

## Влияние условий синтеза мезопористого силикагеля на его физико-химические характеристики

© Токранова\*<sup>+</sup> Елена Олеговна, Зубкова Дарья Николаевна

Кафедра физической химии и хроматографии. Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П. Королева. Московское шоссе, д. 34. г. Самара, 443086. Россия.

E-mail: fileona@mail.ru

\*Ведущий направление; <sup>+</sup>Поддерживающий переписку

**Ключевые слова:** мезопористые силикагели, допирование диспрозием, модифицирование никелем, темплатный синтез.

### Аннотация

Методом темплатного синтеза были получены образцы мезопористого силикагеля с систематическим варьированием ключевых параметров синтеза: давления автоклавирования (2, 5 и 13 атм) и концентрации поверхностно-активного вещества – цетилтриметиламмония бромида (ЦТАБ). Целью работы являлось изучение влияния этих условий на текстурные и морфологические характеристики полученных материалов. Структурные свойства образцов были детально исследованы с использованием комплекса методов: низкотемпературной адсорбции азота для определения удельной поверхности, объёма и размера пор, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) для анализа морфологии частиц и рентгенофлуоресцентного анализа для подтверждения элементного состава. Установлено, что увеличение давления автоклавирования от 2 до 13 атм приводит к снижению удельной поверхности с 666 до 563 м<sup>2</sup>/г. Допирование диспрозием (Dy<sup>3+</sup>) сопровождается эффективным встраиванием ионов в силикагельную матрицу, что подтверждается данными РФА, а также приводит к увеличению объёма микропор на 41% (с 0.277 до 0.390 см<sup>3</sup>/г) и уменьшению среднего размера частиц со 180 до 75 нм. Модифицирование никелем вызывает наиболее выраженные изменения: удельная поверхность снижается в 2.5 раза (с 600 до 235 м<sup>2</sup>/г), что указывает на блокировку пор металлом и его локализацию преимущественно внутри пористой структуры.

Выявленные закономерности демонстрируют возможность целенаправленного управления физико-химическими свойствами мезопористых силикагелей за счёт контроля условий синтеза и введения различных металлов-модификаторов, что расширяет их потенциал для применения в качестве эффективных адсорбентов и носителей катализаторов в химической и экологической промышленности.

### Выходные данные для цитирования русскоязычной печатной версии статьи:

Токранова Е.О., Зубкова Д.Н. Влияние условий синтеза мезопористого силикагеля на его физико-химические характеристики. *Бутлеровские сообщения*. 2026. Т.87. №7. С.41-51. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41

### Выходные данные для цитирования русскоязычной электронной версии статьи:

Токранова Е.О., Зубкова Д.Н. Влияние условий синтеза мезопористого силикагеля на его физико-химические характеристики. *Бутлеровские сообщения А*. 2026. Т.14. №3. Id.5. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41/ROI-jbc-A/26-14-3-5 (Russian)

### The output for citing the English online version of the article:

Elena O. Tokranova, Daria N. Zubkova. Influence of the synthesis conditions of mesoporous silica gel on its physico-chemical characteristics. *Butlerov Communications A*. 2026. Vol.14. No.3. Id.5. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41/ROI-jbc-A/26-14-3-5

### Литература

- [1] J. Aguado, *et al.* Aqueous heavy metals removal by adsorption on amine-functionalized mesoporous silica. *Journal of Hazardous Materials*. 2009. Vol.163. No.1. P.213-221. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.06.080
- [2] C. Li, G. Zhang, L. Lin, *et al.* Silica aerogels: from materials research to industrial applications. *International Materials Reviews*. 2023. Vol.68. No.7. P.862-900. DOI: 10.3390/catal12050573
- [3] M. Athalye, R. Patel, M. Patel. Toxicity, safety, and biodistribution of multifunctional mesoporous silica nanoparticles. *Nanotechnology in Medicine: Toxicity and Safety*. 2021. P.137-155.

- [4] R.H. Mohammed, O. Mesalhy, M. Abdelkareem, *et al.* Physical properties and adsorption kinetics of silica-gel/water for adsorption chillers. *Applied Thermal Engineering*. **2018**. Vol.137. P.368-376. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2018.03.088
- [5] A. Rex, J.H.Z. Dos Santos. The use of sol–gel processes in the development of supported catalysts/ *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. **2023**. Vol.105. No.1. P.30-49. DOI: 10.1007/s10971-022-05975-x
- [6] P. Riani, E. Spennati, M.V. Garcia, *et al.* Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts for CO<sub>2</sub> methanation: Effect of silica and nickel loading. *International Journal of Hydrogen Energy*. **2023**. Vol.48. No.64. P.24976-24995. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2023.01.002
- [7] Пузырев И.С., Собина Е.П., Медведевских С.В. Темплатный синтез и сорбция паров воды пористыми силикагелями с высокой удельной площадью поверхности. *Бутлеровские сообщения*. **2013**. Т.36. №10. С.141-145. ROI: jbc-01/13-36-10-141 [I.S. Puzirev, E.P. Sobina, S.V. Medvedevskikh Template synthesis and sorption of water vapor by porous silica gels with a high specific surface area. *Butlerov Communications*. **2013**. Vol.36. No.10. P.141-145. ROI: jbc-01/13-36-10-141 (Russian)]
- [8] H. Ghaedi, M. Zhao. Review on template removal techniques for synthesis of mesoporous silica materials. *Energy & Fuels*. **2022**. Vol.36. No.5. P.2424-2446. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.1c04435
- [9] G. Gianola, A. Cosenza, C. Roiron, *et al.* Effect of silica leaching treatment during template-assisted synthesis on the performance of FeNC catalysts for oxygen reduction reaction. *Electrochimica Acta*. **2025**. Vol.525. P.146085. DOI: 10.1016/j.electacta.2025.146085
- [10] Гелдиев Ю.А. Тураев Х.Х., Касимов Ш.А. и др. Изучение сорбции углекислого газа модифицированными силикагелями с 2-гидроксиэтилкарбаматом. *Физика и химия стекла*. **2023**. Т.49. №2. С.171-180. DOI: 10.31857/S0132665122600613 [Yu.A. Geldiev, H.H. Turaev. Sh.A. Kasimov, *et al.* Study of carbon dioxide sorption by modified silica gels with 2-hydroxyethylcarbamate. *Glass Physics and Chemistry*. **2023**. Vol.49. No.2. P.171-180. DOI: 10.31857/S0132665122600613 (Russian)]
- [11] B.J. Singh, Konarova, T. Wakihara, *et al.* Functional mesoporous silica nanomaterials for catalysis and environmental applications. *Bulletin of the Chemical Society of Japan*. **2020**. Vol.93. No.12. P.1459-1496. DOI: 10.1246/bcsj.20200136
- [12] Филиппова Е.О., Токранов А.А., Шафигулин Р.В. и др. Синтез мезопористого силикагеля, допированного диспрозием и модифицированного никелем, и исследование его селективности в процессе каталитического гидрирования смеси бензола и его производных. *Журнал прикладной химии*. **2020**. Т.93. №5. С.735-741. DOI: 10.31857/S0044461820050151 [E.O. Filippova, A.A. Tokranov, R.V. Shafigulin, *et al.* Synthesis of mesoporous silica gel doped with dysprosium and modified with nickel and study of its selectivity in the catalytic hydrogenation of a benzene and its derivatives. *Russian Journal of Applied Chemistry*. **2020**. Vol.93. No.5. P.741-747 DOI: 10.1134/S1070427220050158]
- [13] E. Fanizza, N. Depalo, S. Fedorenko, *et al.* Green fluorescent terbium(III) complex doped silica nanoparticles for TSPO targeting. *International Journal of Molecular Sciences*. **2019**. Vol.20. No.13. P.3139. DOI: 10.3390/ijms20133139
- [14] N. Pal, E.B. Cho, A.K. Patra, *et al.* Ceria-Containing ordered mesoporous silica: synthesis, properties, and applications. *ChemCatChem*. **2016**. Vol.8. No.2. P.285-303. DOI: 10.1002/cctc.201500780
- [15] Самотина И.Ю., Куцев П.О., Шестаков А.С. Микрогели поли-*N*-изопропилакриламида, модифицированные наночастицами серебра. *Бутлеровские сообщения*. **2024**. Т.78. №4. С.77-84. ROI: jbc-01/24-78-4-77 [Irina U. Samotina, Peter O. Kushchev, Alexander S. Shestakov. Poly-*N*-isopropylacrylamide microgels loaded with silver nanoparticles. *Butlerov Communications B*. **2024**. Vol.7. No.2. Id.2. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/24-78-4-77/ROI-jbc-B/24-7-2-2]
- [16] G. Martínez-Edo, A. Balmori, I. Pontón, *et al.* Functionalized ordered mesoporous silicas (MCM-41): Synthesis and applications in catalysis. *Catalysts*. **2018**. Vol.8. No.12. P.617. DOI: 10.3390/catal8120617
- [17] Токранов А.А., Филиппова Е.О., Шафигулин Р.В. и др. Изучение каталитических свойств мезопористого кремнезёма, допированного диспрозием и модифицированного медью на примере реакции гидрирования ксилолов. *Бутлеровские сообщения*. **2019**. Т.58. №5. С.81-85. ROI: jbc-01/19-58-5-81 [A.A. Tokranov, E.O. Filippova, R.V. Shafigulin, *et al.* Study of the catalytic properties of mesoporous silica doped with dysprosium and modified with copper using the example of the xylene hydrogenation reaction. *Butlerov Communications*. **2019**. Vol.58. No.5. P.81-85. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/19-58-5-81 (Russian)]

- [18] M.G. Kallitsakis, K.D. Nikopoulos, I.N. Lykakis. Hydrazine as a reducing agent in catalytic transfer hydrogenation processes: up-to-date overview approaches. *ChemCatChem*. **2025**. Vol.17. No.8. P.e202401927. DOI: 10.1002/cctc.202401927
- [19] B. Bennett, S.R. Larter. Quantitative separation of aliphatic and aromatic hydrocarbons using silver ion – silica solid-phase extraction. *Analytical Chemistry*. **2000**. Vol.72. No.5. P.1039-1044. DOI: 10.1021/ac9910482
- [20] H. Yu, J. Zang, C. Guo, *et al.* Research progress on adsorption and separation of petroleum hydrocarbon molecules by porous materials. *Separations*. **2022**. Vol.10. No.1. P.17. DOI: 10.3390/separations10010017
- [21] Филиппова Е.О., Шафигулин Р.В., Шмелев А.А. и др. Изучение сорбционных свойств мезопористого кремнезёма методом обращенной газовой хроматографии. *Бутлеровские сообщения*. **2017**. Т.52. №2. С.159-165. ROI: jbc-01/17-52-12-159 [E.O. Filippova, R.V. Shafigulin, A.A. Shmelev *et al.* Study of sorption properties of mesoporous silica by inverse gas chromatography. *Butlerov Communications*. **2017**. Vol.52. No.2. P.159-165. ROI: jbc-01/17-52-12-159 (Russian)]
- [22] Филиппова Е.О., Виноградов К.Ю., Шафигулин Р.В. и др. Сравнение адсорбционных свойств мезопористых кремнезёмов, допированных диспрозием, модифицированных медью и серебром, методом обращенной газовой хроматографии. *Сорбционные и хроматографические процессы*. **2020**. Т.20. №6. С.696-706. DOI: 10.17308/sorpchrom.2020.20/3137 [E.O. Filippova, K.Yu. Vinogradov, R.V. Shafigulin, *et al.* Comparison of the adsorption properties of mesoporous silicas doped with dysprosium, modified with copper and silver, by inverse gas chromatography. *Sorption and Chromatographic Processes*. **2020**. Vol.20. No.6. P.696-706. DOI: 10.17308/sorpchrom.2020.20/3137 (Russian)]
- [23] A.A. Tokranov, E.O. Tokranova, R.V. Shafigulin, *et al.* Catalyst based on mesoporous silica gel doped with terbium and modified with nickel obtained by high-temperature template method for aromatic hydrocarbons hydrogenation. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. **2024**. Vol.33. No.1. P.49-57.
- [24] Токранов А.А., Носова В.С., Требунских К.А. и др. Гидрирование ароматических углеводородов на мезопористом силикагеле, допированном тербием, модифицированном никелем и серебром. *Бутлеровские сообщения*. **2024**. Т.80. №11. С.24-31. ROI: jbc-01/24-80-11-24 [A.A. Tokranov, V.S. Nosova, K.A. Trebunskih, *et al.* Hydrogenation of aromatic hydrocarbons on mesoporous silica gel doped with terbium, modified with nickel and silver. *Butlerov Communications A*. **2024**. Vol.9. No.4. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/24-80-11-24]
- [25] A.A. Tokranov, E.O. Tokranova, R.V. Shafigulin, *et al.* Mesoporous silica gel doped with terbium, cerium and modified with silver as an efficient and selective catalyst for hydrogenation of unsaturated hydrocarbons. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*. **2025**. Vol.138. No.2. P.831-843. DOI: 10.1007/s11144-024-02761-4
- [26] IUPAC Compendium of Chemical Terminology. Version 2.3.2. 2012-08-19. <http://www.iupac.org/>
- [27] Elena O. Tokranova, Daria N. Zubkova. Influence of the synthesis conditions of mesoporous silica gel on its physico-chemical characteristics. *Butlerov Communications A*. **2026**. Vol.14. No.3. Id.5. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41/ROI-jbc-A/26-14-3-5
- [28] Токранова Е.О., Зубкова Д.Н. Влияние условий синтеза мезопористого силикагеля на его физико-химические характеристики. *Бутлеровские сообщения А*. **2026**. Т.14. №3. Id.5. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41/ROI-jbc-A/26-14-3-5 (Russian)

The English version of the article has been published in the international edition of the journal

***Butlerov Communications A***  
*Advances in Organic Chemistry & Technologies*

The Reference Object Identifier – ROI-jbc-A/26-14-3-5

The Digital Object Identifier – DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/26-87-7-41/ROI-jbc-A/26-14-3-5

**Influence of the synthesis conditions of mesoporous silica gel on its physico-chemical characteristics**

**Elena O. Tokranova,<sup>\*,+</sup> Daria N. Zubkova**

*Physical Chemistry and Chromatography Division; Samara National Research University.  
Moscow Highway, 34. Samara, 443086. Russia. E-mail: fileona@mail.ru*

<sup>\*</sup>Supervising author; <sup>+</sup>Corresponding author

**Keywords:** mesoporous silica gels, dysprosium doping, nickel modification, template synthesis.

**Abstract**

Mesoporous silica samples were synthesized via template-assisted method with systematic variation of key synthesis parameters: autoclaving pressure (2, 5, and 13 atm) and concentration of the surfactant cetyltrimethylammonium bromide (CTAB). The aim of the study was to investigate the influence of these parameters on the textural and morphological characteristics of the obtained materials. The structural properties were thoroughly analyzed using a combination of techniques: low-temperature nitrogen adsorption for determining specific surface area, pore volume, and pore size; scanning electron microscopy (SEM) for particle morphology analysis; and X-ray fluorescence (XRF) spectroscopy for elemental composition confirmation. It was found that increasing the autoclaving pressure from 2 to 13 atm leads to a decrease in specific surface area from 666 to 563 m<sup>2</sup>/g. Dysprosium doping (Dy<sup>3+</sup>) results in effective incorporation of ions into the silica matrix, as confirmed by XRF data, and is accompanied by a 41% increase in micropore volume (from 0.277 to 0.390 cm<sup>3</sup>/g) and a reduction in average particle size from 180 to 75 nm. Nickel modification induces the most pronounced changes: specific surface area decreases by a factor of 2.5 (from 600 to 235 m<sup>2</sup>/g), indicating pore blockage and predominant localization of the metal within the porous structure.

The observed trends demonstrate the possibility of targeted control over the physicochemical properties of mesoporous silica gels by adjusting synthesis conditions and introducing various modifying metals, thereby expanding their potential for use as efficient adsorbents and catalyst supports in chemical and environmental industries.