

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 1.582	ПИИИ (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2021 Issue: 11 Volume: 103

Published: 30.11.2021 <http://T-Science.org>

QR – Issue



QR – Article



Bakhodir Azamovich Kholnazarov

Termez State University

Associate Professor of the Department of Inorganic and Analytical Chemistry,
190111, Republic of Uzbekistan, Termez, Barkamol Avlod str., 43.

baxodir.xolnazarov@rambler.ru

Khayit Khudainazarovich Turaev

Termez State University

Doctor of Chemistry, Professor, Dean of the Faculty of Chemistry,
190111, Republic of Uzbekistan, Termez, st. Barkamol Avlod, 43.

Abdulakhat Turapovich Jalilov

Stat Unitary Enterprise Tashkent Scientific Research Institute of Chemical Technology
director, doctor of chemistry, professor, Academician of the Academy of Sciences of the Republic of
Uzbekistan, Uzbekistan, Tashkent region, Zangiata district, P/o Shuro-bazaar

SYNTHESIS OF HYDROGELS BASED ON COTTON CELLULOSE, UREA AND ACRYLIC ACID

Abstract: The aim of this study is to synthesize a new composition of an agricultural hydrogel based on cotton cellulose, urea, and acrylic acid. The results of scanning electron microscopic (SEM), infrared spectroscopic (IR) and differential scanning calorimetric (DSK) analysis of the obtained superabsorbent hydrogel were also analyzed. All analysis results in this study confirmed the formation of a new superabsorbent hydrogel. The water absorption capacity of the superconducting hydrogel was 460 g/g. According to the results of the study, a mechanism for the reaction of the formation of a superabsorbent hydrogel was proposed.

Key words: cotton cellulose, urea, synthesis, hydrogel, acrylic acid, polymerization, initiator, binding agent, water absorption.

Language: Russian

Citation: Kholnazarov, B. A., Turaev, Kh. Kh., & Jalilov, A. T. (2021). Synthesis of hydrogels based on cotton cellulose, urea and acrylic acid. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 11 (103), 1077-1083.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-11-103-121> **Doi:** [crossref https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.11.103.121](https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.11.103.121)

Scopus ASCC: 1604.

СИНТЕЗ ГИДРОГЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ ХЛОПКОВОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ, МОЧЕВИНЫ И АКРИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Аннотация: Целью данного исследования является синтез новой композиции сельскохозяйственного гидрогеля на основе хлопковой целлюлозы, мочевины и акриловой кислоты. Также были проанализированы результаты сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), инфракрасной спектроскопии (ИК) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) полученного суперабсорбирующего гидрогеля. Все результаты анализа в этом исследовании подтвердили образование нового супервпитывающего гидрогеля. Водопоглощающая способность сверхпроводящего гидрогеля составляла 460 г/г. По результатам исследования был предложен механизм образования суперабсорбирующего гидрогеля.

Ключевые слова: хлопковая целлюлоза, мочевина, синтез, гидрогель, акриловая кислота, полимеризация, инициатор, связующее, водопоглощение.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Введение

Согласно определению, гидрогели представляют собой такие сшитые полимерные вещества, которые остаются нерастворимыми и могут удерживать большие количества жидкости по сравнению с массой тела [1]. Сшивание можно проводить химическим или механическим способом. Благодаря более высокой водопоглощающей способности гидрогелей, его можно использовать в здравоохранении [2], сельском хозяйстве [3], биомедицине [4], строительстве [5] и других промышленных применениях [6].

Целлюлоза - самый распространенный природный полимер на этой планете. Не только в настоящее время, но и с древних времен целлюлоза используется в промышленности и других различных областях [7]. В сочетании с целлюлозой и другими синтетическими полимерами можно синтезировать композитный гидрогель с особыми свойствами [8]. Среди различных методов получения гидрогелей наиболее широко используется метод радикальной сополимеризации из-за простого протекания реакции и менее дорогих инструментов. При радикальной сополимеризации мономеры сополимеризуются в присутствии инициаторов и сшивающего агента и прививаются на целлюлозные материалы.

Регулярное использование удобрений, особенно азотных, в сельском хозяйстве может вызвать экологические проблемы. Мочевина - наиболее широко используемое удобрение из-за высокого содержания азота (46%). Удобрения можно добавлять в гидрогель разными способами, два наиболее часто используемых метода: один - удобрение приваривается непосредственно к полимерным цепям гидрогеля, другой - сначала синтезируется гидрогель, а затем он погружается в растворы минеральных удобрений [9-10]. Эффективность поглощения мочевины растениями обычно колеблется до 50% из-за потока воды, промывки и испарения, что приводит к накоплению мочевины в воде и почве и вызывает очень серьезные экологические проблемы [10-11]. Технологической науке необходимы инновации в синтезе гидрогелей. Поэтому в этой статье мы синтезировали новый состав сельскохозяйственного гидрогеля, который можно обновить, сочетая синтетический материал с натуральными материалами.

Объекты и методы исследования.

В эксперименте использовались хлопковая целлюлоза (ХЦ) (Узбекистан), акриловая кислота (АК) (Навоизот, Узбекистан), мочевина (Навоизот, Узбекистан), NaOH (пром.УЗ) - N,N'-метиленбисакриламид (МБА, Chemical Ltd,

Англия), инициатор - реагенты пересульфат калия (КПС)

Растворение хлопковой целлюлозы (ХЦ)

5 г хлопковой целлюлозы нагревали в 10% растворе NaOH в автоклаве при 100 °С в течение 3 часов. Полученный материал промывали дистиллированной водой до чистотого состояния и сушили до постоянной массы при 60 °С. Затем материал погружали в 7% раствор LiOH и 12% мочевины и держали при -30 °С в течение 24 часов. В этом процессе гидраты LiOH окружают цепочку целлюлозы, образуя новые водородные связи при низких температурах. В этом случае, в результате смещения водородных связей между целлюлозой и небольшими молекулами, целлюлоза растворяется в водном растворе. Полученный продукт очень энергично перемешивают в течение 1 часа, в результате получается каша из хлопковой целлюлозы. Затем продукт фильтровали и промывали до тех пор, пока pH промывной воды не достигал = 7.

Синтез гидрогеля.

Гидрогель получали следующим образом. Первоначально 1 моль АК нейтрализовали до 70% на ледяной бане в присутствии 20% раствора NaOH в химическом стакане на 500 мл. Затем к нему медленно добавляли 2 моля мочевины и 0,216 г МБА и хорошо перемешивали механической мешалкой. Полученный раствор затем переносили в трехгорлую колбу на 1000 мл, оборудованную механической мешалкой, газообразным азотом и конденсатором. Трехгорную трубку погружали в водяную баню. Перед добавлением инициатора кислород, присутствующий в растворе, удаляли из раствора в присутствии газообразного азота в течение 20 мин. Затем в указанную колбу добавляли 14,4 г хлопковой целлюлозы и 0,432 г КПС при перемешивании в течение 10 мин. Для завершения процесса полимеризации водяную баню доводили до установленной температуры в течение определённого времени. Реакцию проводили при 70 °С в течение 4 часов. После завершения реакции полимеризации полученный гидрогель промывали этанолом для удаления инертных частиц. Затем полученный гидрогель сушили при температуре 60°C до постоянного веса.

Результаты и их обсуждение.

На рисунке 1 показаны ИК-спектры ХЦ, АК, мочевины и ХЦ-г-ПАК/Мочевина. Для спектра ХЦ области поглощения 3412 и 2920 см⁻¹ соответствуют валентным колебаниям групп -ОН и С-Н. Кроме того, пики 1386 и 1039 см⁻¹ зависят от асимметричных валентных колебаний С-С и С-О-С. Для спектра АК наблюдались области поглощения 1711 и 1622 см⁻¹, соответствующие

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИИЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 9.035
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

валентным колебаниям групп $-\text{COOH}$ и $\text{C}=\text{C}$ соответственно. Симметричные колебания $-\text{COO}^-$ групп наблюдались в области 1432 см^{-1} . В то время, как в области 1289 и 1238 см^{-1} наблюдаются асимметричные колебания деформации $=\text{C}-\text{H}$, симметричные валентные колебания групп $\text{C}-\text{H}$ наблюдаются в области 980 и 803 см^{-1} . Для мочевины площадь поглощения 3341 и 3304 см^{-1}

уменьшается до $-\text{CONH}$ 1676 см^{-1} асимметричной области деформации из-за валентных колебаний NH . Области поглощения 3341 и 3304 см^{-1} обусловлены валентностью группы $-\text{N}-\text{H}$ в метиленбисакриламиде, а площади поглощения 965 и 812 см^{-1} обусловлены колебаниями деформации $\text{C}-\text{H}$.

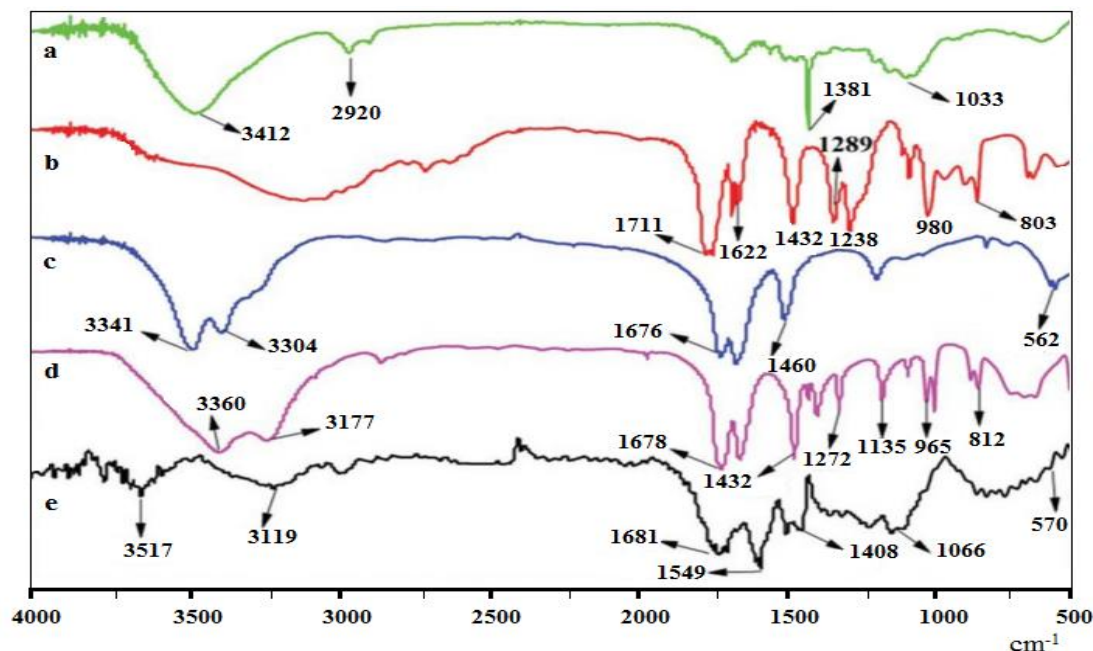
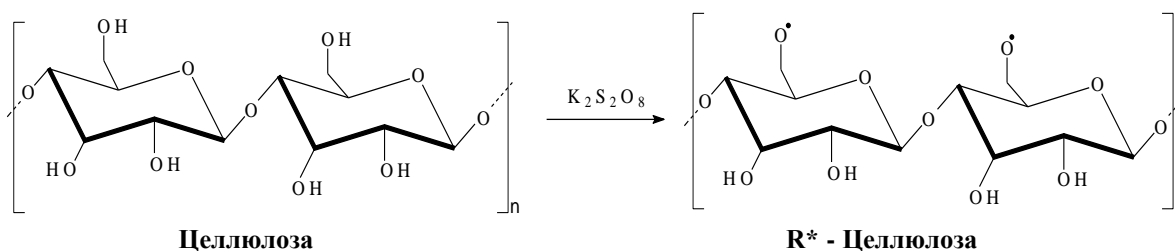


Рис 1. Инфракрасный спектр ХЦ (а), АК (б), мочевины (с), МБА (д) и ХЦ-g-ПАК/Мочевина (е)

На рисунке 1 ИК (е), новая полоса присутствует в спектре, которая указывает на прививку мономера на основу хлопка. Для валентных колебаний $-\text{COO}^-$ группы соответствует область поглощения 1549 см^{-1} , симметричные валентные колебания групп $-\text{COO}^-$ соответствуют области 1408 см^{-1} , симметричные валентные колебания групп $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ при 1066 см^{-1} . Кроме того, валентные колебания группы $\text{C}=\text{O}$ в мочевины наблюдаются в области 1681 см^{-1} . Это

означает, что химическая связь образуется между $-\text{COOH}$ и $\text{C}=\text{O}$ за счет водородной связи. Кроме того, можно видеть, что характерные связи мочевины уменьшаются с 3341 и 3304 см^{-1} до 570 см^{-1} ($\text{N}-\text{CO}-\text{N}$). Видно, что мочевина содержит ХЦ-g-ПАК/Мочевина.

Структурная формула суперабсорбирующего гидрогеля, который обладает способностью поглощать большие количества воды, оказалась следующей. (Схема - 1).



Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИИЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 9.035
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

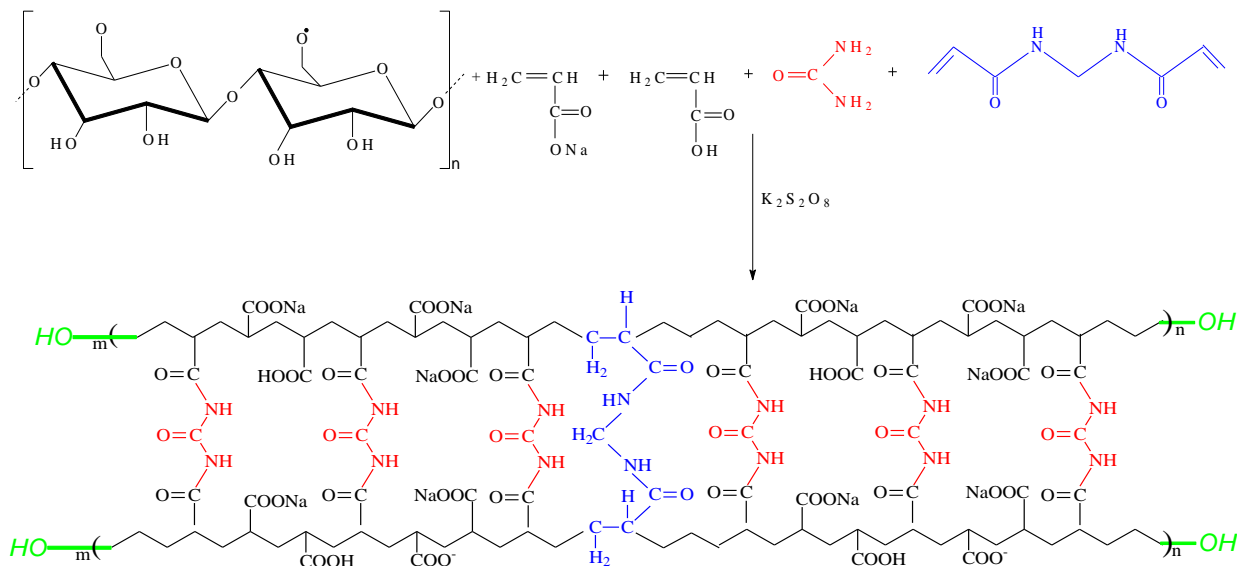


Схема 1. Реакция образования суперабсорбента гидрогеля (ХЦ-g-ПАК/Мочевин)

Микроморфологическое изображение гидрогеля (рис 2 б) показало, что гидрогель содержит большое количество пор, размер которых составляет около 0,1 мм. Эти поры улучшают водопоглощение гидрогелей, позволяя воде проникать внутрь гидрогеля. Пузырьки также играют важную роль в возвращении поглощенной воды растениям в нужное время.

Кроме того, удобрения, присутствующие в гидрогелях, легко переносятся на стебель растения через поры в гидрогелях, полученных в результате сшивания ХЦ, АК и мочевины. На рисунке 2b мы можем видеть кристаллы мочевины (белые точки) на поверхности ХЦ-g-РАК/Мочевина, которые не прореагировали.

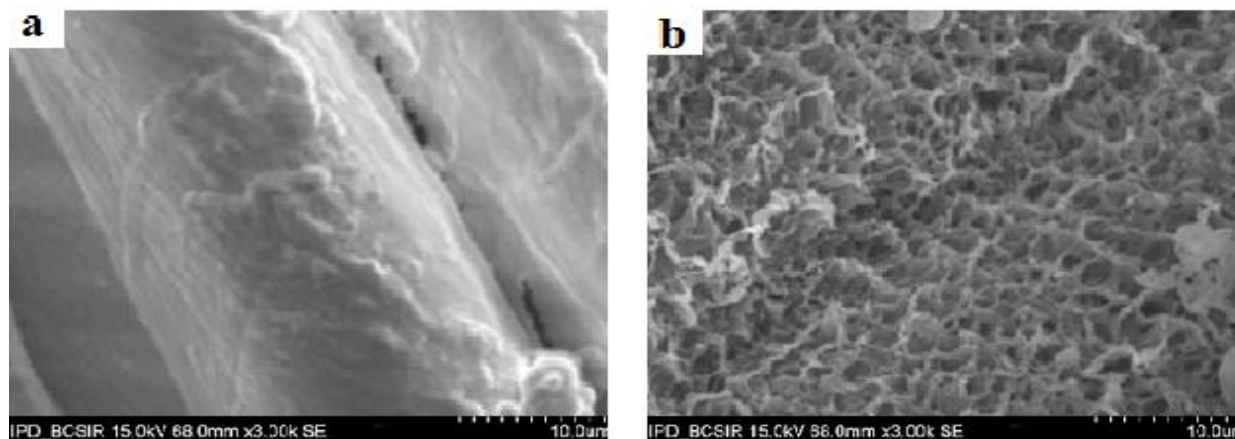


Рис 2. Морфология производной целлюлозы (а) и гидрогеля (ХЦ-g-ПАК/Мочевина) (б)

Влияние температуры реакции от 20 до 70 °С на скорость набухания гидрогеля исследовали без изменения других параметров. (Рис 3) На рис 3 показано, что водопоглощение полученного гидрогеля значительно увеличивалось, когда реакцию проводили при 60 °С. Когда реакции проводили при низких или высоких температурах, водопоглощающая способность гидрогеля также

была низкой и полученная цепь была короткой. Увеличение времени реакции приводит к увеличению степени сшивания полимеров, что, в свою очередь, приводит к снижению водопоглощения гидрогеля. Таким образом, если время реакции слишком велико или слишком мало, а температура ниже или выше нормы, гидрогели будут поглощать меньше воды.

Impact Factor:

ISRA (India)	= 6.317	SIS (USA)	= 0.912	ICV (Poland)	= 6.630
ISI (Dubai, UAE)	= 1.582	ПИИЦ (Russia)	= 3.939	PIF (India)	= 1.940
GIF (Australia)	= 0.564	ESJI (KZ)	= 9.035	IBI (India)	= 4.260
JIF	= 1.500	SJIF (Morocco)	= 7.184	OAJI (USA)	= 0.350

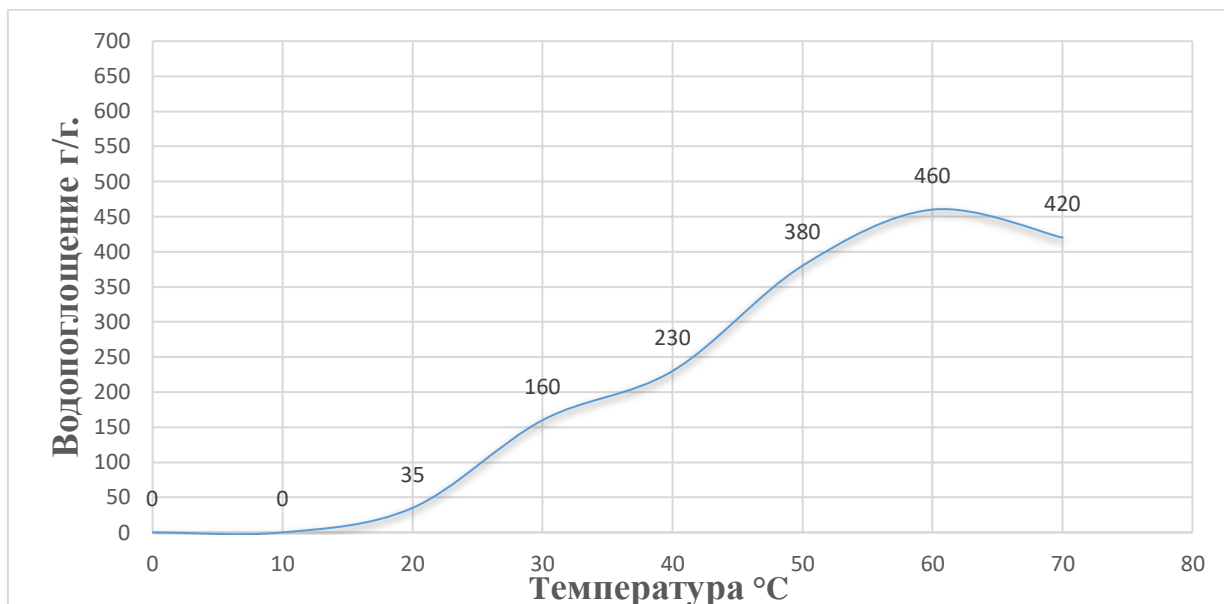


Рис 3. Влияние температуры реакции на водопоглощение.

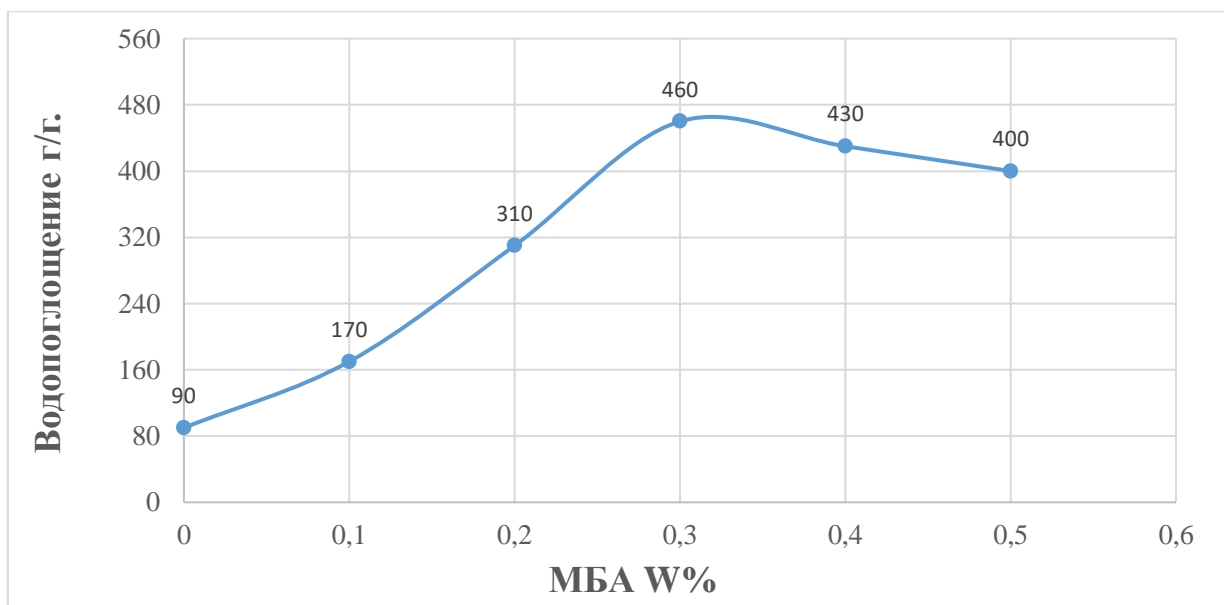


Рис 4. Влияние соотношения качества МБА и АК на водопоглощение .

Когда отношение количества связующего (МБА) к массе акриловой кислоты (АК) превышает 0,3%, водопоглощение гидрогеля уменьшается (Рисунок 4). По мере увеличения концентрации связующего количество петель в полимерной цепи увеличивается, и связи в полимере становятся более плотными из-за разрыва связей. Это также уменьшает объем пустот в сетках, что приводит к увеличению нерастворимого материала, что, в свою очередь, снижает водопоглощение суперсorbирующего полимера.

Когда концентрация инициатора составляла 0,6% от массы акриловой кислоты,

водопоглощающая способность гидрогеля показывала лучший результат. Высокая водопоглощающая способность гидрогеля в дистиллированной воде составляла 460 г/г. (Рисунок 5). Увеличение количества инициатора снижает водопоглощение гидрогеля. Увеличение количества инициатора создает большое количество радикальных центров, что приводит к неупорядоченному связыванию мономеров. Кроме того, когда количество инициатора (КПС) увеличивается, процесс реакции может остановиться до окончания реакции.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

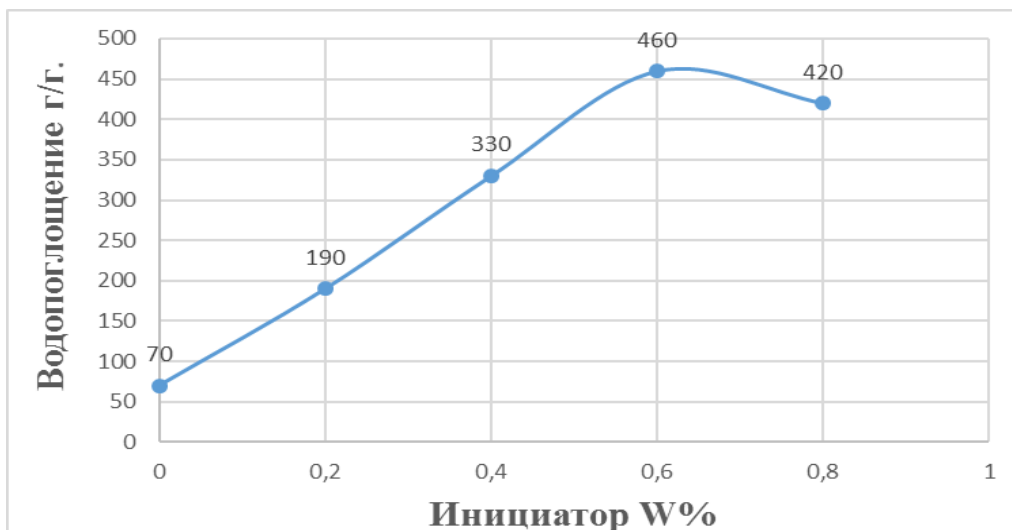


Рис 5. Влияние количества инициатора на водопоглощение.

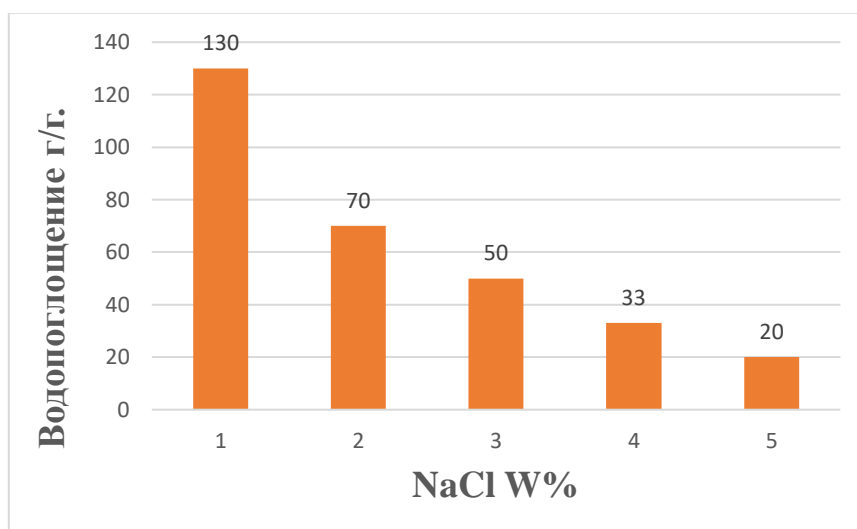


Рис 6. Влияние концентрации хлорида натрия на водопоглощение гидрогеля.

Как видно из рисунка 6, водопоглощающая способность ХЦ-г-ПАК/ Мочевина обратно пропорциональна концентрации раствора хлорида натрия. Это связано с уменьшением разницы осмотического давления с увеличением концентрации соли в растворе. Высокие концентрации NaCl раствора приводят к снижению водопоглощающей способности. Разница осмотического давления действует как движущая сила в фазе водопоглощения ХЦ-г-ПАК/Мочевина. Следовательно, гидрогели обладают сильной водопоглощающей способностью в растворе NaCl с низкой концентрацией.

Выводы

В этом исследовании были синтезированы сельскохозяйственные гидрогели, которые были

экологически чистыми, путем прививки хлопковой целлюлозы, мочевины и акриловой кислоты в растворе с использованием метода прививки сополимеризации. По результатам исследования предложен реакционный механизм образования гидрогеля. Полученные гидрогели подходят для орошаемых, но неиспользуемых земель из-за нехватки воды, повышают урожайность сельскохозяйственных культур, сокращают потребление минеральных удобрений, удерживая их в плодородном слое почвы, и сохраняют их в почве за счет атмосферных осадков или воды для орошения, что снижает затраты.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	PIHII (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

References:

- Bao, Y., Ma, J., & Li, N. (2011). "Synthesis and swelling behaviors of sodium carboxymethylcellulose-g-poly(AA-co-AM-coAMPS)/MMT superabsorbent hydrogel," *Carbohydrate Polymer*, 84(1), 76-82.
- Sadeghi, M., & Hosseinzadeh, H. (2008). "Synthesis of Starch-Poly (Sodium Acrylate-coAcrylamide) Superabsorbent Hydrogel with Salt and pH-Responsiveness Properties as a Drug Delivery System." *Journal of Bioactive and Compatible Polymers*, 23(4), 381- 404.
- Zohuriaan-Mehr, M.J., Omidian, H., Doroudiani, S., & Kabiri, K. (2010). Advances in non-hygienic applications of superabsorbent hydrogel materials," *Journal of Material Science*, 45(21), 5711-5735.
- Thomas, V., Yallapu, M.M., Sreedhar, B., & Bajpai, S.K. (2007). "A versatile strategy to fabricate hydrogel– silver nanocomposites and investigation of their antimicrobial activity," *Journal of Colloid and Interface Science*, 315(1), 389-395.
- Song, F.X., Wei, J.F., & He, T.S. (2009). "A method to repair concrete leakage through cracks by synthesizing super-absorbent resin in situ." *Concrete and Building Materials*, 23(11), 386-391.
- Kholnazaev, B.A., Turaev, Kh.Kh., & Dzhililov, A.T. (2019). "Synthesis of starch, acrylamide, acrylic acid and montmorillonite-based superabsorbent polymer composite" *Austrian Journal of Technical and Natural Sciences*, 5-6, 69-73.
- Kashyap, N., Kumar, N., & Kumar, M. (2005). "Hydrogels for Pharmaceutica and Biomedical Applications," *Critical Reviews in Therapeutic Drug Carrier Systems*, 22(2), 107- 149.
- Kholnazarov, B.A., Turaev, Kh.Kh., & Toshtemirov, A.E. (2021). "Synthesis of a superabsorbent polymer composite based on starch copolymers". *Scientific journal "Universum: chemistry and biology"*, Moskva Issue: 1 (79) October 2021, pp. 70-73.
- Dongdong, C., Yan, L., Guiting, Y., & Aiping, Z. (2018). Water- and Fertilizer-Integrated Hydrogel Derived from the Polymerization of Acrylic Acid and Urea as a Slow-Release N Fertilizer and Water Retention in Agriculture. *Agric. Food Chem.*, 66, 5762–5769.
- Kholnazarov, B.A., Turaev, Kh.Kh., Shirinov, Sh.D., & Dzhililov, A.T. (2019). "Synthesis of a superabsorbent hydrogel based on starch, acrylamide and kaolin." *Reports of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan*, No 2, 55-60.
- Zhou, Y.M., Fu, S.Y., Zhang, L.L., & Zhan, H.Y. (2013). Superabsorbent nanocomposite hydrogels made of carboxylated cellulosenanofibrils and CMC-g-p(AA-co-AM). *Carbohydr. Polym.*, 97, 429-435.
- Kholnazarov, B.A., Turaev, Kh.Kh., & Jalilov, A.T. (2021) Synthesis of superabsorbing hydrogels based on starch copolymers. *Chemistry and chemical engineering*, Republic of Uzbekistan, 1, 38-43.