

## ÜZVİ - QEYRİ-ÜZVİ KOMPOZİT MATERİALLARIN SİNTEZİ VƏ TƏDQIQI

Minirə Məhəmmədəli qızı Ağahüseynova<sup>1</sup>, Mehriban Rahil qızı Mikayılova<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti, Bakı, Azərbaycan

<sup>1</sup> mikailova.mr16@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2471-2136>

<sup>2</sup> <http://orcid.org/0000-0002-0009-8779>

### XÜLASƏ

Yüksəkmolekullu birləşmələr və onlar əsasında metaltərkibli nanokompozitlər mikro- və nanoelektronika üçün yeni nəsil unikal materialların, işığa həssas nanoölçülü sistemlərin, optoelektron nanosensorların, effektiv və seçici katalizatorların, tibbi-bioloji təyinatlı nanomaterialların yaradılması üçün geniş və məqsədyönlü şəkildə istifadə olunurlar. Yeni effektiv kompleks materiallarda müasir innovasiyalı texnologiyaların artan tələbatları praktiki qiymətli xassələr ilə yeni çoxfunksiyalı polimer nanomaterialların işlənilməsi və hazırlanması və tədqiq edilməsinin aktuallığı və perspektivliyini şərtləndirir. Ruteniumun 2,2'-bipiridil və 1,10-fenantrolinlə kompleksləri maraqlı fotofiziki, fotokimyəvi və elektrokimyəvi xassələrə həmçinin yüksək termiki (4000C-yə qədər) və kimyəvi stabilliyə malikdir (qatı sulfat turşusu və 50% qələvi məhluluna qarşı inerti dirlər). Bu strukturlara qarşı əlavə maraq onların katalizator kimi görünən işığın təsirindən suyun elementlərə parçalanmasında istifadəsi mümkünlüyüdür. Matrisa qismində müxtəlif üzvi polimerlərdən istifadə oluna bilər – polimetakrilatlar, poliuretanlar, poliamidlər, poliimidlər, polibenzimidazollar və s. Təəssüf ki, üzvi matrisalar bir sıra çatışmazlıqlara malikdir: termiki stabilliyin azlığı, alınan materialda kompleksin molekullarının bəradər paylanması və həm də onlar Ru(II) kompleksinin qatılığının 1%-dən artıq olmaqla hibridlərin sintezinə imkan vermir. Bu problemin həlli üzvi polimerin qeyri-üzvi matrisa – SiO<sub>2</sub> ilə (tetraalkoksisilanların zol-gel metodu ilə hidrolizi vasitəsilə sintez edilən və sonra alınan birləşmələrin polikondensasiyası ilə əldə edilən) əvəz olunması ilə bağlıdır. İm olunan işdə göstərilən komplekslərin sintezi, onların zol-gel metodu ilə sintez edilən SiO<sub>2</sub> matrisasına yeridilməsi və alınan nanohibrid materiallarının fiziki-mexaniki və optik xassələri öyrənilmişdir. Bu zaman əsas məsələ kompozitlərin monolit nümunələr şəklində alınması olmuşdur. Sintez olunmuş kompozit nümunələr monolit şəklində alınmış və İQ, NMR, EUS, element analizi, lyüminisensiya metodlarla tədqiq edilmişdir.

**Keywords:** nanokompozitlər, Ruteniumun 2,2'-bipiridil, azotərkibli polimerlər, sintez, ruteniumun-1,10-fenantrolinlə, zol-gel metodu.

### Giriş

Son onilliklərdə üzvi-qeyri-üzvi kompozitlərin zol-gel üsulu əldə edilməsinin əhəmiyyətli sayda nəşrlərin mövzusu olmuşdur. Bu maraq, optika və elektronika üçün yeni materialların yaradılması zamanı zol-gel texnologiyasından istifadə edilməsi ilə əlaqədardır: optik liflər, luminesent və lazer lövhələri, məlumat qeydləri daşıyıcıları və qeyri-xətti optik cihazlar. Zol-gel

sintezinin elm və texnikada geniş tətbiqi yeni materialların alınmasının ənənəvi üsulu ilə müqayisədə bu metodun verdiyi bir sıra üstünlüklərin nəticəsidir. Bu üstünlüklərə, ilk növbədə, ilkin komponentlərin təmizlənməsinin asanlıığı, aşağı temperaturda prosesin mümkünlüyü və çoxkomponentli sistemdə yüksək dərəcədə homogenlik olmasıdır.

Zol-gel texnologiyasının daha da inkişafı prinsiplial olaraq yeni materialların yaradılmasına gətirib çıxardı ki, onların xarakterik xüsusiyyəti struktur elementlərinin nanoölçülü ölçüsüdür. Eyni zamanda, indiyə qədər zol-gel sintezi vahid, davamlı bir proses kimi qəbul edilməmişdir. IQ, NMR istifadə edərək çox ətraflı  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{29}\text{Si}$  spektrləri, kiçik bucaqlı rentgen şüalarının səpilməsi və digər üsullarla zol-gel prosesinin birinci mərhələsi  $\square$  alkoksisilanın hidrolizi tədqiq edilmişdir. Alkoksisilanın hidrolizi zamanı əmələ gələn silanolların polikondensasiya qanunauyğunluqları müxtəlif model strukturların nümunəsindən istifadə etməklə ətraflı nəzərdən keçirilir. Aeroqellər və kserogellər əldə etmək üçün formalaşmış nümunələrin qurudulmasının nəzəri və praktiki aspektlərinə dair çoxlu sayda məqalələr dərc edilmişdir. Kserogellərin parametrləri  $\text{SiO}_2$ -in müxtəlif sıxlıq və məsaməli şüşələri ətraflı öyrənilmişdir. Eyni zamanda, aydındır ki, əvvəlki tədqiqatlar zol-gel prosesinin mahiyyəti haqqında nəzəri anlayışımızı dərinləşdirməklə yanaşı, bütün sintezi bütövlükdə təsvir etməyə imkan vermir. Zol-gel prosesinin ayrı-ayrı mərhələlərinin öyrənilməsi gələn  $\text{SiO}_2$  ilə preparativ sintezinə imkan vermir, verilmiş xassələri (sıxlıq, məsaməlilik, qurutma zamanı çatlama olmaması) bunlardır.

Üzvi-qeyri-üzvi hibridlərin inkişaf istiqaməti nanokompozitlərin sintezindən ibarət olub, sistemin üzvi və qeyri-üzvi komponentləri kimyəvi cəhətdən bir-birinə bağlıdır. Bu vəziyyətdə sistemdəki üzvi komponentin konsentrasiyasını (yəni metal konsentrasiyasını) artırmaq və lövhənin qalınlığını əhəmiyyətli dərəcədə artırmaq mümkün olacaq, bu da materialın fotofiziki xüsusiyyətlərini kökündən yaxşılaşdırmağa imkan verəcəkdir.

## Ədəbiyyat xülasəsi

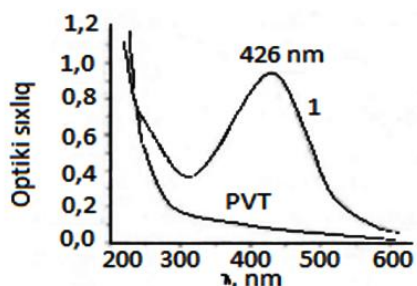
Müasir innovativ texnologiyaların yeni effektiv materiallara artan aktualığı və praktiki olaraq qiymətli xüsusiyyətlər kompleksi olan yeni çoxfunksiyalı polimer materialların inkişafını və tədqiqat perspektivlərini müəyyənləşdirir. Yüksək molekulyar birləşmələr, xüsusən heterosiklik azot tərkibli polimerlər, tərkibində heterojen funksional qrupları olan, metal nanohissəcikləri sabitləşdirən, onların birləşməsinə mane olan polimer matrisləri yüksək effektivlik göstərir. Sabit üzvi-qeyri-üzvi polimerin inkişafı üçün nanokompozit 1-vinil  $\square$  1, 2, 4-triazolun homopolimer və sopolimerdir. Azot tərkibli heterotsiklik maddələrin iştirakı (co)polimerlərdə monomerlərlə parçalanması və funksional qrupların yaranması, onların formalaşmasının ilkin mərhələlərində metallik nanohissəciklərə effektiv qarşılıqlı təsir göstərir və böyüməsini tənzimləyir (həll olma qabiliyyətini, lövhə əmələ gəlməsi, kimyəvi və istilik müqaviməti, biouyğunluq) və metal hissəciklər nanoölçülü vəziyyətdə.

Metaltərkibli nanokompozitlərin formalaşdırılması zamanı suda həll olan polimerin – poliviniltriazolun stabilləşdirici qabiliyyəti tədqiq edilmişdir. bu, suda həll olma qabiliyyətinə malik, toksiki olmayan, kimyəvi və termiki davamlılığa malik olan orijinal heterotsiklik polimerdir. O həmçinin onun metal hissəciklərini nanoölçülü sıfırvallentli vəziyyətdə yüksək stabilləşdirmək qabiliyyəti ilə əlaqədar kompleks əmələ gətirmə xassələri nümayiş etdirir. Nanokompozitlərin xassələri kompozitdə nanohissəciklərin formalaşma şəraitindən asılıdır.

Bununla əlaqədar olaraq, həm həlledici, həm də reduksiyaedici rolunu yerinə yetirən DMFA (1) və DMSO (2) istifadə olunması ilə poliviniltriazol (PVT) matrisasında rutenium nanohissəcikləri ilə antiseptik preparatların işlənilib hazırlanması üçün perspektivli olan polimer

ruteniumtərkibli nanokompozitlər işlənib hazırlanmışdır. Reaksiya prosesində tünd rənglənmiş zollar əmələ gəlir ki, onlardan suda yaxşı həll olan, tünd-qəhvəyi rəngli nanokompozitlər ayrılmışdır.

Nanokompozitin sulu məhlulunun UB spektrində 452 nm maksimum ilə xarakterik rezonans udulma zolağı müşayət olunur (şəkil 5.3.2). Rutenium nanohissəcikləri 2-26 nm ölçülərə malikdir, əsasən 80%-i – 4-10 nm (şəkil 5.3.3). Nanokompozitdə ruteniumun miqdarı 5,0% təşkil edir.



### Tədqiqat obyektı və metodikası

Ru-komplekslərinin əsasında nanokompozitlərin sintezi və tədqiqi, Ru<sup>2+</sup> - SiO<sub>2</sub> kompleksləri sistemində nanokompozitlərin formalaşması, qeyri-üzvi daşıyıcı SiO<sub>2</sub> və polimer matrisası ilə stabilləşdirilmiş nanoölçülü Ru hissəciklərdən ibarət üzvi – qeyri-üzvi kompozitlərin sintezi və tədqiqi, rutenium nano kompozitlərin katalitik xassələri haqqında məlumatlar verilmişdir. Yüksəkmolekullu birləşmələr, xüsusilə, öz tərkibində funksionallığına görə müxtəlif növ heterotsiklik qruplar olan azotərkibli polimerlər, metalların nanohissəciklərinin aqreqasiyasına mane olaraq onları stabilləşdirən polimer matrisalar kimi yüksək effektivlik nümayiş etdirirlər. Azotərkibli heterotsiklik fraqmentlərin və funksional qrupların mövcudluğu onların formalaşmasının erkən mərhələlərində onların metallik nanohissəciklər ilə effektiv qarşılıqlı təsirinə səbəb olur. Ruteniumun 2,2' - bipyridil və 1,10 – fenantrolinlə kompleksləri maraqlı fotofiziki, fotokimyəvi və elektrokimyəvi xassələrə, həmçinin yüksək termiki (4000C-yə qədər) və kimyəvi stabilliyə malikdir (qatı sulfat turşusu və 50% qələvi məhluluna qarşı inerti dirlər). Bu strukturlara qarşı əlavə maraq onların katalizator kimi görünən işığın təsirindən suyun elementlərə parçalanmasında istifadəsi mümkünlüyüdür. Rutenium komplekslərinin bu xassələrinin praktiki istifadəsi komplekslərin polimer matrisasına yeridilməsi (bağlanması) ilə əlaqədardır. Matrisa qismində müxtəlif üzvi polimerlərdən istifadə oluna bilər – polimetakrilatlar, poliuretanlar, poliamidlər, poliimidlər, polibenzimidazollar və s.. Təəssüf ki, üzvi matrisalar bir sıra çatışmazlıqlara malikdir: termiki stabilliyin azlığı, alınan materialda kompleksin molekullarının bəradər paylanması və həm də onlar Ru(II) kompleksinin qatılığının 1%-dən artıq olmaqla hibridlərin sintezinə imkan vermir. Kompozitlərin zol-gel sintezi aşağıda göstərilən kimi aparılır. Tetrametoksisilan (TMOS)(1ekvivalent), sirkə turşusu (1 ekvivalent) və rutenium (I) və ya (II) komplekslərinin metanolda məhlulu qarışığına 4 ekvivalent su əlavə edirdik. Alınan sistemləri yastı dibli hermetik bağlı polipropilen qablarda yerləşdirir və 2 gün (48 saat) saxlayırdıq. Sonra qabların qapağını aralayır və nəm helləri 48 saat 500C, 24 saat 600C-də, 24 saat 700C-də, 24 saat 800C-də və 48 saat 900C-də qurudurduq. Temperaturu 30C/saat sürəti ilə artırırırdıq.

### İQ- spektroskopiya

İQ spektrində optik metodlardan müxtəlif nümunələrin tədqiqi üçün istifadə edilmişdir. Sintez olunmuş komplekslərin İQ-spektrləri 4000–400 sm<sup>-1</sup> diapazonda SPECORD-M80

markalı aparatda çəkilməmişdir. Maddələrin çəkilişə hazırlığı vazelin suspenziya şəklində və ya KBr ilə qarışdırıb həb hazırlamaqla həyata keçirilmişdir.

### Nüvə maqnit rezonansı (NMR)

Nüvə maqnit rezonansı spektroskopiyası bir molekul haqqında fiziki, kimyəvi və struktur məlumatları əldə etmək üçün istifadə olunan başlıca texnikalardan biridir. Bioloji molekulların üç ölçülü strukturları haqqında ətraflı məlumat verən tək üsuldur. İşdə sintez olunmuş məhsulların NMR spektrləri “Bruker” firmasının istehsalı olan (AFR) və impuls rejimində işləyən 300 MHz tezlikli Furrye spektrometrində çəkilməmişdir.

### Element analizi

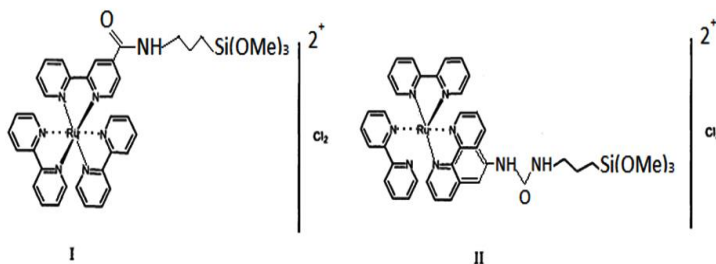
C, H, N, Cl, Br Berlin texniki universitetinin (Almaniya) mikroanaliz laboratoriyasında “Carlo Erba-1106” və “Carlo Erba-1108” cihazlarında müəyyən edilmişdir.

### Elektron udma spektrləri

Görünən elektron udma spektrləri və UB bölgələrində elektron udma spektrləri (EUS) Varian Cagy-100 spektrofotometrində 1-10 mm qalınlığında düzbucaqlı kvarts küvetlərdə qeydə alınmışdır. Elektron udma spektrləri “Specord M40” cihazında 11000-50000 sm<sup>-1</sup> sahəsində qeyd edilmişdir.

## Tədqiqat nəticələrinin təhlili

Bizim sintez etdiyimiz hibridlərdə sistemin komponentləri bir-birinə həm molekullarası, həm də kimyəvi bağlanması nəticəsində kompleks Ru<sup>2+</sup> - SiO<sub>2</sub>, əmələ gəlir. Bunun üçün iki rutenium kompleksi sintez edildi, strukturları şəkil 1-də göstərilmişdir.



Şəkil 1. Tris-(2,2'-bipiridil) kompleksi

Rutenium kompleksləri məhlullarının müvafiq spektrləri ilə müqayisədə hibridlərin udma və lüminessensiya spektrləri (şək.1) azacıq enlənib, həmçinin kompozitlərin lüminessensiya maksimumları dalğaların qısa uzunluqları tərəfə yerini dəyişib. Bunu spektrlərin qeyri-bərabər genişlənməsi effekti və polimer matrisində komplekslərin kimyəvi əhatəsinin sərtliyi ilə izah etmək olar.

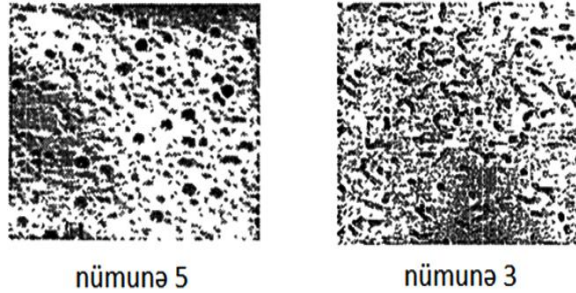
I kompleksin iştirakı ilə sistemdə monolit nanohibridlər sintez edilmişdir. Sirkə turşusu zol-gel prosesi üçün həlledici rolu oynadı. Rutenium kompleksinin konsentrasiyasından asılı olaraq - 1,5; 10; 15 və 20%, müvafiq olaraq, nömrələri (1-5) olan bir sıra kompozitlər əldə edilmişdir.

**Cədvəl.1.** Alınmış gellərin fiziki-kimyəvi xarakteristikaları

Nümunələr	Vaxt (saat) t	% SiO <sub>2</sub>	Sıxlıq d (q/sm <sup>3</sup> )	Məsaməli %	Sərtlilik (kq/mm <sup>2</sup> )
1	2,25	87	0,76	64	-
2	9,80	83	1,11	43	55
3	8,40	78	1,29	29	69
4	7,85	72	1,18	38	34
5	12,05	80	1,43	27	112

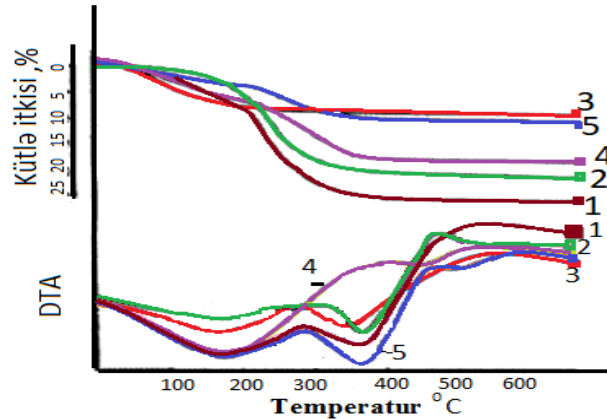
Gellərin 5 nümunəsi ən yüksək sıxlığa, sərtliyə və ən aşağı məsamələrə malikdir. Buradan belə çıxır ki, ən yüksək dərəcədə hidrolizin polikondensasiya prosesi, zamanla mühitin turşuluğunun dəyişməsi şəraitində baş verir. Optimal şərait TMOS (tetrametoksilan) hidrolizi və alınan reaksiya məhsullarının polikondensasiyası prosesləri üçün, mühitin pH, gel əmələgəlmə zamanı 0,8-1,2-dən 1,5-2,2-yə qədər dəyişmişdir.

Şəkil 2-də təqdim olunan sintez edilmiş gellərin və elektron mikroskopiya məlumatlarının nümunələri daha nizamlı, homogen və daha az boş quruluşunu (5) əyani şəkildə nümayiş olunur.



**Şəkil 2 .** Gellərin elektron mikroşəkilləri 5 və 3. Böyüdülmüş 60000x

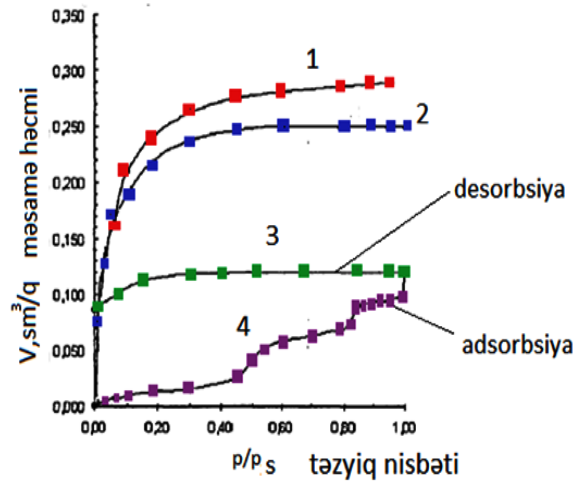
Məlum olmuşdur ki, sintez edilmiş nümunələrin istilik xassələrinin tədqiqi nəticəsində bütün TQ ( termiki qravimetriya) və DTA (diferensial termiki analiz) ayrıləri şəkil 3-də 1 – 100°; 2 – 200°; 3 – 250°-400°C-dir. Ekzotermik təsir su, metanol, etanol və istifadə olunmayan reagentlərin qalıqlarının buxarlanması ilə bağlıdır. Hidroliz olunmamış metoksil qruplarının və ammonium duzlarının qalıqları 400-600°C bölgəsindəki DTA ekzotermik ayrılərindəki maksimumlara uyğundur.



**Şəkil 3.** Sintez olunmuş nümunələrin TQ və DTA məlumatları

Monolit şəffav disklər və ya silindirlər şəklində olan alınmış nümunələrdə rutenium komplekslərinin konsentrasiyası 0,5-dən - 15%-ə qədər olmuşdur. Kompozitlərdə komplekslərin miqdarı artdıqca onların rəngi tədricən sarıdan qırmızı qəhvəyiyyə dəyişir, sıxlığı artır ( $1,34 \text{ q/sm}^3$ -dən –  $\text{SiO}_2$  geli üçün  $1,68 \text{ q/sm}^3$ -ə qədər komplekslərin konsentrasiyası 15% olan nümunələr üçün) nanohibridlərin mikrobərkliyi də artır (98-dən  $165 \text{ kq/mm}^2$ -ə qədər, müvafiq olaraq). Həmçinin onların termostabilliyi də xeyli artır. Alınmış kompozitlərdə etanolun adsorbsiyası-desorbsiyası göstəricilərindən görüldüyü kimi, sistemin komponentlərinin öz aralarında kimyəvi bağlanmasından yaranan hibridlərdə üzvi hissəsinin miqdarının artması ilə  $\text{SiO}_2$  matrisasında məsamələrin sayı və ölçüsü kiçilir və konsentrasiya 10-15% olduqda matrisa monolit olur.

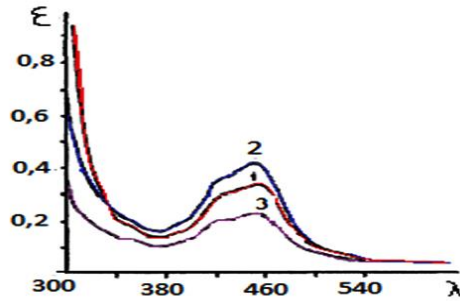
Üzvi komponentin sistemə daxil olması matris tərəfindən suyun və metanolun bir hissəsinin qovulması ilə müşayiət olunur. Şəkil 4-də kompozitlər üzərində etanolun adsorbsiya-desorbsiya izotermələri təqdim olunur. Bu əyriyərdən aşağıda təqdim olunan alınan hibridlərdə məsamələrin xüsusi səthinin (S) və onların radiusunun (r) dəyişməsinə hesablamaq mümkündür.



Şəkil 4 . Kompozit 18°C-də etanolun adsorbsiya-desorbsiya izotermələri

V - nümunənin 1 q-da məsamə həcmidir ( $\text{sm}^3/\text{q}$ ),  $p/p_s$  etanol buxarının təzyiqinin doymuş buxar təzyiqinə nisbətidir.

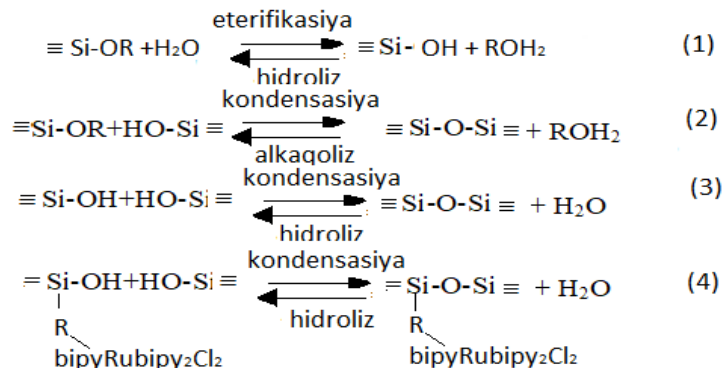
Üzvi və qeyri-üzvi komponentləri kimyəvi cəhətdən bağlanmış nanohibridlərin sintezi üçün  $\text{Ru}^{2+}$  (II) kompleksindən istifadə edilmişdir (şəkil 5.1.1). Bununla belə, şüşə (kvars) substratlarda lövhələr əldə edildiyi təqdirdə, kompleksin (II) və TMOS-un metoksisilil qruplarının birgə hidrolitik polikondensasiyası səbəbindən sistemin üzvi və qeyri-üzvi komponentləri arasında kimyəvi bir əlaqənin meydana gəlməsi, onların qalınlığının və sabitliyinin artmasını təmin edir. Şəkil 5.1.5, kvars substratlarındakı lövhələrin UB spektrini göstərir və şəkil 5 müxtəlif temperaturlarda qurudulmuş kompozitin lüminesans spektrlərini göstərir.



Şəkil 5 . Kvars şüşədə nazik lövhənin UB spektri

300°C temperatur istiliyində işlənmişdir, əyri 2-500°C-dədir. Lüminesens spektrləri dalğa uzunluğu 337 nm və nəbz müddəti  $6\pm 8$  ns olan azot lazer işığı ilə həyəcanlandıqdan sonra ölçüldü.  $Ru^{2+}$  üçün maksimum lüminesensi 610 nm-dir. Əvvəllər təsvir edilmiş  $Cu(bipy)_2Cl$  kompozitin nazik təbəqəsi üçün maksimum 430 nm-dir. Bu vəziyyətdə  $Ru^{2+}$  kompleksinin lüminesens intensivliyi mis  $Cu^+$  kompleksindən 10 qat daha yüksəkdir.

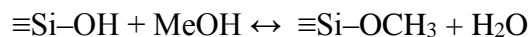
Tədqiqatımızın məqsədi göstərilən komplekslərin sintezi, onların zol-gel metodu ilə sintez edilən  $SiO_2$  matrissasına yeridilməsi və alınan nanohibrid materiallarının fiziki-mexaniki və optik xassələrinin öyrənilməsidir. Bu zaman əsas məsələ kompozitlərin monolit nümunələr şəklində alınması olmuşdur. Üzvi zol-gel metodu ilə nanokompozitlərin sintezində gedən kimyəvi proseslər kifayət qədər sadədir (şəkil 6):



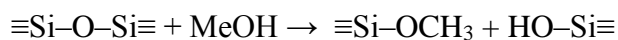
Şəkil 6. Zol-gel metodu ilə nanokompozitlərin alınması

Təəssüf ki, monolit nanohibridlərin sintezi bir sıra ciddi maneələrlə üzləşir. Bunlardan ən əsası reaksiyaların (1-4) dönən olmasıdır ki, bu da Si-O-Si və Si-OH rabitələrinin hidrolizi və alkoholizi reaksiyaları hesabına kompozitin destruksiyasına gətirir.

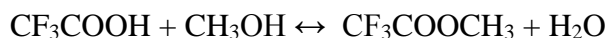
Silika skelet matrisinin yüksək budaqlanmış səthi xeyli sayda sərbəst silanol qruplarını özündə saxlayır, silisium atomu müxtəlif qrupların nukleofil substratına əvəz etmə meyli nəticəsində metanolla reaksiya girə bilər. Bu zaman esterifikasiya reaksiyası baş verir, siloksan bağının hidrolizinin tərs reaksiyası metanol ilə gel matrisindən suyu çıxararaq sıxışdırır.



Metanol yeni bağ olan siloksidin alkokslaşması reaksiyası ilə də məşğul olur. Bu da gel matrisinin qismən məhvinə gətirib çıxarır:



Mühitin turşuluğunu düzgün istiqamətdə dəyişməsi gel matrisində sirkə turşusunun metil efirinin əmələ gəlməsi ilə əldə edilmişdir:

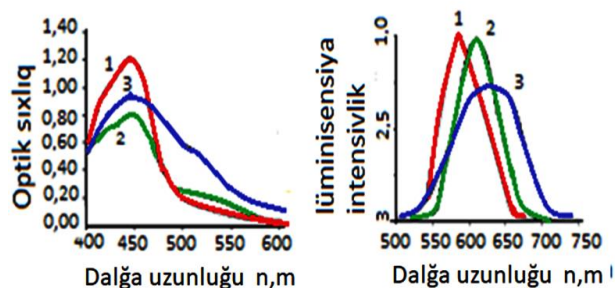


Bu effektin səbəbi reaksiya gedişində, matrisdən uçucu metil asetatın çıxarılmasıdır. Eyni zamanda, sirkə turşusu az uçucu birləşmədir, buda sistemdəki konsentrasiyanın 0,5□1 ekvivalentdən çox artmasına, məhsulun fiziki və kimyəvi xüsusiyyətlərinin kəskin pisləşməsinə səbəb olur.

Bu problemin həlli məqsədilə [13]-də göstərilən metoddan istifadə olunmuşdur. O, tetrametoksisilanın hidrolizi və alınan birləşmələrin polikondensasiyasının şəraitlərinin optimallaşdırılmasından ibarətdir və zol-gel prosesinin mühitinin turşuluğunun dəyişdirilməsi və eyni zamanda əmələ gələn spirtin uçucu birləşmələr şəklində kənarlaşdırılması ilə bağlıdır.

Kompozitlərin zol-gel sintezi aşağıda göstərilən kimi aparılır. Tetrametoksisilan (TMOS)(I ekvivalent), sirkə turşusu (I ekvivalent) və rutenium (1) və ya (II) komplekslərinin metanolda məhlulu qarışığına 4 ekvivalent su əlavə edirdik. Alınan sistemləri yastı dibli hermetik bağlı polipropilen qablarda yerləşdirir və 2 gün (48 saat) saxlayırdıq. Sonra qabların qapağını aralayır və nəm gəlləri 48 saat 50□C, 24 saat 60□C-də, 24 saat 70□C-də, 24 saat 80□C-də və 48 saat 90□C-də quruduruq. Temperaturu 3□C/saat sürəti ilə artırırıdıq.

Rutenium kompleksləri məhlullarının müvafiq spektrləri ilə müqayisədə hibridlərin udma və lüminessensiya spektrləri (şək. 7.) azacıq enlənib, həmçinin kompozitlərin lüminessensiya maksimumları dalğaların qısa uzunluqları tərəfə yerini dəyişib. Bunu spektrlərin qeyri-bərabər genişlənməsi effekti və polimer matrisində komplekslərin kimyəvi əhatəsinin sərtliyi ilə izah etmək olar.



Şəkil 7. [RuL<sub>3</sub>]Cl<sub>2</sub>(5%) – SiO<sub>2</sub> sistemində udulma spektrləri və nanohidridlərin lüminissensiyası

Monolit üzvi-qeyri-üzvi nanokompozitlər şəklində Ru(II)-nin yeni metalpolimer kompleksləri sintez edilmişdir ki, onlarda sistemin üzvi-qeyri-üzvi komponentləri öz aralarında kimyəvi bağlıdır.



## Nəticə

Polimer əsas qismində SiO<sub>2</sub>-nin qeyri-üzvi matrissasından istifadəsi:

- a) nanokompozitdə rutenium kompleksinin miqdarına nəzarət etməyə;
- b) alınan materialın termostabilliyini və fiziki-mexaniki xarakteristikalarını əhəmiyyətli dərəcədə artırmağa;
- c) ilkin polimer strukturunun alınma prosesini sadələşdirməyə imkan verir.

## СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКО-НЕОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Минира Махаммедали Агагусейнова<sup>1</sup>, Мехрибан Рахиль Микаилова<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Азербайджанский Государственный Университет Нефти и Промышленности, Баку, Азербайджан

<sup>1</sup> mikailova.mr16@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2471-2136>

<sup>2</sup> <http://orcid.org/0000-0002-0009-8779>

### РЕЗЮМЕ

Высокомолекулярные соединения и металлосодержащие нанокomпозиты на их основе широко и целенаправленно используются для создания уникальных материалов нового поколения для микро- и наноэлектроники, светочувствительных наноразмерных систем, оптоэлектронных наносенсоров, эффективных и селективных катализаторов, медико-биологических наноматериалов. Возрастающие потребности современных инновационных технологий в новых эффективных комплексных материалах определяют актуальность и перспективность разработки и исследования новых многофункциональных полимерных наноматериалов с практически ценными свойствами. Комплексы рутения с 2,2'-бипиридиллом и 1,10 – фенантролином обладают интересными фотофизическими, фотохимическими и электрохимическими свойствами, а также высокой термической (до 4000С) и химической стабильностью (инертны по отношению к твердой серной кислоте и 50% щелочи). решение). Дополнительный интерес к этим структурам представляет возможность использования их в качестве катализатора расщепления воды на элементы под воздействием видимого света. В качестве матрицы могут быть использованы различные органические полимеры - полиметакрилаты, полиуретаны, полиамиды, полиимиды, полибензимидазолы и др. . К сожалению, органические матрицы обладают рядом недостатков: низкой термической стабильностью, равномерным распределением сложных молекул в получаемом материале и не позволяют синтезировать гибриды с концентрацией комплекса Ru(II) более 1%. Решение этой проблемы связано с заменой органического полимера на неорганическую матрицу - SiO<sub>2</sub> (синтезированную гидролизом тетраалкоксисиланов золь-гель-методом и затем полученную поликонденсацией полученных соединений). Изучены синтез указанных комплексов, их введение в матрицу SiO<sub>2</sub>, синтезированную золь-гель методом, а также физико-механические и оптические свойства полученных наногибридных материалов. На тот момент основным вопросом была закупка композитов в виде монолитных образцов. Синтезированные композитные образцы

---

были получены в монолитном виде и исследованы методами ИК, ЯМР, ЭУЗ, элементного анализа, люминесценции.

**Ключевые слова:** нанокompозиты, 2,2'-бипиридил рутения, азотсодержащие полимеры, синтез, рутений-1,10-фенантролин, золь-гель метод.

## **SYNTHESIS AND RESEARCH OF ORGANIC-INNORGANIC COMPOSITE MATERIALS**

**Minira Mahammadali Agahuseynova<sup>1</sup>, Mehriban Rahil Mikayilova<sup>2</sup>**

<sup>1,2</sup> Azerbaijan State Oil and Industry University, Baku, Azerbaijan

<sup>1</sup> mikailova.mr16@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2471-2136>

<sup>2</sup> <http://orcid.org/0000-0002-0009-8779>

High-molecular compounds and metal-containing nanocomposites based on them are widely and purposefully used for the creation of new generation unique materials for micro- and nanoelectronics, light-sensitive nanoscale systems, optoelectronic nanosensors, effective and selective catalysts, medical-biological nanomaterials. The increasing demands of modern innovative technologies in new effective complex materials determine the relevance and perspective of developing and researching new multifunctional polymer nanomaterials with practical valuable properties. Complexes of ruthenium with 2,2' - bipyridyl and 1,10 – phenanthroline have interesting photophysical, photochemical and electrochemical properties, as well as high thermal (up to 4000C) and chemical stability (they are inert against solid sulfuric acid and 50% alkaline solution). An additional interest in these structures is the possibility of using them as a catalyst to break down water into elements under the influence of visible light. As a matrix, various organic polymers can be used - polymethacrylates, polyurethanes, polyamides, polyimides, polybenzimidazoles, etc. Unfortunately, organic matrices have a number of disadvantages: low thermal stability, uniform distribution of complex molecules in the obtained material, and they do not allow the synthesis of hybrids with more than 1% concentration of Ru(II) complex. The solution to this problem is related to the replacement of the organic polymer with the inorganic matrix - SiO<sub>2</sub> (synthesized through the hydrolysis of tetraalkoxysilanes by the sol-gel method and then obtained by polycondensation of the obtained compounds). The synthesis of the indicated complexes, their introduction into the SiO<sub>2</sub> matrix synthesized by the sol-gel method, and the physical-mechanical and optical properties of the obtained nanohybrid materials were studied. At that time, the main issue was the purchase of composites in the form of monolithic samples. Synthesized composite samples were obtained in monolithic form and studied by IR, NMR, EUS, elemental analysis, luminescence methods.

**Keywords:** nanocomposites, ruthenium 2,2'-bipyridyl, nitrogen-containing polymers, synthesis, ruthenium-1,10-phenanthroline, sol-gel method.