

CHIQUINDI TEMIR MANBALARIDAN OLINGAN QIZIL PIGMENTNING MORFOLOGIK XUSUSIYATLARINI SKANERLOVCHI ELEKTRON MIKROSKOPIYA YORDAMIDA O'RGANISH

Nabiyev D.A., Turayev X.X., Bozorov L.U., Eshankulov X.N., Haitov B.T.

Termiz davlat universiteti

Kirish. Dunyoda temir oksidi asosidagi nanomateriallar o'zining noyob va yuqori darajadagi xususiyatlari, ishlab chiqarish qulayligi, arzonligi, ekologik tozaligi, yuqori samaradorligi va zaharli emasligi bilan katta ilmiy qiziqish uyg'otmoqda. Bu xususiyatlar ularni oddiy sochiluvchan pigmentlardan sezilarli darajada istiqbolli hisoblanadi [1-2].

Chiqindi mahsulotlarni qayta ishlatishning sodda va tejamkor usullarini aniqlash tabiiy xomashyo resurslarini tejashning muhim yo'llaridan biri hisoblanadi. Turli sanoat korxonalarida hosil bo'ladigan tarkibida temir bo'lgan chiqindilarni qayta ishlash bugungi kunda dolzarb ilmiy yo'nalishlardan biridir [3]. Bunday chiqindilarni qayta ishlash nafaqat atrof-muhitning ifloslanishini kamaytirishga xizmat qiladi, balki ulardan qayta ishlash imkoniyatini yaratadi [4]. Jahonda po'lat sanoati, prokat zavodlari, avtomobil ehtiyot qismlari va temir idishlardan ko'p miqdorda qayta ishlanadigan chiqindilar hosil bo'ladi. Ilmiy yondashuvlar va texnologik bilimlarning yetishmasligi sababli, bu materiallarning vaqt o'tishi bilan chiqindi va zang sifatida tashlab yuboriladi. Shunga uchun, bunday chiqindilar temir oksidlarini sintez qilish, pigmentlar sifatida ishlatilmoqda [5-7].

Temir oksidlari tabiatda atmosfera sharoitida turli xil oksidlanish darajasi tufayli bir necha xil kristall shakllarda uchraydi. Bunday shakllar guruhiga gematit (α -Fe₂O₃), magnetit (FeO·Fe₂O₃), agemit (γ -Fe₂O₃), β -Fe₂O₃, ϵ -Fe₂O₃ va vunit (FeO) kiradi. Gematit bizga ma'lum bo'lgan eng qadimiy temir oksidi bo'lib, asosan tog' jinslari va tuproqlarda qizil rangda uchraydi. Mayda dispers holatda u qon-qizil (yunoncha "haima" — qon), dag'al kristall holatda esa qora yoki yaltiroq kulrang bo'ladi. Gematit korund (Al₂O₃) tipidagi strukturaga ega bo'lib, zich geksagonal zichlangan anion strukturasi asosida hosil bo'lgan. Gematit ham geotit kabi juda yuqori barqarorlikka ega bo'lib, ko'pincha temirning boshqa oksidlari o'zgarishining oxirgi mahsuloti hisoblanadi. Gematit muhim pigment va qimmatbaho rudalardan biri sifatida katta ilmiy ahamiyatga ega [8]. Qatlamli ikki valentli gidroksidlar asosida organik–noorganik gibrid pigmentlar olish bo'yicha olib borilgan tadqiqot ishlari pigmentlar kimyosida yangi imkoniyatlar kengaytirmoqda. Ushbu ishda turli rangdagi gibrid pigmentlar birgalikda cho'ktirish usuli bilan tayyorlangan, ularning termik barqarorligi va kimyoviy chidamliligi sezilarli darajada ortishi kuzatilgan. Tadqiqotlar shuni ko'rsatadiki, interkalyatsiya jarayoni pigmentlarning rang intensivligi va rang tusi ustidan aniq nazorat o'rnatishga yordam beradi, bu esa klassik organik pigmentlarga xos bo'lgan tez so'nish muammosini kamaytiradi. XRD, FTIR va SEM kabi tahlil usullari orqali gibrid pigmentlarning qatlamlararo masofasi, zarracha morfologiyasi hamda spektral xossalari barqarorlashgani aniqlangan. Amaliy jihatdan, bunday pigmentlarning polimerlar va bo'yoq qoplamalarida yaxshi disperslanishi ularni ishlab chiqarish uchun raqobatbardosh materialga aylantiradi [9-13].

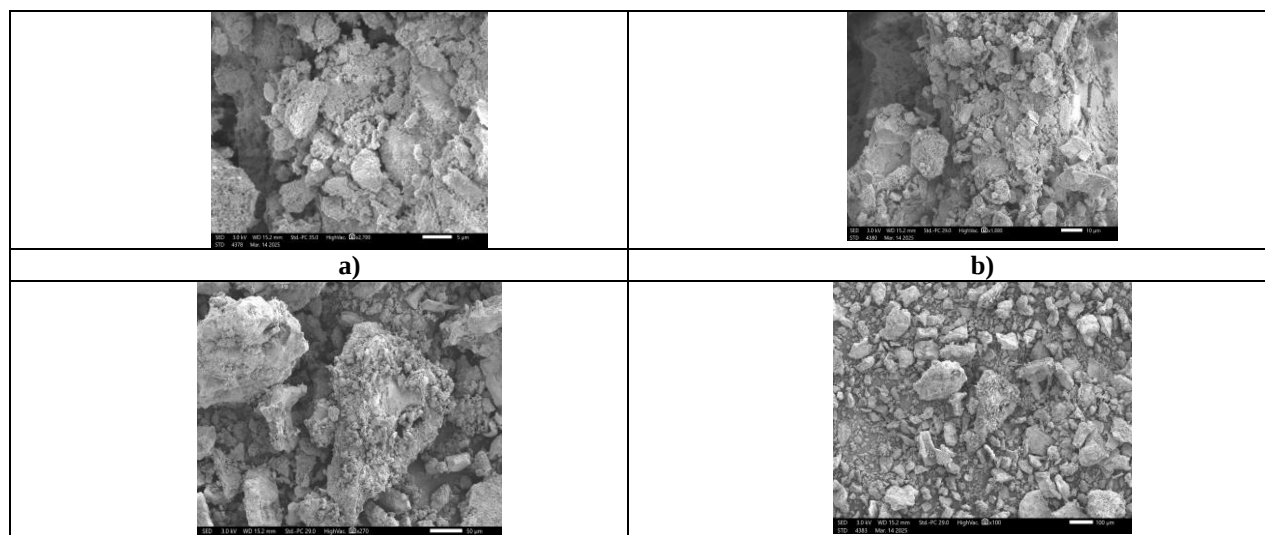
Materiallar va reagentlar. Ushbu tadqiqotda mahalliy manbalardan olingan hamda analitik toza reagentlardan foydalanildi. Temir gidroksosulfatlar asosidagi qizil pigmentni olish uchun sulfat kislota - H₂SO₄ va amoniy gidroksid – NH₄OH hamda ikkilamchi temir va texnik sulfat kislota asosida olingan temir kuporosi ishlatildi. Ikkilamchi temirning element tarkibi rentgen-flyuoretsent tahlil usuli bilan, olingan pigmentning tarkib va sirt morfologiyasi JEOL kompaniyasining JSM-IT210 modeli skanerlovchi elektron mikroskopi (SEM) yordamida o'rganildi. Ikkilamchi temirning kimyoviy tarkibi 1-jadvalda keltirilgan.

Table 1. Ikkilamchi temirning kimyoviy tarkibi

Component	Fe	Al	Mg	Na	P	Si	S	K	Cr	Mn	Sn	Cu	Cl
Mass %	93,02	0,41	0,11	2,52	0,03	0,24	0,82	0,13	0,02	0,19	1,43	0,03	0,65

Natijalar

1. Sintez qilingan temir gidroksosulfatlar asosidagi pigmenti JEOL JSM-IT210 energodispersion mikroanaliz sistemasi bilan ta'minlangan, skanerlovchi elektron mikroskopi bilan o'rganildi.



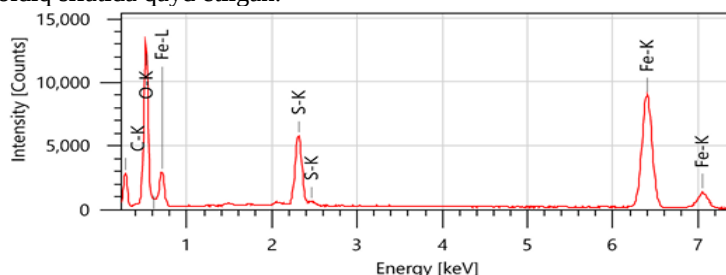
c)

d)

1-rasm. Temir gidrosulfatlar asosidagi pigmentning SEM tasvirlari, a) 5 μm b) 10 μm c) 50 μm d) 100 μm marta kattalashgan holati

Olingan yangi temir gidrosulfatlar asosidagi pigmentning morfologiyasini o'rganishda elektron mikroskopik usullardan foydalanishga katta ahamiyat berilmoqda. Sintez qilingan noorganik pigmentning g'ovakli tuzilishining hosil bo'lish mexanizmi inert suyuqlashtiruvchi tabiati va reaksiya sistemadagi choklovchi agent miqdori bilan bog'liq. Noorganik pigmentning fizik-kimyoviy xususiyatlarini to'liq tushunish uchun ularning morfologiyasi va tuzilishini chuqur o'rganish muhim ahamiyat kasb etadi. Skanerlovchi elektron mikroskop va Energiya dispersiv rentgen spektroskopiyasi yordamida tahlil qilinganda namunalar supero'tkazuvchilar uglerodli yopishqoq lenta ustiga joylashtirildi va platinali plastinka orqali yuqoridan platina changlari sochildi. So'ngra skanerlovchi elektron mikroskop (SEM) qurilmasiga joylashtirildi. 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 mikroskopiyasi (SEM) usuli noorganik pigmentning 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 kattalikdagi tasvirdan pigment juda mayda zarrachalardan tashkil topgan bo'lib, ularning sirtlari notekis, g'adir-budir va bo'lakli tuzilishga ega. Zarrachalar o'zaro kuchli tarzda birikkan bo'lib, keng tarqalgan mikroagregatlar hosil qilgan. Bunday morfologiya temir gidrosulfatlar uchun xos bo'lib, yuqori sirt energiyasi va gidratlangan fazalarning barqarorligi natijasida yuzaga keladi. Bu holat temir gidrosulfatlarning gidratlangan tuzilmasi va sirt energiyasining yuqoriligi bilan izohlanadi. (b) 10 μm kattalikdagi tasvirda zarrachalarning polidispers taqsimlangani yaqqol ko'rinadi. Donador, plastinkasimon va noaniq shaklli zarrachalarning bir tizimda namoyon bo'lishi kristallanishning bosqichma-bosqich va notekis kechganidan darak beradi. Agregatsiyalanish darajasi yuqoriligicha qolib, zarrachalararo birikmalar ancha mustahkam shakllangan. (c) 50 μm kattalikdagi tasvir pigmentning yirik agregatlar holidagi strukturasi ochib beradi. Zarrachalar bir necha o'n mikron o'lchamdagi makro-aglomeratlar holida bo'lib, g'ovaklik elementlari bilan birga bo'lakli, zichlashgan morfologiyani namoyon qiladi. Bu bosqichda pigmentning struktura barqarorligi oshgan bo'lib, uning mexanik chidamliligiga ijobiy ta'sir ko'rsatadi. (d) 100 μm kattalikdagi tasvir pigmentning umumiy makrostrukturasi ko'rsatadi. Katta o'lchamli agregatlar bir-biriga yopishgan bo'lib, keng bo'lakli va o'zaro bog'langan massiv fazani hosil qiladi. Bunday morfologiya pigmentning yuqori darajada aglomeratsiyalanuvchanligini, zarrachalar o'rtasida kuchli mexanik bog'lanish mavjudligini tasdiqlaydi.

Energiya dispersiv rentgen spektri (EDS) pigmentning element tarkibini aniqlash uchun qo'llanildi. Spektrda quyidagi etilgan Fe, O, S va C elementlarining mavjudligini ko'rsatadi. Fe (Fe-L va Fe-K) cho'qqilarining yuqori intensivligi pigment tarkibida temirning asosiy element ekanini tasdiqlaydi. O-K cho'qqisi temirning gidroksid va sulfat guruhlari bilan bog'langan holatini ko'rsatadi. S-K cho'qqisi temir gidrosulfat fazasining shakllanganini bildiradi. C-K signali fon elementi yoki organik qoldiq sifatida quyidagi etilgan.



2-rasm. Noorganik pigmentning elementlar miqdori

Noorganik pigmentning element tahlili o'tkazildi va natijalari 1-jadvalda keltirilgan. Birikmaning asosiy qismini temir (41,52,25 massa %, 16,17 atom %), hamda kislorod (33,69 massa %, 45,8 atom %) tashkil etadi. Shuningdek, uglerod (18,74 massa %, 33,93 atom %) ning mavjudligi pigmentning tarkibida borligi tasdiqlandi. Bundan tashqari, oltingugurt (6,04 massa %, 4,1 atom %), aniqlangan bo'lib, ular sintez jarayonida yoki namuna tarkibidan kelib chiqadi. Umuman olganda, olingan natijalar kutilgan noorganik pigment tarkibi bilan mos keladi.

1-jadval. Noorganik pigmentning element tahlili natijalari

№	Element	Line	Massa %	Atom %
1	Uglerod (C)	K	18,74	33,93
2	Kislorod (O)	K	33,69	45,8
3	Oltingugurt (S)	K	6,04	4,1
4	Temir (Fe)	K	41,52	16,17
Jami:			100,00	100,00

Xulosa. Ushbu tadqiqotda chiqindi temir manbalaridan sintez qilingan qizil pigmentning morfologik va element tarkibi skanerlovchi elektron mikroskopiyasi (SEM) va energiya-dispersion rentgen spektroskopiyasi (EDS) yordamida o'rganildi. SEM tahlili natijalari pigment zarrachalari g'ovak, agregatsiyalangan va polidispers tuzilishga ega ekanligini

ko'rsatdi. Turli kattalashtirishlarda o'tkazilgan kuzatuvlar pigment tarkibida mikro- va makroaglomeratlar mavjudligini hamda zarrachalar o'rtasida mustahkam bog'lanishlar hosil bo'lganligini tasdiqladi.

EDS tahlili pigment tarkibida asosan temir, kislorod va oltingugurt elementlari mavjudligini aniqladi. Bu sintez jarayonida temir gidroksisulfat fazasining muvaffaqiyatli hosil bo'lganligidan dalolat beradi. Olingan natijalar chiqindi temir manbalaridan yuqori barqaror noorganik pigmentlar olish imkoniyatini tasdiqlaydi. Bundan tashqari, sintez qilingan pigmentlarning fizik-kimyoviy xossalari ularni bo'yoqlar, qoplamalar va kompozitsion materiallarda qo'llash imkonini berdi.

ADABIYOTLAR

1. L.Y. Novoselova, Hematite nanoparticle clusters with remarkably high magnetization synthesized from water-treatment waste by one-step "sharp high- temperature dehydration, RSC Adv 7 (2017) 51298–51302
2. H. Mansour, K. Omri, S. Ammar, Structural, optical and magnetic properties of cobalt doped hematite nanoparticles, Chem. Phys. 525 (2019), 110400
3. B. Liu, S. Zhang, D. Pan, C. Chang, Synthesis and characterization of micaceous iron oxide pigment from oily cold rolling mill sludge, Procedia Environ. Sci. 31 (2016) 653–661
4. J.W. Park, J.C. Ahn, H. Song, K. Park, H. Shin, J.S. Ahn, Reduction characteristics of oily hot rolling mill sludge by direct reduced iron method, Resour. Conserv. Recycl. 34 (2002) 129–140
5. L. Rahman, S. Bhattacharjee, S. Islam, F. Zahan, B. Biswas, N. Sharmin, A study on the preparation and characterization of maghemite (γ -Fe₂O₃) particles from iron-containing waste materials, J. Asian Ceram. Soc. 8 (2020) 1083–1094
6. S.R. Prim, M.V. Folgueras, M.A. de Lima, D. Hotza, Synthesis and characterization of hematite pigment obtained from a steel waste industry, J. Hazard Mater. 192 (2011) 1307–1313
7. M. Quddus, M. Rahman, J. Khanam, B. Biswas, N. Sharmin, S. Ahmed, A. Neger, Synthesis and characterization of pigment grade red iron oxide from mill scale, Int. Res. J. Pure Appl. Chem. 16 (2018) 1–9.
8. Cornell R.M., Schwertmann U. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. – New York: John Wiley & Sons, 2003. – 664 p.
9. Lingyun Cao, Xuening Fei, Hongbin Zhao, Yingchun Gu, Inorganic–organic hybrid pigment fabricated in the preparation process of organic pigment: Preparation and characterization, Dyes and Pigments, Volume 119, 2015, Pages 75–83
10. Pinggui Tang, Yongjun Feng, Dianqing Li, Facile synthesis of multicolor organic–inorganic hybrid pigments based on layered double hydroxides, Dyes and Pigments, Volume 104, 2014, Pages 131–136.
11. Sesalan, B.S., A. Koca, and A. Göl, Water soluble novel phthalocyanines containing dodeca-amino groups. Dyes and Pigments, 2008. 79, №3 pp. 259–264.
12. Mansfeldová V. K.M., Tarábková H., Janda P., Nesměrák K. Versatile cell for in-situ spectroelectrochemical and ex-situ nanomorphological characterization of both water soluble and insoluble phthalocyanine compounds // Monatshefte für Chemie. Springer-Verlag Wien, 2016. Vol. 147, № 8. P. 1393–1400.
13. Ion R.M. The use of phthalocyanines and related complexes in photodynamic therapy // Photosensitizers in Medicine, Environment, and Security. Springer Netherlands, 2012. Vol. 9789048138. P. 315–349.

Annotatsiya. Ushbu tadqiqot ishida chiqindi temir manbalaridan sintez qilingan qizil pigmentning morfologik va element tarkibi skanerlovchi elektron mikroskopiya (SEM) va energiya-dispersion rentgen spektroskopiya (EDS) usullari yordamida har tomonlama o'rganildi. SEM tahlili shuni ko'rsatdiki, pigment zarrachalari g'ovak, agregatlangan va polidispers morfologik tuzilishga ega. EDS natijalari pigment tarkibida temir, kislorod va oltingugurt elementlari mavjudligini tasdiqladi. Olingan natijalar shuni ko'rsatdiki, sintez qilingan pigment barqaror noorganik tuzilishga ega bo'lib, bo'yoq va qoplamalar ishlab chiqarishda istiqbolli xomashyo sifatida qo'llash mumkin.

Kalit so'zlar: temir gidroksosulfatlar, qizil pigment, skanerlovchi elektron mikroskopiya (SEM), morfologik tahlil.

Аннотация. В данной работе морфология и элементный состав красного пигмента, синтезированного из отходов железосодержащего сырья, были всесторонне исследованы методами сканирующей электронной микроскопии (SEM) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS). Результаты SEM-анализа показали, что частицы пигмента обладают пористой, агрегированной и полидисперсной морфологической структурой. Результаты EDS подтвердили наличие в составе пигмента элементов железа, кислорода и серы. Полученные результаты показали, что синтезированный пигмент обладает стабильной неорганической структурой и может рассматриваться как перспективное сырьё для производства красок и покрытий.

Ключевые слова: гидроксосульфаты железа, красный пигмент, сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), морфологический анализ.

Abstract. In this study, the morphological and elemental composition of the red pigment synthesized from waste iron sources was comprehensively investigated using scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). SEM analysis revealed that the pigment particles possess a porous, aggregated, and polydisperse morphological structure. The EDS results confirmed the presence of iron, oxygen, and sulfur elements in the pigment composition. The obtained results demonstrated that the synthesized pigment has a stable inorganic structure and can be considered a promising raw material for the production of paints and coating materials.

Keywords: iron hydroxysulfates, red pigment, scanning electron microscopy (SEM), morphological analysis.