



## AZƏRBAYCAN ELM FONDU

**Azərbaycan Elm Fondunun  
2022-ci il üçün ƏSAS qrant müsabiqəsinin  
(AEF-MCG-2022-1(42)) qalibi olmuş  
layihənin yerinə yetirilməsi üzrə aralıq  
(rüblük olaraq 5-ci mərhələ)**

### ELMİ-TEXNİKİ HESABAT

Layihənin adı: **Nano strukturlu ZrC, TiC və WC nazik təbəqələrin yüksək temperatur, radiasiya və koroziyaya dayanıqlı material kimi tətbiq imkanları**

Layihə rəhbərinin soyadı, adı və atasının adı: **Hüseynov Hüseyn Cəlil oğlu**

Layihənin nömrəsi: **AEF-MCG-2022-1(42)-12/03/1-M-03**

Müqavilənin imzalanma tarixi: **31 mart 2023-cü il**

Qrant layihəsinin yerinə yetirilmə müddəti: **24 ay**

Layihənin icra müddəti (başlama və bitmə tarixi): **01 may 2023-cü il - 01 may 2025-ci il**

*Layihənin V mərhələ üzrə (rüb) məbləği:*

Hesabatda aşağıdakı məsələlər işıqlandırılmalıdır:

#### **1** Layihənin həyata keçirilməsi üzrə cari rübdə yerinə yetirilmiş **elmi işlər**

Cari rübdə ionlaşdırıcı şüalanmanın təsiri altında TiC nanokristallarının strukturunda baş verən dəyişikliklər tədqiq edilmişdir. TiC nazik təbəqələri digər karbid əsalı örtükləri ilə müqayisədə üstün mexaniki dayanıqlıq və istilik sabitliyi göstərmişdir. TiC vasitəsilə əldə edilən artan yapışma gücü və azaldılmış daxili gərginliklə birlikdə artan çeviklik və yüksək ərimə nöqtəsi kimi TiC-dən əldə edilən sinergik faydalara aid edilə bilər. Kiçik miqdarda Zr, Nb və ya Si-nin TiZrCN, TiNbCN və TiSiCN sistemlərinə daxil edilməsinin təsiri ilə bağlı hərtərəfli araşdırmalar aparılmışdır. Onların tədqiqatları aqressiv NaCl mühitlərinə məruz qaldıqda yüksək sürətli poladın koroziyaya davamlılığında əhəmiyyətli irəliləyişlərlə birlikdə gərginliyin nəzərəcarpacaq dərəcədə azaldığını və eyni zamanda yapışmanın yaxşılaşdığı aşkar olunmuşdur. Buxar çökdürmə üsulları ilə hazırlanmış bir neçə mürəkkəb Ti karbonitrid örtükləri üzərində geniş tədqiqat aparılmışdır. Bu örtüklər Cr və/və ya Si kimi ərinti elementlərinin daxil edilməsini nəzərdə tutur və nəticədə TiCrCN, TiSiCN, TiCrNbCN, TiAlSiCN, TiCrSiCN və TiCrSiCN kimi strukturların əmələ gəlməsi ilə nəticələnmişdir. Maraqlıdır ki, bu örtüklər geniş tətbiqlərdə üstün xüsusiyyətlər nümayiş etdirmişdir. Bu örtüklər arasında TiSiCN örtükləri yüksək sərtlik, aşağı sürtünmə və aşınma performansını daxil olmaqla, yaxşı qurulmuş xüsusiyyətlərinə görə xüsusi olaraq seçilmişdir. TiSiCN örtükləri maqnetron püskürtmə və ya kimyəvi buxar çökdürmə (CVD) üsullarından istifadə edərək hazırlanmışdır. Aparılan araşdırmalarda, reaktiv maqnetron

sıçramasından istifadə etməklə çökdürülmüş TiCN, TiSiCN, TiCrSiCN və TiAlSiCN təbəqələr elektrokimyəvi davranışı 1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> və 0,9 % NaCl məhlulunda analiz edilmişdir. Nəticələr göstərir ki, sınaqdan keçirilmiş bütün təbəqələr hər iki korroziyalı mühitdə passiv davranış nümayiş etdirir. Maqnetron püskürməsi ilə əldə edilən örtüklərdə TiCN matrisinə Nb əlavə edilməsi 3,5 % NaCl məhlulunda daha yüksək polarizasiya müqaviməti ilə nəticələndi. TiNbCN örtüyü üçün Nyquist diaqramında daha yüksək impedans yarım dairələrini müşahidə olunmuşdur. Təbəqələrin məsaməliliyinin artmasına və bununla da onların korroziyaya davamlılığının azalmasına səbəb olan artan ion bombardman ilə bağlıdır. TiNbCN örtüyü üçün müşahidə edilən daha aşağı korroziya dərəcəsi əvəz etmə prosesi ilə izah edildi, burada Nb ionları Ti ionlarını əvəz etdi və nəticədə daha sabit bir quruluş meydana gəlmişdir.

Daha böyük TiC nanokristallarının, gözlənilən 1 : 1 – dən bir qədər fərqli stexiometrik nisbətləri göstərdikləri sübut edilmişdir. Təcrübə və hesablama işləri, keçid metal karbid nanoklasterlərinin düyünlərindəki karbon atomlarının rabitələri titan atomlarına nisbətən daha zəif olduğunu göstərdi; Düyün nöqtələri karbonlu mükəmməl kristal parçaları hələ müşahidə edilməyib. Məsələn, Ti<sub>13</sub>C<sub>14</sub> heç bir kütlə – spektrometr ölçməsinə təsbit edilməmişdir, lakin, Ti<sub>14</sub>C<sub>13</sub> və Ti<sub>13</sub>C<sub>6</sub> – ya uyğun piklər tapılmışdır. Kütlə spektrometriyası, klasterlərin molekulyar kütlələrini təmin etdi və İQ spektrlərini ölçmək üçün yeni hazırlanmış bir eksperimental üsul nanoklasterlər haqqında həyəcanlanma məlumatı verdi. İnfraqırmızı rezonansla inkişaf etdirilmiş çoxfotonlu ionlaşma (IQ – REMPI) metodu, molekulyar şüalardakı TiC nanokristallarına və onunla əlaqədar növlərə tətbiq edilmişdir. Ümumi yanaşmada son zamanlar, nanomateriallarda ətraf mühitin və ionlaşdırıcı şüalanmanın təsiri ilə baş verən dəyişikliklər müəyyən qədər öyrənilmişdir. Həmçinin nanoklasterlərin həyəcanlanma (İQ) spektrlərini ölçmək üçün digər təcrübə üsullarından da istifadə edilmişdir. IQ – REMPI spektri, şüada klasterlərin həyəcanlanma spektrləri haqqında aşağı səviyyəli məlumat verir. Məsələn, klasterdə hər hansı bir C – C rabitəsinin olub olmadığını göstərir, ancaq digər həyəcanlanmalara uyğun yalnız bir neçə rabitə müəyyən edilir.

Ümumiyyətlə, Nx, Ny və ya Nz olan keçid metal karbid nanokristallarında düyün nöqtələrində karbon atomları çatışmır. Bu nəticə vanadium karbid nanokristallarının kütlə spektrlərindən əldə edilmişdir. 48Ti izotopun kütləsi ilə dörd karbon atomunun kütləsi üst-üstə düşdüyündən, TiC nanokristallarının mikrostrukturu üçün kütlə spektrlərinin ətraflı izahı olduqca çətindir.

Titanium karbid keçid metalları həmçinin “interstitial carbide” kimidə adlandırılır. Bunun səbəbi onların oktahedral boşluqlarında karbon atomlarının əsas nöqtələrdə isə Ti atomlarının yerləşməsidir. Çünki bu materiallar normal halda Fm-3m NaCl fəza quruluşuna malikdirlər. Keçid metal karbidləri odadavamlılıq, istilik və elektrik keçiriciliyi kimi xüsusiyyətləri metallik xassələrə bənzəyir və ultra yüksək temperatur keramiklərinin alınması yeni tip birləşmə və parçalanma nüvə reaktorlarında mexaniki xassələrinə görə tətbiq üçün əhəmiyyət kəsb edir. Bu materiallara namizəd olaraq TiC birləşmələri daş-duzu quruluşu ilə yeni tətbiqlərdə ön planda özünü göstərir. Ümumiyyətlə bu karbidlər qazla soyudulan sürət reaktorlarında (GFRs), BISO (bi-isotropic) və TRISO (tri-isotropic) kimi reaktorlarda parçalanma məhsullarından mühafizə örtüyü kimi istifadə olunur. Bu məqsədlədir ki, bu quruluşlu keçid metallarının radiasiya ilə qarşılıqlı təsirinə struktur xassələrinə göstərdiyi təsir günümüzdə də araşdırmaçılar üçün maraq dairəsindədir. Ümumiyyətlə karbid birləşmələrinin göstərdiyi nəticələr şüalanmanın növündən asılı olmayaraq uyğunluq təşkil edir. Texnologiyada nano struktur əsaslı materialların bir çox fiziki, mexaniki, yüksək termik və elektrik xassələrinin effektivliyi olması, həmçinin kiçik həcmdə böyük informasiyanın toplana bilməsinə görə elektronikada, optikada və sensor texnologiyalarında geniş istifadə olunur. Bu günə qədər aparılan tədqiqatların nəticələrinə əsaslanaraq

demək olar ki, bu növ nümunələrin yüksək temperatura davamlı olması, ərimə temperaturunun yüksək olması, səth morfologiyasının qısa müddətdə degradasiyaya uğramaması tədqiqatçılar üçün və eyni zamanda tətbiq prosesində yeni imkanlar yaradır. Beləliklə, yüksək temperatura davamlı, eyni zamanda möhkəm materialın alınması (kiçik sıxlıqda yüksək dayanıqlıq) bu tip texnologiyanın aktual mövzularından biridir. Təqdim olunan hesabatda qarşıya qoyulan problemin həlli üçün müasir analitik fiziki və kimyəvi analizlərin aparılmışdır. Nanostrukturlu materialların müxtəlif növ ionlaşdırıcı mənbələrlə şüalandırılmış və modifikasiyaya uğramış halının termik, elektron paramaqnit, optik və s. xüsusiyyətlərinin müxtəlif spektroskopik yanaşmalarla öyrənilmişdir.

Müasir zamanda materialların ionlaşdırıcı mühitdə istifadəsi və bu zaman bu materallarda baş verən dəyişiklikləri analiz etmək aktual məsələdir. Məlumdur ki nanoölçüldə materiallar çox həssas olur və xarici təsirlərin təsirindən daha tez dəyişikliklərə məruz qala bilir. Bu halda, nanoölçülü material hər hansı ionlaşdırıcı mühitdə tətbiq olunursa onun xassələrində baş verəcək dəyişiklikləri öncədən bilmək çox mühümdür. Bu günə qədər bir neçə tip nanomaterial üzərində ionlaşdırıcı şüalanma effektləri öyrənilmişdir. Bəzi işlərdə isə, nanomaterialların xüsusiyyətlərində məqsədyönlü dəyişikliklərin aparılması da məhz ionlaşdırıcı şüalanma ilə aparılmışdır. Qeyd etmək önəmlidir ki, nanohissəciklərin xassələrin məqsədyönlü dəyişərkən əlavə qamma şüalanma effektləri də meydana gəlir. Bu halda, qamma şüalanma effektlərini nəzərə almaq mütləqdir. Cari rübdə plana uyğun olaraq, qamma şüalanmanın təsiri nəticəsində TiC nanohissəciklərində baş verən dəyişikliklər nəzərə alın keçirilmişdir. Seçilmiş nümunənin rentgen diffraksiya metodu ilə aparılmış təcrübəsinin təhlili üçün Rietveld metodundan istifadə edilmişdir. Qəfəs parametrlərinin hesablanması üçün Mag2pol proqramından istifadə edilmişdir. Hesablamalar göstərir ki, ilkin halda TiC nanokristallarının qəfəs parametrləri digər ədəbiyyatlarla uyğunluq təşkil edir.

**Cədvəl 1.** TiC nanokristallarında şüalanmadan əvvəl və sonra struktural dəyişimlər.

Parameters	initial		irradiated	
<b>a</b>	4.32589 (2)		4.34102 (3)	
<b>V</b>	80.952 (6)		81.804 (9)	
<b>Cristallite size at different reflections by Scherrer equation</b>	(111)	(200)	(111)	(200)
	~23.55 nm	21.7 nm	~19.8 nm	17.13 nm
<b>Micro-strain (<math>\mu\epsilon</math>)</b>	$30.7734 \times 10^{-4}$		$32.4734 \times 10^{-4}$	
<b>Dislocation density (<math>\delta</math>)</b>	$\sim 39.5 \times 10^{-4}$		$\sim 42.3 \times 10^{-4}$	
<b>Cristallite size by Williamson-Hall plot</b>	27.12 nm $\pm$ 0.045		18.63 $\pm$ 0.047	
<b>Micro-strain (<math>\mu\epsilon</math>)</b>	$34.865 \times 10^{-4} \pm 0.02712$		$47.948 \times 10^{-4} \pm 0.02809$	

Qamma şüalanma nəticəsində quruluşda mikro-gərginlik ilkin haldan  $\mu\epsilon=32.4734 \times 10^{-4}$  – a qədər artmışdır. Bununla bərabər kənarçıxımaların sıxlığı  $\sim 7.1$  % qədər artım müəyyən olunmuşdur. Bu kənarçıxımaların nəticəsidir ki, qəfəsin ölçüləri böyümüşdür.

Tədqiqat obyektı, üzə mərkəzləşmiş kubik ( $Fm\bar{3}m$ ) quruluşa malikdir. İlkin halda nanohissəciklərdə interplanar məsafə  $d=2,1629$  (2) Å olmuşdur və uyğun (200) olaraq indekslənmiş diffraksiya piki  $2\theta = 41.7^\circ$  səpilmə bucağında təyin edilmişdir. Spektrlərin qısa xülasəsindən söz açsaq deyə bilərik ki, qamma şüalar kristal quruluşa əsaslı təsir göstərməmişdir. X-ray diffraksiya piklərinin sola doğru sürüşməsi və intensivliklərinin şüalanmayla birgə enməsi kristal qəfəsdə yaranan amorflaşma və davamında qəfəs parametrlərində genişlənmənin göstəricisidir. Bütün bunlarla birgə nəticələr doğrultusunda demək olar ki, qamma şüaların təsiri ilə heç bir faza keçidi və ya yeni fazalar yaranmamışdır. Şüalanmadan sonra səpilmə bucağı sola doğru sürüşərək  $\Delta\theta=-0.181^\circ$  qiymətini almışdır.

Piklərin inteqrasiya metodundan istifadə edərək kristal quruluşda yaranmış amorflaşmanın miqdarını hesabladıqda məlum olur ki, 9 günlük şüalanmanın ardından toplam amorflaşma dərəcəsi  $\sim 1.36\%$  olmuşdur. Amorflaşmanın bu dərəcədə kiçik miqdarda artımı göstərir ki, kristallik xassələrində şüalanmanın təsiri ilə önəmli dəyişikliklər baş verməmişdir.

Rietveld metodu ilə aparılmış hesablamalar göstərir ki, şüalanmanın təsiri ilə qəfəs sabiti  $\sim 0.35\%$  qədər genişlənmə baş vermişdir. Qəfəsdə baş verən dəyişiklər (deformasiya ,amorflaşma) qəfəsdə kənarçıxmalara səbəb olmuşdur.

Williamson-Hall metodikası ilə FWHM və səpilmə bucağına uyğun olaraq qəfəsdəki mikrogərginliyin necə dəyişməsi həmçinin kristallitlərin uyğun olaraq şüalanmadan əvvəl və sonrakı hallarında ölçülərinin necə dəyişməsi təyin edilmişdir. Scherrer və W-H metodlarından alınmış nəticələr bir-birilə yaxınlıq təşkil edir. Qiymətlər hər iki halda şüalanmadan sonra kristallit ölçülərinin kiçilməsini bununla bərabər qəfəsdə yaranan mikrogərginliyin (microstrain) artmasını göstərir.

2 Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş işlərin yerinə yetirilmə dərəcəsi (cari rüb üçün, faizlə qiymətləndirməli)  
90 %

3 Hesabat dövründə alınmış **elmi nəticələr**, onların yenilik dərəcəsi

Məlum olmuşdur ki, qamma şüaların kristal qəfəsə təsiri kiçik miqyaslı olur. Şüalanma interplanar məsafənin böyüməsinə səbəb olur. Uzun nizamlı düzülüşdə kiçik kənarçıxmalar baş vermişdir. Eyni zamanda müəyyən edilmişdir ki, nisbətən uzunmüddətli şüalanma azmiqyaslı amorflaşma və deformasiyalara səbəb olur. Scherrer və W-H metodlarının nəticələrinin müqayisəsi bir-birilə uyğunluq göstərmişdir. Hər iki üsul şüalanmanın qəfəsdə atomlararası mikro-gərginliyin yüksəlməsinə və grain size-ın kiçilməsinə yol açdığını təsdiqləyir.

4 Layihənin yerinə yetirilməsi zamanı istifadə olunan üsul və yanaşmalar

Tədqiqatda xüsusi səth sahəsi  $\sim 50$  m<sup>2</sup>/q olan 40-60 nm ölçülü hissəciklərdən ibarət toz halında nano TiC hissəciklərindən istifadə olunmuşdur. Qeyd edək ki, TiC nanohissəcikləri 0.08q/cm<sup>3</sup> sıxlığa malikdir, baxmayaraq ki TiC – in həqiqi sıxlığı 4.93q/cm<sup>3</sup> qəddir. Tədqiqat AMEA-nın Radiasiya Problemləri İnstitutunun “Şüalanma mərkəzində” 186.27 rad/san aktivliyə malik Co-60 mənbəsi ilə otaq temperaturunda şüalandırılmış nümunələr üzərində aparılmışdır. Nümunə 150Mrad dozalarda qamma şüalarla şüalandırılmışdır. Nanokristallik TiC hissəciklərinin strukturu “Rigaku MiniFlex 600, Benchtop X-ray Diffractometer” cihazında öyrənilmişdir.

5	Layihə üzrə elmi nəşrlər (məqalələr, monoqrafiyalar, icmallar, konfrans materialları, tezislər) (dərç olunmuş, çapa qəbul olunmuş və çapa göndərilmişləri ayrılıqda qeyd etməklə) <i>(surətlərini əlavə etməli!)</i>
	1. Elchin M. Huseynov, Raisa R. Hakhiyeva, Nizami M. Mehdiyev "FTIR study of nanocrystalline titanium carbide (TiC) particles exposed to gamma radiation" Solid State Communications 378, 2024, 115417, <a href="https://doi.org/10.1016/j.ssc.2023.115417">https://doi.org/10.1016/j.ssc.2023.115417</a>
	2. A.S. Abiyev, S.F. Samadov, M.N. Mirzayev, E.M. Huseynov, A.A. Sidorin, O.S. Orlov, O.A. Samedov, Y.I. Aliyev, H.J. Huseynov & E.P. Popov "Defect formation analysis in gamma-irradiated titanium nitride nanocrystals: predictions from positron annihilation studies" Journal of Nanoparticle Research 26, 156, (2024), <a href="https://doi.org/10.1007/s11051-024-06059-3">https://doi.org/10.1007/s11051-024-06059-3</a>
6	İxtira və patentlər, səmərələşdirici təkliflər Yoxdur
7	Layihə üzrə ezamiyyətlər Nəzərdə tutulmayıb
8	Layihə üzrə elmi ekspedisiyalarda iştirak Nəzərdə tutulmayıb
9	Layihə üzrə digər tədbirlərdə iştirak Nəzərdə tutulmayıb
10	Layihə mövzusu üzrə elmi məruzələr (seminarlar, konfranslar, dəyirmi masalar və s. çıxışlar) Nəzərdə tutulmayıb
11	Layihə üzrə əldə olunmuş cihaz, avadanlıq və qurğular, mal və materiallar Nəzərdə tutulmayıb
12	Yerli həmkarlarla əlaqələr Nəzərdə tutulmayıb
13	Xarici həmkarlarla əlaqələr Nəzərdə tutulmayıb
14	Layihə mövzusu üzrə kadr hazırlığı Nəzərdə tutulmayıb
15	Sərgilərdə iştirak Nəzərdə tutulmayıb
16	Təcrübəartırmada iştirak və təcrübə mübadiləsi Nəzərdə tutulmayıb
17	Layihə mövzusu ilə bağlı elmi-kütləvi nəşrlər, kütləvi informasiya vasitələrində çıxışlar, yeni yaradılmış internet səhifələri və s. Nəzərdə tutulmayıb

Layihə rəhbərinin imzası \_\_\_\_\_ Hüseynov Hüseyn Cəlil oğlu

Tarix \_\_\_\_\_

QEYD: bütün hallarda uyğun olan bəndlər doldurulmalıdır.