

NANOKRİSTAL B₄C HİSSƏCİKLƏRİNDƏ NEYTRONLARLA ŞÜALANMANIN VAKANSİYA TƏKAMÜLÜNƏ TƏSİRİ

JALƏ G. ATAKİŞİYEVƏ

*Elm və Təhsil Nazirliyi, Radiasiya Problemləri İnstitutu
AZ 1143, B.Vahabzadə 9, Bakı, Azərbaycan*

Nanokristal bor karbid (B₄C) hissəcikləri 2×10^{17} n·sm⁻²-yə qədər sel sıxlığında neytronlarla şüalandırılmış və X-diapazonlu ESR spektroskopiyası ilə tədqiq edilmişdir. Şüalanmamış nümunədə yalnız çox zəif, geniş fon signalı qeydə alınır ki, bu da paramaqnit defektlərin ilkin konsentrasiyasının aşağı olduğunu göstərir. Neytron şüalanmasından sonra effektiv $g \approx 2,0$ olan intensiv, genişlənmiş rezonans xətti yaranır və sel artıqca onun intensivliyi əhəmiyyətli dərəcədə yüksəlir. Bu, B–C atom qəfəsində daxili vakansiya tipli və rabitə mərkəzlərinin səmərəli generasiyasına səbəb olur.

Açar sözlər: Nanokristal B₄C; neytron şüalanması; EPR spektroskopiyası.

DOI:10.70784/azip.2.2025428

Giriş

Bor karbid (B₄C) yüngül, yüksək sərtlikli keramika olub, zireh sistemlərində, aşındırıcı alətlərdə, xüsusilə də nüvə texnologiyasında idarəetmə çubuqları və kölgələyici elementlər kimi neytron udan komponentlərdə geniş tətbiq olunur [1–3]. Aşağı sıxlıq, yüksək ərhimə temperaturu və ¹⁰B izotopunun böyük neytron tutma kəsiyinin kombinasiyası B₄C-ni müasir enerji sistemləri üçün əsas funksional materiallardan birinə çevirir [4–7]. Eyni zamanda, intensiv neytron axınlarına uzunmüddətli məruz qalma B₄C-də struktur bütövlüyü və funksional xassələri zamanla dəyişdirən bilən mürəkkəb defektəmələgəlmə proseslərinə gətirib çıxarır.

Neytron şüalanması altında bor karbidi həm elastik yerdəyişmə zədələnməsinə, həm də nüvə transmutasiya reaksiyalarına məruz qalır. ¹⁰B(*n*, α)⁷Li reaksiyası nanometrik məsafələrdə enerjilərini sərf edən yüksək enerjili α-hissəcikləri və ⁷Li ionlarını yaradır və nəticədə atom yerdəyişmələrinin sıx kaskadları formalaşır. Birincili zərbə atomları, rekoil atomları və transmutasiya məhsullarının kombinasiyası vakansiyalar, interstisiyalar, defekt klasterləri və yüksək dozalar zamanı kristal qəfəsində amorf sahələr yaradır. Bu proseslər mexaniki möhkəmliyi və istilikkeçirmə qabiliyyətini pisləşdirən bilər, lakin mexanizmlər düzgün başa düşüldükdə və idarə olunduqda material xassələrinin tənzimlənməsi üçün də istifadə oluna bilər.

Son illərdə nanokristal B₄C yüksək xüsusi səth sahəsi, xırdalanmış hissəcik ölçüsü və hissəcik sərhədləri ilə sərbəst səthlərdə defektlərin səmərəli rekombinasiyası hesabına artmış radiasiya dözümlülüyü potensialına görə xüsusi maraq doğurur. Bununla belə, defektlərin annihilasiyasını təşviq edən eyni xüsusiyyətlər səthə yaxın zonalarda lokal amorflaşma və transmutasiya nəticəsində yaranan zədələnmənin konsentrasiyasına da səbəb ola bilər. Ümumiyyətlə, neytron şüalanması nanomaterialların strukturu və xassələrinə güclü təsir göstərir [8–12]. Həcmi B₄C ilə müqayisədə nanokristal B₄C-də yaxşı xarakterizə olunmuş neytron şüalanma şəraitində defektəmələgəlmə marşrutları üzrə sisteməlik tədqiqatlar hələ də məhduddur. Xüsusilə, yerdəyişmə və transmutasiya zədələnməsinin mikrostruktur təkamülü və nanoölçüdə paramaqnit

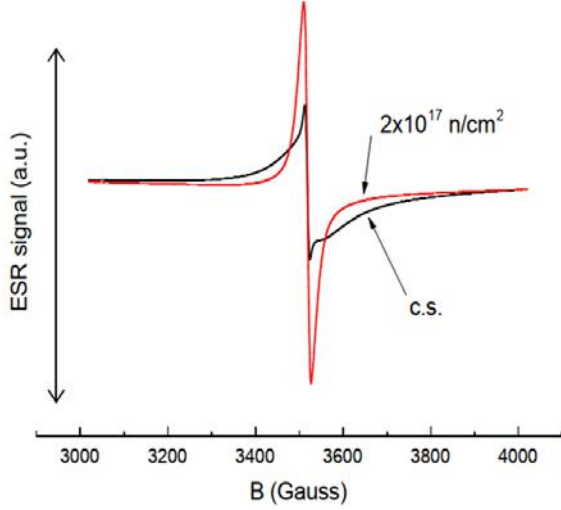
mərkəzlərin generasiyası ilə əlaqələndirilməsinə ehtiyac qalmaqdadır [13–15].

Bu iş nanokristal B₄C hissəciklərinin idarə olunan sel sıxlığında reaktor neytronlarına məruz qoyulması nəticəsində defektəmələgəlmə proseslərinin tədqiqi ilə göstərilən boşluğu qismən aradan qaldırır. Nəticələr nanokristal B₄C-də defektlərin generasiyası, klasterləşməsi və amorf qabıq əmələgəlməsi üçün mexanizmə əsaslanan təsvir qurmaq üçün istifadə olunur və radiasiyaya davamlı neytron udan keramika materiallarının layihələndirilməsi baxımından müzakirə edilir [16, 17]. Cütləşməmiş elektronlar saxlayan defektləri ESR spektroskopiyası vasitəsilə effektiv şəkildə öyrənmək mümkündür. ESR paramaqnit mərkəzlərin lokal simmetriyasına, elektron quruluşuna və konsentrasiyasına həssasdır və beləliklə, radiasiya ilə induksiya olunmuş zədələnməyə atom miqyasında birbaşa “pəncərə” açır. Son işlərdə EPR neytron şüalanmış nanokristal B₄C tozlarında istifadə olunmuş və şüalanma altında formalaşan əsas paramaqnit mərkəzlər identifikasiya edilmişdir [8, 9]. Bu məqalənin məqsədi EPR baxımından neytronlarla induksiya olunmuş paramaqnit defektlərin nanokristal B₄C-də kompakt icmalını verməkdir.

Nəticə və müzakirələr

Elektron spin rezonans ölçmələri nanokristal B₄C-də radiasiya ilə induksiya olunmuş paramaqnit mərkəzlərin təbiəti və təkamülü barədə tamamlayıcı məlumat verir. Şüalanmamış toz nümunəsi ya heç bir aşkar ESR signalı göstərmir, ya da yalnız qalıq qarışıqlara və ya əvvəlcədən mövcud defekt vəziyyətlərinə aid edilə bilən zəif, geniş rezonans xətləri verir. Neytron şüalanmasından sonra yaxşı formalaşmış EPR signalları əmələ gəlir və sel sıxlığı artıqca onların intensivliyi yüksəlir ki, bu da B–C atom qəfəsində yeni paramaqnit mərkəzlərin generasiyasını təsdiqləyir. Əsas rezonans xətti sərbəst elektron üçün xarakterik qiymətdən bir qədər böyük *g*-ə uyğun gələn sahə intervalında müşahidə olunur ki, bu da bor–karbon vahidlərində lokallaşmış deşik tipli mərkəzlərə və kovalent şəbəkədə vakansiya tipli defektlərə uyğundur. Bəzi nümunələrdə əlavə “çiyinlər” və ya qismən ayrılmış komponentlər görünür ki, bu da müxtəlif defekt tiplərinin və lokal mühitlərin üst-üstə düşən hissələrini əks etdirir.

Elektron spin rezonans (ESR) spektroskopiyası neytron şüalanması altında nanokristall B₄C-də generasiya olunan paramaqnit defekt mərkəzləri haqqında bir-başa informasiya verir. Şəkil 1-də ilkin vəziyyətdəki tozun (c.s.) və $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ flüensə qədər şüalanmış nümunənin otaq temperaturunda alınmış ESR spektrləri müqayisə edilir. Spektrlər X-diapazonunda qeyd olunmuş və 3000–4000 G maqnit sahəsi intervalında ESR signal intensivliyi–maqnit sahəsi B asılılığı kimi göstərilmişdir.

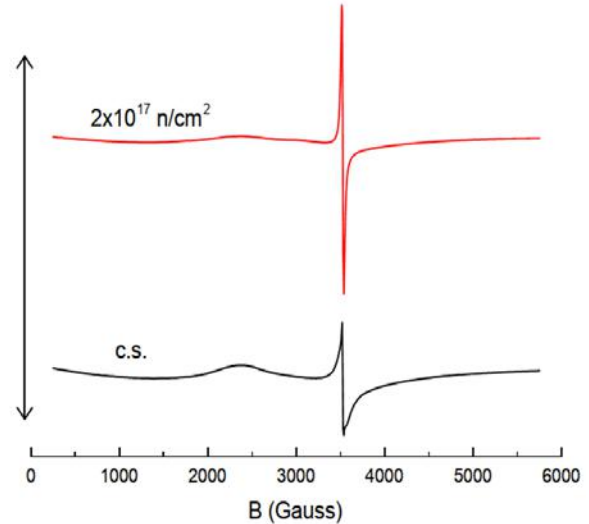


Şəkil 1. Nanokristall B₄C hissəciklərinin şüalanmadan əvvəlki (c.s.) və neytron şüalanmasından sonra ($2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$) 3000–4000 G maqnit sahəsi intervalında alınmış ESR spektrləri.

Şüalanmamış nanokristall B₄C-də çox zəif və geniş rezonans xətti və ya yalnız çətinliklə seçilən fon signalı müşahidə olunur ki, bu da əvvəlcədən mövcud paramaqnit defektlərin aşağı konsentrasiyasını göstərir. Bunun əksinə olaraq, $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ flüensə qədər neytron axınına məruz qalmış nümunə sərbəst elektron rezonans sahəsinə yaxın sahə intervalında, $g \approx 2,0$ -ə uyğun gələn, aydın seçilən ESR xətti göstərir. Bu rezonansın yaranması və intensiv artımı B–C atom qəfəsində radiasiya ilə induksiya olunmuş paramaqnit mərkəzlərin formalaşmasını açıq şəkildə nümayiş etdirir. Şüalanmadan sonra qeydə alınan ESR xətti ilkin nümunə ilə müqayisədə həm daha intensiv, həm də bir qədər genişdir. İntegral signal intensivliyinin artması vakansiya tipli defektlər, qırılmış rəbitələr və yerdəyişmə kaskadları, həmçinin $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ transmutasiya reaksiyası nəticəsində yaranan defekt kompleksləri ilə assosiasiya olunan cütsüz spinin daha yüksək konsentrasiyasına uyğundur. Xəttin genişlənməsi isə getdikcə daha nizamsızlaşan qəfəs sahələrində yerləşən defektlər arasında güclənmiş spin–spin və dipol qarşılıqlı təsirlərinə, eləcə də paramaqnit mərkəzlərin yerləşdiyi lokal mühitlərin paylanmasına işarə edir. Neytron şüalanmasından sonra spektrdə əsasən tək dominant rezonans xəttinin saxlanılması paramaqnit mərkəzlərin böyük hissəsinin oxşar elektron quruluşa malik, bir-biri ilə qohum defekt ailəsinə daxil olduğunu göstərir; bu cür mərkəzlərə ən çox ehtimal olunan namizədlər bor və karbonla bağlı asılı

(yarımçıq) rəbitə mərkəzləri və onların kompleksləridir. Xətt strukturunda incə quruluşun və ya güclü anizotrop komponentlərin olmaması bu mərkəzlərin struktur baxımından nizamsız mühitdə paylandığını göstərir ki, bu da HRTEM və digər mikrostruktur tədqiqatlarının göstərdiyi kimi hissəcik sərhədlərində və səthə yaxın zonalarda defekt klasterləşməsi və qismən amorflaşma ilə uyğun gəlir. Ümumilikdə, Şəkil 1-də təqdim olunan ESR məlumatları nanokristall B₄C-nin neytron şüalanması nəticəsində paramaqnit defektlərin konsentrasiyasının əhəmiyyətli dərəcədə artdığını təsdiqləyir. $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ flüens üçün güclü ESR cavabı nöqtəvi defektlərin və defekt klasterlərinin əsasən səthə yaxın və hissəciklərarası sahələrdə toplanmasına, nəticədə şüalanma zamanı nanoqızda təkamülün əsas rolunu oynayan defektlərlə zəngin qabıqların formalaşmasına işarə edir.

Şəkil 1-də göstərilən spektrləri tamamlayıcı olaraq, şəkil 2-də eyni nanokristall B₄C tozları üçün həm ilkin (c.s.), həm də neytron şüalanmış ($2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$) nümunələrin təxminən 1000-dən 6000 G-yə qədər geniş maqnit sahəsi intervalında alınmış ESR spektrləri verilmişdir (şəkil 2). Bu daha geniş sahə pəncərəsində sərbəst elektron sahəsi ətrafındakı əsas xəttədən başqa əlavə rezonanslar müşahidə olunmur. Mərkəzi sahə intervalından kənarında spektrlər faktiki olaraq xətti qalır və yalnız şüalanmış nümunədə eyni defektlə bağlı rezonansın daha intensiv və bir qədər genişlənmiş forması görünür.



Şəkil 2. Eyni nanokristal B₄C nümunələrinin (c.s. və $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$) 1000–6000 G maqnit sahəsi intervalında qeyd olunmuş geniş sahə X-diapazonlu ESR spektrləri.

Geniş sahə skanında əlavə xətlərin müşahidə olunmaması onu göstərir ki, neytron şüalanması nəticəsində fərqli g -qiymətlərinə malik ikinci dərəcəli maqnit fazalar və ya paramaqnit xaotik mərkəzləri əmələ gəlmir. Xüsusilə, keçid metallarının ionları və ya ferromaqnit/ferrimaqnit çirklənmələr üçün xarakterik signal eksperimental həssaslıq daxilində qeydə alınmır. Bu, şüalanmış tozda müşahidə olunan əsas ESR cavabın B–C atom torunda yerləşən daxili defektlərdən və $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ reaksiyası ilə əlaqəli transmutasiya mənşəli komplekslərdən qaynaqlandığını təsdiqləyir. Şəkil 1

üçün aparılan xətt forması və intensivlik təhlili ilə birlikdə şəkil 2-dəki geniş sahə məlumatları neytron şüalanmasının əsasən B_4C -yə xas, bir-birilə yaxın elektron quruluşuna malik tək bir defekt ailəsinin konsentrasiyasını və lokal mühitini dəyişdirdiyini göstərir ki, bu da defekt quruluşları və amorf zonalarla sıx bağlıdır.

Elektron spin rezonans ölçmələri nanokristal B_4C -də neytron şüalanması altında paramaqnit defekt mərkəzlərinin formalaşmasını izləmək üçün aparılmışdır. Şəkil 1-də şüalanmamış toz (c.s.) və $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ flüensə qədər şüalanmış nümunə üçün 3000–4000 G dar maqnit sahəsi pəncərəsində alınmış otaq temperaturu X-diapazonlu spektrlər göstərilir. İstinad tozu yalnız çox zəif, demək olar ki, xüsusiyyətsiz siqnal verir ki, bu da paramaqnit defektlərin ilkin konsentrasiyasının aşağı olduğunu göstərir. Neytron şüalanmasından sonra sərbəst elektron sahə mövqeyinə yaxın rezonans xətti əmələ gəlir və effektiv g-faktor 2,0-a yaxın olur. İntegral siqnalın güclü artımı B–C atom torunda cütsüz spinlərin səmərəli generasiyasına dəlalət edir. Eyni zamanda, şüalanmış nümunənin ESR xətti istinad nümunəsinə nisbətən əhəmiyyətli dərəcədə genişlənməmişdir. Bu genişlənmə defektlərlə zəngin sahələrdə yerləşən spinlər arasında güclənmiş dipol və mübadilə qarşılıqlı təsirlərini və lokal mühitlərin daha geniş paylanmasını əks etdirir. Xətt forması bir-birindən yaxşı ayrılmış bir neçə mərkəzdən deyil, bir-birinə yaxın, yaxın defekt növlərinin üst-üstə düşən töhfələrindən ibarət olması ilə uyğun gəlir. Bu cür davranmış kovalent qəfəsdə neytron şüalanması altında sabitləşən vakansiya tipli defektlər, qırılmış rabitələr və kiçik defekt kompleksləri üçün xarakterikdir.

Əlavə paramaqnit növlərin və ya xarici maqnit fazaların mövcud olub-olmadığını yoxlamaq üçün ölçmələr təxminən 1000-dən 6000 G-yə qədər daha geniş maqnit sahəsi intervalında təkrar aparılmışdır (şəkil 2). Mərkəzi rezonans regionundan kənarında həm şüalanmamış, həm də şüalanmış tozlar üçün spektrlər demək olar ki, tamamilə düz qalır və eksperimental həssaslıq daxilində əlavə xətlər və ya peyk strukturları qeydə alınmır. Xüsusilə, keçid metallarına xas olan siqnallar və ya ferromaqnit/ferrimaqnit çirklənmələrin əlamətləri müşahidə olunmur. Bu nəticələr göstərir ki, müşahidə olunan ESR cavab B_4C -də daxili defekt vəziyyətlərindən və transmutasiya ilə bağlı komplekslərdən qaynaqlanır, xarici fazalardan deyil. Dar və geniş sahə ölçmələrinin kombinasiyası göstərir ki, neytron şüalanması əsasən

B_4C -yə xas tək bir paramaqnit defekt ailəsinin populyasiyasını artırır və lokal mühitini dəyişir. $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ flüens üçün rezonansın yüksək intensivliyi və orta dərəcədə genişlənməsi struktur baxımından nizamsızlaşmış sahələrdə, defektlərlə zəngin qabıqlarda və qismən amorf zonalarda bu cür mərkəzlərin yüksək konsentrasiyasına işarə edir ki, bu da nanokristal B_4C -nin neytron şüalanması altında mikrostruktur təkamülü ilə uyğun gəlir. Beləliklə, ESR neytron axını altında nanokristall B_4C -də formalaşan defekt populyasiyasının və onun nanoölçülü mikrostrukturla əlaqəsinin həssas spektroskopik göstəricisi kimi çıxış edir.

Nəticələr

Nanokristall B_4C tozları tədqiqat reaktorunda neytron şüalanmasına məruz qoyulmuş və yaranan defekt təkamülü X-diapazonlu ESR spektroskopiyası ilə öyrənilmişdir. $2 \times 10^{17} \text{ n} \cdot \text{sm}^{-2}$ -yə qədər neytron seli effektiv $g \approx 2,0$ olan intensiv, genişlənməmiş rezonans xəttinin əmələ gəlməsinə səbəb olur ki, bu da B–C atom qəfəsində daxili vakansiya tipli və asılı (yarımçıq) rabitə mərkəzləri və onların komplekslərinin səmərəli generasiyasına səbəb olur. ESR siqnalının inteqral intensivliyinin flüenslə güclü artması cütsüz spinlərin tədricən toplanmasını, xəttin paralel genişlənməsi isə güclənmiş dipol və mübadilə qarşılıqlı təsirlərini, həmçinin, lokal defekt mühitlərinin paylanmasını əks etdirir. Bu, təcrid olunmuş paramaqnit mərkəzlərdən defektlərlə zəngin sahələrə və klasterlərə keçidi, yəni defektlərin toplanmasını və qismən amorflaşmanı göstərir. Geniş sahə ölçmələri keçid metal qarışıqları və ya ikinci dərəcəli maqnit fazalarla əlaqələndirilə bilən əlavə rezonansların olmadığını göstərir və bu da dominant paramaqnit cavabın B_4C -yə məxsus daxili defektlərdən və $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ reaksiyası ilə əlaqəli transmutasiya məhsulləri komplekslərdən qaynaqlandığını təsdiqləyir. Ümumilikdə, EPR məlumatları göstərir ki, neytron şüalanması nanokristal B_4C -də struktur baxımından nizamsızlaşmış və qismən amorf sahələrdə üstünlük təşkil edən yüksək sıxlıqlı daxili paramaqnit defektlər generasiya edir və bu defekt populyasiyasının nanoölçülü mikrostrukturla əlaqəsini həssas spektroskopik “barmaq izi” kimi izləməyə imkan verir.

- [1] P. Gokul et al. "Development of boron carbide concrete for enhanced radiation shielding in nuclear reactors" Case Studies in Construction Materials 22, 2025, e04354.
- [2] C. Dominguez et al. "Investigation on boron carbide oxidation for nuclear reactor safety: Experiments in highly oxidising conditions" Journal of Nuclear Materials 374, 2008, 473–481.
- [3] Fatemeh Soltanifar et al. "Defect Recovery and Functional Property Enhancement of Gamma-Irradiated Boron Carbide Nanopowders for

Nuclear Applications" Journal of Nuclear Materials 2025, 156357.

- [4] I. Erkoyuncu et al. "An evaluation of gamma and neutron shielding features of concrete reinforced with stainless steel/boron carbide: Experimental, theoretical analysis and Monte Carlo simulations approaches" Radiation Physics and Chemistry 239, 2026, 113249.
- [5] N. Ramli et al. "Modified ultra-high-performance concrete with boron carbide for neutron and gamma radiation shielding" Construction and Building Materials 467, 2025, 140421.

- [6] *Shiwei Xu et al.* "Boron carbide nanoparticles for boron neutron capture therapy" RSC Advances 15, 2025, 10717–10730.
- [7] *M. Dejangah et al.* "Polymer-based tungsten/lead-boron carbide composites for dual-mode photon and neutron shielding in LINACs" Radiation Physics and Chemistry 238, 2026, 113185.
- [8] *Elchin M. Huseynov, Jale G. Atakishiyeva.* "Characterizing neutron irradiation-induced effects in the nanocrystalline B₄C particles using EPR spectroscopy" Solid State Sciences 154, 107604, 2024.
- [9] *Elchin M. Huseynov, Anze Jazbec.* "Application of neutron transmutation technology to control the physical properties of nanoparticles at the atomic scale" Carbon 229, 119568, 2024.
- [10] *Elchin M. Huseynov.* "FTIR spectroscopy of ZrC nanoparticles under the gamma radiation" Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy 286, 122032, 2023.
- [11] *Elchin M. Huseynov.* "Modulation of conductivity in neutron-irradiated nanocrystalline β -SiC through trace and dopant elements" Journal of Electronic Materials 54, 2025, 8920–8934.
- [12] *Elchin M. Huseynov, Tural G. Naghiyev.* "Low temperature DSC investigation of neutron irradiated non-crystalline Si₃N₄ nanoparticles" Journal of Non-Crystalline Solids 647, 2025, 123272.
- [13] *M. Kakazey et al.* "X-ray and EPR study of reactions between B₄C and TiO₂" Materials Science and Engineering: A 418, 2006, 111–114.
- [14] *Hui Jiang et al.* "Investigation of defects in sputtered W/B₄C multilayers" Applied Surface Science 357, Part A, 2015, 1180–1186.
- [15] *N. Djourelou et al.* "Effect of the defects on Li diffusion in irradiated B₄C" Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 570, 2026, 165953.
- [16] *Zhipeng Huo et al.* "Microstructure regulatable PbWO₄ fillers reinforced B₄C/HDPE composites for synergistic radiation shielding of neutron and gamma-ray" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 197, 2025, 109011.
- [17] *Haroon Rashid et al.* "Air-plasma sprayed Al-B₄C composite coating for advanced radiation shielding" Journal of Alloys and Compounds Communications 7, 2025, 100103.

Jale G. Atakishiyeva

**EFFECT OF NEUTRON IRRADIATION ON VACANCY EVOLUTION
IN NANOCRYSTALLINE B₄C PARTICLES**

Nanocrystalline boron carbide (B₄C) particles were irradiated with neutrons up to a fluence of 2×10^{17} n·cm⁻² and studied by X-band ESR spectroscopy. In the unirradiated sample only a very weak, broad background signal is detected, indicating a low initial concentration of paramagnetic centers. After neutron irradiation, an intense, broadened resonance line with an effective $g \approx 2.0$ appears, and its intensity increases markedly with fluence. This behaviour is attributed to the efficient generation of vacancy-type and bond-related centers in the B–C atomic lattice.

Qəbul olunma tarixi: 08.12.2025