

AEROZOL ƏSASLI KİMYƏVİ QAZ ÇÖKDÜRMƏ ÜSULU İLƏ SİNTEZ OLUNMUŞ ÇOXDIVARLI KARBON NANOBORULARI ƏSASINDA POLİMER NANOKOMPOZİTLƏRİN HAZIRLANMA TEXNOLOGİYASI

R.F. HƏSƏNOV^{1,2}

Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının H.M.Abdullayev adına Fizika İnstitutu

AZ-1143, Azərbaycan, Bakı, H. Cavid pr.131

²Yüksək Texnologiyalar üzrə Tədqiqat və İnkişaf Mərkəzi, RYTN, Bakı, Azərbaycan
rovshen_1989@mail.ru

Karbon Nanoboruların (KNB-ları) istehsalı üçün, nəzərdə tutulmuş əsas sintez üsulları: Elektrik Qövs Boşalma üsulu, Lazerlə Püskürtmə üsulu və Katalitik Kimyəvi Qaz Çökdürmə (KKQÇ) üsullarıdır. Məqalədə, Aerozol əsaslı Kimyəvi Qaz Çökdürmə (Aerozol – KQÇ) üsulundan istifadə olunaraq, çoxdivarlı KNB-larının alınması və həmçinin, nanokompozitlərin hazırlanması məqsədilə polimer matrislərdə çoxdivarlı KNB-larının dispersiyasında əsas rol oynayan ikifaktorlu mexaniki metodun təkmilləşdirilməsi barədə məlumat verilir. Alınma prosesində, optimal sintez temperaturu kimi, $T = 830\text{--}1000^\circ\text{C}$ temperatur aralığı seçilmişdir. Çoxdivarlı KNB-ların tədqiqi, Elektron Skanedic Mikroskopiya, Rentgen difraksiyası və Raman spektroskopiyası analiz üsullarından istifadə olunaraq aparılmışdır. Burada təklif olunan iki faktorlu mexaniki metoddan istifadə olunaraq, epoksid qətran əsasında çoxdivarlı KNB-ları əsaslı polimer nanokompozitlərin hazırlanma texnologiyası göstərilir.

Açar sözlər: Çoxdivarlı KNB-ları, aerozol əsaslı KQÇ üsulu, polimer, epoksid, ikifaktorlu mexaniki metod.

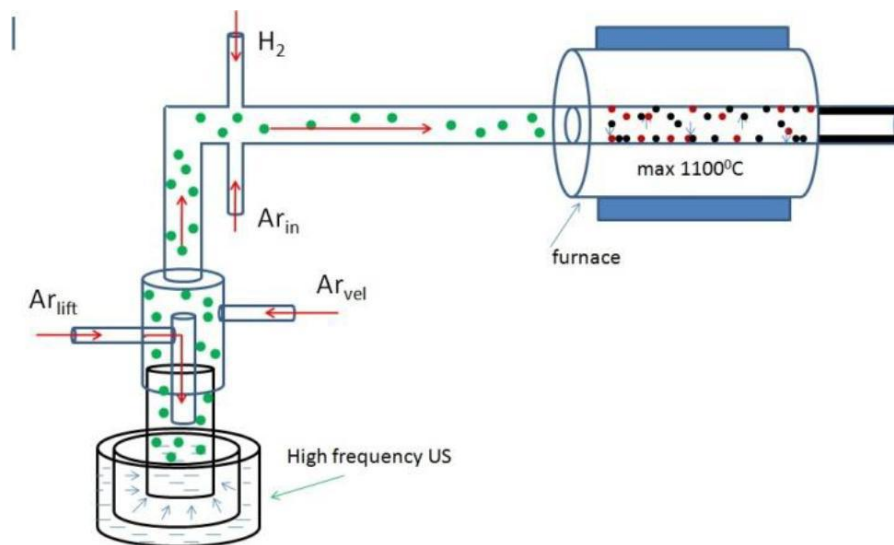
PACS:73.63.Fg, 78.67.Ch, 81.07.De, 81.15.Gh

1. GİRİŞ.

Aerozol əsasında olan KQÇ üsulu müxtəlif qarışıqlardan istifadə olunaraq təmiz çoxqat KNB-rın alınmasına əsaslanan yeganə üsullardan biridir. Bu üsulla hazırlanmış KNB-ları bir çox üstünlüklərə malik olurlar, belə ki, katalitik materialın hazırlanmasında müxtəlif turşulardan istifadə olunaraq əlavə kimyəvi təmizləmə prosesi tələb etmirlər [1]. Şərti olaraq, KNB-rın alınmasında istifadə olunan Aerozol – KQÇ qurğusunun sxemi aşağıdakı kimi təsvir olunmuşdur (şəkil 1). Aerozol – KQÇ qurğusu, uzunluğu 35 sm və diametri 22 sm ölçüsünə malik olan hərəkətedici elektrik sobası ilə örtülmüş və üfüqi vəziyyətdə yerləşdirilmiş kvars reaktordan (Kvars borunun uzunluğu 2 m) təşkil olunmuşdur. Bu texnologiya məhlulun aerozol

şəklində reaktora inyeksiya olunmasına və yüksək temperaturda ($830\text{--}1000^\circ\text{C}$) termik parçalanmasına əsaslanır.

Nanotexnologiya sənayesinin inkişafının əsas istiqamətlərindən biri də, nanoölçülü komponentlərin əlavə edilməsi nəticəsində, yeni xassələrə malik olan polimer nanokompozit materialların hazırlanmasıdır. Son illərdə, elektrik keçirici xassəli nanokompozitlərin hazırlanması üçün, perspektivli material kimi, unikal fiziki və kimyəvi xüsusiyyətlərə malik olan KNB-ları nəzərdən keçirildi [2, 3, 4]. KNB-ların polimer matrisə daxil edilməsi və bu matrisdə vahid səthdə bərabər paylanması, onları (KNB-ları) elektrik keçirici xassəyə malik materiala çevirməkdən başqa, həmçinin, onların istilik keçiriciliyini və möhkəmliyini bir neçə tərtib artırır [5, 6, 7].



Şəkil 1. Aerozol əsaslı KQÇ qurğusunun ümumi təsviri.

Yüksək keyfiyyətə və keçiriciliyə malik olan polimer kompozitlərin istehsalı zamanı yaranmış çətinlik, nanokarbon materialının polimer matrisdə vahid səthdə bərabər paylanması və yüksək dispersiya vəziyyətinin zəruriliyi ilə əlaqədar olmuşdur.

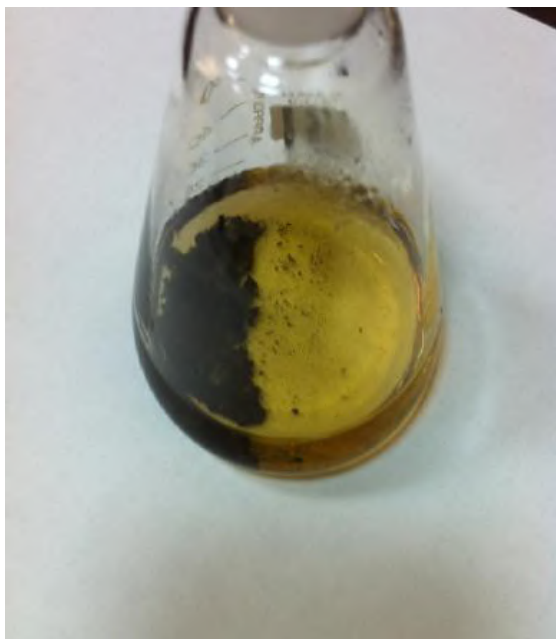
KNB-ların aqlomeratlar formalaşdırmağa meyilli olduğunu nəzərə alaraq, onların (KNB-ların) dispersiyası üçün müxtəlif emal metodlarının işlənilib hazırlanması tələb olunur. Bu metodlar da, polimer materialın təbiətindən və KNB-ların növlərindən asılı olaraq, biri-birindən kəskin şəkildə fərqlənirlər.

–OH, –CHOH, –COOH, –NH₂ və digər funksional qruplarla funksionallaşdırılmış KNB-ları çox vaxt KNB-ları əsaslı polimer nanokompozitlərin vahid tərkibini formalaşdıran müvafiq polimerlərlə uyğunluq təşkil edir [8, 9, 10].

Aparığımız tədqiqatda, qeyri-funksionallaşdırılmış çoxdivarlı KNB-lardan istifadə olunaraq, keçiriciliyə malik polimer nanokompozitlərin hazırlanması üçün tətbiq olunan iki faktorlu mexaniki metodun təkmilləşdirilməsi və bu üsulun üstünlüklərinin nümayiş etdirilməsi göstərilib.

2. TƏCRÜBİ HİSSƏ.

Təcrübədə, başlanğıc materialları olaraq, Aerosol əsaslı KQÇ üsulu vasitəsilə sintez olunmuş çoxdivarlı KNB-larından və epoksid qətran polimerindən istifadə olunub. Çoxdivarlı KNB-ları üçün sintez texnologiyasının detalları [11, 12] istinadlarda nümayiş etdirilmişdir. Nisbi konsentrasiyası 20 mq/ml olan tsikloheksan və ferrosendən, müvafiq olaraq, karbon mənəbəyi və katalizator kimi istifadə edilib. Çoxdivarlı KNB-ların sintez prosesindən sonra, müxtəlif həlledicilərdən istifadə olunaraq, təmizlənmə prosesi aparıldı.



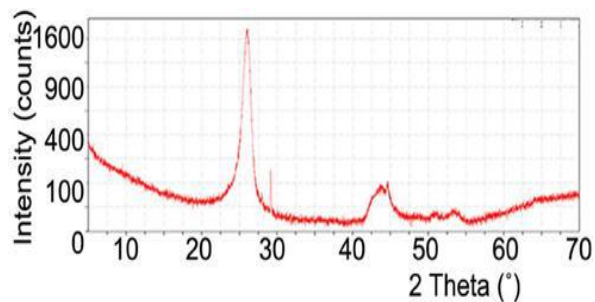
Şəkil 2. Sintez edilmiş çoxdivarlı KNB-ların ksilolda təmizlənmə prosesi.

Sintez edilmiş KNB-ların qətranlaşmış qarışıqlardan təmizlənmə prosesi, $T = 800^{\circ}\text{C}$ temperatura qədər qızdırılmış ksilol (C_8H_{10}) və tsikloheksan (C_6H_{12})

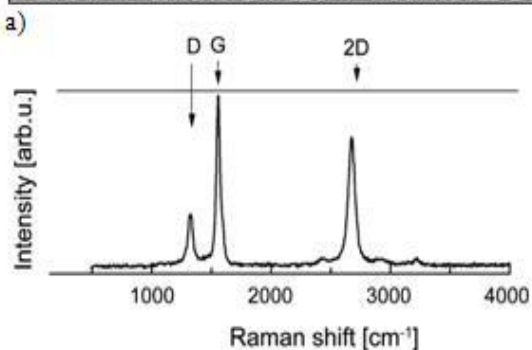
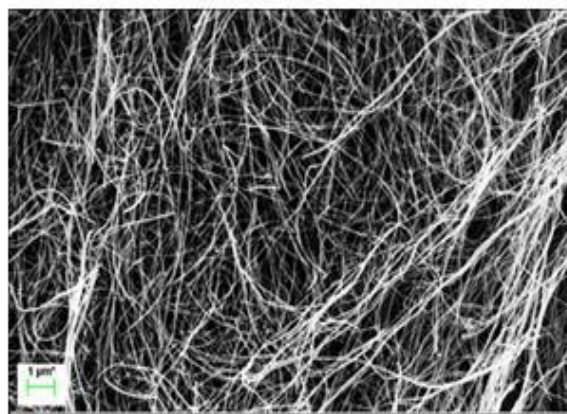
tipli həlledicilərdən istifadə olunaraq aparılıb. Bu baxımdan, şəffaf ksilol sarı rəngə boyanıb (şəkil 2).

Qarışıqlardan təmizlənmiş çoxdivarlı KNB-ların Rentgen difraksiya analizi (RDA) şəkil 3-də göstərilir. 26.5° səviyyəsindəki pik nöqtə, KNB-ları divarları arasındakı səthlərarası məsafəyə uyğun gəlir və KNB-ları (002) şəklində qeyd edilib. İkinci pik nöqtə isə, 53.5 (004) səviyyəsində müşahidə olunub. Dəmirin (Fe) kristal fazası, 51.1° səviyyəsindəki pik nöqtəyə uyğun gələn 44.5 (110) səviyyəsində güclü əksedilmə ilə ifadə olunub.

Analiz edilmiş nümunədə, dolaşq KNB-ların olma səbəbinə görə, KNB-ları ilə əlaqəli olan (002) pikinin intensivliyi, rentgen difraksiyasının digər piklərinin intensivliyi ilə müqayisədə olduqca güclüdür. Təmizlənmə prosesi, ayrı-ayrılıqda KNB-ların uzunluğunun kiçilməsinə və keyfiyyətinin aşağı olmasına gətirib çıxarmır. Bu da, həm SEM, həm də Raman spektroskopiyası analizləri ilə təsdiqlənir (şəkil 4).



Şəkil 3. Ksilolda təmizlənmiş çoxdivarlı KNB-ların rentgen difraksiya analizi.



Şəkil 4. Çoxdivarlı KNB-ların: SEM şəklində (a) və Raman spektri (b).

3. DİSPERSİYANIN İKİ FAKTORLU MEXANİKİ METODU.

Qeyri-funksionallaşdırılmış KNB-ların effektiv dispersiya edilməsi üçün, maye monomerlərin və ya oliqomerlərin (xam polimer materialı) polimerləşməsi nəticəsində yaranan və bərk polimerlərə tətbiq olunan yeni metod – ikifaktorlu mexaniki metod işlənib hazırlanmışdır. Dispersiya maye faza mühitində aparılıb və polimerləşmə prosesi nəticəsində bərk kompozit olan KNB/polimer nanokompozit alınıb. İki faktorlu mexaniki metodu iki faktorun eyni anda təsiretmə müddətinə əsaslanır:

1) Qeyri-funksionallaşdırılmış KNB-ların mövcud aqlomeratlarının nanoölçülü hissəciklərə qədər nazik-mexaniki dağılması.

2) Polimer matrisdə KNB-ların yenidən aqlomerasiyasının qarşısını alan özlü maye mühitinin olması (uyğun özlülüyə malik monomerlər və ya oliqomerlər).

Əsas şərt, 400–500 rpm sürəti ilə fırlanan, ölçüsü 200 mkr-dan çox olmayan kiçik boşluqlu paslanmayan polad səthlərin mövcudluğu ilə təmin edilir (şəkil 5).

İkinci zəruri şərt isə 0.5–10 Pa-san aralığında özlülüyə malik olan dispersiya edilmiş KNB-ların yenidən aqlomerasiyasının qarşısını almaq üçün, optimal özlüklü monomer və ya oliqomerlərin seçilməsi ilə yerinə yetirilir. Bu özlü maddələr içərisində, epoksid, silikon, akril və s. kimi geniş şəkildə istifadə olunan fərqli polimerləşmiş qətranlar var.

Şəkil 5-də KNB/polimer nanokompozitinin hazırlanması üçün laboratoriyada düzəldilmiş dispersiya prosesini həyata keçirən vasitə təsvir olunmuşdur. Geniş tərəfləri olan alt disk, üfqi vəziyyətdə hərəkət etdirilə bilər. Disklər (lövhəciklər) arasındakı optimal məsafənin yaradılması üçün, üst disk tənzimləyici fırlanma sürətinə və şaquli hərəkətə malik olan elektrik mühərrikinə birləşdirilmişdir. Dispersiya prosesinin davam etmə müddəti (10–30 dəq), ilkin olaraq, polimer

qətranın xassələrindən asılı olur və bu müddət eksperimental yolla seçilir. Optimal olaraq, dispersiya temperaturu 15°C–25°C aralığında təyin edilib.



Şəkil 5. Qeyri-funksionallaşdırılmış KNB-ların epoksid qətranda dispersiya prosesi.

4. NƏTİCƏ.

Məqalədə, çoxdivarlı KNB-ların sintez edilməsi üçün, Aerozol əsaslı KQÇ üsulundan istifadə olunmuşdur. Yüksək keyfiyyətə malik çoxqat KNB-ların tədqiqi, Elektron Skanedic Mikroskopiya, Rentgen difraksiyası və Raman spektroskopiyası üsulları vasitəsilə analiz edilmişdir. Qeyri-funksionallaşdırılmış KNB-ların effektiv dispersiya edilməsi və KNB/polimer nanokompozitinin hazırlanması üçün iki faktorlu mexaniki metod təkmilləşdirilmişdir.

- [1] Krause, M. Ritschel, Ch. Tschner, S. Oswald, W. Gruner, A. Leonhardt, P. Ptschke. *Composites Science and Technology* 2010; 70: 151-160.
- [2] S. Suzuki. *Physical and Chemical Properties of Carbon Nanotubes*. InTech, 2013, 393.
- [3] J.C. Charlier and S. Roche. *Reviews of Modern Physics*, 2007, 79, 677-732.
- [4] R.Saito, G.Dresselhaus and M.S. Dresselhaus. *Physical Properties of Carbon Nanotubes*. Imperial College Press, London, c1998, xii, 259 p.
- [5] S. Yu, Y.K. Juay and M.S. Young. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2008, 8, 1852 – 1857.
- [6] H. Miyagawa, M. Misra and A.K. Mohanty. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2005, 5, 1593-1615.
- [7] X. Li, H. Gao, W.A. Scrivens, D. Fei, X. Xu, M.A.Sutton, A.P. Reynolds, and M.L. Myrick. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2007, 7, 2309-2317.
- [8] J.J. George, R. Sengupta and A.K. Bhowmick. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* (2008), 8, 1913-1921.
- [9] Y.Hou, J.Tang, H. Zhang, C. Qian, Y.Y. Feng and J. Liu. *ACS Nano*, 2009, 3, 1057-1062. <https://doi.org/10.1021/nn9000512>
- [10] M.X.Pulikkathara, O.V.Kuznetsov, I.R.Peralta, X. Wei and V.N. Khabashesku. *Nanotechnology*, 2009, 20, 195602.
- [11] S. Abdullayeva, N.N. Musayeva, C. Frigeri, A.B. Huseynov, R.B. Jabbarov, R.B. Abdullayev, Ch.A. Sultanov R.F. and Hasanov. *Journal of Advances in Physics*, 2015, 11, 3229-3240.
- [12] S. Abdullayeva, A.B. Huseynov, N.N. Musayeva, R.B. Jabbarov, Ch.A. Sultanov, and R.F. Hasanov. *Advances in Materials Physics and Chemistry*. 2016, 6, 105-112. <https://doi.org/10.4236/ampc.2016.65011>

R.F. HƏSƏNOV

R.F. Hasanov

**TECHNOLOGY FOR THE PRODUCTION OF POLYMER NANOCOMPOSITES BASED ON
MULTIWALL CARBON NANOTUBES SYNTHESIZED BY AEROSOL ASSISTED CHEMICAL
VAPOR DEPOSITION METHOD**

The main synthesis methods for the production of Carbon Nanotubes (CNTs) are: Electric Arc – Discharge method, Laser Ablation method and Catalytic Chemical Vapor Deposition method (CCVD). This article reports on the synthesizing of multiwall CNTs by the use of Aerosol assisted CVD method and development of two – factor mechanical method for dispersion of multiwall CNTs in polymer matrixes with the aim of preparing the nanocomposites. During the synthesis process, the temperature range $T = 830\text{--}1000^\circ\text{C}$ was chosen as an optimum synthesis temperature. The investigation of multiwall CNTs was performed by using the Scanning Electron Microscopy, X – ray diffraction and Raman spectroscopy. Here, the proposed two – factor mechanical method depicts the technology for the production of MWNTs/polymer nanocomposites prepared based on epoxy resin.

Р.Ф. Гасанов

**ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
МНОГОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ
АЭРОЗОЛЬНОГО ХИМИЧЕСКОГО ОСАЖДЕНИЯ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ**

Основными методами синтеза для производства углеродных нанотрубок (УНТ) являются: электродуговой метод, лазерная абляция и каталитическое химическое осаждение из газовой фазы (КХОГФ). В статье сообщается о синтезе многостенных УНТ применением метода аэрозольной ХОГФ, и о разработке двухфакторного механического метода для диспергирования многослойных УНТ в полимерных матрицах с целью получения нанокomпозитов. В процессе синтеза в качестве оптимальной температуры был выбран температурный интервал $T = 830\text{--}1000^\circ\text{C}$. Исследование многостенных УНТ проводилось с помощью сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и рамановской спектроскопии. Здесь предложенный двухфакторный механический метод демонстрирует технологию производства МУНТ / полимерных нанокomпозитов, приготовленных на основе эпоксидной смолы.

Qəbul olunma tarixi: 06.09.2019