

ISSN 2091-5527
№ 4/2025

Ўзбекистон

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Ўзбекский научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

Заключение. Таким образом, результаты исследования показали успешное формирование химических связей между ФШ и ПАД и демонстрируют зависимость морфологии от степени сшивки. Механические испытания показали улучшение прочности и модуля упругости при увеличении доли ПАД, однако чрезмерное сшивание снижало пластичность.

Биосовместимость всех образцов подтверждена клеточными тестами, а контролируемая деградация *in vitro* делает такие материалы перспективными для использования в качестве временных имплантатов, носителей лекарственных средств и матриц в тканевой инженерии.

Список литературы

1. Altman G. H., Diaz F., Jakuba C., Calabro T., Horan R. L., Chen J., Lu H., Richmond J., Kaplan D. L. Silk-based biomaterials // *Biomaterials*. – 2003. – Vol. 24, № 3. – P. 401–416. – DOI: 10.1016/S0142-9612(02)00353-8.
2. Rockwood D. N., Preda R. C., Yücel T., Wang X., Lovett M. L., Kaplan D. L. Materials fabrication from *Bombyx mori* silk fibroin // *Nature Protocols*. – 2011. – Vol. 6. – P. 1612–1631. – DOI: 10.1038/nprot.2011.379.
3. Kundu B., Rajkhowa R., Kundu S. C., Wang X. Silk fibroin biomaterials for tissue regenerations // *Advanced Drug Delivery Reviews*. – 2013. – Vol. 65, № 4. – P. 457–470. – DOI: 10.1016/j.addr.2012.09.043.
4. Vepari C., Kaplan D. L. Silk as a biomaterial // *Progress in Polymer Science*. – 2007. – Vol. 32, № 8–9. – P. 991–1007. – DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2007.05.013.
5. Hermanson G.T. *Bioconjugate Techniques*. 3rd ed. Amsterdam: Academic Press, 2013. 1146 p. ISBN 978-0-12-382239-0.
6. Migneault I., Dartiguenave C., Bertrand M. J., Waldron K. C. Glutaraldehyde: behavior in aqueous solution, reaction with proteins, and application to enzyme crosslinking // *BioTechniques*. – 2004. – Vol. 37, № 5. – P. 790–802. – DOI: 10.2144/04375RV01.
7. Butler M. F., Ng Y. F., Pudney P. D. A. Mechanism and kinetics of the crosslinking reaction between biopolymers containing primary amine groups and genipin // *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*. – 2003. – Vol. 41, № 24. – P. 3941–3953. – DOI: 10.1002/pola.10960.
8. Drozdov A.D., Christiansen J.D., de Claville Christiansen J.O. Modeling degradation of oxidized polysaccharides // *Carbohydrate Polymers*. – 2014. – Vol. 111. – P. 628–638. – DOI: 10.1016/j.carbpol.2014.04.047.
9. Poursamar S.A., Lehner A.N., Azami M., Poth N., Engel F.B., Shokouhi B., Nooeaid P., Boccaccini A. R. Silk fibroin scaffolds with nano-sized bioactive glass for bone tissue engineering // *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. – 2016. – Vol. 27. – Article 92. – DOI: 10.1007/s10856-016-5714-4.
10. Hu X., Shmelev K., Sun L., Gil E. S., Park S.H., Cebe P., Kaplan D.L. Regulation of silk material structure by temperature-controlled water vapor annealing // *Biomacromolecules*. – 2011. – Vol. 12, № 5. – P. 1686–1696. – DOI: 10.1021/bm200062a.
11. Liu Y., Shen X., Zhou H., Wang R., Chen F., Wang Y. Fabrication and characterization of silk fibroin/oxidized starch hydrogels // *Carbohydrate Polymers*. – 2015. – Vol. 117. – P. 780–788. – DOI: 10.1016/j.carbpol.2014.10.071.
12. Zhang Y., Ding C., Li Y., Hu X., Sun L. Oxidized polysaccharides as versatile crosslinking agents for biomedical hydrogels // *Journal of Materials Chemistry B*. – 2019. – Vol. 7. – P. 2199–2215. – DOI: 10.1039/C8TB03159F.
13. Растоги, С., и Кандасубраманиан, Б. (2020). Направления обработки шелковых волокон: гидратация, регенерация и физическая функционализация шелка. *Журнал Текстильного института, III(12)*, 1794–1810. <https://doi.org/10.1080/00405000.2020.1727269>

УДК 541.183; 547.96: 661.682

ОПТИМАЛЬНЫЙ ПРОЦЕСС СИНТЕЗА ГИБРИДНОГО НАНОКОМПОЗИТНОГО ФИБРОИН/КРЕМНЕЗЕМНОГО АДСОРБЕНТА С ПРИМЕНЕНИЕМ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ

Шакарова Дилшода Шомуродовна

д.х.н., с.н.с., Институт общих и неорганической химии АН РУз.

Аннотация. Нанокompозитный фиброин/кремнеземный адсорбент, на основе фиброина шелка и тетраэтоксисилана был успешно синтезирован с помощью золь-гель метода в присутствии NH_4OH в качестве катализатора. Определено оптимизационное молярное соотношение 0.03:1, температура 60 °C, 2,3 мл NH_4OH и скорость перемешивания 1800 об/мин. которые обеспечивают наилучшие характеристики адсорбционных и физико-химических свойств. На основе полученных результатов предложена лабораторно-технологическая схема получения нанокompозитного фиброин/кремнеземного мезопористого адсорбента.

Ключевые слова: нанокompозит, золь-гель метод, фиброин/кремнеземный адсорбент, биополимер, мезопористый материал.

Введение. В последнее время возрос интерес к использованию современных материалов, основанных на сочетании

макромолекулы биополимера с неорганическими компонентами для создания гибридных органо-неорганических композитов

[1,2]. Существует несколько известных методов получения гибридных органо-неорганических композитов, включающих подходы «снизу вверх» и «сверху вниз». К ним относятся золь-гель процесс, механохимические методы, полимеризация и самосборка с использованием неорганических прекурсоров, а также осаждение из растворов или газовой фазы. Среди них золь-гель процесс является наиболее перспективным методом получения различных наноматериалов [3].

Золь-гель технология представляет собой простой и удобный метод получения органо-неорганических материалов. Этот процесс включает переход от жидкой к твердой фазе через гелеобразное состояние, что позволяет точно контролировать состав и структуру конечного продукта.

Выбор биополимеров для синтеза нанокomпозитных материалов играет ключевую роль в обеспечении их свойств и функциональности. Биополимеры, такие как хитозан, целлюлозы, альгинаты и фибриллярный белок, обладают уникальными характеристиками, которые могут значительно влиять на результаты золь-гель процесса. Эти полимеры не только обеспечивают необходимую механическую прочность и устойчивость, но также способствуют созданию микроструктуры со специфическими свойствами адсорбции, что имеет первостепенное значение для сорбционной технологии. Однако при выборе определенного биополимера следует учитывать, как его химическую совместимость с кремнеземной матрицей, так и влияние условий золь-гель процесса на его поведение. Это комплексное взаимодействие определяет эффективность и целесообразность использования созданных систем [4,5].

Использование природных полимеров становится все более привлекательным и жизненно важным для растущей потребности в устойчивом и экологическом развитии. Из них фиброин, получаемый из коконов тутового шелкопряда, благодаря механическим и биосовместимым свойствам, является что делает его перспективным материалом для синтеза нанокomпозитных адсорбентов. В связи с этим данное исследование заключается в разработке эффективного метода синтеза гибридного нанокomпозитного адсорбента на основе фиброина и кремнезема с использованием золь-гель процесса *in situ*.

Материалы и методы. Фиброин получен из коконов тутового шелкопряда путем экстракционной очистки гексаном от жиров и воска с дальнейшим удалением серицина с

помощью 0,02 М водного раствора карбоната натрия. Тщательно промытый дистиллированной водой дегуммированный фиброин высушен при комнатной температуре в течение 24 часов, затем растворен в 9,3 М водном растворе бромида лития и подвергнут диализу против воды. После сублимационной сушки диализата получен фиброин в виде белого порошка с молекулярной массой 273 КДа.

Синтез нанокomпозитного адсорбента проводили в 4 % растворе муравьиной кислот с использованием различных соотношений фиброин и ТЭОС, а именно 0,01:1, 0,02:1, 0,03:1, 0,04:1, 0,05:1, а в качестве катализатора использовался 25 % ный раствор аммиака. Процесс проводили при интенсивном перемешивании и нагревании до 60 °С до образования однородной дисперсионной системы. Полученный раствор нанокomпозита оставляли созреть в 200 мл 5% раствора аммиака. Выпавший седиментационный осадок отделяли центрифугированием в течение 5 минут при скорости 1500 об/мин, промывали дистиллированной водой до pH 7. Затем сушили при комнатной температуре и в сушильном шкафу при 80 °С. Узкая фракция с размером частиц дисперсной фазы 10-15 мкм предназначена для хроматографических разделений органических соединений.

Полученные в результате экспериментов образцы фиброина, кремнезема и нанокomпозитного фиброин/кремнеземного материала анализировали с использованием ИК-спектрометра Fure Perkin Elmer (США). Образцы готовили прессованием в KBr, определяли видимые области в диапазоне 4000 – 400 см⁻¹.

Рентгенографический анализ полученных образцов проводили на XRD-6100 «Shimadzu» дифрактометрах с монохроматизированным CuK α - излучением с длиной волны $\lambda=0,154$ нм, рабочее напряжение 22 и 40 кV, сила анодного тока 12 и 40 mA. Съемку образцов осуществляли при 2 θ в диапазоне угла рассеяния 2-40°.

Структурные характеристики полученного адсорбента определяли низкотемпературной адсорбцией азота при 77 К на статической адсорбционной установке Quantachrome Nova 1000e. Средний диаметр пор был вычислен по формуле БЭТ: $D_{cp}=4V/S$, где V - объем адсорбированного азота.

Результаты и обсуждение. Гибридный нанокomпозитный фиброин/кремнеземный мезопористый адсорбент получили с использованием золь-гель метода с включением фиброина шелка в процесс гидролитической поликонденсации ТЭОС.

Для определения оптимальных условий синтеза нанокomпозитного фиброин/кремнеземного мезопористого адсорбента было проведено исследование по выяснению влияния соотношения исходных компонентов фиброин: ТЭОС (0.01:1, 0.02:1, 0.03:1, 0.04:1, 0.05:1), температуры (50 - 80 °С) и при pH=9 на выход целевого продукта. В результате проведенного исследования выявлены оптимальные условия для получения нанокomпозитного фиброин/кремнеземного мезопористого адсорбента. Молярное соотношение фиброин: ТЭОС 0,03:1, температура 60 °С, 2,3 мл NH₄OH и скорость перемешивания 1800 об/мин приняты оптимальными для получения фиброин/кремнеземного наногибридного мезопористого адсорбента. На рис.1. представлена лабораторно-технологическая схема получения нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента.

Полученный в этих условиях нанокomпозитный адсорбент представляет собой белый порошок состоящий из микросфер с размерами от 3 мкм до 30 мкм. Для хроматографии была выделен фракция с размером частиц в диапазоне 10-15 мкм.

Анализ образца фиброин/кремнеземного адсорбента методом ИК-спектроскопии показал наличие в ИК-спектре образца полученного при исходном соотношении фиброин: ТЭОС 0,03:1 (спектр 3), наличие полос поглощения при 3410 см⁻¹, характерной для групп ≡ Si-OH и при 1062 см⁻¹, относящейся к колебаниям силоксановой группировки ≡ Si-O-Si≡ в кремнеземе (спектр 1) (Рис.2).

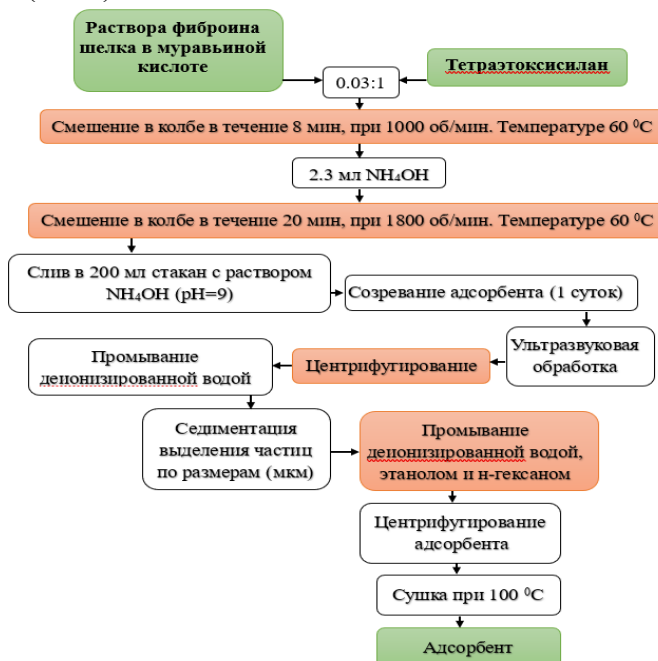


Рис.1. Лабораторно-технологическая схема получения мезопористого нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента.

О наличии в эти образце фиброина шелка (спектр 2) свидетельствуют полосы поглощения, отнесенных к колебаниями групп Амид I при 1638 см⁻¹ и Амид II при 1521 см⁻¹ для нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента (спектр 3) соответственно, при 1635 см⁻¹ и 1520 см⁻¹. Это указывает на присутствие в структуре образца как фиброина, так и кремнезема, образовавшегося при гидролизе, конденсации и поликонденсации ТЭОС.

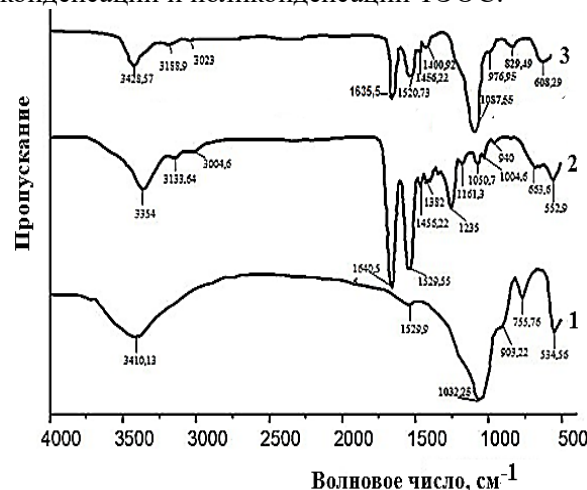


Рис. 2 - ИК-спектры образцов: 1) микросферического силикагеля; 2) фиброина; 3) нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента (0,03:1).

О взаимодействиях между макромолекулами фиброина и образовавшейся кремнеземной сетки в структуре нанокomпозита свидетельствует подавление кристалличности фиброина. Это хорошо заметно при сравнении дифрактограмм, приведенных на рис.3.

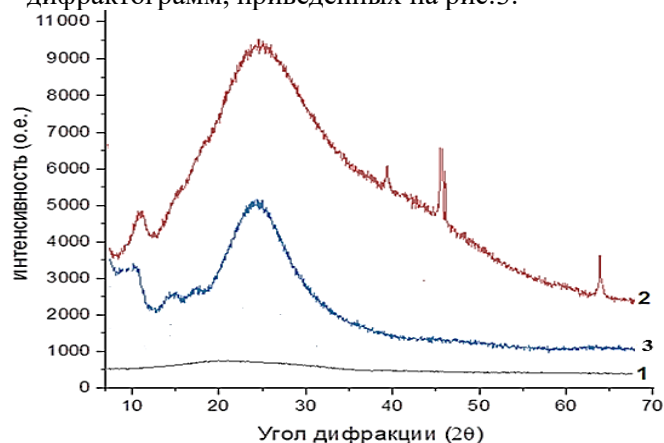


Рис. 3 - Дифрактограммы образцов МСС (1), фиброина шелка (2) и нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента (3).

Полученные методом азотной порометрии структурные характеристики гибридного нанокomпозитного фиброин/кремнеземного адсорбента по удельной поверхности, объему и диаметре пор (Таблица 1) позволяют отнести его к мезопористым адсорбентам.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Химия и физикохимия композиционных материалов и нанокompозитов

Хурсанов А.Х., Негматов Ж.Н., Курбонов У.М., Негматова К.С., Негматов С.С., Абед Н.С., Икрамова М.Э., Рахимов Х.Ю. Исследование и разработка эффективных составов композиционных химических флотореагентов-вспенивателей на основе органо-неорганических ингредиентов для применения в процессе флотации цветных и благородных руд	3
Абед Ф.Ж. Разработка методов качественного и количественного анализа действующих веществ фотоплёнок на основе жидкого экстракта Алоэ и метилурацила	9
Самандаров Х.О., Вапаев М.Д., Собиров Ж.С., Ибадуллаев А.С., Тешабаева Э.У. Эластомерная композиция наполненных кизилгия Ангренского месторождения для машиностроения	13
Алиева М.Т., Ихтиярова Г.А., Ганибекова М.Ф. Органобентониты на основе хитозана <i>Apis Mellifera</i> для сорбции ионов переходных металлов	17
Содикова М.А., Шомуротов Ш.А., Каримов А. Полимерные композиты на основе фиброина шелка и полиальдегиддекстрана	21
Шакарова Д.Ш. Оптимальный процесс синтеза гибридного нанокompозитного фиброин/кремнеземного адсорбента с применением золь-гель технологии	25
Parpiyeva D.A., Doliyev G'.A., Mamajanov S.B. Mahalliy xomashyolar asosida olingan surkov kompozitning fizik-kimyoviy tahlili	28
Mardonqulov Sh.O'., Karimov K.A., Turaxodjayev N.J., Turahujayeva Sh.N. Eritmadagi alyuminiy oksidi konsratsiyasining haroratga bog'liqligini eksponensial modellashtirish	32
Абдуллаева Г.А. Синтез, структурная характеристика комплексов кадмия(II) на основе 2-меркаптобензиотиазола	34

2. Физико-механика и трибология композиционных материалов

Негматов С.С., Абед Н.С., Намозов С.С., Саидкулов С.А., Жовлиев Ш.Х., Негматова К.С., Султанов С.У., Негматов Ж.Н. Исследование коррозионностойкости и физико-механических свойств ненаполненных полимерных материалов и покрытий из них для применения в машинах, механизмах и оборудовании скважин нефтегазовой и металлургической промышленности	39
Мардонакулов Ш.У., Каримов К.А., Турахужаева Ш.Н., Махмудов Ф.М., Носирходжаев И.А., Тураходжаев Н.Д. Флюсы, применяемые для снижения окисления при плавке алюминиевых сплавов	42
Mirzaraximov A.A., Komilov Q.O'., Kurbanova A.Dj., Muxamedov G'.I. Modifikatsiyalangan karbamido-formaldegid oligomeri va fosfogips asosidagi kompozitsion materiallarning fizik-kimyoviy, mexanik va ekspluatatsion xossalari	44
Негматов С.С., Холматов Э.А., Абед Н.С., Негматов Ж.Н., Косимов Ш.Б., Халимжанов Т.С. Исследование физико-механических свойств физически модифицированных композиционных терморезистивных полимерных материалов и покрытий на их основе	47
Мухамедов А.А., Гузашвили К.В., Инагамов У.Ш. Практические возможности получения термодиффузионных слоев хрома	51
Turakhujaeva Sh.N., Sharipov K.A., Mardonakulov Sh.U., Karimov K.A., Turakhujaeva A.N. The effect of modifiers on the melt during the smelting of aluminum alloys in gas furnaces	54
Хасанов С.М., Ўнгбоев А.М. Окисление конструкционных обрабатываемых материалов при их намагничивании	55
Бекмурзаев Н.Х. Кинетика формирования борированного покрытия на поверхности стальной отливки ...	58
Казаков А.С., Исмадова Р.А., Амонов М.Р., Полатов Б.Б. Изучение физико-механических показателей хлопчатобумажной пряжи, ошлихтованной полимерными композициями	62
Каршиев М., Файзиев М.М. Исследование объёмного износа деталей почвообрабатывающих сельскохозяйственных машин, полученных газопламенным напылением с последующим оплавлением ...	65