

PACS: 61.46.+w, 07.57.Ty, 33.20.Ea

ZrC NANOHİSSƏCİKLƏRİNİN İNFRQAIRMIZI SPEKTROSKOPIYA ÜSULU İLƏ TƏDQIQI

G.İ.MURADOVA, N.M.MEHDİYEV, E.M.HÜSEYNOV, R.N.MEHDİYEVA

AMEA-nın Radiasiya Problemləri İnstitutu
AZ 1143, Bakı, B.Vahabzadə, 9
ravan.m.n@rambler.ru

Daxil olub: 14.12.2020
Çapa verilib: 25.02.2021

Açar sözlər: nano-ZrC, FTIR, nanomaterial, IQ spektroskopiyası.

GİRİŞ

ZrC ultra yüksək temperaturalarda istifadə potensialına malik nadir materiallardır. Bunun isə əsas səbəbi ZrC birləşməsinin eyni zamanda ionik, kovalent və metallik rabitəli və NaCl-də olduğu kimi qəfəs strukturuna malik olmasıdır [1-8]. ZrC nanohissəcikləri xarici təsirlərə kifayət qədər davamlı qeyri-üzvi maddə olmaqla yanaşı, həmçinin böyük ($70\text{m}^2/\text{q}$) xüsusi səth sahəsinə malikdir. Nano ZrC birləşməsində mümkün üçöçlüllü fəza quruluşu onlarda yüksək diffuziya qabiliyyətinin olmasını təmin edir və nəticədə bu birləşmələrin yüksək həssaslığa malik sensor texnologiyasında tətbiqi daha real olur. Maddənin xassələrinin nano miqyasda mənimsənilməsinə yeni yanaşma olan nanotexnologiya bir neçə molekül ölçüli tərtibində olan maddədə xüsusi xassələrin meydana çıxmasına imkan yaradır. ZrC reaktor materialı kimi praktikada geniş tətbiq olunduğundan ionlaşdırıcı şüalanmanın onun xassələrinə təsiri böyük maraq kəsb edir [9-11]. Müxtəlif modifikasiyalı nano ZrC birləşməsi böyük xüsusi səth sahəsinə malik olduğundan onun daxil olduğu sistemlərin xassələri mikron tərtibli ZrC tərkibli sistemlərin xassələrindən kəskin fərqlənir. Məhz bu səbəbdən nano ZrC birləşməsi sənayenin müxtəlif sahələrində və ham-

REFERAT

Tədqiq olunan işdə nano ZrC nümunələrinin infraqırmızı spektrləri fəza tezliyinin $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ diapozonunda çəkilmişdir. Spektrlərin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, nümunədə ümumi yanaşmada yeddi pik meydana gəlir. ZrC rabitələrinin rəqsini izah edən piklər FTIR spektrlərində uyğun dalğa ədədləri ilə izah edilmişdir. Eyni zamanda Zr-O-C rabitələrinin rəqsləri müvafiq dalğa ədədləri ilə izah edilmişdir. ZrC nanohissəciklərində səthi aktivlik nəticəsində C-OH qrupları və C-O rəqsələrinin xarakterizə edən infraqırmızı piklər müəyyən edilmişdir çünin peyk texnologiyalarında geniş tətbiq olunur [12-14].

Nano ZrC birləşməsinin strukturunun öyrənilməsi məqsədilə nano ZrC birləşməsi infraqırmızı oblastda tədqiq edilmişdir. Məlumdur ki, infraqırmızı spektrometriyadan materialın tərkibində olan qatışıqları müəyyənəlmək və seçilmiş nümunənin strukturunu analiz etmək üçün istifadə olunur. ZrC və digər nanohissəciklər üzərində bu günə qədər kifayət qədər təcrübələr aparılmışdır və alınmış nəticələr müvafiq elmi məqalələrdə dərc edilmişdir [15-29]. Lakin hal-hazırda nanotexnologiya sürətlə inkişaf edir və nano ölçüli ZrC birləşməsi müasir elmi-tədqiqatçıların diqqət mərkəzindədir. Tədqiq olunan işdə bir neçə orijinal məqalələrdən sitat gətirilərək nano ZrC birləşməsinin struktur analizləri aparılmışdır. IQ spektrlərin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, ZrC nanohissəciklərində ümumilikdə yeddi pik müşahidə olunur.

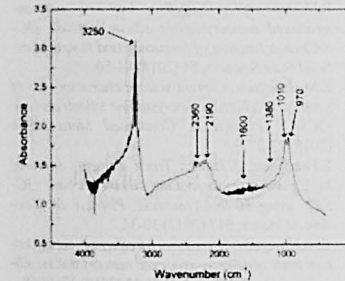
TƏCRÜBƏ

Tədqiqatda xüsusi səth sahəsi $70\text{m}^2/\text{q}$ olan 20nm ölçüli hissəciklərdən ibarət toz halında nano ZrC birləşməsindən istifadə olunmuşdur. Kubik modifikasiyalı ZrC nanohissəciklərinin nano halda sıxlığı $0.08\text{q}/\text{sm}^3$ və həqiqi sıxlığı isə $6.1\text{q}/\text{cm}^3$ ki-

midir. IQ təcrübəsi üçün nümunələr KBr (1:100) birləşməsi ilə bərk qatışıq halında diametri 7mm hündürlüyü 1mkm olan silindir formasında presformanın köməyiylə $0.5\text{kN}/\text{sm}^2$ təsiftə presləmə yolu ilə hazırlanmışdır. ZrC nanohissəciklərinin infraqırmızı spektrləri otaq temperaturunda "Varian 640 FT-IR" cihazında dalğa ədədinin (fəza tezliyinin) $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ diapozonunda çəkilmişdir.

NƏTİCƏ VƏ MÜZAKİRƏLƏR

ZrC nanohissəciklərinin IQ analizində əsas məqsəd ilkin yanaşmada bu nümunələrin fəza rəqsələrini asanlıqla müşahidə etməkdir. Fəza tezliyinin $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ intervalında ZrC nanohissəciklərində ümumilikdə 7 pik müşahidə olunur (Şəkil 1). Dalğa ədədinin 970cm^{-1} və 1600cm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər adətən Zr-O-C rabitələrinin vibrasiyası ilə izah olunur [7]. Baxmayaraq ki, bəzən 1600cm^{-1} dalğa ədədini Zr-O-C deyil yalnız C-O rabitələri ilə izah edirlər [5].



Şəkil 1
ZrC nanohissəciklərinin infraqırmızı spektri.

1. Yonggang Tong et al. Carbon fiber reinforced ZrC based ultra-high temperature ceramic matrix composite subjected to laser ablation: Ablation resistance, microstructure and damage mechanism. *Ceramics International*, 46 (2020) 14408-14415.
2. Yi Hou et al. High temperature electromagnetic interference shielding of lightweight and flexible

Digər tərəfdən dalğa ədədinin 1010cm^{-1} və 1380cm^{-1} qiymətlərinə uyğun gələn piklər daha çox sadəcə Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edir [5-7]. Lakin bəzən dalğa ədədinin 1380cm^{-1} qiyməti ətrafında mövcud piklər Zr-O-C rabitələrinin rəqsini izah edir. Dalğa ədədinin 2190cm^{-1} və 2360cm^{-1} qiymətlərinə uyğun piklər ehtimal olunur C-OH qrupları və C-O rəqsələrinin xarakterizə edir [5-8]. Məlumdur ki, digər nanomateriallar kimi ZrC nanohissəcikləri də həddindən artıq səthi aktiv maddədir. Məhz bu səbəbdən, çox güman ki, ZrC nanohissəciklərinin atmosferdəki su və oksigen ilə təması nəticəsində sadalanan rabitələr meydana gəlmişdir. FTIR spektrlərində dalğa ədədinin 3250cm^{-1} qiyməti ətrafında müşahidə olunan piklər isə birmənalı olaraq atmosferdən adsorbsiya olunan OH qrupları ilə izah olunur.

NƏTİCƏ

ZrC nanohissəciklərinin FTIR spektrlərinin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, sırf Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edən piklər dalğa ədədinin 1010cm^{-1} və 1380cm^{-1} qiymətlərində meydana gəlmişdir. Digər tərəfdən məlum olmuşdur ki, dalğa ədədinin 970cm^{-1} və 1600cm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər Zr-O-C rabitələrinin rəqsələrini izah edir. Digər nanomateriallarda olduğu kimi ZrC nanohissəciklərinin də səthi aktiv olduğundan C-OH qrupları və C-O rəqsələrinin xarakterizə edən infraqırmızı piklər müəyyən edilmişdir.

3. ZrC/SiC nanofiber mats. *Chemical Engineering Journal*, 404 (2021) 126521.
4. G.Gutiérrez et al. Thermal behavior of xenon in zirconium carbide at high temperature: Role of residual zirconia and free carbon. *Journal of Nuclear Materials*, 416 (2011) 94-98.

4. G.Antou et al. *High temperature compressive creep of spark plasma sintered zirconium oxy-carbide*, *Materials Science and Engineering A*, **612** (2014) 326-334.
5. M.M.Lo'pez Guerrero, A.García de Torres et al. *Quantitative determination of ZrC in new ceramic materials by Fourier transform infrared spectroscopy*, *Ceramics International*, **37** (2011) 607-613.
6. Jing-Xiao Wang, De-Wei Ni et al. *Synthesis of nanocrystallized zirconium carbide based on an aqueous solution-derived precursor*, *RSC Adv.*, **7** (2017) 22722.
7. S.M.El-Sheikh, Z.I.Zaki, Y.M.Z.Ahmed. *In situ synthesis of ZrC/SiC nanocomposite via carbothermic reduction of binary xerogel*, *Journal of Alloys and Compounds*, **613** (2014) 379-386.
8. Ch.Yan, R.Liu, Ch.Zhang, Yi.Cao. *Zirconium carbide, hafnium carbide and their ternary carbide nanoparticles by an in situ polymerization route*, *RSC Adv.*, **5** (2015) 36520.
9. S.Pellegrino et al. *Radiation effects in carbides: TiC and ZrC versus SiC*, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, **327** (2014) 103-107.
10. A. V. A.Gupta, O.P.Pandey. *Efficient photodegradation of methylene blue (MB) under solar radiation by ZrC nanoparticles*, *Advanced Powder Technology*, **29** (2018) 2231-2242.
11. M.Jiang et al. *A comparative study of low energy radiation responses of SiC, TiC and ZrC*, *Acta Materialia*, **110** (2016) 192-199.
12. Xing Wang et al. *Preparation and application of ZrC-coated flake graphite for Al₂O₃-C refractories*, *Journal of Alloys and Compounds*, **788** (2019) 739-747.
13. H.Chen et al. *Low thermal conductivity and high porosity ZrC and HfC ceramics prepared by in-situ reduction reaction partial sintering method for ultrahigh temperature applications*, *Journal of Materials Science & Technology*, **35** (2019) 2778-2784.
14. H.W.Deng et al. *Mechanical properties and thermal stability of pure W and W-0.5 wt%ZrC alloy manufactured with the same technology*, *Materials Science and Engineering: A*, **715** (2018) 117-125.
15. E.M.I.Huseynov, T.G.Naghiyev, U.S.Aliyeva. *Thermal parameters investigation of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC) using DTA, TGA and DTG methods*, *Physica B: Condensed Matter*, **577** (2020) 411788.
16. E.M.I.Huseynov. *Thermal stability and heat flux investigation of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC) using DSC spectroscopy*, *Ceramics International*, **46** (2020) 5645-5648.
17. E.Huseynov, A.Jazbec, L.Snoj. *Temperature vs. impedance dependencies of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *Applied Physics A*, **125** (2019) 91-98.
18. E.Huseynov, A.Garibov. *Effects of neutron flux on the temperature dependency of permittivity of 3C-SiC nanoparticles*, *Silicon*, **9** (2017) 753-759.
19. E.Huseynov, A.Jazbec. *EPR spectroscopic studies of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *Silicon*, **11** (2019) 1801-1807.
20. E.M.I.Huseynov, T.G.Naghiyev, N.R.Abbasov. *Radioactivity study of 3C-SiC nanoparticles under the neutron flux at the TRIGA Mark II type research reactor*, *Advanced Physical Research*, **1** (2019) 42-51.
21. E.M.Huseynov. *Electrical impedance spectroscopy of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *Applied Physics A*, **124** (2018) 19-25.
22. E.M.Huseynov. *Neutron irradiation, amorphous transformation and agglomeration effects on the permittivity of nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *NANO*, **13** (2018) 1830002.
23. E.M.Huseynov. *Dielectric loss of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC) as a function of frequency and temperature*, *Solid State Sciences*, **84** (2018) 44-50.
24. E.M.Huseynov. *Current-voltage characteristics of neutron irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *Physica B: Condensed Matter*, **544** (2018) 23-27.
25. E.Huseynov, A.Jazbec. *Trace elements study of high purity nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC) using k₀-INAA method*, *Physica B: Condensed Matter*, **517** (2017) 30-34.
26. E.M.Huseynov. *Permittivity-frequency dependencies study of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)*, *NANO*, **12** (2017) 1750068.
27. E.Huseynov et al. *Effects of neutron flux on the nano silica particles: ESR study*, *Modern Physics Letters B*, **30** (2016) 1650115.
28. L.Feng, S.I.ee, H.I.ee. *Nano-sized zirconium carbide powder: Synthesis and densification using a spark plasma sintering apparatus*, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **64** (2017) 98-105.
29. B.Zhang et al. *Rapid adsorption and enhanced removal of emodin and physcion by nano zirconium carbide*, *Science of The Total Environment*, **647** (2019) 57-65.

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОЧАСТИЦ ZrC МЕТОДОМ НК СПЕКТРОСКОПИИ

G.I.MURADOVA, N.M.MEXTHNEV, E.M.I.GUSEYNOV, R.N.MEXTHNEVA

Инфракрасные спектры образцов нано-ZrC были сняты в диапазоне 400–4000 см⁻¹ пространственной частоты. В результате анализа спектров было обнаружено, что образец имеет семь пиков в общем подходе. Пики, объясняющие колебания связей Zr-C, были объяснены соответствующими волновыми числами в спектрах FTIR. В то же время, колебания связей Zr-O-C объясняются соответствующими волновыми числами. В результате поверхностной активности наночастиц ZrC были идентифицированы инфракрасные пики, характеризующие группы C-OH и колебания C-O.

THE STUDY OF ZrC NANOPARTICLES BY THE INFRARED SPECTROSCOPY METHOD

G.I.MURADOVA, N.M.MEHDIYEV, E.M.HUSEYNOV, R.N.MEHDIYEVA

Infrared spectra of nano-ZrC samples have been measured in the 400–4000 cm⁻¹ range of a space frequency. It has been revealed as a result of the analysis of spectra that seven peaks appeared in the sample in general approach. The peaks explaining the certain oscillation of Zr-C bonds have been explained by appropriate wave numbers in FTIR spectra. At the same time, the oscillations of Zr-O-C bonds have been explained by the appropriate wave numbers. The infrared peaks characterizing C-OH groups and C-O oscillations have been defined as a result of surface activity in ZrC nanoparticles.