

ISSN 2091-5527  
№ 3/2025

Ўзбекистон

# **K**ompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Ўзбекский научно-технический и производственный журнал  
**Композиционные материалы**

УДК 661.183.2:620.193

**СИНТЕЗ, ИДЕНТИФИКАЦИЯ И МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ НАНОКОМПОЗИТА O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO**

Сидрасулиева Г.Б., Каттаев Н.Т., Акбаров Х.И.

*Национальный университет Узбекистана имени Мирзо Улугбека*

**Аннотация.** В данной работе представлены результаты синтеза нанокompозита на основе кислород-допированного графитоподобного углеродного нитрида (O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) и оксида цинка (ZnO), а также исследования его структурных и морфологических свойств. Композит был охарактеризован методами ИК-спектроскопии, рентгенофазового анализа (XRD) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Полученные данные подтвердили наличие обеих фаз и показали равномерное распределение частиц ZnO по поверхности слоистой матрицы O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

**Ключевые слова:** графитоподобный углеродный нитрид, оксид цинка, фотокатализатор, морфология поверхности, рентгенофазовый анализ, нанокompозит, ИК-спектроскопия.

**I. Введение.** Современный этап развития мировой экономики сопровождается не только интенсивным ростом населения, но и обострением энергетических и экологических проблем. Дефицит энергоресурсов и усиление загрязнения окружающей среды привлекают всё большее внимание научного сообщества [1–2]. Особую опасность представляют промышленные сточные воды, образующиеся при производстве красителей, бумаги и кожевенной продукции. Эти отходы содержат токсичные и канцерогенные соединения, которые оказывают негативное влияние на экосистемы и здоровье человека. В связи с этим разработка эффективных методов очистки сточных вод становится одной из ключевых задач в области экологической безопасности [3].

В настоящее время для очистки сточных вод применяют различные физико-химические методы, такие как химическое осаждение, биологическая очистка, ионный обмен, мембранное разделение, ультразвуковое разложение, электрокоагуляция, адсорбция, фотокатализ [4–5]. Среди этих методов особое внимание привлекают фотокатализаторы, поскольку они обеспечивают высокую эффективность и экологичность при разложении органических загрязнителей в водных средах [6]. В связи с этим разработка новых фотокаталитических материалов, способных активироваться под действием солнечного света, представляет собой перспективное направление в очистке окрашенных сточных вод.

Среди различных фотокаталитических материалов особый интерес представляет графитоподобный нитрид углерода (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Его уникальная слоистая структура, образованная sp<sup>2</sup>-гибридованными атомами углерода и азота, сочетает в себе несколько ключевых преимуществ: доступность сырья и низкая стоимость синтеза, экологическая

безопасность (нетоксичность), высокая химическая и термическая стабильность, полупроводниковые свойства n-типа, обеспечивающие эффективное поглощение видимого света [7].

Однако, несмотря на эти достоинства, фотокаталитическая активность g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> требует дальнейшего повышения. Наиболее перспективными направлениями модификации материала являются:

– функционализация наноразмерными металлами и неметаллами для усиления светопоглощения в видимой области спектра.

– создание композитных структур с оксидами металлов, способствующих эффективному разделению фотоиндуцированных зарядов.

– детальное исследование физико-химических свойств модифицированных материалов для установления взаимосвязи между их структурой и каталитической активностью.

Эти подходы открывают новые возможности для разработки высокоэффективных фотокатализаторов на основе g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, пригодных для очистки сточных вод под действием солнечного излучения.

**Целью исследования** является синтез нанокompозита на основе кислород-допированного графитоподобного нитрида углерода (O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) и оксида цинка, полученного из местного вторичного сырья (отработанного катализатора ГИАП-10), с последующей идентификацией и анализом морфологии поверхности.

**II. Экспериментальная часть.** *Синтез O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO композита.* Синтез O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> проводили путём кальцинации 10 г меламина при 550°C в течение 4 часов в муфельной печи для получения графитоподобного нитрида углерода (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Полученный продукт диспергировали в 50 мл дистиллированной воды

и подвергали ультразвуковой обработке (50 кГц) в течение 6 часов для получения окисленной формы фотокатализатора (O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) [8-9].

Приготовление раствора ZnO-прекурсора осуществляли добавлением в полученную суспензию O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> раствора нитрата цинка (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O), синтезированного из местных промышленных отходов (катализатор марки ГИАП-10) [10]. Полученную смесь интенсивно перемешивали в течение 30 минут для обеспечения гомогенного распределения компонентов.

Гидротермальный синтез композита проводили путём помещения реакционной смеси в тefлоновый автоклав объёмом 100 мл с последующей герметизацией. Гидротермальную обработку осуществляли при 180°C в течение 12 часов. После охлаждения осадок тщательно промывали

дистиллированной водой (трижды) для удаления побочных продуктов, затем сушили при 60°C в течение 24 часов.

Термическая обработка включала вторичную кальцинацию полученного порошка при 400°C в течение 2 часов в присутствии воздуха, что способствовало улучшению кристалличности и стабилизации структуры конечного композита O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO.

Методика синтеза характеризуется использованием местного сырья (промышленных отходов Республики Узбекистан), двухэтапной термической обработкой для оптимальной структурной организации, а также экологичностью за счёт минимизации использования токсичных реагентов. Гидротермальный синтез обеспечил получение однородного материала с контролируемой морфологией (рис. 1).

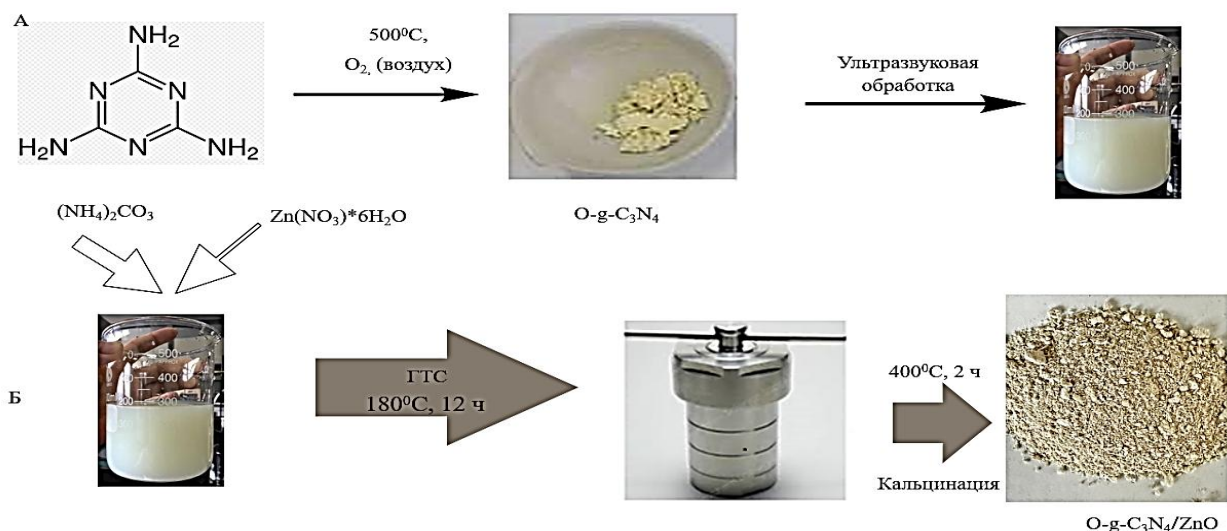


Рис. 1. Схема синтеза O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO нанокompозита

*Идентификация полученного образца.* Для идентификации полученного композита были использованы современные физико-химические методы анализа. Идентификация проводилась с применением метода Фурье-инфракрасной спектроскопии (FTIR). ИК-спектры регистрировались на спектрометре Nicolet iS50 (Thermo Scientific, США) в диапазоне 400–4000 см<sup>-1</sup>, с использованием алмазного кристалла с глубиной проникновения излучения около 2 мкм при угле падения 45°. Образцы исходных веществ и фотокатализатора были приготовлены в виде прессованных таблеток с KBr.

Рентгенофазовый анализ (XRD) проводился на порошковом дифрактометре X-Pert Pro (Malvern Panalytical, Нидерланды) с использованием излучения CuKα (длина волны λ = 1,54056 Å). Съёмка проводилась в интервале 10–80°, с шагом сканирования 0,01° и временем экспозиции 1 секунда на шаг.

Структурно-морфологические характеристики образцов исследовались с использованием сканирующего электронного микроскопа Zeiss EVO MA (Carl Zeiss, Германия). Элементный состав определяли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) с применением анализатора INCA Energy 300 (Oxford Instruments, Великобритания).

**III. Результаты и их обсуждение.** С целью подтверждения состава и функциональных групп в синтезированном нанокompозите O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO была проведена идентификация с использованием метода Фурье-инфракрасной спектроскопии (FTIR). На полученном спектре наблюдаются характерные полосы, соответствующие как структуре графитоподобного углеродного нитрида, так и наличию оксида цинка.

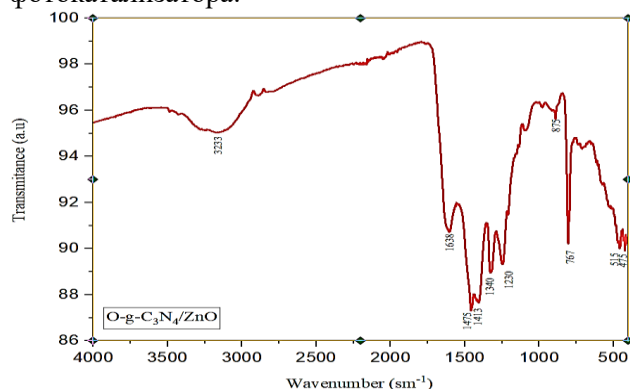
Широкая интенсивная полоса, расположенная в области 3333 см<sup>-1</sup>, обусловлена наложением валентных колебаний

групп  $-\text{NH}$ ,  $-\text{NH}_2$  и  $-\text{OH}$ . Это может быть связано с остаточными аминогруппами в структуре  $\text{C}_3\text{N}_4$ , присутствием сорбированной воды и/или гидроксильных групп на поверхности композита.

В диапазоне  $1638\text{--}1230\text{ см}^{-1}$  фиксируется серия характерных полос, которые относятся к колебаниям триазиновых и гетероциклических структур. В частности, полоса при  $1638\text{ см}^{-1}$  соответствует деформационным колебаниям  $-\text{NH}_2$ -групп и/или валентным колебаниям  $\text{C}=\text{N}$  в структуре триазинового кольца. Пики при  $1475$ ,  $1411$ ,  $1349$  и  $1230\text{ см}^{-1}$  могут быть отнесены к валентным колебаниям связей  $\text{C}-\text{N}$  и  $\text{C}=\text{N}$  в гетероциклической матрице графитоподобного нитрида.

Полосы при  $875$  и  $707\text{ см}^{-1}$  обусловлены деформационными колебаниями триазинового кольца и, возможно, изгибами  $\text{N}-\text{H}$ -связей, подтверждая сохранение структуры исходного  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4$  в составе композита. Наиболее значимые полосы в области  $515$  и  $475\text{ см}^{-1}$  соответствуют колебаниям  $\text{Zn}-\text{O}$ , что указывает на присутствие наночастиц оксида цинка в структуре композита.

Таким образом, FTIR-спектральный анализ подтверждает успешное формирование нанокompозита  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$  без разрушения основной структуры графитоподобного углеродного нитрида, а также демонстрирует присутствие функциональных групп, характерных для оксида цинка. Это свидетельствует о высоком качестве полученного материала и возможности его дальнейшего применения в качестве фотокатализатора.



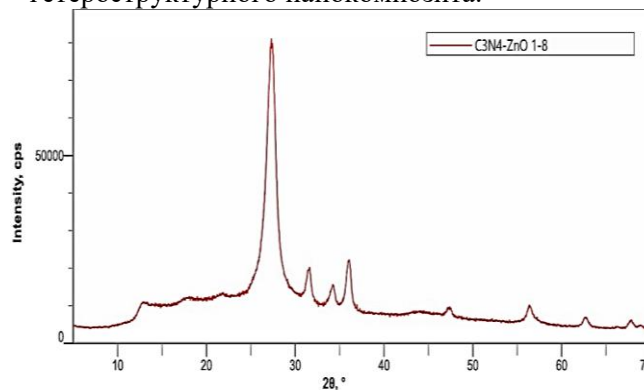
**Рис. 2. Фурье-ИК-спектр  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$  нанокompозита**

*Рентгенофазовый анализ нанокompозита  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$ .* Для подтверждения фазового состава и кристалличности синтезированного композита  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$  был проведён рентгенофазовый анализ (XRD). На полученной дифрактограмме (рис. 3) отчётливо фиксируются дифракционные пики, характерные как для углеродного нитрида, так и для оксида цинка.

Наиболее интенсивный пик, наблюдаемый при  $2\theta \approx 27,4^\circ$ , соответствует плоскости (002) и указывает на наличие графитоподобной слоистой структуры  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4$ , связанной с регулярной укладкой триазиновых фрагментов вдоль  $c$ -оси. Слабо выраженное плечо в области  $2\theta \approx 13^\circ$  может быть отнесено к плоскости (100) и свидетельствует о частичном внутрислоевом порядке в структуре углеродного нитрида.

Кроме того, в дифрактограмме присутствуют дополнительные резкие пики при  $2\theta \approx 31,8^\circ$ ,  $34,4^\circ$ ,  $36,2^\circ$ ,  $47,5^\circ$  и  $56,6^\circ$ , которые относятся к плоскостям (100), (002), (101), (102) и (110) кристаллической фазы  $\text{ZnO}$  с гексагональной вюрцитной структурой. Эти пики хорошо согласуются с данными стандартной карточки JCPDS №36-1451 для  $\text{ZnO}$  и подтверждают присутствие в композите нанокристаллического оксида цинка.

Таким образом, полученные данные XRD анализа подтверждают формирование двухфазного композитного материала, состоящего из структурно организованного  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4$  и высококристаллического  $\text{ZnO}$ . Отсутствие дополнительных непредвиденных пиков указывает на чистоту фаз и отсутствие образования побочных продуктов, что подтверждает успешный синтез гетероструктурного нанокompозита.



**Рис. 3. Дифрактограмма  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$  нанокompозита**

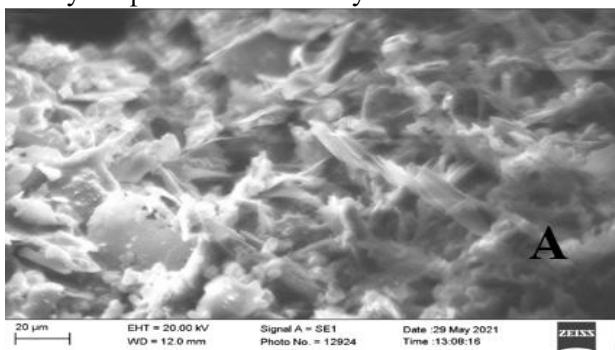
*Морфологический и структурный анализ поверхности нанокompозита  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$ .* В рамках проведённого исследования для анализа морфологии поверхности и структурных особенностей синтезированного нанокompозита  $\text{O-g-C}_3\text{N}_4/\text{ZnO}$  были использованы методы сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS).

На рис. 4 представлены СЭМ-микрoграфии поверхности нанокompозита, а также соответствующий EDS-спектр. Эти данные позволяют получить информацию о морфологии, распределении частиц и элементном составе композита. Методика применения СЭМ и EDS обеспечивает

визуализацию наноструктурной организации материала и подтверждает наличие основных элементов, соответствующих компонентам композита.

*Морфология поверхности O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> по данным СЭМ.* Для исследования морфологических особенностей синтезированного графитоподобного углеродного нитрида, допированного кислородом (O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), была проведена сканирующая электронная микроскопия (СЭМ).

*Морфология O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> по данным СЭМ.* Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) показала, что синтезированный O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> обладает характерной многослойной листовой морфологией [7-8]. Поверхность материала имеет рыхлую, волокнисто-пластинчатую структуру с хорошо выраженными складками и неровностями, способствующими увеличению удельной поверхности. Отдельные листы имеют толщину порядка 40–80 нм, а их длина и ширина находятся в пределах 500–800 нм. Наблюдаемая микротекстура указывает на высокий уровень дисперсности материала и потенциально высокую фотокаталитическую активность за



счёт облегчённого переноса носителей заряда и увеличенной площади контакта с реагентами (рис.4а).

*Морфология O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO по данным СЭМ.* После введения наночастиц ZnO в структуру O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> морфология материала значительно изменилась. СЭМ-микрографии композита демонстрируют появление мелкодисперсных сферических и частично агрегированных наночастиц на поверхности углеродного носителя. Размер индивидуальных наночастиц ZnO оценивается в 30–70 нм, при этом наблюдаются агрегаты размером до 200–300 нм. Поверхность композита становится более неоднородной и зернистой по сравнению с исходным материалом, однако листовая структура O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> сохраняется и служит субстратом для осаждения оксида цинка (рис.4б).

Подобная морфология способствует образованию активных межфазных границ, улучшает поглощение света и создаёт условия для эффективного фотогенерирования и переноса электронов, что делает материал перспективным фотокатализатором.

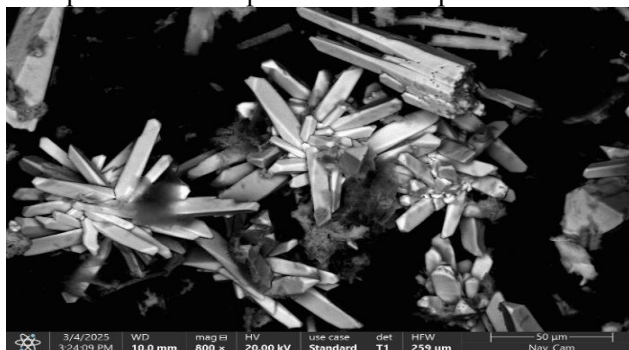


Рис. 4. СЭМ-микрофотографии O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (А) и O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO нанокompозита (Б)

**IV. Заключение.** Таким образом, в рамках работы был синтезирован нанокompозит O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/ZnO путём модификации графитоподобного углеродного нитрида наночастицами оксида цинка. Применение ИК-спектроскопии подтвердило сохранение структуры триазинового каркаса и наличие связей Zn–O, характерных для оксида цинка. Рентгенофазовый анализ выявил присутствие двух кристаллических фаз: O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и ZnO с гексагональной структурой. СЭМ-анализ показал, что исходный O-g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> имеет

типичную листовую морфологию с толщиной пластин 40–80 нм. Введение ZnO приводит к образованию зернистых наночастиц размером 30–70 нм и агрегатов до 300 нм, равномерно распределённых на поверхности углеродной матрицы.

Полученный композит сочетает в себе развитую поверхность, стабильную структуру и гетерофазный характер, что делает его перспективным фотокатализатором для разложения органических загрязнителей в водной среде.

#### Список использованной литературы

1. Li X., Wang Y., Tian W., Cao J. Graphitic carbon nitride nanosheets decorated flower-like NiO composites for high-performance trimethylamine detection // ACS Omega. – 2019. – Vol. 4. – P. 9645–9553.
2. Rasheed T., Shafi S., Bilal M., Hussain T., Sher F., Rizwan K. Surfactants-based remediation as an effective approach for removal of environmental pollutants: a review // Journal of Molecular Liquids. – 2020. – Vol. 318. – Article ID: 113960.
3. Bao Z., Ye L., Fang B., Zhao L. Synthesis of Fe<sub>0.32</sub>Co<sub>0.68</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>@C nanocomposite for depth treatment of dye sewage based on adsorption and advanced catalytic oxidation // Journal of Materials Chemistry A. – 2017. – Vol. 5. – P. 6664–6676.

<b>Негматов С.С., Исмаилов Р.И., Раупова Д.Н., Рахимов Х.Ю., Мусабеков Д.Х.</b> Исследование процесса обессоливание нефтеемульсии в зависимости от вида и содержания деэмульгаторов .....	53
<b>Неъматова С.Т., Каттаев Н.Т., Колядин В.Г., Акбаров Х.И.</b> Получение оксида ванадия (V) на основе промышленных отходов .....	56
<b>Якубов М.М., Суннатов Ж.Б., Максудходжаева М.С., Валиев Х.Р.</b> Вовлечение в пирометаллургическую переработку золотосодержащих упорных руд и отходов обогатительных фабрик АО «Алмалыкский ГМК» .....	60
<b>Эминов Аф.А., Эминов А.М., Кадырова З.Р.</b> Обжиг тонкокерамических изделий: режимы и сущность процессов образования структуры .....	62
<b>Турсунов А.С., Турдалиев У.М., Оразимбетова Г.Ж.</b> Обогащения глауконитовых руд по методу простого отмучивания .....	68
<b>Каршиев М., Файзиев М.М.</b> Определение адгезионных свойств лабораторных образцов полученным газопламенным напылением с последующим оплавлением .....	70
<b>Ochilov M., Mamatkulov N.N., Abdushukurov A.K.</b> Fenil-4-metoksifenoksipropionat sintez usuli va uning texnologik sxemasini ishlab chiqish .....	73

#### 4. Прикладные, экономические и экологические аспекты применения композиционных материалов

<b>Абед Н.С., Негматов С.С., Нормуродов А.А., Туляганова В.С., Джабборов Б.Т., Бозорбоев Ш.А.</b> Исследование электрофизических свойств разрабатываемых композиционных полимерных материалов и покрытий на их основе .....	76
<b>Фузаилова К.Р.</b> Исследование свойств композиционных материалов, использующихся в раскладках головного убора .....	79
<b>Во'rixonov B.X., Rajabova G.R., Berdimurodov E.T., Panjiyev A.X.</b> Uchlamchi aminlar asosida sintez qilingan to'rtlamchi ammoniy tuzlarini kvant-kimyoviy hisoblashlarni amalga oshirish .....	81
<b>Махкамов В.Г.</b> Mahalliy xomashyodan sintez qilingan pan/vermikulit kompozitining Cu(II), Ni(II) ionlari bilan sorbsiyasi .....	86
<b>Тошпулатова Г.Р., Хушвактова У.А., Абдурахимов К.Г., Дехканбаева С.А., Камолов Т.О.</b> Исследование механизма окисления молибдена азотной кислотой .....	89
<b>Xudoynazarov F.S.</b> Piroliz qurumining termodinamik xossalari .....	93
<b>Lutfullayev S.Sh., Sayfullayev T.X., Xayitov J.K.</b> Qayta ishlangan polietilen asosidagi kompozitlarning mexanik xossalariга somon tolalaring miqdori va o'lchami ta'siri .....	96
<b>Негматов С.С., Мусабеков Д.Х., Исмаилов Р.И., Раупова Д.Н., Рахимов Х.Ю.</b> Проведение опытно-производственные испытания разработанных композиционных химических деэмульгаторов для обезвоживания и обессоливания нефти в условиях ООО «Ферганский НПЗ» .....	99
<b>Абдувалиева К.Х.</b> Экологические аспекты интенсификации процесса извлечения платиноидов из техногенного сырья .....	102
<b>Сайназаров А.М., Маткаримов С.Т., Мухаметджанова Ш.А., Носирходжаев С.К.</b> Микроструктурное и фазовое исследование шлака донной корки кислородно-взвешенной плавки меди на стадии шлакоотвода .....	103

#### 5. Методы исследования, приборов и оборудования композиционных материалов

<b>Qarshiyev H.K., Xasanov A.S., Murashkeyevich S.M., Mirzanova Z.A.</b> Eritmadan kobaltni oksidlab-cho'ktirishning zamonaviy holati va oksidlab cho'ktirishga ta'sir etuvchi omillarni tadqiq qilish.....	107
<b>Во'rixonov B.X., Ahmadova R.S., Tojimuhamedov H.S., Panjiyev A.X.</b> Etilenxlorgidrin asosida to'rtlamchi ammoniy tuzlari sintezi va ularni xitozan bilan modifikatsiyasi .....	113
<b>Сидрасулиева Г.Б., Каттаев Н.Т., Акбаров Х.И.</b> Синтез, идентификация и морфология поверхности нанокompозита O-g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /ZnO .....	116
<b>Мнажов А.Н., Абылова А.Ж.</b> Қорақалпоғистон республикаси устурт текислиги гипс минералларининг кимёвий, физик-кимёвий таҳлил натижалари .....	120