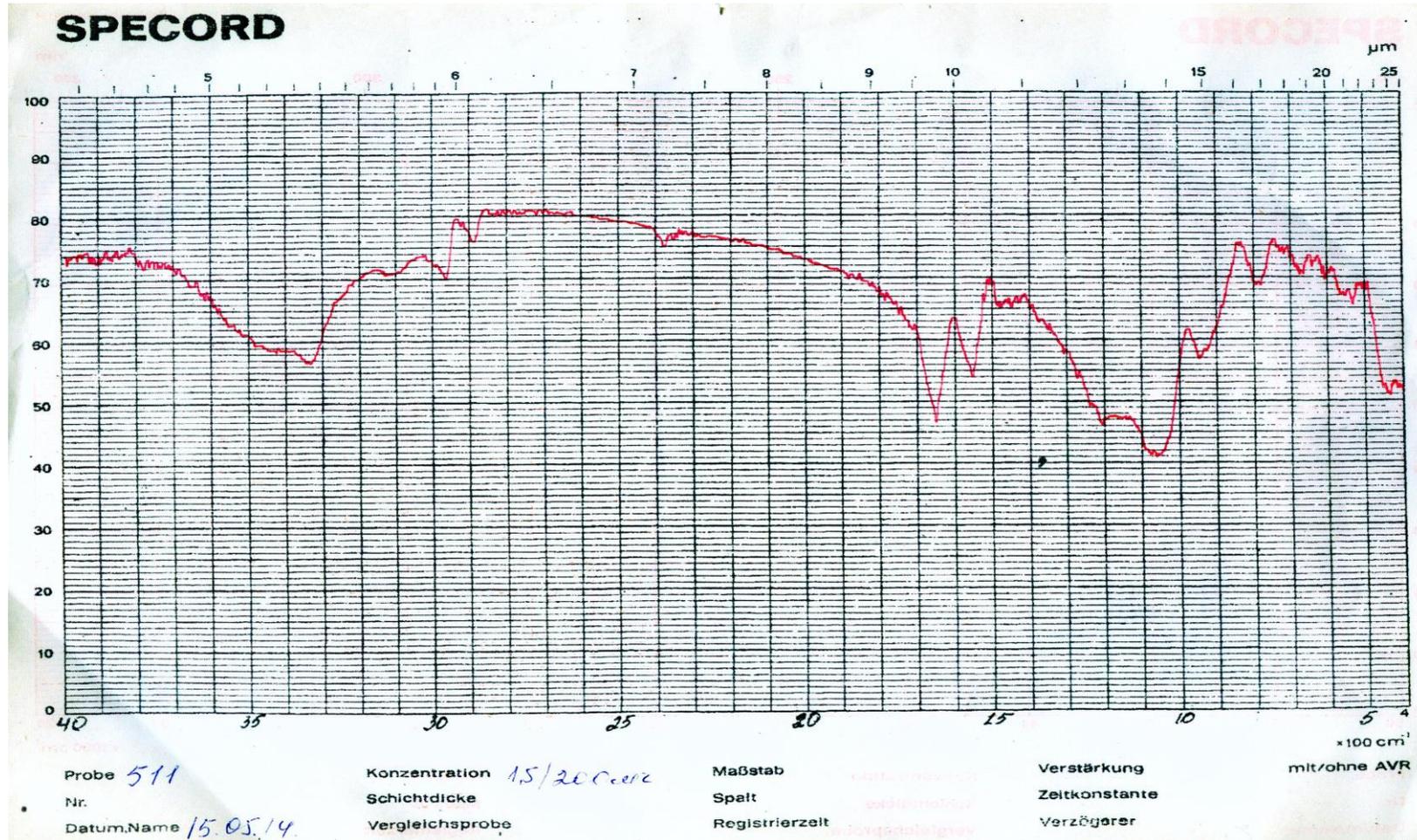
8. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



9. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



10. Поликапроамидкремнеземли гибрид материали



Синтез килинган поликапроамидкремнеземли гибрид материали Cu^{2+} ионларни сорбцияси урганилди. Бунинг учун CuSO_4 стандарт эритмалар таерланди ва ФЭК-56 спектрофотометр ердамида калибровка графики тузилди. Кейин эритмага аник микдорда поликапроамидкремнеземли гибрид материал солинди ва орадан бир неча вақт утгандан кейин қайта концентрцияси спектрофотометрда аникланди. Натижалар 5 жадвалда келтирилган.

№	Концентрация Cu^{2+} сорбциядан олдин, (мг/см ³)	Концентрация Cu^{2+} сорбциядан кейин, (мг/см ³)
500	0,2	0,03
501	0,2	0,005
502	0,2	0,005
503	0,2	0,005
504	0,2	0,005
505	0,2	0,01
506	0,2	0,01
509	0,2	0,01
510	0,2	0,01
511	0,2	0,015

Олинган натижалар шуни курсатдики синтез килинган поликапроамидкремнеземли гибрид материал огир металл ионларни яхши сорбцион хусусиятларга эга.

ХУЛОСА

1. ТЭОС нинг хона температурасида реакцион аралашмага сув қўшмаган ҳолда гидролитик поликонденсация жараёни амалга ошиши имконияти борлиги кўрсатилди.
2. Ўрганилган шароитда реакцион эритмада гель ҳосил бўлиш вақти дастлабки реагентларнинг моль нисбатлари, қўшилаётган глицерин ва трилон Б миқдори ва нисбатига боғлиқлиги ҳамда золь-гель жараёнининг давомийлигини бошқариш мумкинлиги ўрганилди.
3. Синтез килинган поликапроамидкремнеземли гибрид материал огир металл ионларни яхши сорбцион хусусиятларга эга булганлиги аникланди.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР

1. Лисичкин Г.В., Фадеев Ф.Ю., Сердан А.А, Нестеренко П.Н., Мингалев П.Г., and Фурман Д.Б. Химия привитых поверхностных соединений / Под ред. Г.В. Лисичкина - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003. - 592 с. // j. - 2003.
2. Мелихов И.В. /Тенденции развития нанохимии// Рос. хим. ж. (Ж.Рос. хим. об-ва им Д.И. Менделеева), 2002, Т.XLVI, №5, 7-14с.
3. Чвалун С.Н. /Наноструктурированные полимерные гибридные материалы// М.: НИФХИ Труды VII сессии «проблемы и достижения физико-химической и инженерной науки в области наноматериалов. 2002, т.2. 158-184с.
4. Булатова Р.Р., Бакеева И.В./ Нанокompозитные гели //Вестник МИТХТ, 2011, т.6, N1, 3-21с.
5. Hoffman A.S., De Rossi D., Kajiwara K., Osada Y., Yamauchi A./ Polymer gels. Fundamentals and biomedical applications. –New York. Plenum Press, 1991, p.289-297.
6. Иванчев С.С., Озерин А.Н. /Наноструктуры в полимерных системах// Высокомолекулярн. соединения. Сер. Б. 2006. Т.48, №8, 1531-1544 с.
7. Помогайло А.Д. Гибридные полимер-неорганические нанокомпозиты. // Успехи химии, 2000, Т.69, №1, 60-89 с.
8. Д.В. Капустин, В.П. Зубов. Синтез многоцелевых фторполимер- и полианилинсодержащих нанокомпозитов и их применение в биосепарации, биоанализе и диагностике. // Вестник МИТХТ, 2011, т. 6, № 5. с. 21-46.
9. Sorrentino A., Gorrasi G., Vittoria V./ Potential perspectives of bio-nanocomposites for food packaging applications// Trends Food Sci. Technol. 2007.V.18., p.84-95.
10. Kutsche M., Breiner T., Wiese H., Leitl M., Brau M./ Nano-modification of building materials for sustainable construction// Nanotechnology in Construction. 2009. V.3. p. 275-280.

11. Н.А. Шабанова, В.В. Папов, П.Д. Саркисов. “Химия и технология нанодисперсных оксидов” М.: ИКЦ “Академкнига” 2006, 216с.
12. 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.
13. Miao Y. and Tan S.N. Amperometric hydrogen peroxide biosensor with silica sol-gel/chitosan film as immobilization matrix. // *Anal.Chim.Acta*. - 2001. - №1(437). - P.87-93.
14. Kabulov B.D., Ruzimuradov O.N., Rashidova S.Sh., Rajan G.S., and Mark J.E. Synthesis of Polyacrylonitrile-Silica Hybrid Materials. // Intern.conf."SGM-2004" Wroclaw, Poland. - 2004. -P.85.
15. K.S.Kato. Polymer/Silica Nanocomposites. // *Chemical Reviews*, 2008, Vol.108, N9
16. 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.
17. Wang Joseph. Sol-gel materials for electrochemical biosensors. // *Anal.Chim.Acta*. - 1999. - №1-2(399). - P.21-27.
18. Neoh K.G., Tan K.K., Goh P.L., Huang S.W., Kang E.T., and Tan K.L. Electroactive polymer – SiO₂ nanocomposites for metal uptake. // *Polymer*. - 1999. - №4(40). - P.887-893.
19. Pavan F.A., Costa T.M.H., and Benvenuto E.V. Adsorption of CoCl₂, ZnCl₂ and CdCl₂ on aniline/silica hybrid material obtained by sol-gel method. *Colloid.Surface Physicochem.Eng.Aspect*. - 2003. - №1-3(226). - P.95-100.
20. Commeyras A., Ollet I., and ouaid E. Method of preparing grafted polylysine dendrimers. - 2008. - №0206183 A
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. Неймарк И.Е. «Синтетические минеральные адсорбенты и носители катализаторов» Киев: Наук.думка. 1982, 216с.
24. Киселев А.В., 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.V. Alexandr. The polymerization of monosilicic acid// J.Amer.Chem.Soc. 2004. V.76, N8. P. 2094-2096.
26. Масленникова Т.П., Корыткова Э.Н. Водные растворы солей и гидроксида цезия в гидросиликатных нанотрубках состава $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$. // Физика и химия стекла. 2010. Т. 36. № 3. С. 427-435. Сорбенты для гидрофобной хроматографии
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. John N. Hay., Hema M. Raval: Synthesis of Organic-Inorganic Hybrids via the Non-hydrolytic Sol-Gel Process. Chem. Mater. 2001, 13, 3396-3403.
29. Park J., Joo J., Kwon S.G., Jang Y., Hyeon T.: Synthesis of monodisperse spherical noncrystals/ Angew. Chem. Int. Ed. 46, 4630-4660 (2007).
30. Bogush G.H., Zuroski C.F. Studies of the kinetics of the precipitation of the uniform silica particles through the hydrolysis and condensation of silicon alcoxides // J. Colloid Sci. 1991. V.142. N1. P. 1-18
31. Shang X.Y., Zhu Z.K., Yin J., Mapp X.D. Compatibility of soluble polyimide/silica hybrids induced by a coupling agent. // Chem/Matter.-2002. N1 (14). P.71-77
32. J I Amalvy, M J Percy, S P Armes, H Wiese Synthesis and Characterization of Novel Film-Forming Vinyl Polymer/Silica Colloidal Nanocomposites Langmuir (2001) Volume: 17, Issue: 16, Pages: 4770-477833.
33. Sharp K.G. J. Sol-Gel. Sci. Technol. 1994, 2, 35.

34. Жураев Ш.Р. Золь-гель методи ёрдамида ТЭОС асосида полиамид-кремнезем материаллари олиш. Малакавий битирув иши. Тошкент 2010.
35. Schottner G. Hybrids sol-gel derived polymers: applications of multifunctional materials. //Chem. Mater. -2001-N10(13). – P. 3422-3435.
36. Hodyson R.J., Chen Y., Zhan Z., Tleugabulova D., Long H., Zhao X., Organ M., Brook M.A., and Brennan J.D. Protein doped monolithic silica column for capillary liquid chromatography prepared by the sol-gel method: applications to frontal affinity chromatography. // Anal.Chem. - 2004. - №10(76). - P.2780-2790.
37. Cervini R., Day G., Hibberd A., and Sharp G. Investigation of novel, sol-gel stationary phase for Gas Chromatography. // LC-GC Europe. - 2001. - №9 - P.-P.-2.
38. Pinna, N.; Garnweitner, G.; Antonietti, M.; Niederberger, M. Nonaqueous synthesis of high-purity metal oxide nanopowders using an ether elimination process Adv. Mater. 200439.→
39. Joo, J.; Kwon, S. G.; Yu, J. H.; Hyeon, T. Synthesis of ZnO nanocrystals with cone, hexagonal cone, and rod shapes via non-hydrolytic ester elimination sol-gel reactions Adv. Mater. 2005
40. Jansen M., Guenther E.: Oxide gels and ceramics prepared by a nonhydrolytic sol-gel process. Chem. Mater. 7, 2110-2114 (1995).
41. C Zhao., P. Zhang., S. Lu., J. He., X. Wang Study on the non-isothermal crystallization behaviors of PA6/silica nanocompositesprepared by sol-gelprocess. J. Mater. Sci (2007) 42: 9083-9091/
42. Brinker C.J., Scherer G.W. ; Sol-gel science. Academic Press. San Diego (1990)
43. Kabulov B.D., Zalyalieva S.V., Ruzimuradov O., Bekmirzaeva G, Akhundjanov K., and Rashidova S.Sh. Preparation and application of polymer-silica packing for HPLC and HPTLC. // World Polymer Congress IUPAC MACRO 2000 Warsaw, Poland.9-14 July. - 2000.(2). - P.-P.588.
44. Sharp K.G. Adv. Mater. 1998, 10, 1243.

45. Липатов Ю.С. Коллоидная химия полимеров. - Киев: Наукова думка, 1984. - 344 с.
46. Liangming Wei, Nantao Hu and Yafei Zhang* Synthesis of Polymer—Mesoporous Silica Nanocomposites Materials 2010, Volume 3, Issue 73(7), 4066-4079
47. Choi SM, Awaji H. Nanocomposites: a new material design concept. Science and Technology of Advanced Materials. 2005; 6(1):2-10.
48. Xie XL, Mai YW, Zhou XP. Dispersion and alignment of carbon nanotubes in polymer matrix: a review. Materials Science and Engineering: R. 2005; 49(4):89-112.
49. Ray SS, Bousmina M. Biodegradable polymers and their layered silicate nanocomposites: in greening the 21st century materials world. Progress in Matererials Science. 2005; 50(8):962-1079.
50. Pandey JK, Kumar AP, Misra M, Mohanty AK, Drzal LT, Singh RP. Recent advances in biodegradable nanocomposites. Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 2005; 5(4):497-526.
51. Awaji H, Choi SM., Yagi E. Mechanisms of toughening and strengthening in cermaic-based nanocomposites. Mechanics of Materials 2002; 34(7):411-422.
52. Niihara K. New design concept of strctural ceramics-ceramic nanocomposite. Journal of the Ceramic Society of Japan (Nippon Seramikkusu Kyokai Gakujutsu Ronbunshi). 1991; 99(6):974-982.
53. Nakahira A, Niihara K. Strctural ceramics-ceramic nanocomposites by sintering method: roles of nano-size particles. Journal of the Ceramic Society of Japan. 1992; 100(4):448-453.
54. Ferroni LP, Pezzotti G, Isshiki T, Kleebe HJ. Determination of amorphous interfacial phases in Al₂O₃/SiC nanocomposites by computer-aided high-resolution electron microscopy. Acta Materialia. 2001; 49(11):2109-2113.

55. Kojima Y, Usuki A, Kawasumi M, Okada A, Fukushima Y, Karauchi T, Kamigaito O. Mechanical properties of nylon-6-clay hybrid. *Journal of Materials Research*. 1993; 8(5):1185-1189.
56. Тюкавкина Н.А., Литвиненко В.И., and Шостаковский М.Ф. Хроматография на полиамидных сорбентах в органической химии. // Новосибирск: Наука. - 1973. - P.176.
57. Кабулов Б.Д., Залялиева С.В., Бекмирзаева Г., Ахунджанов К.А., and Рашидова С.Ш. ВЭТСХ некоторых хитазанов на капсулированном поликапроамидом микросферическом силикагеле. // Материалы 5-ой конференции "Новые перспективы в исследовании хитина и хитозана". - 1999. - P.225-22758.
58. Kabulov B.D., Akhundzhanov K.A., Yunusov F.U., Shpigun O.A., and Negmatov S.S. The fractal structure of nanocomposition polymer-silica sorbents for chromatography. // *Russ.J.Phys.Chem.A.* - 2007. - №3(81). - P.354-356.
59. Dulay M.T., Quirino J.P., Bennett B.D., and Zare R.N. Bonded- phase photopolymerized sol-gel monoliths for reversed phase capillary electrochromatography. // *J.Sep.Sci.* - 2002. - №1- 2(25). - P.3-9.
60. Hayes J.D. and Malik A. Sol-gel monolithic columns with reversed electroosmotic flow for capillary electrochromatography. // *Anal.Chem.* - 2000. - №17(72). - P.4090-4099.
61. Preinerstorfer B. and Lubda D. Monolithic silica-based capillary column with strong chiral cation-exchange type surface modification for enantioselective non-aqueous capillary electrochromatography. // *J.Chromatogr.A.* - 2006. - №1- 2(1106). - P.94-105.
62. Грег С and Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. // М.: Мир. - 1984. - P.-P.408.
63. А.И.Артеменко, Органическая химия и человек.М., «Просвящение», 2000, 80с.
64. Каргин В.А.,Энциклопедия полимеров, т 1, М.,1972,935с.

**Кимё факультети 4 курс бакалаври Мадиева Наргиза Утегеновна
«Полиамидкремнезем нанокomпозицион материалларни олиниши ва
хоссалари» мавзусидаги малакавий битирув ишига**

ТАҚРИЗ

Сўнги йилларда функционал органик-ноорганик гибрид материалларга бўлган қизиқиш уларни турли соҳаларда, хусусан оптика, микроэлектроника, катализ, тиббий технология, хромотография каби соҳаларда ишлатишнинг истиқболлари билан боғлиқ. Ҳозирги кунда органик-неорганик композицион материалларни яратиш, ўрганиш ва ишлатиш муаммолари кимёда ва материалшунослиқда энг долзарб муаммолардан бири ҳисобланади.

Ушбу ишнинг мақсади тетраэтоксисилан ва поликапроамид асосида поликапроамидкремнеземли нанокomпозицион гибрид материаллини синтезининг золь-гель жараёнини ўрганиш ва уларни хоссаларини тадқиқ қилиш.

Куйилган мақсадлар амалга оширилган.

Ушбу иш кириш қисм, адабиётлар шарҳи, амалий қисм ва олинган натижалар муҳокамаси, хулосалар ва фойдаланилган адабиётлар бўлимларини ўз ичига олади.

Синтез қилинган гибрид поликапроамидкремнеземли нанокomпозицион материаллини гелланиш кинетикасини ўрганилди. Олинган материаллини ИҚ спектроскопия методи ёрдамида ўрганилди.

- Ишда айрим орфографик ва грамматик хатоларга йўл қўйилган.
- Сорбцион хусусиятларни чуқурроқ ўрганиши лозим.
- Трилон Б аҳамияти тулик курсатилмаган.

Тақриз қилинаётган иш ҳажми, мазмуни, аҳамияти билан битирув ишига қўйилган талабларга тўлиқ жавоб беради ва Н.У. Мадиева ишини ижобий баҳолаш мумкин деб ҳисоблайман.

Тақризчи



к.ф.н. Рузимуродов О.Н.