

QAMMA ŞÜALANMANIN ZrC NANOHISSƏCİKLƏRİNİN İNFRACIRMIZI SPEKTRLERİNƏ TƏSİRİNİN TƏDQIQI

GÜLNAR İ. MURADOVA

AMEA - nın Radiasiya Problemləri İnstitutu
AZ 1143, B.Vahabzadə 9, Bakı, Azərbaycan

Təqdim olunan işdə, nano ZrC nümunələrinin infraqırmızı spektrləri fəza tezliyinin 400 – 4000 sm^{-1} diapazonunda qamma şüalanmadan öncə və sonra çəkilmişdir. Spektrlərin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, nümunədə şüalanmadan öncə ümumi yanaşmada yeddi pik meydana gəlir. Qamma şüalanmadan öncə və sonra Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edən piklər infraqırmızı spektrlərində uyğun dalğa ədədləri ilə, eyni zamanda Zr-O-C rabitələrinin rəqsləri qamma şüalanmanın təsiri və müvafiq dalğa ədədləri ilə izah edilmişdir.

Açar sözlər: nano ZrC, FTIR, nanomaterial, qamma şüalanma

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

1. GİRİŞ

ZrC ultra yüksək temperaturalarda istifadə potensialına malik nadir materiallardandır. Bunun isə əsas səbəbi ZrC birləşmələri eyni zamanda ionik, kovalent və metallik rabitəli və NaCl-da olduğu kimi qəfəs struktura malik olmasıdır [1-5]. ZrC nanohissəcikləri kifayət qədər davamlı qeyri-üzvi maddə olmaqla yanaşı, həmçinin böyük ($70 \text{ m}^2/\text{q}$) xüsusi səth sahəsinə malikdir. Nano ZrC birləşməsində mümkün üçölçülü 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 molekul ölçüsü 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 [6-8]. 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 həmçinin peyk texnologiyalarında geniş tətbiq olunur [9-11].

Nano ZrC birləşməsinin strukturunun öyrənilməsi məqsədilə nano ZrC birləşməsi infraqırmızı oblastda qamma şüalanmadan öncə və sonra tədqiq edilmişdir. Məlumdur ki, infraqırmızı spektrometriyadan materialın tərkibində olan qatışıqları müəyyənləşdirmək və seçilmiş nümunənin strukturunu analiz etmək üçün istifadə olunur. İonlaşdırıcı şüalanmanın təsiri altında fərqli sinifdən olan nanohissəciklər üzərində bu günə qədər kifayət qədər təcrübələr aparılmışdır və alınmış nəticələr müvafiq elmi əsərlər şəklində dərc edilmişdir [12-19]. Lakin hal-hazırda nanotexnologiya sürətlə inkişaf edir və nano ölçülü ZrC birləşməsi müasir elmi-tədqiqatçıların diqqət mərkəzindədir [20, 21]. Eyni zamanda, müxtəlif növ ionlaşdırıcı şüalanmaların ZrC üzərində yaratdığı effektlər müxtəlif üsullarla öyrənilmişdir [22-24]. Ümumi yanaşmada karbid əsaslı materiallar ionlaşdırıcı şüalanmaya daha çox dayanıqlıdır və bu silisium karbid timsalında müəyyən qədər öyrənilmişdir

[25-31]. Tədqiq olunan işdə bir neçə original məqalələrdən sitat gətirilərək qamma şüalanmanın nano ZrC birləşməsinin strukturuna təsirinə analizləri aparılmışdır. Məlumdur ki, İQ spektroskopiyaya üsulu materialların strukturunda baş vermiş dəyişiklikləri və ionlaşdırıcı şüalanma effektlərini öyrənmək üçün istifadə olunan unikal üsullardan hesab edilir [32-37]. İQ spektrlərin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, ZrC nanohissəciklərində şüalanmadan öncə ümumilikdə yeddi pik müşahidə olunur və qamma şüalanma nəticəsində mövcud piklərdən bəziləri daha kəskin hal alır.

2. TƏCRÜBƏ

Tədqiqatda xüsusi səth sahəsi $70 \text{ m}^2/\text{q}$ olan 20 nm ölçülü 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 $6.1 \text{ q}/\text{sm}^3$ kimidir. Tədqiqat AMEA-nın Radiasiya Problemləri İnstitutunun “Şüalanma mərkəzində” $186.27 \text{ rad}/\text{san}$ aktivliyə malik Co-60 mənbəsi ilə otaq temperaturunda şüalandırılmış nümunələr üzərində aparılmışdır. Nümunələr 5Mrad, 15Mrad, 50Mrad və 150Mrad kimi müxtəlif dozalarda şüalandırılmışdır. Qamma şüalanmadan öncə və sonra İQ təcrübəsi üçün nümunələr KBr (1:100) birləşməsi ilə bərk qatışıq halında diametri 7 mm hündürlüyü 1mm olan silindr formasında presformanın köməyiylə $0.5 \text{ kN}/\text{sm}^2$ təsəvvüdə presləmə yolu ilə hazırlanmışdır. ZrC nanohissəciklərinin infraqırmızı spektrləri otaq temperaturunda “Varian 640 FT-IR” cihazında dalğa ədədinin (fəza tezliyinin) 400 – 4000 sm^{-1} diapazonunda qamma şüalanmadan öncə və sonra çəkilmişdir.

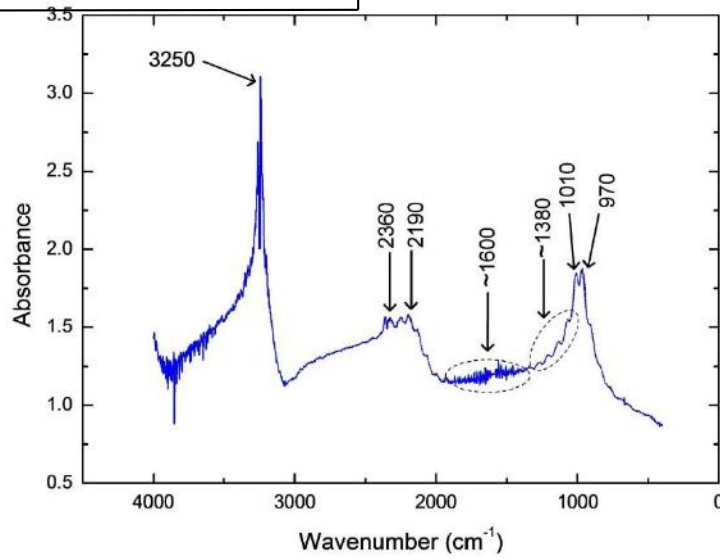
3. NƏTİCƏ VƏ MÜZAKİRƏLƏR

Qamma şüalanmadan öncə ZrC nanohissəciklərinin İQ analizində əsas məqsəd ilkin yanaşmada bu nümunələrin fəza rəqslərini müəyyən etməkdir. Qamma şüalanmadan öncə fəza tezliyinin 400–4000 sm^{-1} intervalında ZrC nanohissəciklərində ümumilikdə 7 pik müşahidə olunur (Şəkil 1). Zr-O-C rabitələrinin vibrasiyası adətən dalğa ədədinin 970 sm^{-1} və 1600 sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər ilə izah olunur [7]. Bəzən

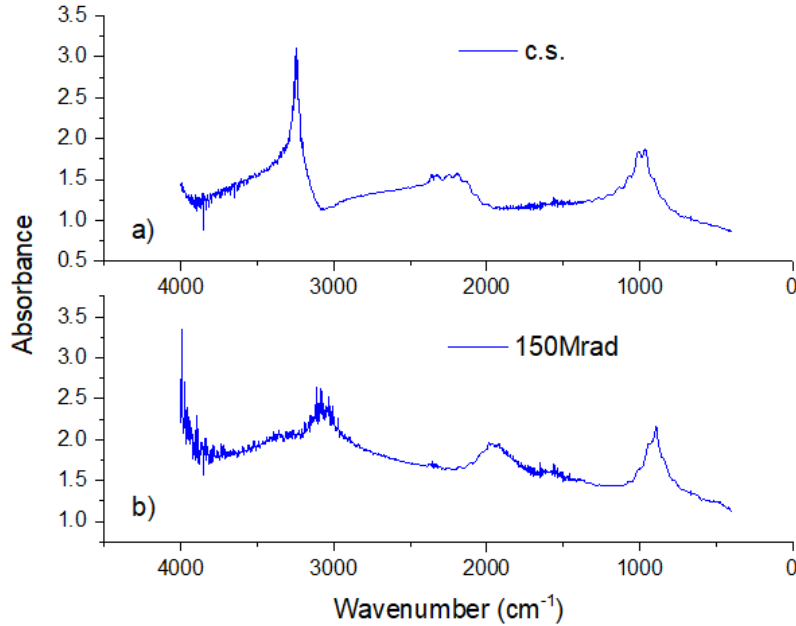
isə 1600 sm^{-1} dalğa ədədini Zr-O-C deyil, yalnız C-O rabitələri ilə izah edirlər

Digər tərəfdən, dalğa ədədinin 1010 sm^{-1} və 1380 sm^{-1} qiymətlərinə uyğun gələn piklər daha çox sadəcə Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edir [5-7]. Lakin, bəzən dalğa ədədinin 1380 sm^{-1} qiyməti ətrafında mövcud piklər Zr-O-C rabitələrinin rəqsini kimi də qiymətləndirilir. Dalğa ədədinin 2190 sm^{-1} və 2360 sm^{-1} qiymətlərinə uyğun pikər ehtimal olunur C-OH qrupları və C-O rəqslərini xarakterizə edir [5-8]. Məlumdur ki, di-

gər 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. FTİR spektrlərində dalğa ədədinin 3250 sm^{-1} qiyməti ətrafında müşahidə olunan piklər isə birmənalı olaraq atmosferdən adsorbsiya olunan OH qrupları ilə izah olunur. Qamma şüalanmanın maksimum dozasında və şüalanmadan öncə FTİR spektrləri müqayisəli halda nəzərdən keçirək (Şəkil 2).



Şəkil 1. Qamma şüalanmadan öncə ZrC nanohissəciklərinin infraqırmızı spektri.

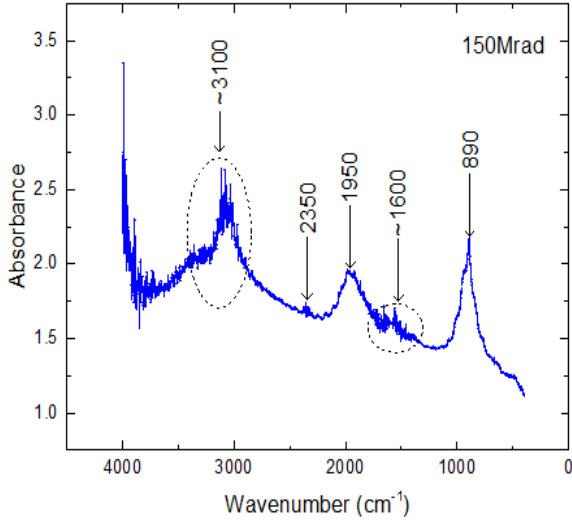


Şəkil 2. Nano ZrC hissəciklərinin qamma şüalanmadan öncə (a) və sonra (b) FTIR spektrləri.

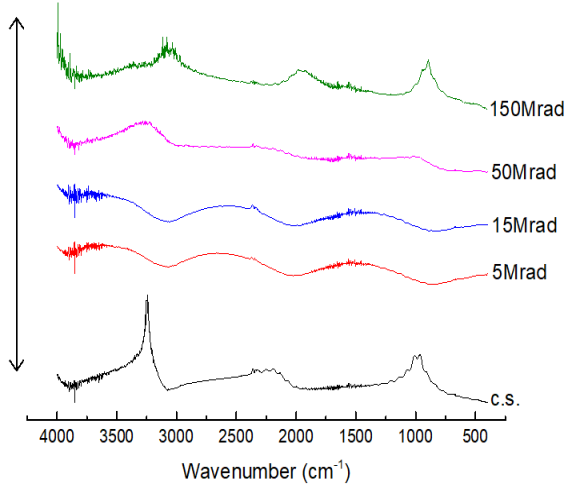
Spektrlərdən görüldüyü kimi, şüalanmadan sonra nanohissəciklərdə qismən dəyişiklik müşahidə olunmuşdur. Dalğa ədədinin təqribən 900 sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn və adətən Zr-O-C rabitələrini izah edən pik 150Mrad şüalanma nəticəsində daha kəskin hal almışdır. Bunu isə şüalanma nəticəsində nanohissəcicinin səthində kəskin hal alan oksidləşmə ilə izah etmək olar. Belə ki, qamma şüalanmanın təsiri nəticəsində nanohissəcik səthində qırılan Zr və C əsaslı rabitələr atmosfer-

də olan oksigenlə qarşılıqlı təsirə girərək Zr-O-C rabitələrini yaradır. Beləliklə, Zr-O-C rabitələrinin konsentrasiyasının artması nəticəsində dalğa ədədinin 900 sm^{-1} qiymətinə uyğun pik kəskin hal alır. Eyni zamanda, ümumi yanışmada şüalanmamış nümunələrlə müqayisədə şüalanma nəticəsində spektrdə müəyyən qədər küy müşahidə olunur. Bunu isə qamma şüalanmanın təsiri nəticəsində materialın az miqdarda amorflaşması ilə izah etmək olar. Maksimum dozada qamma şüalanmasından sonra alınmış spektri daha aydın analiz

etmək üçün, 150Mrad dozada şüalandırılmış nano ZrC hissəciklərinin FTIR spektrini ayrıca nəzərdən keçirək (Şəkil 3).



Şəkil 3. 150Mrad dozada şüalandırılmış nano ZrC hissəciklərinin FTIR spektri.



Şəkil 4. Qamma şüalanmadan öncə və sonra nano ZrC hissəciklərinin stack FTIR spektri.

İlkin yanışmada, dalğa ədədinin 890sm^{-1} və 1600sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər, öncə qeyd etdiyimiz kimi, Zr-O-C rabitələrinin vibrasiyası ilə izah olunur. Qeyd etmək önəmlidir ki, sadəcə Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edən dalğa ədədlərinin 1010sm^{-1} və 1380sm^{-1} qiymətlərinə uyğun gələn piklər, dalğa ədədinin 890sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn pikin güclənməsi fonunda itmişdir. Lakin reallıqda, nanomaterial daxilində Zr-C rabitələri mövcuddur və dalğa ədədinin 890sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn pikin daxilindədir.

C-OH qrupları və C-O rəqslərini xarakterizə edən dalğa ədədinin 1950sm^{-1} və 2350sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər də şüalanma nəticəsində qismən kəskin hal almışdır. Sadalanan piklərin qamma şüalanma nəticəsində kəskin hal almasının əsas səbəbi nanohissəciyin səthində daha çox aktiv qrupların yaranmasıdır. Ehtimal olunur ki, qamma şüalanma nəticəsində nanohissəcik səthində olan, və ya yaranan C əsaslı rabitələr ətrafdan su, və ya oksigen ilə qarşılıqlı təsirə girərək sözügedən rabitələri yaradırlar. Ümumi halda, bütün şüalanma dozalarında və şüalanmadan öncə müqayisəli stack spektrləri nəzərdən keçirək (Şəkil 4).

Nano ZrC hissəciklərinin stack FTIR spektrindən görünür ki, qamma şüalanmanın maksimum dozasında nanomaterialda müəyyən qədər amorflaşma mövcuddur. Qeyd edək ki, stack spektrlərdə dalğa ədədinin $3000\text{-}4000\text{sm}^{-1}$ qiymətləri aralığında mövcud piklər OH qrupları ilə əlaqədardır və piklərin intensivliyi spektrin tərtibatı ilə əlaqədar fərqlidir. Dalğa ədədinin digər qiymətlərində müşahidə olunan piklər, demək olar ki, bütün nümunələrdə uyğundur. Şüalanma dozalarının 5Mrad və 15Mrad qiymətlərində, demək olar ki, heç bir dəyişiklik müşahidə olunmur. Qamma şüalanma dozasının 50Mrad qiymətindən başlayaraq amorflaşmanın izləri müşahidə olunur. Şüalanma dozasının 150Mrad qiymətində spektrdə müşahidə olunan küylərin nisbətən kəskinləşməsi şüalanma dozasına mütənəsib olaraq amorflaşmanın artmasının göstəricisidir. Qeyd edək ki, amorflaşma dərəcəsini daha dəqiq müəyyən etmək üçün daha çox analitik təcrübələrə ehtiyac var.

4. NƏTİCƏ

ZrC nanohissəciklərinin FTIR spektrlərinin təhlili nəticəsində məlum olmuşdur ki, sırf Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edən piklər dalğa ədədinin 1010sm^{-1} və 1380sm^{-1} qiymətlərində meydana gəlmişdir. Müşahidə olunan Zr-C rabitələrinin rəqsini izah edən piklər qamma şüalanmanın təsiri ilə digər güclü pikin fonunda itir. Aparılan analizlərdən məlum olmuşdur ki, dalğa ədədinin 890sm^{-1} (970sm^{-1}) və 1600sm^{-1} qiymətinə uyğun gələn piklər Zr-O-C rabitələrinin rəqslərini izah edir və qamma şüalanma nəticəsində daha kəskin hal alır. Qamma şüalanmanın təsiri nəticəsində ZrC nanohissəciklərində C-OH qrupları və C-O rəqslərini xarakterizə edən infraqırmızı piklər müəyyən qədər kəskinləşir. Ümumi yanışmada məlum olmuşdur ki, gamma şüalanmanın nisbətən yüksək dozalarında (50Mrad və 150Mrad dozalarda) ZrC nanohissəciklərində müəyyən qədər amorflaşma prosesi gedir.

- [1] M.M. Lo'pez Guerrero, A. Garcı'a de Torres et al. "Quantitative determination of ZrC in new ceramic materials by Fourier transform infrared spectroscopy". *Ceramics International* 37, 2011, 607–613.
- [2] Yi Hou et al. *Chemical Engineering Journal* 404, 2021, 126521.
- [3] Jing-Xiao Wang, De-Wei Ni et al. "Synthesis of nanocrystallized zirconium carbide based on an

aqueous solution-derived precursor" *RSC Adv.*, 2017, 7, 22722.

- [4] 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.

- [5] *Chunlei Yan, Rongjun Liu, Changrui Zhang and Yingbin Cao.* "Zirconium carbide, hafnium carbide and their ternary carbide nanoparticles by an in situ polymerization route" *RSC Adv.*, 2015, 5, 36520.
- [6] *Amit Singh, Vig Aayush Gupta, O.P.Pandey.* "Efficient photodegradation of methylene blue (MB) under solar radiation by ZrC nanoparticles" *Advanced Powder Technology* 29, 2018, 2231-2242.
- [7] *M. Jiang et al.* "A comparative study of low energy radiation responses of SiC, TiC and ZrC" *Acta Materialia* 110, 2016, 192-199.
- [8] *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.
- [9] *H.W. Deng et al.* *Materials Science and Engineering: A* 715, 2018, 117-125.
- [10] *Heng Chen et al.* *Journal of Materials Science & Technology* 35, 2019, 2778-2784
- [11] *Xing Wang et al.* *Journal of Alloys and Compounds* 788, 2019, 739-747.
- [12] *Elchin M. Huseynov, Tural G. Naghiyev, Nijat R. Abbasov.* "The paramagnetic approach of the color-changing of nano h-BN particle under the neutron irradiation" *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures* 139, 115124, 2022.
- [13] *Elchin M. Huseynov, Tural G. Naghiyev, Adil A. Garibov, et al.* *Ceramics International* 47, 5, 7218-7223, 2021.
- [14] *Elchin Huseynov, et al.* "Effects of Neutron Flux, Frequency and Temperature on the Dielectric Loss of Nano SiO₂ Particles" *Silicon* 10/2, 191–196, 2018.
- [15] *Elchin Huseynov, Adil Garibov and Ravan Mehdiyeva.* "Study of blend composition of nano silica under the influence of neutron flux" *Nano Convergence* 2014 1:21.
- [16] *Elchin M. Huseynov, Adil A. Garibov, Sahil P. Valiyev.* *Radiation Physics and Chemistry* 195, 110087, 2022.
- [17] *Elchin Huseynov, et al.* "Effects of Neutron Flux, Frequency and Temperature on the Dielectric Loss of Nano SiO₂ Particles" *Silicon* 10/2, 191–196, 2018.
- [18] *Elchin Huseynov, Adil Garibov, Ravan Mehdiyeva.* *Physica B: Condensed Matter* 450, 77 – 83, 2014.
- [19] *Elchin Huseynov, et al.* *International Journal of Modern Physics B* 32/7, 1850074, 2018.
- [20] *Bingjie 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.
- [21] *Lun Feng, Seahoon Lee, Heesoo Lee.* *Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 64, 2017, 98-105.
- [22] *Chao Yin et al.* *Journal of Nuclear Materials* 537, 2020, 152226.
- [23] *Gang Yao et al.* "Deuterium irradiation resistance and relevant mechanism in W–ZrC/Sc₂O₃ composites prepared by spark plasma sintering" *Progress in Nuclear Energy* 120, 2020, 103215.
- [24] *Shengming Jiang et al.* "In-situ He+ irradiation induced crystallization on crystalline/amorphous ZrC films" *Materials Today Communications* 28, 2021, 102580.
- [25] *Elchin Huseynov.* *Anze Jazbec. Physica B: Condensed Matter* 517, 30–34, 2017.
- [26] *Elchin M. Huseynov & Tural G. Naghiyev.* *Applied Physics A* 127, 267, 2021.
- [27] *Elchin Huseynov, Anze Jazbec* "EPR spectroscopic studies of neutron-irradiated nanocrystalline silicon carbide (3C-SiC)" *Silicon* 11/4, 1801–1807, 2019.
- [28] *Elchin M. Huseynov, Tural G. Naghiyev.* *Applied Physics A* 128, 115, 2022.
- [29] *Elchin M. Huseynov.* *Physica B: Condensed Matter* 510, 99–103, 2017.
- [30] *Elchin Huseynov.* *Physics Letters A* 380/38, 3086-3091, 2016.
- [31] *Elchin M. Huseynov.* *Solid State Sciences* 84, 44-50, 2018.
- [32] *Hanan Al-Ghamdi et al.* *Engineering and Technology* 54, 2022, 255-261.
- [33] *M.A. Ouis, M.A. Marzouk, F.H.El.* *Batal Journal of Molecular Structure* 1260, 2022, 132881.
- [34] *Elchin M. Huseynov.* *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 286, 122032, 2023.
- [35] *Elchin Huseynov, et al.* *International Journal of Modern Physics B* 32/7, 1850074, 2018.
- [36] *Cristina Carsote et al.* "Micro-DSC, FTIR-ATR and NMR MOUSE study of the dose-dependent effects of gamma irradiation on vegetable-tanned leather: The influence of leather thermal stability" *Radiation Physics and Chemistry* 189, 2021, 109712
- [37] *M.Pagacz-Kostrzewa et al.* "FTIR spectroscopic evidence for new isomers of 3-aminopyrazine-2-carboxylic acid formed in argon matrices upon UV irradiations" *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 263, 2021, 120158

Gulnar I. Muradova

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF GAMMA IRRADIATION ON THE INFRARED SPECTRA OF ZrC NANOPARTICLES

Infrared spectra of nano-ZrC samples have been measured in the 400-4000cm⁻¹ range of a space frequency under the influence of gamma radiation. As a result of the analysis of the spectra, it turned out that seven peaks appeared in the sample in general approach before the radiation. The peaks which explain the vibrations of the Zr-C bonds before and after gamma

radiation were explained by the corresponding wave numbers in the infrared spectra. At the same time, vibrations of Zr-O-C bonds were explained by the action of gamma radiation and the appropriate wave numbers.

Гюлнар И. Мурадова

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ НА ИНФРАКРАСНЫЕ СПЕКТРЫ
НАНОЧАСТИЦ ZrC**

В представленной работе инфракрасные спектры образца нано-ZrC снимались до и после гамма-излучения в интервале $400-400\text{ см}^{-1}$ пространственной частоты. В результате анализа спектров выяснилось, что в образце в общем подходе перед излучением появляется 7 пик. Пики, разъясняющие колебания связей Zr-C до и после гамма-излучения, объяснялись соответствующими волновыми числами в ИК спектрах. В то же время колебания Zr-O-C связей объяснялись действием гамма-излучения и соответствующих волновых чисел.

Qəbul olunma tarixi: 21.11.2022