POLIFENILENSULFID POLIMERINING TUZILMASI VA MORFOLOGIYASINI SPEKTROSKOPIK VA MIKROSKOPIK USULLAR ORQALI O‘RGANISH.

Sultonov Oybek Komiljonovich,
Toshkent kimyo-texnologiya ilmiy tadqiqot instituti, doktorant
E-mail:oybek__oybek@mail.ru
(ORCID-/0009-0002-4456-5647)
Tel: +998 95 313-79-90
Karimov Mas’ud Ubaydulla o’g’li,
Toshkent kimyo-texnologiya ilmiy tadqiqot instituti, t.f.d, professor
G-mail: masudkarimov27@gmail.com
(ORCID- 0000-0001-5063-0914)
Djalilov Abdulahat Turapovich
Toshkent kimyo-texnologiya ilmiy tadqiqot instituti,
O‘zRFA akademigi, k.f.d., professor
E-mail: gup_tniixt@mail.ru

Annotatsiya Mazkur ilmiy ishda 1,3,5-trixlorbenzol asosida polifenilensulfid (PFS) polimerini sintez qilishning yuqori samarali usuli ishlab chiqildi. Tadqiqotda SNAr (nukleofil aromatik almashinish) reaksiyasi asosida yuqori haroratli va aprotonli muhitda PFS polimeri hosil qilindi. Sintez jarayoni sharoitlari, xususan, reaktivlarning nisbati, erituvchi tanlovi va harorat rejimi optimallashtirildi.

Hosil bo‘lgan PFS polimerining molekulyar tuzilmasi FTIR spektral tahlili orqali o‘rganildi. Polimer tarkibida aromatik halqalar va sulfid guruhlarining mavjudligi aniqlanib, uning struktura xususiyatlari tasdiqlandi. Shuningdek, polimerning morfologiyasi va element tarkibi SEM (skanerlovchi elektron mikroskopiya) hamda EDS (energiya dispersiv rentgen spektroskopiyasi) usullari yordamida tahlil qilindi. Tahlil natijalari PFS polimerining g‘ovakli, qatlamli morfologiyaga ega ekanligini va asosiy tarkibiy elementlar sifatida uglerod, oltingugurt, xlor, kislorod va natriy mavjudligini ko‘rsatdi.

Tadqiqot natijalari polifenilensulfid polimerini mahalliy sharoitda yuqori sifatli va termik barqaror material sifatida olish imkoniyatlarini kengaytiradi hamda uning sanoat va muhandislik sohalarida amaliy qo‘llanilish istiqbollarini belgilab beradi.

Kalit so‘zlar: Polifenilensulfid (PFS), 1,3,5-trixlorbenzol, SNAr reaksiyasi, yuqori haroratli sintez, FTIR, SEM, EDS, morfologik tahlil, termik barqarorlik, funksional polimer.

Abstract: This scientific work presents the development of a highly effective method for synthesizing polyphenylene sulfide (PFS) polymer based on 1,3,5-

ISSN 3030-3907

trichlorobenzene. The study employed the SNAr (nucleophilic aromatic substitution) reaction to produce PFS polymer in a high-temperature, aprotic environment. The synthesis process conditions were optimized, particularly focusing on the ratio of reactants, solvent selection, and temperature regime.

The molecular structure of the synthesized PFS polymer was investigated through FTIR spectral analysis. The presence of aromatic rings and sulfide groups in the polymer composition was identified, confirming its structural characteristics. Furthermore, the polymer's morphology and elemental composition were examined using SEM (scanning electron microscopy) and EDS (energy-dispersive X-ray spectroscopy) techniques. The analysis results revealed that the PFS polymer possesses a porous, layered morphology and contains carbon, sulfur, chlorine, oxygen, and sodium as its primary constituent elements.

The research results expand the possibilities of obtaining polyphenylene sulfide polymer as a high-quality and thermally stable material under local conditions and define the prospects for its practical applications in industrial and engineering fields.

Keywords: Polyphenylene sulfide (PPS), 1,3,5-trichlorobenzene, SNAr reaction, high-temperature synthesis, FTIR, SEM, EDS, morphological analysis, thermal stability, functional polymer.

Аннотация. В данной научной работе разработан высокоэффективный метод синтеза полимера полифениленсульфида (ПФС) на основе 1,3,5-трихлорбензола. В исследовании был синтезирован полимер ПФС посредством реакции SNAr (нуклеофильного ароматического замещения) в высокотемпературной и апротонной среде. Оптимизированы условия процесса синтеза, в частности соотношение реагентов, выбор растворителя и температурный режим.

Молекулярная структура полученного полимера ПФС была изучена методом FTIR-спектрального анализа. Было установлено наличие ароматических колец и сульфидных групп в составе полимера, что подтвердило его структурные особенности. Кроме того, морфология и элементный состав полимера были проанализированы методами СЭМ (сканирующая электронная микроскопия) и ЭДС (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия). Результаты анализа показали, что полимер ПФС обладает пористой, слоистой морфологией, а в качестве основных структурных элементов в нем присутствуют углерод, сера, хлор, кислород и натрий.

Результаты исследования расширяют возможности получения полифениленсульфидного полимера в качестве высококачественного и

ISSN 3030-3907

термически стабильного материала в местных условиях, а также определяют перспективы его практического применения в промышленности и инженерных областях.

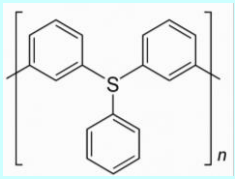
Ключевые слова: полифениленсульфид (ПФС), 1,3,5-трихлорбензол, реакция SNAr, высокотемпературный синтез, FTIR, SEM, EDS, морфологический анализ, термическая стабильность, функциональный полимер

KIRISH

Funksional guruhlarni o‘z ichiga olgan oligo- va poliarilenlarning sintezi va xossalarini o‘rganish bo‘yicha katta hajmdagi eksperimental ma’lumotlar to‘plangan [1, 2]. Poliarilen sulfid shunday istiqbolli polimer materiallardan biri hisoblanadi: u qimmatli xossalar majmuasini namoyon etadi [3−7] va yaqinda tadqiqotchilar tomonidan unga bo‘lgan qiziqish ortib bormoqda [2]. Xususan, termik oksidlanishga yuqori chidamliligi va bir qator noyob xususiyatlarga ega bo‘lgan poliarilen sulfidlarning sintez usullarini ishlab chiqish, xossalarini o‘rganish va ularni qo‘llash imkoniyatlariga qaratilgan tadqiqotlar soni ko‘payib bormoqda [3, 4].

Funksional guruhlarni o‘z ichiga olgan oligomerlar va polimerlar haqida katta hajmdagi eksperimental ma’lumotlar to‘plangan [1, 2]. Polifinilsulfid ana shunday istiqbolli polimer materiallardan biridir: u qimmatbaho xossalar majmuasiga ega [3−7] va yaqinda tadqiqotchilar tomonidan unga bo‘lgan qiziqish ortib bormoqda [2]. Jumladan,polifinilsulfidlarning sintez usullarini ishlab chiqish, xossalarini o‘rganish va ularni qo‘llash imkoniyatlariga qaratilgan tadqiqotlar soni ko‘payib bormoqda.Bu polifinilsulfidlar termik oksidlanishga yuqori chidamlilik va bir qator o‘ziga xos xususiyatlarga ega [3, 4] termik oksidlanishga yuqori chidamliligi va bir qator o‘ziga xos xususiyatlarga ega.

Makromolekulalarning chiziqli tuzilishiga ega bo‘lgan oligomerlar va polifenilen sulfidlar (PPS) uchun sintez usullari va xossalarini o‘rganish eng yaxshi rivojlangan,makromolekulalar:



Bu polimerlarning issiqlikka chidamliligi va termik barqarorligining oshishi nisbatan yuqori. Bundan tashqari, aromatik halqalar orasidagi oltingugurt atomlarining mavjudliginafaqat polimer molekulasini egiluvchan va issiqlik oksidlanishiga chidamli qiladi, balki 300-350°C haroratda PPS tarkibida tuzilma shakllanish jarayonlarini ham ta’minlaydi.polimer molekulasini egiluvchan va

ISSN 3030-3907

chidamli qiladi termik oksidlanish jarayonlarini ta’minlaydi. PPSda 300 - 350°C haroratda struktura hosil bo‘lishi. PPSning ikkita asosiy turi mavjud: yarim kristalli (kristallanish darajasi 40-60%) va amorf ("soxta kristalli"). Yarim kristalli PPS 240°C gacha bo‘lgan haroratlarda uzoq muddat ishlash uchun qo‘llaniladi va yaxshi kimyoviy barqarorlik, yuqori qattiqlik va mustahkamlik, past suv shimuvchanlik hamda yuqori haroratda past siljish xususiyatlari bilan tavsiflanadi. PPSni sintez qilishning bir nechta usullari mavjud. Eng mashhur va eng oddiy usul - yuqori haroratda (275−360°C) digalogenbenzollar va oltingugurtning ishqoriy metall karbonatlari ishtirokida polikondensatsiyasidir [5]. Benzol va sulfidlarning polikondensatsiyasi.PPS hosil qilish uchun sodir bo‘ladi.

$$n\,C_6H_2Cl_3 + n\,Na_2S \xrightarrow[NMP,]{\text{qizdirish}} [-C_6H_2\text{-}S-]_n + 3n\,NaCl$$

Polifenilensulfid (PFS) bu yuqori haroratga, kimyoviy moddalarga va mexanik ta’sirlarga yuqori darajada chidamli bo‘lgan muhim termoplastik polimer hisoblanadi. Uning molekulyar tuzilmasi aril (fenil) halqalar va sulfid (–S–) guruhlarining ketma-ketligidan tashkil topgan bo‘lib, bu tuzilma PFSga o‘ziga xos issiqlik va kimyoviy barqarorlik xususiyatlarini beradi. PFSni sintez qilishning bir nechta usullari mavjud bo‘lsa-da, sanoatda eng keng qo‘llaniladigan usul bu – nukleofil aromatik almashinish (SNAr) reaksiyasi asosida olib boriladigan sintez jarayonidir. 1,3,5-trixlorbenzol aromatik halqada uchta Cl guruhi bor, bu uni SNAr reaksiyasiga yaxshi substrat qiladi. Natriy sulfid (Na_2S) bu S^{2-} ionlarini beradi, ular Cl ni nukleofil almashinish reaksiyasi orqali siqib chiqaradi. N-metilpirolidon (NMP) bu aprotonli qutbli erituvchi bo‘lib, yuqori haroratda reaktsiyani tezlashtiradi, ayniqsa SNAr uchun mos muhitdir. Reaksiya mehanizimini qisqacha tushintiradigan bulsak Nukleofil hujum: S^{2-} ionlari (Na_2S dan hosil bo‘ladi) trixlorbenzoldagi Cl atomlarini aromatik halqadan siqib chiqaradi. Bu halqada elektrofilik markazlar (ortho va para holatdagi Cl lar) SNAr uchun faollikka ega. Polimerizatsiya: Har bir Cl o‘rniga S zanjiri kiradi, va bu orqali monomerlar zanjirlashib, PFS polimerini hosil qiladi.

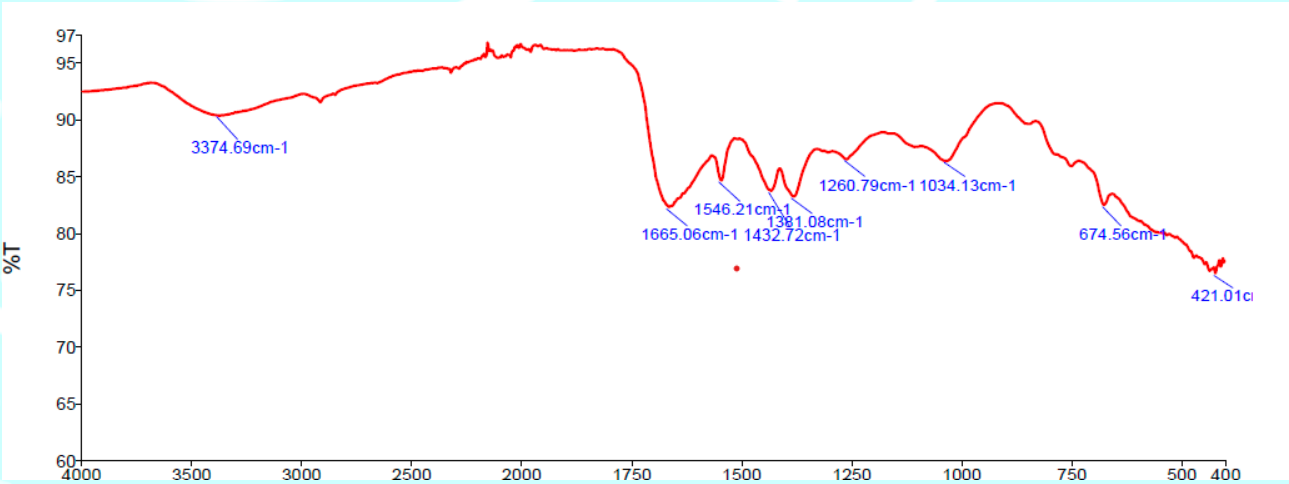
Har bir yangi **C_6H_2S** xosil bulishni boshlagan polifinilsulfid o‘zidagi qolgan Cl atomlar bilan yana S^{2-} bilan reaksiyaga kirishib, keyingi molekulaga ulanadi. Bu orqali zanjir uslubida polimer o‘sib boradi:

$$n\,C_6H_2Cl_3 + n\,Na_2S \rightarrow [-C_6H_2\text{-}S-]_n + 3n\,NaCl$$

ISSN 3030-3907

Ushbu reaksiya orqali polifenilen sulfid (PFS) [-C6H4-S-]n polimeri hosil bo‘ladi.Bu yuqori haroratga va kimyoviy barqarorlika ega polimer bo‘lib muhim texnik material hisoblanadi.quyidagi usular yordamida Sentiz qilingan polifenilen sulfid (PFS) polimerining IR spektir tahlili va Skanerlovchi elektron mikroskop (SEM) va Energiya dispersiv rentgen spektroskopiyasi (EDS) yordamida tahlil qilingan

FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) bu moddalarning kimyoviy tarkibi va molekulyar tuzilishini aniqlashda ishlatiladigan zamonaviy spektroskopik usuldir. U infraqizil (IR) nurlanishdan foydalanib, namunadagi molekulalarning tebranish holatlarini tahlil qiladi. Spektrda har bir pik ma’lum bir bog‘lanmani bildiradi (masalan, O–H, C=O, N–H va h.k.). Har bir funksional guruh (OH, COOH, C≡C, NH_2 va h.k.) o‘ziga xos pik hosil qiladi. To‘lqin soni (cm^{-1}) nur chastotasi, odatda 4000–400 cm^{-1} oralig‘ida o‘lchanadi.



1 rasm Polifinilsulfidning IR spektroskopiyasi tahlili

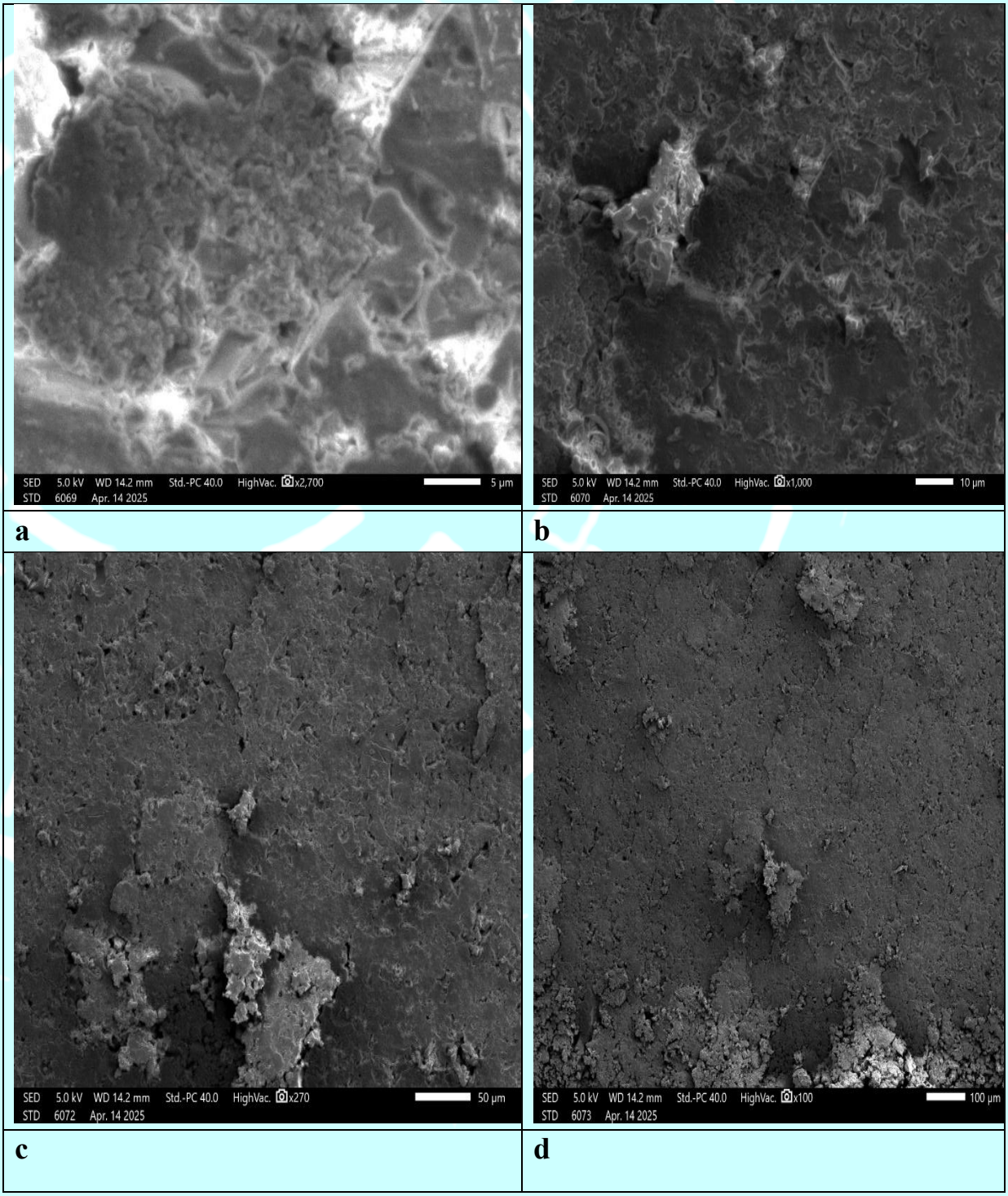
PFS – bu aromatik halqalar (benzol) bilan bog‘langan sulfid (-S-) guruhlardan tashkil topgan polimer. U yuqori issiqlik va kimyoviy barqarorlikka ega bo‘lgan yuqori sifatli plastmassa hisoblanadi.1-dagi yutilish chiziqlarini aromatik halqa (benzol) bog‘lari **1600–1450 cm^{-1}** oralig‘idagi piklar **1546.21 cm^{-1}- 1432.72 cm^{-1}** , bu piklar C=C aromatik tebranishlariga to‘g‘ri keladi.2- dagi yutilish piklarini benzol halqasidagi (C–H) bog‘ining tekislikdan tashqari egilish tebranishlariga tegishli. (C–H) bog‘ining tekislikdagi egilish tebranishlari. **900–700 cm^{-1}** oralig‘ida **674.56 cm^{-1}** Bu benzol halqasidagi tashqi C-H boglarini kurishimiz mukin. 3- dagi yutilish piklarini Sulfid guruhlari **400–500 cm^{-1}** oralig‘i, **421.01 cm^{-1}** Bu C-S yoki S-S bog‘larining tebranishi bo‘lishi mumkin Ushbu yutilish piklarining mavjudligi PFS polimerining molekulyar strukturasida aromatik

ISSN 3030-3907

halqalar bilan bog‘langan sulfid guruhlarining borligini tasdiqlaydi. Natijada, FTIR spektral tahlili polifinilsulfidning tarkibi va tuzilmasiga xos bo‘lgan funksional guruhlarni aniqlashda samarali analitik usul sifatida o‘zini namoyon qildi va dalolat beradi.

Olingan yangi polifinilsulfidning (PFS) morfologiyasini o‘rganishda elektron mikroskopik usullardan foydalanishga katta ahamiyat berilmoqda. Olingan PFS ning g‘ovakli tuzilishining hosil bo‘lish mexanizmi inert suyultiruvchi tabiati va reaksion sistemadagi choklovchi agent miqdori bilan bog‘liq. Bunda PFS ning shakllanish jarayonida polimer zanjirining xalqa tizimi morfologiyasining gomogenligini belgilash asosiy rol o‘ynaydi. PFSning fizik-kimyoviy xususiyatlarini to‘liq tushunish uchun ularning morfologiyasi va tuzilishini chuqur o‘rganish muhim ahamiyat kasb etadi. Skanerlovchi elektron mikroskop (SEM) va Energiya dispersiv rentgen spektroskopiyasi (EDS) yordamida tahlil qilinganda namunalar supero'tkazuvchilar uglerodli yopishqoq lenta ustiga joylashtirildi va platinali plastinka orqali yuqoridan platina changlari sochildi.So’ngra SEM qurilmasiga joylashtrildi. Olingan tasvirlar JEOL kompaniyasining JSM-IT210 modeli yordamida olingan bo‘lib, u Oxford Instruments kompaniyasining InTouchScope™ seriyasiga tegishli bo‘lgan EDS tizimi bilan jihozlangan. Skanerlovchi elektron mikroskopiya (SEM) usuli PFS ning sirt hamda morfologik tuzilishini mikroskopik xususiyatlarini tahlil qilish uchun qo‘llaniladi. SEM tahlili jarayonida turli tezlashtiruvchi kuchlanishda ikkilamchi elektronlarda 5-20 kV qo‘llanilgan bo‘lib, har biri materialning turli jihatlarini o‘rganishga yo‘naltirilgan. Bu kattalashtirish darajalari materialning nozik tuzilishlari, g‘ovaklik darajasi hamda umumiy morfologik xususiyatlarini aniqlash imkonini beradi(1-rasm). (a) 5 µm kattalashtirish darajasida PFSning nozik detallarini, jumladan, g‘ovaklar tizimi va ularning taqsimlanishini aniq ko‘rish mumkin. (b) 10 µm kattalashtirish darajasi materialning yirikroq morfologik elementlarini, masalan, nisbatan katta g‘ovaklar yoki agregatlar mavjudligini aniqlash imkonini beradi. (c) 50 µm kattalashtirish darajasida materialning yirikroq tuzilish xususiyatlari, xususan, zarralar orasidagi bog‘lanishlar kuzatiladi. (d) 100 µm kattalashtirish darajasi esa materialning makroskopik xususiyatlarini, jumladan, katta agregatlarning shakllanishini tahlil qilish imkonini beradi. Sintez qilingan PFS ning SEM tasvirlari qatlamli polimer tuzilishga ega bo‘lib, bu polimer karkaz PFS birikmalariga xos xususiyatdir.

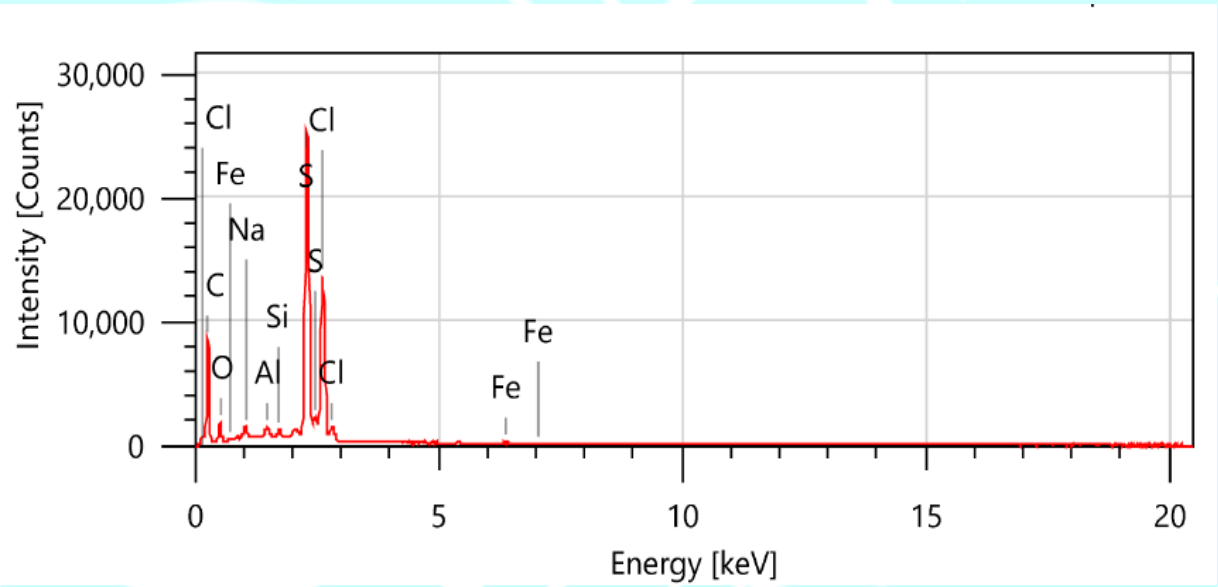
ISSN 3030-3907



1-rasm. $C_6H_2Cl_3$ 1,3,5-trixlorbenzol, oltingugurt S, bilan natriy sulfid (Na_2S) hosil bo‘lgan. PFSning SEM tasvirlari, a) 5 µm b) 10 µm c) 50 µm d) 100 µm kattaliklarda.

Tahlil natijalari asosida spektral tahlilning quyidagi xususiyatlari aniqlandi: C-K(0.15keV), CL-K (0.30 keV), O-K (0.20 keV), S-K (2.3 keV), cho‘qqilar kuzatildi va shu elementlar mavjudligini tasdiqlaydi. Spektrda intensivligi yuqori bo‘lgan CL-K va S-K cho‘qqilari organik karkazli tuzilmani anglatadi.(2-rasm).

ISSN 3030-3907



2-rasm. $C_6H_2Cl_3$ 1,3,5-trixlorbenzol, oltingugurt S, bilan natriy sulfid (Na_2S) hosil bo‘lgan.PFS ning elementlar miqdori

Massaviy foiz bo‘yicha uglerod eng katta ulushga ega (69.61%), undan keyin kislorod (7.52%),oltingugurt (12.59%), va natriy (0.62%) keladi. Atom foiziga ko‘ra ham uglerod eng katta miqdorda (69.61%) mavjud. EDS tahlili PFS tarkibida uglerod, kislorod, oltingugurt va natriy mavjudligini aniqladi, bu esa namunani polimer karkaz (PFS) sifatida tasdiqlaydi.

$C_6H_2Cl_3$ 1,3,5-trixlorbenzol, oltingugurt S bilan natriy sulfid (Na_2S) hosil bo‘lgan PFSning element tahlili natijalari

jadval.

№	Element	Line	Massa %	Atom %
1	Uglerod (C)	K	69,61 ± 0,28	83.28 ± 0,33
2	Kislorod (O)	K	7.52 ± 0,12	6.76 ± 0,11
3	Oltingugurt(S)	K	12.59 ± 0,05	5.64 ± 0,02
4	Natriy(Na)	K	0.62 ± 0,02	0,39 ± 0,01
5	Xlor	K	8.78 ± 0,05	3.56 ± 0,02
Jami:			**100,00**	**100 ,00**

ISSN 3030-3907

Xulosa

Ushbu tadqiqotda 1,3,5-trixlorbenzol asosida polifenilensulfid (PFS) polimerini olishning samarali usuli ishlab chiqildi va sintez jarayonining muhim bosqichlari chuqur tahlil qilindi. Tadqiqotning asosiy yangiligi — bu SNAr (nukleofil aromatik almashinish) mexanizmi asosida yuqori haroratli muhitda, N-metilpirolidon (NMP) erituvchisi ishtirokida PFS polimerining samarali sintez yo‘li taklif etilgani bo‘ldi. Reaksiya natijasida hosil bo‘lgan polimer yuqori issiqlik va kimyoviy barqarorlik xususiyatlariga ega bo‘lib, uning tarkibida aromatik halqalar va –S– guruhlarining mavjudligi FTIR spektral tahlili orqali tasdiqlandi. Shuningdek, sintez qilingan PFS namunalarining morfologik va element tarkibi SEM va EDS usullari yordamida tahlil qilindi.

SEM tasvirlarida PFS polimerining g‘ovakli va qatlamli struktura hosil qilgani, bu esa uning sirt xossalari va qo‘llanilish imkoniyatlari uchun muhim ekanligi ko‘rsatib berildi. EDS natijalari esa polimer tarkibida uglerod, oltingugurt, kislorod va xlor elementlarining mavjudligini aniqlab, sintez jarayonining muvaffaqiyatli amalga oshganini isbotladi. Olingan natijalar PFS polimerining yuqori harorat va agressiv kimyoviy muhitlarga chidamli, mexanik mustahkam, morfologik jihatdan barqaror texnik material sifatida sanoat va ilg‘or muhandislik sohalarida keng qo‘llanilish imkoniyatini namoyon etdi. Ushbu tadqiqot lokal sharoitda yuqori samarali funksional polimerlar sintezining imkoniyatlarini kengaytirishga xizmat qilishi bilan birga, kelgusidagi ilmiy izlanishlar uchun mustahkam nazariy va amaliy asos yaratadi.

Foydalanilgan adabiyotlar ro‘yxati.

1. Zuo, Peiyuan, et al. "Overall investigation of poly (phenylene sulfide) from synthesis and process to applications—a review." Macromolecular Materials and Engineering 304.5 (2019): 1800686.
2. Михайлин Ю. А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы. – 2006.
3. СЕРГЕЕВ, ВЛАДИМИР АЛЕКСАНДРОВИЧ, et al. "Способ получения полифениленсульфидов." (1985).
4. Edmonds, Jr James T., and Jr Harold Wayne Hill. "Production of polymers from aromatic compounds." U.S. Patent No. 3,354,129. 21 Nov. 1967.
5. Liu T. et al. Microstructure and properties of microcellular poly (phenylene sulfide) foams by Mucell injection molding //Polymer-Plastics Technology and Engineering. – 2013. – Т. 52. – №. 5. – С. 440-445

ISSN 3030-3907

6. Stoeffler K. et al. Polyphenylene sulfide (PPS) composites reinforced with recycled carbon fiber //Composites Science and Technology. – 2013. – Т. 84. – С. 65-71.
7. Pimenta S., Pinho S. T. Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications: Technology review and market outlook //Waste management. – 2011. – Т. 31. – №. 2. – С. 378-392.
8. Deng J. et al. Thermal aging effects on the mechanical behavior of glass-fiber-reinforced polyphenylene sulfide composites //Polymers. – 2022. – Т. 14. – №. 7. – С. 1275
9. Lenz R. W., Handlovits C. E., Smith H. A. Phenylene sulfide polymers. III. The synthesis of linear polyphenylene sulfide //Journal of Polymer Science. – 1962. – Т. 58. – №. 166. – С. 351-367
10. Султонов О.К Каримов М.У., Джалилов А.Т Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2025. 4(133). URL: https://7universum.com/ru/tech/archive/item/19728 (дата обращения: 28.04.2025).
11. Исмаилов Ф. С. и др. ИСПЫТАНИЕ НА ПРОЧНОСТЬ БЕТОННЫХ СМЕСЕЙ С ДОБАВЛЕНИЕМ СУПЕРПЛАСТИФИКАТОРОВ И БАЗАЛЬТОВОЙ ФИБРЫ //Universum: технические науки. – 2024. – Т. 6. – №. 10 (127). – С. 15-18
12. Пат. SU 816134. Способ получения полифениленсульфидов/Сергеев В.А., Неделькин В.И., Андрианова О.Б., Денисова М.С., Ливен А.В., Юнников В.В.1985. Т. 49. № 6. С. 3-10.

ISSN 3030-3907