

**Azərbaycan Respublikasının Prezidenti yanında Elmin İnkişafı Fondu
və Belarus Respublika Fundamental Tədqiqatlar Fondunun
grantların verilməsi üzrə 2-ci Azərbaycan-Belarus birgə beynəlxalq
müsabiqəsinin(EİF-BGM-3-BRFTF-2*/2017) qalibi olmuş
layihənin yerinə yetirilməsi üzrə**

YEKUN HESABAT

Layihənin adı: Mikro dalğaları udan ferromaqnit dəmir oksidi nanohissəcikləri və çoxlaylı karbon nanoboruları əsasında kompozit materiallar

Layihə rəhbərinin soyadı, adı və atasının adı: Məmmədov Hüseyn Mikayıl oğlu

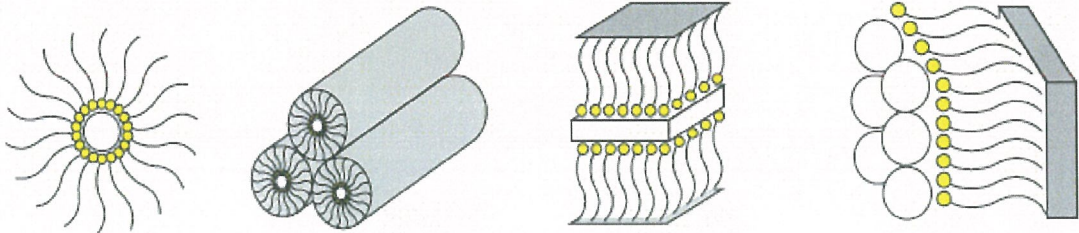
Qrantın məbləği: 65 000 manat

Layihənin nömrəsi: EİF-BGM-3-BRFTF-2*/2017-15/06/1-M-03

Müqavilənin imzalanma tarixi: 02 mart 2018-ci il

Qrant layihəsinin yerinə yetirilmə müddəti: 24 ay

Fe_3O_4 hissəcikləri mikroelektronikada, müxtəlif xəstəliklərin müalicəsi zamanı dərman sistemlərinin daşınmasında, müxtəlif kimyəvi proseslərdə səmərəli katalizator kimi istifadə olunan nanokompozitlərin yaradılmasında, həmçinin elektromaqnit dalğalarını udan nanokompozit strukturların alınmasında geniş tətbiq olunur. Fe_3O_4 nanohissəciklərinin sintezi zamanı onların su məhlullarında çökdürülməsi zamanı əsas problem aqreqasiya prosesləri və daha sonra hissəciklərin kristallitlərinin artma prosesidir. Bu, xüsusən də hissəciyin nüvəsi ilə müqayisədə modifikasiya edilmiş səth qatının maqnit xarakteristikalarının tamamilə fərqli ola bildiyi maqnit nanohissəcikləri hallarında əhəmiyyətlidir və daxili atomların xarici atomlarla qarşılıqlı təsirləri nanohissəciklərin maqnit xassələrində ciddi dəyişikliklərə gətirib çıxara bilər. Tədqiqat zamanı xassələri sabit olan məhsul almaq üçün nanohissəcikləri onların əldə edilməsi prosesində stabiləşdirməyə çalışırlar. Aqlomeriyanı zəiflətmək üçün çökdürülmə reaksiyasının baş verdiyi optimal parametrləri – temperaturu, pH göstəricisini, məhlulun qarışdırma sürətini, stabiləşdirici səthi aktiv maddələri (SAM) düzgün seçmək lazımdır. Məhlula düşdükdə, SAM molekulları dissosiasiya edir və hissəciklərin səthində adsorbsiya edərək onların yapışmasına və sonrakı aqreqasiya prosesinə mane ola bilər. Məhlulda SAM-ni elə miqdarını seçmək lazımdır ki, bu zaman dəmir oksidin monodispers hissəcikləri alınsın. Nanoölçülü sistemlərin nano reaktor adlanan məhdud kolloid sistemlərində sintezi son zamanlar geniş yayılmış alınma üsullarından biridir. Kolloid nano reaktorları kimi daha çox çevrilmiş misellərdən, maye kristallardan, adsorbsiya qatlarından, Lengmur Blodjet təbəqələrindən, mikro emulsiyalardan geniş istifadə olunur.



əks mitsellər

maye kristallar

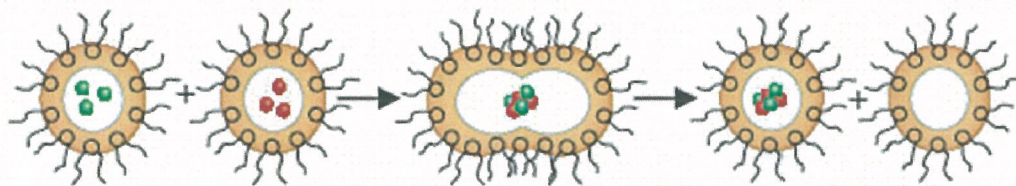
öz-özünə yığılan təbəqələr

Lengmur-Blodjet təbəqəsi

Şəkil 1. Kolloid nanoreaktorları

Nano reaktorlarda hissəciklərin məhdudlaşdırılmasının əsas üstünlüyü digər metodlarla çətin

Nanohissəciklərin sintezi üçün adətən 2 mikroemulsiya istifadə olunur. Birinci mikroemulsiyanın damcılarında metal duzunun məhlulu olur, digər mikroemulsiyada isə reduksiyaediciyin məhlulu. Daha sonra 2 mikroemulsiyalar bir-biri ilə qarışdırılır. Nanohissəciklərin sintezi zamanı mikroemulsiyaların damcıları "nanoreaktor" rolunu oynayır ki, daha sonra bu nanoreaktorlar istənilən maddənin birləşməsinin sintezi baş verir. Mikroemulsiyalar broun hərəkətində iştirak edir, bir-biri ilə toqquşur və mübadilə olunurlar. Nəticədə mikroemulsiya damcılarında nanohissəciklərin əmələ gəlməsi ilə müşayiət olunan kimyəvi reaksiya baş verir.



Nanohissəciklərin mikroemulsiyalarda əmələ gəlməsi sxemi [2,3].

H Fe_3O_4 dəmir oksid nanohissəciklərinin kolloid nanoreaktorlar rolunu oynayan səthi-aktiv maddələr və əks misellər iştirakında sintezi və stabilizasiyası həyata keçirilmişdir.

Fe_3O_4 dəmir oksid və ya magnetit nanohissəciklərinin sintezi və stabilizasiyası.

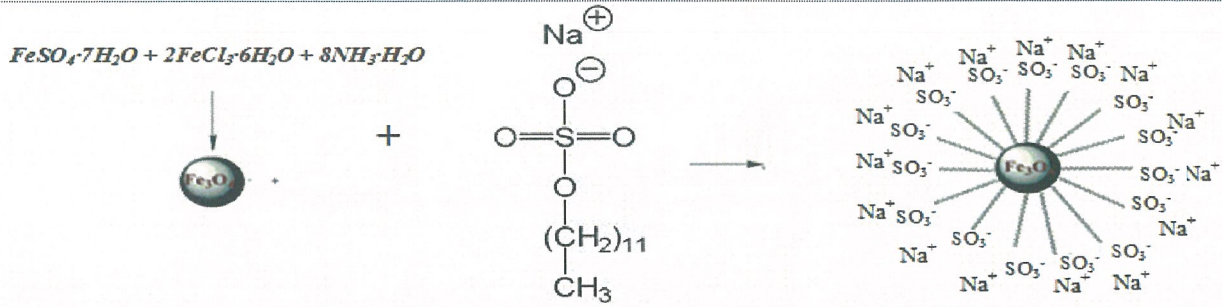
Fe_3O_4 dəmir oksid nanohissəciklərinin sintezi üçün istifadə olunan əsas materiallar:

Dəmir (II) sulfat heptahidrat ($FeSO_4 \times 7H_2O$, PLC, PCode 141362); dəmir (III) xlorid heksahidrat ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$, PLC, PCode 141868); ammonium hidroksid (25%, PLC); setiltrimetilammonium bromid ($C_{19}H_{42}BrN$, AB 117004, 98% kimyəvi təmiz) polietilenqlikol6000 (PEG-6000, $HO(C_2H_4O)_nH$, PCode 163325 PLC); natrium oleat ($NaC_{18}H_{33}O_2$, Pcode 113655), natrium dodesulfat ($C_{12}H_{25}NaO_4S$, PCode 142363).

Setiltrimetil-ammonium bromid (STABr) səthi-aktiv maddə iştirakında Fe_3O_4 nanohissəciklərinin sintezi və stabilizasiyası.

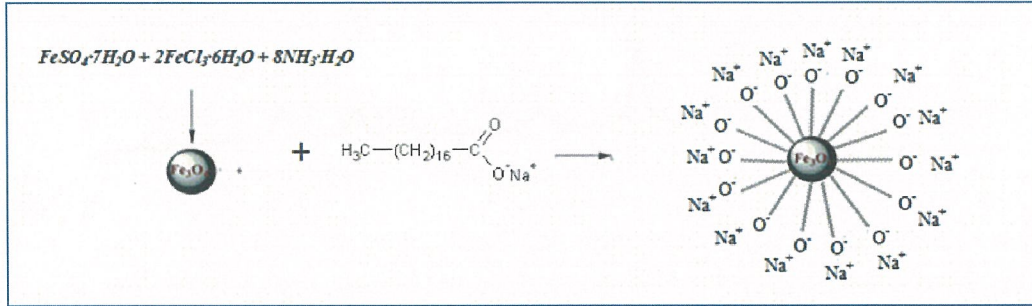
Fe_3O_4 maqnit nanohissəcikləri Fe^{3+} və Fe^{2+} ionlarının birgə 3:2 molyar nisbətində ammonium məhlulu (NH_4OH) ilə birgə kimyəvi çökdürülməsi nəticəsində sintez edilmişdir. $FeSO_4 \times 7H_2O$ və $FeCl_3 \times 6H_2O$ duzları (molyar nisbət $Fe^{3+}:Fe^{2+}=3:2$) 100 ml distillə suyunda həll edilir. Ayrıca olaraq 0,5%-li səthi-aktiv maddə olan setiltrimetilammonium bromid məhlulu hazırlanır. 250 ml ölçü stəkanına 50 ml $FeCl_3 \times 6H_2O$, 50 ml $FeSO_4 \times 7H_2O$ məhlulu və 20 ml setiltrimetil-ammonium bromid məhlulu əlavə edilir, qarışıq intensiv şəkildə maqnit qarışdırıcıda $80^\circ C$ temperaturda qarışdırılır. Daha sonra 100 ml 25% ammonium məhlulu sürətlə iki və üç valentli dəmir duzlarının məhluluna əlavə edilir və reaksiya məhlulu $pH=11$ -ə qədər çatdırılır. Məhlul dərhal qara rəng alır ki, bu da Fe_3O_4 -ün əmələ gəlməsini göstərir. Qarışıq daha 1 saat ərzində intensiv şəkildə qarışdırılır. Yaranan qara çöküntü dekantasiya metodu ilə ayrılır və üzəri distillə edilmiş su ilə təkrarən bir neçə dəfə yuyulur. Fe_3O_4 nanohissəciklərini reaksiyaya daxil olmayan $FeCl_2$ və $FeCl_3$ duzlarından tamamilə təmizləmək məqsədi ilə sentrifuqa vasitəsi ilə nanohissəciklər əsas kütlədən ayrılır, sonra isə təkrarən bir neçə dəfə distillə suyu vasitəsi ilə yuyulur. Hissəciklər daha sonra ultrasəs dalğaları vasitəsi ilə 10 dəq ərzində işlənir, daha sonra Petri qabına tökülür və 24 saat ərzində qurudulur.

Fe_3O_4 hissəciklərinin çökdürülməsi həmçinin əks qaydada da aparılmışdır. Tərkibində setiltrimetil-ammonium bromid səthi aktiv maddə olan Fe^{3+} və Fe^{2+} duzları (3:2 molyar nisbəti) ilə yüksək sürətlə 25%-li ammonium məhluluna əlavə edilir. Çökdürülmənin qalan şərtləri analoji olaraq saxlanılır. Fe_3O_4 nanohissəciklərinin əmələ gəlmə reaksiyası və STABr iştirakında stabilizasiyasını aşağıdakı kimi göstərmək olar:



Şəkil 6. Fe_3O_4 nanohisəciklərinin dodesil sulfat ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) iştirakında sintezi və stabilləşdirilməsi.

Fe_3O_4 nanohisəciklərinin sintezi analoji olaraq aparılmışdır. Stabilləşdirici kimi istifadə olunan natrium oleat ($NaC_{18}H_{33}O_2$) 0,5% konsentrasiyada götürülmüşdür.



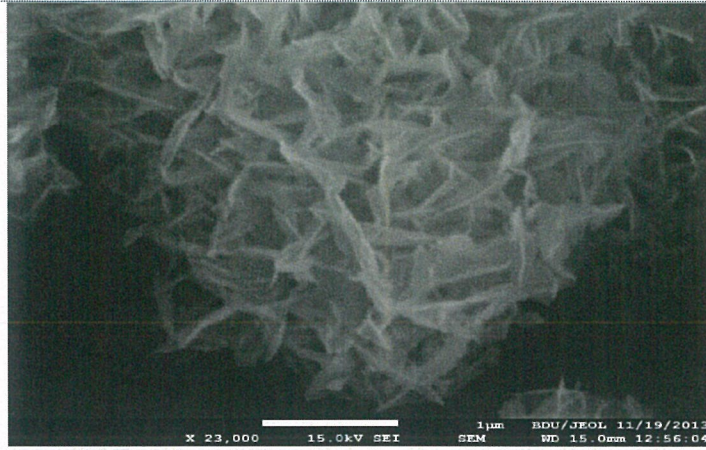
Şəkil 7. Fe_3O_4 maqnit nanohisəciklərinin natrium oleat iştirakında stabilləşməsinin sxematik təsviri.

Fe_3O_4 maqnit nanohisəciklərinin rentgen struktur analizi.

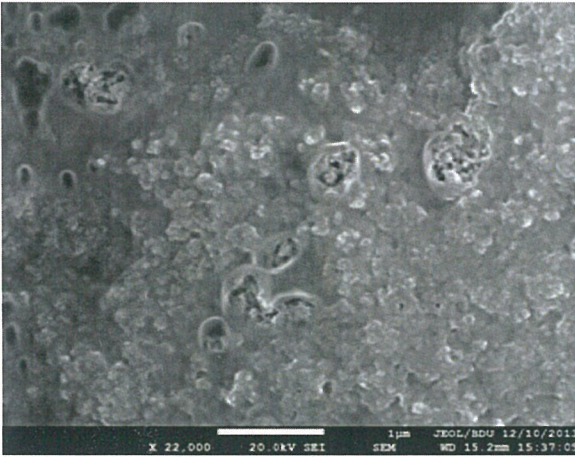
Məlumdur ki, kimyəvi çökdürmə üsulu ilə alınma zamanı reaksiyanın aparılma şəratindən asılı olaraq dəmirin digər oksidləri (α - Fe_2O_3 , γ - Fe_2O_3 , α , β , γ - $FeOOH$) əmələ gələ bilər. Dəmirin bu oksidlərinin maqnit xassələri olmadığından və ya az maqnit xassəyə malik olduğundan bizim halda onların istifadəsi perspektivsiz hesab olunur. Fe_3O_4 maqnit nanohisəciklərinin nanometr ölçülərində birdomenli olduğundan və superparamaqnit xassə göstərdiyindən elektromaqnit dalağalarının udulması üçün maqnit nanokompozit strukturların alınmasında məhz Fe_3O_4 istifadəsi zəruridir. Məhz ona görə də sintez edilmiş maqnit nanohisəciklərinin rentgen quruluş (XRD) analizi aparılmışdır. Maqnit nanohisəciklərin rentgen difraktoqramları Rigaku Mini Flex 600 difraktometrində otaq temperaturunda ölçülmüşdür. Maqnit nanohisəciklərin XRD analizi göstərir ki, əsas piklər 30.36° (220), 35.68° (311), 43.3° (400), 57.36° (511), and 62.95° (440) məhz Fe_3O_4 nanokristalına aiddir. Difraksiya piklərinin Fe_3O_4 -ə aid olduğu kart bazasından aydın görünür. Kristallitlərin ölçüləri Debay-Şerer formuluna uyğun olaraq ən maksimal intensivliyə malik olan pike uyğun olaraq hesablanmışdır [4-15]. Sintez olunan nanohisəciklərin məhz şpinel quruluşlu Fe_3O_4 olduğu XRD difraktoqramlardan aydın görünür.

Cədvəl 1. Fe_3O_4 maqnetit nanohisəciklərinin XRD parametrləri.

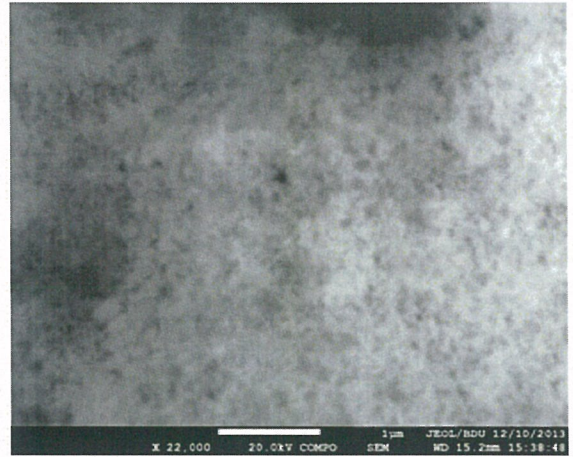
No	2 θ	D(bucaq)	Fazanın adı	Kimyəvi formula
1	30.6061	2.91863	Maqnetit, syn(2,2,0)	Fe_3O_4
2	35.79(6)	2.507(4)	Maqnetit, syn(3,1,1)	Fe_3O_4
3	43.7374	2.06802	Maqnetit, syn(4,0,0)	Fe_3O_4
4	57.5758	1.59956	Maqnetit, syn(5,1,1)	Fe_3O_4
5	63.1313	1.47151	Maqnetit, syn(4,4,0)	Fe_3O_4



Şekil 9. STABr-SAM-la örtülmüş Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM analizi



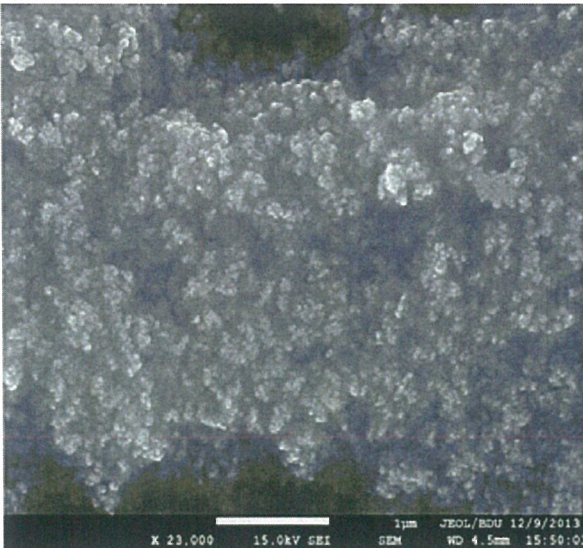
a)



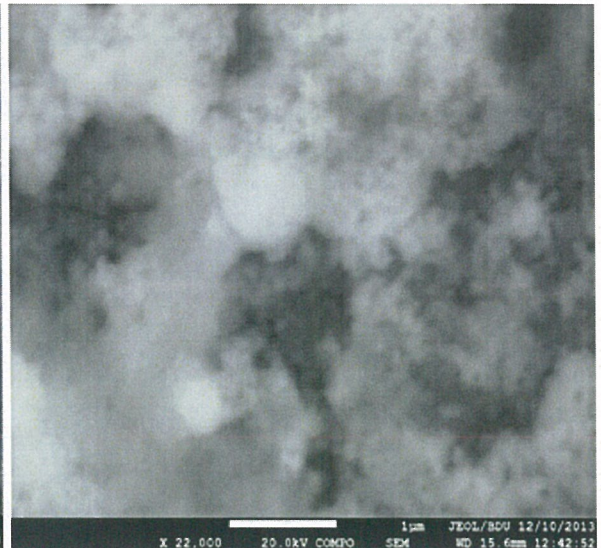
b)

Şekil 10. STABr iştirakında stabilləşdirilən Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM təsviri (ammonium məhlulunun sürətlə dəmir duzlarına əlavə edilməsi).

a) SEM rejimi b) COMPO rejimi



a

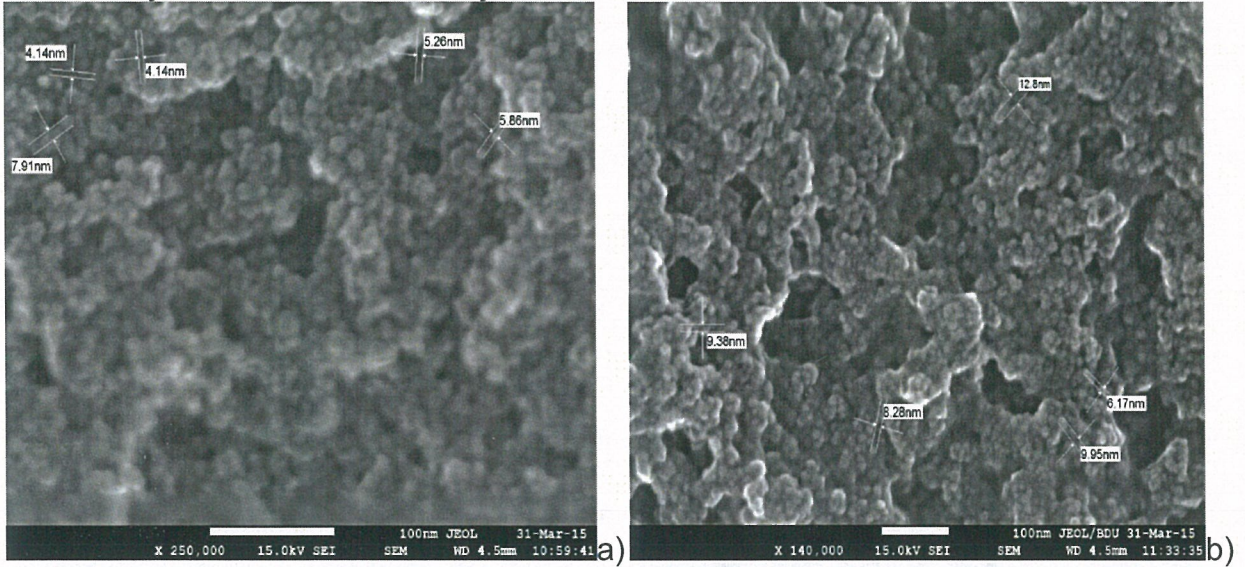


b

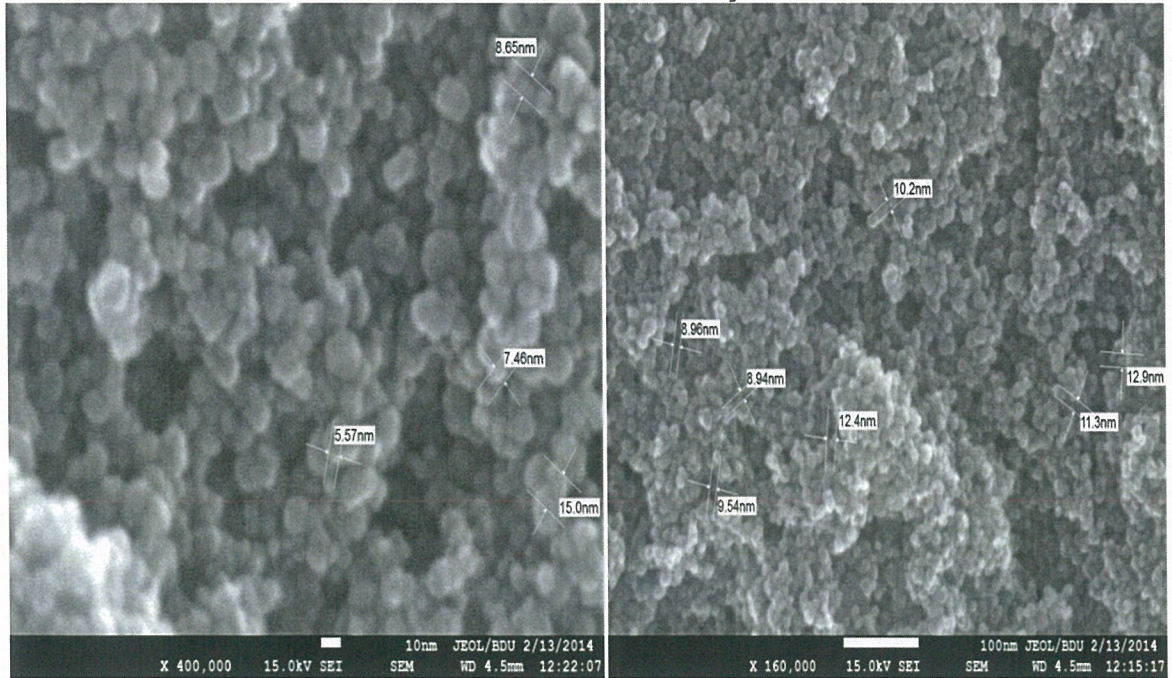
Şekil 11. STABr iştirakında stabilləşdirilən Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM təsviri (dəmir duzlarının ammonium məhluluna əlavə edilməsi a) SEM rejimi b) COMPO rejimi

Analoji nəticələr PEG iştirakında sintez və stabilləşmiş nanohissəciklərdə müşahidə olunmuşdur. Şəkil 14-də PEG iştirakında alınmış Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM təsviri verilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi 2-ci halda daha monodispers hissəciklər formalaşır [4-15]. Müəyyən edilmişdir ki, dəmir duzlarının ammonium məhluluna sürətlə əlavə edilməsi bir qədər aqlomerasiya və koaqulyasiya edilmiş Fe_3O_4 nanohissəciklərin əmələ gəlməsinə gətirib çıxarır. Təyin edilmişdir ki, PEG iştirakında iştirakında sintez edilmiş nanohissəciklərin orta ölçüləri 5-8 nm təşkil edir.

Şəkil 15 (a,b)-də natrium dodesilsulfat (a) və natrium oleat (b) iştirakında sintez edilmiş Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM şəkləri verilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, natrium oleat iştirakında sintez edilmiş Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM analizlərə əsasən 5-13 nm, natrium dodesilsulfat iştirakında isə 4-8 nm təşkil edir.



Şəkil 15. Natrium dodesilsulfat (a) və natrium oleat (b) iştirakında sintez edilmiş Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM şəkləri.



Şəkil 16. Əks misellərdə stabilləşdirilən Fe_3O_4 nanohissəciklərinin SEM təsviri
Şəkil 16-da əks misellərdə sintez edilmiş nanohissəciklərin SEM təsvirləri verilmişdir.

Sintez zamanı səthi aktiv maddənin növünü, miqdarını, çökdürücü agentin növünü dəyişməklə Fe_3O_4 nanohissəciklərin ölçülərinə nəzarət aşağıdakı cədvəl 2, 3 və 4-də ümumiləşdirilmişdir.

Cədvəl 2. Fe_3O_4 maqnit nanohissəciklərinin alınmasında səthi aktiv maddənin təbiətinin təsiri.

Səthi-aktiv maddə	D_{XRD} (nm)	D_{SEM}	D_{AQM}	Maddənin rəngi
STABr	2.24	6-15	10-13	Tünd qara
PEG-6000	3.28	5-8	10	Tünd qara
Natrium oleat	0.7	5-13	15	Qara-qəhvəyi
Natrium dodesilsulfat	7.8	4-8	5-10	Qara-qəhvəyi

Cədvəl 3. PEG-6000 səthi-aktiv maddənin miqdarının Fe_3O_4 maqnit nanohissəciklərinin ölçülərinə təsiri.

PEG-6000 miqdarı	Orta diametri (nm)	Ölçülərə görə paylanma	Maddənin rəngi
0.5	5	5-8	Qara
1	20	5-100	Qara
1.5	12	5-60	qara
2	30	20-70	Qara-qəhvəyi
2.5	35	30-90	Qara-qəhvəyi

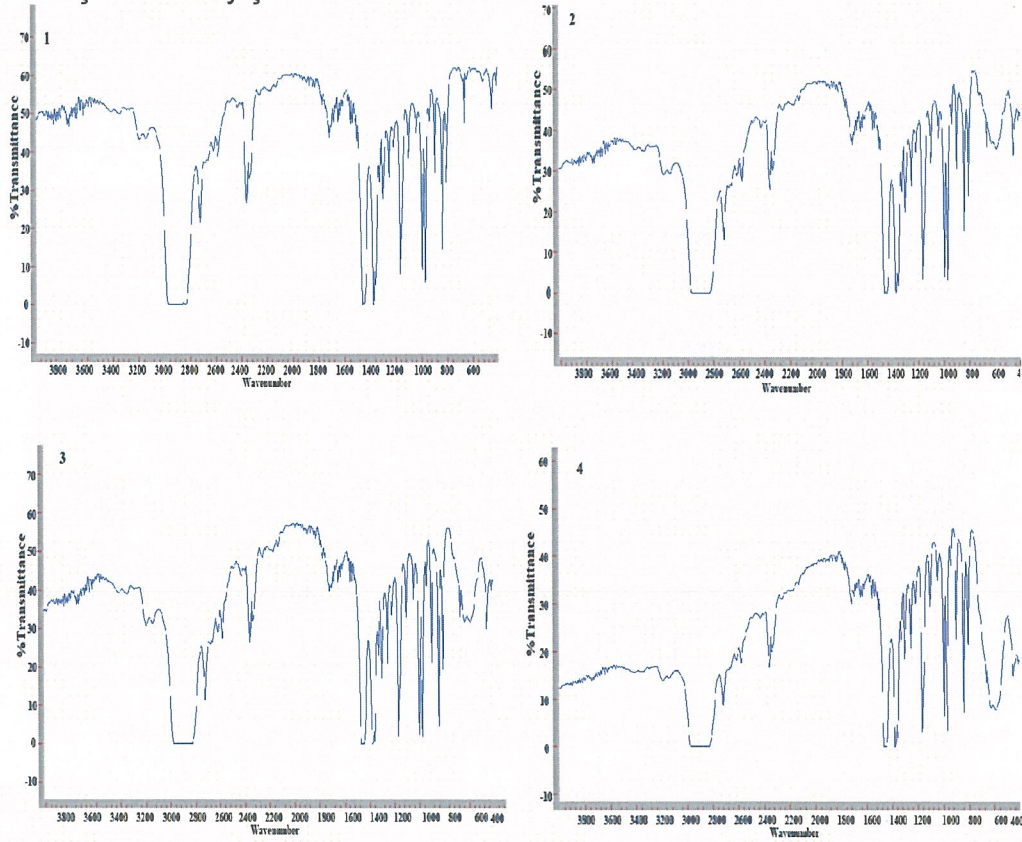
Cədvəl 4. Çökdürücü agentin təbiətinin maqnit nanohissəciklərinin ölçülərinə təsiri

Qələvi	Əsaslıq	Hissəciklərin orta ölçüləri (nm)	Maddənin rəngi
NaOH	güclü əsas	20	tünd qara
NH_4OH	zəif əsas	5	tünd qara

Beləliklə, müəyyən olunmuşdur ki, tədqiqat zamanı xassələri sabit olan məhsul almaq üçün nanohissəcikləri onların əldə edilməsi prosesində stabilizasiya tələb olunur. Aqlomerasiyanı zəiflətmək və hissəciklərin ölçülərinə nəzarət etmək üçün çökdürülmə reaksiyasının baş verdiyi optimal parametrləri – temperaturu, pH göstəricisini, məhlulun qarışdırma sürətini, stabilizasiya səthi aktiv maddələri (SAM) düzgün seçmək lazımdır. Təyin edilmişdir ki, dəmir oksid nanohissəciklərinin sintezi zamanı istifadə olunan SAM-ın təbiətini, konsentrasiyasını, çökdürücü agentin təbiətini və miqdarını, ilkin prekursorların konsentrasiyasını, reaksiya mühitinin pH və temperaturunu idarə etməklə yüksək təmizlik dərəcəsinə malik, ölçülərinə görə bircins və monodispers dəmir oksid (Fe_3O_4) nanohissəciklərini sintez və stabilizasiya etmək olar.

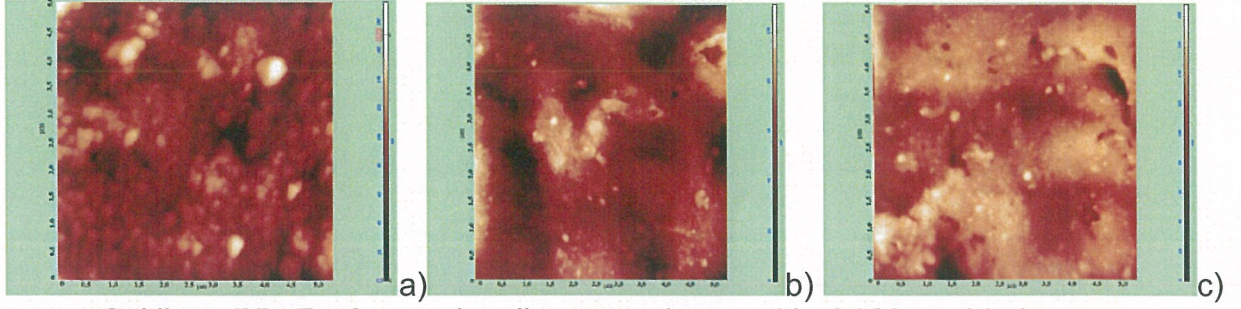
Son zamanlar elektromaqnit dalğalarını udan metal və oksidlər əsasında nanokompozisiya materiallarının tədqiqi xüsusi maraq kəsb edir. Ədəbiyyat analizləri göstərir ki, elektromaqnit dalğalarını udan kompozisiya materiallarının yaradılması texnologiyası daim aktual məsələlərdən biri hesab olunur. Lakin maqnit polimer nanokompozisiya materiallarının xassələrinin dəyişməsi nanokompozisiyalara təşkil edən ayrı ayrı komponentlərinin xassələrindən, polimer matrisin üst molekulyar quruluşundan, nanohissəciklərinin ölçülərindən, fazalarası qarşılıqlı təsir dərəcəsindən, fazalararası sərhəd təbəqələrin qalınlığından və nanokompozisiyaların alınma texnologiyasının şəraitindən asılıdır [18-37]. Ədəbiyyat icmalının analizi göstərir ki, bu sahədə eksperimental nəticələr azlığı bu materialların alınmasını və tədqiqini zəruri edir. Məhz buna görə də nanokompozit materialların alınması və strukturunun tədqiqi polimer maqnit nanokompozitlərdə elektromaqnit dalğalarının udulma mexanizmini daha aydın başa düşülməsində geniş

C zəncirinin valent, 1044 sm^{-1} C-CH₃ rabitəsinin valent, 841 sm^{-1} CH₃ qrupunun struktur, 526 sm^{-1} -C-C zəncirinin deformasiya rəqslərinə uyğundur. Təmiz polipropilenin spektrindən fərqli olaraq Fe₃O₄-ün əlavə olunması ilə daha qısa dalğa ədədinə uyğun oblastda yeni piklər yaranır ki, bu da Fe-O rabitəsinin qəfəs rəqslərinə uyğun udulma zolaqlarıdır. Fe₃O₄-ün 3% miqdarında uzaq infraqırmızı oblastda müşahidə olunan 584 sm^{-1} -ə uyğun udulma xətti konsentrasiyanın artması ilə sürüşərək doldurucunun 5% və 10% miqdarlarında daha kəskin udulma xətti olan 591 sm^{-1} -ə çatır. İQ tədqiqatlar göstərir ki, nanoölçülü doldurucuların polimer matrisə daxil edilməsi və miqdarının artması ilə udulma zolağının intensivliyi azalır, bu da nanohissəciklərin əlavə olunması ilə polimerin kimyəvi quruluşunda deyil, fiziki quruluşunda baş verən dəyişikliklərlə izah olunur.

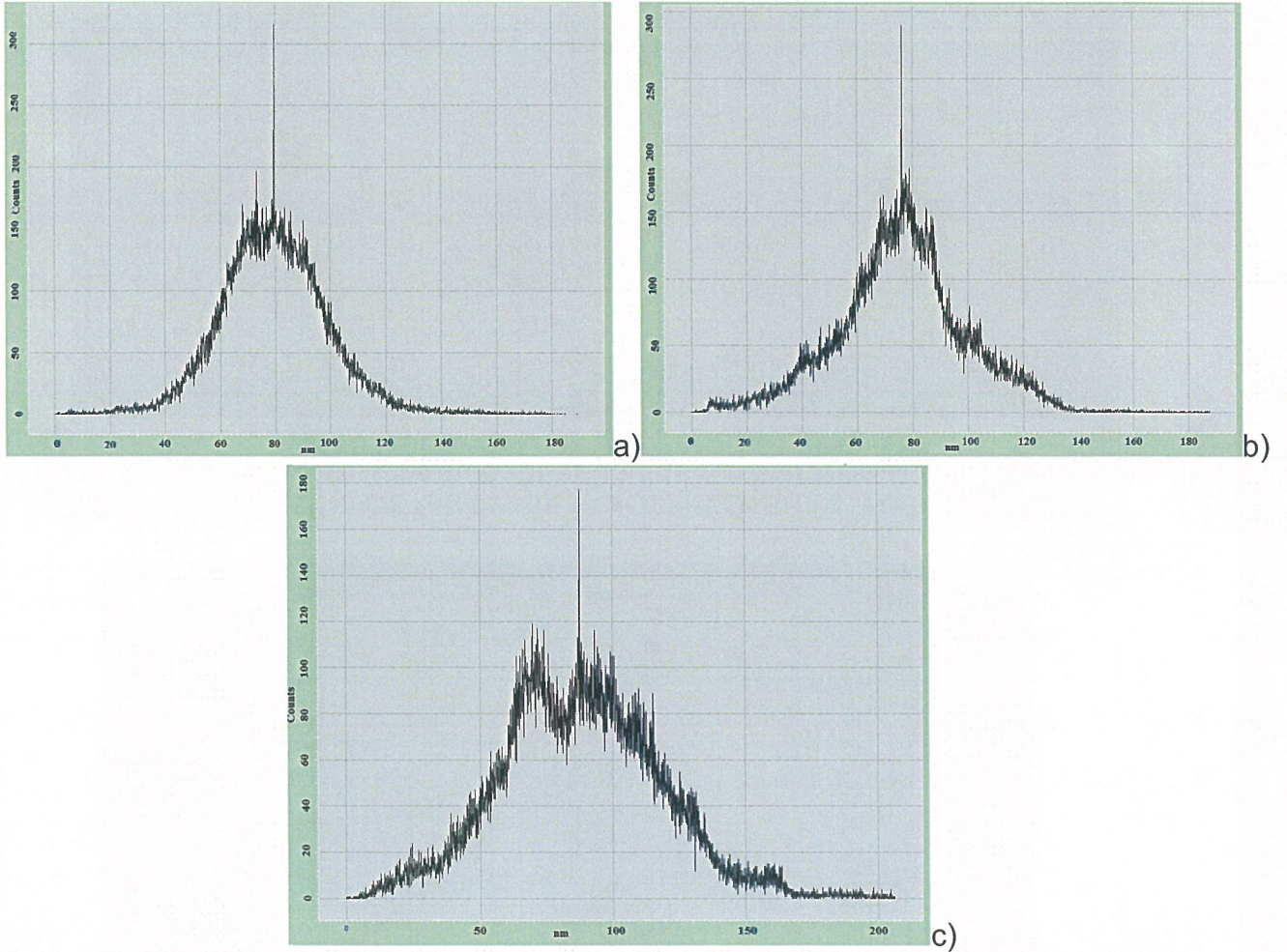


Şəkil 20. PP və PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin İQ spektrləri

Şəkil 21-də PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin SEM təsvirləri verilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, nanohissəciklərin polimer matrisdə nanohissəciklərin paylanması bircins və monodispersdir. Maqnetit nanohissəciklərinin 5% miqdarda PP-də paylanması zamanı nanohissəciklərin ölçüləri 13-14 nm, 10% miqdarda isə 16-17 nm təşkil edir. Şəkil 22-də PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitin EDS spektri verilmişdir və müəyyən olunmuşdur ki, nanokompozit təmiz Fe₃O₄ nanohissəciklərindən ibarətdir.



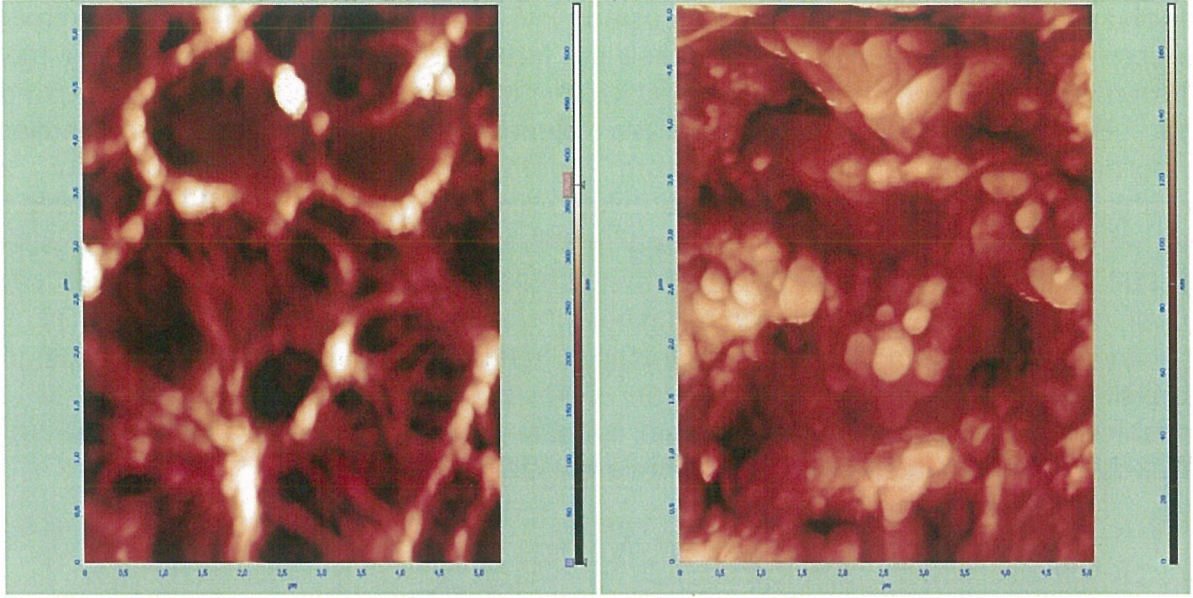
Şəkil 24. PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitin AQM təsvirləri:
a) PP+10%Fe₃O₄; b) PP+20%Fe₃O₄; c) PP+40%Fe₃O₄.



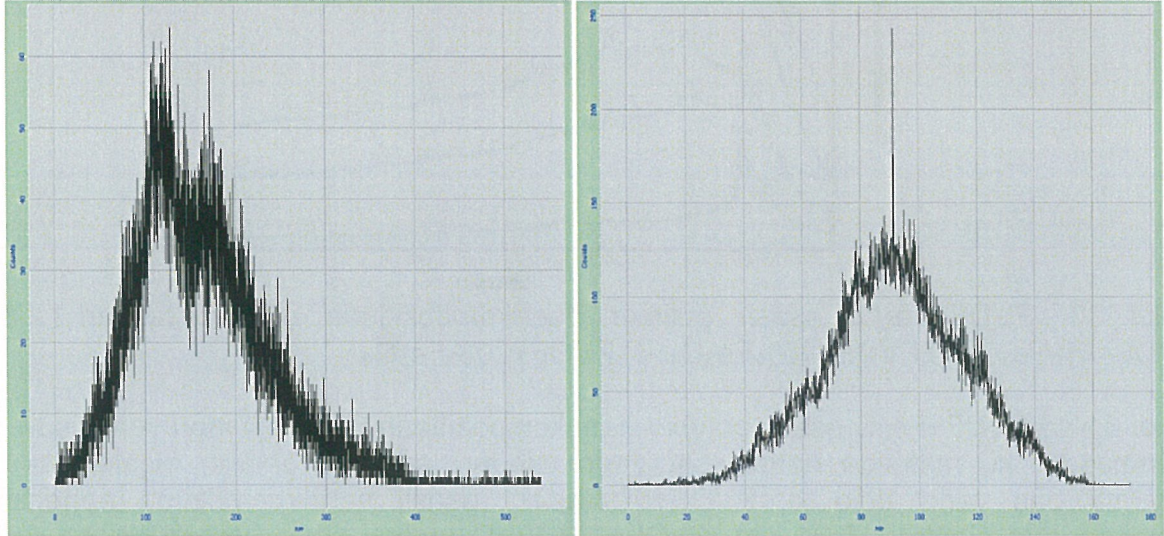
Şəkil 25. PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitin səthinin orta-kvadratik kələ-kötürlüyünün histogramları: a) PP+10%Fe₃O₄; b) PP+20%Fe₃O₄; c) PP+40%Fe₃O₄.

Şəkil 26-da maqnetit nanohissəciklərinin 5% və 10% miqdarlarında olan PE+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin SEM təsvirləri verilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi, polimer matrisaya nanohissəciklərin daxil edilməsi və maqnetit nanohissəciklərinin konsentrasiyası artdıqca polimer matrisdə nanohissəciklərin ölçüləri cüzi artır. Belə ki, polietilen matrisində maqnetitin 3% və 5% miqdarında hissəcikləri orta ölçüləri 8-14 nm, 10% və 40% kütlə miqdarında isə 11-14 nm təşkil edir. Şəkil 27-da PE+Fe₃O₄ enerji dispersiya spektri göstərilmişdir və müəyyən olunmuşdur ki, nanokompozit təmiz Fe₃O₄ nanohissəciklərindən ibarətdir.

formalaşdırır.



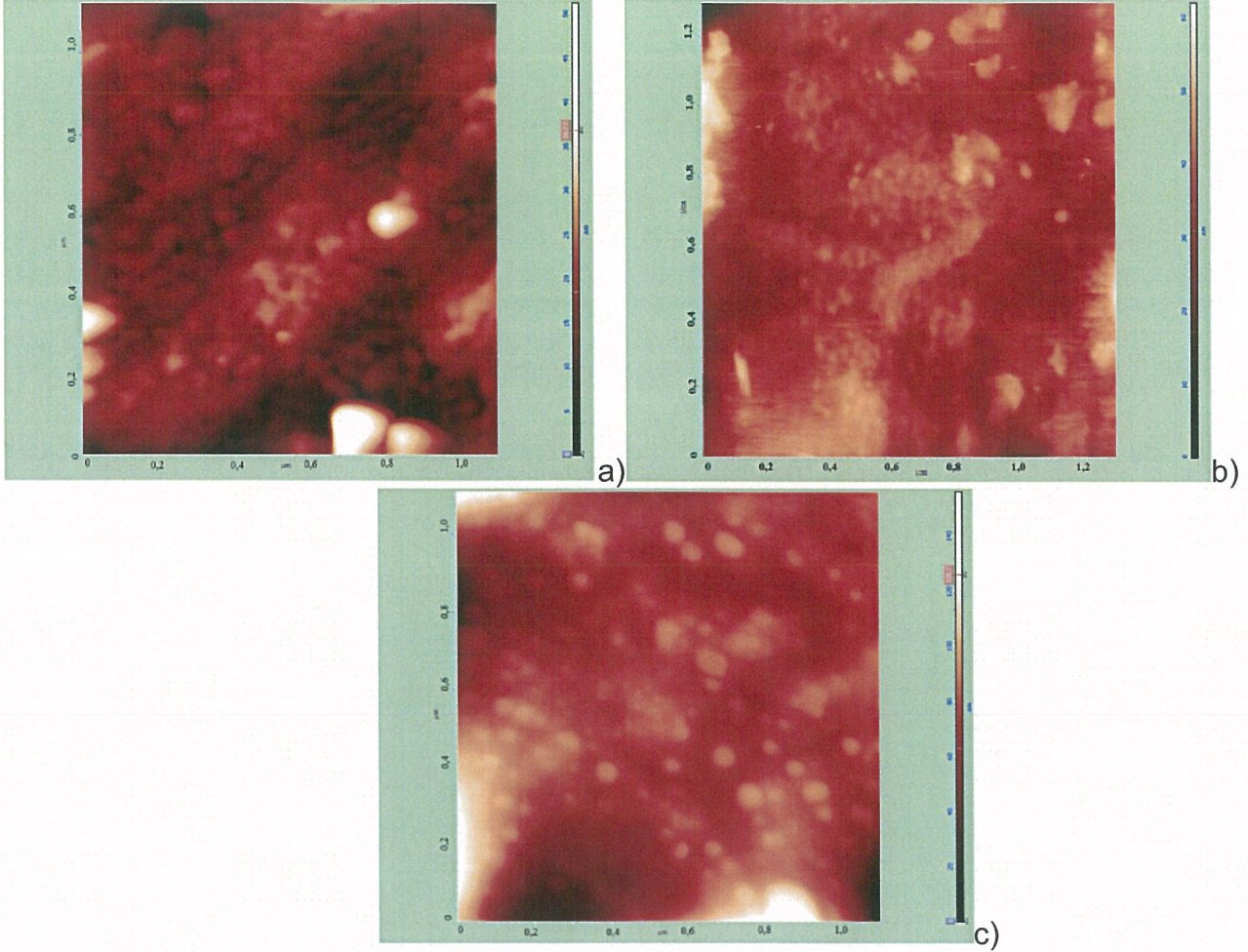
Şəkil 28. PE+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitinin AQM 2D təsvirləri.



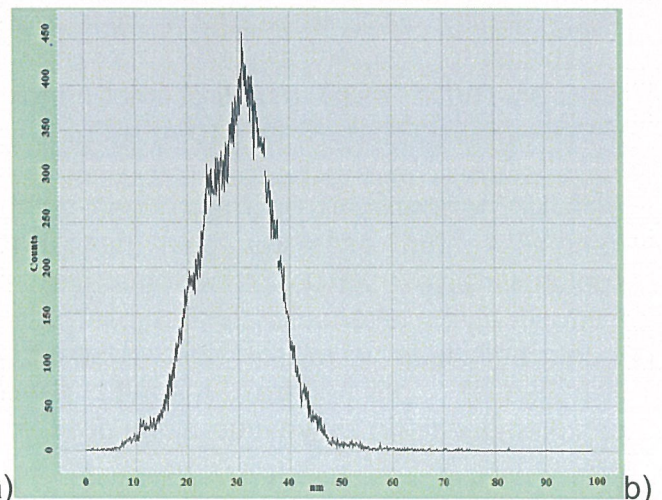
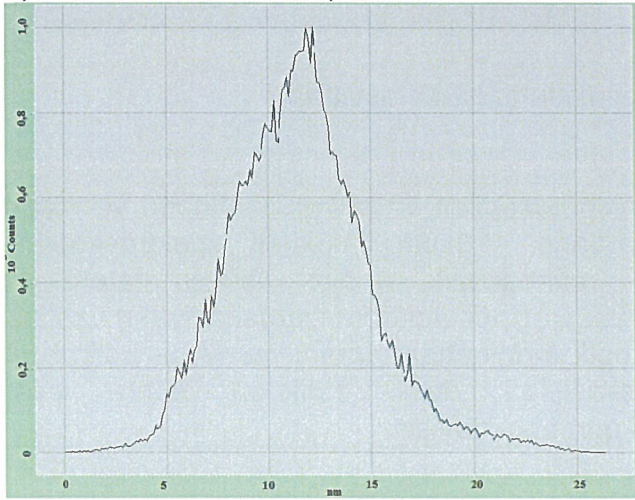
Şəkil 29. PE+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitinin səthinin orta kvadratik kələ-kötürlüyünün histoqramı.

Şəkil 30-da təmiz PVDF-in və Fe₃O₄ nanohissəciklərinin və onlar əsasında alınmış nanokompozitlərin birgə müqayisəli difraktoqrammaları verilmişdir. Təmiz PVDF təbəqəsinin difraktoqrammasında 2θ bucağının 18,83° və 20,41° qiymətində iki intensiv pik müşahidə olunur. Bu piklər ədəbiyyatdan məlum 2θ=18,4 və 2θ=20,8 qiymətlərində müvafiq olaraq Müllər indekslərinin 020 və 110 qiymətlərinə uyğun gələn PVDF-in α və β fazalarına aid xarakteristik difraksiya pikləridir. Bundan əlavə, PVDF-in difraktogrammasında 2θ bucağının 35,43° dərəcə qiymətində bir pik daha müşahidə olunur ki, bu pikin də ədəbiyyatdan 2θ bucağının 35,7° qiymətinə uyğun və 200 indeksi ilə ifadə olunan α fazanın xarakteristik difraksiya piki olduğu məlumdur. PVDF üçün 41,19° bir enli difraksiya xətti daha müşahidə olunmuşdur. Bunun da α fazanın 002 xəttinə uyğun 39° bucaq altında müşahidə olunan xarakteristik xətti olduğu düşünülür. Göründüyü kimi baxılan halda təmiz PVDF matris kombinasiyalı şəkildə həm α, həm də β fazadan ibarətdir. Lakin β fazanın payı daha böyükdür. PVDF+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozit nümunələrin difraktoqrammasında Fe₃O₄ nanohissəciklərinin polimerdəki bütün konsentrasiyaları üçün Fe₃O₄-ün xarakteristik pikləri müşahidə olunmaqdadır. Belə ki, 2θ bucağının 30,2°; 35,5°; 43,2°; 53,5° və 62,9°

Şəkil 32-də PVDF+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin Fe₃O₄ nanohissəciklərin həcmi miqrdarından asılı olaraq AQM təsvirləri verilmişdir. Şəkil 15-də PVDF+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin səthinin orta kvadratik kələ-kötürlük histoqramı verilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, PVDF+5%Fe₃O₄ əsaslı nanokompozit üçün orta kvadratik kələ-kötürlük 5-15 nm, PVDF+10%Fe₃O₄ nanokompozit üçün 10-40 nm, PVDF+40%Fe₃O₄ üçün isə 40-100 nm təşkil edir.



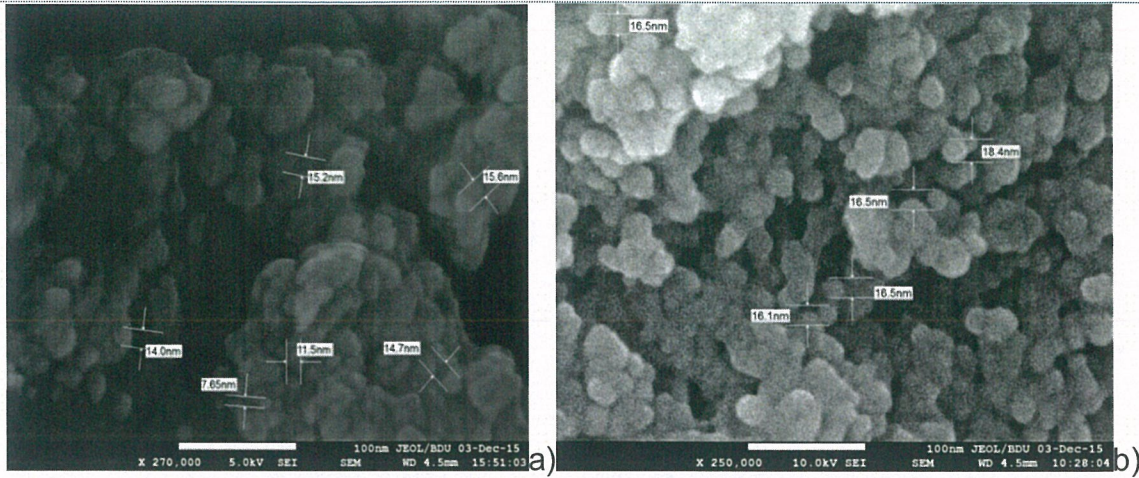
Şəkil 32. PVDF+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin AQM təsvirləri. a)PVDF+5%Fe₃O₄; b) PVDF+10%Fe₃O₄; c)PVDF+40%Fe₃O₄.



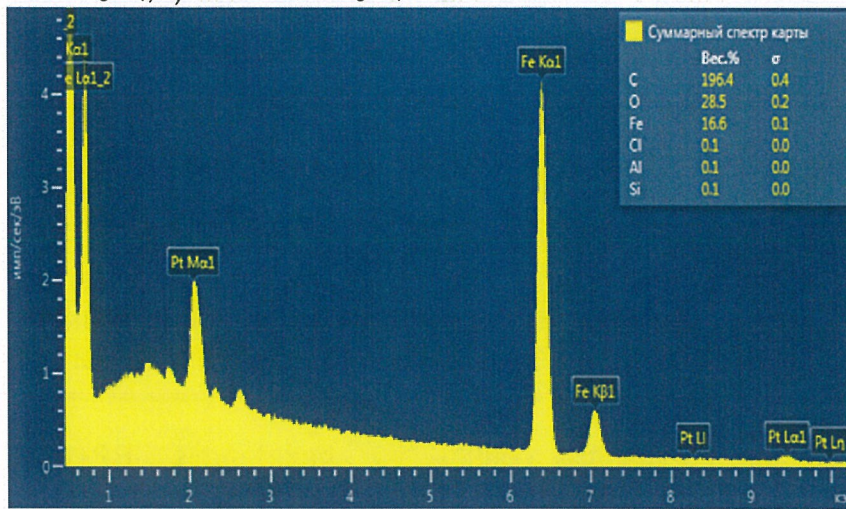
Yüksək tezlikli mikrodağaları udan və dielektrik polimer matrisə və maqnit nanohissəciklərdən ibarət maqnit kompozit materiallar həm nəzəri baxımdan, həm də praktiki tətbiq baxımından çox mühüm əhəmiyyət kəsb edir. Maqnit polimer nanokompozitlərdə ferromaqnit nanohissəcikləri qeyri-maqnit polimer materialda ferromaqnit monodomenlər şəklində paylanırlar. Məlumdur ki, nanokompozitlərin üst molekulyar quruluşunun dəyişməsi onların əsas xassələrinin formalaşmasında çox mühüm rol oynayır. Lakin eyni zamanda maqnit polimer nanokompozit materialların xassələrinin dəyişməsi nanokompozitlərin ayrı-ayrı komponentlərinin kompleks xassələrindən, polimer matrisin üst-molekulyar quruluşundan, nanohissəciklərin ölçülərindən, fazalararası qarşılıqlı təsirlərin dərəcəsindən, sərhədyanı fazalararası təbəqənin qalınlığından və polimer nanokompozitlərin alınma şəraitindən asılıdır [38-41].

1-ci texnoloji üsul kimi maqnit polimer nanokompozitlər ekstruziya üsulu ilə hazırlanmışdır. Ekstruziya ilə hazırlanma metodu ikivintli mikroekstruder (DSM Explore 5 и 15 CC Micro Compounder) istifadə olunmaqla tətbiq edilmişdir. Ekstruziya və qarışma proseslərinin parametrləri aşağıdakı kimidir: şpindelın fırlanma sürəti-100 fırl/dəq, qarışma zamanı-2 dəq və temperatur-170-190°C təşkil etmişdir. Ekstruziya termoplastik polimerlərdən nazik təbəqələr, borular, liflər hazırlanmasında ən ucuz istehsal metodlarından biri hesab olunur. Ərinmiş polimeri ekstruderin giriş başlığına daxil etməklə ekstrudata istənilən forma vermək olar. Ekstruziya maşınında polimer materialın qranula və ya tozlarını onları əritmək üçün öncədən elektrik qızdırıcısı yerləşdirilmiş silindirdən bunkərə yüklənir. Spiral formalı fırlanan vint qaynar polimer kütləsinin silindrin bütün həcmi boyunca hərəkətini təmin edir. Nəticədə polimer kütləsinin hərəkəti zamanı fırlanan vint və silindr arasında sürtünmə yaranır ki, bu işə istiliyin ayrılmasına və beləliklə işlənən polimerin temperaturunun qalxmasına səbəb olur. Polimer kütlə hərəkət zamanı əsasən 3 dəqiq ayrılmış zonanı: sıxılma, yüklənmə və homogenləşmə zonalarını keçir. Yüklənmə zonası polimer kütləni bunkerden sıxılma zonasına ötürür, adətən bu proses qızdırılma olmadan həyata keçir. Sıxılma zonasında qızdırıcı elementlərin hesabına polimer tozların ərinməsi baş verir, fırlanan vint işə bu zaman onu basır. Daha sonra pastaya bənzər polimer kütləsi homogenləşmə zonasına ötürülür və burada vintin xüsusi kəsiyi hesabına polimer kütlə sabit axın sürəti alır. Məhz ekstruderin bu hissəsində müəyyən təzyiqlə altında polimer ərintisi çıxış hissəyə ötürülür və istənilən formaya malik materialın formalaşması baş verir. Bəzi hallarda, xüsusən, yüksək özlülüklü bəzi polimerlər olduğu halda, qarışdırılma effektivliyini artırmaq üçün "işçi zona" deyilən bir zonanın olması zərurəti yaranır ki, burada polimer müəyyən təzyiqlərə məruz qalır. Ekstruderden ekstruziya olunmuş material ifrat qızmış halda çıxır (temperatur 125-dən do 350°C-ə qədər dəyişir) və ekstruziya olubmuş materialın formasının saxlanması üçün onun kəskin soyudulur. Ekstrudat soyuq su ilə dolu vannadan keçən konveyer lentinə verilir və burada polimer kütləsinin bərkiməsi baş verir. Həmçinin ekstrudatın soyuması üçün onun soyuq suyla və havayla soyudulması həyata keçirir. Son məhsul kəsilməyə və hissələrə bölünməyə məruz edilir [42].

Şəkil 35-də ekstruziya üsulu ilə hazırlanmış polipropilen və Fe₃O₄ əsaslı maqnit polimer nanokompozitlərin SEM təsvirləri verilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi, ekstruziya üsulundan alınmış polimer nanokompozitlərdə nanohissəciklərin paylanması qeyri-bircins və qeyri-homogendir. Polipropilen matrisində Fe₃O₄ nanohissəcikləri kiçik miqdarlarda polimer layları arasında ayrı-ayrı toplanmalar şəklində paylanır, Fe₃O₄ nanohissəciklərinin miqdarları artdıqca nanohissəciklərin paylanması qismən yaxşılaşır, lakin eyni zamanda polimer matrisdə aqlomerasiya edilmiş hissəciklərin sayı da artmış olur.

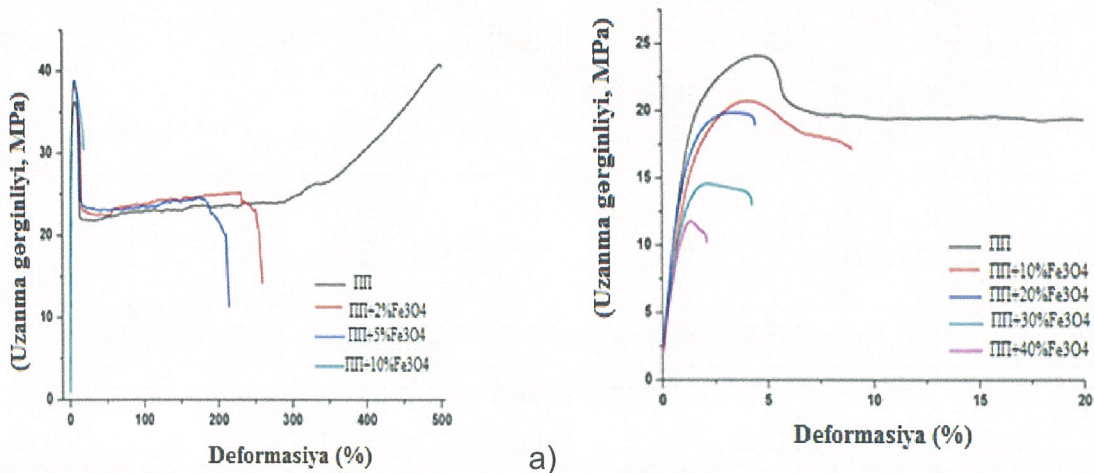


Şəkil.36. Ex-citu və istidən pressləmə texnoloji üsulu ilə alınmış polimer nanokompozitlərin SEM təsvirləri:a) PP+5%Fe₃O₄;b) PP+10%Fe₃O₄.



Şəkil.37 PP+5%Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin EDS spektri.

Həmçinin ekstruziya və istidən pressləmə üsulu ilə hazırlanmış polimer nanokompozitlərin mexaniki xassələri tədqiq edilmişdir. Şəkil 38-də ekstruziya üsulu ilə hazırlanmış PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin deformasion qırılma və əyilmə əyriləri verilmişdir. Polimer nanokompozitlərin mexaniki deformasiya olunma nəticələri Cədvəl 5-də verilmişdir.



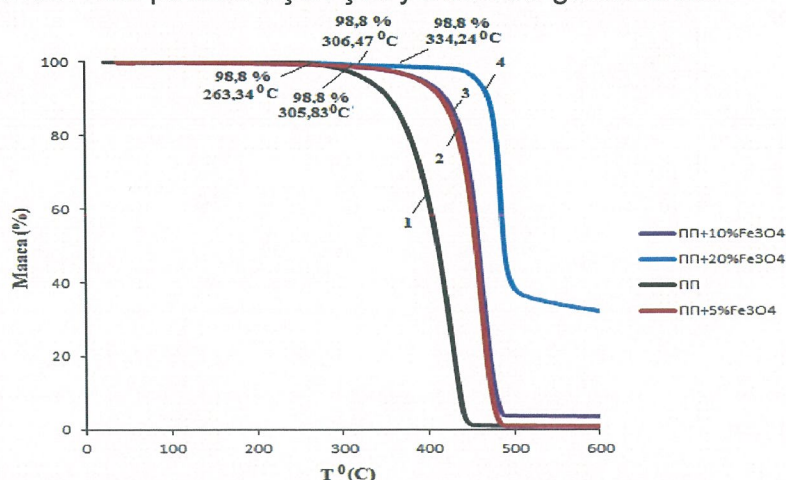
Şəkil 38. Ekstruziya üsulu ilə hazırlanmış PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin deformasion qırılma və əyilmə əyriləri.

Cədvəl 6.İstidən pressləmə üsulu ilə alınmış PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin mexaniki deformasiya olunma nəticələri:

Polimer nanokompozitlər	Axıcılıq həddi (MPa)	Yunq modulu (MPa)	Qırılma zamanı gərginlik (%)
PP+1%Fe ₃ O ₄	16.78±1.37	840.10±52.00	281.04±30.52
PP+5%Fe ₃ O ₄	19.01±0.19	883.70±29.48	322.14±22.81
PP+8%Fe ₃ O ₄	18.37±1.85	1075.80±18.63	191.05±61.37
PP+10%Fe ₃ O ₄	20.77±1.18	1092.90±53.09	402.50±6.99
PP+20%Fe ₃ O ₄	11.13±1.92	673.92±46.02	243.85±50.23
PP+40%Fe ₃ O ₄	17.99±1.23	944.49±49.94	372.55±65.73

Cədvəl 6-dən görüldüyü kimi, istidən pressləmə üsulu ilə alınmış polimer nanokompozitlərdə Fe₃O₄ nanohissəciklərinin miqdarı artdıqca Yunq modulunun artması, axıcılıq həddinin isə praktiki olaraq dəyişməməsi müşahidə olunmuşdur. Həmçinin müəyyən olunmuşdur ki, Fe₃O₄ nanohissəciklərinin polipropilen matsidə hətta yüksək miqdarlarında (40% qədər) belə maqnit nanokompozitlər yüksək plastik deformasiya göstərir.

Şəkil 40-da PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin TQA əyriyi verilmişdir. Şəkildən görüldüyü kimi, PP 237,04°C-də termooksidləşmə destruksiyaya uğrayaraq kütlə itkisinə məruz qalır və bu itki 475,84°C-yə qədər fasiləsiz davam edir. Polipropilənə 5% miqdara qədər Fe₃O₄ nanohissəcikləri daxil etdikdə də başlanğıc termooksidləşmə destruksiya temperaturu yüksək temperaturlara qədər sürüşərək 306,47°C təşkil edir və bu nanokompozitlər üçün kütlə itkisi fasiləsiz olaraq 477,65°C-yə qədər davam edir. Fe₃O₄ nanohissəciklərinin miqdarı polimer matsidə artdıqca başlanğıc termooksidləşmə destruksiya temperaturu daha da yüksək temperaturlara qədər sürüşür. Belə ki, Fe₃O₄ nanohissəcikləri polimerdə 20%-ə qədər olduqda artdıqca başlanğıc termooksidləşmə destruksiya temperaturu 334,24°C-yə qədər sürüşür və kütlə itkisi 495,6°C-yə qədər fasiləsiz davam edir. Beləliklə, Fe₃O₄ nanohissəciklərinin polipropilen matrisinə daxil edilməsi zamanı polimerin termodavamlılığı artır və bu termodavamlılıq Fe₃O₄ nanohissəciklərinin 20% kütlə miqdarına qədər davam edir (Cədvəl 3). Beləliklə, Fe₃O₄ nanohissəciklərinin polipropilendə 20% kütlə miqdarına kimi olduqda polimer nanokompozitin termodavamlılığı 100°C dərəcə qalxır, bu isə PP kimi sənaye polimeri kimi polimer üçün çox yüksək bir göstəricidir.



Şəkil 40. PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin TQA əyriyi: 1.PP; 2.PP+5%Fe₃O₄; 3.PP+10%Fe₃O₄; 4.PP+20%Fe₃O₄.

QHs) mikrodalğalarını udulma faizi 15,5-22,7% arasında dəyişmişdir. Cədvəl 10-da ekstruziya üsulu ilə alınmış PP+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozisiyaların yüksək tezlikli mikrodalğaları udma nəticələri göstərilmişdir. Cədvəl 6-dan göründüyü kimi, ekstruziya üsulu ilə alınmış polimer nanokompozitlərin mikrodalğaları udulma faizi uyğun olaraq 6-14% arasında dəyişmişdir. Göründüyü kimi, istidən pressləmə üsulu ilə alınmış polimer ferromaqnit nanokompozitlər yüksək tezlikli mikrodalğaları ekstruziya üsulu ilə alınmış nanokompozitlərdən daha yaxşı udur, bu isə ekstruziya üsulu ilə alınmış nanokompozitlərdən mikrodalğaların maniyəsiz keçməsi ilə izah olunur.

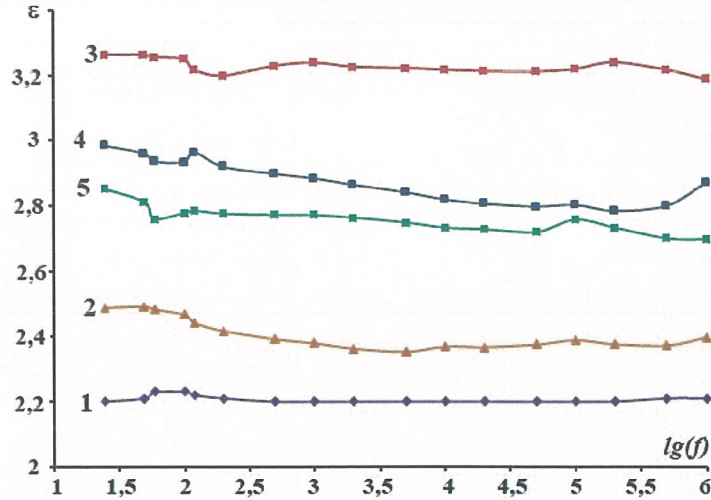
Cədvəl 9. İstidən pressləmə üsulu ilə alınmış PP+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozisiyaların yüksək tezlikli mikrodalğaları udma nəticələri.

No	Polimer nanokompozitlər	Nanokompozit təbəqələrin qalınlığı (mkm)	I ₀ (μA)	I (μA)	Mikrodalğaları udma faizi(%)
1	PP+5%Fe ₃ O ₄	400	260	220	15
2	PP+10%Fe ₃ O ₄	400	275	232,5	15,5
3	PP+20%Fe ₃ O ₄	400	275	230	16,3
4	PP+40%Fe ₃ O ₄	400	275	212,7	22,7

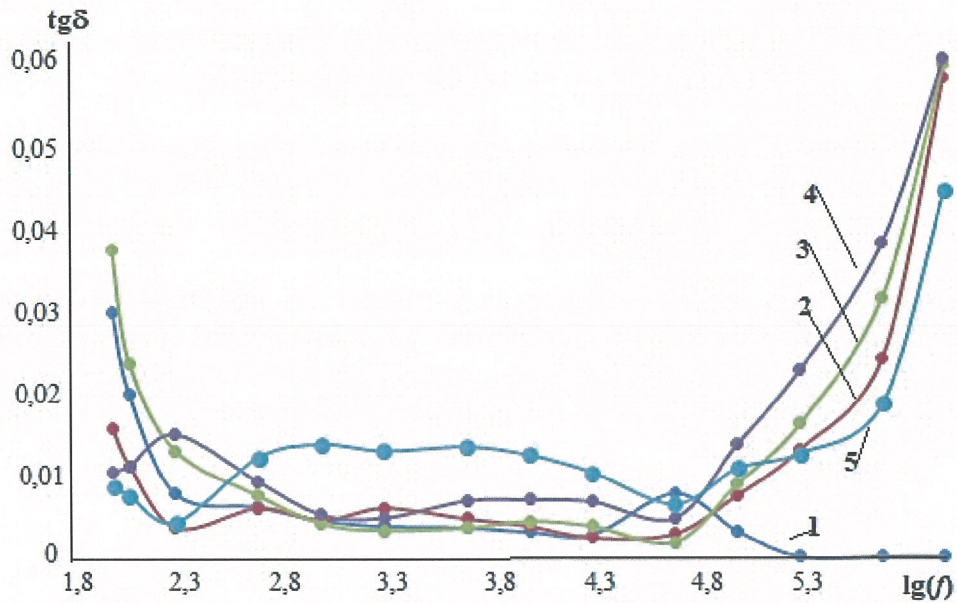
Cədvəl 10. Ekstruziya üsulu ilə alınmış PP+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozisiyaların yüksək tezlikli mikrodalğaları udma nəticələri.

No	Polimer nanokompozitlər	Nanokompozit təbəqələrin qalınlığı (mkm)	I ₀ (μA)	I (μA)	Mikrodalğaları udma faizi(%)
1	PP+10%Fe ₃ O ₄	400	270	254	6
2	PP+20%Fe ₃ O ₄	400	270	244	10
3	PP+30%Fe ₃ O ₄	400	270	238	12
4	PP+40%Fe ₃ O ₄	400	270	232	14

Beləliklə, Fe₃O₄ ferromaqnit nanohissəciklər daxil edilmiş polimer nanokompozitlərin müxtlif texnoloji üsullarla alınması həyata keçirilmiş, həmçinin hazırlanmış bu texnoloji üsulların polimer nanokompozitlərin quruluşu, mexaniki və termiki xassələrinə təsiri tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, hər bir texnoloji üsul təyinatından asılı olaraq öz üstünlüklərinə malikdir. İstidən pressləmə üsulu nanohissəciklərin polimerə daxil edilməsinin ən defektsiz üsullarından hesab olunur. Bu üsul zamanı nanohissəcikləri çox böyük həcmi miqdara qədər polimer matrisə daxil etmək mümkündür. Dispers doldurucunun sərhəd miqdarı kompozitin xassələrinin dəyişmə dərəcəsi ilə, kompozitin reoloji xassələri ilə, təkrar işlənməsi ilə, həmçinin özlülük həddi ilə müəyyən olunur. Nanohissəciklərlə polimerdə yüksək dolma ekstruziya və təzyiq altında tökmə üsulları ilə nail olmaq mümkün deyil. Bu üsullardan polimerdə yalnız 20-25% qədər dolmaya nail olmaq olar. Həmçinin, ekstruziya və təzyiq altında tökmə üsulları zamanı hətta nanohissəciklərin polimerdə kiçik miqdarlarında belə defektsiz kompozit strukturlar almaq mümkün deyil. İstidən pressləmə üsulu əsasən 3 parametrlə- təzyiq, temperatur və nümunəni təzyiq altında saxlanma müddəti ilə təyin olunur. Təzyiq, temperatur və zamanı idarə etməklə yüksək effektivli defektsiz maqnit polimer nanokompozitlər hazırlamaq olar. Kompozitin pressləmə temperaturu polimerin ərimə temperaturu, axıcılıq həddi və kompoziti pressin altında saxlanma şəraiti ilə təyin olunur. Kompozitlərin hazırlanması zamanı nümunələr polimerin ərimə temperaturunda presslənir, təzyiq optimal səviyyəyə qədər qaldırılır və müəyyən zaman ərzində təzyiq altında kompozit nümunələr müxtlif sürətlə soyudulur. İstidən pressləmə üsulu ilə polimer nanokompozitlərin digər metodlarla müqayisədə əsas üstünlüyü ondan ibarətdir ki, doldurucu polimer matrisədə homogen paylanır və defektsiz kompozit strukturlar almaq mümkündür. Həmçinin müəyyən olunmuşdur ki, istidən pressləmə üsulu ilə alınmış polimer ferromaqnit nanokompozitlər

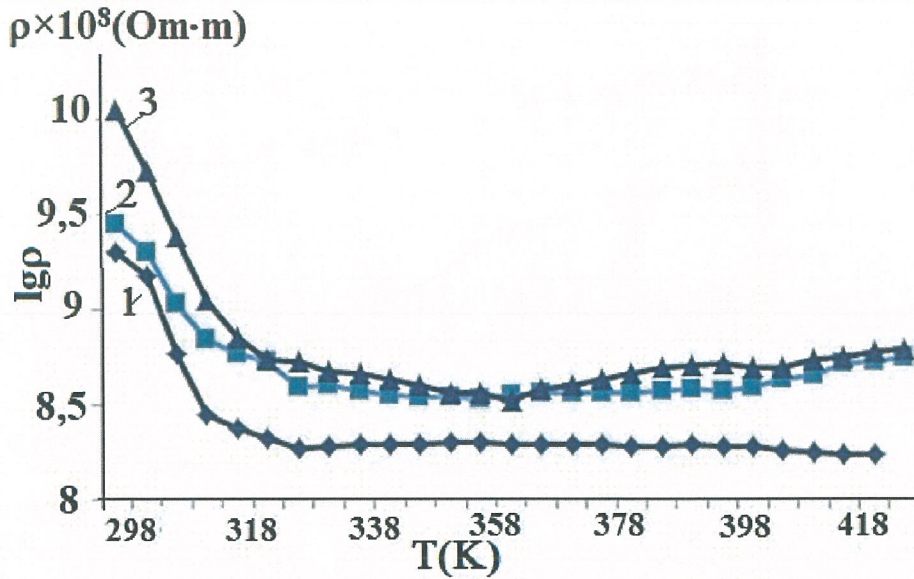


Şek.42. PP+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozit nümunənin dielektrik nüfuzluğunun (ϵ) tezlikdən asılılığı: 1) PP, 2)PP+3%Fe₃O₄, 3)PP+5%Fe₃O₄, 4)PP+7%Fe₃O₄, 5)PP+10%Fe₃O₄



Şek.43. PP+Fe₃O₄ əsaslı nanokompozit nümunənin dielektrik itkiləri bucağının tangensinin tezlikdən asılılığı: 1) PP, 2) PP+3%Fe₃O₄, 3) PP+5%Fe₃O₄, 4) PP+7%Fe₃O₄, 5) PP+10%Fe₃O₄.

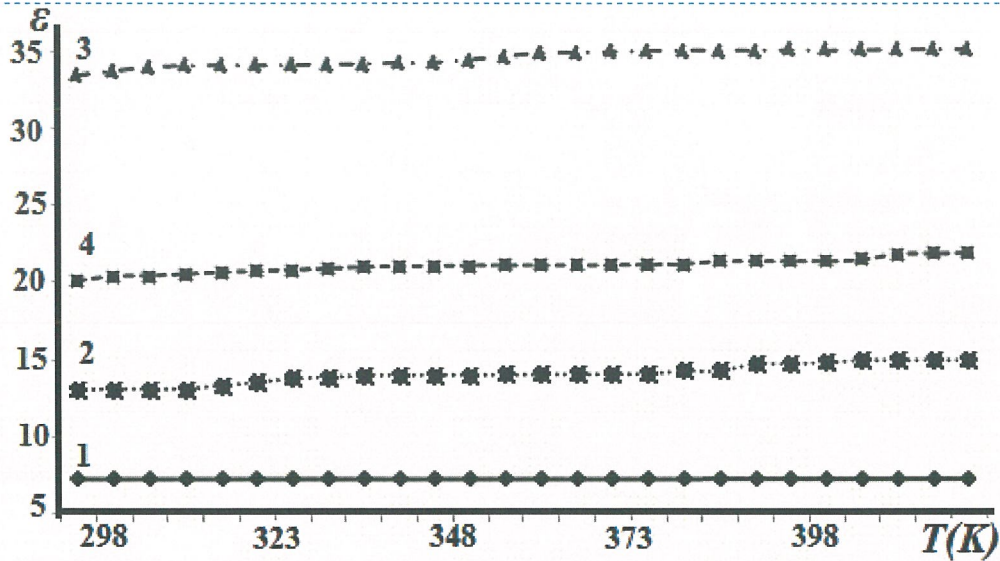
Təmiz polipropilen nümunə üçün dielektrik itki bucağının tangensinin tezliyin loqarifmik qiymətindən asılı əyrisində 10 kHs-100 kHs aralığında relaksasiya piki müşahidə olunmuşdur. Fe₃O₄ nanohissəciklərinin daxil edilməsi relaksasiya proseslərində dəyişiklik ilə müşahidə olunur. Belə ki, yuxarı tezlik oblastında təmiz PP-dən fərqli olaraq ikinci bir rezonans maksimumu qeydə alınır və nanokompozitin bütün konsentrasiyaları üçün dielektrik itkiləri bucağının tangensinin qiyməti təmiz polipropilenlə müqayisədə daha yuxarı olur. Məlumdur ki, dielektrik itki bucağının tangensi materialda baş verən enerji dissipasiyalarını xarakterizə edir. Nano ölçülü əlavənin daxil edilməsi ilə yuxarı tezlik oblasında dielektrik itkilərinin artması onunla izah oluna bilər ki, maqnetit nanohissəciklərin polimerə daxil olunması ilə polimerdəki daxili sahə modifikasiya olunur, nəticədə yuxarı tezliklərdə xarici sahənin qiymətinin dəyişməsi zamanı, polimerdə bu dəyişmələrə cavab verən rezonans maksimum itir, eyni zamanda dissipasiyaların miqdarı artmış olur. Şəkil 44-də PP+Fe₃O₄ əsaslı polimer nanokompozitlərin dielektrik itki bucağının tangensinin konsentrasiyadan asılı əyrisi verilmişdir. Əyridən də görüldüyü kimi aşağı konsentrasiyalarda dielektrik itkiləri, yəni enerji səpilmələri azalır, konsentrasiyanın sonrakı



Şək.46.PP+Fe₃O₄əsaslı nanokompozit nümunələrin xüsusi müqavimətinin temperaturdan asılılığı. 1) PP+3%Fe₃O₄ 2) PP+5%Fe₃O₄ 3)PP+7%Fe₃O₄

Polimerəsaslı kompozitlərin geniş temperatur-tezlik intervalında dielektrik xassələrinin tədqiqi polyar polimer əsasında alınmış kompozitlərin xarici elektrik sahəsinin parametrlərindən kəskin asılı olması belə materialların dielektrik xassələrinin öyrənilməsinin əhəmiyyətini artırmış olur. Polyar polimerlər əsasında alınmış nanokompozitlərin dielektrik xassələrinin araşdırılması, onlarda gedən polyarlaşma prosesinin mexanizminin müəyyən olunması və yüksək izolyasiya qabiliyyətinə malik materialların əldə olunması baxımından olduqca vacibdir. Ümumi şəkildə yanaşdıqda polimerlərin dielektrik xassələrini adekvat şəkildə təsvir edən bitkin bir nəzəriyyə mövcud deyildir. Ona görə də bütün eksperimental nəticələr bir qayda olaraq empirik şəkildə fiziki, mexaniki və molekulyar xarakteristikalarla korelyasiya olunur. Qeyri-polyar dielektriklərin molekullarında dipolların elektrik momenti xarici elektrik sahəsinin təsiri ilə yüklərin molekulda hissə-hissə paylanması (deformasiya polyarlaşması) hesabına induksiya olunur. Bu zaman yaranan elektrik momenti deformasiya xarici sahənin qiyməti ilə mütənəsb olur. Polyar dielektriklərin molekulları isə xarici sahə olmadıqda belə sabit dipol momentinə malik olurlar, lakin onlar bütün matrisada xaotik paylanır. Ona görə də xarici sahənin təsiri ilk növbədə artıq mövcud olan dipolların oriyentasiya etməsi ilə müşahidə olunur. Bu növ polyarlaşma oriyentasiya və ya dipol polyarlaşması adlanır. Deformasiya polyarlaşmasından fərqli olaraq oriyentasiya polyarlaşması zamandan aslı olaraq daha da artır və temperaturdan-istilik hərəkətinin intensivliyidən aslıdır. Bu onunla bağlıdır ki, sahədə dipolun istiqamətlənməsi molekulun və ya onun hansısa bir fraqmentinin yerdəyişməsi ilə bağlıdır. Bunun üçün isə müəyyən zaman tələb olunur, istilik hərəkəti isə bu prosesə mane olur. Nanoölçülü doldurucuların polimer matrisə daxil edilməsi alınmış nanokompozitdə relaksasiya proseslərinə təsir edərək elektrofiziki parametrlərin dəyişməsinə səbəb olur. Bu baxımdan nanokompozitin elektrofiziki parametrlərinin öyrənilməsi quruluş dəyişikliklərinin izah etmək baxımından əhəmiyyətlidir. PVDF+Fe₃O₄ nümunələrin elektrofiziki xassələri o cümlədən dielektrik nüfuzluğu və dielektrik itkiləri bucağının tangensinin tezlik, temperaturasılılığı «E7-20» cihazı vasitəsilə 50 Hs-dən 1 MHS-ə qədər tezlik intervalında və 293 K-dən 430 K-ə qədər temperatur intervalında aparılmışdır. Şəkil.6-da təmiz PVDF və PVDF+Fe₃O₄ nanokompozitin dielektrik nüfuzluğunun tezlikdən asılılıq qrafiki verilmişdir.

Şəkil 47-dən də görüldüyü kimi təmiz polimer və PVDF+Fe₃O₄ nanokompozitin dielektrik nüfuzluğunun tezliyin loqarifmik qiymətindən asılılıq əyrisi qurulmuşdur. Müəyyən olunmuşdur ki, dielektrik nüfuzluğunun qiyməti nanohissəciklərin konsentrasiyasından asılı olaraq ekstremumla dəyişir, belə ki, Fe₃O₄ nanohissəciklərinin 7% kütlə miqdarında dielektrik nüfuzluğu maksimum qiymət alır.



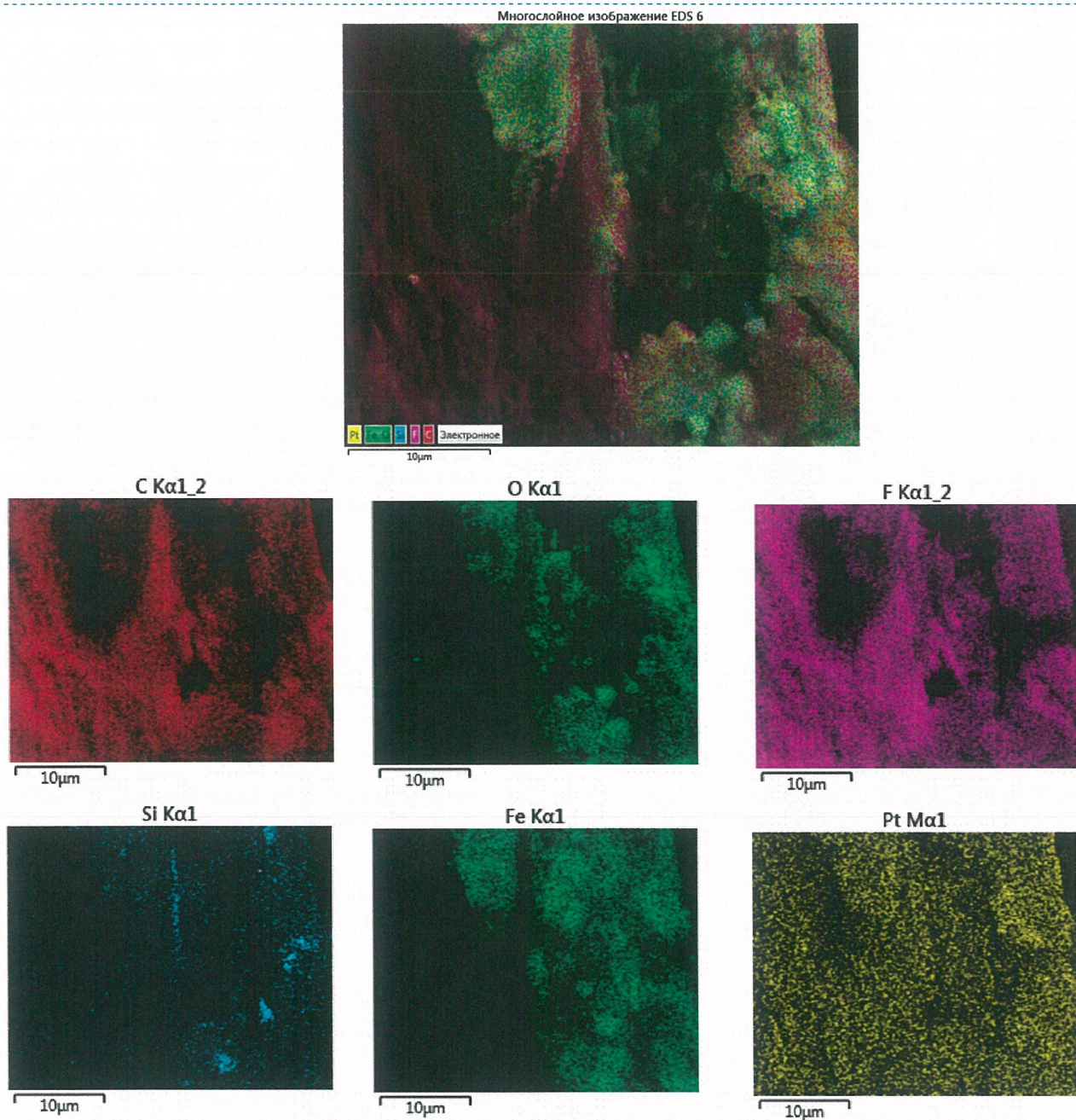
Şək.49. PVDF+Fe₃O₄ nanokompozitlərinin dielektrik nüfuzluğunun temperaturdan asılılıq əyriyələri: 1) Təmiz PVDF 2) PVDF+7%Fe₃O₄, 3) PVDF+3%Fe₃O₄, 4) PVDF+10%Fe₃O₄.

Beləliklə, termoplastik polimerlə örtülmüş nanoölçülü ferromaqnit nanokompozitlər sintez olunmuş və onların elektrofiziki xassələri tədqiq edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, polyar və qeyri-polyar polimerlər əsasında alınmış nanokompozitlərin dielektrik xassələrinin araşdırılması, onlarda gedən polyarlaşma prosesinin mexanizminin müəyyən olunması və yüksək izolyasiya qabiliyyətinə malik materialların əldə olunması baxımından olduqca vacibdir.

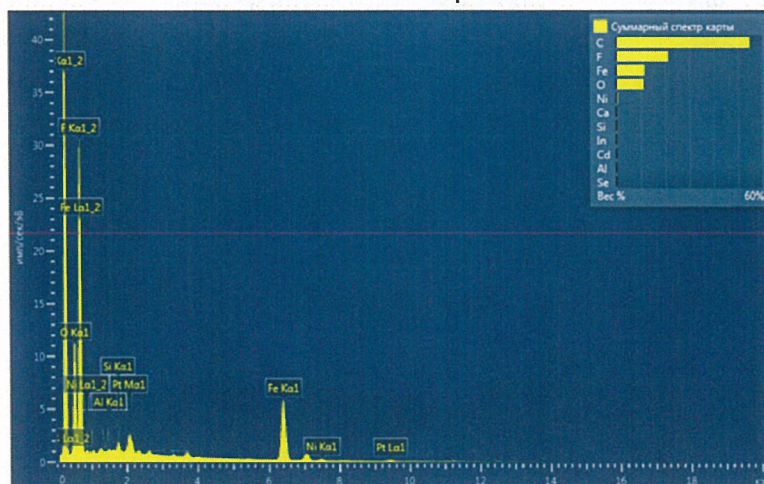
Müəyyən olunmuşdur ki, polivinilidenflüorid (PVDF) polimeri yarımkristallik polimerdir və özünün istiliyə davamlılığına və kimyəvi dayanıqlılığına görə fərqlənir və yüksək piroelektrik və pyezoelektrik xassələrinə malikdir və bu xassələrinə görə digər polimerlərdən kəskin fərqlənir. Bütün bu xassələr, yüksək elastiklik, nisbi şəffaflıq və işlənmənin sadəliyi bu materialları müxtəlif texnoloji işlər üçün çox yararlı edir. Matrisaya müxtəlif ölçülü nanohissəciklər daxil etməklə onların keçiricilik və digər kompleks xassələrini doldurucunun təbiətini və xassələrini dəyişməklə yaxşılaşdırmaq olur. Bu cür kompozitlərin son xassələri əsasən hissəciklərin ölçülərindən, hazırlanma texnologiyasından və onların polimer matrisada paylanmasından asılı olacaq.

Üçfazlı yeni polimer nanokompozitlərin alınmasına baxılıb və PVDF, maqnit nanohissəcik (Fe₃O₄) və çoxlaylı karbon nanoborularından istifadə edilib (KNB). Bu cür quruluşa malik nanokompozit çoxfunktional material kimi KNB-nin, və maqnit nanohissəciyinin (Fe₃O₄) maqnit xassələrini özündə saxlamaqla həm də polimer matrisanın PVDF-in istismar xassələrinə malik olur. Üç fazlı polimer nanokompozit sistemi olan PVDF+Fe₃O₄+KNB sintezi ex-situ texnologiyası ilə yerinə yetirilir. Əvvəlcə PVDF+DMF polimer məhluluna 3-5nm ölçülü müxtəlif konsentrasiyada maqnetit nanohissəcikləri Fe₃O₄ daxil edilir və 2 saat müddətində qarışdırılır. Sonra PVDF+DMF+ Fe₃O₄ polimer məhluluna çoxlaylı karbon nanoborusu daxil edilir və 4 saat müddətində qarışdırılır və homogen məhlul alınır. Sonra isə nanokompozit nümunə almaq üçün məhlul qrudulur, sonra isə istidə pressləmə üsulu ilə nanokompozit nümunələr alınır.

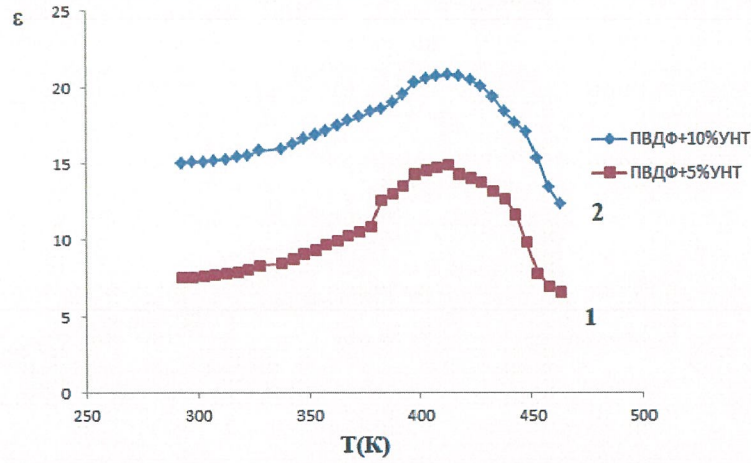
Şəkil 50 -də PVDF+Fe₃O₄, PVDF+UNT və PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı polimer nanokompozitlərin difraktoqramları verilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, üçüncü faza qismində PVDF+Fe₃O₄ polimer nanokompozit sistemine karbon nanoboruları əlavə edilməsi PVDF-in α-fazaları üçün xarakterik olan piklərin intensivliyinin 2θ = 17.8°, 18.5°, 20° və 26.8° qiymətlərində artması müşahidə olunur. Həmçinin müəyyən edilmişdir ki, UNT -nin PVDF matrisasına daxil edilməsi ilə PVDF-in β-fazasına uyğun olan 20,6° pikin intensivliyi artır.



Şəkil 52. PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı nanokompozitin xəritələnməsi.



Şəkil 53 PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı nanokompozitin EDS spektri.



Şəkil 56. PVDF + UNT əsaslı polimer nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun temperaturdan asılılığı: 1. PVDF+5%UNT; 2. PVDF+10%UNT.

Həmçinin PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı üçfazlı polimer nanokompozitlərin elektrofizik xassələri də öyrənilmişdir. Şəkil

-də PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı polimer nanokompozitlər üçün dielektrik nüfuzluğunun (a) və dielektrik itkisi bucağının tangensinin (b) tezlikdən asılılığı verilmişdir.

Şəkil 57 (a) -dan görüldüyü kimi PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı polimer nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğu tezlikdən asılı olaraq kəskin azalır. Bu onunla izah olunur ki, tezlik artıqca nanokompozitlərdə poliyarizasiya prosesləri pisləşir. Şəkil 57 (b)-dən görüldüyü kimi, PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı polimer nanokompozitlərin dielektrik itkisi tangensi 1kHz tezliklərinə qədər azalır, lakin bundan sonra dielektrik itkisinin artması müşahidə edilir. Bu asılılıqdan belə bir nəticəyə gəlmək olar ki, verilmiş üçfazlı nanokompozitlərdən gələcəkdə geniş diapazonda radiodalğaları udan materiallar kimi istifadə etmək olar.

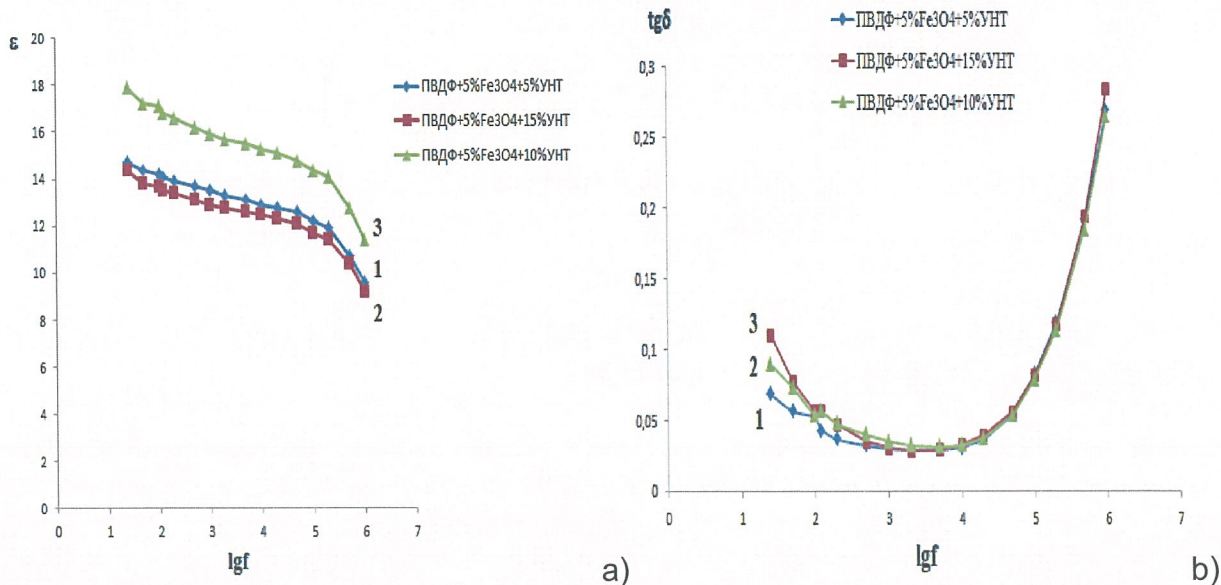


Рис.57. PVDF+Fe₃O₄+UNT əsaslı polimer nanokompozitlər üçün dielektrik nüfuzluğunun (a) və dielektrik itkisi bucağının tangensinin (b) tezlikdən asılılığı:

1. PDF+5%Fe₃O₄+5%UNT;
2. PVDF+5%Fe₃O₄+10%UNT;
3. PVDF+5%Fe₃O₄+15%UNT.

Şəkil 58-də PVDF(1) və PVDF+UNT (2), PVDF+Fe₃O₄ (3) və PVDF+Fe₃O₄+UNT (4) əsaslı nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun tezlikdən asılılığı qrafikləri müqayisəli verilmişdir. Görüldüyü kimi, üçfazlı nanokompozitlər üçün dielektrik nüfuzluğu bütün tezliklərdə təmiz

Ədəbiyyat:

1. A.В.Лукашин, А.А.Елисеев Химические методы синтеза наночастиц Методические материалы, Москва 2007
2. Hossein Asnaashari Eivari, Abbas Rahdar Some Properties of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized in Different Conditions Hossein Asnaashari Eivari and Abbas Rahdar, *World Applied Programming*, Vol (3), No (2), February 2013
3. ZHAO Yuanbi, QIU Zumin** and HUANG Jiaying Preparation and Analysis of Fe₃O₄ Magnetic Nanoparticles Used as Targeted-drug Carriers* *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 16(3) 451—455 (2008)
4. Ang, B.C., Iskandar, I.Y., "Synthesis and characterization of magnetic iron oxide nanoparticles via w/o microemulsion and Massart's procedure, *J. Mater. Process. Technol.*, **191**, 235-237 (2007).
5. H.El Ghandoor, H. M. Zidan, Mostafa M.H. Khalil and M. I. M. Ismail Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7 (2012) 5734 – 5745
6. Jiang, W.Q., Yang, H.C., Yang, S.Y., Horng, H.E., Hung, J.C., Chen, Y.C., Hong, C.Y., "Preparation and properties of superparamagnetic nanoparticles with narrow size distribution and biocompatible", *J. Magn. Magn. Mater*, 283, 210-214 (2004).
7. Jiang, X.Y., Zhou, C.Sh., Zhang, J.Sh., Yang, J.Y., "Preparation and analysis of magnetic nanoparticles used as targeted-drug carriers", *J. Central South Univ. Technol.*, 34 (5), 516-520 (2003). (in Chinese)
8. M.Farajia, Y.Yaminia,* , E.Tahmasebia, A.Saleha and F. Nourmohammadian Cetyltrimethylammonium Bromide-Coated Magnetite Nanoparticles as Highly Efficient Adsorbent for Rapid Removal of Reactive Dyes from the Textile Companies' Wastewaters *J. Iran. Chem. Soc.*, Vol. 7, Suppl., July 2010, pp. S130-S144.
9. Massart, R.J., "Preparation of magnetite nanoparticles", *IEEE Trans Magn.*, 17, 11247-11250 (1981).
10. Qiu, X.P., "Preparation and characterization of Fe₃O₄, magnetic nanoparticles", *J. Xiamen Uni. (Nat. Sci. Ed.)*, **38** (5), 711-714 (1999). (in Chinese)
11. Saowaluk Chaleawler-umpon, and Nuttaporn Pimpha Morphology Study of Superparamagnetic Iron Oxide-Chitosan Nanoparticles *Journal of Microscopy Society of Thailand 2009*, 23(1): 62-65
12. Tu, G.R., Liu, X.F., Du, G.X., Zhou, X.H., Dang, H.J., "Synthesis and characteristic determination of nanosized Fe₃O₄ powder", *Fine Chem.*, **21** (9), 641-644 (2004)
13. Zhou, Z.H., Wang, J., Liu, X., "Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles from emulsion", *J. Mater. Chem.*, **11**, 1704-1709 (2001).
14. Zhang, W.J., Zhang, H.F., Li, D.Z., "Preparation of Fe₃O₄ magnetite fluid by one-step method with a microemulsion reactor", *Chin. J. Appl. Chem.*, **22** (7), 734-738 (2005)
15. Zhang, X., Li, X.G., Jiang, B., "Preparation and characterization of nanometer magnetite", *Chem. Ind. Eng.*, **23** (1), 45-48 (2006)
16. Кристалл М.М., Ясников И.С., Полуин В.И., Филатов А.М., Ульяновков А.Г. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения. Техносфера Москва 2009
17. В.Л.Миронов Основы сканирующей зондовой микроскопии микроскопия, Техносфера, Москва, 2004, 143 с.
18. M.A.Ramazanov, R.A.Ali-Zade, P.B.Agakishieva Structure and magnetic properties of nanocomposites on the basis PE+Fe₃O₄ и PVDF+ Fe₃O₄ Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures Vol.5, No3, July-September 2010, p.727-733, http://www.chalcogen.ro/727_Ramazanov.pdf
19. M. A. Ramazanov, P. B. Agakishiyeva, M. A. Nuriyev, Sh. Sh. Amirov

34. I. Kong, S.H. Ahmad, M.H. Abdullah, A.N. Yusoff The Effect Of Temperature On Magnetic Behavior Of Magnetite Nanoparticles And Its Nanocomposites *AIP Conference Proceedings (Vol. 1136, pp. 830-834)*. DOI: [10.1063/1.3160267](https://doi.org/10.1063/1.3160267)
35. Daniel Esmarch Madsen, Mikkel Fougthansen and Steen Mørup The correlation between superparamagnetic blocking temperatures and peak temperatures obtained from ac magnetization measurements *Journal of Physics: Condensed Matter, Volume 20, Number 34*, <https://doi.org/10.1088/0953-8984/20/34/345209>
36. J.L. Dormann, D. Fiorani, M.El.Yamani Field dependence of the blocking temperature in the superparamagnetic model: H^{23} coincidence *Physics Letters A Volume 120, Issue 2, 2 February 1987, Pages 95-99*, [https://doi.org/10.1016/0375-9601\(87\)90085-5](https://doi.org/10.1016/0375-9601(87)90085-5)
37. Abel Maharramov, Mahammadali Ramazanov, Mohammad Reza Saboktakin *Advanced Nanocomposites Types, Properties and Applications* Nova Publisher, Nyu York, 2013, p. 334, www.amazon.com/Advanced-Nanocomposites-Properties-Applications-Nanotechnology/dp/1628083085
38. Pomogaylo A.D., Rozenberg A.S., Uflyand I.E. Publ: Chemistry, 2000. 671 p
39. Abel Maharramov, Mahammadali Ramazanov, Mohammad Reza Saboktakin *Nova Publisher, Nyu York, 2013, p.334*
40. M.A. Ramazanov, R.A. Ali-Zade, P.B. Agakishieva *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures Vol.5, No3, July-September 2010, p.727*, http://www.chalcogen.ro/727_Ramazanov.pdf
41. Maharramov A.M, M.A. Ramazanov, Alizade R.A, Asilbeyli P.B *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures Vol.8, No4, p.1447*, http://www.chalcogen.ro/1447_Ramazanov.pdf
42. Luca Di Palma, Irene Bavasso, Fabrizio Sarasini, Jacopo Tirillò, Debora Puglia, Franco Dominici, Luigi Torre, Armando Galluzzi, Massimiliano Polichetti, Mahammadali A. Ramazanov, Flora V. Hajiyeva, Habiba A. Shirinova, *POLYMER COMPOSITES—2018, p.1742-1750, DOI 10.1002/pc*
43. M.A. Ramazanov, F.V. Hajiyeva, A.M. Maharramov, L. Di Palma, D. Sannino, M. Takafuki, H.M. Mammadov, U.A. Hasanova, H.A. Shirinova, and Z.A. Bayramova, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, (2017). doi:10.1080/03602559.2017.1320721
44. H. Shirinova, L. Di Palma, F. Sarasini, J. Tirill, M.A. Ramazanov, F. Hajiyeva, D. Sannino, M. Polichetti, and A. Galluzzi, *Chem. Eng. Trans.*, 47, (2016).
45. E. Vunain, A.K. Mishra, and R.W. Krause, *J Inorg Organomet Polym Mater*, 23, 293 (2013).
46. P. Russo, D. Acierno, M. Palomba, G. Carotenuto, R. Rosa, A. Rizzuti, and C. Leonelli, *J Nanotechnol*, 2012, 1 (2012).
47. X. Zhang, and L.C. Simon, *Macromol. Mater. Eng.*, 290, 573 (2005).
48. M.A. Ramazanov, F.V. Hajiyeva, A.M. Maharramov, L. Di Palma, D. Sannino, M. Takafuki, H.M. Mammadov, U.A. Hasanova, H.A. Shirinova, and Z.A. Bayramova, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, (2017). doi:10.1080/03602559.2017.1320721
49. H. Shirinova, L. Di Palma, F. Sarasini, J. Tirill, M.A. Ramazanov, F. Hajiyeva, D. Sannino, M. Polichetti, and A. Galluzzi, *Chem. Eng. Trans.*, 47, (2016).
50. A.M. Magerramov, Ramazanov M.A., Hajiyeva F.V., S.G. Nuriyeva *Structure and dielectric properties of polymer nanocomposites on the basis of polypropylene and silver sulfide PP/Ag₂S International Conference Modern trends in physics 20-22 April, 2017, p.7-11*
51. A structure and dielectric properties of nanocomposites based on isotactic polypropylene and lead sulphide nanoparticles *Journal Chalcogenide Letters, Volume 13, Issue 1, pages 35-40, 2016*
52. A.M. Maharramov, M.A. Ramazanov, J.R. Sultanova, F.V. Hajiyeva, U.A. Hasanova *The structure and dielectric properties of nanocomposites based on isotactic polypropylene and iron nanoparticles Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials Vol. 8, No.*

yaradılacaq ferromaqnit nanokompozit təbəqələrin elektromaqnit dalğalarını udma xüsusiyyətini geniş diapazonda variasiya etmək mümkün olacaqdır.

2. Layihənin nəticələrindən gələcək tədqiqatlarda istifadə perspektivləri

1

Nəticələrin istifadəsi perspektivləri (fundamental, tətbiqi və axtarış-innovasiya yönlü elmi-tədqiqat layihə və proqramlarında; dövlət proqramlarında; dövlət qurumlarının sahə tədqiqat proqramlarında; ixtira və patent üçün verilmiş ərizələrdə; beynəlxalq layihələrdə; və digərlərində)

Müxtəlif növ ferromaqnit nanohissəciklər sintez olunmuş, yüksək tezlikli elektromaqnit dalğalarının kompozitlərlə qarşılıqlı təsirinin xüsusiyyətləri müəyyən edilmiş, həmçinin ifrat yüksək tezliklər diapazonlarında elektromaqnit dalğaları ilə effektiv manipulyasiya olunan KBN və maqnit nanohissəcikləri tərkibli kompozitlərin ümumi istifadə konsepsiyası işlənmişdir. Alınan nəticələr antistatik örtüklərin, effektiv ekran və uducların və eləcə də aerokosmik istifadəsi üçün çoxfunksiyalı materialların istehsalında və işlənməsində istifadə edilə bilər.

4. İxtira və patentlər (sayı)

No	Elmi məhsulun növü	Alınmış	Verilmiş	Ərizəsi verilmiş
1.	Patent, patent almaq üçün ərizə	-	-	-
2.	İxtira	-	-	-
3.	Səmərələşdirici təklif	-	-	-

5. Elmi tədbirlərdə məruzələr (sayı)

No	Tədbirin adı (seminar, dəyirmi masa, konfrans, qurultay, simpozium və s.)	Tədbirin kateqoriyası (ölkədaxili, regional, beynəlxalq)	Məruzənin növü (plenary, dərvi, şifahi, divar)	Sayı
1.	-	-	-	-
2.	-	-	-	-
3.	-	-	-	-

SİFARİŞÇİ:
Elmin İnkişafı Fondu

Baş məsləhətçi
Quliyeva Mülayim Sahib qızı

(imza)
“ ” 2020_-ci il

İCRAÇI:

Layihə rəhbəri
Məmmədov Hüseyn Mikayıl oğlu

(imza)
“ ” 2020_-ci il