

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI  
PhD.03/30.12.2019.K.02.05 RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDA BIR  
MARTALIK ILMIY KENGASH**

---

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI**

**TURSUNOV FIRDAVSI HAMZAYEVICH**

**ZOL-GEL JARAYONIDA  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  VA  $TiO_2$ - $SiO_2$  KOMPOZIT KOLLOID  
ZARRACHALARINING ANIZOTROPIK SHAKLLANISH KINETIKASI**

**02.00.04 – Fizik kimyo  
02.00.12 – Nanokimyo, nanofizika va nanotexnologiya**

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

**Kimyo fanlari bo‘yicha falsafa doktori (PhD)  
dissertatsiyasi avtoreferati mundarijasi**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)  
по химическим наукам**

**Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)  
on chemical sciences**

**Tursunov Firdavsi Hamzayevich**

Zol-Gel jarayonida  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit kolloid zarrachalarining anizotropik shakllanish kinetikasi..... 3

**Турсунов Фирдавси Хамзаевич**

Кинетика анизотропного образования композиционных коллоидных частиц  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  в Золь-Гелевом процессе ..... 21

**Tursunov Firdavsi Khamzaevich**

Kinetics of anisotropic formation of  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  and  $TiO_2-SiO_2$  composite colloidal particles in the Sol-Gel process ..... 39

**E‘lon qilingan ishlar ro‘uxati**

Список опубликованных работ

List of published works ..... 42

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI  
PhD.03/30.12.2019.K.02.05 RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDA BIR  
MARTALIK ILMIY KENGASH**

---

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI**

**TURSUNOV FIRDAVSI HAMZAYEVICH**

**ZOL-GEL JARAYONIDA  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  VA  $TiO_2$ - $SiO_2$  KOMPOZIT KOLLOID  
ZARRACHALARINING ANIZOTROPIK SHAKLLANISH KINETIKASI**

**02.00.04 – Fizik kimyo  
02.00.12 – Nanokimyo, nanofizika va nanotexnologiya**

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

**Samarqand – 2024**

**Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi O'zbekiston Respublikasi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2023.4.PhD/K691 raqam bilan ro'yxatga olingan.**

Dissertatsiya Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetida bajarilgan.

Dissertatsiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida ([www.samdu.uz](http://www.samdu.uz)) va «ZiyoNET» axborot-ta'lim portalida ([www.ziynet.uz](http://www.ziynet.uz)) joylashtirilgan.

**Ilmiy rahbar:**

**Dong Qiu**

kimyo fanlari doktori, professor

**Rasmiy opponentlar:**

**Bekchanov Davron Jumazarovich**

kimyo fanlari doktori, professor

**Ishankulov Alisher Farmonovich**

kimyo fanlari bo'yicha falsafa doktori (PhD)

**Yetakchi tashkilot:**

**O'zR FA qoshidagi Umumiy va noorganik kimyo instituti**

Dissertatsiya himoyasi Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universiteti huzuridagi ilmiy darajalar beruvchi PhD.03/30.12.2019.K.02.05 raqamli Ilmiy kengash asosidagi bir martalik ilmiy kengashning 2024-yil «29» aprel soat 13:00 dagi majlisida bo'lib o'tadi. (Manzil: 140104, Samarqand shahri., Universitet xiyoboni, 15-uy, Biokimyo instituti, Kimyo binosi 2-qavat, 220-xona. Tel.: (+99866) 239-11-40; faks: (+99866) 239-11-51; E-mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz)).

Dissertatsiya bilan Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (22 - raqami bilan ro'yxatga olingan). (Manzil: 140104, Samarqand shahri, Universitet xiyoboni, 15-uy, Axborot-resurs markazi. Tel.: (+99866)239-11-51)

Dissertatsiya avtoreferati 2024-yil «17» aprel kuni tarqatildi.  
(2024-yil «17» aprel dagi \_\_\_ - raqamli reyestr bayonnomasi)



**A.M.Nasimov**

Ilmiy darajalar beruvchi Ilmiy kengash asosidagi bir martalik Ilmiy kengash raisi, t.f.d., professor

**J.R.Uzokov**

Ilmiy darajalar beruvchi Ilmiy kengash asosidagi bir martalik Ilmiy kengash kotibi, PhD

**O.N.Ro'zimuradov**

Ilmiy darajalar beruvchi Ilmiy kengash asosidagi bir martalik Ilmiy kengash qoshidagi ilmiy seminar raisi k.f.d., professor

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

**Dissertasiya mavzusining dolzarbligi va zarurati.** Dunyoda kolloid va nanozarrachalarga asoslangan materiallar olish va ularning xossalarini tekshirishga e'tibor yildan-yilga ortib bormoqda. Chunki bunday materiallar quyosh batareyalari uchun fotoelementlar, aqilli qoplamalar, fotokatalizatorlar, sensorlar yaratishda, antibakterial xossaga ega dori vositalari olishda va ularni manzilli yetkazishda, elektronika asbob-uskunalarining yangi avlodlarini yaratishda keng qo'llanilmoqda. Shuning uchun ham keyingi yillarda xossalari oldindan belgilangan kolloid va nanozarrachalarni olinish va ularning qo'llanilish sohasini kengaytirish muhim ahamiyat kasb etadi.

Jahonda kolloid va nanomateriallarning olinishi, zarrachalarning shakllanish mexanizmi va ularning fizik-kimyoviy xossalarini o'rganish bo'yicha bir qator ilmiy-tadqiqotlar amalga oshirilmoqda. Bu borada, jumladan, yarim o'tkazgichli  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  kabi materiallar va ularning turli kompozitlarini olish, ularning tekstur, geometrik, morfologik va sorbtсион xarakteristikalari hamda fizik-kimyoviy xossalarini aniqlash, nanozarrachalarning izotropik va anizotropik shakllanishiga ta'sir etuvchi omillari orqali ularni sintez qilishning maqbul sharoitlari aniqlangan hamda fizik-kimyoviy xossalarini, nanozarrachalarni sintez qilishda zarrachalarning morfologiyasini boshqarish va shakllanish mexanizmini aniqlashra alohida e'tibor berilmoqda.

Mamlakatimizda ham  $TiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  asosidagi kolloid va kompozit nanozarrachalarni Zol-Gel texnologiyasini qo'llash va ularning turli xossalarini tekshirish bo'yicha tadqiqotlar olib borilib, muayyan ilmiy natijalarga erishilmoqda. O'zbekiston Respublikasini rivojlantirish bo'yicha Harakatlar strategiyasida "mahalliy xomashyo resurslarini chuqur qayta ishlash asosida yuqori qo'shimcha qiymatli tayyor mahsulot ishlab chiqarish, prinsipial jihatdan yangi mahsulot va tenologiya turlarini o'zlashtirish, shu asosda ichki va tashqi bozorlarda milliy tovarlarning raqobatbardoshligini ta'minlash"<sup>1</sup> bo'yicha muhim vazifalar belgilab berilgan. Bu borada,  $TiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit zarrachalarining shakllanish kinetikasini o'rganish, ularning morfologiyasini boshqarish, fotokatalitik xossalarini tahlil etish va qo'llash imkoniyatlarini oshirish muhim ahamiyat kasb etadi.

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017-yil 7-fevraldagi №PF-4947-sonli "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirishning Harakatlar strategiyasi" haqidagi, 2020-yil 2-martdagi №PF-5953-sonli "Ilm, ma'rifat va raqamli iqtisodiyotni rivojlantirish yili"da amalga oshirishga oid Davlat dasturi to'g'risidagi<sup>1</sup>, 2022-yil 28-yanvardagi №PF-60-sonli "2022 — 2026-yillarga mo'ljallangan Yangi O'zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to'g'risida"gi Farmonlari hamda 2018-yil 25-oktabrdagi "O'zbekiston Respublikasida kimyo sanoatini jadal rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida" gi PQ-3983-son, 2019-yil 3-apreldagi PQ-4265-sonli "Kimyo sanoatini yanada isloh qilish va uning investitsiyaviy jozibadorligini oshirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi, 2021-yil 13-

---

<sup>1</sup>2017-2021-yillarda O'zbekiston Respublikasini rivojlantirishning beshta ustuvor yo'nalishi bo'yicha harakatlar strategiyasi/O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017-yil 7-fevraldagi PF-4947-sonli Farmoni.

fevraldagi PQ-4992-sonli “Kimyo sanoati korxonalarini yanada isloh qilish va moliyaviy sog‘lomshtirish, yuqori qo‘shilgan qiymatli kimyoviy mahsulotlar ishlab chiqarishni rivojlantirish chora-tadbirlari to‘g‘risida”gi, 2022-yil 10-oktabrdagi “Kimyo va gaz-kimyanoatini strategik rivojlantirishning maqsadli dasturini tasdiqlash to‘g‘risida”gi Qarorlari hamda mazkur faoliyatga tegishli boshqa me‘yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishda ushbu dissertatsiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

**Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishi ustuvor yo‘nalishlariga mosligi.** Mazkur tadqiqot Respublika fan va texnologiyalar rivojlanishining VII “Kimyo, kimyoviy texnologiyalar va nanotexnologiyalar” ustuvor yo‘nalishiga muvofiq bajarilgan.

**Muammoning o‘rganilganlik darajasi.** Bugungi kunda dunyoning ko‘pgina mamlakatlarida yarim o‘tkazgich metall oksidlari asosida nanotuzilishli materiallar olish va ularning fizik-kimyoviy xossalarini tadqiq etish bo‘yicha ilmiy tadqiqotlar olib borilmoqda. Kolloid va nano o‘lchamdagi izotropik (sferik) shakldagi zarrachalar sintezi bo‘yicha Adair J. H. (AQSh), Suvaci E. (Turkiya), Zhang K., Jiang M., Chen D. (Xitoy), G. Sergeev (Rosiya), Adrian C.R. (Shveytsariya) lar ilmiy tadqiqotlar olib bormoqdalar. Wang D., Li Y.(Xitoy), Jun Y.(Korea), Choi J.S. va Cheon J.(Xitoy), Lisjak D., Mertelj A. (Sloveniya) Mohraz A. (AQSh) lar o‘z ilmiy izlanishlarida anizotropik shakldagi zarrachalarni sintez qilib, ularni ishlatilish sohasiga qarab, izotrop strukturaga qaraganda yanada yaxshiroq fizik-kimyoviy xossalarni namoyon qilishini ta’kidlaganlar. Shunga qaramasdan, anizotropik zarrachalarning sintezi va ularning shakllanish mexanizmini o‘rganishga e’tibor ortib bormoqda. Shuning uchun ham anizotropik strukturaga ega bo‘lgan zarrachalarning sintez usullari ishlab chiqilgan. Xia Y. (Xitoy) seeded-growth sintez usulidan foydalanib, platina zarrachalari ustida kumush nanozarrachalaridan iborat bo‘lgan anizotropik bimetalli nanotolalar olgan.

Kolloid va nanozarrachalarning olinishi, ularning shakllanish mexanizmi va fizik-kimyoviy xossalarini o‘rganish bo‘yicha bir qator o‘zbek olimlari ham ilmiy izlanishlar olib borishgan. Bu borada akademiklardan A.T.Djalilov, S.Sh.Rashidova, S.S.Negmatov, professorlardan A.Sarimsokov, N.K. Muhamadiyev, O.N.Ro‘zimuradov, X.I.Akbarov, N.Voxidovalarning tadqiqotlari diqqatga sazovordir.

Adabiyotlar sharhi shuni ko‘rsatadiki, kolloid va nanozarrachalarning olinishi, ularni anizotropik shakllanishining kinetik qonuniyatlarini jumladan,  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit kolloid va nanozarrachalarning hosil bo‘lish kinetikasini batafsil o‘rganish kolloid va nanozarrachalarni sintez qilish nuqtai nazaridan dolzarbdir.

**Dissertatsiya taqiqotining dissertatsiya bajarilgan oliy ta’lim muassasasining ilmiy tadqiqot ishlari rejalari bilan bog‘liqligi.** Dissertatsiya tadqiqoti Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universiteti ilmiy-tadqiqot ishlari rejasining “Noorganik moddalar – koordinatsion birikmalar sintezi, tuzilishi, reaksiyaga kirishish qobiliyati va ularning ekosistema diagnostikasi uchun ishlatilishini tatbiq qilish” mavzusidagi tadqiqot doirasida bajarilgan.

**Tadqiqotning maqsadi:** Zol-Gel texnologiyasidan foydalanib  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  va  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  kompozit kolloid zarrachalarining anizotropik shakllanish kinetikasini aniqlashdan iborat.

**Tadqiqotning vazifalari:**

Zol-Gel usulida olingan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari morfologiyasiga erituvchi, muhit, harorat kabi omillarning ta'sirini aniqlash;

Zol-Gel usulida titan tetrabutoksididan  $S\text{-TiO}_2$  (S-, Seed) zarrachalarini sintez qilish jarayonini tadqiq etish;

$S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  submikron zarrachalarini sintez qilish va ularning  $\text{TiO}_2$  zarrachalari bilan shakllanishini baholash;

P25 va  $\text{TiO}_2$  katalizatorlardan foydalanib, organik bo'yoq Rodamin B ning fotokatalitik deqratatsiyalanish jarayoni kinetikasini aniqlash.

**Tadqiqotning ob'yekti** sifatida monomer tarkibli titan va kremniy alkoksidi – TBT, TEOS,  $\text{TiO}_2$  submikron zarrachalari, asetonitril, etanol, ammiak, aseton, rodamin B, etilenglikollar olingan.

**Tadqiqotning predmetini** Zol-Gel texnologiyasidan foydalanib,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  va  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  kompozit kolloid zarrachalarni olish, ularning anizotropik shakllanish jarayonlari kinetikasini tadqiq etishdan iborat.

**Tadqiqotning usullari.** Tadqiqotlarda zamonaviy X-ray rentgen difraktometri, skanerlovchi elektron mikroskopiya, transmission elektron mikroskopiya, atom kuchlanish mikroskopiya va boshqa fizik-kimyoviy usullardan foydalanilgan.

**Tadqiqotning ilmiy yangiligi** quyidagilardan iborat:

Zol-Gel usulida olingan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari morfologiyasiga ta'sir etuvchi ba'zi omillar, jumladan harorat, erituvchi muhiti, prekursor konsentratsiyasining ta'siri aniqlangan;

Seeded-growth sintezida titan tetrabutoksid prekursorining konsentratsiyasi 0,3 mmol/l dan 1 mmol/l gacha ortganida  $S\text{-TiO}_2$  zarrachalari o'rtacha o'lchami 300 nm dan 600 nm gacha o'sgani isbotlangan;

P25 va  $\text{TiO}_2$  katalizatorlardan foydalanib, Rodamin B ning fotokatalitik deqratatsiyalanishi birinchi tartibli reaksiya kinetik tenglamasiga mos holda o'tishi isbotlangan;

tajribalarda olingan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari koagulyatsiyalanish jarayonining kinetikasi aniqlanib, bu jarayon tez koagulyatsiya nazariyasi asosida borishi va birinchi tartibli kinetik tenglamaga mos kelishi asoslangan.

**Tadqiqotning amaliy natijalari** quyidagilardan iborat:

Zol-Gel texnologiyasi asosida ikki o'lchamli morfologiyaga ega  $\text{TiO}_2$  submikron zarrachalarning olinish va ularning shakllanish mexanizmini o'rganish metodikasi ishlab chiqilgan;

Zol-Gel texnologiyasi asosida olingan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari oqova suvlarni tozalash va ularni organik ifloslantiruvchi moddalardan zararsizlantirish uchun fotokatalizator sifatida qo'llashga tavsiya etilgan.

**Tadqiqot natijalarining ishonchliligi.** Tadqiqot jarayonida zamonaviy aniqligi va sezgirligi yuqori bo'lgan X-ray rentgen difraktometri, skanerlovchi elektron mikroskopiya, transmission elektron mikroskopiya, atom kuchlanish mikroskopiya, mikrorentgen energodispersion spektroskopiya tahlil usullardan

foydalanib tadqiqot natijalari olinganligi bilan asoslangan. Reaksiya tartibini aniqlashning zamonaviy usullariga qo'llaniladigan tenglama va qonuniyatlarni qo'llash asosida olingan qiymatlar tahlil qilingan, matematik statistika usullari bilan qayta ishlangan va xulosalar chiqarilgan.

**Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.** Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati shundan iboratki, Zol-Gel texnologiyasi asosida  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kolloid zarrachalarning olinish sharoitiga harorat, erituvchi muhiti, prekursor konsentratsiyasi kabi omillarning ta'sirini aniqlash va koagulyatsiya jarayonining kinetik qonuniyatlarini o'rganish, hamda  $S-TiO_2-SiO_2$  submikron zarrachalarini sintez qilish va ularning  $TiO_2$  zarrachalari bilan shakllanishi bilan izohlanadi.

Zol-Gel texnologiyasi asosida olingan  $TiO_2$  va  $SiO_2$  zarrachalarni xalq xo'jaligining turli sohalarida, jumladan, oqova suvlarni tozalash, antibiotiklar va o'smaga qarshi preparatlar olish, antimikrob vosita sifatida qo'llash va tabiiy suvlarni organik ifloslantiruvchi moddalardan zararsizlantirish uchun fotokatalizator sifatida ishlatishga xizmat qiladi.

**Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi.** Zol-Gel jarayonida  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit kolloid zarrachalarining anizotropik shakllanish kinetikasi baholash bo'yicha olingan ilmiy natijalar asosida:

Zol-Gel texnologiyasi asosida  $TiO_2-SiO_2$  kompozit zarrachalarni olish usuli "Samarkand England Eco-Medical" korxonasi amaliyotga joriy etilgan ("Samarkand England Eco-Medical" korxonasi tomonidan 2023 yil 10-oktabrda berilgan 51-sonli ma'lumotnoma). Natijada tabiiy suvlarni tozalash va ularni organik ifloslantiruvchi moddalardan zararsizlantirish uchun  $TiO_2-SiO_2$  kompozit zarrachalarini fotokatalizator sifatida qo'llash imkonini bergan;

Zol-Gel texnologiyasi asosida  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit nanozarrachalarini olish usuli "BioXimMak" korxonasi amaliyotga joriy etilgan ("BioXimMak" korxonasi (Rossiya) 2023 yil 5 oktabrdagi 93/77-son ma'lumotnomasi). Natijada antibiotiklar va o'smaga qarshi preparatlar olish imkoni yaratilgan;

Zol-Gel texnologiyasi asosida  $TiO_2$  nanozarrachalarini olish usuli "Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd." korxonasi amaliyotga joriy etilgan (Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd, Xitoy korxonasi tomonidan 2023 yil 23-oktabrda berilgan ma'lumotnoma). Natijada  $TiO_2$  nanostrukturalarni antimikrob vosita sifatida qo'llash imkonini bergan.

**Tadqiqot natijalarining aprobatsiyasi.** Mazkur tadqiqot natijalari 9 ta, jumladan, 4 ta xalqaro va 5 ta respublika ilmiy-amaliy anjumanlarida muhokamadan o'tkazilgan.

**Tadqiqot natijalarining e'lon qilinganligi.** Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 13 ta ilmiy ish chop etilgan, shulardan O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya komissiyasining falsafa doktori (PhD) dissertatsiyalari asosiy ilmiy natijalarini chop etish tavsiya etilgan ilmiy nashrlarda 4 ta maqola, jumladan, 3 tasi respublika va 1 tasi xorijiy jurnallarda nashr etilgan.

**Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi.** Dissertatsiyaning tarkibi kirish, beshta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxatidan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 113 betni tashkil etgan.



## DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

**Kirish qismida** dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zaruriyati asoslangan, tadqiqot maqsadi va vazifalari hamda ob'ekt va predmetlari tavsiflangan. O'zbekiston Respublikasi fan va texnologiyalari taraqqiyotining ustuvor yo'nalishlariga mosligi ko'rsatilgan, tadqiqotning ilmiy yangiligi va amaliy natijalari bayon qilingan, olingan natijalarning ilmiy va amaliy ahamiyati ochib berilgan, tadqiqot natijalarini amaliyotga joriy qilinishi, nashr etilgan ishlar va dissertatsiya tuzilishi bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

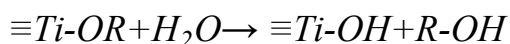
Dissertatsiyaning **“Nanozarrachalarning shakllanishi (seeded growth) (adabiyotlar sharhi)”** deb nomlangan birinchi bobida nanozarrachalarning izotropik va anizotropik shakllanishlari, jumladan  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  va  $TiO_2-SiO_2$  kompozit kolloid zarrachalarining sintezi va shakllanish jarayonlari fizik-kimyoviy jihatdan chuqur tahlil qilingan. Bu zarrachalarning olinish usullari keng tahlil qilinib, ularning afzalliklari va kamchiliklari qayd etilgan. Mahalliy va xorijiy adabiyotlar sharhi bilan bu ilmiy-izlanishlar natijalari keng ko'rsatilgan. Olingan natijalarning tahlili asosida dissertatsiya ishining dolzarbligi, maqsadi, vazifalari, va muhimligi aniqlangan.

Dissertatsiyaning **“Tadqiqot obyektlari, usullari va sintezi”** deb nomlangan ikkinchi bobida ilmiy izlanishlarni bajarish uchun kerakli materiallar va tahlil usullari ko'rsatilgan. Sintez qilingan nano va kolloid zarrachalarning kristall panjara parametrlari, hajmi, shakli, dispersligi va morfologiyasi kabi asosiy xarakteristikalarini aniqlash uchun qo'llanilgan X-ray rentgen difraktometri (XRD), Skanerlovchi elektron mikroskop (SEM), Transmission elektron mikroskop, Atom kuch mikroskop, Mikrorentgen EDS tahlil kabi usullarning mohiyati yoritilgan.  $TiO_2$  submikron plastinkalarning sintezi, sferik shakldagi  $TiO_2$  va  $SiO_2$  nanozarrachalar sintezi, shuningdek, Zol-Gel usulidan foydalanib  $S-TiO_2$  va  $S-SiO_2$  nanozarrachalarining  $TiO_2$  submikron plastinkalarida shakllanishi ko'rsatilgan.

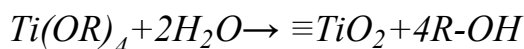
Dissertatsiyaning **“ $TiO_2$  zarrachalarining tekstur xarakteristikalarini va fizik kimyoviy xossalari”** deb nomlangan uchinchi bobida nanozarrachalarning shakllanishiga ta'sir etuvchi omillar o'rganilgan.

Zol-Gel jarayonida  $TiO_2$  nanozarrachalarining hosil bo'lish reaksiyasining mexanizmi quyidagicha boradi:

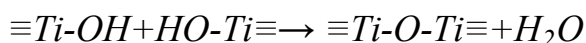
$Ti-(OR)_4$  tarkibli titan alkoksidi suv bilan juda oson reaksiyaga kirishib (OH)-guruhli modda hosil qiladi:

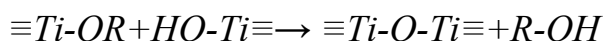


Mo'l suv miqdori hisobida titan dioksidi hosil bo'ladi:

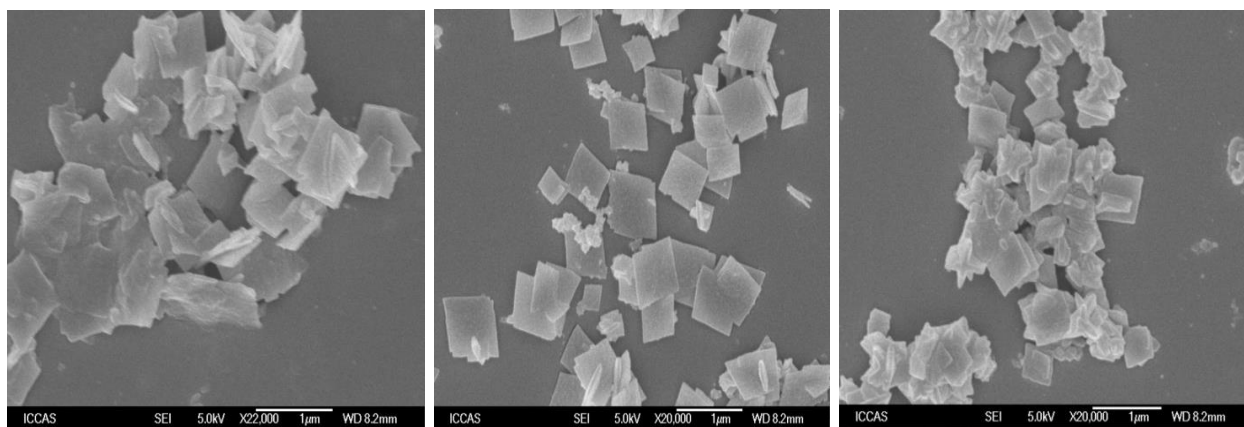


Agarda suv miqdori gidroliz va kondensatsiya jarayonlari uchun yetarli bo'lmasa, qisman gidrolizga uchragan mahsulotlarining molekulalararo kondensatsiyalanish sodir bo'ladi:





Yuqorida keltirilgan reaksiya mexanizmidan foydalanib, zarrachalarning shakllanishiga ta'sir etuvchi omillar o'rganildi. Buning uchun dastlab, gidroliz jarayonida suv miqdorining  $TiO_2$  zarrachalari sinteziga ta'siri o'rganildi. Tadqiqotlar davomida parallel ravishda 4 ta reaksiya o'tkazildi. Birinchi idishda sintez uchun olingan 20  $\mu$ l hajmdagi suv miqdori juda kam bo'lganligi sababli 12 soat dan keyin ham eritma rangida o'zgarish kuzatilmadi. Bunday natija gidroliz uchun olingan suv miqdori kamligini bildiradi va reaksiya to'liq bormaganligidan dalolat beradi. Ikkinchi idishdagi 30  $\mu$ l suv gidroliz jarayoni uchun oz bo'lganligi sababli 6 soat vaqtdan so'ng kolbadagi eritma rangi loyqalana boshlagani kuzatildi va reaksiya yana qo'shimcha 3 soat davom ettirildi. Uchinchi va to'rtinchi idishlarda olingan suv miqdorlari gidroliz uchun yetarli bo'lganligi sababli reaksiyalar 3-4 soat davom etdi.  $TiO_2$  zarrachalarining turli miqdordagi suv ishtirokida gidroliz jarayonlaridan olingan natijalar 1-rasmda keltirilgan. Gidroliz reaksiyasi uchun olingan suvning miqdori  $TiO_2$  zarrachalarining hajmi va morfologiyasiga turlicha ta'sir ko'rsatganligi sababli har xil morfologiyadagi zarrachalar hosil bo'lganligi aniqlandi (1-rasm).



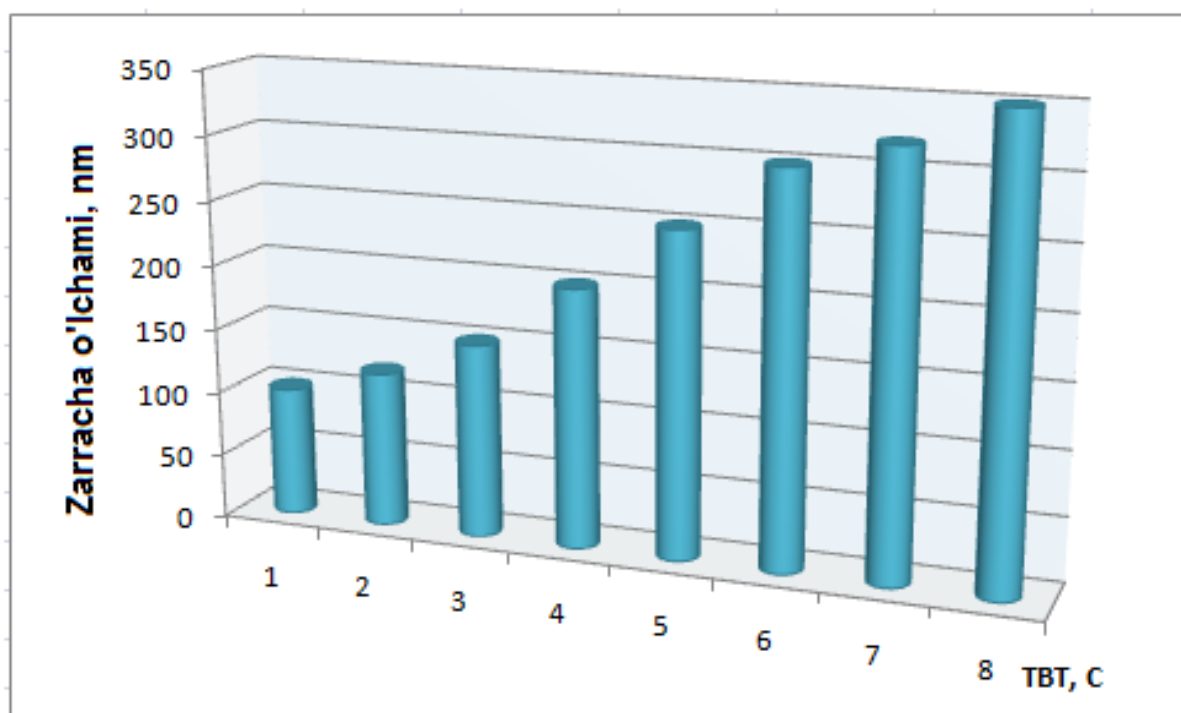
**1-rasm. Turli suv miqdorida olingan  $TiO_2$  submikron zarrachalarining SEM natijalari: a) 30  $\mu$ l; b) 40  $\mu$ l; c) 50  $\mu$ l**

Ilmiy izlanishlar davomida  $TiO_2$  submikron zarrachalari morfologiyasi va o'lchamiga prekursor konsentratsiyasining ta'siri o'rganildi. Sintez jarayonida reagent konsentratsiyasining o'zgartirilishi, submikron zarrachalar o'lchamlarining o'zgarishiga olib kelinishi aniqlandi. Natijalar shuni ko'rsatadiki, 0,1 ml hajmda olingan TBT dan agregatsiyalangan, regular bo'lmagan shalkga ega  $TiO_2$  nanozarrachalari hosil bo'ldi. Jarayon davomida TBT ning konsentratsiyasi ortishi bilan hosil bo'lgan  $TiO_2$  zarrachalarining hajmi va shakli o'zgaradi. Sintez uchun olingan TBT ning 0,4 ml hajmidan boshlab,  $TiO_2$  zarrachalarining morfologiyasi rombik shaklga ega bo'lishi kuzatildi. 0,5 ml va 0,6 ml hajmda olingan TBT dan hosil bo'lgan zarrachalar alohida ajralgan bir xil rombik morfologiyaga ega bo'lgan  $TiO_2$  submikron zarrachalari ekanligi aniqlandi. Tajribalardan olingan natijalar jadval-1 da keltirilgan.

**Submikron zarrachalar o'lchamiga va morfologiyasiga reagent konsentratsiyasining ta'siri**

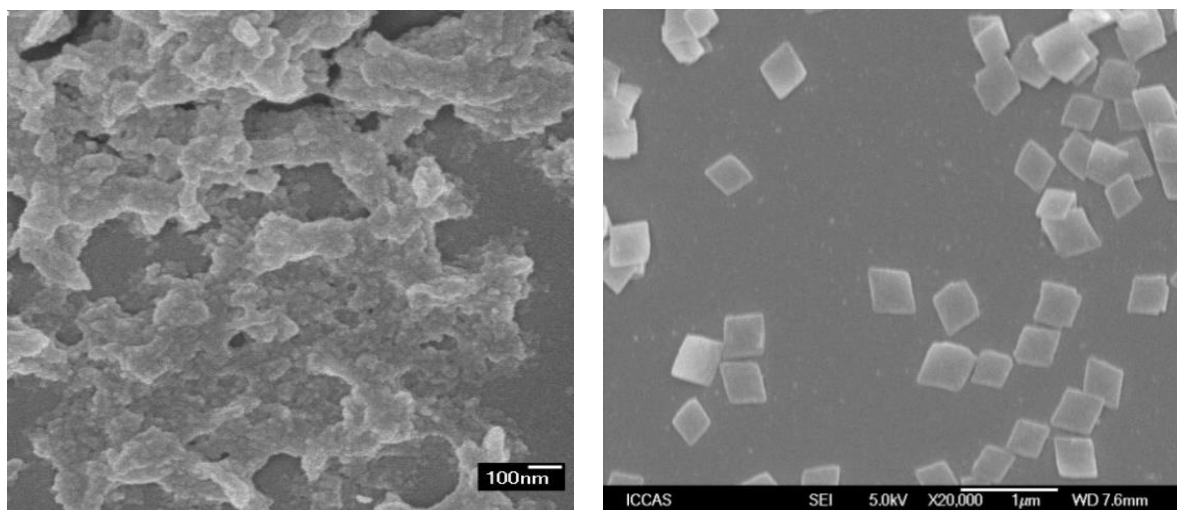
T/r	1	2	3	4	5	6
V, ml (TBT)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
$l_{TiO_2}$ , nm	80-90	100-110	120-140	180-190	230-250	290-300
TiO <sub>2</sub> shakli	turlicha	turlicha	turlicha	rombik	rombik	rombik

Bir xil hajmdagi TiO<sub>2</sub> submikron zarrachalarning sintezi jarayonida TBT konsentratsiyasining o'zgartirilishi zarrachalarning shakli va o'rtacha o'lchamining oshishiga olib keldi (2-rasm).



**2-rasm. TiO<sub>2</sub> zarachalari o'lchamlarining TBT konsentratsiyasiga bog'liqligi**

Shuningdek, tajribalarda TiO<sub>2</sub> submikron zarrachalari morfologiyasiga haroratning ta'siri o'rganildi. Olingan natijalar 35°C haroratda bir turdagi TiO<sub>2</sub> zarrachalari hosil bo'lgani ko'rsatdi, ya'ni bu haroratda sintez qilingan zarrachalar bir xil o'lchamga va shaklda ega bo'lgan TiO<sub>2</sub> submikron plastinalarini hosil qildi. Hosil bo'lgan zarrachalarning o'rtacha o'lchami 300-350 nm ni tashkil qildi (3,b-rasm). 8°C haroratda hosil bo'lgan zarrachalar esa o'zaro agregatsiyalangan zarrachalar ko'rinishida bo'lib, ularning tuzilishi aniq shaklga ega emas (3,a-rasm). Sintez 50°C haroratda olib borilganida esa, jarayon davomida kolbada loyqalanish kuzatilmadi va zarrachalar hosil bo'lganligi tasdiqlanmadi. Shunday qilib, TiO<sub>2</sub> submikron zarrachalarining shakllanishiga 35°C harorat maqbul sharoit ekanligi aniqlandi.



**3-rasm. Turli haroratlarda a) 8°C va b) 35°C olingan TiO<sub>2</sub> zarachalarining SEM natijalari**

Tajribalarda TiO<sub>2</sub> submikron zarrachalari morfologiyasiga erituvchi muhitining ta'siri o'rganildi. Zol-Gel sintezida TBT ning gidroliz jarayoni to'liq etanolda olib borilganda, tajriba qo'yilgan vaqtdan boshlab 50 daqiqa o'tgandan so'ng kolbadagi aralashma shaffof holatdan loyqalana boshladi va reaksiya odatdagidek 3 soat davom ettirildi. Natijada 2D morfologiyali bir turda bo'lmagan anizotropik strukturali plastinalar, undan tashqari o'zaro birikkan va kichik o'lchamdagi nanozarrachalar hosil bo'ldi. TBTning gidroliz jarayoni to'liq atsetonitril muhitida olib borilganda esa shaffof eritmaga suv qo'shilgandan bir oz vaqt o'tgandan keyin juda tez loyqa holatiga o'tdi. Bu jarayonda bir xil hajm va o'lchamga ega bo'lmagan TiO<sub>2</sub> sferik zarrachalari hosil bo'lganligi kuzatildi. Turli erituvchi muhitida olingan TiO<sub>2</sub> zarrachalarning natijalari 2-jadvalda keltirilgan.

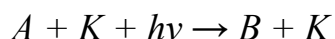
**2- jadval**

**Turli erituvchi muhitida olingan TiO<sub>2</sub> zarrachalarning SEM tahlil natijalari**

T/r	Prekursor	Muhit	Nisbat	Shakli
1	TBT	Etanol	-	turlicha
2	TBT	Asetonitril	-	sferik /turlicha
3	TBT	Etanol/asetonitril	1:1	turlicha agregatsiyalangan
4	TBT	Etanol/asetonitril	2:1	turlicha, rombik
5	TBT	Etanol/asetonitril	3:1	bir turdagi rombik
6	TBT	Etanol/asetonitril	1:2	o'zaro birikkan

2-jadvaldan ko'rinadiki, TiO<sub>2</sub> submikron plastinalarini sintez jarayonida etanol va asetonitrillarning 3:1 hajmiy nisbatdagi erituvchi muhitida rombik morfologiyaga ega TiO<sub>2</sub> submikron plastinalari hosil bo'lgan. Bunday natija sintez jarayonining eng maqbul sharoiti ekanligini bildiradi.

Keyingi ilmiy izlanishlarda sintez qilingan TiO<sub>2</sub> zarrachalarining fotokatalitik xossalari o'rganildi. Ma'lumki, geterogen fotokatalitik reaksiyalarga fotokatalizator yuzasida yorug'lik kvantlari ta'siri natijasida boshlang'ich reagentlarining mahsulotga aylanish reaksiyalari kiradi va quyidagicha ifodalanadi:



bu yerda: K – fotokatalizator, A – reagent, B – mahsulot.

Fotokatalitik reaksiyalar uchun zaruriy shart katalizatorning kimyoviy doimiyligidir. Fotokatalizator yorug'lik kvantlarini yutganda, reagentlarning kimyoviy o'zgarishlarini keltirib chiqarishga qodir bo'lgan, ular bilan qayta-qayta kimyoviy o'zaro ta'sirga kirishadigan va har bir reaksiya davridan keyin kimyoviy tarkibini qayta tiklaydigan moddalardir. So'nggi yillarda fotokatalizator sifatida ultrabinafsha nurlari yoki ko'rinadigan yorug'lik ta'sirida geterogen katalizda TiO<sub>2</sub> yordamida suvni bir qator organik moddalardan zararsizlantirish uchun keng qo'llanilmoqda. Geterogen fotokatalitik reaksiyalar Langmuir-Hinshelwud mexanizmi orqali borishini ko'rsatadi. Tajribalarning aksariyat hollarida fotokatalitik reaksiyalar tezligi substratining eritmadagi konsentratsiyaga bog'liq bo'lishi va bu Langmuir-Hinshelwud mexanizmiga mos kelishini bildiradi. Bu mexanizmning kinetik ko'rinishi quyidagicha:

$$W = k_{\text{kat}}KC/[1+KC]$$

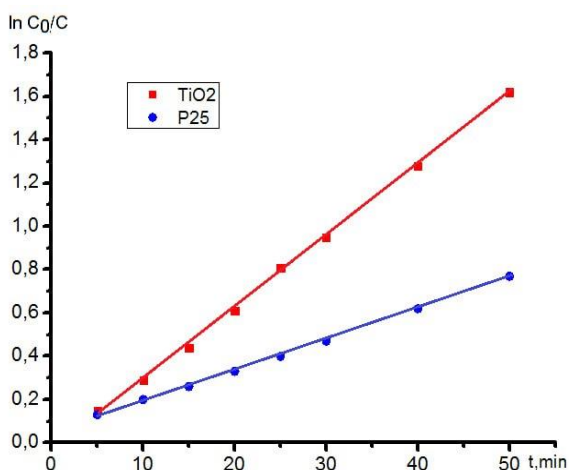
Langmuir-Hinshelwud mexanizmi bilan boradigan ko'pchilik fotokatalitik reaksiyalar 0, 1 va 2 tartibli kinetik tenglamalar orqali sodir bo'ladi, chunki reaksiya tezligi faqat reagent konsentratsiyasiga bog'liq deb qabul qilinadi. Shulardan kelib chiqqan holda, tadqiqotlar davomida TiO<sub>2</sub> nanozarrachalarining fotokatalitik xossalari o'rganildi. Sintez qilingan zarrachalarning fotokatalitik xossalarini aniqlash hamda boshqa zarrachalarning xossalari bilan taqqoslash maqsadida Rodamin B organik bo'yog'i yordamida tajriba olib borildi. Buning uchun bir xil miqdorda olingan P25 va rombik strukturali TiO<sub>2</sub> zarrachalar Rodamin B eritmalariga solinib, bir xil sharoitda fotokatiz jarayoni olib borildi. Jarayon davomida Rodamin B konsentratsiyasining vaqt bo'yicha o'zgarishi kuzatildi (4-rasm). Hisoblash natijalari Rodamin B ning fotokatalitik parchalanish jarayoni birinchi tartibli kinetik tenglamaga to'g'ri kelishi aniqlandi. Reaksiyaning tezlik konstantasi quyidagi tenglamadan foydalanib hisoblandi:

$$k = \frac{1}{t} \ln \frac{C_0}{C}$$

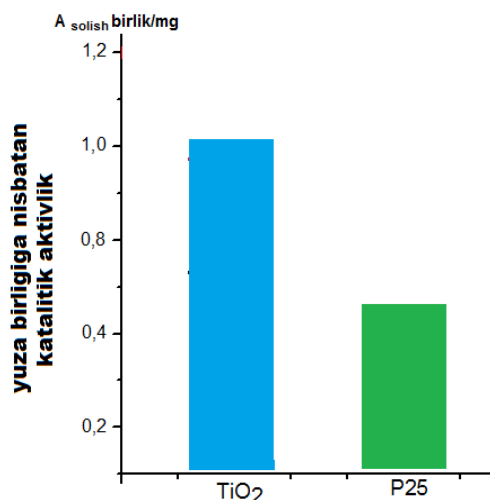
bu yerda: k - tezlik konstantasi, t - vaqt, C<sub>0</sub> - boshlang'ich konsentratsiya, C - joriy konsentratsiya.

Tezlik konstantalari mos ravishda P25 va TiO<sub>2</sub> katalizatorlari qo'llanilgan reaksiyalarda  $k = 1,76 \cdot 10^{-2} \text{ min}^{-1}$  va  $k = 3,16 \cdot 10^{-2} \text{ min}^{-1}$  qiymatlarga teng bo'ldi.

Undan tashqari, sintez qilingan TiO<sub>2</sub> zarrachalari P25ga qaraganda ikki marotaba yuqori fotokatalitik xossani namoyon qilishi qayd etildi (5-rasm).

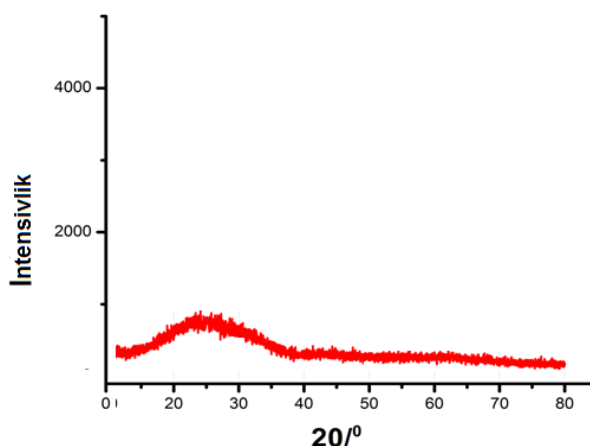


**4-rasm. Rodamin B konsentratsiyasi nisbati logarifmining vaqtga bog‘liqligi.**

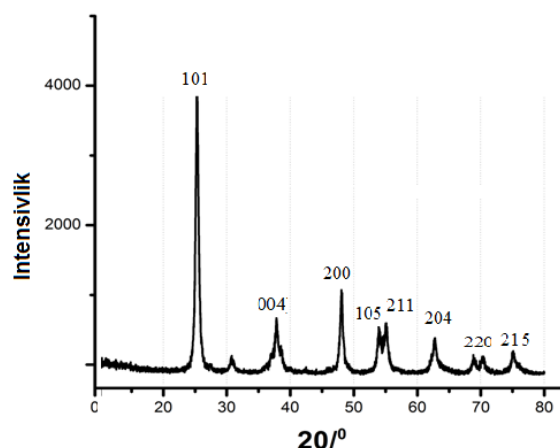


**5-rasm. TiO<sub>2</sub> va P25 zarrachalarining fotokatalitik aktivligi.**

X-ray difraktometri yordamida TiO<sub>2</sub> submikron plastinalarining kristallik darajasini aniqlandi (rasm-6). Xona haroratida submikron plastinalar amorf holatga ega ekanligini tegishli 20-23° da kuchsiz signal spektri ko‘rsatadi (6-rasm). TiO<sub>2</sub> submikron plastinalar 500°C haroratgacha termik ishlov berilganda amorf holatidan kristall (7-rasm) holatiga o‘tdi. 7-rasmdan ko‘rinadiki, 2θ° dan 80° bo‘lgan sohalarda (101), (004), (200), (105), (211) (204) (220) va (215) TiO<sub>2</sub> nanozarrachalarining anataz kristall holatiga tegishli bo‘lgan kuchli signalli spektrlar hosil bo‘lgan va bunday cho‘qqilar submikron plastinalarning kristall holatidan dalolat beradi.



**6-rasm. Sintez qilingan submikron TiO<sub>2</sub> plastinalarning rentgen difraktogramma tahlili.**

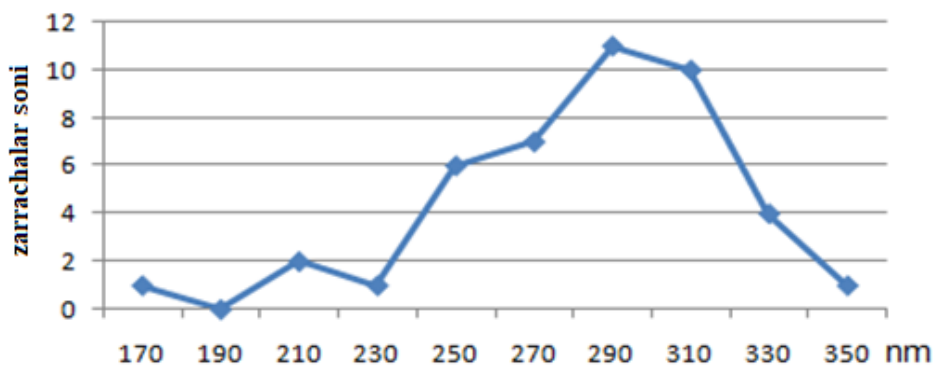


**7-rasm. TiO<sub>2</sub> submikron plastinalarning rentgen difraktogramma tahlili.**

**Dissertatsiyaning “Nanozarrachalarining shakllanish (seeded-growth) kinetikasi”** deb nomlangan to‘rtinchi bobida TBTdan Zol-Gel usulida *S-TiO<sub>2</sub>* zarrachalari sintezi, *S-TiO<sub>2</sub>* zarrachalarining TiO<sub>2</sub> nanozarrachalari bilan shakllanishi, *S-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>* submikron zarrachalari sintez jarayonlari yoritilgan.

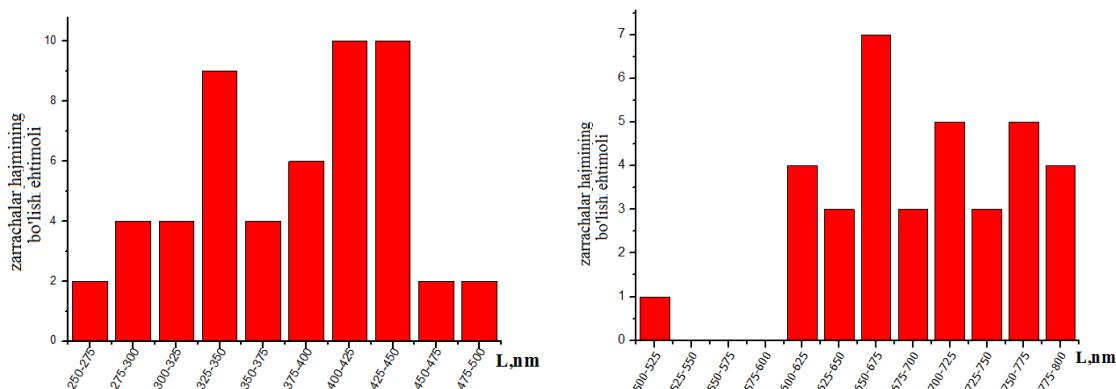
TiO<sub>2</sub> zarrachalaridan foydalanib, Zol-Gel usuli yordamida *S-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>* zarrachalar sintez qilindi. Jarayoni TiO<sub>2</sub> submikron plastinalari sintezi uchun

tanlangan etanol va asetonitril 3:1 nisbatidagi aralashmasida, 35°C haroratda suv hammomida olib borildi. Sintez uchun prekursor sifatida TBT va TEOS olindi. Zarrachalarning tekstur xarakteristikalarini SEM yordamida tahlil qilindi. SEM tasviridan sintez qilingan zarrachalar bir xil rombik shaklga, ya'ni ikkita o'tkir (80°–90°) burchak va ikkita o'tmas (90°–100°) burchakga ega ekanligini aniqlandi. Olingan  $S\text{-TiO}_2$  zarrachalarining o'rtacha uzunligi 290 nm (230 nm dan 330 nm gacha) va qalinligi 30 nm ekanligi qayd etildi. 8-rasmda zarrachalarning nanometr o'lchamlarda bo'lishlik ehtimoliyati keltirilgan. Bu yerda absissa o'qiga zarrachalar uzunligi, ordinata o'qiga zarrachalar soni ko'rsatilgan.



**8-rasm.  $\text{TiO}_2$  seed zarrachalarning nanometr o'lchamlarda bo'lishlik ehtimoli**

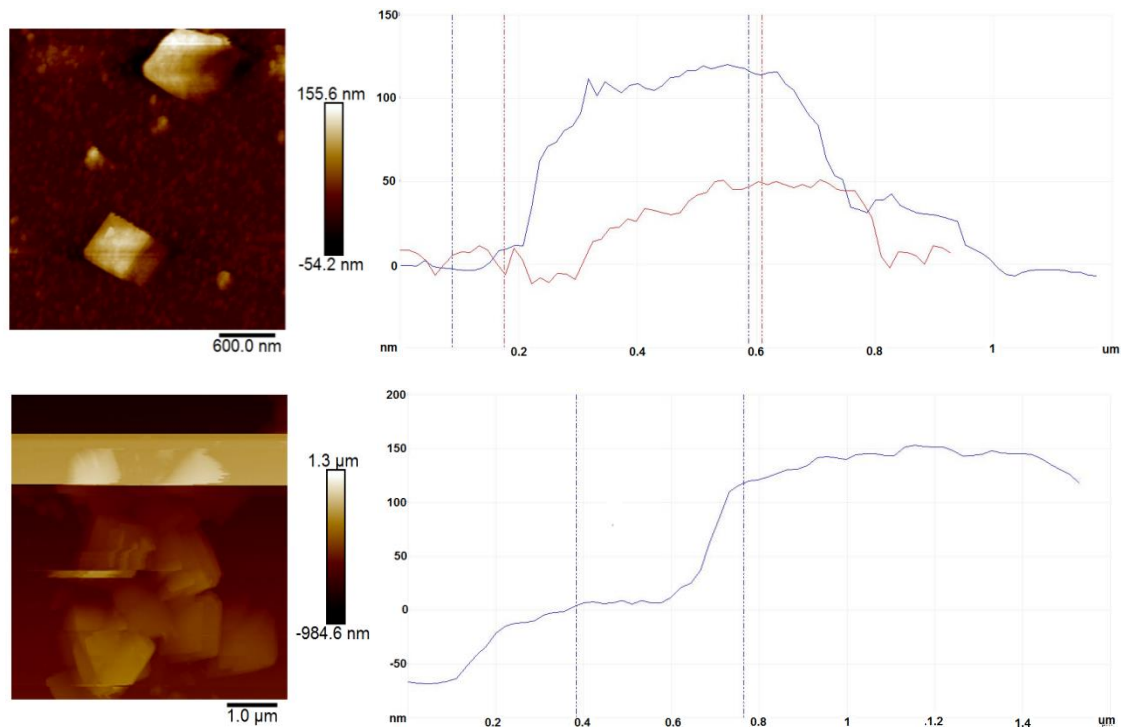
Zol-Gel usulidan foydalanib,  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  tarkibli kompozit zarrachalar sintez qilindi. Sintez jarayoni etanol va asetonitril 3:1 nisbatidagi aralashma muhitida 35°C haroratda olib borildi. Prekursor sifatida TBT va TEOS lar olindi. SEM elektron mikroskop natijalari  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalari bir turdagi rombik morfologiyaga ega ekanligini ko'rsatdi. Bu zarrachalar o'lchamlari gidroliz jarajonida ikki xil prekursorlar ishlatilganligi sababli  $\text{TiO}_2$  zarrachalari o'lchamlariga qaraganda biroz kattaroq. SEM tahlilidan Seed zarrachalarning o'rtacha o'lchami 400-450 nm atrofida ekanligi aniqlandi. Seeded-growth sintezidan keyin ularning hajmi 1,5 dan 1,8 martagacha yiriklashdi. Seeded-growth sintezi uchun olingan  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  va sintez jarayonidan so'ng hosil bo'lgan zarrachalar o'lchamlarining bo'lish ehtimoli 9-rasmda keltirilgan.



**9-rasm.  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  va o'sgan zarrachalar hajmining ehtimoliy bo'lishlik darajalari**



$S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalari nafaqat bo‘yi va eni (x, y o‘qi) bo‘ylab, balki uning qalinligi (z-o‘qi bo‘yicha) bo‘yicha ham o‘sganligi AKM mikroskopi yordamida aniqlandi. 10-rasmda AKM mikroskopi yordamida  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  va seeded-growth natijasidan olingan zarrachalar natijalari keltirilgan. AKM yordamida olingan natijalar  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalarining qalinligi o‘rtacha 50 nm ni tashkil etishi, shu zarrachalar seeded-growth sintezida  $\text{TiO}_2$  zarrachalar bilan shakllanishidan keyingi esa qalinligi 70-100 nm ga yetgani aniqlandi. Bunday natija o‘z navbatida TBT gidrolizi natijasida hosil bo‘layotgan  $\text{TiO}_2$   $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalarining barcha tomonlari bo‘ylab o‘sganidan dalolat beradi.



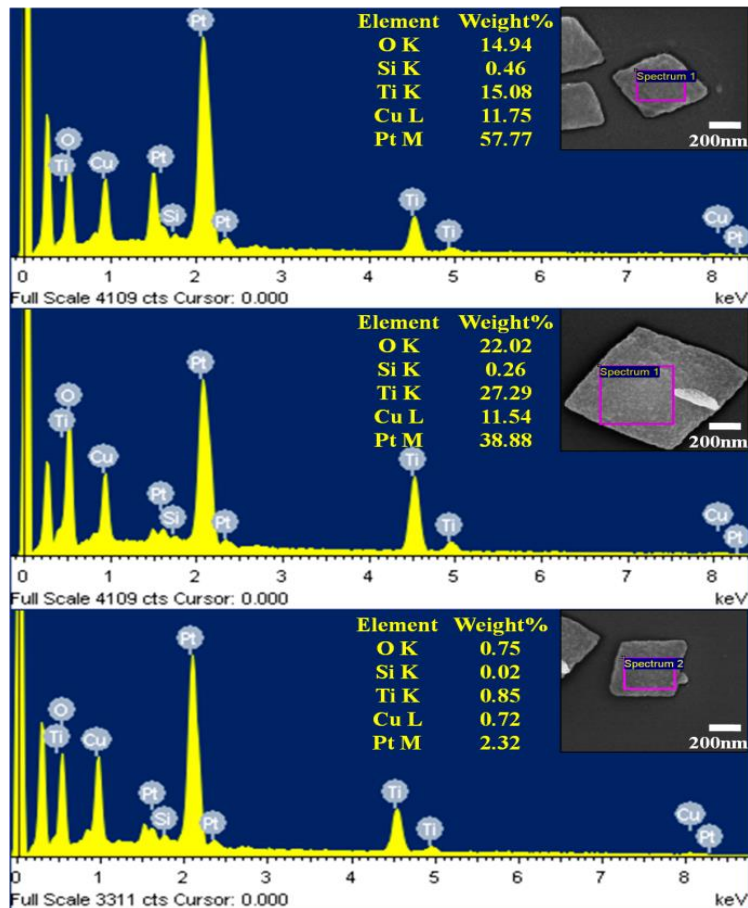
**10-rasm.  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  va o‘sgan zarrachalarning AKM mikroskopik tahlil natijalari**

Seeded growth natijasida hosil bo‘lgan ikki o‘lchamdagi zarrachalarning element tarkibi mikrorentgen usuli (EDS) da o‘rganildi. EDS  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  va shakllangan zarrachalarning tarkibiy qismi dastlabki prekursor tarkibidagi elementlar mavjudligini tasdiqladi.

EDS tahlilini olib borish maqsadida nanozarrachalar mis elementidan tayyorlangan taglik ustiga mikropipetka yordamida tomizildi. Namuna tayyor bo‘lgach, ushbu namunadan SEM va EDS usullari yordamida aniq natijalar olish maqsadida sirt yuzasi yupqa qatlamli Pt bilan qoplandi.  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalarning belgilangan maydonlaridan olingan EDS tahlil natijalari ushbu zarracha tarkibi Si, Ti va O elementlaridan iboratligini ko‘rsatdi. Seeded-growth uchun olingan  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  zarrachalar element tarkibi massa jihatdan  $0,46\pm 0,03\%$  Si,  $15,08\pm 0,06\%$  Ti,  $14,8\pm 0,05\%$  O elementlardan iborat ekanligi aniqlandi (11,a-rasm). Seeded-growth sintezidan keyin hosil bo‘lgan katta o‘lchamdagi submikron zarrachaning belgilangan maydonidan olingan natija ham Si, Ti va O elementlaridan iboratligi ko‘rsatdi. Sintez qilingan zarrachalar element tarkibi massa jihatdan  $0,26\pm 0,03\%$  Si,  $27,08\pm 0,06\%$  Ti,  $22,02\pm 0,05\%$  O elementlardan iborat ekanligi aniqlandi (11,b-



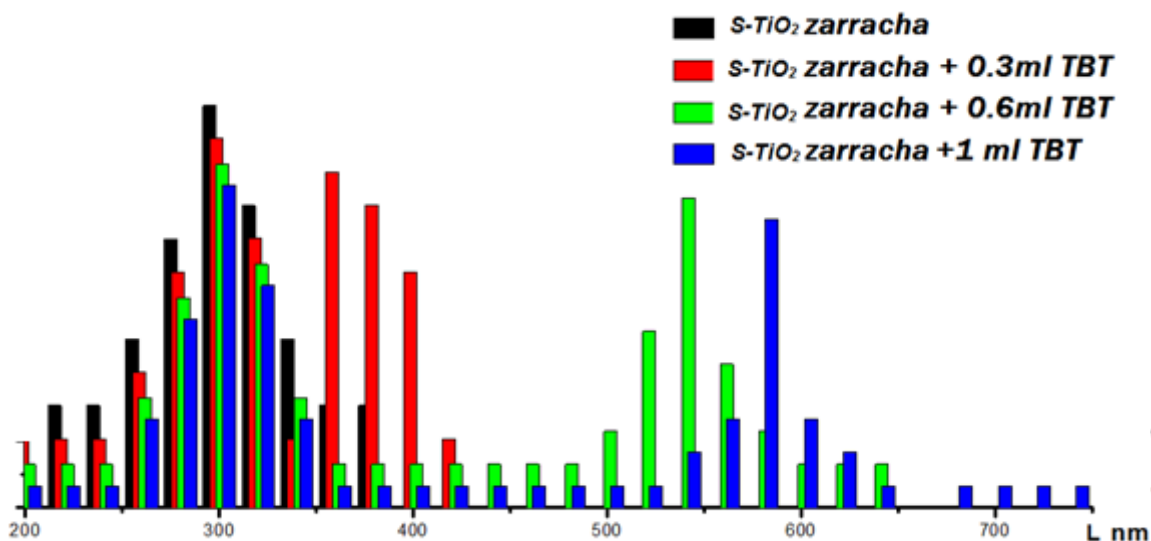
rasm). Seeded-growth sintezidan keyin hosil boʻlgan kichik oʻlchamdagi submikron zarrachaning belgilangan maydonidan olingan natija esa Ti va O elementlaridan iboratligini koʻrsatdi. Sintez qilingan zarrachalar element tarkibi esa massa jihatdan,  $0,85 \pm 0,04\%$  Ti,  $0,7 \pm 0,03\%$  O elementlardan iborat ekanligi aniqlandi. Bundan tashqari EDS tahlil vaqtida Si elementining borligi tahlilda maxsus belgilangan holatda  $0,02 \pm 0,02\%$  Si natijasini berdi (11,c-rasm).



**11-rasm. Sintez uchun olingan  $S-TiO_2-SiO_2$  (a) va sintez natijasida hosil boʻlgan kichik oʻlchamli (b); katta oʻlchamli (c) zarrachalar EDS tahlili**

Olingan EDS tahlil natijalaridan umumiy xulosa qiladigan boʻlsak, Seeded-growth sintezi uchun olingan  $S-TiO_2-SiO_2$  zarrachalarning va Zol-Gel sintezidan keyin hosil boʻlgan zarrachalarning kimyoviy tarkibi sintez uchun olingan prekursorlarning tarkibiga mos kelishini koʻrsatadi. Bundan tashqari jarayonda keyin kichik hajmdagi rombik shaklga ega boʻlgan submikron zarrachalar, seeded-growthda olingan  $S-TiO_2-SiO_2$  zarrachalar emas, balki TBT gidrolizi natijada yadrolanib, oʻsib shakllanishi natijasida hosil boʻlgan  $TiO_2$  zarrachalar ekanligi isbotlandi.

Seeded-growth sintezidan shakllangan va sintez uchun olingan  $S-TiO_2$  submikron zarrachalarning TBT prekursor konsentratsiyasining sintezdan keyin hosil boʻlgan zarrachalar hajmi oʻzgarishining diagrammasi 12-rasmda keltirilgan. Tadqiqot natijalari shuni koʻrsatadiki,  $S-TiO_2$  zarrachalarning shakllanishi uchun olingan prekursor konsentratsiyasining ortishi bilan seeded-growth jarayonidan hosil boʻlgan zarrachalar oʻlchamlari ham ortadi.



**12-rasm. Seeded-growth sintezi jarayonidan shakllangan va o‘sgan TiO<sub>2</sub> submikron zarrachalar hajmi o‘zgarishi diagrammasi**

Shuningdek, tajribalarda olingan TiO<sub>2</sub> zarrachalarning koagulyatsiya tezligi aniqlandi. Ma’lumki, kolloid zarrachalarning koagulyatsiya jarayoni, xuddi kimyoviy reaksiyalar kabi, muayyan vaqt davomida sodir bo‘lganligi uchun u kinetik xususiyatga egadir. Koagulyatsiya tezligi zarrachalarining boshlang‘ich konsentratsiyasiga, broun harakatiga, diffuziya koeffitsiyentiga bog‘liq bo‘ladi.

Ma’lumki, zolning gelga aylanishi dispers sistemalar koagulyatsiyalanish jarayonining xususiy ko‘rinishi hisoblanadi. Bu jarayonining kinetikasi tez koagulyatsiya nazariyasi yordamida aniqlanadi. Jarayon davomida olingan TiO<sub>2</sub> zolini monodispers deb qabul qildik. Shuningdek, TiO<sub>2</sub> zarrachasining o‘lchami barcha zarrachalar o‘lchamlarining o‘rtacha qiymatiga teng deb qabul qilindi. TiO<sub>2</sub> zolining qovushqoqlik koeffitsienti viskiziometr orqali aniqlandi. Tajribalar xona haroratida olib borildi. Zarrachalar radiusi Rele tenglamasidan foydalanib topildi. TiO<sub>2</sub> zarrachalarining koagulyatsiyalanish tezlik konstantasi quyidagi ifoda orqali hisoblandi:

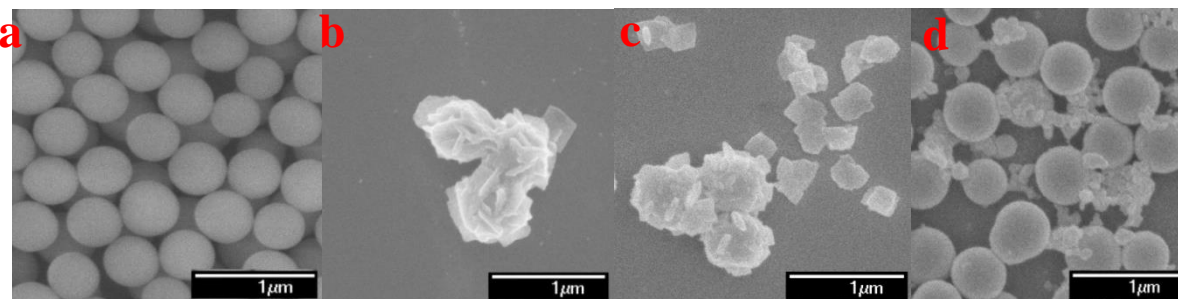
$$k_q = \frac{2(2r)^2 kT}{3\mu r^2} = \frac{8kT}{3\mu}$$

bu yerda:  $\mu$  – koagulyatsiyalangan zarrachalar qovushqoqligi,  $k$ – Bolsman doimiysi,  $T$ –harorat,  $k_q$  – koagulyatsiya tezlik konstantasi.

Hisoblash natijasi jarayon tez koagulyatsiyalanish orqali sodir bo‘lib, tezlik konstantasi qiymati  $k = 6,92 \cdot 10^{-7} \text{ soat}^{-1}$  ga teng ekanligini va birinchi tartibli kinetik tenglamaga mos kelishini ko‘rsatdi.

**Dissertatsiyaning “Turli xil morfologiyali seed zarrachalarining shakllanishi”** deb nomlangan beshinchi bobida sferik morfologiyaga ega *S-SiO<sub>2</sub>* zarrachalarini seeded-growth usulidan foydalanib TiO<sub>2</sub> nanozarrachalari bilan birgalikda etanol, asetonitril hamda etanol va asetonitrilning 3:1 nisbatidagi aralashma muhitida shakllantirilishi keltirilgan. TiO<sub>2</sub> nanozarrachalari manbai sifatida TBT prekursoridan foydalanildi. *S-SiO<sub>2</sub>* zarrachalari 3:1 hajmiy nisbatda bo‘lgan etanol va asetonitril aralashmasida TiO<sub>2</sub> nanozarrachalari bilan

shakllantirildi. Natijada  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  kompozit kolloid zarrachalari hosil bo'ldi va olingan zarrachalar elektron mikroskoplar yordamida tahlil qilindi (13-rasm). TBT gidrolizi natijasida hosil bo'lgan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari,  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalari sirt yuzasida turli yo'nalish bo'ylab ikki o'lchamli zarrachalari sifatida shakllandi (13,b–rasm). Tajriba to'liq etanol muhitida olib borilganda esa,  $\text{TiO}_2$  nanozarrachalari  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalari sirt yuzasida noaniq yo'nalishda shakllanishi kuzatildi (13,c–rasm). Sintez jarayoni asetonitril muhitida olib borilganda esa,  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalarining hajmi o'zgarmay qolganligi va  $\text{TiO}_2$  sferik zarrachalari hosil bo'lganligi kuzatildi (13,d–rasm).

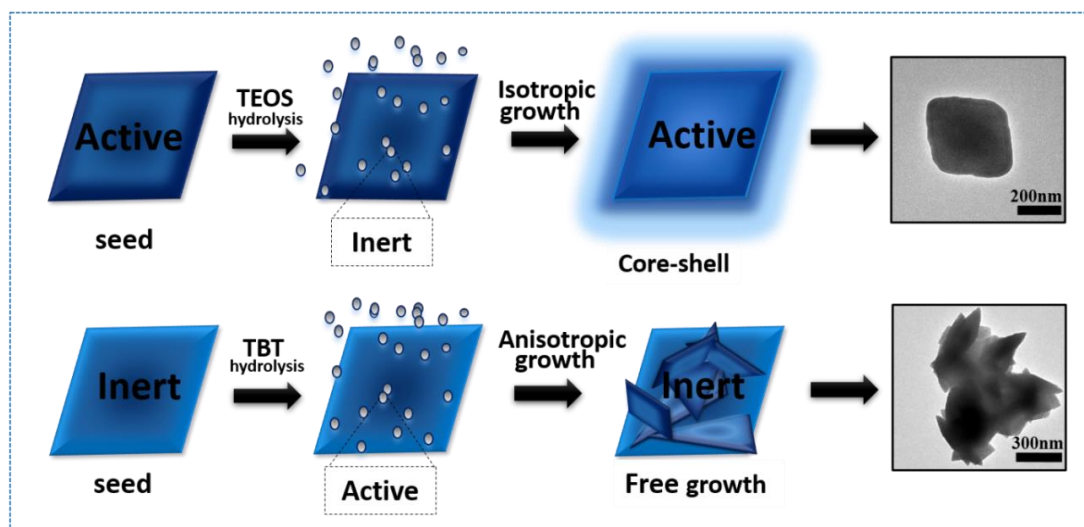


**13-rasm.  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalarining turli eritma muhida  $\text{TiO}_2$  nanozarrachalari bilan shakllanishi SEM tahlili: (a)  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalari; (b) Etanol-asetonitril aralashma muhitida; (c) etanol muhitida; (d) asetonitril muhitida**

Seed zarrachasi sifatida olingan  $\text{TiO}_2@SiO_2$  submikron zarrachalarini seeded-growth usulida shakllanishini o'rganish maqsadida TBT va TEOS prekursorlari tanlandi.  $\text{TiO}_2@SiO_2$  kolloid zarrachalarini  $\text{TiO}_2$  zarrachalari bilan shakllanishi uchun bu kolloid zarrachalarni etanol va asetonitrilning 3:1 nisbatidagi aralashmaga solib, TBT gidrolizi olib borildi. Jarayon 3 soat davom ettirildi.  $\text{TiO}_2$  nanozarrachalari  $\text{TiO}_2@SiO_2$  kolloid zarrachalari yuzasida o'tkir qirrali ikki o'lchamga ega bo'lgan submikron zarracha sifatida shakllangani kuzatildi. TEOS gidrolizi natijasida hosil bo'lgan  $\text{SiO}_2$  zarrachalari esa  $S\text{-TiO}_2@SiO_2$  kolloid zarrachalarining butun yuzasi bo'ylab shakllangani kuzatildi.

Olingan struktur xarakteristikalar asosida biz zarrachalarning seeded-growth usulida shakllanish mexanizmini quyidagicha taklif qilamiz (14-rasm). Bu mexanizmning borishi quyidagicha: Zol-Gel jarayonida alkoksidning gidrolizi natijasida hosil bo'ladigan nanozarrachalar aktivligi va zarrachalarning shakllanishi uchun tanlangan Seed zarrachalar aktivligi zarrachalarning shakllanishining asosiy omillaridan biri hisoblanadi. Kompozit zarrachalarning morfologiyasi Seed zarracha va yangi sintez fazaning mosligi bilan emas, balki ikkilamchi faza nukleatsiyasi va o'sishi kinetikasi bilan belgilanadi. Seeded-growth sintezida TBT prekursori yuqori reaktivligi sababli aktiv  $\text{TiO}_2$  nanozarrachalari juda tez hosil bo'ladi. Shuning uchun hosil bo'lgan  $\text{TiO}_2$  zarrachalar bir vaqtning o'zida ham Seed zarrachalari sirt yuzasida ham nukleatsiya natijasida hosil bo'lgan zarrachalar bilan shakllanadi. Bu esa bir-biridan farq qiluvchi ikki xil hajmdagi zarrachalarning hosil bo'lishiga olib keladi. Seed zarracha sifatida  $S\text{-SiO}_2$  submikron zarracha olinganda  $\text{TiO}_2$  ning yuqori aktivligi hisobida dastlab hosil bo'lgan zarracha  $S\text{-SiO}_2$  zarrachaning ma'lum bir maydonida joylashadi va shu joydan yangi faza shakllanadi, zarrachalarning

anizotropik oʻsishi kuzatiladi.  $S\text{-SiO}_2$  zarrachalari aktivligi yuqori boʻlmaganligi sababli gidroliz natijasida hosil boʻladigan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari dastlab joylashgan  $\text{TiO}_2$  zarrachalari bilan shakllanadi. Sirt aktivligi yuqori boʻlmagan  $S\text{-SiO}_2$  submikron zarracha TEOS gidrolizi natijasida hosil boʻladigan aktivligi yuqori boʻlmagan zarracha toʻliq sirt yuzada izotropik shakllanishiga olib keladi deb xulosa qilinadi.



**14-rasm. Kolloid zarrachalar shakllanishining seeded-growth mexanizmi sxematik tasviri**

Zol-Gel jarayonida  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  va  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  kompozit kolloid zarrachalarining anizotropik shakllanish kinetikasi mavzusidagi tadqiqotlar natijasida quyidagi xulosalar qilindi:

### XULOSALAR

1. Zol-Gel texnologiyasi asosida ikki oʻlchamli morfologiyaga ega  $\text{TiO}_2$  submikron zarrachalari sintez qilindi va zarrachalarning shakllanish mexanizmi, ularga taʼsir etuvchi omillar aniqlandi.

2.  $\text{TiO}_2$  submikron zarrachalarining sintez jarayonida hajmi va morfologiyasining haroratga bogʻliqligi oʻrganildi.  $35^\circ\text{C}$  harorat maqbul boʻlishi aniqlandi. Zarrachalarning oʻrtacha oʻlchami 300-350 nm uzunlikka va ularning qalinligi 30 nm ga teng ekanligi qayd etildi.

3. Seeded-growth sintezida TBT prekursorining konsentratsiyasi 0,3 mmol/l dan to 1 mmol/l gacha ortganida  $S\text{-TiO}_2$  zarrachalari oʻrtacha oʻlchami 300 nm dan 600 nm gacha oʻsgani aniqlandi.

4. Rodamin B ning P25 va  $\text{TiO}_2$  nanokatalizatorlar bilan fotokatalitik deqratatsiyalanish reaksiyasi birinchi tartibli kinetik tenglamaga boʻysunishi qayd etildi. Reaksiya uchun mos ravishda  $k = 1,76 \cdot 10^{-2} \text{ min}^{-1}$  va  $k = 3,16 \cdot 10^{-2} \text{ min}^{-1}$  ga tengligi aniqlandi.

5.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  va  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  kompozit nanozarrachalar “Samarkand England Eco-Medical”, «БиохимМак» (Rossiya) “Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd.” korxonalarida nanokatalizatorlar sifatida amaliyotga joriy etildi.

**РАЗОВЫЙ НАУЧНЫЙ СОВЕТ НА ОСНОВЕ НАУЧНОГО СОВЕТА  
PhD.03/30.12.2019.К.02.05 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ  
ПРИ САМАРКАНДСКОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ УНИВЕРСИТЕТЕ**  

---

**САМАРКАНДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ  
ШАРОФА РАШИДОВА**

**ТУРСУНОВ ФИРДАВСИ ХАМЗАЕВИЧ**

**КИНЕТИКА АНИЗОТРОПНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
КОМПОЗИЦИОННЫХ КОЛЛОИДНЫХ ЧАСТИЦ  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  И  $TiO_2$ -  
 $SiO_2$  В ЗОЛЬ-ГЕЛЕВОМ ПРОЦЕССЕ**

**02.00.04 – Физическая химия**

**02.00.12 – Нанохимия, нанофизика и нанотехнология (химические науки)**

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



Тема диссертации доктора философии (PhD) по химическим наукам зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве высшего образования, науки и инноваций Республики Узбекистан за В2023.4.PhD/K691.

Диссертация выполнена в Самаркандском государственном университете имени Шарофа Рашидова.

Автореферат диссертации размещен на трех языках (узбекском, русском, английском (резюме)) на сайте Ученого совета ([www.samdu.uz](http://www.samdu.uz)) и на информационно-образовательном портале «Zionet» ([www.zionet.uz](http://www.zionet.uz)).

<b>Научный руководитель:</b>	<b>Донг Киу</b> доктор химических наук, профессор
<b>Официальные оппоненты:</b>	<b>Бекчанов Даврон Жумазарович</b> доктор химических наук, профессор <b>Итанкулов Алишер Фармонович</b> доктор философии по химии (PhD)
<b>Ведущая организация:</b>	<b>Институт общей и неорганической химии при АН РУз</b>

Защита диссертации состоится «29» апрель 2024 года в 15<sup>00</sup> часов на заседании разового Научного совета на основе Научного совета PhD.03/30.12.2019.K.02.05 при Самаркандском государственном университете имени Шарофа Рашидова, по адресу: 140104, г. Самарканд, Университетский бульвар, дом 15, Институт Биохимии, Химический корпус, 220 кабинет. Тел.: (99866)239-11-40; Факс: (99866)239-11-40. E-mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz).

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Самаркандского государственного университета имени Шарофа Рашидова (зарегистрировано за № 22 Адрес: 140104, г. Самарканд, Университетский бульвар дом 15, ИРЦ. (Фундаментальная библиотека СамГУ) Тел.: (99866)239-11-51. E-mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz).

Автореферат диссертации разослан «17» апрель 2024 года.  
(реестр протокола рассылки № 17 от «17» апрель 2024 г)



**А.М.Насимов**

Председатель разового научного совета по присуждению учёных степеней, д.т.н., профессор

**Ж.Р.Узюков**

Ученый секретарь разового научного совета по присуждению учёных степеней, PhD

**О.Н. Рузимурадов**

Председатель разового научного семинара при Научном совете по присуждению учёных степеней д.х.н., профессор

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

**Актуальность и необходимость темы диссертации.** В мире год за годом возрастает внимание к получению материалов на основе коллоидных и наночастиц и исследованию их свойств. Потому, что такие материалы широко используются при создании фотоэлементов для солнечных батарей, умных покрытий, фотокатализаторов, сенсоров, для получения антибактериальные лекарственные препараты и их адресной доставки, для подготовки новых поколений электронных устройств. Поэтому в последние годы большие внимания уделяется исследованиям по получению коллоидных и наночастиц с конкретными свойствами и расширению областей их использования.

В мире проводится ряд научных исследований по получению коллоидных и наноматериалов, по механизму образования частиц и изучению их физических и химических свойств. В связи с этим, включая получение полупроводниковых материалов, таких как  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ , и их различных композитов, необходимо определить текстурные, геометрические, морфологические и сорбционные характеристики, а также физико-химические свойства этих материалов. Оптимальные условия синтеза должны учитывать факторы, влияющие на изотропное и анизотропное образование материалов. Важно также изучить физико-химические свойства наночастиц, уделяя особое внимание контролю морфологии частиц и определению механизма их образования в процессе синтеза.

Также в нашей Республике проводится синтез и исследования различных свойств коллоидных и композитных наночастиц на основе  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  с использованием Золь-Гель технологии и достигнуто определенные научные результаты. В стратегии действий по развитию Республики Узбекистан<sup>1</sup> «производство готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на основе глубокой переработки местного сырья, освоения в принципе новых видов продукции и технологий и на этой основе обеспечения конкурентоспособности национальных товаров на внутреннем и внешнем рынках» определены важные цели и задачи. В связи с этим изучение кинетики образования субмикронных частиц, в том числе частиц  $\text{TiO}_2$  и  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ , контролирование их морфологию, изучение фотокаталитических свойств полученных частиц и повышение возможности их использования на практике имеет важное значение.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных Указом Президента Республики Узбекистан №УП-49-47 от 7 февраля 2017 года «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан», Постановлениями Президента Республики Узбекистан от 2 марта 2020 года № УП-5953 «Год развития науки, просвещения и цифровой экономики», от 28 января 2022 года № ПФ-60 «О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы», от 25 октября 2018 года №3983 «О мерах по ускоренному развитию химической

---

<sup>1</sup> Указ Президента Республики Узбекистан УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан»

промышленности Республики Узбекистан», от 3 апреля 2019 года №ПП-4265 «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», от 13 февраля 2021 года ЗУП-4992 «О мерах по дальнейшему реформированию и финансовому оздоровлению предприятий химической промышленности, развитию производства химической продукции с высокой добавленной стоимостью» от 10 октября 2022 г. №388 «Об утверждении целевой программы стратегического развития химической и газохимической промышленности», а также другими нормативно-правовыми документами, принятыми в данной сфере.

**Соответствие исследования приоритетам развития науки и техники республики.** Данное исследование проводилось в соответствии с VII приоритетным направлением развития науки и технологий республики «Химия, химические технологии и нанотехнологии».

**Уровень изученности проблемы.** На сегодняшний день ученые многих стран мира проводят научные исследования по получению наноструктурированных материалов на основе полупроводниковых оксидов металлов и исследуют их физические и химические свойства. Adair J. H. (США), Suvaci E.(Туркия), Zhang K., Jiang M., Chen D.(Китай), Сергеев С. (Россия), Адриан С.Р.(Швейцария) проводят научные исследования по синтезу коллоидных наноразмерных частиц изотропной (сферической) формы. Wang D., Li Y.(Китай), Jun Y.(Корея), Choi J.S. va Cheon J.(Китай), Lisjak D., Mertelj A.(Словения), Мохраз А.(США) в своих научных исследованиях синтезировали частицы анизотропной формы и отметили, что в зависимости от области использования такие частицы проявляют лучшие физико-химические свойства, чем частицы изотропной структуры. В настоящее время уделяется внимание изучению синтеза анизотропных частиц и механизма их образования. Изучено несколько различных методов синтеза частиц с анизотропной структурой. Xia E. (Китай) используя метод синтеза seeded-growth выращивания синтезировал биметаллические нанопроволки, состоящие из наночастиц серебра на seed частицах платины.

Ряд узбекских ученых также провели множество научных исследований по получении коллоидных и наночастиц, по механизму образования частиц и по изучению их физических и химических свойств. В частности, можно упомянуть академиков А.Т.Джалилова, С.Ш.Рашидовой, С.С.Негматова, профессоров А.Саримсакова, Н.К.Мухамадиева, О.Н.Рузимурадова, Х.И.Акбарова, Н.Вохидовой.

Литературный обзор показывает что, изученные вопросы получения коллоидных и наночастиц, в том числе наночастиц  $TiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  а также кинетические закономерности их анизотропного образования являются одной из актуальной задач.

**Связь темы диссертации с научно-исследовательской работой высшего учебного заведения, в котором выполнена диссертация.** Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Самаркандского государственного университета



имени Шарафа Рашидова по «Синтезу, строения, реакционной способности неорганических веществ – координационных соединений и применение их использования для диагностики экосистем».

**Целью исследования** является определение кинетики анизотропного образования композитных коллоидных частиц  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  в Золь-Гель технологии.

**Задачи исследования:**

определение влияния факторов (растворителя, среды, температуры) на морфологию частиц  $TiO_2$ , полученных Золь-Гель методом;

пояснение закономерностей синтеза  $S-TiO_2$  (S-, Seed) из тетрабутоксид титана Золь-Гель методом;

синтез  $S-TiO_2-SiO_2$  субмикронных частиц и оценка их образования с частицами  $TiO_2$ ;

определение кинетики реакции фотокаталитической деградации органического красителя Родамина Б с использованием катализаторов P25 и  $TiO_2$ .

**Объектами исследования** являются алкоксиды титана и кремния - ТБТ, ТЭОС, субмикронные частицы  $TiO_2$ , ацетонитрил, этанол, аммиак, ацетон, родамин Б, этиленгликоль.

**Предметом исследования** являются получение  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и композитных частиц  $TiO_2-SiO_2$  с использованием Золь-Гель технологии, исследование кинетики процесса их анизотропного образования.

**Методы исследования.** В процессе исследования были использованы современные методы исследования, такие как рентгеновский дифрактометр, сканирующая электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, микрорентгеновский ЭДС-анализ и другие физико-химические методы.

**Научная новизна исследования** заключается в следующем:

определены некоторые факторы, в том числе температура, среда растворителя, концентрация прекурсора влияющие на морфологию частиц  $TiO_2$ , полученных Золь-Гель методом;

доказано, что при Seeded-growth синтезе средний размер частиц  $S-TiO_2$  увеличивается от 300 нм до 600 нм при увеличении концентрации прекурсора ТБТ в интервале от 0,3 ммол/л до 1 ммол/л;

доказано, что реакция фотокаталитической деградации Родамина Б с использованием катализаторов P25 и  $TiO_2$  протекает по кинетической реакции первого порядка;

определено скорость коагуляции частиц  $TiO_2$ , полученных в экспериментах, обосновано, что кинетика такого процесса протекает по теории быстрой коагуляции и результаты соответствуют кинетической уравнению первого порядка.

**Практические результаты исследования** заключаются в следующем:

На основе Золь-Гель метода разработана методика синтеза субмикронных частиц  $TiO_2$  с двухмерной морфологией и методика определения механизма образования частиц;

рекомендовано использование частиц  $TiO_2$  полученных на основе Золь-Гель технологии, в качестве фотокатализаторов при очистке сточных вод и детоксикации воды от ряда органических загрязнителей.

**Достоверность результатов исследования:** обосновывается применением современных, высокоточных и чувствительных методов рентгеновского дифрактометра, сканирующей электронной микроскопией, просвечивающей электронной микроскопией, атомно-силовой микроскопией и микрорентгеновского ЭДС-анализа. На основе применения уравнений и закономерностей, используемых в современных методах определения порядка реакции, полученные значения были проанализированы, обработаны методами математической статистики и сделаны выводы.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.** Научная значимость результатов заключается в определении факторов, такие как температура, среда растворителя, концентрация прекурсора влияющие на условия получения коллоидных частиц  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  Золь-Гель-технологией, а также синтез субмикронных  $S-TiO_2-SiO_2$  частиц и выяснение их образования с частицами  $TiO_2$ .

Частицы  $TiO_2$  и  $SiO_2$ , полученные на основе технологии Золь-Гель, могут найти свое применение в различных областях народного хозяйства, в том числе в очистке сточных вод, получении антибиотиков и противоопухолевых препаратов, в качестве противомикробных средств, а также фотокатализаторов для нейтрализации природных вод от органических загрязнителей.

**Внедрение результатов исследований.** На основе полученных научных результатов по кинетике анизотропного образования композитных коллоидных частиц  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  в Золь-Гель процессе:

методика получения композитных частиц  $TiO_2-SiO_2$  на основе Золь-Гель технологией, внедрены в практику на предприятии «Samarkand England Eco-Medical». (Справка №51 «Samarkand England Eco-Medical» от 10 октября 2023 года). ). В результате полученный композит  $TiO_2-SiO_2$  использован качестве фотокатализатора при очистке природных вод и детоксикации воды от ряда органических загрязнителей;

методика получения композитных наночастицы  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$  на основе Золь-Гель технологией, внедрены на предприятии «БиоХимМак» для получения различных лекарственных препаратов (справка «БиоХимМак» (Россия) №97/77 от 5 октября 2023 года). Результаты позволили получить антибиотики и противоопухолевые препараты;

методика получения наночастиц  $TiO_2$  на основе Золь-Гель технологией внедрены в практику на предприятии “Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd.” (Справка «Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd » от 23 октября 2023 года). В результате полученные наноструктуры  $TiO_2$  использованы в качестве антимикробных частиц.

**Апробация результатов исследования.** Результаты исследований обсуждались на 9, в том числе 4 международных и 5 республиканских научно-практических конференциях.

**Публикация результатов исследования.** По теме диссертации опубликовано 13 научных работ. Из них 4 статьи, в том числе 3 в Республиканских и 1 зарубежных журналах, рекомендованных Высшей Аттестационной Комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка использованных литератур. Объем диссертации составляет 113 страниц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во **введение** обоснованы актуальность и востребованность темы диссертации, сформулированы цель и задачи, выявлены объекты, предмет и методы исследования, определено соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан, приведены обзор международных научных исследований по теме диссертации, степень изученности проблемы, изложены научная новизна и практические результаты исследования, обоснована достоверность полученных результатов, раскрыта теоретическая и практическая значимость полученных результатов, приведены краткие сведения о внедрении результатов, представлены результаты апробации работы, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

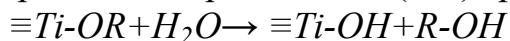
В первой главе диссертации под названием «**(Seeded growth) образование наночастиц (литературный обзор)**» подробно с физико-химической точки зрения анализируются изотропное и анизотропное образование наночастиц, в том числе процессы синтеза и образования композитных коллоидных частиц  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  и  $TiO_2-SiO_2$ . Подробно проанализированы способы получения этих частиц, отмечены их преимущества и недостатки. Результаты этих научных исследований широко представлены с обзором отечественной и зарубежной литературы. На основе анализа полученных результатов определены актуальность, цель, задачи и важность диссертации.

Во второй главе диссертации под названием «**Объекты исследования, методы и синтез**» показаны необходимые материалы и методы анализа для проведения научных исследований. Освещена суть методов анализа, таких как рентгеновской дифрактометрии (РФА), сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), просвечивающего электронного микроскопа, атомно-силового микроскопа и микрорентгеновской анализа (ЭЦП) используемого для определения основных характеристик синтезируемых нано- и коллоидных частиц, таких как параметры кристаллической решетки, размера, формы, дисперсности и морфологии. Показано синтез сферических наночастиц  $TiO_2$  и  $SiO_2$ , а также формирование наночастиц  $TiO_2$  и  $SiO_2$  в субмикронных пластинах  $TiO_2$  Золь-Гель-методом.

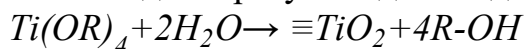
В третьей главе диссертации под названием «**Текстурные характеристики и физико-химические свойства частиц  $TiO_2$** » были изучены факторы, влияющие на образование наночастиц.

В Золь-Гель процессе механизм реакции образования наночастиц  $TiO_2$  протекает нижеследующей:

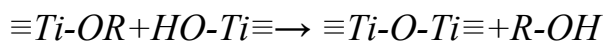
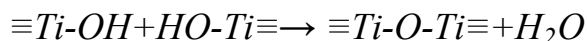
Алкоксид титана  $Ti-(OR)_4$ , очень легко вступая в реакцию с водой, образует вещество, содержащее гидроксильные (ОН) группы:



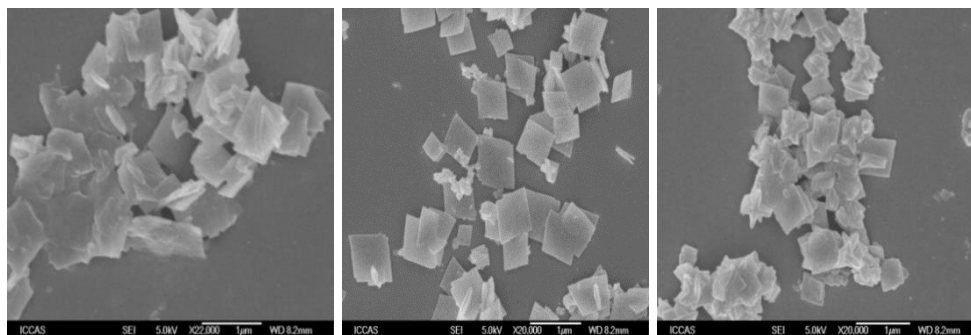
При избыточном количестве воды образуется диоксид титана:



Если количество воды для процессов гидролиза и конденсации недостаточно, тогда протекает межмолекулярная конденсация продуктов частичной гидролиза:



Используя механизмы выше проведенной реакции, было изучено влияние факторов на образование частиц. Сначала одновременно проводили 4 параллельные реакции с целью изучения влияния содержания воды на морфологию наночастиц. В первом сосуде, количество воды в объеме 20  $\mu l$  взятое для синтеза оказалось мало, изменения цвета раствора не наблюдалось даже через 12 часов. Такой результат означает, что такое количество, взятое для гидролиза, недостаточно и указывает на незавершенность реакции. Во второй реакции наблюдалось, что цвет раствора в колбе через 6 часов начал мутнеть из-за небольшого количества воды в объеме 30  $\mu l$  для реакции, и реакцию продолжали еще 3 часа. Поскольку количество воды, взятое для третьего и четвертого опытов, было достаточным для гидролиза, цвет раствора в колбе начал мутнеть примерно через 1,5 час и реакция продолжалась 3-4 часа. На рис.1 представлены результаты влияния количества содержания воды на процесс гидролиза частиц  $TiO_2$ .



**Рис.1. Результаты СЭМ субмикронных частиц  $TiO_2$ , полученных в различных количествах воды: а) 30 мл; б) 40мл; в) 50 мл**

Из рисунка-1 видно, что размер и морфология частиц  $TiO_2$  зависят от количества воды, взятой для реакции, вследствие чего образуются частицы различной морфологии.

В ходе научных исследований было изучено влияние концентрации прекурсора на морфологию и размер субмикронных частиц  $TiO_2$ . Установлено, что изменение концентрации реагента в процессе синтеза приводит к изменению размера субмикронных частиц. Полученные данные

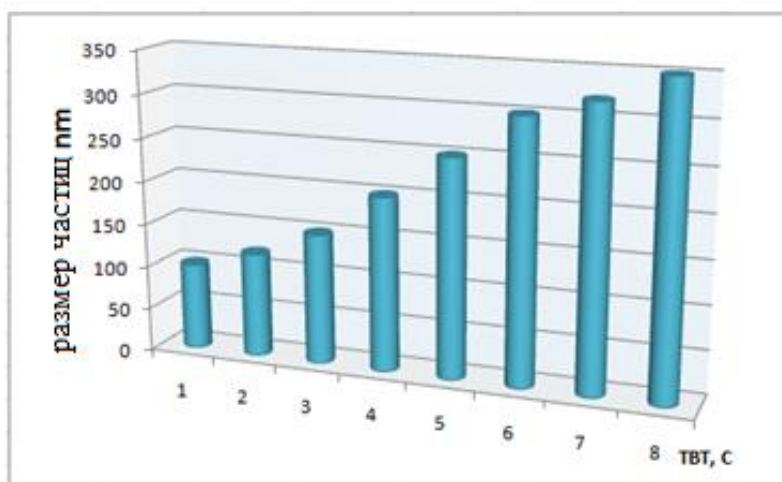
показывает, что из 0,1 мл ТБТ образовались нерегулярные агрегированные наночастицы  $\text{TiO}_2$ . В ходе процесса по мере увеличения концентрации ТБТ изменяются размер и форма образующихся частиц  $\text{TiO}_2$ . Начиная с 0,4 мл ТБТ, взятого для синтеза, наблюдалась морфология частиц  $\text{TiO}_2$ , имеющая ромбическую форму. Установлено, что частицы, образовавшиеся из ТБТ, полученного в объемах 0,5 мл и 0,6 мл, представляют собой дискретные субмикронные частицы  $\text{TiO}_2$  с однородной ромбической морфологией. В таблице-1 представлены полученные результаты.

**Таблица 1**

**Влияние концентрации прекурсора на морфологию и размер субмикронных частиц  $\text{TiO}_2$**

№	1	2	3	4	5	6
$V, \text{ ml (ТБТ)}$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
$l_{\text{TiO}_2}, \text{ нм.}$	80-90	100-110	120-140	180-190	230-250	290-300
форма $\text{TiO}_2$	различн.	различн.	различн.	ромбическая	ромбическая	ромбическая

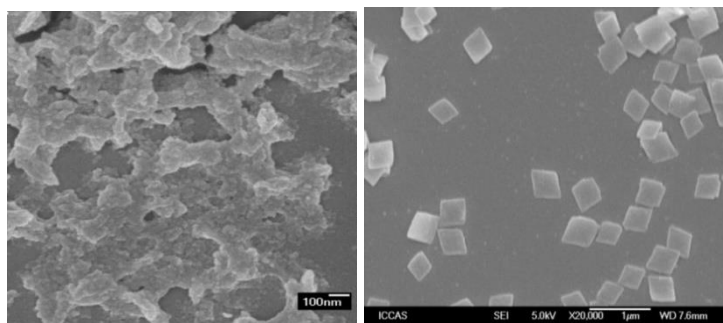
При синтезе субмикронных частиц  $\text{TiO}_2$  одинакового объема изменение концентрации ТБТ приводило к увеличению формы и среднего размера частиц (рис.2).



**Рис.2. Зависимость размера частиц  $\text{TiO}_2$  от концентрации ТБТ**

Также в экспериментах изучалось влияние температуры на морфологию субмикронных частиц  $\text{TiO}_2$ . Полученные результаты показали, что одинаковые частицы  $\text{TiO}_2$  образовывались при температуре  $35^\circ\text{C}$ , то есть частицы, синтезированные при этой температуре, образовывали субмикронные пластинки  $\text{TiO}_2$  одинакового размера и формы. Средний размер образующихся частиц составляет 300-350 нм (рис.3,b). Частицы, образовавшиеся при температуре  $8^\circ\text{C}$ , имеют вид взаимно агрегированных частиц, их структура не имеет четкой формы (рис.3,a). При  $50^\circ\text{C}$  в ходе

процесса синтеза в колбе не наблюдалось помутнение и не было подтверждено образование частиц. Таким образом, установлено, что температура синтеза при 35°C является оптимальным условием образования субмикронных частиц TiO<sub>2</sub>.



**Рис.3. Результаты СЭМ анализа частиц TiO<sub>2</sub>, полученных при различных температурах: а) 8°C и б) 35°C**

В экспериментах изучалось влияние среды растворителя на морфологию субмикронных частиц TiO<sub>2</sub>. В Золь-Гель синтезе при проведении гидролиза ТБТ в среде чистого этанола, через 50 минут от начала опыта в колбе реакционная смесь начала мутнеть и реакцию продолжали в обычном режиме в течении 3 часов. Были сформированы пластины с неоднородной анизотропной структурой и двумерной морфологией, а также взаимосвязанные и мелкоразмерные наночастицы. Результаты полученных частиц TiO<sub>2</sub> в различных растворителях, представлены в таблице-2.

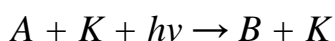
**Таблица 2**

**Результаты СЭМ анализа частиц TiO<sub>2</sub>, полученных в различных растворителях**

№	Прекурсор	Среда	Соотношение	Форма
1	ТБТ	Этанол	-	различная
2	ТБТ	Ацетонитрил	-	сферическая/различная
3	ТБТ	Этанол/ацетонитрил	1:1	агрегация в различной форме
4	ТБТ	Этанол/ацетонитрил	2:1	различная, ромбическая
5	ТБТ	Этанол/ацетонитрил	3:1	ромбическая однородная
6	ТБТ	Этанол/ацетонитрил	1:2	взаимосвязанная

При проведении гидролиза ТБТ в среде чистого ацетонитрила с добавлением воды после некоторого времени прозрачный раствор очень быстро мутнел. В этом процессе наблюдалось образование сферических частиц TiO<sub>2</sub> разного размера и объема. Из таблицы-2 видно, что при синтезе субмикронных пластинок TiO<sub>2</sub> формировались субмикронные пластины TiO<sub>2</sub> с ромбической морфологией в среде смеси этанола и ацетонитрила с объемного соотношения 3:1. Такой результат показывает оптимальное условие процесса синтеза.

В дальнейших исследованиях были изучены фотокаталитические свойства синтезированных частиц  $\text{TiO}_2$ . Известно, что гетерогенные фотокаталитические реакции протекают в результате действия квантов света на поверхность фотокатализатора в ходе превращения исходных реагентов в продукты и выражаются следующим образом:



где: K – фотокатализатор, A – реагент, B – продукт.

Обязательным условием фотокаталитических реакций является химическая стабильность катализатора. Фотокатализаторы — вещества, способные вызывать химические изменения реагентов при поглощении квантов света, многократном вступлении с ними в химическое взаимодействие и восстановлении их химического состава после каждого цикла реакции. В последние годы в качестве фотокатализатора применяя  $\text{TiO}_2$  в гетерогенном катализе под воздействием ультрафиолетовых лучей или видимого света очищают воду от ряда органических веществ. Показано, что гетерогенные фотокаталитические реакции протекают по механизму Ленгмюра-Хиншелвуда. В большинстве случаев приведенных экспериментов скорость фотокаталитических реакций зависит от концентрации субстрата в растворе, что соответствует механизму Ленгмюра-Хиншелвуда. Кинетический вид данного механизма:

$$W = k_{\text{kat}}KC/[1+KC]$$

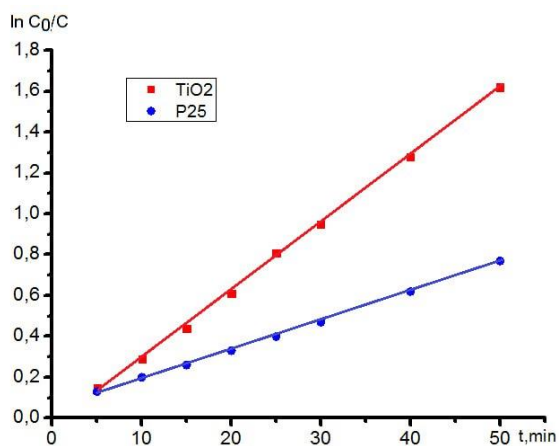
Многие фотокаталитические реакции, протекающие по механизму Ленгмюра-Хиншелвуда, соответствуют кинетическим уравнениям 0, 1 и 2-го порядка, потому что скорость реакции зависит только от концентрации реагента. Исходя из этого, в ходе исследований были изучены фотокаталитические свойства наночастиц  $\text{TiO}_2$ . С целью определения фотокаталитических свойств синтезированных частиц и сравнения их со свойствами других частиц были проведены эксперименты с использованием органического красителя Родамин Б. Для этого при равных условиях в растворы, содержащие краситель Родамин Б, помещали одинаковые количества частиц P25 и ромбического  $\text{TiO}_2$ , затем проводили процесс фотокатализа. В ходе процесса изучали изменение концентрации Родамина Б во времени (рис-4). Результаты расчетов показали, что процесс фотокаталитического разложения родамина Б соответствует кинетической реакцией первого порядка. Константу скорости реакции определяли по нижеследующему уравнению:

$$k = \frac{1}{t} \ln \frac{C_0}{C}$$

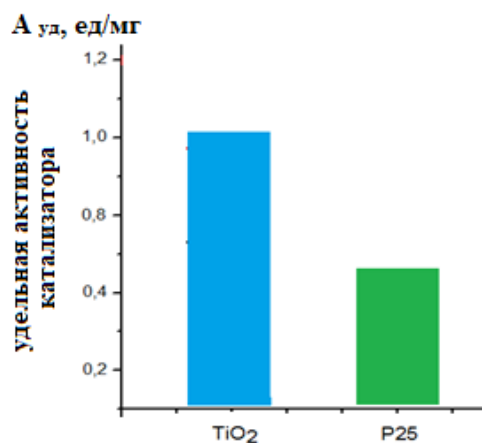
где:  $k_1$  – константа скорости, t – время,  $C_0$  – начальная концентрация, C – текущая концентрация.

Константы скорости были равны при использовании катализаторов P25 и  $\text{TiO}_2$  соответственно  $k = 1,76 \cdot 10^{-2} \text{ мин}^{-1}$  и  $k = 3,16 \cdot 10^{-2} \text{ мин}^{-1}$ .

Кроме того, было определено, что синтезированные частицы  $\text{TiO}_2$  проявляют в два раза больше фотокаталитических свойств, чем P25 (рис.5).

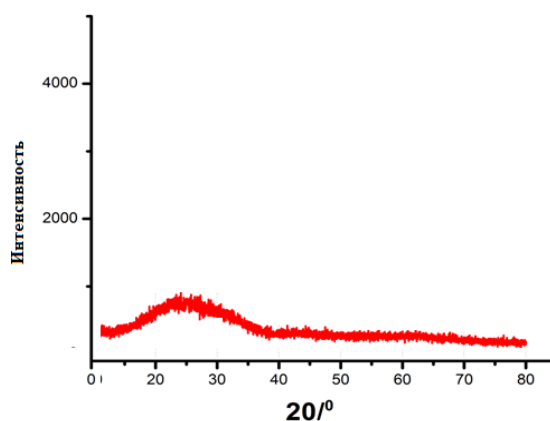


**Рис.4. Зависимости логарифмической соотношений концентраций Родамина Б от времени**

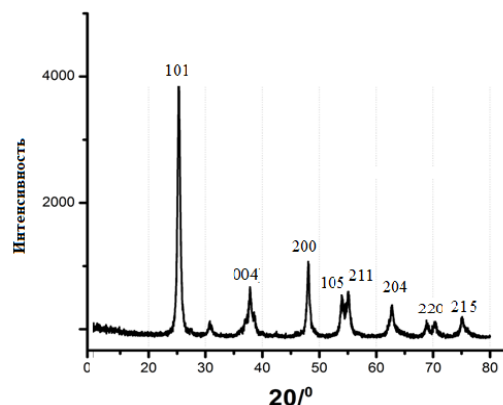


**Рис.5. Каталитическая активность частиц TiO<sub>2</sub> и P25**

Кристалличность субмикронных пластинок TiO<sub>2</sub> определен с помощью рентгеновского дифрактометра (рис.6). Соответствующий спектр слабого сигнала показывает 20-23° областях, что субмикронные пластины, полученные Золь-Гель-технологией при комнатной температуре, находятся в аморфном состоянии. При термической обработке до 500°C (рис. 7) субмикронные пластины TiO<sub>2</sub> переходили из аморфного состояния в кристаллическое.



**Рис.6. Рентгено - дифрактограммный анализ синтезированных субмикронных пластинок TiO<sub>2</sub>**



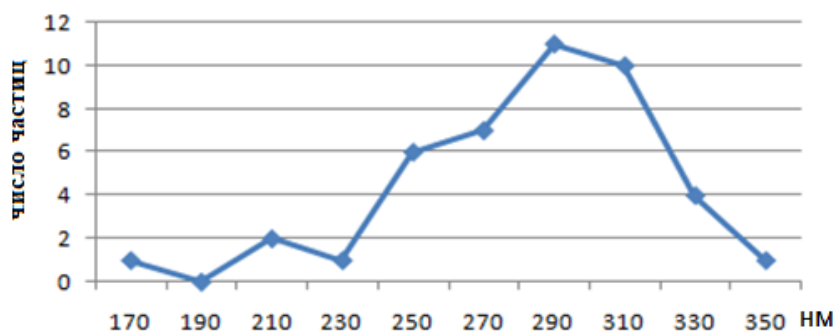
**Рис.7. Рентгено - дифрактограммный анализ синтезированных субмикронных пластинок TiO<sub>2</sub>**

Из рисунка-7 видно, что в областях 20° до 80° сформировались сильные (101), (004), (200), (105), (211) (204) (220) и (215) спектры сигналов, связанные с кристаллическим состоянием анатаза TiO<sub>2</sub>, и такие пики указывают на кристаллические состояния субмикронных пластинок.

В четвертой главе диссертации «Кинетика образования наночастиц», освещается синтез *S-TiO<sub>2</sub>* частиц из ТБТ Золь-Гель-методом, формирование *S-TiO<sub>2</sub>* частиц с наночастицами TiO<sub>2</sub>, а также синтез субмикронных *S-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>* частиц.

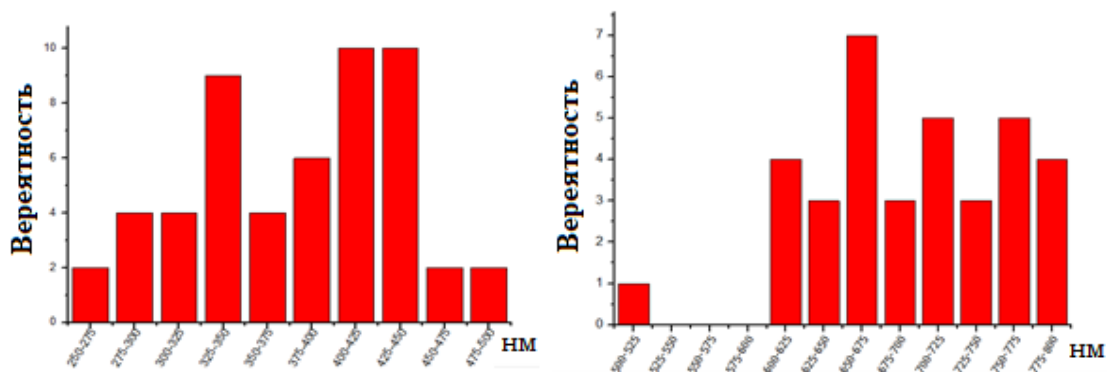


Используя частицы  $TiO_2$  методом Золь-Геля были синтезированы частицы  $S-TiO_2-SiO_2$ . Процесс синтеза проводился на водяной бане при температуре  $35^\circ C$  в смешанной среде, выбранной для синтеза субмикронных пластинок  $TiO_2$ . Для синтеза в качестве прекурсоров были использованы ТБТ и ТЭОС. Текстульные характеристики полученных частиц были проанализированы с помощью СЭМ. По СЭМ-изображению установлено, что синтезированные частицы имеют одинаковую ромбическую форму, то есть два острых ( $80^\circ-90^\circ$ ) угла и два тупых ( $90^\circ-100^\circ$ ). Отмечано, что полученные частицы  $S-TiO_2$  имеют среднюю длину 290 нм (от 230 до 330 нм) и толщину 30 нм. На рисунке-8 показана вероятность нахождения размера частиц в нанометровых единицах. Здесь по оси абсцисс показана длина частиц, а по оси ординат количества частиц.



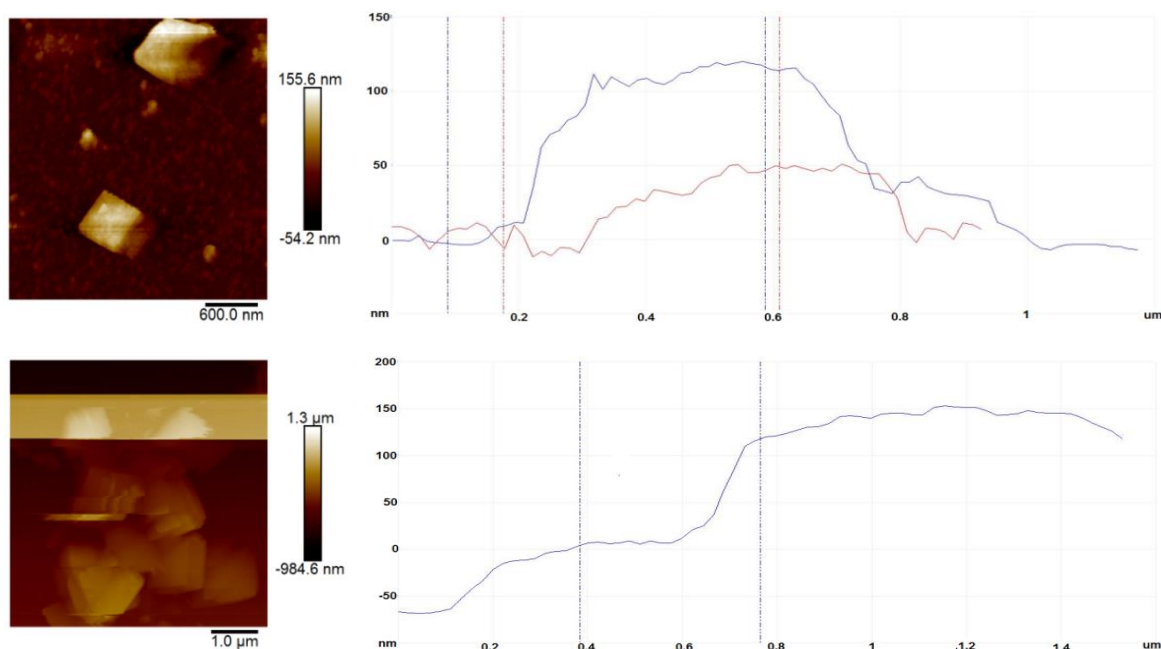
**Рис.8. Вероятность нахождения размера  $TiO_2$  seed частиц в нанометровых единицах**

Результаты СЭМ показали, что частицы  $S-TiO_2-SiO_2$ , образовавшиеся в результате Золь-Гель синтеза, имеют своего рода одинаковую ромбическую морфологию. Эти частицы немного больше по размеру, чем  $TiO_2$ . Причиной тому может быть в процессе гидролиза были использованы двух разных прекурсоров. Анализ с помощью электронного микроскопа СЭМ показал, что средний размер Seed частиц составляет около 400-450 нм. После Seeded-growth синтеза их размер увеличился от 1,5 до 1,8 раза. Распределение вероятностей размера  $S-TiO_2-SiO_2$ , полученной при seeded-growth синтезе, и размера выращенных частиц, образовавшихся после синтеза, представлено на рис. 9.



**Рис.9. Вероятные уровни распределения семян и выращенных частиц по размерам**

Тот факт, что  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  частицы росли не только по длине и ширине (оси  $x$ ,  $y$ ), но и по толщине (по оси  $z$ ), определяли с помощью микроскопа АКМ. На рисунке-10 показаны результаты seeded-growth и  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  частиц, полученные с помощью микроскопа АКМ. Полученные результаты показали, что толщина  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  частиц составляет в среднем 50 нм, а толщина частиц, образующихся после seeded-growth образования  $\text{TiO}_2$ , достигает 70-100 нм. Этот вывод, в свою очередь, свидетельствует о том, что частицы  $\text{TiO}_2$ , образовавшиеся в результате гидролиза ТБТ, росли со всех сторон  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  частиц.



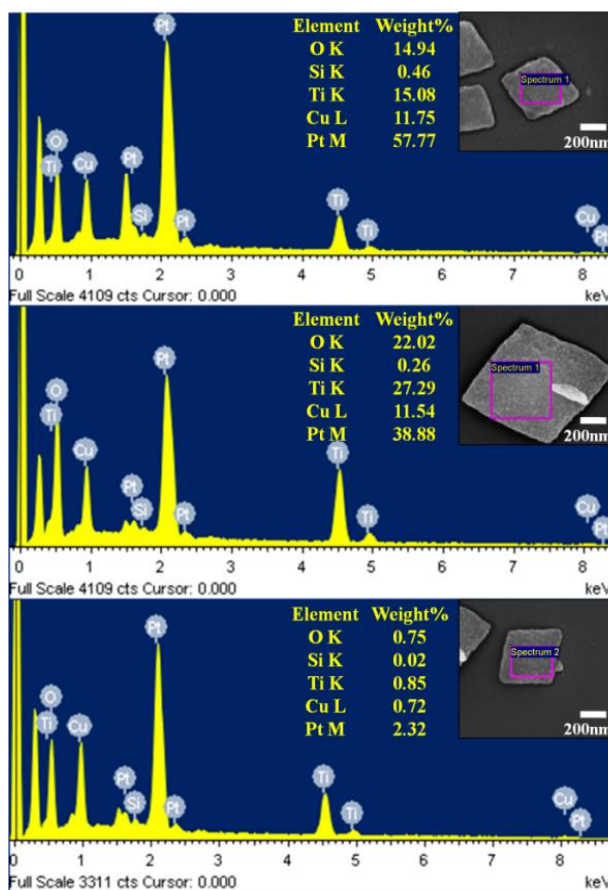
**Рис.10. Результаты АКМ микроскопического анализа  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  и выращенных частиц**

Элементный состав двумерных частиц, образовавшихся в результате seeded growth роста, изучался микрорентгеновским методом (ЭДС). ЭДС-анализ подтверждает наличие компонентов в  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  и сформированных частицах, содержащих элементы в составе исходным прекурсором.

Для проведения ЭДС-анализа наночастицы с помощью микропипетки наносили на подложку из медного элемента. После того, как образец был готов, поверхность покрывали тонким слоем Pt, чтобы получить точные результаты по этому образцу СЭМ и ЭДС методами. Результаты ЭДС-анализа намечанных участков  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$  частиц показали, что в состав этих частиц входят элементы Si, Ti и O. Установлено, что элементный состав частиц с содержанием Seeded-growth, полученных для выращивания  $S\text{-TiO}_2\text{-SiO}_2$ , состоит из элементов  $0,46 \pm 0,03\%$  Si,  $15,08 \pm 0,06\%$  Ti и  $14,8 \pm 0,05\%$  O по массе (рис.11,а). Результат, полученный по определению площади крупной субмикронной частицы, образовавшейся после seeded-growth синтеза, также показал, что она состоит из элементов Si, Ti и O. Установлено, что элементный состав синтезированных частиц состоит из элементов  $0,26 \pm 0,03\%$  Si,  $27,08 \pm 0,06\%$  Ti и  $22,02 \pm 0,05\%$  O по массе (рис.11,б).

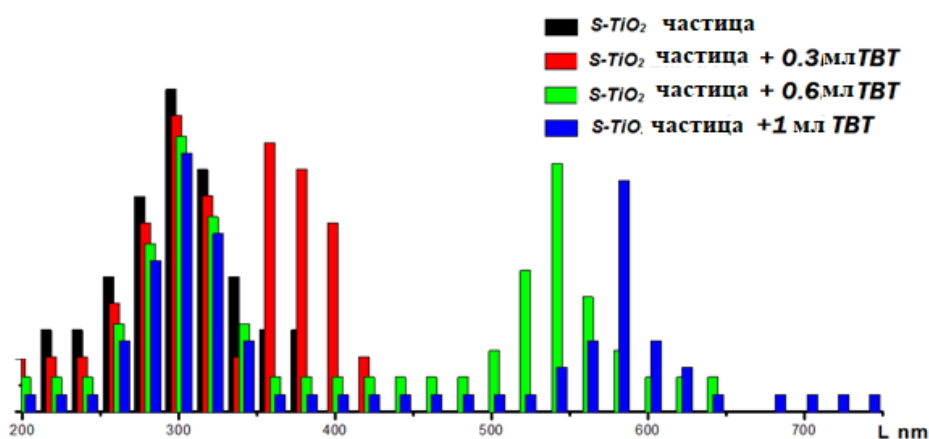
Результат, полученный по определению площади субмикронной частицы малого размера, образовавшейся после seeded-growth синтеза, показал, что она состоит из элементов Ti и O. Установлено, что элементный состав синтезированных частиц состоит из  $0,85 \pm 0,04\%$  Ti,  $0,7 \pm 0,03\%$  O по массе. Кроме того, присутствие элемента Si при ЭДС-анализе дало результат  $0,02 \pm 0,02\%$  Si в специально определенной позиции анализа (рис.11,с).

Если сделать общий вывод из полученных результатов ЭДС-анализа, то он показывает, что химический состав seeded-growth, взятых  $S-TiO_2-SiO_2$  синтеза, и частиц, образовавшихся после Золь-Гель синтеза, соответствует составу прекурсоров, использованных при синтезе. Кроме того, доказано, что субмикронные частицы с мелкой ромбической формой после синтеза являются не  $S-TiO_2-SiO_2$  частицами, полученными при seeded-growth синтезе, а частицами  $TiO_2$ , образовавшимися в результате нуклеации и роста в результате гидролиза ТБТ, взятого для синтеза.



**Рис.11. ЭДС-анализ частиц  $TiO_2-SiO_2$ , взятые для синтеза seed (а) и образовавшаяся в результате синтеза большого размера (б); небольшого размера (с).**

Диаграмма изменение размера частиц в результате изменение концентрации прекурсора ТБТ в субмикронных частицах  $S-TiO_2$ , образующихся в результате seeded-growth синтеза представлены на рис-12. Результаты исследований показывают, что с увеличением концентрации прекурсоров, используемых для формирования  $S-TiO_2$  частиц, количество частиц, образующихся за счет seeded-growth синтеза, увеличивается.



**Рис.12. Диаграмма изменения объема субмикронных частиц  $\text{TiO}_2$ , сформированных и выращенных в результате seeded-growth синтеза**

Также была определена скорость коагуляции частиц  $\text{TiO}_2$ , полученных в экспериментах. Известно, что процесс коагуляции коллоидных частиц, как и химические реакции, протекает в течение определенного периода времени, поэтому имеет кинетический характер. Скорость коагуляции зависит от начальной концентрации частиц, броуновского движения, коэффициента диффузии. Известно, что превращение золя в гель является частным случаем процесса коагуляции дисперсных систем. Кинетику такого процесса определяют с помощью теории быстрой коагуляции. Полученный золь  $\text{TiO}_2$  в ходе процесса считали моодисперсным. При этом размер частицы  $\text{TiO}_2$  предполагался равным среднему значению всех размеров частиц. Коэффициент вязкости золя  $\text{TiO}_2$  определяли с помощью вискозиметра. Эксперименты проводились при комнатной температуре. Радиус частицы определяли с помощью уравнения Рэлея. Константу скорости коагуляции частиц  $\text{TiO}_2$  рассчитывали по следующему выражению:

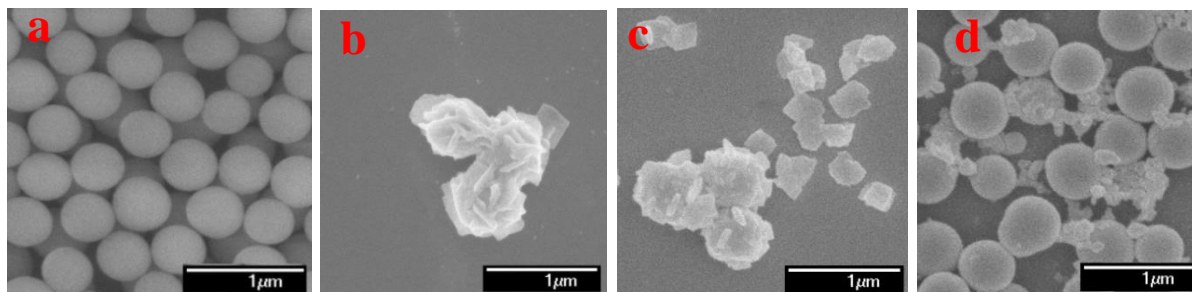
$$k_q = \frac{2(2r)^2 kT}{3\mu r^2} = \frac{8kT}{3\mu}$$

где:  $\mu$  –вязкость частиц,  $k$ – постоянная Больцмана,  $T$  –температура,  $k_q$  – константа скорости коагуляции.

Результат расчета показал, что процесс протекает путем быстрой коагуляции, значение константы скорости равно  $k = 6,92 \cdot 10^{-7} \text{ час}^{-1}$  и соответствует кинетическому уравнению первого порядка.

В пятой главе диссертации «**Образование seed частиц с различными морфологиями**», приведены формирование  $S\text{-SiO}_2$  частиц сферической морфологии seeded-growth методом выращивания с наночастицами  $\text{TiO}_2$  в среде этанола, ацетонитрила, а также в смеси этанола и ацетонитрила объемном соотношении 3:1. В качестве источника наночастиц  $\text{TiO}_2$  использовался прекурсор ТБТ.  $S\text{-SiO}_2$  частицы первоначально были сформированы из наночастиц  $\text{TiO}_2$  в смеси этанола и ацетонитрила в объемном соотношении 3:1. В результате были сформированы композитные коллоидные частицы  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  и полученные частицы были проанализированы с помощью электронных микроскопов (рис-13).

Наночастицы  $TiO_2$  образовавшиеся в результате гидролиза ТБТ формировались на поверхности  $S-SiO_2$  в виде двумерных частиц в разных направлениях. При проведении эксперимента в среде чистого этанола, было замечено, что наночастицы  $TiO_2$  образовывались на поверхности  $S-SiO_2$  частиц в неопределенном направлении (рис-13,с). При проведении процесса синтеза в среде ацетонитрила наблюдалось, что размер  $S-SiO_2$  частиц не изменился и образовывались сферические частицы  $TiO_2$  (рис-13, г).



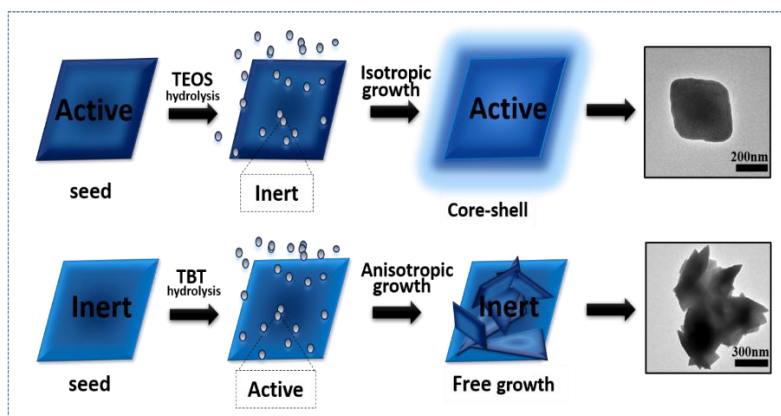
**Рис.13. СЭМ-анализ формирования наночастицами  $TiO_2$  с seed частиц  $SiO_2$  в различных средах раствора: (а) seed частицы  $SiO_2$ ; (б) в среде смеси этанол-ацетонитрил; (в) в среде этанола; (г) – в ацетонитриловой среде**

Прекурсоры ТБТ и ТЭОС были выбраны с целью изучения формирования субмикронных частиц  $TiO_2-SiO_2$ , выбранных в качестве seed. Для образования коллоидных частиц  $TiO_2-SiO_2$  с частицами  $TiO_2$  проводили гидролиз ТБТ путем помещения коллоидных частиц  $TiO_2-SiO_2$  в выбранную среду смеси этанола и ацетонитрила в объемном соотношением 3:1. Рост seed продолжали в течение 3 часов, и тот же процесс проводили для образования коллоидных частиц  $TiO_2-SiO_2$  с частицами  $TiO_2$ . Обнаружено, что наночастицы  $TiO_2$ , образующиеся в результате гидролиза ТБТ, формируются в свободном направлении на поверхности коллоидных частиц  $TiO_2-SiO_2$ . Обнаружено, что наночастицы  $TiO_2$  формируются на поверхности коллоидных частиц  $TiO_2-SiO_2$  в виде двумерных субмикронных частиц с острыми краями. Наночастицы  $SiO_2$ , образовавшиеся в результате гидролиза ТЭОС, и коллоидные seed частицы  $TiO_2-SiO_2$  наблюдались по всей поверхности.

На основании полученных структурных характеристик предложен следующий механизм образования частиц seeded-growth методом (рис.14). Ход этого механизма следующий: активность наночастиц, образующихся в результате гидролиза алкоксида в Золь-Гель процессе, и активность seed частиц, отобранных для формирования частиц, являются одними из основных факторов формирования частицы. Морфология композитных частиц определяется кинетикой зарождения и роста вторичной фазы, а не совместимостью seed частицы и вновь синтезированной фазы. При seeded-growth синтезе из-за высокой реакционной способности прекурсора ТБТ активные наночастицы  $TiO_2$  образуются очень быстро, поэтому образующиеся частицы  $TiO_2$  образуются одновременно на поверхности seed частиц и с частицами, образовавшимися в результате seeded-growth синтеза. Нуклеации и имеют два разных размера, что приводит к образованию частиц. Когда в



качестве seed частицы берется субмикронная частица  $\text{SiO}_2$ , из-за высокой активности  $\text{TiO}_2$  первоначально образовавшаяся частица располагается в определенной области seed частицы, где таким образом установлена новая фаза, и происходит анизотропный рост частиц. Поскольку активность частиц  $\text{SiO}_2$  невелика, частицы  $\text{TiO}_2$ , образовавшиеся в результате гидролиза, формируются вместе с изначально расположенными частицами  $\text{TiO}_2$ . Сделан вывод, что субмикронная частица  $\text{SiO}_2$  как  $S\text{-SiO}_2$  частица с низкой поверхностной активностью приводит к изотропному образованию частицы невысокой активности на всей поверхности гидролиза ТЭОС.



**Рис.14. Схематическая иллюстрация механизма образования коллоидных частиц seeded-growth.**

На основе приведенных исследований по теме «Исследование кинетики анизотропного образования композитных коллоидных частиц  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  и  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  в Золь-Гель процессе» сделаны следующие:

## ВЫВОДЫ

1. На основе Золь-Гель технологии синтезированы субмикронные частицы  $\text{TiO}_2$  с двумерной морфологией, определен механизм образования частиц и факторы, влияющие на процессы синтеза.

2. Изучена зависимость размера и морфологии субмикронных частиц  $\text{TiO}_2$  в процессе синтеза от температуры среды. Температура  $35^\circ\text{C}$  является оптимальной. Отмечено, что средний размер полученных частиц составляет 300-350 нм в длину и 30 нм в толщину.

3. Установлено, что в интервале концентраций прекурсора ТБТ от 0,3 ммоль/л до 1 ммоль/л при seeded-growth синтезе размеры частиц  $S\text{-TiO}_2$  увеличиваются от 300 нм до 600 нм.

4. Установлено, что фотокаталитическая деградация Родамина Б при использовании катализаторов P25 и  $\text{TiO}_2$  соответствует кинетике реакции первого порядка. Константы скорости составили соответственно  $k = 1,76 \cdot 10^{-2} \text{ мин}^{-1}$  и  $k = 3,16 \cdot 10^{-2} \text{ мин}^{-1}$ .

5. Композитные наночастицы  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  и  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  внедрены в практику на предприятиях “Samarkand England Eco-Medical”, «БиоХимМак» (Россия) и “Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd.” в качестве нанокатализаторов.

**ONCE-ONLY SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC  
DEGREES PhD.03/30.12.2019.K.02.05 AT SAMARKAND  
STATE UNIVERSITY NAMED AFTER SHAROF RASHIDOV**

---

**SAMARKAND STATE UNIVERSITY NAMED AFTER SHAROF  
RASHIDOV**

**TURSUNOV FIRDAVSI HAMZAYEVICH**

**KINETICS OF ANISOTROPIC FORMATION OF TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> AND TiO<sub>2</sub>-  
SiO<sub>2</sub> COMPOSITE COLLOIDAL PARTICLES IN THE SOL-GEL  
PROCESS**

**02.00.04 – Physical chemistry and  
02.00.12 – Nanochemistry, nanophysics and nanotechnology (Chemical sciences)**

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

**Samarkand – 2024**

**The title of the Doctor of Philosophy (PhD) has been registered by the Supreme Attestation Commission under the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan with registration under the number of B2023.4.PhD/K691.**

The dissertation research has been carried out at the Samarkand State University named after Sh.Rashidov.

The abstract of the dissertation is posted in three languages (Uzbek, Russian, and English (resume)) and is available online at [www.samdu.uz](http://www.samdu.uz) Scientific Council and on the website «ZiyoNet» information-education portal ([www.ziyo.net](http://www.ziyo.net)).

<b>Scientific supervisor:</b>	<b>Dong Qiu</b> doctor of chemical sciences, professor
<b>Official opponents:</b>	<b>Bekchanov Davron Jumazarovich</b> doctor of chemical sciences, professor  <b>Ishankulov Alisher Farmonovich</b> doctor of philosophy in chemistry
<b>Leading organization:</b>	<b>Institute of General and Inorganic Chemistry at the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan</b>

The defense of the dissertation will take place on «29» april 2024 at «15<sup>00</sup>» o'clock at the meeting of the once-only Scientific Council awarding scientific degrees PhD.03/30.12.2019.K.02.05 at Samarkand State University (address: 140104, Samarkand city, University Blvd., 15, Institute of Biochemistry, Building of the Chemistry Department, room 220.Ph: (99866) 239-11-40, fax; (99866) 239-11-40. -mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz))

The dissertation has been registered at the Information Resource Centre of Samarkand State University №22(Address; 140104, Samarkand city, University Blvd., 15, IRC, Ph.: (99866) 239-11-51.

The abstract of the dissertation has been distributed on «17» april 2024 y.  
Protocol at the register №      dated «11» april. 2024 y.



**A.M. Nasimov**  
Chairman of the Scientific Council  
awarding scientific degrees, doctor of  
technical sciences, professor

**J.R. Uzokov**  
Scientific Secretary of the Scientific  
Council awarding scientific degrees, PhD

**O.N. Ruzimurodov**  
Chairman of the Scientific Seminar under  
Scientific Council awarding scientific  
degrees, doctor of chemical sciences,  
professor



## INTRODUCTION (Doctor of Philosophy (PhD) dissertation annotation)

**Purpose of the research work:** the kinetics of anisotropic formation of  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  composite colloidal particles in the Sol-Gel process were determined.

**The objects of research work** titanium and silicon alkoxide – TBT, TEOS,  $\text{TiO}_2$  submicron particles, acetonitrile, ethanol, ammonia, acetone, Rhodamine B, ethylene glycol.

**The scientific novelty of the study is as follows:**

factors affecting the morphology of  $\text{TiO}_2$  particles obtained by the sol-Gel method have been identified, including temperature, solvent environment, influence of precursor concentration;

during seeded-growth synthesis, the average particle size of  $\text{TiO}_2$  seed increases from 300 nm to 600 nm as the concentration of the TBT precursor increases from 0.3 mmol/l to 1 mmol/l;

it has been proven that the photocatalytic degradation of Rhodamine B employing P25 and  $\text{TiO}_2$  catalysts proceeds according to a first-order kinetic reaction;

the kinetics of the coagulation process were determined in the experiments using the obtained  $\text{TiO}_2$  particle, based on the fact that the process conforms rapid coagulation theory and corresponds to the first order kinetic equation.

**Implementation of research results.** Based on the obtained scientific results on the kinetics of anisotropic formation of composite colloidal particles  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  in the sol-gel process:

$\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  composite nanoparticles obtained by sol-gel technology have been put into practice at the “Samarkand England Eco-Medical” enterprise. (Certificate № 51 “Samarkand England Eco-Medical” dated October 10, 2023). The resulting  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  composite was used at the enterprise as a nanocatalyst for the purification and desalination of natural waters;

Composite nanoparticles  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ , obtained by sol-gel technology, were introduced at the “BioKhimMak” enterprise for the production of various drugs (“BioKhimMak” (Russia) certificate № 97/77 dated October 5, 2023). The results enable to obtain antibiotics and antitumor drugs;

Composite nanoparticles  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  obtained by sol-gel technology have been put into practice at the “Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd.” (Certificate from “Xinjiang Shafiya Biotexnology Co. Ltd” dated October 23, 2023). As a result, the resulting  $\text{TiO}_2$  nanostructures were used as antimicrobial particles.

**The structure and volume of the dissertation.** The composition of the dissertation consists of an introduction, five chapters, a conclusion, a list of references and appendix. The volume of the dissertation is 113 pages.

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

**I bo'lim (I часть; part I)**

1. Tursunov F.X. Zol-Gel usulida titan dioksidning sintezi.// Ilmiy axborotnoma. SamDU- 2021-yil, 3-son (127) b.46-49 (02.00.00, №9);
2. Турсунов Ф.Х. Кинетика получения наночастиц  $TiO_2$  Золь-Гель методом Universum: Технические науки. – 2023. – № 10 (112) (02.00.00, №2);
3. Tursunov F.X. Aralash erituvchi muhitida bir xil shakldagi  $TiO_2$  kolloid zarrachalarining sintezi va morfografiyasi. FarDU. Ilmiy xabarlar. -2023. -№1, 6.90-94 (02.00.00, №//17);
4. Tursunov F., Dong Qiu Zol-Gel usulida  $SiO_2$  mikrosferik zarrachalarning sintezi. Ilmiy axborotnoma. SamDU- 2023. № 1 (137/2) b.59-62 (02.00.00, №9);

**II bo'lim (II часть; part II)**

5. Tursunov F.X., Raxmonov J.A. Sferik shakldagi titan dioksidining sintezi “Комплекс бирикмалар кимёси ва аналитик кимё фанларининг долзарб муаммолари”. Республика илмий-амалий конф. матер. Термиз-2022, б. 61-62.
- 6.Турсунов Ф.Х., Рахмонов Ж.А., Донг К. Синтез нанокпозиций диоксида титана Золь-Гельным методом.«Тенденции развития науки и образования в сфере химической технологии» Республиканская научно-практичес. конф-я с участием ведущих ученых. Тошкент-2022, с. 390-391
7. Tursunov F.X., D. Qiu Zol-Gel usulidan foydalanib  $TiO_2/SiO_2$  kompozit nanomaterial sintez qilish. Tabiiy polimerlar asosida biologik aktiv moddalar kimyosi va texnologiyasining dolzarb muammolari, Toshkent, 2022, 95-96 b
8. Tursunov F.H. Synthesis and formation mechanism of  $TiO_2$  submicron sheets. “Замонавий физик-кимёвий тадқиқот усулларининг илмий ва ишлаб чиқариш соҳасидаги интеграцияси”.Тошкент, 2023 б.132.
9. Tursunov F., Dong Qiu Synthesis of uniform size  $TiO_2$  submicron sheets by simple sol-gel method “Analitik kimyoning dolzarb muammolari” Xalqaro konf. mater. Toshkent, 2023, b.22-24
10. Tursunov F., Dong Q. Sol-Gel synthesis of  $SiO_2$  spherical particles. “Нодир ва ноёб металллар кимёси ватехнологияси: бугунги ҳолати, муаммолари ва истиқболлари” Республика илмий-амалий конференция. Termiz, 2023. б.280-281
11. Tursunov F., Dong Qiu Zol-Gel jarayonida  $TiO_2$  nanozarrachalarining shakllanishi “Фундаментальные и практические аспекты функциональных полимеров” Международная научно-практическая конференция. – Ташкент. 2023, с.929-931.
12. Tursunov F.Kh. Kinetic control of  $SiO_2-TiO_2$  composite nanoparticle morphology in sol-gel synthesis. «Назарий ва экспериментал кимё ҳамда кимёвий технологиянинг замонавий муаммолари» Халқаро илмий-амалий анжумани материаллари.Қарши, ҚарДУ, 2023, б.269-26
13. Tursunov F.X. Mechanism of morphological control in sol-gel derived submicron titanium dioxide. Между. научно-техн. Конф., Ташкент – 2023, с. 315-316.

Avtoreferat Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetining “Ilmiy axborotnoma”  
jurnali tahririyatida tahrirdan o‘tkazilib, o‘zbek, rus va ingliz tillaridagi matnlari o‘zaro  
muvofiqlashtirildi (13.04.2024)

Bosmaxona tasdiqnomasi:



4268

2024-yil 15-aprelda bosishga ruxsat etildi:  
Ofset bosma qog‘ozi. Qog‘oz bichimi 60x84<sub>1/16</sub>.  
“Times” garniturası. Raqamli bosma usuli.  
Hisob-nashriyot t.: 2,7. Shartli b.t. 2,1.  
Adadi 100 nusxa. Buyurtma №15/04.

---

SamDCHTI tahrir-nashriyot bo‘limida chop etildi.  
Manzil: Samarqand sh., Bo‘stonsaroy ko‘chasi, 93-uy.