

POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLƏRDƏ FAZALARARASI QARŞILIQLI TƏSİRİNİN DİFERENSİAL SKAN KALORİMETRİYA(DSC) VƏ TERMOQRAVİMETRİK ANALİZ (TG) METODLARI İLƏ TƏDQIQI

Z.A. DADAŞOV, G.X. HÜSEYNOVA, İ.S. RAMAZANOVA, Ü.V. YUSİFOVA,
A.F. NURALİYEV, F.F. YƏHYAYEV

Azərbaycan Respublikası Elm və Təhsil Nazirliyinin Fizika İnstitutu

H.Cavid küçəsi 131. Bakı AZ 1073

Email: dadashov.zamir87@gmail.com

Polyar (PVDF) və qeyri-polyar (YSPE) polimer matrisli və müxtəlif strukturlu keramiklardan (PKR1-romboedrik, PKR8- tetraqonal) ibarət kompozitlərdə fazalararası qarşılıqlı təsir diferensial skan kalorimetriya (DSC) və termoqravimetrik analiz metodları (TGA) ilə tədqiq edilmişdir. DSC analizləri vasitəsilə kompozitlərdə matris ilə doldurucu arasında yaranan qarşılıqlı təsirlərin, faza keçidlərinin və kristallik strukturun dəyişməsi tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, doldurucunun növü, miqdarı və dispersiya dərəcəsi, kompozitlərin termiki sabilliyi və faza keçidinə əhəmiyyətli təsir göstərir. Həmçinin TGA metodu ilə müxtəlif strukturlu pyezokeramikalardan ibarət kompozitlərin kütlə itkisi, termiki sabilliyi qiymətləndirilmiş, fazalarası sərhəddə baş verən qarşılıqlı təsirlərin kompozitin ümumi termiki parametrlərinə təsiri müəyyən edilmişdir. Öldə olunan nəticələr göstərir ki, doldurucunun növü, miqdarı və dispersiyası qarşılıqlı təsirə və kompozitlərin dekompozisiya mərhələlərinə əhəmiyyətli təsir göstərir. DSC və TGA metodları ilə aparılan eksperimentlərin polimer matrisli kompozitlərin struktur və termiki xüsusiyyətlərinin yaxşılaşdırılması üçün etibarlı və effektiv bir metodlar olduğu göstərilir.

Açar sözlər: polimer, kompozit, matris, şüşələşmə, entalpiya, entropiya, kütlə itkisi, plazma, xüsusi istilik tutumu.

DOI:10.70784/azip.2.2025124

GİRİŞ

Perovskit (ABO_3) kristal quruluşuna malik olan seqnetopiezokeramikalar ən geniş yayılmış və effektiv pyezoelektrik materiallardandır. Kimyəvi tərkibinə görə pyezokeramikalar adətən qurğuşun və barium (Ba) ikivalentli ionlarından, həmçinin titan (Ti) və sirkonium (Zr) dördvalentli ionlarının birləşməsindən ibarət mürəkkəb oksidlərdir. $Pb(Zr,Ti)O_3$ (PZT- qurğuşun Zirkonat Titanat). Qurğuşunlu (Pb) pyezokeramika materialları yüksək pyezoelektrik xassələrinə (pyezoəmsal $-d_{33}$, pyezohəssaslıq $-g_{33}$ və s.) və yüksək dielektrik sabitlərinə (dielektrik nüfuzluğu $-\epsilon_{33}$, dielektrik itki bucağı $-tg\delta$ və s.) malikdir. Bu materialların kimyəvi tərkibini, ilkin materialların faiz nisbətini dəyişməklə və müxtəlif əlavələr qatmaqla müəyyən elektrofiziki, pyezoelektrik xassələrə malik pyezokeramik tərkib sintez etmək mümkündür.

Son dövrlər qurğuşunsuz keramikalar da ($KNbO_3$ – kalium niobat və $NaNbO_3$ – natrium niobat) tədqiq edilir. $(K,Na)NbO_3$ (KNN) – yüksək Küri temperaturuna və nisbətən yaxşı pyezoelektrik xüsusiyyətlərə materiallardır. Həmçinin, $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ (BNT) və $Bi_{0.5}K_{0.5}TiO_3B$ (BKT) – qurğuşunsuz alternativlər arasında daha vacib materiallar hesab olunur. Qurğuşunsuz pyezokeramik materiallar ekoloji cəhətdən daha təhlükəsizdir [1, 2]. Lakin qurğuşun əsaslı pyezokeramikalar hələ də ən güclü pyezoelektrik materiallar hesab olunur. Qurğuşunsuz materiallar bəzi sahələrdə uyğun alternativlər təqdim etsələr də, onların tam şəkildə PZT-ni əvəz etməsi üçün daha çox optimallaşdırma və inkişaf tələb olunur. Qurğuşun (Pb) əsaslı seqnetopiezokeramikaların bu göstərilən üstünlükləri ilə yanaşı yüksək dərəcədə kövrəklik xassəsinə malik olması onlardan hazırlanmış nümunələrin deformasiyasının azalmasına səbəb olur. Bu baxımdan, elastik xassələrə malik olan material almaq üçün pyezokeramik ovuntunu

polimer matrisə daxil edilərək kompozit nümunə alınması tədqiq olunur [3]. Metalların əridilməsi və keramikanın modelləşdirilməsindən sonra, ilk sintetik polimerin sənaye miqyasında istehsalı insan cəmiyyətinin təkamülündə əlamətdar hadisə idi. O, vaxtdan bəri polimerlər daha sürətlə inkişaf edir və polimer matrisli kompozitlərin alınmasında vacib matris kimi istifadə olunur. Hazırda kompozitlər yüksək performansla malik materiallar sinfi kimi tanınır [4-6]. Kompozitlərin istehsalı, tərkibi, həm də texnologiyası, demək olar ki, sonsuzdur. Bu materiallar qabaqcıl texnologiyanın bütün sahələrində geniş istifadə olunur (aerokosmik, robotexnika, maşınqayırma və s.) [7, 8]. Son bir neçə 10 illikdə polimer matrisli kompozitlər sənaye və akademiya üçün, xüsusilə avtomobil, aerokosmik, elektronika sistemlərində tibbi məhsullar, kimya sənayesi və digər sahələr üçün maraqlı olmuşdur. Düzgün dizayn edildikdə, yeni birləşmiş material ilkin materialdan daha yaxşı xüsusiyyətlər nümayiş etdirir. Kompozit materialları müxtəlif yollarla təsnif etmək olar. İstehsalatda matris kimi, yüksək sıxlıqlı polietilenin (YSPE) istifadə olunduğu kompozitlər geniş istifadə olunur. Bu kompozitlər təmiz polimerlə müqayisədə daha yaxşı mexaniki və fiziki xassələrə malikdir [9, 10]. Bundan əlavə, polimer kompozitlərin emalında və tətbiq sahəsinin seçilməsində istilik xüsusiyyətlərinin öyrənilməsi vacib faktordur. Polimer matrisli kompozitlərdə fazalararası qarşılıqlı təsir (interfeys) materialın mexaniki, istilik və kimyəvi xüsusiyyətlərinə təsir göstərən amillərdən biridir. Bu qarşılıqlı təsiri öyrənmək üçün diferensial skan kalorimetriya (DSC) və termoqravimetrik analiz (TGA) kimi termal analiz üsulları geniş istifadə olunur [11,12]. Son dövrlər yaradılan yeni cihazlar maddədə istilik selinin dəyişmə sürətini (DSC) termoqravimetrik analizlə (TG) kütlənin

dəyişməsi, parçalanma və ya korroziya haqqında məlumat verir [13]. Bu metodlarla nümunələrin tədqiqi həmçinin faza çevrilməsini, istilik tutumunu, ərimə və kristallaşma hadisəsini, oksidləşmə sabilliyini və müxtəlif proseslərin kinetikasını dəqiq təyin etməyə imkan verir [14-16].

Bu məqsədlə, tədqiq olunan nümunələrin (təmiz YSPE, PVDF və YSPE+PKR1, PVDF+PKR1 kompozitləri) diferensial skan kalorimetriya (DSC) və termogravimetriya (TG) analizi aparılaraq fazalarası sərhəddə baş verən proseslər öyrənilmiş və termodinamik parametrlər təyin edilmişdir.

2. Materiallar və üsullar.

Matris kimi yüksək sıxlıqlı polietilen (YSPE) və polivinildenftorid (PVDF)-dən istifadə etdik. Matrisə daxil edilmiş doldurucu olaraq müxtəlif strukturlu seqnetopyezokeramikalar PKR-1, PKR-8 seçilmişdir. Pyezoelektrik hissəciklərin diametri 63÷100 mkm götürülmüşdür. Pyezoelektrik hissəciklər (50% həcm payı olan) polimer (YSPE, PVDF) tozuna əlavə edilmişdir. Sonra alınan qarışıq 1 saat otaq temperaturunda maqnit qarışdırıcıda qarışdırılmış, davamı olaraq 4 saat ərzində disperqator Ultrasonik Təmizləyici NATO CD – 4800 (Çin) ilə qarışdırılmışdır. Diskşəkilli kompozit nümunələri 165°C temperaturda və 15 MPa təzyiqdə isti presləmə yolu ilə alınmışdır. Seçilmiş temperatura çatdıqdan sonra presləmə müddəti 15-20 dəqiqədir.

Ölçmələr diferensial skan kalorimetriyası (DSK) NETZSCH DSC 204 F1 cihazında (Almaniya) arqon atmosferində aparılmışdır. Araşdırılan kompozit nümunəsi alüminium yuvacığa yerləşdirilir. Etalon nümunə kimi sapfir (Al_2O_3) götürülmüş, qızma sürəti 10 K/dəq, təsirsiz qaz axınının sürəti 20 ml/dəq, nümunələrin çəkisi təxminən 40 mq seçilmişdir. Tədqiqatlar -100÷600°C temperatur intervalında aparılmışdır. Bu cihaz vasitəsilə kompozitlərin termodinamik parametrləri ölçülmüş və aşağıdakı düsturların köməyiylə hesablanmışdır:

Termoqram əyrisində yaranan pikin sahəsini bilməklə entalpiyanın dəyişməsi:

$$\Delta H = S_{sahə} = \int_0^T c_p dT \quad (1)$$

Pikin sahəsini pikin keçid temperaturuna bölməklə nümunə üçün vacib parametrlər entropiyanın dəyişməsi:

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_{keçid}} = \int_0^T \frac{c_p}{T} dT \quad (2)$$

İstifadə olunan nümunə amorf və kristallik fazadan ibarət olduğundan termoqram əyrisindən istifadə edərək kristallıq dərəcəsi:

$$K = \frac{|\Delta H_{ərimə} + \Delta H_{soyuma}|}{\Delta H_{etalon}} \cdot 100\% \quad (3)$$

Həmçinin, nümunənin T temperaturundakı xüsusi istilik tutumu (c_p):

$$c_p = \frac{m_{standart}}{m_{sample}} \cdot \frac{DSC_{sample} - DSC_{bas}}{DSC_{standart} - DSC_{bas}} \cdot c_{p,standart} \quad (4)$$

Burada c_p və $c_{p,standart}$ – nümunənin və etalonun T temperaturundakı xüsusi istilik tutumu, $m_{standart}$ və m_{sample} – uyğun olaraq etalonun və nümunənin kütləsi, $DSC_{standart}$ və DSC_{sample} – etalonun və nümunənin T temperaturuna uyğun DSC signalının qiymətidir.

Tədqiqatın davam olaraq nümunələr termogravimetrik (TG) analiz metodu ilə NETZSCH STA 449 F1 Yupiter cihazında ölçülmüşdür. Eksperimentlər 20-850°C temperatur intervalında Al_2O_3 tiqellərində aparılmış, nümunənin qızma sürəti 1K/dəq götürülmüşdür. Ölçmələr sintetik hava mühitində (80% oksigen qazı, 20% azot qazı və axın sürəti 35 ml/dəq) toz halında olan nümunələr üçün aparılmışdır. Bu cihaz vasitəsilə faza keçidləri, udma, adsorbsiya və desorbsiya kimi fiziki hadisələr öyrənilir. Həmçinin termogravimetrik (TQ) termoqramından istifadə edərək tədqiq olunan kompozitlərin kinetik parametri olan aktivləşmə enerjisini (E_a) Arrenius tənliyinə və Kissinger metoduna görə də təyin etmək olar.

$$\ln(k) = \ln(A) - \frac{E_a}{R \cdot T} \quad (5)$$

Burada k – dəyişmə sabiti, A – eksponensial faktor, E_a – aktivləşmə enerjisi, T – mütləq temperatur, R – universal qaz sabitidir.

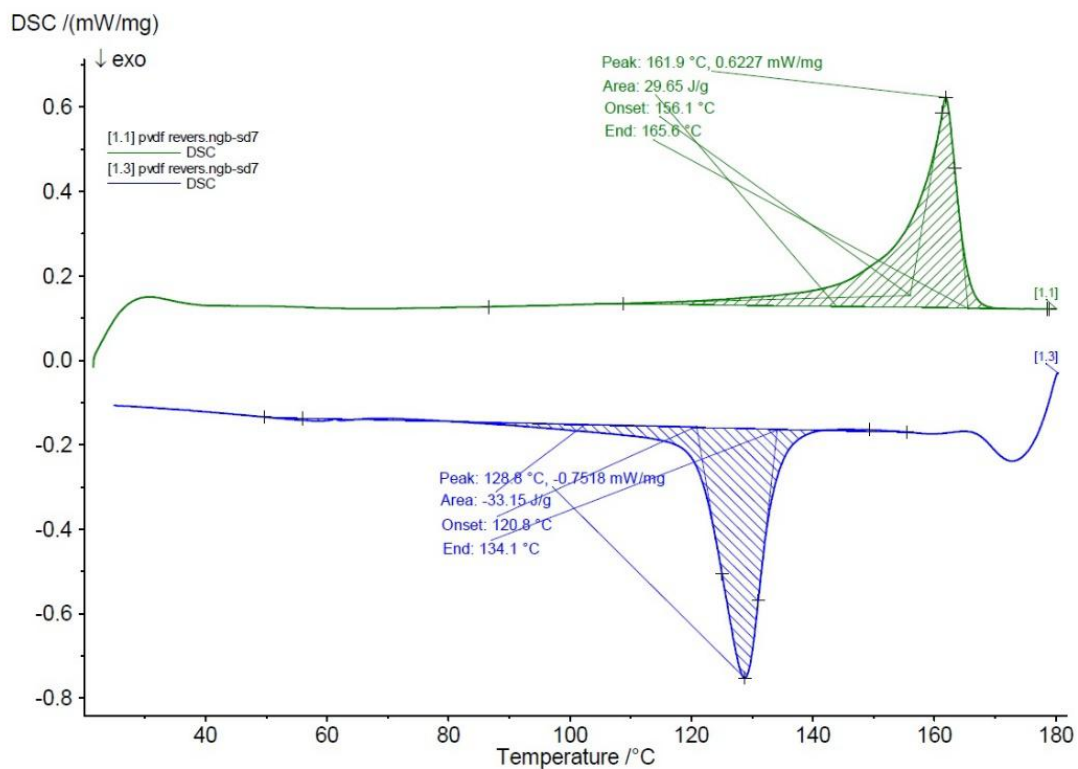
Kissinger metoduna görə isə:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = \ln\left(\frac{A \cdot R}{E_a}\right) - \frac{E_a}{R \cdot T_p} \quad (6)$$

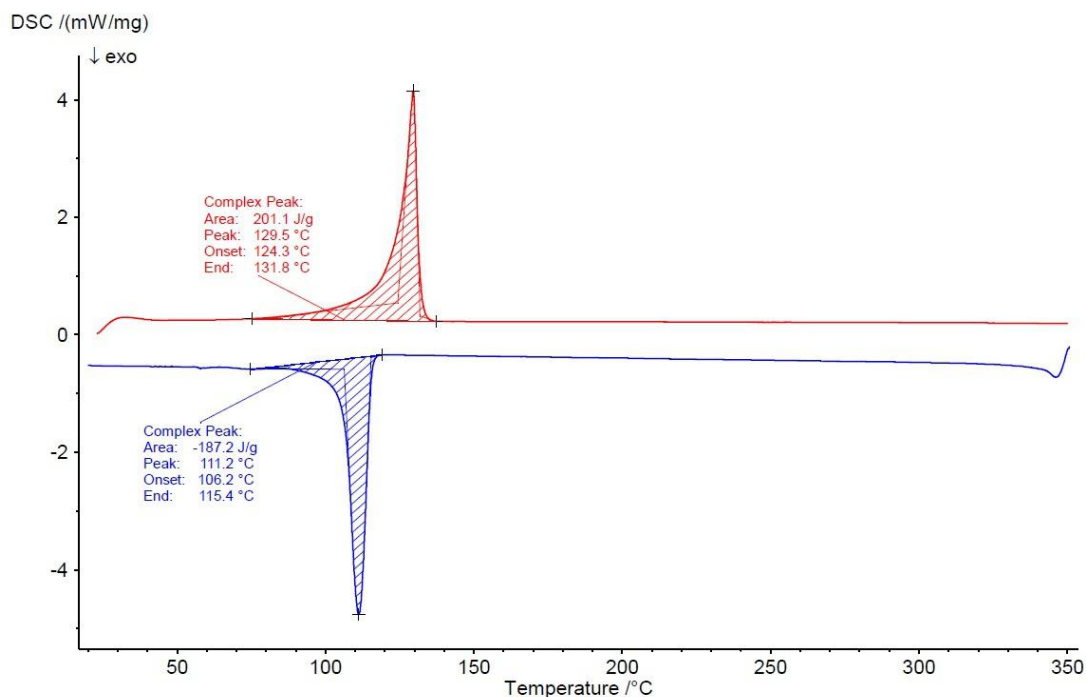
Burada T_p – maksimumun temperaturu, β – qızma sürətidir.

Nəticə və müzakirə

Şəkil 1 və 2-də təmiz yüksək sıxlıqlı polietilen (YSPE), polivinildenftorid (PVDF) üçün istilik enerjisinin temperaturdan asılılığı (DSC termoqramı) göstərilir. Şəkildən görünür ki, YSPE-nin termoqram əyrisində 124°C-də pik yaranır. Əgər YSPE-ni bir tsikl qızma və soyutmaya məruz etsək və DSC termoqramını alsaq, tam qrafikdə (yəni soyutma-qızma) yaranan yeni pik (maksimum) 111°C-də müşahidə olunmuşdur. Şəkil 2-də göstəriləndiyi kimi, qeyri-polimer matrisin əvəzinə müəyyən dipol momentinə malik polyar ftor tərkibli polimer polivinildenftorid (PVDF) istifadə etdikdə, DSC əyrisində birinci maksimum 162°C-də, ikinci maksimum 129°C-də müşahidə olunmuşdur. Fikrimizcə, hər iki halda DSK əyrisində maksimumun temperaturunun fərqli olması termoişləmənin təsirindən polimerlərdə oksigenli destruksiya (parçalanma) prosesləri baş verir və bu hal PVDF-də YSPE-nə nəzərən daha yüksək temperaturlarda müşahidə olunur. Eksperimentin davamı olaraq, DSC termoqramından istifadə edərək polimerlərin praktikada tətbiqi üçün mühüm parametrlər olan şüşələşmə temperaturunu, ərimə temperaturunu, xüsusi istilik tutumunu (c_p), entalpiya, entropiya (ΔS), kristallıq dərəcəsini (K) təyin etmişik. Alınan nəticələr cədvəl 1-də göstətilmişdir.



Şəkil 1. Yüksək sıxlıqlı polietilenin DSC termoqramı.

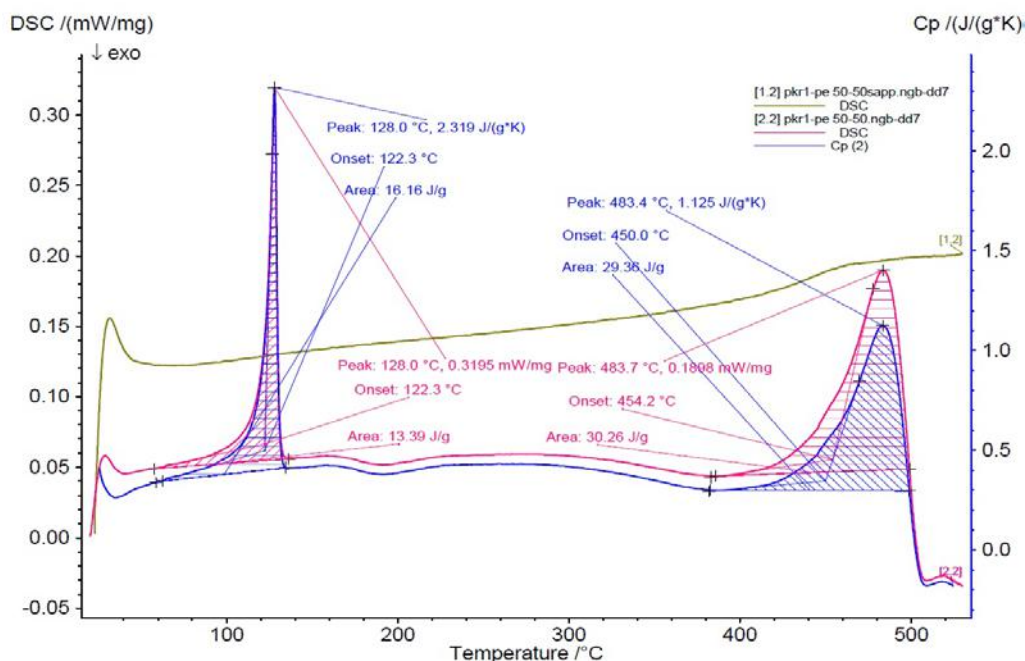


Şəkil 2. Polivinildenftorid (PVDF)-in DSC termoqramı.

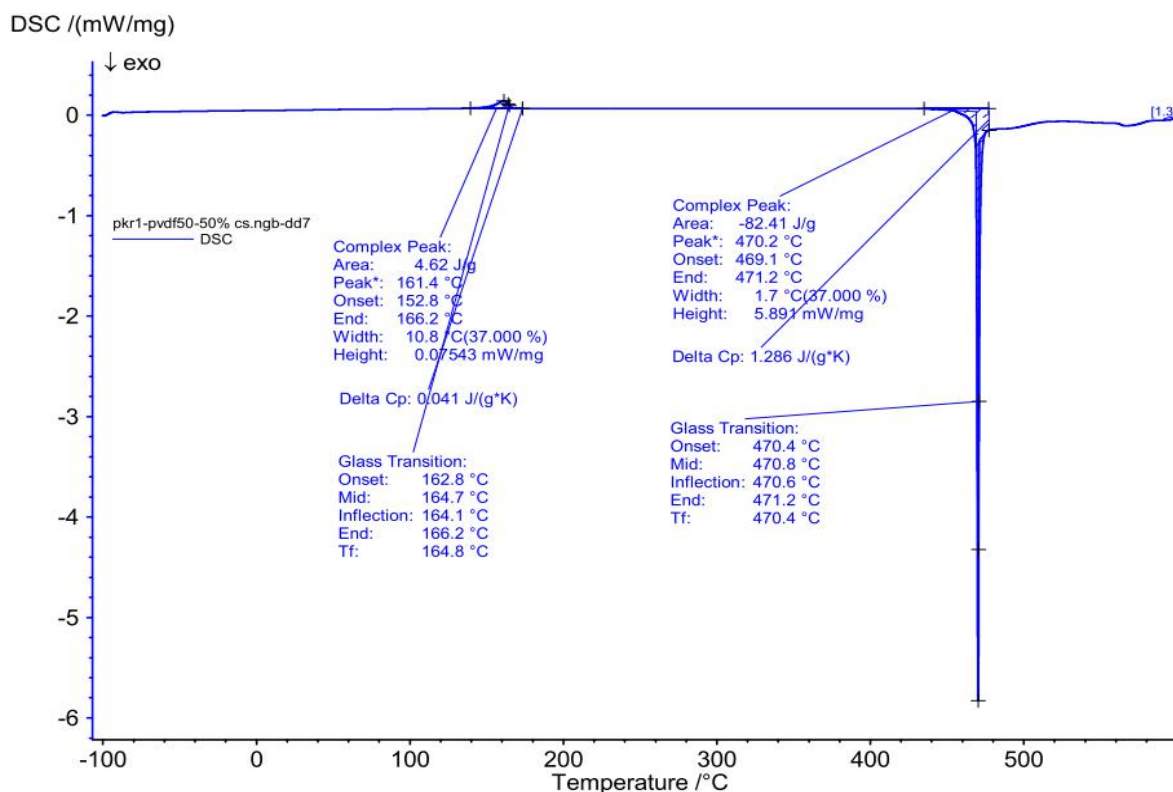
Cədvəl 1.

Təmiz polimerlərin DSK spektrində alınan nəticələri

Polimer	Şüşə temp. (T_g), °C	Ərimə temper. (T_m), °C	Xüsusi istilik tutu. (c_p), C/q °C	Entalpiya (ΔH), C/q	Entropiya (ΔS), C/K	Kristallıq dərəcə. (K), %
YSPE	100	124-131	1,8 - 2,7	60,3	2,36	4,75
PVDF	40	156-165	0,96 - 1,4	31,5	0,65	3,33



Şəkil 3. YSPE+PKR1 kompozitinin DSC termogramı.



Şəkil 4. PVDF+PKR1 kompozitinin DSC termogramı.

Təmiz polimerlərdən əlavə polimer matrisli seqnetopyezokeramika əsasında kompozitlərin istilik enerjisinin temperaturdan asılı olaraq dəyişməsi öyrənilmişdir. Bu məqsədlə verilmiş müxtəlif strukturlu seqnetokeramikalardan (PKR1, PKR8 və s.) və polimerlərdən (YSPE, PVDF) ibarət kompozitlər üçün DSC termogramları çəkilmiş və tədqiqatlar -100÷600°C temperatur intervalında aparılmışdır. Şəkil 3 və 4-də YSPE+PKR1 və PVDF+PKR1 kompozitlərinin DSC termogramları göstərilib. Göstərilən qrafiklərdə temperaturdan asılı olaraq YSPE+PKR1 və PVDF+PKR1

kompozitlərində gedən struktur dəyişikliklərinə uyğun maksimumlar (faza keçidləri) çox dəqiq görünür. Qrafikdən görünür ki, YSPE+PKR1 kompoziti (şəkil 3) üçün istilik enerjisinin temperaturdan asılılığında 128°C temperaturda kiçik ekzotermik pik müşahidə olunur və hesab edirik ki, bu pik polimerin ərimə temperaturuna yaxındır. Fikrimizcə, bu ekzotermik pik temperaturun artması ilə YSPE+PKR1 kompozitində olan oksigen tərkibli funksional qrupların (CO, CO₂) parçalanması ilə əlaqədardır. Daha sonra temperaturun

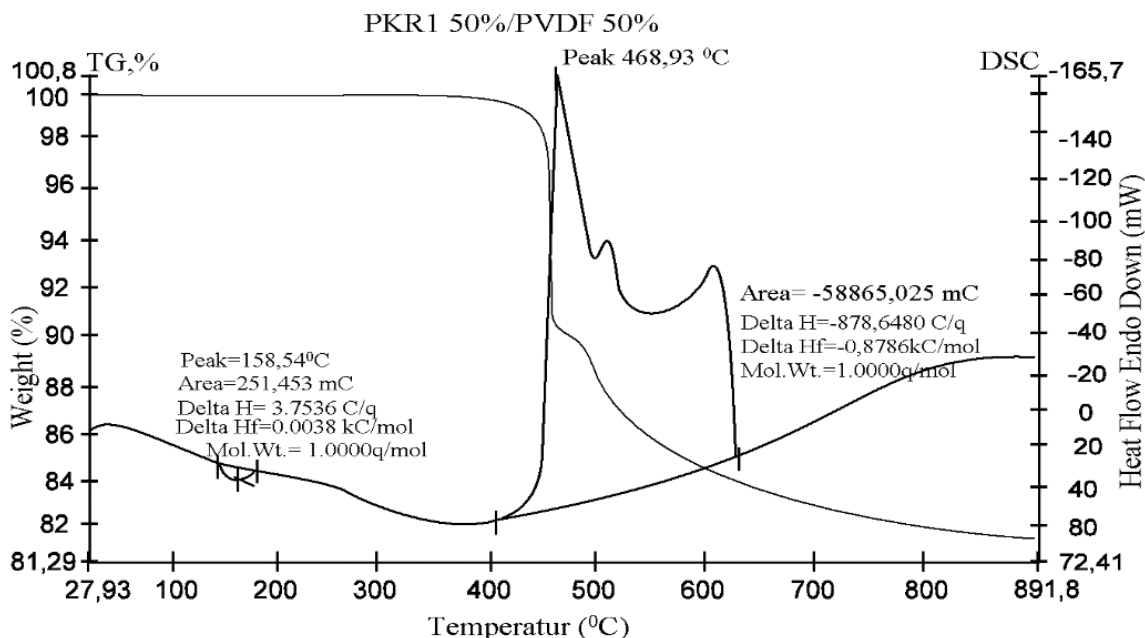
480°C qiymətindən sonra pikin kəskin düşməsi və endotermik reaksiyanın baş verməsi müşahidə olunur. Endotermik pik 480,4°C temperaturda müşahidə olunur. Yəni, bu artıq polimer ilə seqnetopyezokeramika hissəcikləri arasında əlaqələri qırmaq üçün çox miqdarda istiliyin udulmasını göstərir. Eyni ilə, PVDF+PKR1 kompoziti üçün də istilik enerjisinin temperaturdan asılılıq termoqramı şəkil 4-də göstərilib. Termoqramdan görünür ki, PVDF+PKR1 kompozitində ekzotermik pik (161,4°C), endotermik pik (470,2°C) müşahidə olunur. Alınan nəticələr göstərir ki, PVDF-də YSPE-nə nəzərən spektrlərin öyrənilməsi daha mühümdür. Çünki PVDF polyar polimerdir, pyezokeramik hissəciklər kristallaşma mərkəzləri rolunu oynaya bilər və son nəticədə polimer matrisada kristallik fazanın miqdarı art-

dığı üçün DSC termoqramında yaranan birinci maksimumun formalaşma temperaturu yüksək temperatur istiqamətində sürüşə bilər. Bundan əlavə, polimer matrisanın həcmi payı artdıqca polimer matrisa ilə pyezokeramik fazanın kontakt səthi artır və struktur dəyişmələrin intensivliyi də yüksəlir. Fikrimizcə DSC əyrilərində müşahidə olunan maksimumlar temperaturun təsirindən strukturun dəyişməsi, fazalararası qarşılıqlı təsirlə əlaqədirdir. Hesab edirik ki, fazalararası qarşılıqlı təsir artdıqca kristallik dərəcəsi azalır, həmçinin makromolekullar özlərinin sərbəstliyini müəyyən qədər itirirlər. DSC termoqramlarından istifadə edərək tədqiq olunan kompozitlər üçün şüşələşmə temperaturu, entalpiya, entropiya, xüsusi istilik tutumu hesablanmışdır. Alınan nəticələr cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2.

Müşahidə olunan keçidlərdə entalpiyanın dəyişməsi və xüsusi istilik tutumu.

Kompozit	Pik, T_{pik} , °C	Şüşə.temp T_g , °C	Entalpiya (ΔH), C/q	Entropiya (ΔS), C/K	Xüsusi İst.tutumu (C_p) C/q·K	DSC,area A, C/q	Pikin adı
YSPE+PKR1	128	122	4,85	0,0121	2,319	16,16	Ekzotermik
	483,4	454	8,81	0,0116	1,125	29,36	Endotermik
Kompozit	Pik, (T_{pik}), °C	Şüşə.temp T_g , °C	Entalpiya (ΔH), C/q	Entropiya (ΔS), C/K	Xüsusi İst.tutumu C_p , C/q·K	DSC,area A, C/q	Pikin adı
PVDF+PKR1	161,4	162,4	0,19	0,0004	0,041	4,62	Ekzotermik
	470,2	470,4	24,72	0,0333	1,286	-82,41	Endotermik



Şəkil 5. PKR1+PVDF kompozitinin termoqravimetrik (TG) spektri.

Şəkil 5-də PVDF+PKR1 kompozitinin kütlə itkisinin temperaturdan asılılığı (TG termoqram əyrisi) göstərilir. Şəkildən görünür ki, TG əyrisində müxtəlif temperaturda (161°C, 454°C, 503°C, 606°C) maksimumlar müşahidə olunur. Əvvəlcə kütlə itkisinin temperaturdan asılılığında 161°C-yə uyğun olan kütlə itkisi

baş verməyən enli, aydın olmayan endotermik effekt müşahidə olunur. Fikrimizcə, bu mərhələdə ikinci növ faza keçidi baş verir (yəni, kütlə itkisi olmadan materialın fiziki xassələri dəyişir) nümunənin kristal quruluşu dəyişir, daha doğrusu temperaturun artması ilə

kompozitin polimer fazanın makromolekulları öz sərbəstliyini itirir. Bu temperatur polimerin (PVDF) ərimə temperaturuna yaxın olduğundan polimeri təşkil edən makromolekullar arasında rabitə qırılır. Termoqram ayrısının ikinci effekti 450°C-dən 470°C-yə qədər davam edir. Belə ki, 454°C temperaturda kütlə itkisi 10% təşkil edir. Fikrimizcə, alınan nəticə termoişləmənin təsirinə polimerdə oksigenli destruksiya prosesləri baş verməsi ilə əlaqədardır. Hesab edirik ki, bu temperaturda PVDF polimerinin zəncirlərində C—H və C—F rabitəsi zəifləyir və qismən parçalanmağa başlayır. Parçalanma nəticəsində polimer zəncirlərində radikalalar əmələ gəlir və dehidroflüorlaşma prosesi başlayır. Proses zamanı PVDF zəncirindən hidrogen flüorid (HF) kimi uçucu maddələr ayrılır. Bu rekaksiya polimerin müəyyən hissəsinin kimyəvi strukturunu dəyişdirərək, uçucu maddələrin ayrılmasına və nəticədə göstərilən (10%) kütlə itkisinə səbəb olur. Daha sonra, 503°C temperaturda çox kiçik ölçülü pik müşahidə olunur. Yeni pikin yaranması əvvəlki mərhələdən (450-470°C) tamamilə çevrilə bilməyən və daha stabil hissələrin bu temperaturda əlavə oksidləşmə və ya son dehidroflüorlaşma mərhələsindən keçərək daha da parçalanması ilə izah oluna bilər. Bundan əlavə, hesab edirik ki, həmin temperaturda üçüncü effekt üzü maddələrin yanması nəticəsində baş verir və bu halda kütlə itkisi təxminən 2% təşkil edir. Nəhayət, temoqram ayrısında dördüncü pik 602°C-dən 609°C-yə qədər temperatur intervalında formalaşır. Fikrimizcə, bu temperatur intervalında daha stabil qalmış karbonlu hissə (qalıq maddə) yüksək temperaturun təsiri altında tam oksidləşir və ya pirolitik reaksiyaya girir. Bu mərhələdə qalan karbon strukturlarında mövcud olan güclü C—C rabitələri əlavə istilik

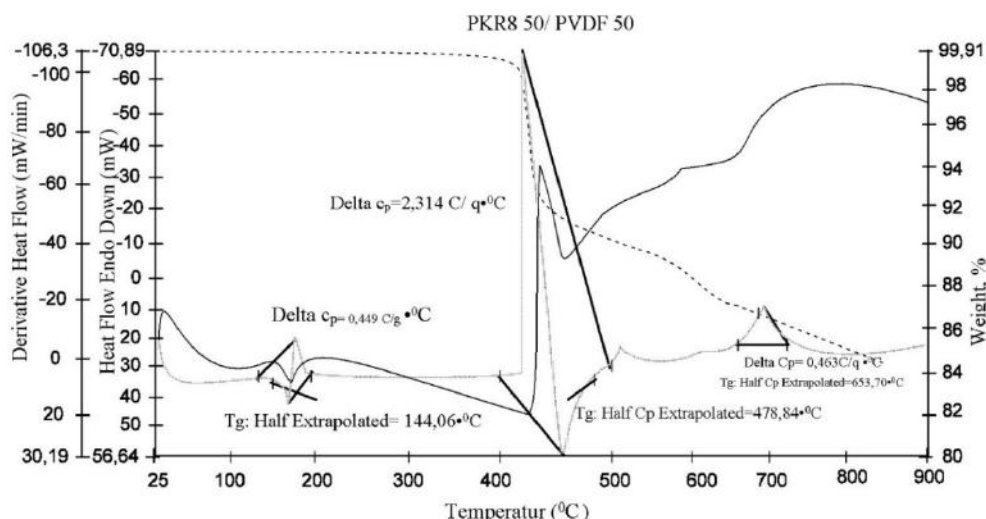
enerjisi hesabına parçalanır, nəticədə qalıq hissə qaz halına keçərək az miqdarda kütlə itkisinə (təxminən 2%) səbəb olur. Lakin kompozitin qeyri-üzvi fazası olan seqnetopyezokeramika (PKR 1 və PKR8) yüksək termiki stabilliyə malik olduğundan göstərilən temperatur intervalında onda termiki parçalanma baş vermir. Beləliklə, PVDF+PKR1 kompoziti üçün alınan nəticə göstərir ki, 450°C temperatura qədər nümunə davamlıdır. Bundan yuxarı temperaturda isə kompozitdə tədricən destruksiya prosesləri baş verir ki, bu proses bir neçə mərhələdə başa çatır. Analoji təcrübə PVDF+PKR8 kompoziti üçün də aparılmışdır (şəkil 6). Alınan nəticə TQ/DSK ayrısı vasitəsilə şəkil 6-da verilmişdir. Şəkildən görünür ki, PVDF+PKR8 kompoziti üçün də müxtəlif temperaturalarda (158°C, 448°C, 653°C) maksimumlar müşahidə olunur.

Eksperimentin davamı olaraq, tədqiq olunan nümunələrin (PVDF+PKR1, PVDF+PKR8 kompozitləri) TGA termoqramlarından istifadə edərək aktivasiya enerjisi (E_a), riyazi düsturların (Kissinger tənliyinə əsasən (6)) köməyiylə hesablanmışdır. Alınan nəticələr cədvəl 3-də verilmişdir.

Cədvəl 3.

Kompozitlərin parçalanma (destruksiya) temperaturaları.

Nümunələr	$T_{onset}, ^\circ\text{C}$	$T_{pik}, ^\circ\text{C}$	Aktivasiya enerjisi (E_a), kC/mol
PVDF+PKR1	454	468,9	0,0038
PVDF+PKR8	440	448	0,0042



Şəkil 6. PVDF+PKR8 kompozitinin termoqravimetrik (TG) spektri.

Nəticə

DSC və TGA analizlərinin nəticələri göstərmişdir ki, polimer matrisə ilə doldurucu (seqnetopyezokeramik hissəcik) arasındakı fazalararası qarşılıqlı təsir kompozitin istilik xüsusiyyətlərinə əhəmiyyətli dərəcədə təsir edir. PVDF+PKR1 kompozitinin DSC nəticələri göstə-

rir ki, PVDF ilə PKR1 hiisəcikləri arasında güclü qarşılıqlı təsir polimerin kristallaşma temperaturu, ərimə temperaturunu dəyişmişdir. Həmçinin PVDF-in kristallikliyi artırmış və faza keçidlərini stabilləşdirmişdir. PVDF+PKR1 kompozitində TGA metodları ilə polimerlə pyezokeramik hissəcik arasındakı güclü qarşılıqlı nümunənin termiki stabilliyini artırmış parçalanma temperaturunu yüksəltmiş və kütlə itkisi daha yüksək

temperaturda baş vermişdir. TGA termogramlarından görünür ki, PVDF+PKR1 kompoziti 450°C temperaturada qədər davamlıdır və işlək temperaturu həmin tempe-

ratura qədərdir. Bu tədqiqat göstərir ki, uyğun doldurucu seçimi polimer matrisli kompozitlərin tətbiq sahələrini genişləndirə bilər.

- [1] *Jurgen Rodel, Wook Jo, Klaus T. P. Seifert, Eva-Maria Anton.* Perspective on the Development of Lead-free Piezoceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 92, № 6. pp. 1153-1177, 2009.
- [2] *P. Noorunnisa Khanam, Mariam Al Ali Al Maadeed.* Processing and characterization of polyethylene-based composites. *Adv. Manuf.: Polym. Compos. Sci.*, 2015, 1, 63-79.
- [3] *N.M. Nurazzi, M.R.M. Asyraf, M. Rayung.* Thermogravimetric Analysis Properties of Cellulosic Natural Fiber Polymer Composites: A Review on Influence of Chemical Treatments. *Polymers* 2021, 13, 2710.
- [4] *Beatriz Adriana Salazar-Cruz, María Yolanda Chávez-Cinco, Ana Beatriz Morales-Cepeda.* Evaluation of Thermal Properties of Composites Prepared from Pistachio Shell Particles Treated Chemically and Polypropylene. *Molecules* 2022, 27, 426. pp1-12.
- [5] *Carmen Albano, Gema González, Jordana Palacios, Arquímedes Karam.* characterization of poly l-lactide/hydroxyapatite composite: chemical, thermal and thermomechanical properties. *Revista de la Facultad de Ingeniería U.C.V.*, Vol. 28, № 3, pp. 97-108, 2013.
- [6] *Luciano Pisanu, Josiane Barbosa, Ricardo Souza and Marcio Nascimento.* Evaluating the influence of coupling agents in the structural properties of polypropylene coconut fiber composites. *Mater. Res. Express* 6, 2019, 11532.
- [7] *César Leyva-Porras, Pedro Cruz-Alcantar, Vicente Espinosa-Solís.* Application of Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Modulated Differential Scanning Calorimetry (MDSC) in Food and Drug Industries. *Polymers* 2019, 12, 5.
- [8] *Raluca Maria Florea, Ioan Carcea.* Polymer matrix composites – routes and properties. *International Journal of Modern Manufacturing Technologies* ISSN 2067–3604, Vol.IV, № 1/20.
- [9] *X.J. Fan, S.W.R. Lee, Q. Han.* Experimental investigations and model study of moisture behaviors in polymeric materials. *Microelectronics Reliability* 49, 2009, 861–871.
- [10] *Carola Esposito Corcione and Mariaenrica Frigione.* Characterization of Nanocomposites by Thermal Analysis. *Materials* 2012, 5, 2960-2980.
- [11] *Hassan Omar, Glen J. Smales, Sven Hennin.* Calorimetric and Dielectric Investigations of Epoxy-Based Nanocomposites with Halloysite Nanotubes as Nanofillers. *Polymers* 2021, 13.
- [12] *Jérémie Audoit, Lisa Rivière, Jany Dandurand, Antoine Lonjon, Eric Dantras, Colette Lacabanne.* Thermal, mechanical and dielectric behaviour of poly (aryl ether ketone) with low melting temperature. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Springer Verlag, 2019, 135 (4), pp.2147-2157
- [13] *Mateusz Bor, Tomasz Borowczyk, Wojciech Karpiuk, Mikołaj Krakowiak, Rafał Smolec.* Assessment of the possibility of applying ceramic materials in common rail injection systems. *Advances in Science and Technology Research Journal* Volume 12, Issue 1, March 2018, pages 312–321.
- [14] *Franziska Eichhorn, Simone Kellermann, Ulf Betke and Tobias Fey.* Phase Evolution, Filler-Matrix Interactions, and Piezoelectric Properties in Lead Zirconate Titanate (PZT)-Filled Polymer-Derived Ceramics (PDCs). *Materials* 2020, 13, 1520; doi:10.3390/ma13071520. pp. 1-14.
- [15] *В.М. Егоров.* Калориметрия твердых растворов (1-х)BaTiO₃-хBa(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃. *В.М.Егоров, Е.П. Смирнова, В.В. Леманов.* Физика и Техника Полупроводников, 2007, т.49, вып8, с. 1456-1459.
- [16] *Ю.И. Юрасов, А.В. Назаренко, А.В. Павленко, И.А. Вербенко.* Прогнозирование свойств бес-свинцовых пьезокемиков и модификация конструкции вибродатчиков на основе свинецсодержащих композиций. *Наука юга России* 2017, Т. 13 № 4 С. 23–31

Z.A. DADASHOV, G.Kh. HUSEYNOVA, İ.S. RAMAZANOVA, U.V. YUSİFOVA, A.F. NURALİYEV, F.F. YAHYAYEV

STUDY OF INTERPHASE INTERACTION IN POLYMER MATRIX COMPOSITES BY DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC) AND THERMOGRAVIMETRIC ANALYSIS (TGA) METHODS

Interphase interaction in composites consisting of polar (PVDF) and non-polar (HDPE) polymer matrix and ceramics with different structures (PZT1- rhombohedral, PZT8- tetragonal) was studied by differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis methods (TGA). Through DSC analyses, the interactions between the matrix and the filler in the composites, phase transitions and changes in the crystal structure were studied. It was determined that the type, amount and degree of dispersion of the filler have a significant effect on the thermal stability and phase transition of the composites. Mass loss and thermal stability of composites consisting of piezoceramics with different structures were also evaluated by the TGA method, and the effect of interactions occurring at the interphase boundary on the overall thermal parameters of the composite was determined. The obtained results show that the type, quantity and dispersion of the filler have a significant effect on the interaction and decomposition stages of the composites.

**З.А. ДАДАШОВ, Г.Х. ГУСЕЙНОВА, И.С. РАМАЗАНОВА, У.В. ЮСИФОВА,
А.Ф. НУРАЛИЕВ, Ф.Ф. ЯХЬЯЕВ**

**ИЗУЧЕНИЕ МЕЖФАЗНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В ПОЛИМЕРНО-МАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТАХ
МЕТОДАМИ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ (ДСК) И
ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА (ТГА)**

Методами дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрического анализа (ТГА) исследовано межфазное взаимодействие в композитах, состоящих из полярной (ПВДФ) и неполярной (ПЭВП) полимерной матрицы и керамики различной структуры (ПКР1-ромбоэдрическая, ПКР 8-тетрагональная). С помощью ДСК-анализа изучены взаимодействия матрицы и наполнителя в композитах, фазовые переходы и изменения кристаллической структуры. Установлено, что тип, количество и степень дисперсности наполнителя оказывают существенное влияние на термостабильность и фазовый переход композитов. Методом ТГА также оценены потеря массы и термическая стабильность композитов, состоящих из пьезокерамики различной структуры, и определено влияние взаимодействий, происходящих на межфазной границе, на общие тепловые параметры композита. Полученные результаты показывают, что тип, количество и дисперсность наполнителя оказывают существенное влияние на стадии взаимодействия и разложения композитов.

Qəbul olunma tarixi: 26.02.2025