

## POLİMER ƏSASLI NANOKOMPOZİTLƏRİN MAQNİT NANODOLDURUCUNUN MİQDARINDAN ASILI OLARAQ ELEKTRİK XASSƏLƏRİNİN TƏDQIQI

C.R. SULTANOVA

*Milli Aerokosmik Agentliyi, Ekologiya İnstitutu*

*Azərbaycan, Bakı, Az-1115, S.S. Axundov 1.*

[ceyranrehmetova@mail.ru](mailto:ceyranrehmetova@mail.ru)

Təqdim olunan işdə polimer və maqnit nanohissəcikləri əsasında polimer nanokompozitlərin elektrofiziki xassələri tədqiq edilmişdir. Maqnit nanohissəciklər daxil edilmiş polimer nanokompozitlərin tərkib və quruluş identifikasiyası Rentgen quruluş analizi metodu ilə aparılmışdır. Müəyyən olunmuşdur ki, maqnit nanohissəciklərinə məxsus piklər polimer nanokompozitlərinə müşahidə olunur və onların polimerdə həcmi miqdarı artdıqca, nanokompozitlərin kristallıq dərəcəsi artır. Polimer nanokompozitlərinin quruluş xassələri isə Skanedic Elektron Mikroskopu vasitəsilə tədqiq edilir və maqnit nanodoldurucunun polimer matrisada həcmi miqdarı artdıqca, aqlomeratların ölçülərinin və sayının artması müşahidə olunur. Elektrik xassələrinin tədqiqi zamanı maqnit nanohissəciklərinin polimer matrisasına daxil edilməsi ilə nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun azalması müəyyən edilmişdir. Dielektrik nüfuzluğunun müəyyən temperaturda kəskin azalması həmin temperaturda polimerin kristallik fazasının dağılması ilə əlaqədardır.

**Açar sözlər:** polimer nanokompozitlər, maqnit nanohissəciklər, polipropilen, dəmir nanohissəcikləri, nanokompozit strukturlar, dielektrik xassələri, xüsusi müqavimət, dielektrik nüfuzluğu.

**UOT:** 546.21;538.935

Son zamanlar sənayedə xüsusən də, elektronika, nanoelektronika, aviakosmik sənaye və maşınqayırma sahələrində polimer kompozit materiallar çox geniş tətbiqini tapmışdır. Yeni polimer materialların sintezi və xassələrinin tədqiqi fiziki kimyanın və müasir materialşünaslığın aktual problemlərindəndir. Bu zaman yüksək elektromaqnit, dielektrik, termiki və mexaniki xassələrə malik polimer kompozit materialları xüsusi maraq doğurur. Sadalanan xassələrin yaxşılaşdırılması üçün polimer matrisaya məqsədyönlü olaraq müxtəlif tip ferromaqnit, keçirici, seqnetoelektrik və s. xassəli nanodoldurucu daxil edilir.

Polimer nanokompozitlər polimer matrisadan və nanoölçülü doldurucudan ibarət iki və ya çoxfazlı sistemlərdir [1]. Doldurucular birölçülü (nanoborular və nanoliflər), ikiölçülü (laylı minerallar məsələn qlinlər) və ya üçölçülü (sferik quruluşlu səthə malik nanodoldurucular) ola bilər. Müasir zamanda nanokompozitlərə artan akademik və sənaye elmi marağı onların nanodoldurucunun çox kiçik əlavələrində belə yaxşı mexaniki, maqnit, elektrik, optik, deformasiya və s. xassələr əldə etməsi, eyni zamanda yüksək elastiklik, sürtünməyə, yeyilməyə, korroziyaya, oda davamlılıq, kimyəvi dayanıqlıq, qazkeçirməməzlik kimi xüsusiyyətləri qoruyub saxlaması ilə əlaqədardır. Bu materialların belə unikal xassələrə malik olmasının səbəbi nanodoldurucunun makro- və ya mikrodoldurucuya nisbətən daha böyük səth sahəsinə malik olmasıdır.

Hal-hazırda artıq məlumdur ki, metal/polimer nanokompozit materialların xassələri metallik fazanın konsentrasiyasından kritik asılıdır [2]. Kiçik konsentrasiyalarda metal nanohissəcikləri ilə modifikasiya olunmuş nanokompozitlərdə metal klasterləri fəzaca bir-birindən ayrılmış olur və nanokompozitin elektrikkeçiriciliyi bu klasterlər arasında yükdaşıyıcıların tunel etməsi hesabına baş verir (keçirici və dielektrik faza). Polimer matrisada metal nanodoldurucu konsentrasiyasının

dəyişməsi nanokompozit mühitin əsas xarakteristikalarına - dielektrik nüfuzluğu, elektrik keçiriciliyi, möhkəmlik, optik və s. xassələrinə əhəmiyyətli dərəcədə təsir edir.

### 1. MATERİALLAR.

Tədqiqat obyektini olaraq, polimer matrisa qismində izotaktik polipropilen (PP; ölçüləri 0,5-1,0 mkm) və maqnit nanodoldurucu olaraq Fe nanohissəcikləri götürülmüşdür. Fe nanohissəcikləri arqon atmosferində elektrik partlayışı üsulu ilə alınmış, inert mühitdə qablaşdırılmışdır, ölçüləri 20-100 nm təşkil edir.

### 2. NANOKOMPOZİTLƏRİN SİNTEZİ VƏ TƏDQIQAT METODLARI.

Maqnit nanodoldurucu daxil edilmiş polimer nanokompozitlər aşağıda qeyd olunan qaydada yerinə yetirilmişdir: İzotaktik polipropilen tozları 0,5-1,0mkm ölçüdə 120°C temperaturda üzvi həlledicisi olan toluolda həll edilmişdir. Həll olunmuş polimer sisteminə hissəciklərinin Fe nanotozları (0,1; 0,3; 0,5; 1; 2; 5% konsentrasiyalarda) əlavə edilmiş və 1 saat ərzində komponentlər maqnit qarışdırıcıda bircins qarışıq alınana kimi qarışdırılmışdır. Əldə edilmiş homogen polimer <sup>+</sup>Fe məhlulu tərkibindəki həlledici tam buxarlanadək (vakuum sobasında) qurudulur. Alınmış külçələrdən isti presləmə metodu ilə polipropilen polimerinin ərimə temperaturunda: 165°C də və 10 Mpa təzyiq altında qalınlığı 90-120 mkm olan polimer nanokompozit təbəqələri alınmışdır.

Polimer nanokompozitlərinin struktur analizi skanedic elektron mikroskopu vasitəsilə (Jeol JSM-7600 F) aparılmışdır. Skanetmə SEİ rejimində 15 keV enerji və 4,5 mm işçi məsafəsində yerinə yetirilmişdir.

Nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğu, dielektrik itkisinin tangens bucağı «Измеритель иммитанса E7-

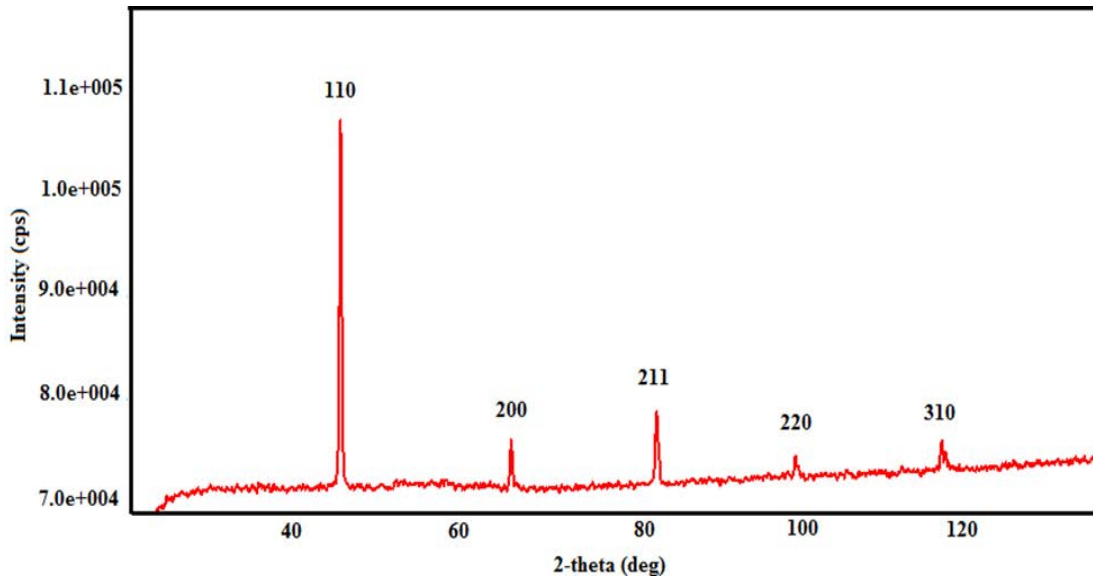
20» cihazı ilə ölçülmüşdür. E7-20 geniş diapazonlu ölçmə cihazının köməyi ilə  $T=293K$  temperaturda tezliyin 25 Hz-1mHz diapazonunda nanokompozitlərin tezlik asılılıqları öyrənilmişdir. 1 kHz tezlikdə МННПН E7-20 cihazı vasitəsilə dielektrik nüfuzluğunun və  $tg\delta$  itki bucağının temperaturdan asılılığı ölçülmüşdür. Elektrik ölçmələri zamanı sendviç tipli kontaktlardan istifadə olunmuşdur. Nanokompozit nümunələrin xüsusi müqavimətinin temperaturdan asılılıq ölçmələri E7-13 A teraometri vasitəsilə yerinə yetirilmişdir.

### 3. NƏTİCƏLƏR VƏ MÜZAKİRƏSİ.

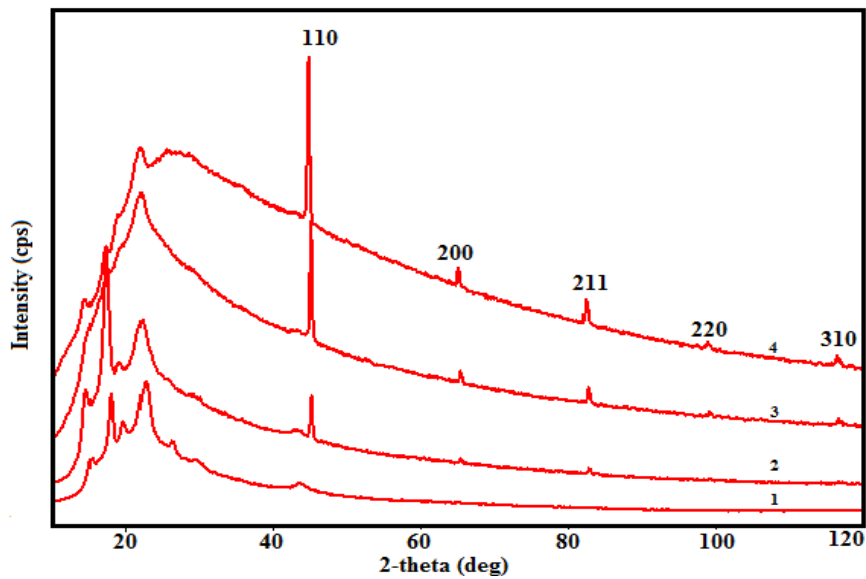
Yeni alınmış materialların xassələrini tədqiq etməzdən əvvəl onun identifikasiyasının aparılması vacibdir. Polimer əsaslı PP+Fe nanokompozitlərinin tərkib və quruluş identifikasiyası Rentgen quruluş analizi metodu ilə

aparılmışdır. Fe nanohissəciklərinin XRD difraktoqramı şəkil 1-də verilmişdir və buradan görünür ki,  $2\theta$  bucağının 44.72, 65.10, 82.42, 116.43 qiymətlərində uyğun olaraq (110), (220), (211), (310) Müllər indeksləri ilə səciyyələnən rentgen pikləri dəmir nanohissəciklərinə xasdır (ICDD no.00-006-0696).

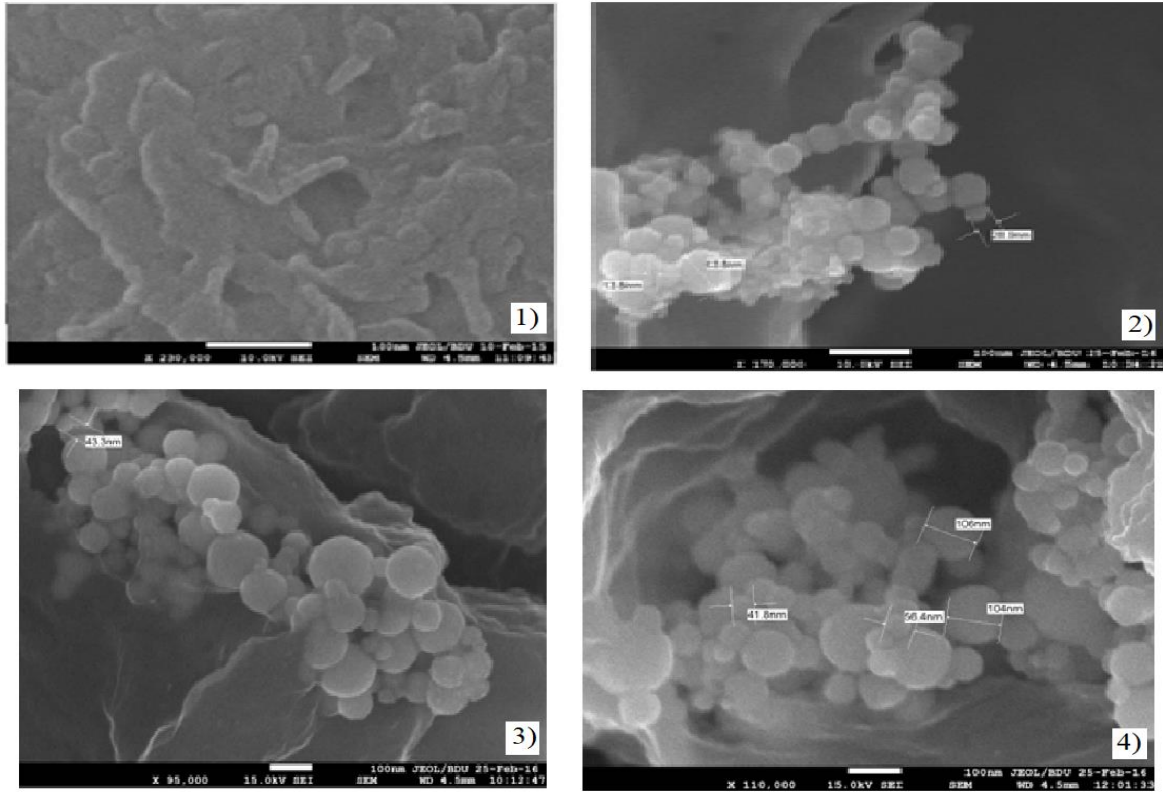
Şəkil 2-də sintez olunmuş yeni polimer nanokompozitlərin XRD difraktoqramları verilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, maqnit nanohissəciklərinə məxsus piklər polimer nanokompozitlərində də müşahidə olunur və onların polimerdə həcmi miqdarı artdıqca nanokompozitlərin kristallıq dərəcəsi artır. Bu isə onunla izah olunur ki, dispers maqnit nanohissəcikləri polikristallik quruluşa malik polipropilenin amorf fazasında qararlaşaraq quruluş mərkəzləşdirici funksiyasını yerinə yetirir və nanokompozitdə amorf fazanın payının azalmasına, kristallik fazanın isə artmasına gətirib çıxarır.



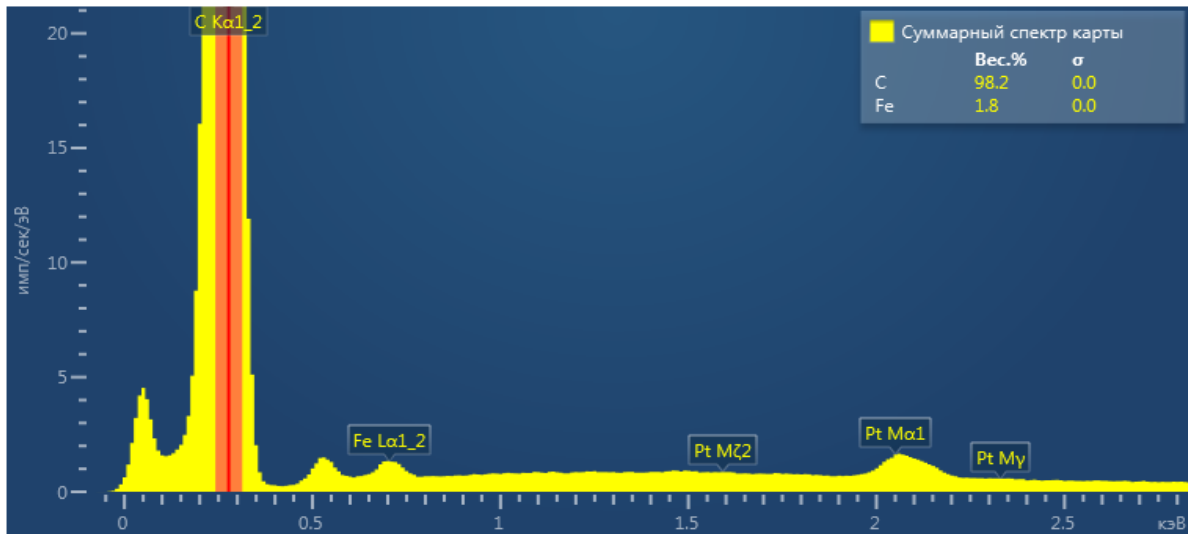
Şəkil 1. Maqnit nanohissəciklərinin XRD difraktoqramı.



Şəkil 2. Saf polimer və polimer əsaslı nanokompozitlərin XRD difraktoqramı: 1)PP, 2) PP+0.1%Fe, 3) PP+5%Fe, 4) PP+10%Fe



Şəkil 3. Saf polimer və polimer nanokompozitlərin SEM təsvirləri: 1) PP; 2) PP+0,1%Fe; 3) PP+1%Fe; 4) PP+5%Fe.



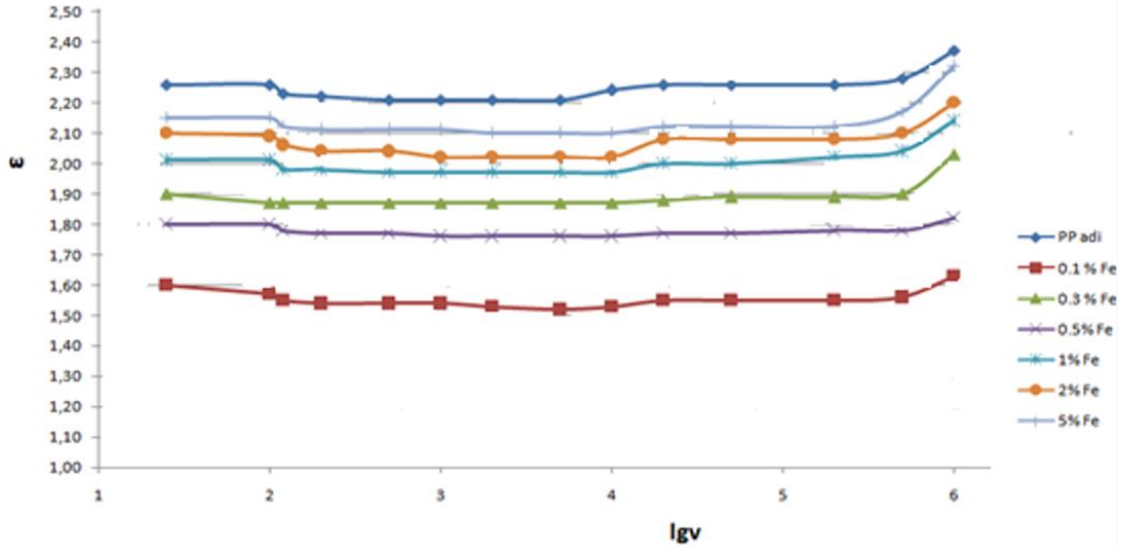
Şəkil 4. Polimer nanokompozitlərinin enerji dispersiya spektri.

Polimer nanokompozitlərin səthinin morfolojiyası skanedic elektron mikroskopu vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Şəkil 3-də PP+Fe əsaslı polimer nanokompozitlərinin SEM təsvirləri verilmişdir. Təsvirdən görünüyü kimi, Fe nanohissəciyinin polimer matrisada 0.3% həcmi miqdarında ölçüləri 24-42 nm təşkil edir. SEM analizi göstərir ki, Fe nanodoldurucunun polimer matrisada həcmi miqdarı artdıqca, aqlomeratların həm sayı, həm də ölçüləri böyüyür. Belə ki, Fe nanohissəciyinin 1% həcmi miqdarında ölçüləri 47-65nm, 5% həcmi miqdarında isə 70-105 nm-ə qədər artır [3].

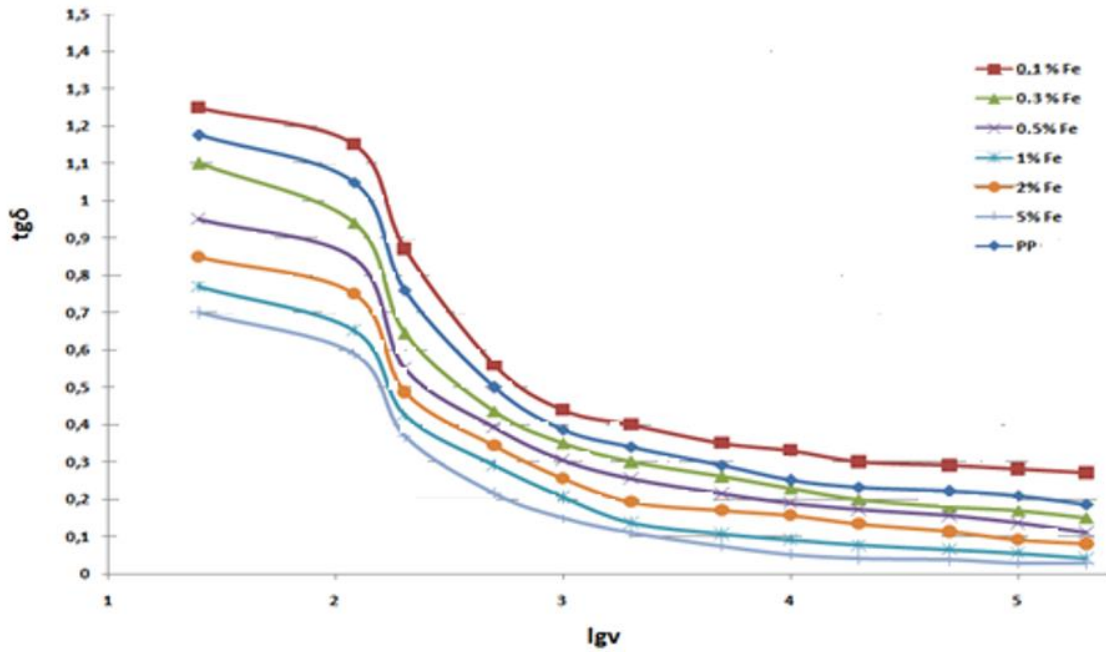
Şəkil 4-də polimer nanokompozitlərinə məxsus enerji dispersiya spektrləri verilmişdir. EDS spektrlərinin analizi materialın tərkibi haqqında keyfiyyət və

kəmiyyətə informasiya verir. Bu analiznin nəticəsi olaraq məlum olmuşdur ki, alınmış nanokompozitlər tərkib olaraq polimeri səciyyələndirən C elementindən və nanodoldurucunu səciyyələndirən Fe elementindən ibarətdir [4,5].

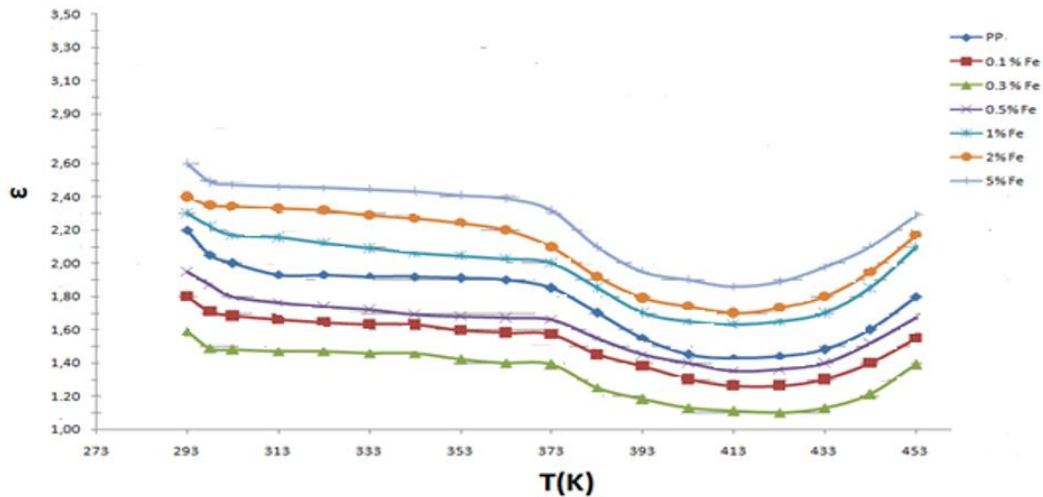
İşdə polimer nanokompozitlərinin dielektrik xassələri öyrənilmişdir ( $\epsilon$ ,  $tg\delta$  və  $\rho_v$ ). Polimer nanokompozit nümunələrinin maqnit nanodoldurucunun müxtəlif həcmi miqdarlarında dielektrik nüfuzluğunun və dielektrik itki bucağının tangensinin xarici sahənin tezliyindən asılılığı tədqiq edilmişdir. Şəkil 5-də nanokompozit nümunələrinin dielektrik nüfuzluğunun sahənin tezliyindən asılılıq qrafiki verilmişdir.



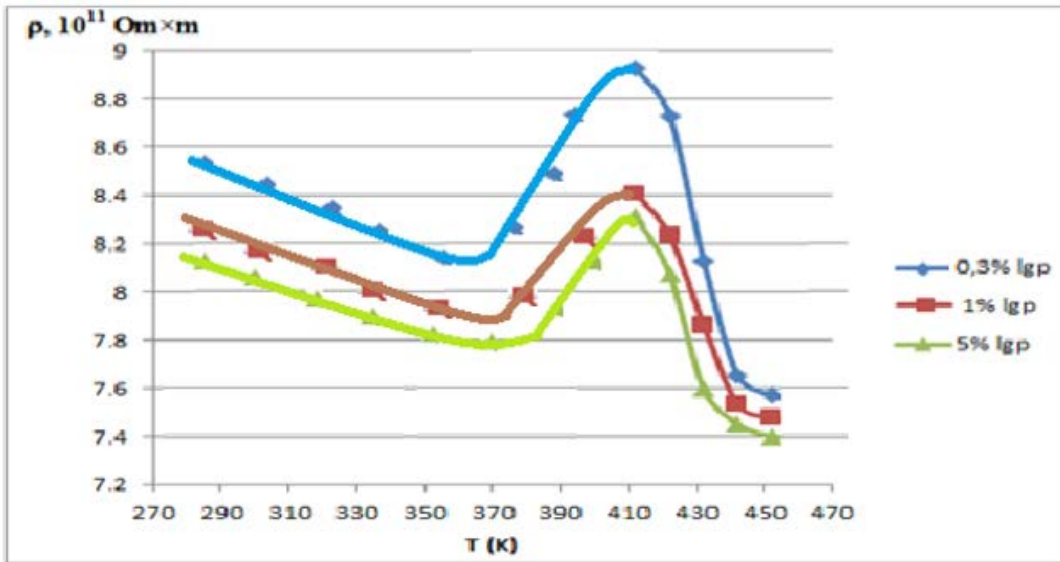
Şəkil 5. Saf polimer və polimer nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun tezlikdən asılılıq qrafiki.



Şəkil 6. Saf polimer və polimer nanokompozitlərin dielektrik itki bucağının tangensinin tezlikdən asılılıq qrafiki.



Şəkil 7. Saf polimer və polimer əsaslı nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun temperaturdan asılılıq qrafiki.



Şəkil 8. Polimer nanokompozitlərin xüsusi müqavimətinin temperaturdan asılılıq qrafiki.

Qrafikdən görüldüyü kimi dəmir nanohissəciklərinin polipropilen matrisasına daxil edilməsi ilə dielektrik nüfuzluğunun qiyməti azalmağa başlayır. Nanodoldurucunun həcmi miqdarı artdıqca, dielektrik nüfuzluğunun qiyməti azalmaqda davam edir. Nanohissəciklərin polimer matrisada konsentrasiyasının artması ilə hissəciklərin həm sayının həm də ölçülərinin artması nanokompozitlərin keçiriciliyin artmasına gətirib çıxarır. Fe nanohissəciyinin polimer matrisada həcmi miqdarından asılı olaraq dielektrik nüfuzluğunun azalması nanokompozitlərin polyarlaşma qabiliyyətinin azalmasını göstərir. Digər tərəfdən, kiçik tezliklərdə dielektrik nüfuzluğunun qiymətində, demək olar ki, dəyişiklik müşahidə olunmur, yüksək tezliklərdə isə artır. Yüksək tezliklərdə dielektrik relaksasiyasının yüksəlməsi nanohissəciklərin rəqs tezliyi ilə xarici sahənin tezliyinin üst-üstə düşməsi nəticəsində polyarlaşma qabiliyyətinin artması ilə izah olunur [6,7]

Şəkil 7-də Polimer nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun temperaturdan asılılıq qrafikləri verilmişdir (1kHz tezlikdə). Qrafikdən görüldüyü kimi, temperaturun 363 K-ə qədər artması ilə dielektrik nüfuzluğunun qiymətində cüzi azalma müşahidə olunur. Temperaturun 363 K-dən 413 K-ə qədər artması ilə isə dielektrik nüfuzluğunun qiyməti kəskin enməyə başlayır. 413K-dən başlayaraq dielektrik keçiriciliyi artır. 373 K-də dielektrik nüfuzluğunun qiymətinin kəskin enməsi bu temperaturda polimerin kristallik fazasının dağılması ilə izah olunur. Yüksək temperaturlarda nanokompozitlərin keçiriciliyinin artması ilə əlaqədar olaraq dielektrik keçiriciliyi artır.

Tədqiqat işində PP+Fe əsaslı polimer nanokompozitlərinin xüsusi müqavimətinin temperaturdan asılılığı öyrənilmişdir (şəkil 8). Göstərilmişdir ki, PP+Fe nanokompozitlərinin xüsusi müqaviməti temperaturun 370 K-ə qədər artması ilə tədricən azalır, daha sonra 410 K-ə qədər sıçrayışla artma baş verir. Temperaturun

sonrakı artımı xüsusi müqavimətin kəskin enməsinə gətirib çıxarır [8, 9]. Eləcə də, məlum olmuşdur ki, bütün temperaturalarda PP+0.3% Fe və PP+1%Fe nanokompozitlərində  $\rho_v$ -nin qiyməti PP+5% Fe nanokompozitinə nisbətən daha yüksək olmuşdur. Məlum olmuşdur ki, PP+Fe əsaslı polimer nanokompozitlərində 370 - 430 K temperatur intervalında pozistor effekt müşahidə olunur. Bu nümunələrdə pozistor effektin yaranmasına səbəb, fikrimizcə, polipropilenin kristallik fazasının dağılmasıdır. Belə ki, polimerin kristallik fazasının dağılması ilə dəmir nanohissəcikləri arasında orta məsafə artır.

## NƏTİCƏ.

Təqdim olunan işdə qeyri polyar polimer və maqnit nanohissəcikləri əsasında polimer nanokompozitlərinin elektrik xassələri tədqiq edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, maqnit nanohissəciklərinin polipropilen matrisasına daxil edilməsi ilə nanokompozitlərin dielektrik nüfuzluğunun azalması müşahidə olunur. Nanohissəciklərin polimer matrisada həcmi miqdarının artması ilə quruluş formalaşdırıcı hissəciklərin ölçüləri böyüyür və nəticədə nanokompozitlərin elektrik keçiriciliyi artır. Polimer matrisaya dəmir nanohissəciklərinin daxil edilməsi ilə dielektrik nüfuzluğunun azalması nanokompozitlərin polyarlaşma qabiliyyətinin azalması ilə izah olunur. Eləcə də, müəyyən olunmuşdur ki, kiçik tezliklərdə dielektrik nüfuzluğunun qiyməti, demək olar dəyişmir, yüksək tezliklərdə isə artır. Həmçinin göstərilmişdir ki, 363 K temperatura qədər dielektrik nüfuzluğunun qiyməti az dəyişir, 363 K-dən 413 K-ə qədər temperaturda dielektrik nüfuzluğu kəskin azalır, 413 K-dən başlayaraq dielektrik nüfuzluğu cüzi azalır. 373 K-dən başlayaraq dielektrik nüfuzluğunun kəskin azalması polimerin kristallik fazasının dağılması ilə izah olunur.



- [1] *Ю-Винг Май, Жонг-Жен Ю.* Полимерные нанокмозиты. Москва: Техносфера, 2011, 688 с.
- [2] *А Д. Помогайло, А.С. Розенберг, И.Е. Уфлянд.* Наночастицы металлов в полимерах. М.: Химия, 2000, 672 с.
- [3] *М.А. Ramazanov, А.М. Maharramov, J.R. Sultanova, F.V. Hajiyeva, U.A. Hasanova.* Journal of Ovonic Research, vol. 12, № 4, July, August 2016, p. 193-200
- [4] *М.А. Ramazanov, R.A. Alizade, А.М. Maharramov, F.V. Hajiyeva, J.R. Sultanova, H.A. Shirinova.* Theoretical and Experimental Study of the Magnetic Properties and Size of Distribution of ПВДФ+Fe Based Nanocomposites. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, <https://doi.org/10.1007/s10904-018-0863>
- [5] *М.А. Ramazanov, А.М. Maharramov, F.V. Hajiyeva, J. R. Sultanova.* Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials, vol. 10, № 3, July - September 2018, p. 83-90.
- [6] *B.I. Sazhin.* Electrical properties of polymers. PR L., Chemistry, 1986. 224 p.
- [7] *B.D. Zaitsev, A.M. Shihabudinov, I.E. Kuznetsova.* Technical Physics Letters, 2009, vol. 35, №13, p. 58-65.
- [8] *A.M. Maharramov, M.A. Ramazanov, R.A. Alizade, P.B. Asilbeyli.* Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, 2013, vol. 8, № 4, October - December 2013, p. 1447-1454.
- [9] *Ramazanov M.A., Agakishieva P.B., Abasov S.A.* The dielectric properties of magnetic polymer nanocomposites/Materials of the X International Conference Opto-, nanoelectronics, nanotechnology and microsystems, Ulyanovsk, 2008, p. 143.

**J.R. Sultanova**

**THE INVESTIGATION OF ELECTRIC PROPERTIES OF NANO-COMPOSITES ON THE BASE OF POLYMER AND MAGNETIC NANOPARTICLES IN THE DEPENDENCE ON NANOFILLER CONCENTRATION**

The electric properties of polymer nanocomposites on the base of polymer and magnetic nanoparticles are investigated in present work. The identification of composition and structure of polymer nanocomposites with magnetic nanoparticles is carried out by the X-ray diffraction analysis. It is seen from the spectra that the main peaks belonging to magnetic nanoparticles are also observed in nanocomposites. The polymer crystallinity degree also increases with increasing of volume content of magnetic nanoparticles in polymer matrix. The structural properties of polymer nanocomposites are studied with the help of scanning electron microscopy and it is defined that size and agglomerate quantity increase with increasing of volume of magnetic nanoparticles in polymer matrix. It is shown that the value of nanocomposite dielectric constant decreases with introduction of magnetic nanoparticles in polymer matrix and increasing of its volume content. The decrease of dielectric constant value at definite temperature is explained by destruction of polymer crystalline phase.

**Дж.Р. Султанова**

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕРА И МАГНИТНЫХ НАНОЧАСТИЦ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ КОНЦЕНТРАЦИИ НАНОПОЛНИТЕЛЯ**

В представленной работе исследованы электрические свойства полимерных нанокмозитов на основе полимера и магнитных наночастиц. Идентификация состава и структуры полимерных нанокмозитов с магнитными наночастицами проводилась методом рентгеноструктурного анализа. Из спектров становится видно, что основные пики, принадлежащие магнитным наночастицам, также наблюдаются в нанокмозитах. При увеличении объемного содержания магнитных наночастиц в полимерной матрице, степень кристалличности полимера тоже увеличивается. Структурные свойства полимерных нанокмозитов были изучены с помощью сканирующей электронной микроскопии, и было определено, что размер и количество агломератов увеличиваются с увеличением объема магнитных наночастиц в полимерной матрице. Показано, что с введением магнитных наночастиц в полимерную матрицу, с увеличением их объемного содержания значение диэлектрической проницаемости нанокмозитов уменьшается. Уменьшение значения диэлектрической проницаемости при определенной температуре объясняется разрушением кристаллической фазы полимера.

*Qəbul olunma tarixi: 22.09.2020*