



## AZƏRBAYCAN ELM FONDU

**Azərbaycan Elm Fondunun  
2022-ci il üçün ƏSAS qrant müsabiqəsinin  
(AEF-MCG-2022-1(42)) qalibi olmuş  
layihənin yerinə yetirilməsi üzrə aralıq  
(rüblük olaraq 3-cü mərhələ)**

### ELMİ-TEXNİKİ HESABAT

Layihənin adı: **Nano strukturlu ZrC, TiC və WC nazik təbəqələrin yüksək temperatur, radiasiya və koroziyaya dayanıqlı material kimi tətbiq imkanları**

Layihə rəhbərinin soyadı, adı və atasının adı: **Hüseynov Hüseyn Cəlil oğlu**

Qrantın məbləği: **200 000**

Layihənin nömrəsi: **AEF-MCG-2022-1(42)-12/03/1-M-03**

Müqavilənin imzalanma tarixi: **31 mart 2023-cü il**

Qrant layihəsinin yerinə yetirilmə müddəti: **24 ay**

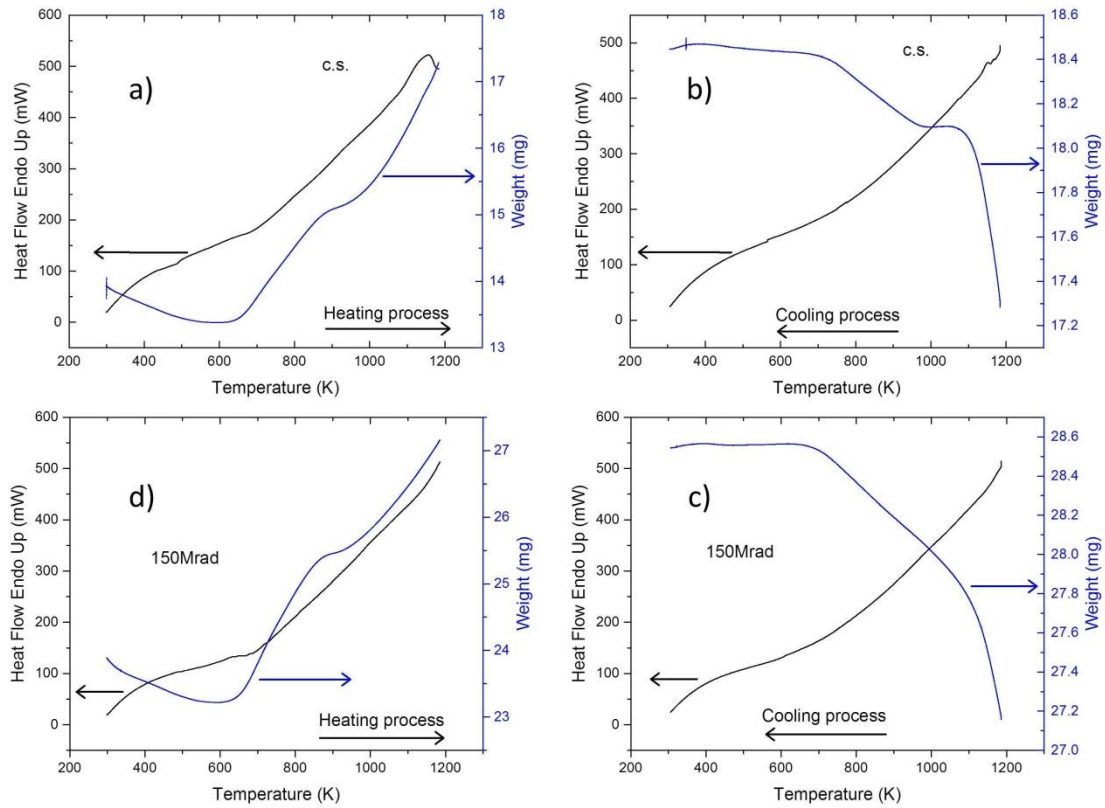
Layihənin icra müddəti (başlama və bitmə tarixi): **01 may 2023-cü il - 01 may 2025-ci il**

*Layihənin III mərhələ üzrə (rüb) məbləği:*

Hesabatda aşağıdakı məsələlər işıqlandırılmalıdır:

#### **1** Layihənin həyata keçirilməsi üzrə cari rübdə yerinə yetirilmiş **elmi işlər**

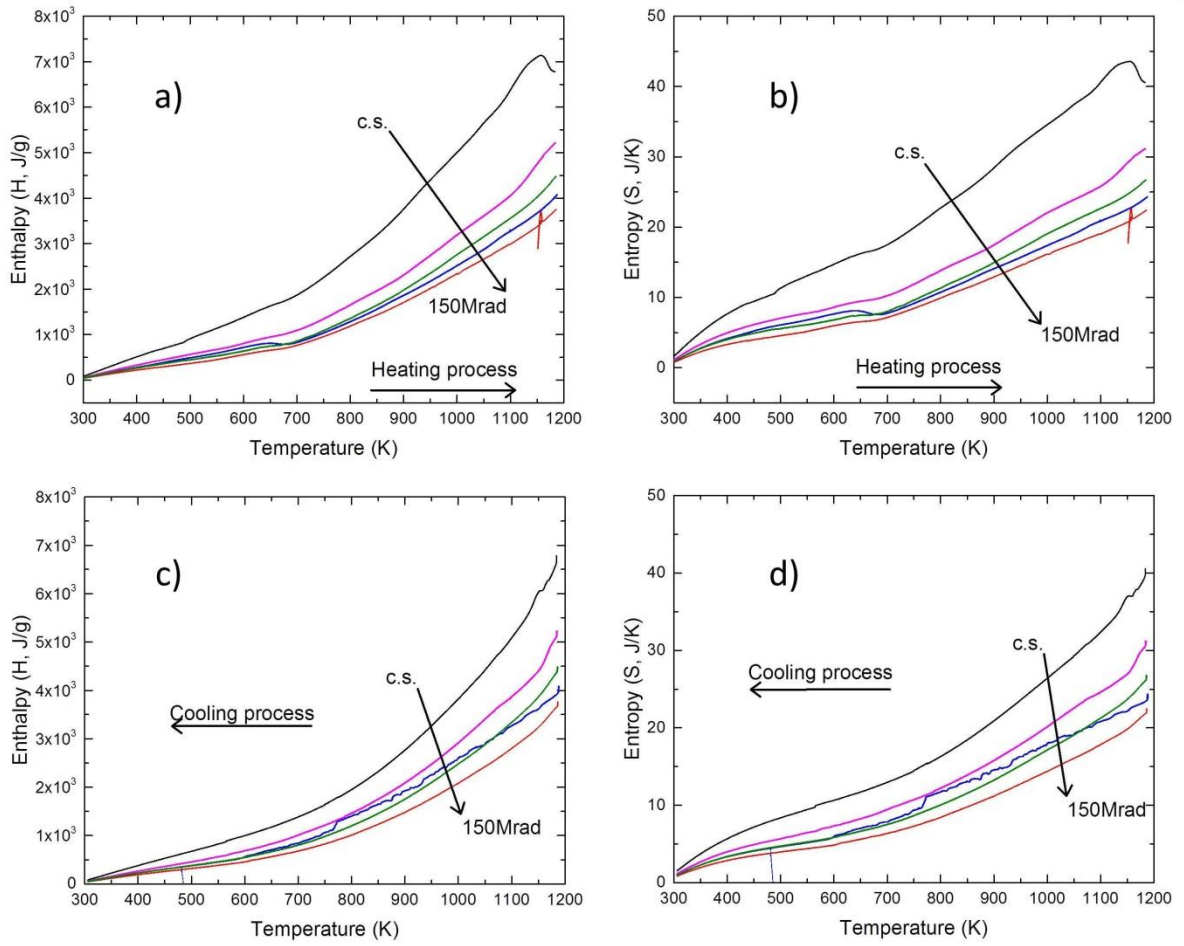
Təqdim olunan layihənin iş planına uyğun olaraq, cari rübdə nanokristallik TiC hissəciklərinin termik xüsusiyyətləri qamma şüalanmadan öncə və sonra 300K – 1200K temperatur aralığında qızma və soyuma proseslərində tədqiq olunmuşdur. Nanokristallik TiC hissəciklərinin istilik tutumu, Gibbs enerjisi, sistemin entalpiya və entropiyası təcrübi nəticələrə əsaslanaraq nəzəri hesablanmışdır. Şəkil 1-də qısa olaraq ilkin halda (c.s.) və 150Mrad dozada qamma şüalanmaya uyğun spektrlər təsvir edilmişdir. İlkin yanaşmada spektrlərdən görüldüyü kimi, qızma prosesində temperaturun 600K qiymətinə qədər atmosferdən adsorbsiya olunan suyun və ya digər aşqar elementlərin sistemdən çıxması müşahidə olunur (Şəkil 1a, c). Məlumdur ki, nanomateriallar çox böyük xüsusi səth sahəsinə (Specific Surface Area - SSA) malikdirlər və bu tip materiallar səthi aktiv olur ki, bu da onların atmosferlə təmasından dərhal su və ya digər birləşmələri nanohissəcik səthində asılı hala salırlar. Aktiv səth ətraf mühətdən H<sub>2</sub>O və OH qrupları ilə zəyif qarşılıqlı təsirdə xemosorbsiya olur. Temperaturun xətti artması zəyif qarşılıqlı təsiri parçalayır. Termik ayrılmanın müşahidəsindən belə nəticəyə gəlmək olar ki, temperaturun artması nəticəsində nanomaterialda mövcud asılı su və ya digər qatışıqlar sistemi tərk etməyə başlayır. Bu proses temperaturun təqribən 600K qiymətlərində bitir. Qızma prosesində, temperaturun T>600K intervalında TG ayrılardan görünür ki, nanohissəciyin kütləsi temperatura mütənasib olaraq artır (Şəkil 1a, c).



**Şəkil 1.** Nanokristallik TiC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə (a, b) və sonra (c, d) DSC və TG spektrləri (a, c qızma prosesində, b, d soyuma prosesində).

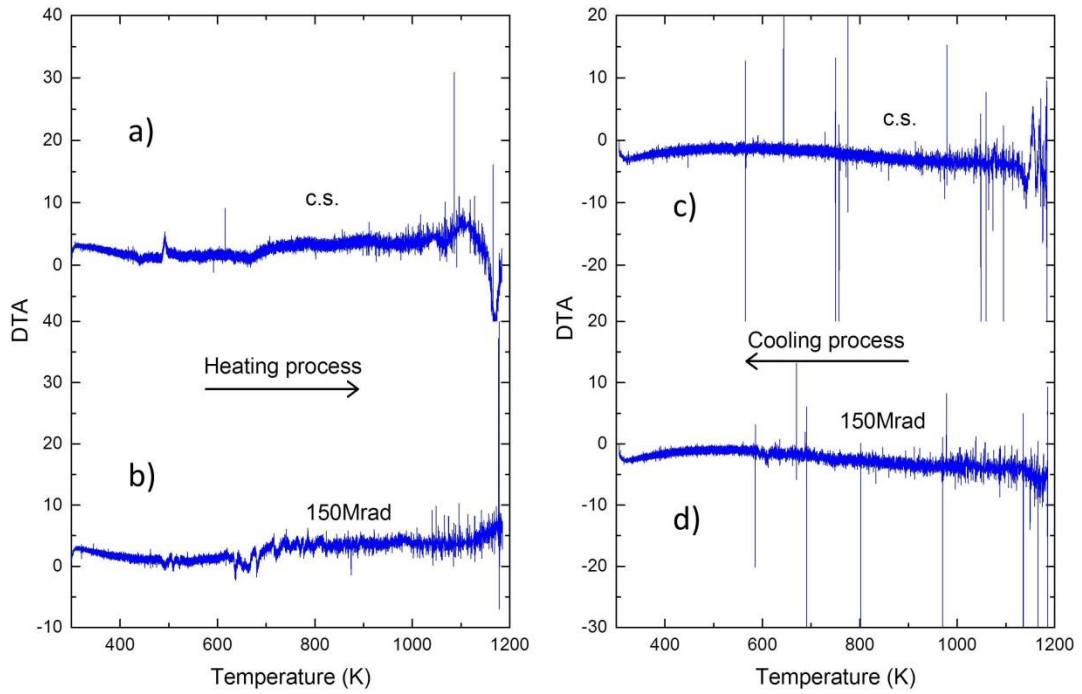
T>600K temperatur intervalında nanohissəciklərin kütləsinin artmasını temperaturun təsiri ilə oksidləşmə ilə izah etmək olar. Temperaturun təqribən 1000K qiymətində kütlədə müəyyən sabitləşmə müşahidə olunur ki, bu da  $TiC_xO_{1-x}$  birləşməsində bu temperaturda mövcud olan faza keçidi ilə əlaqələndirilə bilər. Temperaturun növbəti artması prosesində, oksidləşmə davam edir və kütlə artmaqda davam edir. Soyuma prosesində də kütlədə az miqdarda artma müşahidə olunur ki, buna da qızma prosesində başlamış oksidləşmə prosesinin davamı kimi baxmaq olar (Şəkil 1b, d).

Nanokristallik TiC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə və sonra entropiya və entalpiyasının temperatur asılılıqları şəkil 2-də qızma və soyuma proseslərində təsvir edilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi, entalpiyanın bütün temperatur oblastında ədədi qiyməti qamma şüalanma dozasına mütənəsib olaraq azalır (Şəkil 2a, c). Lakin, qamma şüalanmadan öncə və sonra entalpiya temperaturdan düz mütənəsib asılıdır.



**Şəkil 2.** Nanokristallik TiC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə və sonra entropiya və entalpiyasının temperatur asılılıqları (a, b – qızma prosesi, c, d – soyuma prosesi).

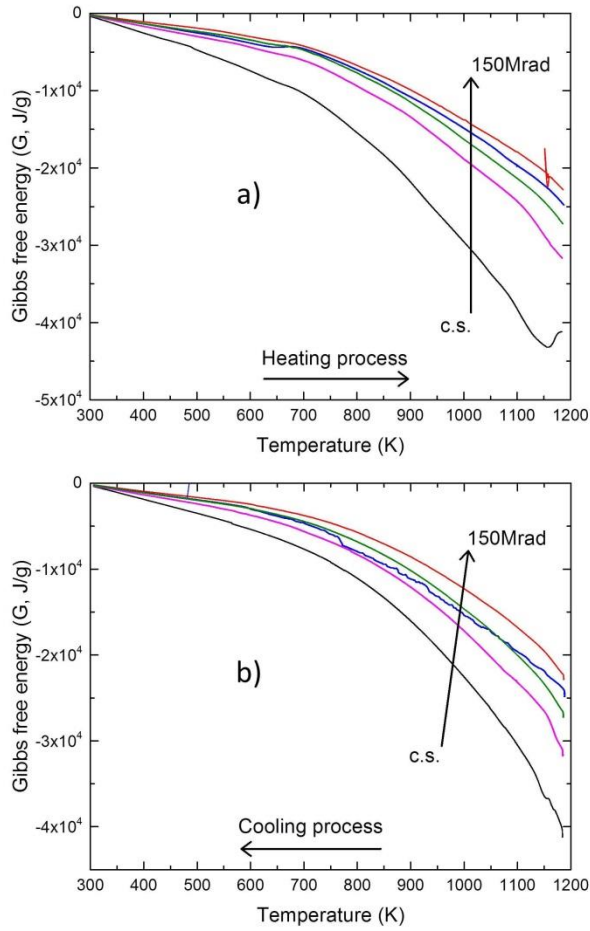
Təcrübi nəticələrə əsaslanaraq nanokristallik TiC hissəcikləri üçün hesablanmış sistemin entropiyasında da entalpiyaya analogi hal müşahidə edilmişdir. Sistemin entropiyasının temperatur asılılıqlarından görüldüyü kimi, entalpiya uyğun olaraq bu halda da qamma şüalanma dozasının artması ilə sistemin entropiyası azalır. Qamma şüalanma nəticəsində nanokristallik TiC hissəciklərində mümkün faza keçidləri və amorflaşma DTA spektrlərinin köməyi ilə izah edilə bilər (Şəkil 3). Qızma proseslərində DTA spektrlərində 400K-600K aralığında müşahidə olunan pik bunu deməyə əsas verir ki, sistemdə olan əlavə qatışıqlar nanomaterialı məhz bu temperatur intervalında tərk edir (Şəkil 3a, b).



**Şəkil 3.** Nanokristallik TiC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə (a və c) və sonra (b və d) DTA spektrləri (a, b – qızma prosesi, c, d – soyuma prosesi).

Qamma şüalanma nəticəsində nanomaterialda 600K-800K aralığında DTA spektrlərində müəyyən dərəcədə kənarçıxmalar müşahidə olunur (Şəkil 3b). Bu kənarçıxmalar adətən qamma şüalanma nəticəsində nanomaterialda az miqdarda amorflaşma və ya daha güclü rabitələrlə mövcud qruplarla (OH qrupları və ya digər) ilə izah edilir. Eyni zamanda temperaturun 1000-1200K aralığında nanomaterialda  $TiC_xO_{1-x}$  birləşməsi hesabına mövcud faza keçidi müşahidə olunmur. Qeyd etmək önəmlidir ki,  $TiC_xO_{1-x}$  birləşməsi hesabına faza keçidini dəqiqləşdirmək üçün daha çox analitik təcrübələrə ehtiyac var. 1000-1200K intervalında şüalanmadan öncə və sonra mövcud fərq, gamma şüalanmanın təsiri ilə nanomaterialın amorflaşmasının başqa yanaşmada göstəricisi ola bilər. Soyuma prosesindən görüldüyü kimi, bütün temperatur oblastında nanomaterialı tərk edən heç bir əlavə qrup yoxdur (Şəkil 3c, d). Bu isə onu deməyə əsas verir ki, 600-800K intervalında mövcud kənarçıxma birbaşa daha güclü rabitədə olan qrupların nəticəsidir. Başqa sözlə, 600-800K intervalında DTA spektrlərində fərq qamma şüalanma nəticəsində nanomaterialın amorflaşmasını izah edə bilmir.

Təcrübi nəticələrə uyğun olaraq hesablanmış sərbəst Gibbs enerjisinin temperatur asılılıqları şəkil 4-də qızam və soyuma proseslərində təsvir edilmişdir. Şəkillərdən görüldüyü kimi sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiyməti qamma şüalanma dozasından tərs mütənəsb asılıdır (Şəkil 4). Qamma şüalanma dozasının artması ilə sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiyməti artır ki, bu da şüalanmadan öncə sistemin daha çox dayanıqlı olmasının göstəricisidir. Geniş temperatur aralıklarında alınmış asılılıqlardan görüldüyü kimi sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiymətinin modulu temperaturla düz mütənəsb olaraq artır. Sistem üçün sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiymətinin artması müəyyən mənada sistemin potensial enerjisinin artmasıdır (kimyəvi potensial). İstənilən sistem zaman keçdikcə potensial enerjisini minimuma endirməyə çalışır və hər hansı sistemdə sərbəst Gibbs enerjisinin qiymətinin artması o sistemin dayanıqlılığının azalmasına səbəb ola bilər. Fiziki olaraq bu onu izah edir ki, təbii olaraq sistemin yuxarı temperaturda dayanıqlılığı azalır.

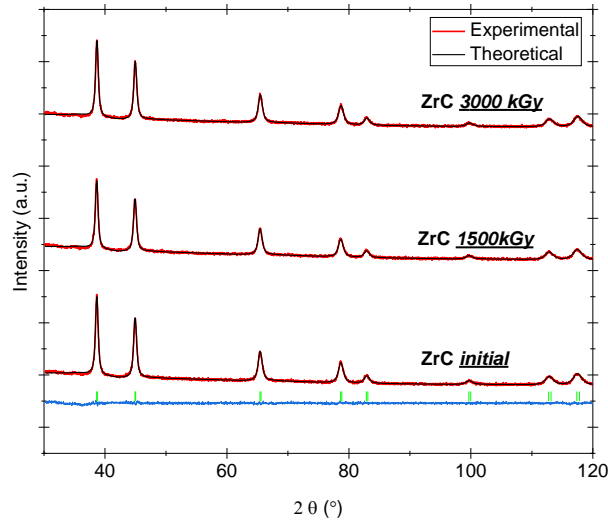


**Şəkil 4.** Nanokristallik TiC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə və sonra sərbəst Gibbs enerjisinin temperatur asılılıqları (a – qızma prosesində, b – soyuma prosesində).

Qeyd etmək önəmlidir ki, təcrübi nəticələrə uyğun olaraq hesablanmış sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiyməti mənfi qiymətlər alır. Bu isə o deməkdir ki, sistemdə baş verən proseslər spontandır və sistem tarazlıq halına doğru irəliləyə bilər. Qeyd edək ki, temperaturun çox kiçik qiymətlərində ümumi yavaşmada sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiyməti sıfır ətrafında dəyişir ki, bu da sistemin tarazlıqda olmasının göstəricisidir.

Tədqiqat layihəsinin rüblük iş planına əsasən qamma şüalarının ZrC nano kristallarına təsirini öyrənmək üçün rentgen difraksiya metodundan istifadə edilmişdir. Difraksiya spektrlərinin nəzəri analizi üçün Rietveld metodundan istifadə edilmişdir. Nəzəri hesablamaların nəticələrinə əsasən alınmış difraksiya piklərin interplanar müstəviləri uyğun olaraq (111), (200), (220), (311), (222), (400), (331) və (420) kimi indeksləşdirilmişdir. “FullProf suit” proqram paketində aparılmış hesablamalardan sonra məlum olmuşdur ki, ZrC nanohissəciklərinin kristal qəfəsi fəza qrupu üzə mərkəzləşmiş kubik (Fm-3m) quruluşa malikdir. Şüalanmadan əvvəl kristal qəfəs parametrləri və həcmi uyğun olaraq  $a = b = c = 4.682892 \text{ \AA}$  və  $V = 102.693 \text{ \AA}^3$  olmuşdur ki, alınmış qiymətlər ədəbiyyat nəticələri ilə uyğunluq təşkil edir.

ZrC nano kristalları iki 1500 və 3000 kGy udulma dozasında şüalandırılmışdır. Şüalanmadan əvvəl və sonrakı hallara uyğun difraksiya spektrləri şəkil 5-də verilmişdir. Qamma şüaların ilə 1500 kGy udulma dozasında şüalanmadan sonra difraksiya piklərində zəyif azalma və kristalların səthində kiçik miqdarda amorflaşma baş verir.



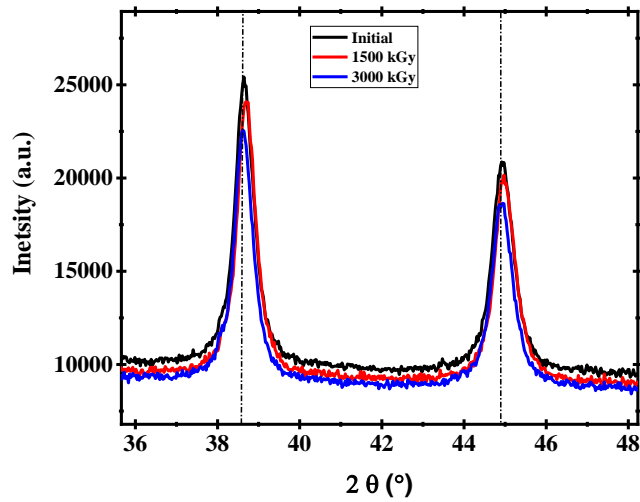
**Şəkil 5.** Şüalandırılmamış və müxtəlif udulma dozalarında şüalandırılmış ZrC nanokristallarının rentgen difraksiyası spektrləri.

1.17 MeV və 1.37 MeV enerjili qamma kvantların təsirinə məruz qalmış Zr və C atomlarının elektron quruluşunda dəyişikliklər və vakansiyaların formalaşma ehtimalı mövcuddur. Şüalanmadan sonra struktur amorflaşması və piklərin inteqrallanması metodu ilə alınmış qiymətlərindən məlum olmuşdur ki, 1500 kGy udulma dozasında 2.4%, 3000 kGy udulma dozasında amorflaşma 2.8% müşahidə olunmuşdur. Eyni zamanda hər iki udulma dozasından sonra kristal strukturda faza keçidi müşahidə olunmur. Həmçinin qamma kvantların ZrC nano kristallarına təsirinin tədqiqi göstərir ki, 1500 kGy və 3000 kGy udulma dozaları kristal qəfəsin parametrlərində əsaslı dəyişiklik yaratmır. Lakin şüalanmadan sonra səthi xarakterli zəyif kimyəvi qarşılıqlı təsirdə olan OH və H rabitələrinin parçalanmasından sonra kristal quruluşun ölçülərində azalma müşahidə olunur. Cədvəl 1-də qəfəs parametrlərinin qamma şüalanmanın udulma dozasından asılı olaraq dəyişməsi göstərilmişdir.

**Cədvəl 1.** Müxtəlif udulma dozalarında ZrC nanokristallarının qəfəs parametrlərinin və həcmnin qiymətləri

Fəza qrupu	Udulan doza	$a$ , Å	$b$ , Å	$c$ , Å	$V$ , Å <sup>3</sup>
F m -3 m	şüalanmamış	4.682892	4.682892	4.682892	102.688
F m -3 m	1500 kGy	4.682003	4.682003	4.682003	102.635
F m -3 m	3000 kGy	4.681614	4.681614	4.681614	102.609

Şəkil 6-dan görüldüyü kimi 1500 kGy udulma dozasında şüalanma kristallik quruluşun kiçik deformasiyaya, 3000 kGy udulma dozası kristal strukturda amorflaşmanın baş verməsi və struktur defektlərinin artması difraksiya piklərində intensivliklərin azalmasını və spektrin absis oxu üzrə yerdəyişməsinə səbəb olmuşdur. Şüalanmamış nümunədə əsas interplanar məsafənin difraksiya maksimumu 44.9247° təyin olunmuşdur.



**Şəkil 6.** Şüalanmamış, 1500 kGy və 3000 kGy udulma dozasında şüalanmış ZrC nanokristallarına difraksiya piklərində intensivliklərin azalması və absis oxu üzrə yerdəyişməsi

Kristal qəfəsin parametrlərinin şüalanmanın udulma dozəsindən asılı olaraq azalmasını nəzərə alaraq kristallitlərin ölçülərinin dəyişməsi Şerrer tənliyindən istifadə edilərək hesablanmışdır. Hesablamalar göstərir ki, şüalanmanın kristallitlərin ölçülərinə təsiri udulmanın dozəsi ilə düz mütənasiblik təşkil edir. Qamma şüalanmanın müxtəlif udulma dozələrindən sonra kristallit ölçülərin azalma effektivliyi işlərinə rast gəlinir. Cədvəl 2-də qamma şüalanmanın udulma dozəsinin artması ilə kristallit ölçülərin dəyişməsi verilmişdir.

**Cədvəl 2.** Müxtəlif udulma dozələrində ZrC nanokristallarında kristallik ölçünün dəyişməsi

Udulan doza	Kristallitin ölçüsü
Initial	19.17675053
1500 kGy	19.14081935
3000 kGy	18.74152991

Hesablamalar göstərir ki, 1500 kGy udulma dozəsindən sonra kristallitlər ölçüsü 0.19 %, 1500 kGy udulma dozəsindən sonra isə 2.27% azalmışdır. Kristallitlərin ölçülərində baş verən azalmanın mexanizmi ZrC nanokristalların səthində su molekularının nanokristallar arasında baş verən radioliz prosesinin qamma şüalanmanın təsiri ilə degradasiyaya məruz qalması, şüalanmanın udulma dozəsinin artması ilə kristallitdə katalitik radioliz prosesinin sürətlənməsidir. Həmçinin Wiliamsen-Holl üsulundan istifadə edərək yüksək enerjili şüalanmadan sonra nanokristallarda lokal halda mikrosərtliyin 2.32% qədər artması müəyyən edilmişdir.

2 Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş işlərin yerinə yetirilmə dərəcəsi (cari rüb üçün, faizlə qiymətləndirməli)  
85 %

3 Hesabat dövründə alınmış **elmi nəticələr**, onların yenilik dərəcəsi

Aparılan təcrübələrdən məlum olmuşdur ki, TiC nanokristallarında temperaturun  $600K < T < 1200K$  intervalında oksidləşmə prosesi gedir. Oksidləşmə nəticəsində yaranmış  $TiC_xO_{1-x}$  birləşməsində  $1000K - 1200K$  intervalında faza keçidi müşahidə edilmişdir. DTA spektrləindən müəyyən edilmişdir ki, qamma şüalanma nəticəsində nanomaterialda  $800K$  temperatúra qədər dayanıqlı daha güclü rabitədə olan qruplar yaranır. Məlum olmuşdur ki, nanokristallik TiC hissəciklərinin entropiya və entalpiyası temperatur ilə düz mütənasibdir. Aparılan tədqiqatlardan məlum olmuşdur ki, bütün temperatur oblastında sistemin entalpiya və entropiyasının ədədi qiymətinin müsbətdir. Hesablanmış sərbəst Gibbs enerjisinə uyğun olaraq məlum

	olmuşdur ki, təcrüblər aparılan bütün temperatur oblastında nanokristallik TiC hissəcikləri spontandır və ya daha çox dayanıqlı hala malikdir. Müəyyən olunmuşdur ki, qamma şüalanma dozasının artması ilə sərbəst Gibbs enerjisinin ədədi qiyməti artır (modulu isə azalır).
4	Layihənin yerinə yetirilməsi zamanı istifadə olunan üsul və yanaşmalar Hissəcik ölçüləri 40nm, xüsusi səth sahəsi (SSA) $50 \text{ m}^2/\text{q}$ , nano halda sıxlığı $0.08\text{q}/\text{sm}^3$ (həqiqi sıxlıq $4.93 \text{ q}/\text{sm}^3$ ) və təmizliyi 99+% olan kubik modifikasiyalı nanokristallik TiC hissəcikləri tədqiqat obyektinə olaraq götürülüb (US2052). Tədqiqat, AMEA-nın Radiasiya Problemləri İnstitutunun “Şüalanma mərkəzində” 186.27 rad/san aktivliyə malik Co-60 mənbəsi ilə otaq temperaturunda şüalandırılmış nümunələr üzərində aparılmışdır. Nümunələr 5Mrad, 15Mrad, 50Mrad və 150Mrad kimi müxtəlif dozalarda şüalandırılmışdır. İlkin olaraq nümunələr Təqdim olunan işdə, təcrübələr “Perkin Elmer” STA 6000 cihazında yerinə yetirilmişdir. “Perkin Elmer” STA 6000 cihazında işçi oblast 290K-1273K kimidir və bütün təcrübələrdə termik işləmə sürəti 5 K/dəq kimi götürülmüşdür. Təcrübələr, qamma şüalanmadan öncə və sonra (5Mrad, 15Mrad, 50Mrad və 150Mrad) hər bir nümunə üçün ayrı - ayrılıqda müqayisəli aparılmışdır. “Pyris Manger” proqram təminatından istifadə olunaraq kinetik parametrlər təyin olunmuşdur. Yanma məhsullarının sistemdən xaric edilməsi və kondensasiya prosesinin qarşısının alınması məqsədi ilə azot qazından istifadə edilmiş və sistemə 20 ml/dəq sürət ilə verilmişdir. Standart 177,78 mg alminium–oksid əsaslı pəndən istifadə olunmuşdur. Termocüt üzərində yerləşdirilmiş elektron qeydedici vasitəsi nümunə $10^{-6}\text{q}$ dəqiqliyi ilə nümunənin kütləsi təyin olunur və avtomatik rejimdə qeyd olunur. Təcrübələrdə alınmış və sonradan nəzəri olaraq hesablanmış qiymətlərə uyğun alınan bütün nəticələr “OriginPro 9.0” proqramında qrafik olaraq təsvir edilmişdir.
5	Layihə üzrə elmi nəşrlər (məqalələr, monoqrafiyalar, icmallar, konfrans materialları, tezislər) (dərc olunmuş, çapa qəbul olunmuş və çapa göndərilmişləri ayrılıqda qeyd etməklə) <i>(sürətlərini əlavə etməli!)</i> 1. A.Vladescu(Dragomir), M.N. Mirzayev, A.S. Abiyev, A.G. Asadov, E. Demir, K.M. Hasanov, Isayev, A.S. Doroshkevich, S.H. Jabarov, Sv. Lyubchik, S. Lyubchik, E.P. Popov. "Effect of Si and Nb additions on carbonitride coatings under proton irradiation: A comprehensive analysis of structural, mechanical, corrosion, and neutron activation properties" Nuclear Materials and Energy 35, 2023, 101457 <a href="https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352179123000960?via%3Dihub">https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352179123000960?via%3Dihub</a>
6	İxtira və patentlər, səmərələşdirici təkliflər Yoxdur
7	Layihə üzrə ezamiyyətlər Nəzərdə tutulmayıb
8	Layihə üzrə elmi ekspedisiyalarda iştirak Nəzərdə tutulmayıb
9	Layihə üzrə digər tədbirlərdə iştirak Nəzərdə tutulmayıb
10	Layihə mövzusu üzrə elmi məruzələr (seminarlar, konfranslar, dəyirmi masalar və s. çıxışlar) Nəzərdə tutulmayıb
11	Layihə üzrə əldə olunmuş cihaz, avadanlıq və qurğular, mal və materiallar Nəzərdə tutulmayıb
12	Yerli həmkarlarla əlaqələr Nəzərdə tutulmayıb
13	Xarici həmkarlarla əlaqələr Nəzərdə tutulmayıb
14	Layihə mövzusu üzrə kadr hazırlığı Nəzərdə tutulmayıb



15	Sərgilərdə iştirak Nəzərdə tutulmayıb
16	Təcrübəartırmada iştirak və təcrübə mübadiləsi Nəzərdə tutulmayıb
17	Layihə mövzusu ilə bağlı elmi-kütləvi nəşrlər, kütləvi informasiya vasitələrində çıxışlar, yeni yaradılmış internet səhifələri və s. Nəzərdə tutulmayıb

Layihə rəhbərinin imzası \_\_\_\_\_ Hüseynov Hüseyn Cəlil oğlu

Tarix \_\_\_\_\_

QEYD: bütün hallarda uyğun olan bəndlər doldurulmalıdır.

