



**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASININ PREZİDENTİ YANINDA
ELMİN İNKİŞAFI FONDU**

**Azərbaycan Respublikasının Prezidenti yanında Elmin İnkişafı Fondunun
elmi-tədqiqat proqramlarının, layihələrinin və digər elmi tədbirlərin
maliyyələşdirilməsi məqsədi ilə qrantların verilməsi üzrə
2012-ci il üçün 2-ci müsabiqəsinin (EİF-2012-2(6)) qalibi olmuş
lahiyənin yerinə yetirilməsi üzrə**

YEKUN ELMİ-TEXNİKİ HESABAT

Layihənin adı: **Funksional polimerlər matrisasında metal nanohissəciklərinin və polimermetalsulfid nanokompozitlərin alınmasının elmi-praktiki əsaslarının işlənib hazırlanması**

Layihə rəhbərinin soyadı, adı və atasının adı: **Əkbərov Oqtay Hümmət oğlu**

Qrantın məbləği: **90 000 manat**

Layihənin nömrəsi: **EİF-2012-2(6)-39/26/4-M-08**

Müqavilənin imzalanma tarixi: **18 fevral 2013-cü il**

Qrant layihəsinin yerinə yetirilmə müddəti: **12 ay**

Layihənin icra müddəti (başlama və bitmə tarixi): **01 aprel 2013-cü il-01 aprel 2014-cü il**

Diqqət! Bütün məlumatlar 12 ölçülü Arial şrifti ilə, 1 intervalla doldurulmalıdır

Diqqət! Uyğun məlumat olmadığı təqdirdə müvafiq bölmə boş buraxılır

Hesabatda aşağıdakı məsələlər işıqlandırılmalıdır:

1 Layihənin həyata keçirilməsi üzrə yerinə yetirilmiş işlər, istifadə olunmuş üsul və yanaşmalar

Layihə mövzusunə aid elmi ədəbiyyatın araşdırılması və müqayisəli müzakirəsi

CdS və ZnS nanohissəciklərinin sintezi və tədqiqi son dövrlərin ən aktual mövzusu olduğu üçün bu sahədə xeyli işlər görülmüşdür. Bunu nəzərə alaraq son 15 ildə bu mövzuda görülmüş işlərin bir neçəsi analiz edilmişdir. 1997- ci ildə polikristallik kadmium sulfid əsaslı nanostrukturulu kompozit fotokatalizatorlar tədqiq edilmişdir. Yeni fotokatalizatorların- kadmium sulfidin Mis(I),gümüş(I), civə(I), mis(II), bismut(II), sürmə(II), və dəmir (III) sulfidlərin nanohissəcikləri və nazik təbəqələri ilə nanokompoziti tədqiq edilmişdir. Fotohəssaslığın diapazonu, artmış aktivliyin təbiəti və fotokatalitik effektlərin özünəməxsusluğu müzakirə edilmişdir [1].Mikrodalğa ilə nanohissəciklərin sintezi üsulu sintez texnologiyaları sahəsində metal sulfid nanohissəciklərinin

alınmasında digər məlum üsullara nisbətən özsürətliliyi və qiymət effektivliyinə böyük əhəmiyyət kəsb edir. Mispa K.J.Subramaniam P. və başqalarının gördüyü işdə metal sulfid, yəni PbS, CdS nanohissəciklərinin sintezi mikroalğa üsulu ilə heç bir axın sistemi quraşdırılmadan natrium hidrosidi yanacaq kimi tətbiq etməklə ilkin maddə olan metal asetatın termiki parçalanmasından alınmışdır. Sonra metal sulfid nanohissəciklərinin ölçüsü Rentgen diffraksiya əyriləri ilə xarakterizə edilmişdir. Skanedic electron mikroskopiyasına əsasən müəyyən edilmişdir ki, alınmış nanohissəciklərin morfoloqiyası nanoyumaq formasındadır. Çıxım faizi və hissəciklərin ölçüsü bu metod ilə nanohissəciklərin çox ucuz alındığını göstərir [2]. 2000- ci ildə Lingdong Sun və başqalarının gördüyü işdə malein anhidridistirol sopolimeri CdS nanokristallarının dimetilsulfoksidin sulu məhlulunda sintezi üçün istifadə edilmişdir. Polimerə yüklənmiş Cd²⁺ ionlarının qatılığı İnduktiv Əlaqəli Plazma- Atom Emission Spektroskopiya (İCP-AES) vasitəsilə təyin edilmişdir. CdS nanokristallarını xarakterizə etmək üçün Fourier Transform İnfrared (FTİR), Transmission Elektron Mikroskopiyası (TEM), UV-vis spektrofotometriyası və Flüoresent spektrofotometriyası istifadə edilmişdir [3].

2001- ci ildə aparılmış işdə CdS, CdS: Mn, ZnS, ZnS: Mn və ZnS: Tb nanohissəcikləri karboksil qruplu malein anhidridi- stirol sopolimerinin qəlib kimi istifadəsi ilə alınmışdır. CdS nanohissəciklərinin orta ölçüsü UV-vis udma spektrlərindən və TEM mikroskopu ilə müşahidədən 2.5 nm olmaqla müəyyən edilmişdir. Doldurucu ionların xarakterik emissiyası müşahidə olunmuş və sahibdən doldurucu ionlara enerji keçidi təsdiqlənmişdir. Sopolimer ilə metal ionları arasında rabitə effektləri infraqırmızı spektrlərin öyrənilməsi ilə təsdiqlənmişdir. Malein anhidridi- stirol sopolimeri hidroliz edib metal ionları ilə karboksil qrupları vasitəsilə xelat əmələ gətirmişdir və bu nanohissəciklər alındıqdan sonra qoruyucu təbəqə kimi rol oynamışdır [4].

Bundan başqa elə həmin il aparılmış digər işdə polianilin matrisasına daxil edilmiş CdS nanokristallarının optiki spektrləri öyrənilmişdir. Polimer matrisa CdS nanohissəciklərinin udma əyrisinin yüksək enerjiyə tərəf hərəkətini müəyyən edir [5]. Bhattacharje B., Ganguli D. və başqalarının 2002 –ci ildə gördüyü işdə polietilen qliol (PEG 300) matrisasının nazik təbəqə formasına daxil edilmiş yaxşı dispersləşmiş CdS nanohissəciklərinin sintezinin sadə metodu işlənmişdir. PEQ və CdS-in molar nisbəti 70: 30- dan 50: 50- yə hüdudlarda dəyişmişdir. Ölçüsü idarə oluna bilən nanohissəciklərin (r~ 3-8 nm) daxil olduğu təbəqələr toplanmadan sonrakı soyuma temperaturunun və vaxtının tənzimlənməsi ilə alınır. Kvant məhdudlaşmasına əsasən kristalların ölçüsünün azaldılması ilə alınmış təbəqələr optiki xassələrdə sistematik variasiya göstərirlər. Təbəqədə olan nanohissəciklər öz təsdiqini Transmission Elektron Mikroqrafı (TEM) sayəsində tapdı. Fotolüminessent tədqiqatlar hissəciklərin ölçüsünün azaldılması ilə mavi oblasta sürüşməni müəyyən etdi. Təbəqə bir neçə həftə rütubətli şəraitdə (nisbi rütubət 40%) qocaldılsa da heç bir deqradasiya prosesinə uğramadı [6].

2002- ci ildə elə həmin müəlliflərin gördüyü işdə polimer (PEQ 300) və solgel silisium əsaslı matrisalara daxil edilmiş CdS nanohissəciklərini sintez etmək üçün kimyəvi üsullar tətbiq edilmişdir. Səth- halı ilə əlaqəli lüminessensiyanın hissəciklərin ölçüsündən asılılığını təyin etmək üçün hissəciklərin sistematik böyüməsi (radius 3- 9 nm) toplanmadan sonrakı soyuma temperaturu və müddətinin tənzimlənməsi ilə əldə edilmişdir. Zəif məhdudlaşma zonası üçün təklif olunmuş empirik asılılığı fotolüminessent pik enerjisindən kimyəvi üsulla alınmış CdS nanohissəciklərinin ölçüsünü böyük etibarlılıqla hesablamaq üçün istifadə etmək olar [7]. Yaming Chen və başqalarının 2003- cü ildə apardığı işdə CdS nanokristalları malein anhidridi- stirol qeyri müntəzəm sopolimerinin N, N- dimetilformamid məhlulunda kadmium asetat ilə tiokarbamidin reaksiyası vasitəsilə alınır. Müxtəlif reaksiya müddətlərində və ya kadmium asetatın müxtəlif qatılıqlarında alınmış qeyri müntəzəm sopolimer/ CdS nanokristal kompozitlər çox stabil idi və otaqtemperaturunda ultra bənövşəyi şüalanmanın təsiri ilə parlaq fotolüminessent emissiya vermişdir. Alınmış CdS/ malein anhidridi- stirol sopolimernanokompozitinin morfoloji strukturu və fotolüminessent xassələri UV- visspektroskopiya, fotolüminessent spektroskopiya və transmission elektronmikroskopiya üsulları ilə xarakterizə olunmuşdur [8]. 2004-cü ildə aparılmış işdə yüksək

keyfiyyətli lüminessent CdS nanokristalları ilkin maddələrin surfaktant kimi istifadə edilən olein turşusu ilə birgə optiki şəffaf polistirol (PS) və polimetilmetakrilat (PMMA) daxilində termiki parçalanması vasitəsilə sintez edilib. Alınmış nanokompozit təbəqələrin optiki xassələri absorpsion və emission spektroskopiyaya ilə tədqiq edilmişdir. CdS kvant nöqtələrinin lüminessensiya zolağının genişlənməsi hər iki polimer matrisada müşahidə edilir və kompozitlərin flüoressensiyası dar emissiya görüntüsünü saxlayır. Nanokompozitdə səth liqandlarının oynadığı rolu tədqiq etmək üçün nanokristalların səthində oktilaminlə örtücü mübadilə həyata keçirilmişdir və məhlulda optiki lüminessensiya xassələrinin yüksəldiyi müşahidə edilmişdir [9]. Qeyri üzvi nanohissəciklərin kimyası və texnologiyasındakı son nailiyyətlər onların müxtəlif metal oksidləri, xalkogenidlər və s. maddələrdə sintezini mümkün edir. Nanohissəciklərin səth modifikasiyası bəzi hallarda onların maye karbohidrogenlərdə stabil olan məhlulunun alınmasını təmin edir. Qeyri üzvi nanohissəciklərin sintezi və tribologiyada tətbiqi Bakunin V.N., Suslov A.Yu. və başqalarının apardığı işdə müzakirə mövzusu olmuşdur. Səthi örtülmüş və örtülməmiş molibden sulfid nanohissəciklərinin sintezi və onların maye yağlayıcılarda sürtünməni aradan qaldıran əlavələr kimi sınaqlarına xüsusi diqqət yetirilir. MoS_x nanohissəcikləri və molekulyar molibden komplekslərinin təsirmexanizmindəki fərqlər müzakirə edilir. Qeyri üzvi nanohissəciklərin yağlayıcı əlavələr kimi gələcək tətbiqi təklif edilir [10]. CdS, HgS-ə nisbətən geniş qadağan olunmuş zonaya malik maddədir. Akademik və texnoloji nəzərdən hər ikisi maraqlıdır. CdS, HgS və həmçinin onların kompozitlərinin nanodispersiyaları (kolloidləri) müxtəlif metodlarla ilkin maddələrin əlavə olunduğu setiltrimetilammonium bromid kation surfaktantının mitsella məhlulundan 2005-ci ildə hazırlanmışdır [11]. Brekhovskikh A.A., Bekasova O.D. və başqalarının gördüyü işdə cadmium sulfid nanohissəcikləri (3.2- 5.6 nm) R- Pikoeritrin zülal matrisası istifadə edilməklə alınmışdır. Reagent qatılığının və məhlulun pH- ının CdS hissəciklərinin ölçüsünə təsiri yoxlanılmışdır. Nanohissəciklərin optiki və fotokimyəvi xassələri öyrənilmişdir.

Seçici flüorimetriya nəticələri göstərir ki, 3.2 nm- dən böyük CdS hissəcikləri heteroagregatlardır. Müəyyən edilmişdir ki, metil viologen dixloridin fotoreduksiyası ərzində CdS nanohissəciklərinin sintezi davam edir. Güman edilir ki, CdS hissəciklərinin böyüməsi R- Pikoeritrin heksomerinin daxilində olan boşluğun ölçüləri (3.5 x 6 nm) ilə məhdudlaşır [12].

2006- cı ildə CdS nanokristalları ilkin maddə olan metal üzvi birləşmənin koordinasiya etməyən (etanol) və koordinasiya edən (olein turşusu) həlledicidə aşağı temperaturlu termolizi ilə sintez edilmişdir. Metalüzvi ilkin maddə kadmiyum xlorid, tiokarbamid və natrium hidrosidin etanoldakı məhlulundan alınır. Məhsullar yüksək ayırdetmə qabiliyyətli Transmission Elektron Mikroskopiyası (TEM) və tozşəkilli Rentgen diffraksiya metodları ilə xarakterizə olunmuşdur. Nukleasiya və böyümə mərhələləri görünən- Ultrabənövşəyi udma spektroskopiyası (UV-vis) ilə xarakterizə edilmişdir. Olein turşusunda sintez edilmiş CdS nanokristalları etanolda sintez edilmiş kristallara nisbətən daha dar ölçü paylanmasına malikdir. Qocalma mərhələsində etanol məhlulunda CdS nanokristallarının kubik srukturdan heksoqonal struktura faza keçidi müşahidə edilmişdir. Olein turşusunda alınmış CdS nanokristallarında güclü fotolüminessensiya müşahidə edilmişdir [13].

Zhao F.H., Su Q. və başqalarının gördüyü işdə kimyəvi üsulla nəinki heksoqonal CdS nanostrukturulu materiallar, həmçinin kubik sferolit CdS fazası da alınmışdır. Bundan əlavə həm sıfır- ölçülü nanokürelər, həm də bir ölçülü CdS nanoçubuqlar seçici olaraq amin istifadə etməklə yetişdirilir. Üzvi amin birləşmələr CdS nanokristallarının yetişdirilməsində həlledici rol oynayır. CdS nanoçubuqlarının ən aşağı temperaturlu (60°C) sintezi solvotermal üsulla əldə edilib, bu etilendiamin mühitində kristallik CdS nanoçubuqlarının sintezinin ən aşağı temperaturudur. Fiziki xassələri xarakterizə edən optiki xassələr kimyəvi sintez prosedurundan asılıdır. Həlledicinin istifadəsi ilə 550 nm- dəki yaşıl fotolüminessensiya əhəmiyyətli dərəcədə genişlənməmiş və mavi oblasta meyli müşahidə edilmişdir [14].

K. Suresh Babu, C. Vijayan və başqalarının apardığı işdə müxtəlif ölçülü CdS nanokristalları həlledici kimi DMF və örtücü agent kimi 3- merkaptopropil trimetoksi silan istifadə etməklə stabil

klaster kimi sintez edilmişdir. Örtücü agentin qatılığını artırmaqla nanokristalların ölçüsü idarə edilmişdir. TEM nəticələri göstərdi ki, örtücü agentin qatılığının dəyişməsi ilə ölçüsü 4.5 və 2.8 nm arasında dəyişən stabil CdS nanokristalları alınır. Örtücü agentin qatılığının müxtəlif qiymətlərində alınmış nanokristalların yetişməsi optiki və fotoluminessent metodların tətbiqi ilə müəyyən zaman intervalında yoxlanılmışdır. Səth modifikasiya effektlərinin luminescent emissiyaya təsiri müəyyən edilmişdir [15].

ZHANG Jun və başqaları tərəfindən əks mitsella metodu ilə alınmış CdS nanokristallarında mavi, yaşıl, narıncı və qırmızı luminessensiya müşahidə edilmişdir. 480 nm ətrafında müşahidə olunan mavi luminessensiya elektron-deşik cütünün şüalanma rekombinasiyasını təcəssüm etdirir. 650 nm ətrafındakı qırmızı luminessensiya nanokristalların səth defektlərində tutulmuş eksitonların şüalanma rekombinasiyası sayəsində baş verir. Çoxrəngli luminessensiyalı CdS nanokristalları rəngli displeylərdə və bionişanlanmada tətbiq edilə bilər [16].

Lazovski V. və Strilchuk G. tərəfindən sedimentasiya üsulu ilə alınmış CdS hissəciklərinin luminessent spektrləri öyrənilmişdir. Ölçülmüş və hesablanmış fotoluminessent spektrlərin müqayisəsi hissəciklərin forma- paylanması metodunun əsası kimi istifadə edilmişdir. Bu məqsədlə absorbsiya və luminessensiya spektrlərində simmetriya qaydası istifadə edilə bilər. Absorbsiya spektrləri sahə nəzəriyyəsinin funksiyaları ilə hesablanmışdır. Fotoluminessensiyanın təcrübi spektrləri sedimentasiya prosesi ərzində tozşəkilli CdS nanokompozitində ölçülmüşdür. Sedimentasiya zamanı qeydə alınan luminessensiya spektrlərinin modifikasiyası CdS suspenziyasının ölçü və forma paylanması dəyişməsi ilə assosiasiya olunur. Nəticədə hissəciklərin forma paylanması 1 mkm- dən aşağı ölçülər üçün çıxarılmışdır [17].

Muradov M.B., Nuriyev M.A. və Eyvazova G.M apardıqları bu işdə jelatinin müxtəlif Cu₂S və CdS xalkogenid yarımkeçirici nanohissəciklər saxlayan kompozitlərinin xüsusi səth müqavimətinin temperatur asılılığını tədqiq etmiş və göstərmişlər ki, nanokompozitlər pozistor effekt göstərirlər. Müəyyən edilmişdir ki, pozistor effekti polimer- nanohissəcik fazaları arasında molekullarası qarşılıqlı təsir hesabına ortaya çıxır. Belə ki, bu sistemlərdə elektrik keçiriciliyi nanohissəciklər arasında polimer təbəqəsindən tunellənmə ilə baş verir [18].

2007-ci ildə yüksək kristallığa malik CdS nanohissəcikləri polioksietilen laurel efiri / su / tsikloheksan / butanol tərkibli mikroemulsiyada hidrotermal metodla alınmışdır. CdS nanohissəciklərinin strukturu və ölçüsü TEM və Rentgen diffraksiya metodları ilə tədqiq edilmişdir. Həmçinin nümunələrin UV- vis optiki udması tədqiq edilmişdir. Nəticələr göstərir ki, hidrotermal üsul aşağı temperaturda heksaqonal strukturlu CdS nanohissəciklərinin alınmasının effektiv metodudur. Hissəciklər ölçü həmcinsliyinə malikdir. Suyun surfaktanta olan molyar nisbəti artdıqca CdS nanohissəciklərinin diametri azalır. Bu işdə hazırlanmış CdS nanohissəciklərinin minimum diametri 10 nm olmuşdur. Həqiqətən də UV- vis udma spektrlərində mavi oblasta meyli müşahidə olunur [19].

2007-ci ildə aparılmış digər işdə CdS / rektorit nanokompoziti kükürləşmə ilə davam edən kation- mübadilə reaksiyası ilə sintez edilmişdir. Alınmış nümunələr Rentgen diffraksiya, infraqırmızı spektroskopiyaya, transmission elektron mikroskopiyaya (TEM), UV- vis diffuz əksölünmə spektroskopiyası və termiki analiz vasitəsilə xarakterizə olunmuşdur. Alınmış nəticələr göstərir ki, CdS, kompozit daxilində sütuncuqlar və nanohissəciklər formasında mövcuddur. Kristallaşmış CdS hissəcikləri heksaqonal simmetriyadadır. Sütuncuqlu nanokompozitin fotokatalitik funksiyası boş rektorit və təmiz CdS- inkinə nisbətən əhəmiyyətli dərəcədə artmışdır. Bundan əlavə, alınmış nanokompozitin fotostabilliyi təmiz CdS- inkinə nisbətən yaxşıdır, bu işə sahib komponentin CdS- in fotokorroziyasına ləngidici təsiri hesabına baş verir [20].

Yarımkeçirici nanohissəciklərin optiki və elektrik xassələri onların ölçüsündən ciddi surətdə asılıdır. 2008- ci ildə aparılmış bu işdə ilkin maddə olaraq metalüzvi birləşmələrin istifadəsi ilə alınmış CdS nanohissəciklərinin foto- və elektroluminessensiyasının hissəciklərin ölçüsündən asılılığı müəyyən edilmişdir. İlkin maddə CdCl₂, tiokarbamid və NaOH- ın etanolda həll olması ilə alınmışdır. Alınmış məhlul 60°C- də saxlanılmış və müxtəlif reaksiya müddətlərində nümunələr

götürülmüşdür. Nümunələr transmission elektron mikroskopiyası (TEM) və Rentgen diffraksiya metodu ilə xarakterizə edilmişdir. Daha qısa reaksiya müddətində daha kiçik CdS nanokristalları alınır, hansı ki, absorbsiya əyrisində mavi meyllilik göstərir. Fotolüminessensiya spektrlərində 528 nm- də bir pik müşahidə edilir.

Elektrolüminessent tədqiqatlar göstərir ki, şüa emissiyası müəyyən başlanğıc gərginlikdə başlayır və tətbiq olunmuş gərginliyin artması ilə kəskin artır. Görünür ki, daha kiçik CdS kristalları daha aşağı başlanğıc gərginlikdən başlayan yüksək parlaqlığa malik elektrolüminessensiya verir. Görünür ki, CdS nanohissəciklərində elektrolüminessensiya yüksək elektrik sahəsi hesabına baş verir. Elektronların deşiklərdə rekombinasiyası şüa emissiyasına səbəb olur [21].

Nanohissəciklər molekul və həcmi maddələr arasında aralıq mövqe tutur. Onlar xüsusi fiziki və kimyəvi xassələrinə görə katalizdə, optoelektronikada və bioloji tədqiqatlarda geniş tətbiq edilir. Bu nanohissəciklərin polimer matrisaya daxil edilməsi onların xüsusi funksiyalarının göstərilməsinin ən yaxşı metodlarında biridir, hansı ki, nəinki, nanohissəcikləri stabilləşdirir, həm də nanohissəciklərin və polimerin funksional ahəngini reallaşdırır. Bu ideyanın reallaşdırılması üçün nanohissəciklər və polimerlər arasında uyğunluq olmalıdır. Buna görə də gözlənilən funksiyaları almaq üçün SUN Hai Zhu və YANG Bai tərəfindən nanohissəcik və polimerin kompozitinin alınmasının müxtəlif metodları işlənmişdir. Bu işdə müxtəlif funksional birölcülük, ikiölcülük, və həmçinin həcmi kompozitlərin sintezinin "in situ" və başqa metodlarının qarışığı xüsusən tədqiq edilmişdir. Bu işin əsas özəlliyi nanohissəciklərin polimer daxilində həmcinsin paylanması şərtləndirən nanohissəcikpolimer uyğunluğunun təmin edilməsidir. Polimer şəbəkəsinin mövcudluğu nanohissəcikləri daha stabil edir və onların funksiyalarını daha aydın biruzə verir [22].

2009- cu ildə aparılmış işdə CdS nanokristallarının ilkin maddə olan (kadmium (II) bis(salisil aldehydat)]- in və kükürdün oleilamidə termiki parçalanmasından alınması üsulu yeni sintez üsulu kimi tədqiq edilmişdir. Bu üsulla sintez edilmiş CdS kristallarının ölçüsü 10 nm- dir. Alınmış məhsul Rentgen diffraksiya (XRD), transmission elektron mikroskopiyası (TEM), Rentgen fotoelektron spektroskopiyası (XPS), görünən Ultrabənövşəyi spektroskopiyası (UV- vis), Furiye keçid infraqırmızı spektroskopiyası (FTİR) metodları ilə xarakterizə edilmişdir. Bu işin nəticələri göstərdi ki, CdS nanokristallarının forma və ölçüsü müəyyən reaksiya parametrləri, yəni, reagent qatılıqları, reaksiya temperaturu və vaxtının tənzimlənməsi ilə idarə oluna bilər. Müxtəlif uzunluqlu CdS nanohissəcikləri və nanoçubuqları müvəffəqiyyətlə sintez edilmişdir [23].

Cal- Feng Wang tərəfindən 2009- cu ildə yaxşı optiki xassələrə malik, kovalent əlaqə ilə birləşmiş CdS nanokristal- polimer hibridinin sintezinin asan katalitik zəncir ötürmə polimerləşməsi texnikası işlənib hazırlanmışdır. Metil metakrilatın 5 nm diametrlili modifikasiya olunmuş CdS nanokristalları səthində katalitik zəncir ötürmə polimerləşməsi metodu vasitəsilə " in situ " polimerləşməsi CdS polimetilmetakrilat hibrid nanokompozitinin alınması ilə nəticələnmişdir. Hidroksil örtüklü CdS nanokristallarının katalitik zəncir ötürmə polimerləşməsi ilə alınmış polimetakriloksipropiltrimetoksisilan- polimetilmetakrilat sopolimer matrisasına daxil edilməsi CdS- PMPS- PMMA hibrid kompozitinin alınmasını mümkün edir hansı ki, sonradan sərbəst radikal polimerləşmə ilə tikilərək CdS- nanokristalpolimer şəbəkəsini vermişdir. Spektroskopik tədqiqatlar göstərir ki, alınmış CdS nanokristal- polimer hibridi yaxşı fotolüminessensiya verir və nanokristal- polimer şəbəkəsi əvvəlki tikilməyə əsasən yüksək genişlənmiş fotolüminessensiya xassəsi göstərir [24].

2010- cu ildə Katarzyna Matras- Postolek və Dariusz Bogdal tərəfindən aparılmış bu iş üzvi- qeyri üzvi nanostrukturaların qeyri üzvi komponenti sayılan yarımkəçiricilər və karbon nanoborular üzərində cəmlənmişdir. Bu mövzuda əsas məsələ elektronikada və optikada yeni xassələrə bu komponentlərin ölçülərinin kiçilməsi ilə nail olunmasıdır. Bu işdə optika və elektronikada tətbiq edilən yarımkəçiricilərin xarakteri, onların hazırlanması, ZnS, ZnO, ZnS: Mn, TiO₂, CdSe, və CdS

kimi yarımkəçiricilərin xasələri müzakirə edilmişdir. Bu sahədə tədqiqatlar polimer- yarımkəçirici sistemlərində yeni xassəli quruluşların yaranmasına səbəb oldu [25].

2011- ci ildə polianilin- polietilen qlikol və CdS əsaslı üçlü hibrid material diffuziya ilə məhdudlaşmış biomimetik üsulla alınmış və bir neçə spektroskopik, Rentgen diffraksiya, skanedici elektron mikroskopiya, termiki və elektrik ölçmə metodları ilə xarakterizə edilmişdir. Bu hibrid materiallar CdS- in idarə olunan çökdürülməsi, ondan H₂S qazının buraxılması və alınan kolloid maddənin anilinin turşuda məhlulu ilə qarışdırılması ilə alınmışdır. CdS- in anion səthində adsorbsiya olunmuş anilinium ionlarının " in situ " polimerləşməsi hibrid əmələ gəlməsinə səbəb olur. Suda həll olan polietilen qlikol, polianilin və CdS diffuziya ilə məhdudlaşan yetişmə prosesi vasitəsilə hibrid nanokompozitə çevrilmiş və alınmış hybrid material Ultrabənövşəyi spektroskopiyaya, Rentgen diffraksiya və skanedici electron mikroskopiya metodları ilə tədqiq edilmişdir. Dəyişən cərəyandan asılı spektroskopiyaya üsulu ilə alınan hibridlər tədqiq edilmişdir [26]. Harieche B. və başqaları tərəfindən polistirol matrisasına daxil edilmiş kadmium sulfid (CdS) nanokristalları CdS nanotozlarını polistirol matrisası daxilində paylaşmaqla müvəffəqiyyətlə hazırlanmışdır. Strukturun tədqiqi Rentgen diffraksiya üsulu ilə həyata keçirilmişdir. CdS nanokristalları vürtsit strukturlu kristallardır.

Polistirola daxil edilmiş CdS hissəcikləri nanometrik ölçüdədir. Otaq temperaturu görünən Ultrabənövşəyi udma spektrləri yüksək enerjili oblasta tərəf sürüşmə göstərir. Raman spektrləri CdS- ə xas xarakteristik pik göstərir [27]. CdS / PMMA nanokompozitləri Patidar D., Agrawal S. və Saxena N.S.tərəfindən CdS- in müxtəlif çəki faizlərində (0, 2, 4, 6 və 8) hazırlanmışdır. Alınan nanokompozitlər Transmission Elektron Mikroskopu (TEM) vasitəsilə xarakterizə olunmuşdur. Müxtəlif qızdırılma sürətlərində Differensial Skanedici Kalorimetriya (DSK) metodu tətbiq edilməklə nanokompozit tədqiq edilmişdir. DSK termogramları vasitəsilə şüşələşmənin pik temperaturu təyin edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, şüşələşmə temperaturu CdS- in çəki faizinin 6%- ə qədər artımı ilə artır, sonra isə 8%- ə qədər artdıqca isə azalır. Bu PMMA- ın molekulyar hərəkəti ilə bağlıdır, hansı ki, CdS- in PMMA- ya əlavəsi ilə məhdudlaşır. CdS- in müxtəlif çəki faizli nanokompozitləri üçün şüşələşmənin aktivləşmə enerjisi hesablanmışdır. Empirik tənlik istifadə etməklə aktivləşmə enerjisinin CdS nanohissəciklərinin qatılığı ilə variasiyası nəzəri olaraq proqnozlaşdırılmışdır. Bu nanokompozitin termiki stabilliyi şüşəli zonada aktivləşmə enerjisinin köməyi ilə izah edilmişdir [28].

2011- ci ildə nadir torpaq elementi olan europiumun müxtəlif qatılıqları ilə doldurulmuş CdS nanoçubuqları aşağı temperaturu solvotermal üsulla etilen diamin istifadə etməklə sintez edilmiş və fotoluminescent xasələri tədqiq edilmişdir. Nəticədə alınan birləşmə günəş batareyalarında, lazerlərdə, işıq diodlarında, bionişanlamada və sensorlarda istifadə edilə bilər. Doldurulmuş komponent electron dispersiv spektroskopiyaya ilə təsdiqlənmişdir. Skanedici elektron mikroskopiya və transmission elektron mikroskopiya üsulları ilə təyin edilmişdir ki, Cd_{1-x}Eu_xS nanoçubuqlarının diametri 10- 12 nm, uzunluğu isə 50-100 nm- dir. Nanoçubuqların qadağan olunmuş zonasının enini təyin etmək üçün görünən Ultrabənövşəyi spektroskopiyaya tətbiq edilmiş və adsorbsiya piklərinin mavi oblasta meyilliyi müşahidə edilmişdir. Mavi oblasta meyillilik doldurucu komponent olan Eu- un qatılığının artması ilə müşahidə edilir. Fotoluminescent tədqiqatlarda CdS- ə görə λ_{ex} = 450 nm və 528 və 540 nm- də piklər müşahidə olunur, 570 nm- dəki defektlərə görə, 613 nm- dəki pik isə doldurucu komponent olan Eu- a görədir. Eu- un qatılığı artdıqca 613 nm- dəki pikin intensivliyi də artır. Termogravimetrik tədqiqatlar göstərdi ki, nanoçubuqlar 300°C temperatura kimi termiki stabildir. Nanoçubuqdakı aşqarların izləri Furiye keçid infraqırmızı spektroskopiyası ilə təsdiqlənmişdir [29].

Maria- Jesus Almendral- Parra və başqaları normal təzyiq və otaq temperaturunda sulu mühitdə örtücü reagent olan merkaptasetat turşusu (MAT) iştirakilə Cd²⁺ və S²⁻ - in reaksiyası ilə yüksək lüminessent və termiki stabil CdS kvant nöqtələrinin sintezinin asan yolu tədqiq edilmişdir. Bir neçə təcrübi dəyişənlərin, məsələn, temperatur, pH, Cd / S nisbəti və Cd / MAT nisbətinin alınmış kvant nöqtələrin optiki xasələrinə təsiri ardıcıl olaraq tədqiq edilmişdir. Təcrübi nəticələr

göstərir ki, bu dəyişənlər nanohissəciklərin səthinin ölçü və halını, beləliklə onların lüminessent xassələrini təyin etməkdə vacib rol oynayır. Nanokristalların sintezi zamanı kristallaşma mərkəzlərinin əmələ gəlməsi və kristalların yetişməsinin əsas aspektləri öyrənilmişdir. Bundan başqa yüksək keyfiyyətli nanohissəciklərin sintezinin ən yaxşı şəraitləri qeyd edilmişdir. Alınmış CdS nanokristalları dar fotolüminessent zolaq verir [30].

2011- ci ildə Cai- Feng Wang və başqaları tərəfindən polisüd turşusunun (PST) CdS nanokristallarının səthinə kovalent calaq olunması ilə CdS- PST nanokompozitləri və onların şəffaf flüoressent təbəqələri ilkin olaraq sintez edilmişdir. Nanokompozitlərin sintezi iki mərhələlidir. İlkin mərhələdə süd turşusu ilə örtülmüş CdS nanokristalları, üzvi liqand olaraq süd turşusunun H₂O / N, Ndimetilformamid məhlulu istifadə etməklə, kadmium xloridin (CdCl₂) natrium sulfidə (Na₂S) ilə reaksiyasından alınmışdır. Sonra CdS- PST nanokompozitləri, modifikasiyaya uğradılmış CdS nanokristalları səthində laktidlərin " in situ " tsikl açılma polimerləşməsi ilə sintez edilmişdir. Bundan başqa CdS- PST nanokompozitlərinin şəffaf flüoressent təbəqələri nanokompozitlərin alınma anında yüksək molekul kütləli polisüd turşusu ilə qarışdırılması ilə də alınabilir. Alınmış CdS nanokristalları və onların nanokompozitləri transmission elektron mikroskopiyaya, termogravimetriya və spektroskopiyaya (görünən ultrabənövşəyi və fotolüminessent spektroskopiyaya) üsulları ilə tədqiq edilmişdir. Nəticələr göstərdi ki, CdS-polimer nanokompozitləri öz fotolüminessensiyası və şəffaflığına görə yaxşı optiki xassələr göstərir [31].

Günəş enerjisinin səmərəli çevrilməsi ciddi surətdə geniş funksional xassələrə malik materialların inkişaf etdirilməsi ilə əlaqədardır. Bu səbəbdən müxtəlif üzvi, qeyri üzvi və hibrid nanoquruluşlu materiallar tədqiq edilmişdir. Bundan başqa hibrid üzvi- qeyri üzvi nanokompozitlər üzvi polimerlərin rahat manipulyasiya və mexaniki elastiklik kimi xassələri ilə nanokristalların ölçüdən asılı xüsusi xassələrini birləşdirir. Hibrid nanokompozitlərin fotogərginlik qurğuları kimi tətbiqi nanokristalların polimerdə sıx paylanması və homogenliyi tələb edir. Əvvəlki işlərdə göstərilmişdir ki, kadmium tiolat kompleksləri CdS nanokristallarının " in situ " sintezi üçün uyğun ilkin maddələrdir. Bu işdə isə göstərilmişdir ki, həll olan [Cd(SBz)₂]₂(1-metilimidazol) kompleksi konyuqə olunmuş polimerə daxil edilərək nizamlı və kompakt nanokristal şəbəkəsindən ibarət nanokompozit əmələ gətirə bilər. Eyni kompleks vasitəsilə həmçinin mezoməsaməli TiO₂- də də CdS nanokristallarını almaq olar. Alınmış nanokompozitlər günəş batareyalarında geniş istifadə olunur [32]. Zink sulfid (ZnS) nanokristallarının daxil olduğu ZnS / polimer şəffaf hibrid nanokompozitinin katalitik zəncir ötürmə metodu ilə idarə olunan sintezi işlənmişdir. İlkin olaraq katalitik zəncir ötürmə polimerləşməsi ilə sonu ikiqat rabitə ilə qurtaran poli akril turşusu sintez edilmişdir. İkinci addımda bu polimer liqanddan istifadə etməklə ZnS nanokristalları alınmışdır. Sonda sonu ikiqat rabitə ilə qurtaran səthi polimer liqandlar metil metakrilat monomeri ilə sopolimerləşdirilərək nanokristalpolimer hibridləri alınır. ZnS nanokristalları və onların hibrid nanokompozitləri Furiye keçid Raman spektroskopiyası, Furiye keçid infraqırmızı spektroskopiyası, Transmission elektron mikroskopiyası, görünən-Ultrabənövşəyi, Fotolüminessent və termogravimetrik metodları ilə tədqiq edilmişdir. Spektroskopik tədqiqatlar göstərdi ki, ZnS- polimer hibrid nanokompozitləri yaxşı optiki xassələrə malikdir [33].

Xinjian Cheng tərəfindən nano- ZnS / Polistirol kompozit hissəcikləri surfaktantsız emulsiya polimerləşməsi metodu ilə sintez edilmişdir. Bu yaxınlaşmada 2- dimetilaminoetil metakrilat köməkçi monomeri stirol ilə sopolimerləşmə üçün istifadə edilmişdir, hansı ki, Zn²⁺ ionları ilə koordinasiya edir və ZnS / Polistirol kompozit hissəciklərin alınmasına səbəb olur. Müşahidə edilmişdir ki, 2-dimetilaminoetil metakrilatın az miqdarında alınan nano- ZnS / Polistirol kompozit hissəcikləri moruğa bənzər morfologiyaya malik olur. 2- dimetilaminoetil metakrilatın miqdarı artdıqca morfologiya çökük ZnS mikrokürələrinə çevrilir. Bu tədqiqatda təklif olunan metodla surfaktantsız mühitdə stabil emulsiya müvəffəqiyyətlə alınmışdır [31].

2011- ci ildə Amit Singh, Narendra P. və başqaları tərəfindən tərkibində polianilin, polietilen

qlikol və sink sulfid saxlayan hibrid yarımkəçirici polimer kompozitlər müxtəlif kombinasiyalarda anilin turş mühitdə ammonium disulfat iştirakında "in situ" polimerləşməsi ilə alınmışdır. İdarə olunan çökməyə biomimetik yaxınlaşma istifadə edilmişdir. Bu hibrid materialların alınmasının təklif olunan mexanizmində çökmə mərhələsində etilen qlikol müxtəlif komponentlərin diffuziya ilə məhdudlaşan yetişməsində mühit kimi rol oynayır. Bu birləşmələr müxtəlif spektroskopik metodlarla, differensial skanedici kalorimetriya, Rentgen diffraksiya, Skanedici elektron mikroskopiya və dəyişən cərəyan spektroskopiyası metodları ilə xarakterizə edilmişdir [35].

Allil monomerlərinin malein anhidridi ilə binar, malein anhidridi və stirolla üçlü birgə polimerlərinin sintezi və onların kimyəvi modifikasiya yolu ilə funksional polimerlərə çevrilməsi

Malein anhidridinin (MA) vinil-n.butil efiri (VBE) və okten-1 (OK) ilə binar birgə polimerləri somonomerlərin azobisizobutironitril (AİBN) iştirakı ilə həlledicidə radikal birgə polimerləşməsi reaksiyası ilə sintez edilmişlər. Malein anhidridinin binar birgə polimerlərinin sintezi üçün istifadə edilən VBE və OK-in seçilməsi belə bir mülahizə ilə əlaqədardır ki, birincisi, göstərilən iki somonomerdən heç biri, eləcə də MA radikal homopolimerləşməyə meyilli deyildir, ikincisi, somonomerlərdən OK üçün radikal polimerləşmənin sürətini azaldan "zəncirin deqradasiya ötürülməsi" xarakterikdir, üçüncüsü, seçilən somonomerlər molekullarının tərkibinə və quruluşuna görə bir-birindən fərqlənirlər. Somonomerlərin bu xüsusiyyətlərinin onların MA ilə birgə polimerləşməsinə və alınan birgə polimerin orta molekül kütləsinə, quruluşuna və çıxımına təsirinin araşdırılması müəyyən maraq kəsb edir. Deyilənləri nəzərə alaraq, MA-nın VBE, və OK ilə binar birgə polimerlərinin çıxımına və xarakteristik özlülüyünə monomerlərin mol nisbətindən və cəm qatılığının, inisiator qatılığının, temperaturun və reaksiya müddətinin təsiri öyrənilmişdir. 1-ci cədvəldə monomerlərin müxtəlif mol nisbətində aparılmış təcrübələrin nəticələri verilmişdir. Alınan nəticələrin müqayisəsi göstərir ki, hər üç somonomerlərin MA ilə binar radikal birgə polimerləşməsində birgə polimerin çıxımının və xarakteristik özlülüyünün maksimum qiymətləri (71,2 – 81,1%, 0,2 – 0,37 dl/q) monomerlərin ekvimolyar nisbətində müşahidə olunur. Monomerlərin hər hansı birinin ekvimolyar nisbətdən artıq götürülməsi həm çıxımın, həm də xarakteristik özlülüyün azalmasına səbəb olur.

VBE və OK-nin MA ilə binar birgə polimerləşməsi zamanı monomerlərin ekvimolyar nisbətində müşahidə olunan yüksək çıxım və xarakteristik özlülük polimerləşən sistemlərdə ekvimolyar tərkibli donor-akseptor komplekslərinin əmələ gəlməsi ilə əlaqədardır. Bu həm də belə bir təcrübə nəticələrlə təsdiq olunur ki, monomerlərdən hər hansı birinin ekvimolyar nisbətdən artıq götürülməsi həm çıxımın, həm də xarakteristik özlülüyün azalmasına səbəb olur. Bu azalma, həm də OK molekullarında π – rabitəyə görə α – vəziyyətdə olan metilen qrupunun mütəhərrik hidrogen atomları hesabına "deqradasiya" ötürülməsinin sürətlənməsi ilə əlaqədardır:

Monomerlərin müxtəlif mol nisbətində alınan birgə polimerlərin praktiki olaraq ekvimolyar nisbətdə alınması da birgə polimerləşmənin əsasən donor-akseptor komplekslərin iştirakı ilə baş verdiyini sübut edir.

VBE və OK-in MA ilə radikal binar birgə polimerləşməsi zamanı çıxımı və xarakteristik özlülüyünə AİBN-in qatılığının təsirinə aid nəticələr göstərir ki, inisiator qatılığının birgə polimerləşmənin nəticələrinə təsirinin xarakteri inisiator iştirakı ilə radikal homo – və birgə polimerləşmə reaksiyaları üçün xarakter olan ümumi qanunauyğunluqlarla eynidir. Beləki, inisiatorun qatılığı artırıldıqca birgə polimerin çıxımı yüksəldiyi halda, xarakteristik özlülük azalır. İnisiator qatılığının (12,0 - 15,0) $\cdot 10^{-2}$ mol/l qiymətində birgə polimerin çıxımı 82,5 - 88,0 % olmasına baxmayaraq, xarakteristik özlülüyü xeyli aşağıdır (0,11-0,23 dl/q). Ona görə də inisiatorun işçi qatılığı olaraq birgə polimerin kifayət qədər yüksək çıxımının (71,2 - 81,1 %) və xarakteristik özlülüyünün (0,20 - 0,37 dl/q) alındığı 8,0 $\cdot 10^{-2}$ mol/l götürülmüş və sonrakı təcrübələr

seriyası AİBN-in göstərilən qatılığında aparılmışdır.

VBE, AP və OK-in MA ilə binar birgə polimerləşməsinin işçi temperaturunu müəyyən etmək üçün 60-90°C həddində təcrübələr aparılmışdır.

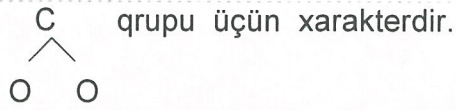
Alınan nəticələr göstərir ki, hər üç monomerin MA ilə birgə polimerləşməsində temperaturun yüksəlməsilə birgə polimerin çıxımı artır, xarakteristik özlülüyü isə azalır. Temperaturun artırılması ilə çıxımın yüksəlməsi həm polimerləşmənin ümumi sürətinin (uzanma mərhələsinin), həm də inisiatorun parçalanma sürətinin artması ilə əlaqədardır. Birgə polimerin çıxımından fərqli olaraq onun xarakteristik özlülüyünün azalması iki səbəblə əlaqədar ola bilər. Birincisi, temperaturun yüksəlməsi ilə qırılma reaksiyalarının sürətinin uzanma reaksiyasının sürətinə nisbətən daha çox artması (bu hal zəncivari radikal polimerləşmə reaksiyaları üçün xarakterikdir), ikincisi, temperaturun artması ilə əlavə reaksiyaların, xüsusilə, zəncirin ötürülməsi reaksiyalarının sürətlənməsi. Sonuncu hal xüsusilə, allil qruplu monomerlərin (okten-1) birgə polimerləşməsində daha çox ehtimalıdır. Bunu alan nəticələr də sübut edir. Beləki, temperaturun 60°C-dən 90°C-dək yüksəldilməsində xarakteristik özlülüyün qiyməti MA-VBE birgə polimeri üçün 0,38 dl/q-dan 0,28 dl/q-a qədər azalır, MA-OK birgə polimerləri üçün xarakteristik özlülük 0,24-0,25 dl/q-dan 0,14-0,16 dl/q-dək azalır.

MA-nın VBE və OK ilə birgə polimerləşməsinin nəticələrinə monomerlərin cəm qatılığı və reaksiya müddətinin təsirini əks etdirən təcrübə nəticələrindən görünür ki, monomerlərin cəm qatılığı və reaksiya müddətinin dəyişdirilməsi birgə polimerin çıxımına təsir göstərdiyi halda alınan birgə polimerlərin xarakteristik özlülüklərinə praktiki olaraq təsir etmir və ya bu təsir olduqca azdır. Məsələn, monomerlərin cəm qatılığının 1,0 mol/l-dən 5,0 mol/l-dək artırılmasında çıxım 37,3-41,6 % -dən 74,5-83,6%-dək artdığı halda xarakteristik özlülük MA-VBE sistemi üçün 0,30- 0,37, MA-OK sistemi üçün isə 0,19-0,21 dl/q həddində dəyişir. Buna oxşar hal reaksiya müddətinin 1 saatdan 5 saata qədər artırılmasında da müşahidə edilir: birgə polimerin çıxımı 26,8-34,9%-dən 74,0-85,8%-dək artır, xarakteristik özlülük isə 0,28-0,34 (VBE) və 0,19-0,21 dl/q (OK) həddində olur.

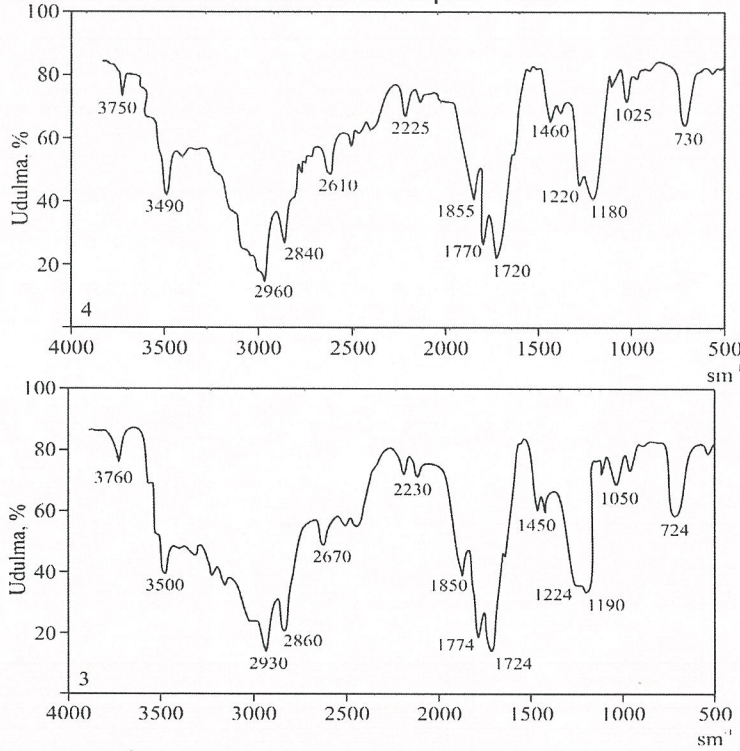
Müxtəlif amillərin binar birgə polimerləşmənin nəticələrinə təsirinə aid alınmış təcrübə məlumatları ümumiləşdirərək belə bir fikir söyləmək olar ki, MA-nın VBE və OK ilə radikal birgə polimerləşməsində alınan birgə polimerlərin kifayət qədər yüksək çıxımını (71,2-81,1%) və xarakteristik özlülüyünü (0,20-0,29 dl/q) təmin edən aşağıdakı təcrübə şəraitini işçi şərait kimi qəbul etmək olar: monomerlərin mol nisbəti 1:1, cəm qatılıq 4,0 mol/l, inisiatorun qatılığı $8,0 \cdot 10^{-2}$ mol/l, temperatur 80°C, reaksiya müddəti 3 saat.

VBE və OK-in MA ilə sintez olunmuş birgə polimerlərinin tərkibi monomerlərin müxtəlif nisbətində alınmış birgə polimerdə MA-nın miqdarı analizinə görə təyin edilmişdir [36].

Birgə polimerlərin tərkibinin təyininə aid nəticələr göstərir ki, öyrənilən sistemlərdə monomer qarışığı tərkibindən asılı olmayaraq, praktiki olaraq ekvimolyar tərkibli birgə polimerlər əmələ gəlir. Bu nəticə MA-nın bir çox vinil və allil monomerləri ilə radikal birgə polimerləşməsində ekvimolyar tərkibli, zvenoların ardıcıl növbələndiyi birgə polimerlərin alınmasına aid ədəbiyyat məlumatlarına uyğundur [37]. VBE və OK-nin MA ilə radikal birgə polimerləşməsində ekvimolyar nisbətdə birgə polimerlərin əmələ gəlməsi MA-nın somonomerlərlə π - π donor- akseptor kompleksləri əmələ gətirməsi ilə izah oluna bilər. Monomerlərin müxtəlif mol nisbətində ekvimolyar tərkibli və oxşar quruluşlu birgə polimerlərin alınması vəsfi olaraq onların eyni xarakterli İQ-spektrlərinə görə də təsdiq oluna bilər (şəkil 1). Nümunə kimi müxtəlif nisbətlərdə alınmış MA-OK birgə polimerlərinin spektrlərində müşahidə olunan udulma zolaqlarına görə birgə polimer zəncirində ayrı-ayrı atom və atom qruplarının identifikasiyası aşağıdakı kimidir. Spektrlərdə müşahidə olunan $1855,1850 \text{ cm}^{-1}$ udulma zolaqları MA zvenolarının karbonil qrupuna, $1224,1220 \text{ cm}^{-1}$ zolaqları isə bu zvenolarda olan C-O-C fraqmentinin valent rəqsi hərəkətlərinə aid edilə bilər. Intensiv $1724,1720 \text{ cm}^{-1}$ zolaqları MA zvenosunun



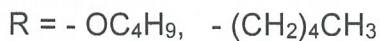
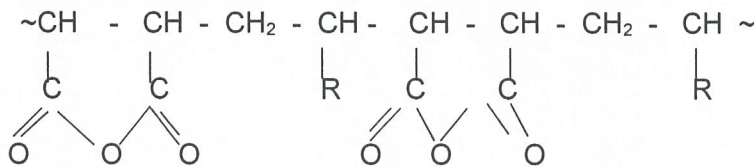
Ədəbiyyat məlumatlarına görə [38] beşüzvlü tsiklik anhidridlərdə karbonil qrupunun rəqsi hərəkətləri 1870-1820 cm^{-1} , C-O-C qrupunun rəqsi hərəkətləri 1300-1200 cm^{-1} , C qrupu isə 1750-1735 cm^{-1} sahələrində udulma zolaqları verir.



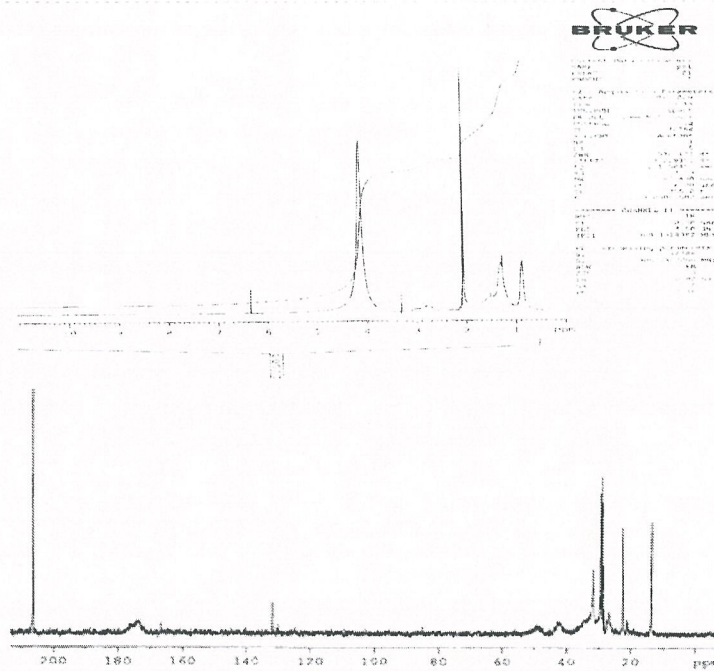
Şəkil 1. Monomerlərin müxtəlif nisbətlərində alınmış MA-OK birgə polimerlərinin İQ-spektrləri ([MA] : [OK] = 2:1 (a) ; 1:2 (b))

MA-VBE və MA-OK birgə polimerlərinin spektrlərində müşahidə olunan 2960-2860 cm^{-1} zolaqları OK zvenolarındakı metilen qruplarındakı C-H rabitələrinin valent rəqsi hərəkətlərinə, 1460, 1450 cm^{-1} zolaqları həmin qrupların deformasiya rəqsi hərəkətlərinə, 730, 724 cm^{-1} zolaqları isə $-(\text{CH}_2)_4-$ qrupunun skelet rəqslərinə uyğun olur.

Somonomerlər arasında π - π donor-akseptor komplekslərinin əmələ gəlməsini və birgə polimerləşmənin kompleks-radikal mexanizmi üzrə getməsini, eləcə də birgə polimerlərin İQ-spektrlərindəki xarakter udulma zolaqlarını nəzərə alaraq birgə polimer zəncirinin quruluşunu aşağıdakı şəkildə vermək olar:



Verilən quruluş sintez olunan birgə polimerlərin ¹H NMR və ¹³C NMR - spektrlərindəki uyğun siqnallarla da uzlaşır (şəkil 2).



Şəkil 2. MA-OK birgə polimerlərinin ^1H - və ^{13}C -NMR - spektrləri

^{13}C NMR - spektrlərində müşahidə olunan 42-45 ppm siqnalları MA-nın əsas zəncirində olan CH - qruplarının karbon atomlarına, 174-175 ppm siqnalları isə onun karbonil qruplarının karbon atomlarına aiddir. MA-OK birgə polimerlərinin ^{13}C NMR spektrindəki 48-49 ppm əsas zəncirin CH qrupunun, 32 ppm siqnalı CH_2 qrupunun karbon atomlarına uyğundur. OK zəncirindəki yan zəncirdəki CH_2 və CH_3 qruplarının karbon atomları spektrdəki 16-26 ppm siqnalları ilə identifikasiya olunur.

Alınan nəticələrin müzakirəsi göstərir ki, binar birgə polimerləşmənin kompleks - radikal mexanizmi üzrə getməsinə və bu zaman başlanğıc monomer qarışığında monomerlərin mol nisbətindən asılı olmayaraq ekvimolyar tərkibli birgə polimerin əmələ gəlməsinə baxmayaraq, alınan birgə polimerin xarakteristik özlülüyü (orta molekül kütləsi) nisbətən aşağıdır. Birgə polimerləşmənin aparılma şəraitindən asılı olaraq xarakteristik özlülüyn qiymətləri 0,07 – 0,25 dl/q (MA-OK), 0,28 – 0,38 dl/q (MA-VBE) həddində dəyişir. MA, VBE və OK əsasında nisbətən yüksək molekül kütləli birgə polimerlərin alınma imkanının müəyyən edilməsi, həmçinin, radikal homopolimerləşməyə meyilli olmayan bu monomerlər əsasında alınan birgə polimerlərin çeşidinin artırılması məqsədilə bu monomerlərin, eləcə də stiolun müxtəlif kombinasiyalarda üçlü birgə polimerləşməsi aparılmışdır.

Aşağıda MA-VBE-St və MA-OK-St üçlü radikal birgə polimerləşmə sistemlərində alınan birgə polimerlərin çıxımına və xarakteristik özlülüklerine müxtəlif amillərin təsirinin öyrənilməsinə aid nəticələr şərh olunur.

MA-VBE-St və MA-OK-St üçlü sistemlərində birgə polimerləşmə AIBN iştirakilə butilasetat mühitində, həcmi 50 ml olan ampullarda aparılmışdır. Çökdürücü olaraq propanol və ya heptandan istifadə edilmişdir. Birgə polimerlərin xarakteristik özlülüynü 20°C-də metiletiketonda təyin edilmişdir.

Alınan üçlü birgə polimerlərin çıxımına və xarakteristik özlülüynünə monomerlərin mol nisbətinin təsirinə aid nəticələr göstərir ki, ayrı-ayrı monomerlərin ekvimolyar nisbətdən artıq götürülməsi nəticələrə fərqli şəkildə təsir edir. Belə ki, MA-nın mol miqdarının ekvimolyar nisbətdə olduğundan 2 dəfə artıq götürülməsində birgə polimerlərin çıxımı 58,3- 69,2 %-dən 65,7- 83,7%-ə, xarakteristik özlülük isə 0,33- 0,72 dl/q-dan 0,38- 0,75 dl/q- dək yüksəlir. MA- nın sonrakı artımı çıxım və xarakteristik özlülüynün qiymətində nəzərə çarpacaq dəyişikliyə səbəb olmur. Alınan bu

nəticələri qiymətləndirərkən nəzərə almaq lazımdır ki, öyrənilən sistemlər akseptor (MA) - donor (D_1) – donor (D_2) üçlü sistemlərə aiddir və belə sistemlərdə iki tip donor- akseptor kompleksinin (MA..... D_1 və MA..... D_2) əmələ gəlməsi mümkündür. MA: D_1 : D_2 =2:1:1 nisbətində üçlü birgə polimerin yüksək çıxımını əmələ gələn iki tip π - π komplekslərinin maksimum qatılığa malik olmaları ilə izah etmək olar. Donor monomerlərin (VBE, OK, St) mol miqdarlarının artırılması həm çıxımın, həm də xarakteristik özlülüyn azalmasına səbəb olur. Bu hal, donor monomerlərinin artıq mol miqdarında molekulyar komplekslərin əmələ gəlməsi üçün akseptor monomerin (MA) miqdarının kifayət etməməsi ilə əlaqədardır. Qeyd etmək lazımdır ki, donor monomerlərin artıq miqdarında çıxım və xarakteristik özlülüyn azalması OK-in artıq mol miqdarında daha kəskin olur. Məsələn, MA-OK-St sistemlərində monomerlərin 1:3:1 nisbətində çıxım və xarakteristik özlülük 2:1:1 nisbətində alınan 65,7- 77,3% və 0,38- 0,67 dl/q. qiymətlərindən 48,5 - 53,2% və 0,22 – 0,30 dl/q qiymətlərə qədər azalır. Bu nəticələr OK üçün xarakter olan zəncirin “degradasiya” ötürülməsinin sürətlənməsi ilə izah oluna bilər.

Öyrənilən somonomerlərin (VBE, OK) MA ilə binar birgə polimerləşməsində olduğu kimi üçlü birgə polimerləşmədə də inisiator qatılığının artırılması ilə alınan birgə polimerin çıxımı artdığı halda, xarakterik özlülük azalır. Birgə polimerin çıxımının atması inisiator qatılığının artırılması ilə onun parçalanmasından əmələ gələn ilkin aktiv mərkəzlərin qatılığının yüksəlməsi və uzanma mərhələsində monomer molekullarının daha sürətlə sərf olunması ilə əlaqədardır. Özlülüyn azalmasını isə, görünür, hər bir aktiv mərkəzə birləşən monomer molekullarının orta sayının azalması ilə izah etmək lazımdır.

Sintez olunan üçlü birgə polimerlərin çıxımına və xarakteristik özlülüynə temperaturun təsirinə aid təcrübi nəticələr göstərir ki temperaturun 60°-dən 90°-dək yüksəldilməsilə birgə polimerin çıxımı artır, xarakteristik özlülüynü isə azalır. “Degradasiya” ötürülməsinin baş verdiyi MA-OK-St sistemlərində 60°C-də çıxım 60,2-71,5% alınarsa, 90° C-də birgə polimerin çıxımı 73,0-86,5 % təşkil edir; MA-VBE-St sistemi üçün bu göstərici uyğun olaraq 73,3 və 89,5%-dir. Xarakteristik özlülüynün qiymətləri isə 60° C-də MA-OK-St sistemi üçün 0,41-0,73, MA-VBE-St sistemi üçün 0,76 dl/q olduğu halda, 90° C-də uyğun olaraq 0,30-0,62 və 0,70 dl/q-dir. Radikal polimerləşmə reaksiyaları üçün xarakter olan bu hal, temperaturun yüksəlməsilə birgə polimerləşmənin ümumi sürətinin artması ilə əlaqədardır ki, bunun da nəticəsində birgə polimerin çıxımı artır. Temperaturun yüksəlməsi həm də elementar mərhələlərin sürətini artırır, lakin bu artım qırılma reaksiyaları üçün daha çox olduğundan birgə polimerin xarakteristik özlülüynü azalır.

Monomerlərin müxtəlif cəm qatılıqlarında və zaman müddətlərində aparılan təcrübələr göstərir ki cəm qatılığın 2,0 mol/l-dən 5,0 mol/l-ə qədər artırılmasında çıxımda müəyyən dərəcədə artım olsa da xarakteristik özlülükdə praktiki olaraq dəyişmə müşahidə olunmur. Reaksiya müddətinin 30 dəqiqədən 120 dəqiqəyə qədər dəyişməsində xarakteristik özlülük dəyişməsə də, çıxım nəzərə çarpacaq dərəcədə artır.

Öyrənilən müxtəlif amillərin MA-VBE-St və MA-OK-St polimerləşən üçlü sistemlərdə alınan birgə polimerin çıxımına və xarakteristik özlülüynə təsirinin nəticələrinə əsasən, üçlü birgə polimerin kifayət dərəcədə yüksək çıxımını və xarakteristik özlülüynü təmin edən aşağıdakı işçi şərait müəyyən edilmişdir: [MA]:[M_1]:[M_2]= 2:1:1, [AIBN] = $6,2 \times 10^{-3}$ mol/l, temperatur 70° C, monomerlərin cəm qatılığı 4,0 mol/l, reaksiya müddəti 60 dəq. Bu şəraitdə çıxım 65,7 – 83,7%, xarakteristik özlülük 0,38 – 0,75 dl/q-dir.

^1H NMR və ^{13}C NMR spektrlərə görə sintez olunmuş üçlü birgə polimerlərin quruluşu haqqında məlumat almaq olar. Nümunə üçün MA-OK-St birgə polimerinin ^1H NMR və ^{13}C NMR spektrləri 3 -cü şəkildə verilmişdir. ^1H NMR spektrdəki 2.2-2.4 ppm MA zvenolarının hidrogen atomlarına, 7.1-7.7 ppm siqnalları St fenil qrupu hidrogenlərinə aid edilə bilər. 1.3-1.5 ppm və 0,89-0,91 ppm siqnalları uyğun olaraq OK zvenosunun metilen və metil qrupu hidrogenlərinə aiddir.

amin qrupları ilə qarşılıqlı təsiri nəticəsində baş verir və alınan tor quruluşlu polimerlərin çıxımı və bağlayıcı fraqmentlərin sayı (torların sıxlığı) temperaturdan, birgə polimerlə tikici agentin mol nisbətindən və reaksiya müddətindən asılıdır və buna görə də reaksiyanın gedişinə və nəticələrinə bu amillərin təsiri öyrənilmişdir.

Cədvəl 1 . Tor quruluşlu polimerlərin çıxımına reaksiya şəraitinin təsiri

	Temp. °C	Polimer və tikici agentin mol nisbəti	Müddət, saat	MA-VBE	MA- OK
TEA	100	1 : 4	3	68,2	70,6
	110	1 : 4	3	78,5	81,7
	120	1 : 4	3	85,6	88,3
	130	1 : 4	3	91,6	92,6
	120	1 : 2	3	49,6	51,9
	120	1 : 3	3	69,3	69,3
	120	1 : 5	3	90,1	90,4
	120	1 : 4	2	73,2	74,7
	120	1 : 4	4	87,1	87,6
	120	1 : 4	5	90,6	89,9
QL	100	1 : 4	3	68,9	78,3
	110	1 : 4	3	80,0	85,9
	120	1 : 4	3	84,7	90,3
	130	1 : 4	3	87,8	93,1
	120	1 : 2	3	47,3	46,7
	120	1 : 3	3	70,0	70,9
	120	1 : 5	3	89,2	92,4
	120	1 : 4	2	68,8	79,4
	120	1 : 4	4	85,6	92,6
	120	1 : 4	5	88,9	93,1

VBE və OK-nin MA ilə binar birgə polimerlərinin TEA və QL ilə tikilməsi 100-130° C həddində aparılmışdır. 1 -ci cədvəldə verilən nəticələrdən görünür ki, birgə polimerlərin tikici agentlərlə tikilmə məhsullarının çıxımı temperaturun yüksəlməsi ilə artır. Lakin bu artım temperaturun yüksəlməsilə azalır. Ona görə də işçi temperatur olaraq TEA və QL ilə tikilmə üçün 120° C (çıxım 84,7-90,3 %) qəbul edilmiş və sonrakı təcrübələr seriyası bu temperaturlarda aparılmışdır.

Tor quruluşlu polimerin çıxımına və torların sıxlığına birgə polimerlə tikici agentin mol nisbətindən təsiri daha böyükdür. Birgə polimerlə tikici agentin mol nisbətindən 1:2-dən 1:5-ə qədər dəyişdirilməsində çıxım TEA və QL ilə tikilmə halında 46,7-53,2 % -dən 89,2 – 92,5 % -ə qədər artır. Aydın ki, tikici agentin mol miqdarı artırıldıqca alınan tor quruluşlu polimerdə torların sıxlığının artması da gözlənilən haldır. Reaksiya müddətinin 2 saatdan 5 saata qədər artırılmasında çıxımın kəskin artımı müddətin 2 saatdan 3 saata qədər artımında baş verir (68,8 – 79,4 % - dən 84,7 – 90,3 % - ə qədər), reaksiya müddətinin sonrakı artımı çıxımda nəzərə çarpacaq dəyişikliyə səbəb olmur (5 saatda çıxım 88,9 – 93,8 % təşkil edir). Qeyd etmək lazımdır

ki, müxtəlif amillərin dəyişdirilməsi zamanı alınan tor quruluşlu polimerlərin çıxımı birgə polimerlərin müxtəlifliyindən praktiki olaraq asılı olmayıb, bir-birinə çox yaxındır. Bu, gözlənilən haldır, çünki tor quruluşun yaranması tikici agentlə birgə polimerin malein anhidridi həlqəsinin qarşılıqlı təsiri ilə əlaqədardır və birgə polimer zəncirinin VBE və OK zvenoları tikilmə prosesində iştirak etmirlər.

Binar birgə polimerlərdə istifadə olunan metodika üzrə malein anhidridi-okten-1-stirol, malein anhidridi-vinilbutil efiri-stirol və malein anhidridi-allilpropinat-stirol üçlü birgə polimerlərinin TEA və QL ilə tikilməsi aparılmışdır. Alınan nəticələr 2-cü cədvəldə verilmişdir.

Binar birgə polimerlərdə olduğu kimi, üçlü birgə polimerlərin tor quruluşu əvəzində TEA və QL ilə reaksiya 100-130 ° C həddində aparılmışdır. Cədvəldə verilənlərdən görüldüyü kimi, temperaturun yüksəldilməsi ilə əmələ gələn tor quruluşlu polimerlərin çıxımı artır. Lakin çıxımın artım sürəti TEA və QL ilə tikilmədə 120 ° C-dən sonra azalmağa başlayır. Ona görə də üçlü birgə polimerlərin TEA və QL ilə tikilmə reaksiyaları üçün işçi temperatur olaraq 120 ° C (çıxım 86,2-90,2%) qəbul edilmiş və sonrakı təcrübələr seriyası bu temperaturlarda aparılmışdır.

Cədvəl 2. Tor quruluşlu polimerlərin çıxımına müxtəlif amillərin təsiri

	Temp., ° C	Polimer və tikici ag. mol nisbəti	Müddət, saat	MA-OK- St	MA-VBE- St
TEA	100	1:4	3	75,6	73,2
	110	1:4	3	78,3	77,6
	120	1:4	3	87,6	86,2
	130	1:4	3	91,5	89,3
	120	1:2	3	48,7	44,6
	120	1:3	3	63,3	60,7
	120	1:5	3	91,6	90,2
	120	1:4	2	81,1	80,5
	120	1:4	4	90,8	91,0
	120	1:4	5	91,7	91,8
QL	100	1:4	3	73,1	72,1
	110	1:4	3	75,3	76,3
	120	1:4	3	86,2	87,4
	130	1:4	3	90,0	90,5
	120	1:2	3	47,1	46,2
	120	1:3	3	60,2	59,2
	120	1:5	3	91,6	91,3
	120	1:4	2	80,3	79,4
	120	1:4	4	91,2	90,2
	120	1:4	5	92,1	91,5

Tor quruluşlu polimerin çıxımı, eləcə də torların sıxlığı (eninə istiqamətdə fraqmentlərin sayı) birgə polimerlə ikici agentin mol nisbətindən çox asılıdır. Üçlü birgə polimerlərin tor quruluşu əvəzində polimerlə tikici agentin mol nisbəti 1:2-dən 1:5-ə qədər dəyişdirilmişdir. Bu təcrübələrin 3.4-ci cədvəldə verilən nəticələri göstərir ki, tikici agentin mol miqdarının artırılması ilə çıxım kəskin şəkildə artır və 1:5 nisbətində 88,7-93,6%-ə çatır. Reaksiya müddətinin 2 saatdan 4 saata qədər artırılmasında çıxım 68,8%-dən 92,6%-ə yüksəlir. Reaksiyanın 5 saat müddətində aparılmasında çıxım artımı çox az olub 88,9-93,8% təşkil edir.

Funksional polimerlərlə metal ionlarının sulu məhlullardan sorbsiyasının öyrənilməsi

Modifikasiya olunmuş malein anhidridi birgə polimrlərinin mis (II) və sink ionlarına qarşı sorbsiya xassələrinin öyrənilməsi

Malein anhidridinin sintez olunmuş binar və üçlü birgə polimerlərinin çoxfunksiyalı birləşmələrlə (trietanolamin, qliserin) reaksiya məhsulları ilə tikilmə məhsulları tor quruluşlu polimerlər olub, - COOH, - OCO -, -OH, -NH₂, -CH₂OH, :N≡ kimi aktiv funksional qruplara malikdirlər. Suda və üzvi həlledicilərdə həll olmayan bu tip funksional qruplu tikilmiş polimerlər ionları mübadilə etmək, metal ionları, bir sıra üzvi boyaqqlar və digər birləşmələrlə komplekslər əmələ gətirmək xassəsinə malik olurlar və buna görə də onlar iondəyişdiricilər, sorbentlər, kompleks katalizatorlar və s. materiallar hazırlanması üçün istifadə olunurlar. Müxtəlif qarışıqların tərkib hissələrinə ayrılması, bir sıra texnoloji proseslərdə məhsulların zərərli komponentlərdən təmizlənməsi, hidrometallurgiyada metalların duru məhlullardan çıxarılması, tullantı sularının təmizlənməsi, boyama istehsalatında boyaqqların regenerasiyası, su hövzələri səthindən neft və neft məhsullarının yığılması və s. funksional qruplu tikilmiş polimerlərin əsas tətbiq sahələridir. Ağır metal ionlarının sulu məhluldan bu tip polimer-sorbentlərlə çıxarılmasına aid son illərin ədəbiyyat mənbələrində xeyli sayda işlərə rast gəlinir.

Malein anhidridi birgə polimerləri əsasında alınmış funksional qruplu tor quruluşlu polimerlərin ağır metal ionlarının sorbsiyası üçün istifadə olunma imkanlarını müəyyən etmək məqsədilə onların Cu (II) və Zn ionlarına qarşı sorbsiya xassələri tədqiq edilmişdir. Aşağıda bu tədqiqatların nəticələri şərh olunur.

Tor quruluşlu polimerlərin 0,1 N NaOH məhluluna görə statik mübadilə tutumlarının təyini

Müxtəlif şəraitdə alınmış tor quruluşlu polimerlərdən hansılarının metal ionlarına qarşı sorbsiya xassələrinin tədqiqi üçün istifadə olunmasını müəyyən etmək məqsədilə onların üzrə 0,1 N NaOH məhluluna görə statik mübadilə tutumları (SMT) təyin edilmişdir. SMT adsorbentin sorbsiya xassələrini xarakterizə edən əsas göstəricilərdən biri olub, 1 qram sorbent tərəfindən statik şəraitdə udulan maddənin (ionun) mq-ekv-lərlə miqdarına deyilir.

20 ml-lik ölçü kolbasına 0,1 q polimer sorbent tökülür və üzərinə 20 ml 0,1 N NaOH məhlulu əlavə edilərək dövrü olaraq qarışdırılmaqla 24 saat saxlanılır. Sonra qarışıq süzülür və filtratdan 5 ml götürülərək fenolftalein iştirakilə 0,1 N HCl məhlulu ilə titrlənir. Polimer-sorbentin mübadilə tutumu aşağıdakı formulla hesablanır:

$$SMT = \frac{(20 \cdot F - \frac{20}{5} \cdot VF_1) \cdot 0,004 \cdot 1000}{40 \cdot g}$$

Burada: F və F₁ uyğun olaraq 0,1 N NaOH və 0,1 N HCl məhlullarının düzəliş faktorları, V- 0,1 N HCl məhlulunun titrləməyə sərf olunan həcmi (ml), g-sorbentin kütləsi (0,1q), 0,004-0,1 N NaOH məhlulunun titri (q/ml), 40-NaOH-ın molekul kütləsidir.

Müxtəlif şəraitdə alınmış polimer-sorbentlər üçün SMT-nin təyin olunmuş qiymətləri 1-ci cədvəldə verilmişdir. Cədvəldə verilənlərdən görünür ki, polimer-sorbentlərin alınma şəraitindən asılı olaraq onların statik mübadilə tutumunun qiymətləri fərqli alınır. Bu, görünür, tor quruluşlu polimerlərin alınması zamanı yaranan torların sıxlığının, funksional qrupların sərf olunma dərəcəsinin müxtəlifliyi ilə əlaqədardır. Torların sıxlığı böyük olduqca polimerin şişmə dərəcəsi azalar və bu da ion mübadiləsinə mənfi təsir göstərir. Torların sıxlığının çox aşağı olması isə

tikilmə zamanı yaranan karboksil qruplarının sayının və ion mübadiləsinin azalmasına səbəb ola bilər. Deyilən halların baş verməsi əsasən birgə polimerlə tikici agentin mol nisbətindən və eləcə də temperatur və reaksiya müddətindən asılıdır. Malein anhidridi-okten-vinilbutil efiri və trietanolamin (MA-OK-VBE+TEA), malein anhidridi-okten-vinilbutil efiri və qliserin (MA-OK-VBE+QL) üçün SMT-nin qiymətinin bu amillərdən asılılığını 1-ci cədvəldən görmək olar.

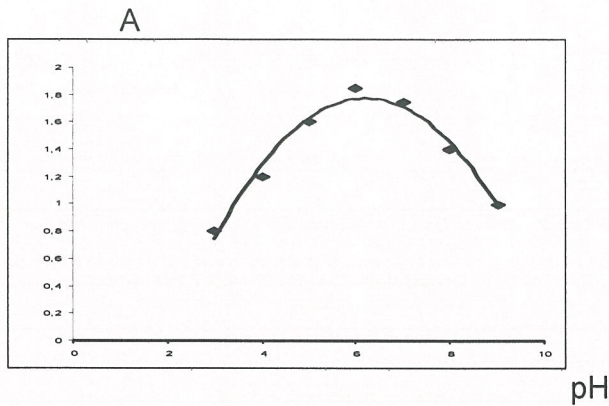
Cədvəl 1. Müxtəlif şəraitdə alınmış polimer-sorbentlər üçün SMT-nin qiymətləri

Polimer - sorbent	Şərait			SMT, mq-ekv/q
	Birgə poli-merlə tikici agentin mol nisbəti	Temp., ° C	Müddət, saat	
MA-OK-VBE+TEA	1:2	120	3	5,3
	1:3	120	3	6,4
	1:4	120	3	6,0
	1:3	110	3	4,9
	1:3	130	3	5,1
	1:3	120	2	4,2
	1:3	120	4	3,9
MA-OK-VBE+QL	1:2	120	3	4,2
	1:3	120	3	5,5
	1:4	120	3	4,9
	1:3	110	3	5,0
	1:3	130	3	4,3
	1:3	120	2	4,1
	1:3	120	4	3,6

Alınan nəticələr göstərir ki, MA-OK-VBE+TEA, MA-OK-VBE+QL sorbentləri üçün SMT-nin daha böyük qiymətləri birgə polimerlə tikici agentin 1:3 mol nisbətində 120° C və 3 saat reaksiya müddətində (5,5-6,6-4 mq-ekv/q) alınır. Sintez olunmuş polimer-sorbentlərin mis (II) və Zn ionlarına qarşı sorbsiya xassələri tədqiq olunmuşdur.

İstifadə olunan metod, cihaz və reaktivlər

Polimer sorbentlərin mis (II) və Zn ionlarına qarşı sorbsiya xassələri KFK-2 markalı fotokolorimetrdən, pH-600AQ markalı pH-metrdən (Rumıniya) istifadə olunmuşdur. Mis (II) ionlarının təyində reaktiv olaraq ksilenol-narıncıdan istifadə olunmuş, optiki sıxlıq 490 nm dalğa uzunluğunda ölçülmüşdür. Mis (II) ionlarının fərqli qatılıqda məhlulları $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ duzundan, pH = 3-9 olan bufer məhlullar isə məlum metodika üzrə asetat turşusu və ammonium hidrosiddən istifadə etməklə hazırlanmışdır. Mis (II) ionlarının ksilenol-narıncı ilə əmələ gətirdiyi kompleksin qatılığının və buna uyğun optiki sıxlığın pH –ın hansı qiymətində daha böyük olduğunu müəyyən etmək üçün mis (II) sulfat və ksilenol-narıncı məhlulları qarışığının müxtəlif pH-larda optiki sıxlığı ölçülmüş və optiki sıxlığın pH-dan asılılıq qrafiki qurulmuşdur (şəkil 1.) Təyinat üçün 1 ml 0,001 M $CuSO_4$ məhlulu və 2 ml 0,001 M ksilenol-narıncı məhlulu götürülərək 25 ml-lik ölçü kolbasında müxtəlif pH-lı bufer məhlullarla durulaşdırılaraq optiki sıxlıq ölçülmüşdür. 1 -cü şəkildən görüldüyü kimi, optiki sıxlığın pH-dan asılılığı pH=6-da maksimumu olan əyri ilə ifadə olunur, yəni mis (II) ionlarının ksilenol-narıncı ilə əmələ gətirdiyi kompleksin qatılığı pH=6-da daha yüksəkdir.



Şəkil 1. Optiki sıxlığın pH-dan asılılığı ($\lambda=490$ nm, $T=20^{\circ}$ C)

Ona görə də sorbsiya zamanı mis (II) və Zn ionlarının tarazlıq qatılığı (qalıq miqdarı) pH=6 olan bufer məhlulla təyin olunmuşdur. Sorbsiyadan sonra məhlulda bu ionlarının tarazlıq qatılığını təyin etmək üçün optiki sıxlığın mis (II) və Zn ionlarının məhlulda olan miqdarından asılılığını ifadə edən dərəcəli qrafik qurulmuşdur.

Polimer-sorbentlərlə mis (II) və Zn ionlarının sorbsiyası aşağıdakı qaydada aparılmışdır: ağız bağlana bilən Erlen-Meyer kolbasına kütləsi məlum sorbent tökülür və üzərinə müəyyən həcmdə və qatılıqda CuSO_4 məhlulu əlavə edilir. Kolbanın ağız bağlanaraq aralıq qarışdırılmaqla müəyyən temperaturda müəyyən müddət ərzində saxlanılır. Sorbsiya müddəti qurtardıqdan sonra məhluldan kvars küvetə tökülərək bufer məhlulla durulaşdırılır və fotokolorimetrdə optiki sıxlığı ölçülür. Optiki sıxlığın qiymətinə görə dərəcəli qrafikdən məhlulda olan mis (II) ionlarının miqdarı təyin olunaraq sorbsiyadan sonra məhlulda mis (II) ionlarının tarazlıq qatılığı hesablanır. Alınan nəticəyə görə mis (II) ionlarının sorbsiya dərəcəsi (R) və sorbentın sorbsiya tutumu (q) aşağıdakı formullarla hesablanır.

$$R = \frac{C_o - C_e}{C_o} \cdot 100\%$$

$$q = \frac{(C_o - C_e) \cdot V}{m} \text{ mmol/q}^{-1}$$

C_o və C_e – mis (II) ionlarının uyğun olaraq başlanğıc və tarazlıq qatılıqları ($\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$), V – sorbsiya üçün götürülmüş CuSO_4 məhlulunun həcmi (ml), m – sorbentın kütləsidir (q).

Polimer – sorbentlərlə mis (II) və sink ionlarının sulu məhluldan sorbsiyasına aid nəticələrin təhlili

Aşağıda MA-OK-VBE üçlü bircə polimerinin TEA və QL ilə tikilməsi yolu ilə alınan polimer-sorbentlərlə mis (II) və Zn ionlarının sorbsiyasına aid təcrübi nəticələrin təhlili verilir. Adları çəkilən sorbentlərlə mis (II) ionlarının sulu məhluldan sorbsiyası öyrənilərkən ionların sorbsiya dərəcəsinin və sorbentın sorbsiya tutumunun sorbentın kütləsindən, kontakt müddətindən və mis (II) və Zn ionlarının başlanğıc məhlulda qatılığından asılılığını tədqiq edilmişdir. Alınan nəticələr Ləngimür və Freyndxix tənlikləri koordinatlarında işlənərək sorbsiyanın uyğun parametrləri təyin edilmişdir. Bundan əlavə, sorbsiyanın kinetik və termodinamik parametrləri təyin edilməklə sorbsiyanın xarakteri haqqında mülahizələr söylənilmişdir.

Sorbsiya dərəcəsinin sorbentın kütləsindən asılılığı

MA-OK-VBE əsaslı polimer-sorbentlərlə mis (II) və sink ionlarının sulu məhluldan sorbsiya dərəcəsinə sorbentın kütləsinin təsiri ionların 5,0 mmol/L başlanğıc qatılığında, 20° C temperaturda və 20 dəq. kontakt müddətində öyrənilmişdir. Bu şəraitdə sorbentın kütləsi 0,02 q-dan 0,15 q-a qədər dəyişdirilmişdir. Nəticələr göstərir ki, sorbentın kütləsinin 0,02q-dan 0,15 q-a qədər artırılmasında Zn və Cu ionları üçün sorbsiya dərəcəsi TEA ilə alınmış sorbentdə 61,3-65,7%-dən 92,5-98,6 %-ə, QL ilə alınmış sorbentdə isə 48,2-51,3%-dən 89,8- 95,6%-ə qədər artır.

Cədvəl 2. Sorbsiya dərəcəsinə kontakt müddətinin təsiri ($C_0=4,0\text{mmol/L}$, $m_{\text{sorb}}=0,1\text{ q}$, $V_{\text{meh}}=0,04\text{L}$, $T=20^\circ\text{C}$)

Kontakt müddəti, dəq.	5	10	20	30	60	70	120	180
MA-OK-VBE+TEA (Cu)	56,3	67,2	84,3	91,6	94,8	96,0	97,1	97,6
MA-OK-VBE+QL (Cu)	48,8	61,9	77,2	84,7	91,5	93,1	94,0	94,6
MA-OK-VBE+TEA (Zn)	49,3	56,1	78,6	83,2	88,7	90,5	91,3	92,2
MA-OK-VBE+QL (Zn)	46,2	53,7	69,8	77,3	82,5	85,9	88,3	89,5

polimer-sorbentlərlə göstərilən şəraitdə sorbsiyası əsasən 60-70 dəq. müddətində praktiki olaraq başa çatır. Bu müddət ərzində sorbsiya dərəcəsi 82,5-96,0% təşkil edir. Sorbsiya dərəcəsinin kontakt müddətindən asılılığına aid alınan bu təcrübi nəticələr mis (II) və sink ionlarının sulu məhluldan öyrənilən polimer-sorbentlərlə sorbsiyasının kinetik parametrlərini təyin etmək üçün istifadə edilmişdir.

Mis (II) və sink ionlarının ilkin qatılığının sorbsiya dərəcəsinə təsiri və sorbentlərin adsorbsiya izotermi

Ümumiyyətlə, metal ionlarının adsorbent üzərində sorbsiya dərəcəsi məhlulda olan metal ionlarının qatılığından çox asılıdır. Sintez olunmuş polime-sorbentlərlə mis (II) ionlarının sorbsiyası üçün bu asılılığın xarakterini müəyyən etmək üçün sorbentın sabit miqdarında (0,05q) mis (II) ionlarının 2,0-8,0 mmol/L ilkin qatılıqlarında təcrübələr seriyası qoyulmuşdur. Təcrübələrin nəticələri 3-cü cədvəldə verilmişdir. Göründüyü kimi, məhlulda mis (II) ionlarının qatılığı artırıldıqca ionların sorbsiya dərəcəsi azalır.

Cədvəl 3. Mis (II) və Zn ionlarının ilkin qatılığının sorbsiya dərəcəsinə təsiri ($V_{\text{meh}}=0,04\text{L}$, $m_{\text{sorb}}=0,05\text{ q}$, kontakt müddəti 60 dəq., $T=20^\circ\text{C}$)

C_0 , mmol/L	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0
MA-OK-VBE+TEA (Cu)	90,5	84,2	80,0	76,2	70,2	62,4	56,6
MA-OK-VBE+QL (Cu)	88,7	82,2	78,2	74,8	68,2	60,0	51,5
MA-OK-VBE+TEA (Zn)	87,3	81,6	76,7	71,6	67,1	57,2	54,1
MA-OK-VBE+QL (Zn)	84,6	77,1	74,3	70,0	65,2	55,0	51,0

Sorbentin sabit kütləndə alınan bu nəticəni qanunauyğun hesab etmək olar, çünki ionların qatılığı artdıqca, sorbentin aktiv hissələri (funksional qrupları) metal ionları ilə tutulur, yeni sorbentin ionlarla doyma dərəcəsi artır və beləliklə, qatılığın artması ilə sorbsiya dərəcəsi getdikcə azalmağa başlayır. Sorbsiya dərəcəsinin mis (II) ionlarının ilkin qatılığından alınan nəticələrə görə müxtəlif qatılıqlar üçün ionların sorbsiyadan sonra tarazlıq qatılıqları (C_e) və sorbentlərin tarazlıq halında sorbsiya etdiyi ionların miqdarı (q_e) hesablanmış və sorbentlərin $q_e=f(C_e)$ asılılığı ilə ifadə olunan adsorbsiya izotermi qurulmuşdur.

Alınan nəticələr göstərir ki, ionların tarazlıq qatılığı artdıqca sorbentin tarazlıq sorbsiya tutumu da artır. Ancaq bu artım tarazlıq qatılığının müəyyən qiymətinə qədər daha sürətlə davam etdikdən sonra stabilləşməyə doğru gedir.

$q_e=f(C_e)$ asılılığını ifadə edən əyrinin absis oxuna paralel getdiyi halına uyğun sorbsiya tutumu eksperimental sorbsiya tutumu (q_{eks}) adlanır və MA-OK-VBE+TEA və MA-OK-VBE+QL sorbentləri üçün onun qiymətləri mis (sink) ionları üçün uyğun olaraq 3,6 (3,2) və 3,56 (3,1) mmol/q-dır. Eksperimental sorbsiya tutumunun bu qiymətləri Ləngimür tənliyi koordinatlarında təyin olunan sorbsiya tutumunun maksimum qiymətlərindən fərqlənə bilər.

Təcrübi nəticələrin Ləngimür və Freyndlix tənlikləri koordinatlarında işlənməsi

Mis(II) və Zn ionlarının MA-OK-VBE üçlü birgə polimerin TEA və QL ilə modifikasiyasından alınan sorbentlərlə sulu məhluldan sorbsiyasının təcrübi nəticələri Ləngimür və Freyndlix tənliklərinin koordinatlarında işlənməmişdir. Ləngimür tənliyi

$$C_e/q_e = 1/(q_{max}K_L) + C_e/q_{max},$$

Freyndlix tənliyi isə

$$\log q_e = \log K_F + (1/n) \log C_e$$

şəklində verilir. $C_e/q_e=f(C_e)$ və $\log q_e = f(\log C_e)$ xətti asılılıqlarının qrafikindən Ləngimür və Freyndlix izotermələrinin parametrləri hesablanır. Qrafiklər əsasında parametrlərin hesablanmış qiymətləri 4-cü cədvəldə verilmişdir.

Cədvəldə göstərilən korrelyasiya əmsallarının (R^2) yüksək qiymətləri alınan təcrübi nəticələrin hər iki modeldə yaxşı işləndiyini sübut edir.

Cədvəl 4. Ləngimür və Freyndlix sorbsiya izotermələrindən alınmış parametrlərin qiymətləri

Sorbent	Ləngimür sabitləri			Freyndlix sabitləri			
	q_{max} , mmol/q	K_L , L/mol	R^2	K_F	$1/n$	n	R^2
MA-OK-VBE+TEA (Cu)	4,04	2,5	0,998	2,68	0,354	2,82	0,977
MA-OK-VBE+QL (Cu)	3,95	2,64	0,998	2,67	0,344	2,91	0,987
MA-OK-VBE+TEA (Zn)	3,78	2,42	0,988	2,62	0,362	2,76	0,973
MA-OK-VBE+QL (Zn)	3,51	2,36	0,974	2,34	0,335	2,99	0,962

K_L sabitinin kifayət qədər yüksək qiymətləri (2,36 - 2,64 L/mol) mis və sink ionları ilə sorbent səthinin güclü kimyəvi qarşılıqlı təsirdə olduğunu göstərir. ($1/n$) parametrlərinin alınan qiymətləri (0,354 - 0,362) sorbent səthinin heterogen təbiətli olduğunu və mis ionları ilə səthdə olan

funksional qruplarla kifayət qədər möhkəm rabitə əmələ gətirdiyini göstərir.

Mis (II) ionlarının sorbsiyasının kinetik və termodinamik parametrlərinin təyini və sorbsiyanın mexanizmi

Mis (II) ionlarının sulu məhluldan MA-OK-VBE əsasında alınan sorbentlərlə sorbsiyasının xarakteri və ehtimal olunan mexanizmi haqqında müəyyən məlumatlar əldə etmək üçün sorbsiyanın kinetik və termodinamik parametrləri təyin edilmiş, sorbentin sorbsiyadan əvvəl və sonra çəkilməmiş Furrye – İQ spektrləri tədqiq olunmuşdur. Sorbsiyanın kinetik parametrləri təcrübi nəticələrin psevdo-birinci və ikinci tərtib reaksiya tənlikləri koordinatlarında işlənməsi yolu ilə hesablanaraq müqayisə olunmuşdur. Psevdo-birinci tərtib Lagerqren reaksiya tənliyi

$$\log (q_e - q_t) = \log q_e - 0,434 K_1 t$$

üzrə $\log (q_e - q_t) = f(t)$ asılılığının, və psevdo-ikinci tərtib reaksiya tənliyi

$$t/q_t = 1/(K_2 q_e^2) + t/q_e$$

üzrə $t/q_t = f(t)$ asılılığının qrafikləri qurulmuşdur.

Bu qrafiklərdən hesablanan psevdo-birinci və ikinci tərtib reaksiyalar üzrə tarazlıq sorbsiya tutumunun (q_e), psevdo-birinci tərtib reaksiyasının sürət sabitinin (K_1) və psevdo-ikinci tərtib reaksiyasının sürət sabitinin (K_2) qiymətləri, həmçinin korrelyasiya əmsalları 5-ci cədvəldə göstərilmişdir. Alınan nəticələrdən görünür ki, MA-OK-VBE əsasında sintez olunan sorbentlərlə mis (II) ionlarının sorbsiyası psevdo-ikinci tərtib reaksiya ilə daha yaxşı ifadə olunur, çünki, birincisi, psevdo-ikinci tərtib reaksiyanın sürət sabiti birinci-tərtib reaksiya sürət sabitindən böyükdür, ikincisi, psevdo-ikinci tərtib reaksiya tənliyi üzrə alınan tarazlıq sorbsiya tutumunun qiyməti (3,24 və 3,14 mmol/q) sorbsiya tutumunun təcrübi qiymətinə (3,6 və 3,56 mmol/q) daha yaxındır, üçüncüsü, psevdo-ikinci tərtib reaksiya üçün korrelyasiya əmsalları daha yüksəkdir. Bu nəticələr sübut edir ki, mis (II) ionlarının sorbsiyası psevdo-ikinci tərtib reaksiya üzrə baş verir və prosesdə xemsorbsiya üstünlük təşkil edir.

Cədvəl 5. Mis (II) ionları sulu məhluldansorbsiyasının kinetik parametrləri

Sorbent	Kinetik model	q_e , mmol/q	K_1	K_2
MA-OK-VBE+TEA	I tərtib	1,73	$5,29 \times 10^{-2}$	-
	II tərtib	3,24	-	$6,31 \times 10^{-2}$
	q_{eks}	3,6	-	-
MA-OK-VBE+QL	I tərtib	1,79	$5,43 \times 10^{-2}$	-
	II tərtib	3,14	-	$5,76 \times 10^{-2}$
	q_{eks}	3,56	-	-

Mis (II) ionlarının 293, 303 və 313 K temperaturlarda sorbsiyasına aid təcrübi nəticələrə görə hesablanmış sərbəst Gibbs enerjisi dəyişməsinin (ΔG°) temperaturdan asılılığı qurularaq, ΔG aşağıdakı formullarla hesablanmışdır.

$$\Delta G^\circ = -2,3 RT \log K_d$$

$$K_d = q_e / C_e$$

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T \Delta S^\circ$$

K_d – T temperaturda sorbsiya tarazlıq sabitidir.

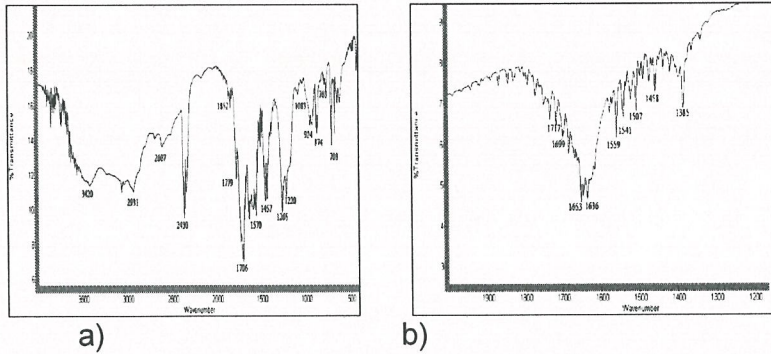
$\Delta G^\circ = f(T)$ asılılığını ifadə edən düz xəttin bucaq əmsalı ΔS° -ın, ordinat oxundan ayırdığı parça isə ΔH° -in qiymətini verir. Sorbsiyanın termodinamik funksiyaları üçün təyin olunmuş qiymətlər 6-cı cədvəldə verilmişdir.

Cədvəl 6. Mis (II) ionlarının sorbsiyasının termodinamik parametrləri

Sorbent	Temp.,K	ΔG° , kC/mol	ΔH° , KC/mol	ΔS° , K/mol
MA-OK-VBE+TEA	293	- 3,87	-29,04	-0,086
	303	- 2,93		
	313	- 2,15		
MA-OK-VBE+QL	293	- 3,49	-34,41	-0,105
	303	- 2,47		
	313	- 1,38		

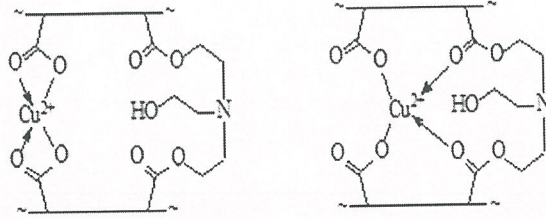
Standart Gibbs enerjisi dəyişməsinin mənfi qiymətlərlə ifadə olunması mis (II) ionlarının sorbsiya prosesinin spontan xarakterli olduğunu göstərir. Entalpiya dəyişməsinin mənfi qiyməti sorbsiyanın ekzotermik olduğunu sübut edir və buna görə də temperaturun yüksəldilməsi sorbsiya dərəcəsinin azalması müşahidə olunur. Entropiya dəyişməsinin mənfi qiymətinə görə demək olar ki, sorbsiyanın gedişində nizamlılıq artır.

Kinetik və termodinamik parametrlərin qiymətinə görə mis (II) ionlarının MA-OK-VBE əsasında alınan sorbentlərlə sorbsiyasının kimyəvi qarşılıqlı təsirlə əlaqədar olduğunu yuxarıda qeyd etdik. Bu qarşılıqlı təsirin hansı atom və ya qruplarla baş verdiyini müəyyənləşdirmək məqsədilə MA-OK-VBE üçlü birgə polimerin TEA ilə modifikasiyasından alınan sorbentin sorbsiyadan əvvəl və sonra Furiye - İQ spektrləri çəkilərək müqayisə edilmişdir. Bu spektrlər 2-ci şəkildə göstərilmişdir. Şəkil 2a-da göstərilən İQ- spektrdə MA-OK-VBE üçlü birgə polimerin TEA ilə modifikasiyası nəticəsində alınan tor quruluşlu polimer-sorbentdə olan sərbəst karboksil və mürəkkəb efir qruplarına uyğun 1706 cm^{-1} intensiv zolaqlar aydın görünür. Geniş 3420 cm^{-1} zolağı TEA-nın reaksiyaya daxil olmayan $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ və sərbəst karboksil qrupunda olan $-\text{OH}$ qrupuna uyğundur.



Şəkil 2. MA-OK-VBE və TEA əsasında alınmış sorbentin sorbsiyadan əvvəl (a) və sonra (b) Furiye- İQ- spektrləri

703 və 763 cm^{-1} zolaqları stirel zvenolarının benzol həlqəsindəki C-H- rabitələrinə uyğundur. Sorbentin sorbsiyadan sonrakı spektrində (şəkil 2b) karboksil və mürəkkəb efir qrupuna uyğun 1700 cm^{-1} zolağının intensivliyi xeyli dərəcədə zəifləyir və karboksilat (COO^-) qrupunun assimetrik rabitələrinə uyğun 1559 və 1541 cm^{-1} , eləcə də xelat formasında olan mürəkkəb efir qrupunu xarakterizə edən $1653-1636 \text{ cm}^{-1}$ zolaqları müşahidə olunur. Bu nəticələr mis (II) ionlarının sorbentdə olan karboksil və mürəkkəb efir qrupları vasitəsilə kompleksləşməyə daxil olduğunu göstərir. Aşağıda bu cür kompleksləşmənin ehtimal olunan iki variantı verilir.



Əlbəttə, kompleksləşmənin başqa variantlarının mümkün olması istisna edilmir.

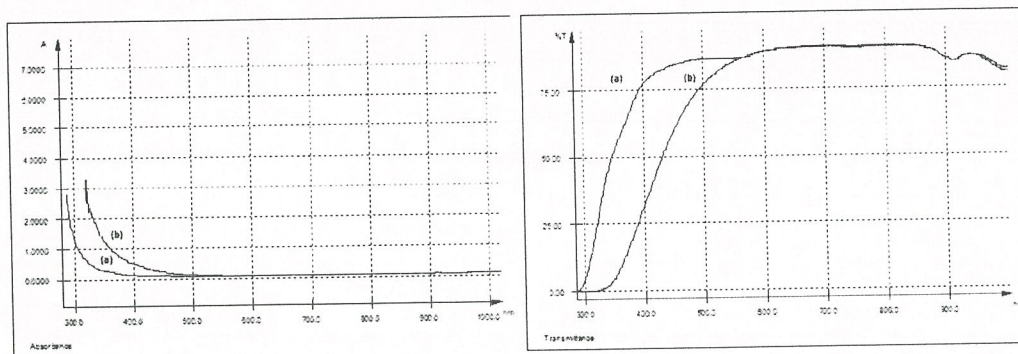
Polimer matrisasında metal-sulfid nanohissəciklərinin alınması və polimer -metal-sulfid nanokompozitlərinin xassələrinin tədqiqi

Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimerinin tərkibində oksigen atomlarının olması ondan CdS və ZnS nanokristallarının sintez edilməsində matris kimi istifadə etməyə imkan verir. Belə ki, cadmium və sink atomlarında olan boş orbitallar asanlıqla oksigen atomlarında olan, rəhbərlik etməyən cüt elektronlarla tutularaq koordinativ əlaqə yaradır.

1.0 g malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimer otaq temperaturunda 100 ml N,N-dimetilformamidə (DMF) həll edilərək polimer məhlul alınmışdır. Sonra 0.48 g CdCl₂ x 2.5 H₂O polimer məhlula əlavə edilmişdir. Alınmış qarışıq üçboğazlı yumrudib kolbada qarışdırıcı ilə ehməllə qarışdırılmışdır. Temperatur yavaş- yavaş 90°C- yə kimi qaldırılmış və qarışdırılma 4 saat davam etdirilmişdir. 4 saatdan sonra

0.72 g tiokarbamidin dimetilformamidə məhlulu şprist istifadə etməklə reaksiyanın gətirdiyi kolbaya daxil edilmişdir. Sonra reaksiya növbəti 1 saat da davam etdirilir. Şəffaf sarı rəngin əmələ gəlməsi malein anhidridi- okten 1-vinil butyl efiri birgə polimeri / CdS nanokompozitinin alındığını göstərir.

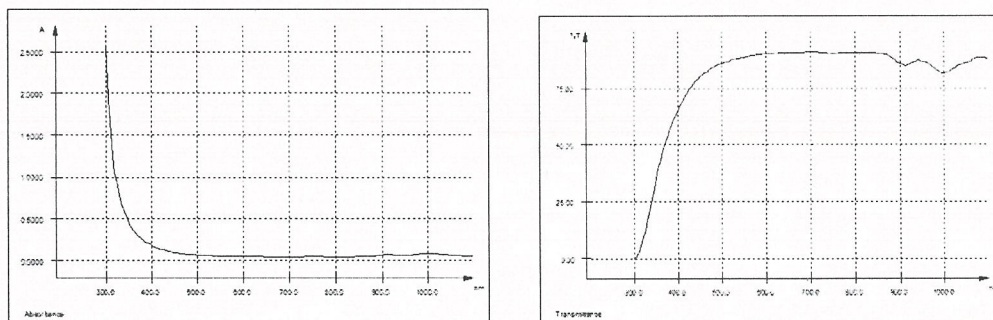
1.0 g malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimer otaq temperaturunda 100 ml N, N-dimetilformamidə (DMF) həll edilərək polimer məhlul alınmışdır. Sonra 0.48 g ZnCl₂ x 2.5 H₂O polimer məhlula əlavə edilmişdir. Alınmış qarışıq üçboğazlı yumrudib kolbada qarışdırıcı ilə ehməllə qarışdırılmışdır. Temperatur yavaş- yavaş 90°C- yə kimi qaldırılmış və qarışdırılma 4 saat davam etdirilmişdir. 4 saatdan sonra 0.72 g tiokarbamidin dimetilformamidə məhlulu şprist istifadə etməklə



Şəkil 1. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimeri (a) və Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompozitinin (b) optiki udma və buraxma spektrləri.

reaksiyanın getdiyi kolbaya daxil edilmişdir. Sonra reaksiya növbəti 1 saat da davam etdirilir. Nəticədə malein anhidridi- okten -1-vinil butyl efiri birgə polimeri / ZnS nanokompoziti alınır.

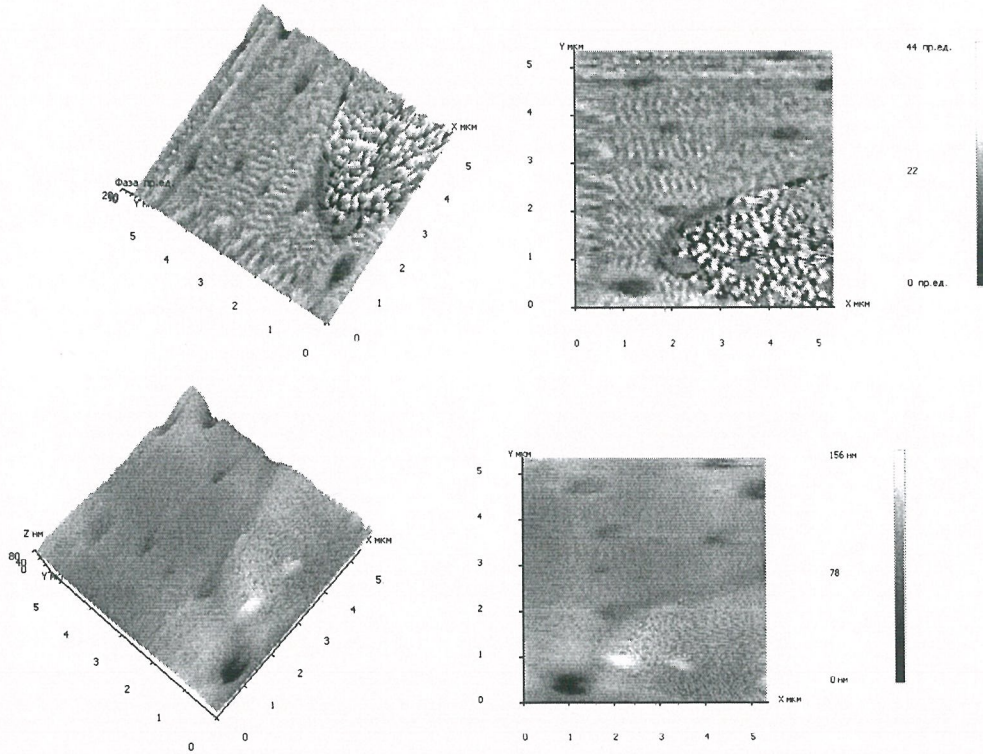
Malein anhidridi- okten 1- vinilbutil üçlü birgə polimeri və onun əsasında alınan terpolimer / CdS nanokompozitinin optiki xassələri görünən- Ultrabənövşəyi spektroskopiya ilə tədqiq edilmişdir (şəkil 1 və şəkil 2). Polimer və nanokompozitin spektrlərinə birgə baxıldıqda onlar arasında fərqi aydın aşkar görmək mümkündür. Spektrlərdən görüldüyü kimi malein anhidridi- okten 1- vinilbutyl / CdS nanokompoziti üçün maksimum udma 322 nm dalğa uzunluğunda müşahidə olunur və onun qiyməti 3.2849- a bərabərdir. Birgə polimer üçün isə bu qiymət eyni dalğa uzunluğunda 0.5753- ə bərabərdir. Görüldüyü kimi nanokompozit üçün udmanın qiyməti polimer matris üçün olduğundan 5.7 dəfə böyükdür. Görünən- Ultrabənövşəyi spektroskopiyanın nəticələrinə görə optiki olaraq malein anhidridi- okten 1- vinilbutil / CdS nanokompoziti üçün qadağan olunmuş zonanın enini hesablamaq olar. Beləliklə nanokompozit üçün hesablanmış qadağan olunmuş zonanın eni təxmini olaraq 3.46 eV kimi təyin edilmişdir, bu isə həcmi hissəciklərin qadağan olunmuş zonasının qiymətindən (2.42 eV) xeyli böyükdür və kristalların ölçüsünə görə mavi oblasta sürüşmə müşahidə edilir. Kompozitin qadağan olunmuş zonasının eninin həcmi hissəciklərin qadağan olunmuş zonasının enindən böyük olması kompozitdə nano ölçülü kristalların olması faktını müəyyən mənada sübuta yetirir. Eyni ilə malein anhidridi- okten 1- vinilbutil / ZnS nanokompozitinin də optiki xassələri görünən- Ultrabənövşəyi spektroskopiya üsulu ilə tədqiq edilmişdir. ZnS nanokompoziti üçün əldə edilmiş optiki udma və buraxma spektrləri şəkil 2-də göstərilmişdir. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / ZnS nanokompoziti üçün də optiki olaraq qadağan olunmuş zonanın eninin qiyməti hesablanmış və 3.74 eV olaraq təyin edilmişdir (həcmi ZnS kristalları üçün 3.68 eV- dur).



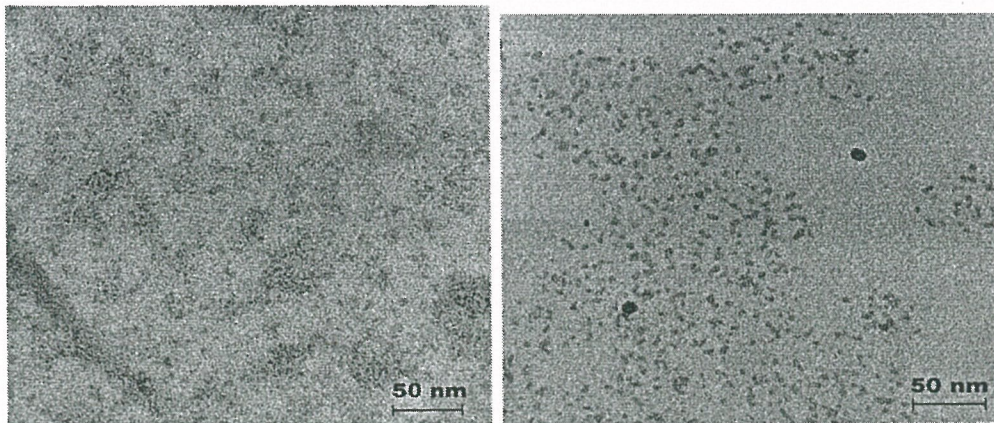
Şəkil 2. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompozitinin optiki udma və buraxma spektrləri

Atom qüvvə mikroskopiyası ilə Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompoziti tədqiq edilmiş və müəyyən edilmişdir ki, mövcud üçlü birgə polimer çoxlu sayda mikro və nano məsələlərdən ibarətdir. Bu isə mövcud üçlü birgə polimerdə CdS nanokristallarının olması ehtimalını artırır. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimeri əsasında alınmış CdS və ZnS nanokristalları Macarıstanın Szeged Universitetində FEI TECNAI G2 20 XTWIN Transmission Elektron Mikroskopunda 200 kV emissiya gərginliyində tədqiq edilmişdir. Mövcud metodla sintez edilmiş Malein anhidridi- okten 1- vinilbutil / CdS nanokompoziti transmission elektron mikroskopu ilə tədqiq edilmişdir (şəkil 4). Bu təsvirlərdən görünür ki, hissəciklərin ölçüsü 5 nm- dən kiçikdir. Eyni qayda ilə Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / ZnS nanokompoziti üçün də TEM təsvirləri alınmış və hissəciklərin ölçüsünün 5 nm- dən kiçik olması təsdiqlənmişdir. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimeri əsasında alınmış CdS və ZnS

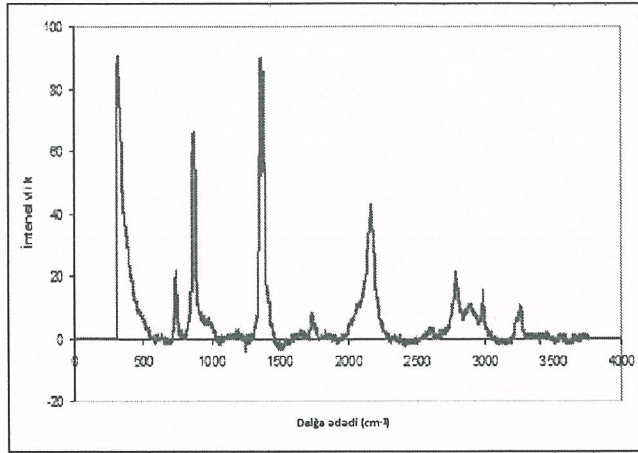
nanokompozitləri Raman spektroskopiyası ilə tədqiq edilmişdir (şəkil 5, 6). Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompoziti üçün alınmış spektrlərdə CdS üçün xarakterik olan nöqtələrdə, yeni, 300, 600, 900, 1250, 1450, 1800 və 2200- də aydın piklər görünür.



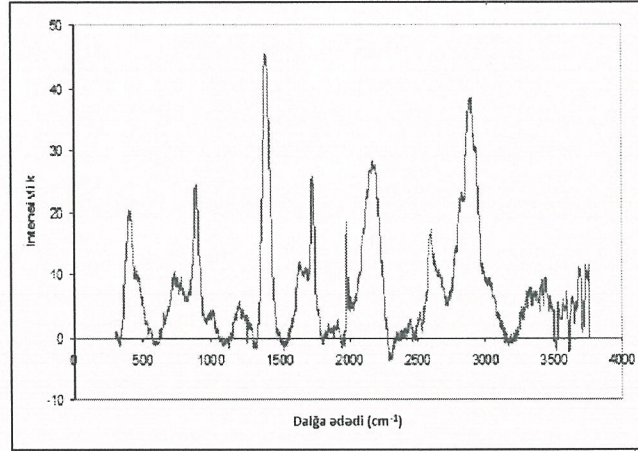
Şəkil 3. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompozitinin səthinin 3D və 2D təsvirləri.



Şəkil 4. Malein anhidridi- okten 1- vinilbutil / CdS və malein anhidridi-okten 1-vinilbutyl/ZnS nanokompozitinin TEM təsvirləri.



Şəkil 5. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompozitiinin Raman spektri.



Şəkil 6. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / ZnS nanokompozitiinin Raman spektri.

Bu işə nanokompozitdə CdS hissəciklərinin olduğuna sübutdur. Malein anhidridi- okten 1- vinil butil / ZnS nanokompoziti üçün alınmış spektrdə işə 350, 700, 1020, 1406 və s. nöqtələrdə piklər müşahidə olunur. Bu işə mövcud nanokompozitin tərkibində ZnS- in olduğuna sübut edir.

Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimeri və bu üçlü birgə polimer əsasında alınmış malein anhidridi- okten 1- vinil butil / CdS nanokompozitiinin termiki tədqiqi ilə alınmış nəticələrin müqayisəsindən görünür ki, CdS nanokristalları Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimerinin termiki xassələrini yaxşılaşdırır. Belə ki, ilkin polimerin termiki tədqiqi zamanı 99.68 % ümumi kütlə itkisi müşahidə olunur, yeni 0.32 % qalıq tigelədə qalır. CdS nanokristallarının daxil olduğu nanokompozitin termiki tədqiqi zamanı kompozitin ümumi kütlə itkisi 76.15 % təşkil etmişdir, tigelədə işə 23.85 % qalıq qalmışdır. Beləliklə, bu müqayisədən nəticə çıxarmaq olar ki, CdS nanokristalları Malein anhidridi- okten 1- vinil butil üçlü birgə polimerinin termiki xassələrini xeyli yaxşılaşdırır.

Ədəbiyyat

1. Kryukov A.I., Kuchmii S.Ya., and Pokhodenko V.D. Nanostuctural composite photocatalysts based on polycrystalline Cadmium Sulphide. // Theoretical and Experimental Chemistry, Vol. 33, No. 5, 1997.
2. Mispa K.J., Subramaniam P. and Murugesan R. Microwave- assisted route for synthesis of nanosized metal sulphides. // Chalcogenide letters, Vol. 7, No. 5, 2010, p.335-340.
3. Lingdong Sun, Xuefeng Fu, Migwen Wang, Changhui Liu, Chunsheng Liao, Chunhua Yan Synthesis of CdS nanocrystal within copolymer. // Journal of Luminescence, 87-89, 2000, p. 538-541.
4. Sun Lingdong, Xu Bo, Fu Xuefeng, WANG Mingwen QIAN Chen, LIAO Chunsheng and Yan Chunhua Carboxylic- containing copolymer as template to prepare CdS, ZnS and doped nanoparticles. // Science in China (Series B) Vol. 44, No. 1, 2001, p. 23- 30.
5. Ghiordanescu V., Sima M., Nedelcu M., Giubelan M. Optical properties of polyaniline / CdS nanocrystals composite film. // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 3, No. 1, 2001, p. 89- 93.
6. Bhattacharjee B., Ganguli D. and Chaudhuri S. Luminescent CdS nanoparticles embedded in polyethylene glycol (PEG 300) matrix thin film. // Journal of Nanoparticle Research 4, 2002, p. 225- 230.
7. Bhattacharjee B., Ganguli D. and Chaudhuri S. Growth behavior of CdS nanoparticles embedded in polymer and sol- gel silica matrices: Relationship with surface- state related luminescence. // Journal of Fluorescence, Vol. 12, 2002, p. 369- 375.
8. Yaming Chen, Xiangling Ji, Shichun Jiang, Qi Sun, Bingzheng Jiang Synthesis and characterization of CdS nanocrystals in poly(styrene- co- maleic anhydride) copolymer.// Colloidal Polymer Science, 2003, 281, p. 386- 389.
9. Tamborra M., Striccoli M., Comparelli R., Curri M.L., and others. Optical properties of hybrid composites based on highly luminescent CdS nanocrystals in polymer. // Nanotechnology 15, 2004, p. 240- 244
10. Bakunin V.N., Suslov A.Yu., Kuzmina G.N., and Parenago O.P. Synthesis and application of inorganic nanoparticles as lubricant components- a review. // Journal of Nanoparticle Research. 6, 2004, p. 273- 284.
11. Chakraborty I., Mitra D., and Moulik S.P. Spectroscopic studies on nanodispersions of CdS, HgS, their core- shells and composites prepared in micellar medium. // Journal of Nanoparticle Research 7, 2005, p. 227- 236.
12. Brekhovskikh A.A., and Bekasova O.D., CdS nanoparticles in R- Phycoerythrin, a protein matrix. // Inorganic materials, Vol. 41, No. 4, 2005, pp. 331- 337.

13. Hua Tong and Ying- Jie Zhu Synthesis of CdS nanocrystals based on lowtemperaturethermolysis of one single- source organometallic precursor. // *Nanotechnology* 17, 2006, p. 845- 851.
14. Zhao F.H., Su Q., Xu N.S., DING C.R. Selectively hydrothermal and solvothermal growth of CdS nanospheres and nanorods: A facile way to tune finely optical properties. // *J. Mater. Sci.* 41, 2006, p. 1449- 1454.
15. Suresh Babu K., Vijayan C., Prathap Haridoss Synthesis of size- tunable and stable CdS nanocrystals in DMF. // *Materials Letters* 60, 2006, p. 124- 128.
16. ZHANG Jun, DI Xiao- wei, LIU Zhi- Liang and others Multicolored Luminescent CdS nanocrystals. // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 17, 2007, p.1367- 1372.
17. Lozovski V., Strilchuk G. An estimate of shape- distribution of small CdS particles with luminescence spectra. // *European Physical Journal B* 56, 2007, p. 297- 302.
18. Muradov M. B., Nuriev M. A., and Eivazova G. M. Electric conductivity of nanocompounds based on polymer and chalcogenide semiconductors CdS, Cu₂S. // *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*, 2007, Vol. 43, No. 5, p. 391-394.
19. ZANG Jinxin, ZHAO Gaoling, HAN Gaorong Preparation of CdS nanoparticles by hydrothermal method in microemulsion // *Front. Chem. China.*, 2007, 2(1), p. 98-101
20. Jiangrong Xiao, Tianyou Peng, Dingning Ke, Ling Zan, Zhenghe Peng Synthesis, characterization of CdS / rectorite nanocomposites and its photocatalytic activity // *Phys. Chem. Minerals*, 2007, 34, p. 275- 285.
21. Nogriya V., Dongre J. K., Ramrakhiani M., Chandra B. P. Electro- and photoluminescence studies of CdS nanocrystals prepared by organometallic precursor // *Chalcogenide Letters*, Vol. 5, No. 12, 2008, p. 365-373.
22. SUN Hai Zhu, YANG Bai In situ preparation of nanoparticles / polymer composites // *Science in China Series E- Tech. Sci.*, 2008, Vol. S1, No. 11, p. 1886-1901
23. Fatemeh Davar, Masoud Salavati- Niasari, Mehdi Mazaheri. Thermal decomposition of [bis(salicylaldehydato) cadmium (II)] to CdS nanocrystals // *Polyhedron* 28, 2009, p. 3975- 3978.
24. Cai- Feng Wang, Yu- Peng Cheng, Ji- Yi Wang, Dong Zhang, Lin- Rui Hou, Li Chen, Su Chen. Controlable fabrication of nanocrystal- polymer hybrids via the catalytic chain transfer polymerization process // *Colloid Polymer Science*, 2009, 287, p. 829- 837
25. Katarzyna Matras- Postolek, Dariusz Bogdal Polymer nanocomposites for electro- optics: Perspectives on processing technologies, material characterization, and future application // *Adv. Polym. Sci.*, 2010, 230, p. 221- 282.

26. SINGH A., SINGH N. P., SINGH R.A. Biomimetic synthesis and characterization of semiconducting hybrid organic- inorganic composite materials based on polyaniline- polyethylene glycol- CdS system. // Bull. Mater. Sci., Vol. 34, No. 4, 2011, p. 1017-1026
27. HARIECHE B., BOUDINE B., HALIMI O., FISCHER A., BOUDRIOUA A., SEBAIS M. Structural and optical characterization of CdS nanocrystals embedded in polystyrene matrix // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 13, No. 6, 2011, p. 693- 696.
28. Patidar D., Agrawal S., Saxena N. S., Glass transition activation energy of CdS / PMMA nanocomposite and its dependence on composition of CdS nanoparticles. // J. Therm. Anal. Calorim., 2011, 106, p. 921- 925.
29. Kumar S., Jindal Z., Kumari N., Kumar Verma N. Solvothermally synthesized europium-doped CdS nanorods: applications as phosphors // J. Nanopart. Res., 2011, 13, p. 5465- 5471
30. Maria- Jesus Almendral- Parra, Angel Alonso- Mateos, Sara Sanches- Paradinas, Juan F. Boyero- Benito, Emilio Rodriguez- Fernandez, Julio J. Criado- Talavera Procedures for controlling the size, structure and optical properties of CdS quantum dots during synthesis in aqueous solution. // J. Fluoresc., 2011, p. 5465- 5475.
31. Cai- Feng Wang, He- Yi Xie, Yu- Peng Cheng, Li Chen, Michael Z. Hu, Su Chen. Chemical synthesis and optical properties of CdS- poly(lactic acid) nanocomposites and their transparent fluorescent films. // Colloid. Polym. Sci., 2011, 289, p. 395-400..
32. Laera A.M., Resta V., Ferrara M.C., Schioppa M., Piscopiello E., Tapfer L. Synthesis of hybrid organic- inorganic nanocomposite materials based on CdS nanocrystals for energy conversion applications. // J. Nanopart Res., 2011, 13, p. 5705- 5717.
33. Li Chen, Caifeng Wang, Qing Li, Shengyang Yang, Linrui Hou, Su Chen. In situ synthesis of transparent fluorescent ZnS- polymer nanocomposite hybrids through catalytic chain transfer polymerization technique. // J. Mater. Sci., 2009, 44, p. 3413- 3419.
34. Xinjian Cheng, Qiang Zhao, Yingkui Yang, Sie Chin Tjong, Robert K. Y. Li A facile method for the synthesis of ZnS / Polystyrene composite particles and ZnS hollow micro-spheres. // J. Mater. Sci., 2010, 45, p. 777- 782.
35. Amit Singh, Narendra P. Singh, Preeti Singh, Ram Adhar Singh Synthesis and characterization of conducting polymer composites based on polyanilinepolyethylene glycol- zinc sulfide system. // J. Polym. Res., 2011, 18, p. 67- 77.
36. O.H.Əkbərov, E.O.Əkbərov. Yüksəkmolekullu birləşmələr kimyasından praktikum. Bakı, 2002, 229 s.
37. В.В. Кабанов, В. П.Зубов, Ю. Д.Семчиков. Комплексно-радикальная полимеризация. М. Наука 1987,225 с
38. Л. Беллами. Инфракрасные спектры сложных молекул М. Изд.ИЛ,1963, 590 с.

2	<p>Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş işlərin yerinə yetirilmə dərəcəsi (faizlə qiymətləndirməli)</p> <p><i>(burada doldurmalı)</i></p> <p>Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş işlər 100% yerinə yetirilmişdir.</p>
3	<p>Hesabat dövründə alınmış elmi nəticələr (onların yenilik dərəcəsi, elmi və təcrübi əhəmiyyəti, nəticələrin istifadəsi və tətbiqi mümkün olan sahələr aydın şəkildə göstərilməlidir)</p> <p><i>(burada doldurmalı)</i></p> <p>Malein anhidridi- okten 1- vinil butyl üçlü birgə polimeri sintez edilərək xassələri öyrənilmiş və çoxfunksiyalı birləşmələrlə tor quruluşlu funksional polimerlərə çevrilmişlər. Sonuncuların metal ionlarını sorbsiya etmək qabiliyyəti tədqiq olunmuşdur. Malein anhidridi- okten 1- vinil butyl efiri üçlü birgə polimeri CdS və ZnS nanokristallarının sintezində matris kimi istifadə edilməsi məqsədi ilə radikal terpolimerləşmə metodu ilə sintez edilmişdir. Bu prosesdə monomer kimi malein anhidridi, okten 1 və vinil butyl efiri istifadə edilmişdir. CdS və ZnS nanokristalları malein anhidridi- okten 1- vinil butyl efiri üçlü birgə polimerinin N, N- dimetilformamid məhlulunda tiokarbamidin kadmium xlorid və sink xlorid ilə reaksiyasından sintez edilmişdir. Alınmış malein anhidridi- okten 1- vinil butyl / CdS nanokompoziti və malein anhidridi- okten 1- vinil butyl / ZnS nanokompoziti bir neçə instrumental metod istifadə etməklə xarakterizə edilmişdir. Nanokompozitlərin optiki, termiki, struktur və səth topoloji xassələri Görünən- Termoqravimetriya (TQ), Differensial Skanirəedici Kalorimetriya (DSK), Atom Qüvvə Mikroskopiyası (AQM), Transmission Elektron Mikroskopiyası (TEM), Raman spektroskopiyası, Toz- Rentgen Diffraksiya (T-RD) və Energetik Dispersion Rentgen Spektroskopiyası (EDRS) metodları ilə xarakterizə edilmişdir. Otaq temperaturu görünən ultrabənövşəyi spektrlər absorbsiyanın daha yuxarı enerjilərinə meyli göstərir. CdS və ZnS nanokompozitlərinin qadağan olunmuş zonalarının eni həcmi- CdS və ZnS- inkindən böyükdür. Termoqravimetrik əyriyə göstərir ki, malein anhidridi- okten 1- vinil butyl efiri üçlü birgə polimerinin termiki xassələri nanokristalların təsiri ilə yaxşılaşır. Raman spektrləri CdS və ZnS üçün xarakterik piklər göstərir. RD əyriyə göstərir ki, alınmış kristallar heksaqonaldırlar. EDRS ölçmələri nanokompozitlərin C, O, N, Cl, Cd, Zn, S elementlərindən ibarət olduğunu göstərdi.</p>
4	<p>Layihə üzrə elmi nəşrlər (elmi jurnallarda məqalələr, monoqrafiyalar, icmallar, konfrans materiallarında məqalələr, tezislər) (dərc olunmuş, çapa qəbul olunmuş və çapa göndərilmişləri ayrılıqda qeyd etməklə, uyğun məlumat - jurnalın adı, nömrəsi, cildi, səhifələri, nəşriyyat, indeksi, İmpact Factor, həmmüəlliflər və s. bunun kimi məlumatlar - ciddi şəkildə dəqiq olaraq göstərilməlidir) <i>(surətlərini kağız üzərində və CD şəklində əlavə etməli!)</i></p> <p><i>(burada doldurmalı)</i></p> <p>1.Synthesis of ZnS nanocrystals within Maleic Anhydride-Octene-1-Vinylbutyl ether terpolymer template and its characterizations. International Journal of Advanced Chemical Technology, v.3, iss. 1, 2014, p.14-18. O.H.Akperov, M.B.Murdov, E.Y.Malikov, A.M.Maharramov, I E.O.Akperov.</p> <p>2.Synthesis of CdS and ZnS nanocrystals in the template of maleic anhydride-octene 1-vinyl butyl ether terpolymer. Azerbaijan Journal of Physics, Series: En., vol. XVI, Number 4, 2013, p.25-27. E.Y.Malikov, O.H.Akperov, M.B.Murdov.</p>

5	İxtira və patentlər, səmərələşdirici təkliflər (burada doldurulmalı)
6	Layihə üzrə ezamiyyətlər (ezamiyyə baş tutmuş təşkilatın adı, şəhər və ölkə, ezamiyyə tarixləri, həmçinin ezamiyyə vaxtı baş tutmuş müzakirələr, görüşlər, seminarlarda çıxışlar və s. dəqiq göstərilməlidir) (burada doldurulmalı)
7	Layihə üzrə elmi ekspedisiyalarda iştirak (əgər varsa) (burada doldurulmalı)
8	Layihə üzrə digər tədbirlərdə iştirak (burada doldurulmalı)
9	Layihə mövzusu üzrə elmi məruzələr (seminar, dəyirmi masa, konfrans, qurultay, simpozium və s. çıxışlar) (məlumat tam şəkildə göstərilməlidir: a) məruzənin növü: plenar, dəvətli, şifahi və ya divar məruzəsi; b) tədbirin kateqoriyası: ölkədaxili, regional, beynəlxalq) (burada doldurulmalı)
10	Layihə üzrə əldə olunmuş cihaz, avadanlıq və qurğular, mal və materiallar, komplektləşdirmə məmulatları (burada doldurulmalı) UV-spektrometr, pH-metr, kimyəvi reaktivlər alınmışdır.
11	Yerli həmkarlarla əlaqələr (burada doldurulmalı)
12	Xarici həmkarlarla əlaqələr (burada doldurulmalı) Macarstanın Seqed Universiteti əməkdaşları ilə elmi əlaqələr.
13	Layihə mövzusu üzrə kadr hazırlığı (əgər varsa) (burada doldurulmalı) Layihə mövzusu üzrə elmi-tədqiqat işlərində doktorant və magistrılar iştirak etmişlər.
14	Sərgilərdə iştirak (əgər baş tutubsa) (burada doldurulmalı)
15	Təcrübəartırmada iştirak və təcrübə mübadiləsi (əgər baş tutubsa) (burada doldurulmalı)
16	Layihə mövzusu ilə bağlı elmi-kütləvi nəşrlər, kütləvi informasiya vasitələrində çıxışlar, yeni yaradılmış

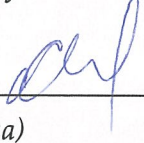
internet səhifələri və s. (məlumatı tam şəkildə göstərməlidir)
(burada doldurmalı)

SİFARİŞÇİ:

Elmin İnkişafı Fondu

Müşavir

Babayeva Ədilə Əli qızı



(imza)

" _ " _____ 201_ -cü il

İCRAÇI:

Layihə rəhbəri

Əkbərov Oqtay Hümət oğlu



(imza)

" 03 " aprel 2014 -cü il

Baş məsləhətçi

Həsənova Günel Cahangir qızı



(imza)

" _ " _____ 201_ -cü il