

KARBOKSİL QRUPU İLƏ FUNKSIONALLAŞDIRILMIŞ KARBON NANOBORUNUN RENTGEN DİFRAKSIYA SƏPİLMƏSİNİN ANALİZİ

R.Q. ABASZADƏ, R.İ. ƏLƏKBƏROV

¹Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Fizika İnstitutu,
Bakı AZ-1143, H. Cavid pr. 131, Azərbaycan

E-mail: abaszada@gmail.com r.abaszada@physics.science.az

Təqdim olunan məqalə karboksil qrupu ilə funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun adi halda və 25 MPa təzyiq altında sıxılmasının analizinə həsr olunur. Funksionallaşdırılmış karbon nanoboru düzbucaqlı paralelopiped formasına salınaraq rentgen - faza analizi aparılmış və Debye-Scherrer düsturunun köməyi ilə sıxılmamışdan öncə, eləcə də sonra nanozərrəciyin ölçüləri müəyyən edilmişdir.

Açar sözlər: karbon nanoboru, rentgen-faza analizi.

Pacs: 61.05.C-, 73.63.Fg

1. GİRİŞ

Ötən əsrin əvvəllərindən etibarən elektronikanın və eləcə də cihazqayırma texnologiyalarının yeni elementinin yaradılması istiqamətində intensiv tədqiqatlar aparılmağa başlanmışdır. Bu yeni, üçüncü elmi-texnoloji inqilabın simvolu hesab edilən nanotexnologiyanın sürətli inkişafı ilə bağlıdır. Belə ki, bu sahədə aparılan intensiv tədqiqatlar, ilk növbədə aparıcı iqtisadi resurslara malik dünyanın inkişaf etmiş ölkələrinin elmə ayırdıqları külli miqdarda vəsaitlərin hesabına yeni texnologiyaların, eləcə də yeni materialların sürətlə yaradılaraq tətbiq edilməsi ilə nəticələnmişdir. Məhz bu sahədə atılan uğurlu addımların sayəsində yeni materialların yaradılaraq inkişaf etdirilməsi, radio-rabitənin, biotexnologiyaların, mikroelektronikanın, enerjetikanın, səhiyyənin və hərbi sənaye sahələrinin güclü inkişafı üçün böyük perspektivlər açmışdır.

Qrafitin, karbon nanoborunun və funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun təmizliyi, keyfiyyəti, səth morfoloqiyası skanedic elektron mikroskopiyası (SEM) və enerjidiapers (EXD) metodları ilə, quruluş xassələri isə rentgen-faza analizlərinin sayəsində müqayisəli şəkildə tədqiq edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, elektrik qövsü metoduna əsasən alınmış karbon nanoborunun Rentgen-faza analizlərinə əsasən məxsus difraksiya pikləri, maddənin morfoloji xüsusiyyətlərindən asılı olub, karbon nanoborunun ölçüləri və divarları arasında olan məsafə haqqında ilkin məlumat əldə etməyə imkan verir [1]. Elektrik qövsü metodu ilə alınmış karbon nanoboruları karboksil qrupları vasitəsilə funksionallaşdırılmış və Raman səpilməsi metodu vasitəsilə tədqiq edilmişdir. İlkin mərhələdə grafitin, təmiz və funksionallaşdırılmış karbon nanoborularının Raman səpilmə spektrləri müqayisəli şəkildə tədqiq olunmuşdur. Müəyyən olunmuşdur ki, grafitin Raman səpilməsi spektrində əsasən vəziyyətləri 1595sm^{-1} , 2676sm^{-1} -ə uyğun gələn G və $2D$, təmiz karbon nanoborularında isə vəziyyətləri 1338sm^{-1} , 1595sm^{-1} , 2676sm^{-1} , intensivlikləri isə uyğun olaraq 1075, 827, 565 olan D , G , $2D$ pikləri müşahidə olunmuşdur. Göstərilmişdir ki, təmiz karbon nanoborusunu funksionallaşdırdıqda, müşahidə olunan D , G , $2D$ - piklərinin intensivlikləri azalaraq 817, 703, 421 qi-

mətləri tərtibində olmuşdur [2]. Karbon nanoborunun adi halda və təzyiq altında sıxılması ilə əlaqədar analizə baxılmışdır. Karbon nanoboru düzbucaqlı paralelopiped formasına salınmış və Rentgen-faza analizi ilə tədqiq edilmişdir. Karbon nanoborunun mexaniki xassələrinin dəyişməsi nəticəsində Rentgen difraksiya əyriələrində nəzərə çarpacaq dəyişikliklər müşahidə olunmuşdur. Debye-Scherrer düsturuna əsasən pressləndikdən öncə və sonra nanozərrəciyin ölçüləri hesablanmışdır [3]. Karbon nanoboruları karboksilik turşuların amidasiya və esterifikasiya vasitə ilə funksionallaşdırılmışdır. Bu funksionallaşdırma sayəsində karbon nanoborularının həll olması və həll olunması ilə əlaqəli xüsusiyyətləri öyrənilmişdir. Tədqiqat işində karbon nanoborularının həll olunma dərəcəsi, dispersiya xüsusiyyəti, defunksionallaşdırılması və optik xüsusiyyətləri ilə əlaqəli işlər araşdırılmışdır. Polimer karbon nanokompozitlərinin hazırlanmasında, karbon nanoborularla molekullar arasında qarşılıqlı təsirlərin araşdırılması həyata keçirilmişdir [4]. Karbon nanoboruların karboksil qrupları ilə funksionallaşdırılması sayəsində, sudan qurğuşun metallarının təmizlənməsində uğurla istifadə metodikası tədqiq edilmişdir. Bu parametrlərin sudan qurğuşunun adsorbsiya qabiliyyətinə təsirinin müəyyənəndirilməsi, pH karbon nanoborunun dozası, təmas müddəti və sürəti də daxil olmaqla, dörd parametr üzrə aparılmışdır. Sintez edilmiş çox divarlı karbon nanoborularının (MWCNT) morfoloqiyası, diametri və uzunluğu ölçülmüşdür. Tədqiqatın nəticələri, 2 saat müddətində $pH7$, 150 dövr/dəqiqə sürətilə COOH - çoxdivarlı karbon nanoborularından istifadə edərək qurğuşunun 100% təmizləndiyi müəyyən etmişdir. Bu yüksək təmizlənmə effektivliyi, karbon nanoboruların fiziki və kimyəvi xüsusiyyətlərinə qurğuşunun güclü yaxınlığı ilə əlaqələndirilməsi ehtimalı ilə bağlıdır [5]. Kimyəvi cəhətdən işləyən nanoborular, işləməmiş nanoborulardan fərqli olaraq, mexaniki və ya elektrik xüsusiyyətlərə malik ola bilməsi səbəbindən, kimyəvi sensor və ya nanometr miqyaslı bielektronlu qurğu kimi istifadə edilə bilirlər. Bu günə qədər istifadə olunan müxtəlif üsullar və ortaya çıxan funksional nanoboruların mümkün tətbiqi bu icmal məqaləsində müzakirə edilmişdir [6].

Təqdim olunan məqalənin əsas məqsədi 25MPa təzyiq altında sıxılmanın təsiri ilə, funksionallaşdırılmış karbon nanoboruların adi halda və sıxılmanın tə-

sirindən sonra quruluşunda baş verən dəyişmələrin Rentgen difraksiya metoduna əsasən müəyyənləşdirilməsidir.

2. TƏCRÜBİ HİSSƏ

Rentgen difraksiya səpilməsi metodu karbon nanoboruların quruluş xassələrinin tədqiqi baxımından mühüm metodlardan hesab olunur. Elektrik qövsü metoduna əsasən alınmış karbon nanoborunun quruluş xassələri rentgen-faza analizi ilə öyrənilmişdir. rentgen-faza analizi Almaniyanın “Bruker” firmasının istehsalı olan D2 Phaser diffraktometrində, CuK_{α} – şüaları ilə ($\lambda=1,5406\text{Å}$) $2\theta=0,5^{\circ}-80^{\circ}$ bucaq intervalında aparılmışdır [1].

Genişlənmiş difraksiya pikindən hesablanan ölçülər ən kiçik səpici mərkəzlər olan müxtəlif özləkləri, kristallitləri təsvir edir. Səpilmə intensivliyinin bucaq asılılığından istifadə edərək difraksiya piklərinin genişlənməsinin səbəblərini müəyyənləşdirmək mümkündür. Yəni, difraksiya pikinin forması nanohissəciklərin formasından və ölçülərindən asılıdır. Bircins elastiki deformasiyanın qəfəs parametrlərinin dəyişməsi hesabına difraksiya piklərinin vəziyyətinin sürüşməsi baş verir [8].

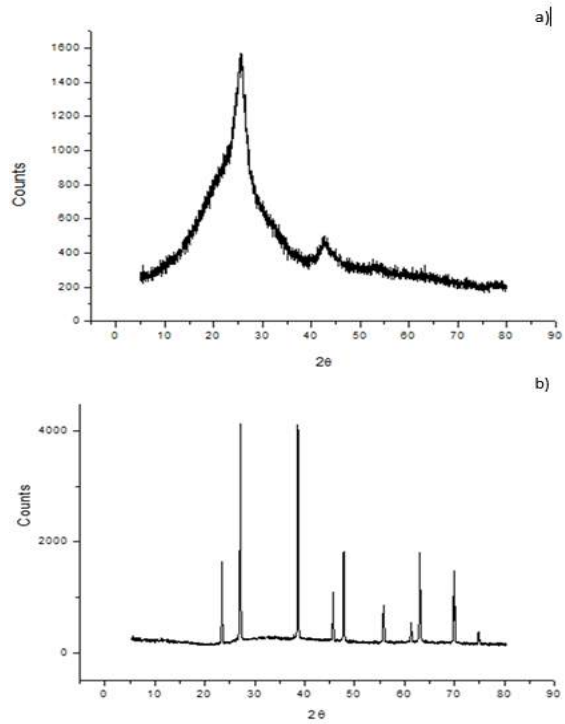
Nümunənin deformasiyası və maddəyə məxsus nanoölçülü kristallitlərin ölçülərinin təyin olunması üçün Williamson və Hall, Warren və Averbach, Debye-Scherrer müəllifləri tərəfindən üç metod təklif olunmuşdur. Əgər maddədə qeyri-bircins deformasiya mövcud deyilsə, kristallitlərin orta nano ölçüləri Debye-Scherrer düsturuna əsasən geniş difraksiya pikinin tam yarım eninə görə təyin olunur.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

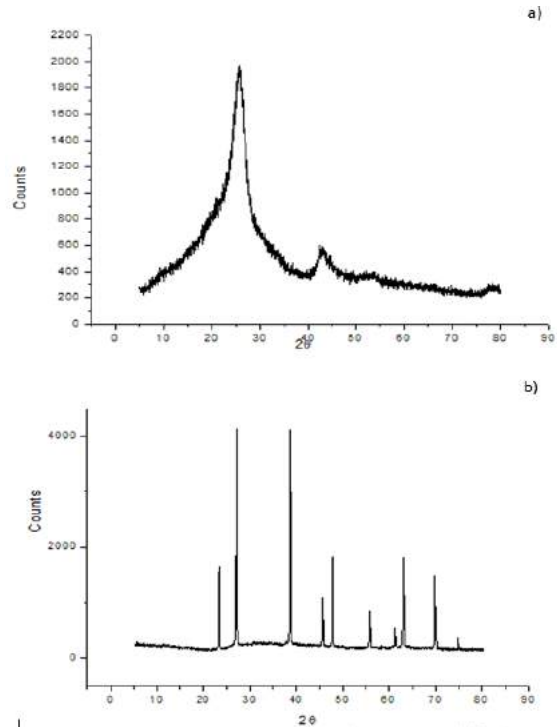
Burada: D -nanoborunun diametridir; β -isə, difraksiya pikinin tam yarım enidir (FWHM).

Düsturda verilən Şerrer sabitinin (K) qiyməti, kubik kristal qəfəsin müxtəlif kristallaqrafik Miller indeksli (hkl) difraksiyaları halında $0,9 \div 1,15$ intervalında dəyişdiyi göstərilmişdir. Kubik nümunələrdə K -nın qiymətinin $0,9$ olduğu qəbul edilmişdir. Bizim apardığımız tədqiqatda isə $K=0,94$ götürülmüşdür. Difraksiya pikinin genişlənməsi maddənin mikrodeformasiyası, qeyri-bircinsliyi və təcrübə aparılan qurğunun xətası ilə bağlı ola bilər. Maddənin mikrodeformasiyası və onu təşkil edən xaosik paylanmış dislokasiyaların hesabına difraksiya pikinin genişlənməsi $tg\theta$ ilə düz mütənəsbdir [7, 8]. Hesablamalarda betta radianla ifadə olunmuşdur. Debye-Scherrer düsturuna əsasən hesablanan difraksiya pikinin parametrləri aşağıdakı cədvəldə təsvir olunmuşdur.

| Nümunə | 2θ | β , dər. | D , nm | $\cos\theta$ |
|--|-----------|-------------------|-------------|--------------|
| Funksionallaşdırılmış karbon nanoboru | 25,898 | 4,75 | 1.793 | 0.9745 |
| Preslənmiş funksionallaşdırılmış karbon nanoboru | 23,5 | 0.34 | 25,94 | 0.979 |



Şəkil 1. a) Karbon nanoborunun adi halda rentgen difraksiya səpilməsi, b) 25MPa təzyiq altında sıxılmış karbon nanoborunun rentgen difraksiya səpilməsi [3].



Şəkil 2. a) Karboksil qrupu ilə funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun adi halda rentgen difraksiya səpilməsi, b) 25MPa təzyiq altında sıxılmış olan karboksil qrupu ilə funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun rentgen difraksiya səpilməsi.

Karbon nanoborunun quruluş xassələri rentgen - faza difraksiya analizinin köməyi ilə müqayisəli şəkildə tədqiq edilmişdir. Şəkil 1a-da karbon nanoborunun ($2\theta=25,595$; $\beta=4,77$; $D=1,786$; $\cos\theta=0,9744$) qiymətləri ilə əlaqədar olaraq rentgen-faza analizi Deb-

ye-Scherrer düsturuna əsasən hesablanmışdır. Spekdə baxılan difraksiya pikinin genişlənməsinin, <100nm-dən kiçik ölçülərdə rentgen şüalarının tam konstruktiv və destruktiv interferensiyasının olmaması, difraksiya piklərinin genişlənməsi ilə əlaqədardır. Şəkil 1b-də elektrik qövsü metoduna əsasən alınmış və 25MPa təzyiq altında sıxılmış karbon nanoborunun rentgen - faza analizinə əsasən difraksiya piklərinin nümünənin morfoloji xüsusiyyətləri ilə, karbon nanoborunun ölçülərinin ($2\theta=23,5$; $\beta=0,4228$; $D=19,637$; $\cos\theta=0,979$) və divarların xüsusiyyətləri haqqında informasiya əldə etməyə yardım edir [3].

3. NƏTİCƏ

Funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun quruluş xassələri rentgen-faza difraksiya analizinin köməyi ilə müqayisəli şəkildə tədqiq edilmişdir. Şəkil 2a-da karbon nanoborunun ($2\theta=25,898$; $\beta=4,75$; $D=1,793$; $\cos\theta=0,9745$) qiymətləri ilə əlaqədar olaraq rentgen-faza analizi Debye-Scherrer düsturuna əsasən hesablanmışdır. Karboksil qrupları ilə funksionallaşdırma zamanı karbon nanoborunun səthinin dəyişməsi baş verir ki, bu da funksional qrupların daxil edilməsi ilə bağlıdır. Şəkil 1b-də elektrik qövsü metoduna əsasən

alınmış və funksionallaşdırılmış karbon nanoborunun 25MPa təzyiq altında sıxılaraq rentgen-faza analizi aparılmışdır. Difraksiya pikləri nümünənin morfoloji xüsusiyyətləri, karbon nanoborunun ölçüləri ($2\theta=23,5$; $\beta=0,34$; $D=25,94$; $\cos\theta=0,979$) və divarların xüsusiyyətləri haqqında informasiya əldə etməyə yardım edir. Rentgen-faza difraksiya analizinə əsasən nümünələrin təbiətinə uyğun spektr alınmış və tədqiqatların nəticəsi olaraq təzyiq altında sıxılmanın köməyi ilə baxılan nümünələrdə amorf fazadan kristal fazaya keçidin baş verməsi müəyyənləşdirilmişdir. Sıxılmış nümünənin difraksiya səpilmə əyrisinin yarıməninin kiçilməsi, funksionallaşdırılmış nano-borunun diametrinin isə kəskin artması müşahidə olunmuşdur ki, bunun da mexaniki xüsusiyyətlərlə yanaşı, funksionallaşdırılma təsiri ilə bağlı olması fikri irəli sürülmüşdür.

4. TƏŞƏKKÜRLƏR.

Rentgen-faza difraksiya səpilməsi analizinin aparılması üçün yaratdıqları imkanlara görə professor İmaməddin Əmiraslanova və dosent Yeganə Süleymanovaya minnətdarlığımızı bildirik.

- [1] R.Q. Abaszadə. Karbon nanoboruların rentgen-faza analizi, Texniki Universitetin Elmi Əsərləri, №3, 2019, s. 88-93.
- [2] R.Q. Abaszadə, S.A. Məmmədova, R.İ. Ələkbərov, O.Ə. Əliyev, A.M. Nəbiyev, E.M. Əliyev, O.A. Kapuş, Ş.K. Səfərəliyev. Azərbaycan Fizika Jurnalı, vol. XXVII №4, section: Az, 2019, səh.9-14
- [3] R.Q. Abaszadə, R.İ. Ələkbərov. Energetikanın problemləri, №4, 2020, səh. 21-24
- [4] Ya.P. Sun, K. Fu, Yi. Lin, W. Huang. Acc. Chem. Res. 2002, 35, pp. 1096-1104
- [5] M.A. Atieh, O.Y. Bakather, B. Al-Tawbini, A.A. Bukhari, F.A. Abuilaiwi, M.B. Fettouhi. Effect of Carboxylic Functional Group Functionalized on Carbon Nanotubes Surface on the Removal of Lead from Water, Hindawi Publishing Corporation Bioinorganic Chemistry and Applications, 2010, Article ID 603978, 9 pages
- [6] S.B. Sinnott. Chemical Functionalization of Carbon Nanotubes, J. Nanosci. Nanotech. 2002, vol. 2, No. 2, pp. 113-123
- [7] R.K. Goyal. Nanomaterials and Nanocomposites Synthesis, Properties, and Characterization Techniques, and Applications, Taylor & Francis Group, LLC CRC Press is an imprint of Taylor & Francis Group, an Informa business, 2018, 351 p.
- [8] B.C. Yadav, R.Kumar, R.Srivastav, T.Shukla. Flame Synthesis of Carbon Nanotubes using Camphor and its Characterization International Journal of Green Nanotechnology, 2011, vol.3, pp.170-179.

R.G. Abaszadə, R.İ. Alakbarov

X-RAY PHASE DIFFRACTION ANALYSIS OF FUNCTIONALIZED CARBON NANOTUBES

The presented paper is devoted to the analysis of carbon nanotubes functioning at the carboxyl group under normal conditions and under a pressure of 25 MPa. The functionalized carbon nanotube is shaped of the rectangular parallelepiped. X-ray phase diffraction analysis is carried out and the size of the nanoparticles before and after compression is determined using the Debye - Scherrer formula.

Р.Г. Абсазаде, Р.И. Алекбаров

РЕНТГЕНОФАЗНЫЙ ДИФРАКЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

Представленная статья посвящена анализу углеродных нанотрубок, функционирующих по карбоксильной группе в нормальных условиях и под давлением 25 МПа. Функционализированной углеродной нанотрубке придавали форму прямоугольного параллелепипеда, проводили рентгенофазовый анализ определяя размер наночастиц до и после сжатия с использованием формулы Дебая - Шеррера.

Qəbul olunma tarixi: 26.01.2021