ШОЛИ ПЎСТЛОҒИДАН ОЛИНГАН МЕЗОҒОВАКЛИ СИЛИКАТ МАТЕРИАЛЛАРНИНГ КОЛЛОИД-ДИСПЕРС ХОССАЛАРИГА СИНТЕЗ МУҲИТИ pH ИНИНГ ТАЪСИРИ

Жумаева Дилноза Жураевна
Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Умумий ва ноорганик кимё институти
E-mail: dilnozaxonjumaeva@gmail.com
Барноева Сайёра Бобомуродовна
Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Умумий ва ноорганик кимё институти
E-mail: barnoevasayyora@gmail.com
Ахророва Раъно Олим қизи
Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Умумий ва ноорганик кимё институти
E-mail: ahrorova.rano@mail.ru
Жолдасбаева Гулжахон Майрамбай қизи
Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Умумий ва ноорганик кимё институти
E-mail: joldasbaevaguljahan@gmail.com
Аллашукурова Сарвиноз Учқун қизи
Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Умумий ва ноорганик кимё институти, Тошкент, Ўзбекистон

Аннотация. Маҳаллий агросаноат чиқиндиси - шоли пўстлоғидан ажратиб олинган кремний диоксиди асосида тетраэтиламмоний гидроксид (ТЕАОН) иштирокида мезоғовакли силикат материаллар синтез қилинди ва синтез муҳити pHнинг уларнинг коллоид-дисперс хусусиятларига таъсири баҳоланди. Намуналар муҳит pH 4, 6 ва 9 шароитларида олиниб, дисперс ҳолати динамик ёруғлик сочилиши (DLS) усулида Litesizer 500 қурилмасида 25 °C да ўрганилди. MCM-I ва MCM-II намуналари учун гидродинамик диаметр, полидисперслик кўрсаткичи, интерсепт, сочилиш интенсивлиги ва диффузия коэффициенти қиёсий таҳлил қилинди. Муҳит pH 6 да гидродинамик диаметр MCM-I учун 465,88 нм, MCM-II учун 394,12 нм ни ташкил этди. Муҳит pH 9 да эса MCM-I учун 961,40 нм гача ўсиш ва MCM-II учун 381,13 нм қиймат қайд этилди. Натижалар синтез муҳити pHи силикат заррачаларининг конденсацияси ва агрегатланиш ҳолатини бошқарувчи муҳим технологик параметр эканини кўрсатди.

Калит сўзлар: шоли пўстлоғи, кремний диоксиди, мезоғовакли силикат, тетраэтиламмоний гидроксид, динамик ёруғлик сочилиши, гидродинамик диаметр, агрегатланиш, pH.

Аннотация. Мезопористые силикатные материалы синтезированы на основе диоксида кремния, выделенного из местного агропромышленного отхода - рисовой шелухи, с использованием гидроксида тетраэтиламмония (ТЕАОН). Исследовано влияние pH среды синтеза (4, 6 и 9) на коллоидно-дисперсное состояние материалов методом динамического рассеяния света

ISSN 3030-3907

(DLS) при 25 °C. Для образцов MCM-I и MCM-II сопоставлены гидродинамический диаметр, показатель полидисперсности, интерсепт, интенсивность рассеяния и коэффициент диффузии. При pH 6 гидродинамические диаметры составили 465,88 и 394,12 нм соответственно; при pH 9 - 961,40 и 381,13 нм. Полученные данные подтверждают, что pH является одним из ключевых параметров, определяющих конденсацию и агрегацию силикатных частиц.
Ключевые слова: рисовая шелуха, диоксид кремния, мезопористый силикат, гидроксид тетраэтиламмония, динамическое рассеяние света, гидродинамический диаметр, агрегация, pH.
Abstract. Mesoporous silica materials were synthesized from silica recovered from rice husk, a locally available agro-industrial residue, using tetraethylammonium hydroxide (TEAOH). The effect of synthesis-medium pH (4, 6, and 9) on the colloidal and dispersive state of the products was evaluated by dynamic light scattering (DLS) at 25 °C. Hydrodynamic diameter, instrumental polydispersity, intercept, scattering intensity, and diffusion coefficient were compared for MSM-I and MSM-II samples. At pH 6, the hydrodynamic diameters were 465.88 and 394.12 nm, respectively, whereas at pH 9 they were 961.40 and 381.13 nm. The results show that synthesis pH is a key process variable governing condensation and aggregation of silica particles derived from rice-husk feedstock.
Keywords: rice husk, silica, mesoporous silica, tetraethylammonium hydroxide, dynamic light scattering, hydrodynamic diameter, aggregation, pH.

КИРИШ.

Агросаноат чиқиндиларини қайта ишлаш орқали юқори қўшилган қийматга эга функционал материаллар олиш ресурс тежамкор кимёвий технологияларнинг долзарб йўналишларидан бири ҳисобланади. Шолини саноат миқёсида қайта ишлаш жараёнида катта миқдорда пўстлоқ чиқиндиси ҳосил бўлади. Унинг минерал таркиби кремний бирикмаларига бой бўлганлиги сабабли, шоли пўстлоғи ва унинг кули юқори дисперсли кремний диоксиди (SiO_2) олиш учун истиқболли маҳаллий хомашё манбаи ҳисобланади. [1-3]. Шоли пўстлоғи асосидаги кремний диоксидини функционал материалларга айлантириш чиқиндиларни утилизация қилиш билан бир қаторда, янги сорбцион ва ташувчи материаллар олиш имконини беради.

Мезоғовакли силикатлар катта нисбий сирт майдони, ривожланган ғовак структураси ва сиртдаги силанол (Si-OH) гуруҳлари туфайли сорбция,

ISSN 3030-3907

катализ ва ажратиш жараёнларида муҳим материаллар синфи ҳисобланади [4,5]. Бироқ, уларнинг амалий самарадорлиги фақат текстуравий кўрсаткичлар билан эмас, балки суюқ муҳитдаги дисперс ҳолати, агрегатланиш даражаси ва заррача ўлчамларининг тақсимоти билан ҳам белгиланади. Шу нуқтаи назардан динамик ёруғлик сочилиши (DLS) усули гидродинамик ўлчам ва дисперсия ҳолатини баҳолаш учун қулай инструментал усул ҳисобланади.

Муаллифларнинг аввалги ишларида шоли пўстлоғи кулининг фазавий таркиби, ундан SiO_2 ажратиб олишни мақбуллаштириш ва кремний диоксиди асосидаги сорбентларнинг адсорбцион хусусиятлари ўрганилган [6-8]. Мазкур ишда ушбу йўналиш давом эттирилиб, синтез муҳити pHининг силикат заррачаларининг коллоид-дисперс ҳолатига таъсирига эътибор қаратилди. Тадқиқотнинг мақсади эса шоли пўстлоғидан олинган кремний диоксиди асосида TEAOH иштирокида синтез қилинган MCM-I ва MCM-II намуналарининг pH 4, 6 ва 9 шароитларида шаклланган дисперс хусусиятларини DLS параметрлари орқали қиёсий баҳолашдан иборат.

МАТЕРИАЛЛАР ВА ТАДҚИҚОТ УСУЛЛАРИ.

Тадқиқот ишида бошланғич кремний манбаи сифатида шоли пўстлоғидан ажратиб олинган кремний диоксиди қўлланилди. Силикат прекурсорини тайёрлаш учун SiO_2 ва Na_2CO_3 1:1,17 моль нисбатда аралаштирилиб, 1100 °C да муфель печида қиздирилди. Натижада, натрий силикат асосидаги шиша масса ҳосил қилинди:

$$Na_2CO_3 + SiO_2 \rightarrow Na_2SiO_3 + CO_2\uparrow$$

Олинган шиша масса асосида 6% ли Na_2SiO_3 эритмаси тайёрланди. Бунда 48 г маҳсулот 752 г дистилланган сувда 90-100 °C да тўлиқ эригунча аралаштирилди ва эритма фильтрланди. Кейин натрий силикат эритмаси тетраэтиламмоний гидроксид (TEAOH) билан 40 °C да 30 дақиқа давомида магнитли аралаштиргичда аралаштирилди. TEAOH структура тузилишни йўналтирувчи органик агент сифатида қўлланилди:

$$[(C_2H_5)_4N]OH \rightleftharpoons [(C_2H_5)_4N]^+ + OH^-$$

Силикат турларининг протонланиши ва кремний кислотасининг шаклланишини бошқариш учун сирка кислотаси томчилатиб қўшилди. Жараённи қуйидаги умумлаштирилган тенглама билан ифодалаш мумкин:

$$Na_2SiO_3 + 2CH_3COOH + H_2O \rightarrow Si(OH)_4 + 2CH_3COONa$$

Кейинги босқичда кремний кислотасининг конденсацияси орқали Si-O-Si боғлари ва гел фазаси шаклланди. pHни зарур қийматга келтириш учун аммиакнинг сувли эритмасидан фойдаланилди, намуналар муҳит pHининг 4, 6 ва 9 шароитларида тайёрланди. Фильтрлаш ва ювишдан кейин маҳсулот 25 °C ҳароратда қуритилди, сўнг органик темплатни чиқариш ва ғовак

ISSN 3030-3907

структурани барқарорлаштириш мақсадида 400 °C ҳароратда 2 соат кальцинация жараёни олиб борилди.

Тадқиқотда икки намуна серияси MCM-I ва MCM-II белгилари билан шартли белгилаб келтирилди. Уларнинг дисперс ҳолати Litesizer 500 қурилмасида динамик ёруғлик сочилиши (DLS) усулида 25 °C да ўрганилди. Ўлчовларда гидродинамик диаметр, инструментал полидисперслик кўрсаткичи, интерсепт, базавий фон, ўртача ва мутлақ сочилиш интенсивлиги, фит хатоси ҳамда диффузия коэффициенти қайд этилди. pH 6 ва 9 намуналари учун интенсивлик тақсимотининг D10, D50 ва D90 кўрсаткичлари ҳам таҳлил қилинди.

НАТИЖАЛАР ВА МУҲОКАМА.

Синтез муҳити pHи ўзгариши MCM-I ва MCM-II намуналарининг гидродинамик ўлчами ва агрегатланиш хусусиятига сезиларли таъсир кўрсатди. DLS бўйича асосий натижалар 1-жадвалда умумлаштирилган ҳолда келтирилган. Қийматлар қурилма ҳисоботидаги сонларнинг ортиқча рақамларини камайтирган ҳолда, таққослаш учун етарли аниқликда берилди.

1-жадвал

MCM-I ва MCM-II намуналарининг DLS бўйича асосий кўрсаткичлари

pH	Намуна	Гидродинамик диаметр, нм	Полидисперслик, %	Интерсепт	Диффузия коэффициенти, мкм²/с
4	MCM-I	486,34	73,28	0,855	1,009
4	MCM-II	519,30	129,36	0,734	0,945
6	MCM-I	465,88	27,00	0,853	1,053
6	MCM-II	394,12	37,05	0,865	1,245
9	MCM-I	961,40	34,90	0,840	0,510
9	MCM-II	381,13	34,64	0,874	1,287

Муҳит pH 4 шароитида MCM-I ва MCM-II учун гидродинамик диаметр мос равишда 486,34 ва 519,30 нм ни ташкил этди. MCM-II да гидродинамик ўлчам бироз каттароқ бўлди ва полидисперслик кўрсаткичи юқори қиймат қайд этди. Шу билан бирга, интерсепт MCM-I учун 0,855, MCM-II учун 0,734 бўлди. Интерсепт DLS корреляция сигнали сифати кўрсаткичи бўлгани учун уни заррачалар морфологиясининг бевосита мезони сифатида талқин қилиш

ISSN 3030-3907

тўғри эмас. pH 4 даги натижалар ҳар икки суспензияда субмикрон агрегатлар мавжудлигини кўрсатади.

Муҳитнинг pH 6 шароитида гидродинамик ўлчам ҳар икки серияда камайди. Бунда MCM-I учун 465,88 нм, MCM-II учун 394,12 нм га тенглиги аниқланди. Айниқса, MCM-II намунасида ўлчамнинг 400 нм дан паст бўлиши ва диффузия коэффициентининг 1,245 мкм²/с гача ошиши заррачаларнинг pH 4 ва pH 9 даги айрим ҳолатларга нисбатан майдароқ дисперс ҳолатда эканини кўрсатади. Бу натижа pH 6 шароитида силикат турларининг конденсация ва агрегатланиш жараёнлари нисбатан мувозанатланган бўлиши мумкинлигини кўрсатади, бироқ бундай механизмни тўлиқ тасдиқлаш учун зета-потенциал ва текстуравий таҳлиллар талаб этилади.

Муҳит pH 9 да намуналар ўртасида энг катта фарқ кузатилди. MCM-I нинг гидродинамик диаметри 961,40 нм гача ошди, диффузия коэффициенти эса 0,510 мкм²/с гача пасайди. Бу ҳолат йирик агрегатлар шаклланганини кўрсатади. MCM-II эса pH 9 да 381,13 нм гидродинамик диаметр ва 1,287 мкм²/с диффузия коэффициенти билан нисбатан майда дисперс ҳолатни сақлади. Демак, бир хил pH шароитида ҳам намуна сериялари ўртасида агрегатланиш кинетикаси ва структура ҳосил бўлиш жараёни турлича кечган.

ISSN 3030-3907



1-расм. pH 4, 6 ва 9 шароитларида MCM-I ва MCM-II намуналарининг DLS натижалари (Litesizer 500 қурилмаси экран маълумотлари).

Интенсивлик тақсимотининг қўшимча кўрсаткичлари муҳит pH 6 ва 9 шароитлари учун 2-жадвалда келтирилган. pH 6 да MCM-I ва MCM-II учун D50 мос равишда 373,37 ва 353,23 нм, D90 эса 471,99 ва 426,27 нм ни ташкил этди. Бу қийматлар иккала намунада ҳам нисбатан яқин тақсимотни кўрсатади.

2-жадвал.

Муҳит pH 6 ва pH 9 да интенсивлик тақсимотининг қўшимча кўрсаткичлари

pH	Намуна	Чўққи, нм	D10, нм	D50, нм	D90, нм	(D90-D10)/D50
6	MCM-I	389,55	306,81	373,37	471,99	0,442
6	MCM-II	331,52	272,00	353,23	426,27	0,437

ISSN 3030-3907

pH	Намуна	Чўққи, нм	D10, нм	D50, нм	D90, нм	(D90-D10)/D50
9	MCM-I	390,65	303,97	404,38	6514,03	15,357
9	MCM-II	332,87	246,27	313,57	405,03	0,506

Муҳит pH 9 да MCM-I намунаси учун D90 қийматининг 6514,03 нм гача кескин ортиши ва (D90–D10)/D50 нисбатининг 15,357 га тенг бўлиши заррача ўлчамлари тақсимотида йирик агрегатлар улушининг ортиши ва юқори ўлчамли фракциянинг сезиларли кенгайишини кўрсатади. MCM-II да эса D90 405,03 нм ва ушбу нисбат 0,506 бўлиб, тақсимот анча тор сақланган. Шу сабабли муҳит pH 9 да фақат ўртача гидродинамик диаметрга эмас, балки тақсимотнинг юқори фракциясига ҳам эътибор бериш муҳим.

Олинган натижалар муҳит pH таъсирини бир йўналишли жараён сифатида талқин қилиш мумкин эмаслигини кўрсатади. pH қийматининг ўзгариши силикат турларининг протонланиш–депротонланиш мувозанатини, Si–O–Si конденсация жараёни кинетикасини ва заррачалараро ўзаро таъсир характерини белгилайди. Муҳит pH 6 шароити иккала серияда ҳам нисбатан кичик гидродинамик ўлчамлар билан тавсифланди, муҳит pH 9 да эса MCM-I учун кескин агрегатланиш қайд этилди. Бу натижалар шоли пўстлоғи асосидаги силикат материаллар синтезида pHни аниқ назорат қилиш маҳсулотнинг кейинги сорбцион, катализатор ташувчиси ёки бошқа дисперс тизимлардаги технологик хоссаларини бошқариш учун муҳимлигини кўрсатади.

ХУЛОСА.

Шоли пўстлоғидан олинган SiO_2 асосида TEAOH иштирокида мезоғовакли силикат материаллар синтез қилиниб, муҳит pH 4, 6 ва 9 шароитларида уларнинг коллоид-дисперс хусусиятлари DLS усулида қиёсий баҳоланди. Муҳит pH 6 шароитида MCM-I ва MCM-II учун гидродинамик диаметр 465,88 ва 394,12 нм ни ташкил этиб, pH 4 даги 486,34 ва 519,30 нм қийматларга нисбатан камайди.

Муҳит pH 9 да сериялар ўртасида энг кескин фарқ кузатилди. Яъни, MCM-I учун гидродинамик диаметр 961,40 нм гача ўсди ва D90 6514,03 нм ни ташкил этди. MCM-II учун эса гидродинамик диаметр 381,13 нм бўлиб қолди. Бу MCM-I да йирик агрегатлар шаклланганини, MCM-II да эса нисбатан майда дисперс ҳолат сақланганини кўрсатади.

Шундай қилиб, синтез муҳити pHи шоли пўстлоғи асосидаги силикат материалларда конденсация ва агрегатланиш жараёнларини бошқарувчи муҳим технологик омил ҳисобланади. Кейинги тадқиқотларда pH таъсирини зета-потенциал, BET, SEM/TEM ва XRD натижалари билан боғлаш материал

ISSN 3030-3907

тузилиши - коллоид ҳолати - функционал хусусиятлари ўртасидаги боғлиқликни чуқурроқ асослаш имконини беради.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР

1. Korobochkin V.V., Tu N.V., Hieu N.M. Production of activated carbon from rice husk Vietnam. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. 2016;43(1).
2. Назарова Ю.П., Захаров А.И. Пигмент на основе золы рисовой шелухи. Успехи в химии и химической технологии. 2018;32(2).
3. Кутищева Е.С., Усолцева И.О., Передерин Ю.В. Способы получения высокодисперсного диоксида кремния. Ползуновский вестник. 2021;(2):188-193.
4. Kouznetsova T.F., Kopysh Ye.A., Kulbitskaya L.V., Jumaeva D.J. Textural properties of ordered nanoporous silica synthesized on mesogenic template. Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus, Chemical Series. 2023;59(2):125-138. doi:10.29235/1561-8331-2023-59-2-125-138.
5. Jumaeva D., Akhrorova R., Barnoeva S., Kodirov O., Raximov U. Study of adsorption isotherms of polar and non-polar molecules on silica adsorbents. Scientific and Technical Journal of Namangan Institute of Engineering and Technology. 2023;8(4):144-151.
6. Жумаева Д.Ж., Ахророва Р.О., Барноева С.Б., Тошов Х.С. Технология получения чистого диоксида кремния. Наука молодых - Наука будущего: III Международная научно-практическая конференция. Петрозаводск, 2023. Ч.2. С.233-238.
7. Жумаева Д.Ж., Ахророва Р.О., Барноева С.Б., Зарипбаев К.Ш., Ҳайдаров Б.Х. Рентгенофазовый анализ золы рисовой шелухи. Universum: химия и биология. 2026;3(141):40-49. doi:10.32743/UniChem.2026.141.3.22134.
8. Жумаева Д.Ж., Ахророва Р.О., Барноева С.Б., Зарипбаев К.Ш., Ҳайдаров Б.Х. Оптимизация извлечения SiO_2 из золы рисовой шелухи. Universum: химия и биология. 2026;3(141):35-39. doi:10.32743/UniChem.2026.141.3.22122.

ISSN 3030-3907