### PACS: 61.80.Ed; 72.80Tm; 72.22Ej

## γ- RADİASİYA İLƏ MODİFİKASİYA EDİLMİŞ POLİETİLEN/ZrO2 NANOKOMPOZİTLƏRİN YÜK HALI VƏ RELAKSASİYA PROSESLƏRİ

### A.A.NƏBİYEV<sup>\*,\*\*</sup>, A.M.MƏHƏRRƏMOV\*, M.A.NURİYEV\*

AMEA Radiasiya Problemləri İnstitutu\* AZ 1143, B.Vahabzadə 9, Bakı, Azərbaycan Birləşmiş Nüvə Tədqiqatları İnstitutu\*\* Jolio-Küri 6, 141980 Dubna, Rusiya asifnebi@jinr.ru

Daxil olub: 07.01.2019	REFERAT
Çapa verilib: 01.03.2019	İşdə termostimullaşdırılmış depolyarizasiya metodu ilə y-
	şüalarla modifikasiya edilmiş YSPE+ZrO2 nanokompozitlə-
	rində elektrik yük halı və onun relaksasiya prosesləri
	öyrənilmişdir. Ölçmələr həm təmiz yüksək sıxlıqlı polietilen
	(YSPE), həm də müxtəlif həcmi faizlərdə (1-20%), sferik nano-
	ZrO <sub>2</sub> zərrəcikləri ilə alınmış polimer kompozit nümunələr üçün
	25-165°C temperatur intervalında aparılmışdır. Nanokompozit-
	lərin TSD spektrlərinin müqayisəli analizindən müəyyən edil-
	mişdir ki, spektrlərdə meydana çıxan depolyarizasiya maksi-
	mumları həm matrisada, həm də PE-ZrO2 nanokompozit
	nümunələrində fazalararası sərhəddə stabilləşmiş yüklərin
	müvafiq temperatur oblastlarında relaksasiyası nəticəsində baş
	verir.
Açar sözlər: Yüksək sıxlıqlı polietilen (YSPE), sirkonium	Müəyyən edilmişdir ki, doldurucu n-ZrO <sub>2</sub> nanohissəciklərinin
dioksid (ZrO <sub>2</sub> ), termo stimullaşdırılmış depolyarizasiya	miqdarı 3÷10% təşkil etdikdə elektret yüklərinin relaksasiya
(TSD), nanokompozit, γ-şüalanma	prosesləri zəifləyir.

## GİRİŞ

Son illər dünyada kosmik materialşünaslıqla məşğul olan aparıcı elmi tədqiqat mərkəzlərinin sayı durmadan artır. Bu xüsusi ilə nanoquruluşlu və xüsusi elektrofiziki xassəli, radiasiyaya davamlı materialların sənayenin müxtəlif sahələrində geniş miqyaslı tətbiq imkanları, eləcə də müasir sənaye və texnologiyada yeni tip materiallara olan təlabatın zəruriliyindən irəli gəlir. Müəlliflər [1-5] qeyd edirlər ki, polimerlərə qeyriüzvi sferik nanohissəciklərin əlavə edilməsi polimer matrisanın fiziki xassələrinin modifikasiyasına və tətbiqlərinə geniş şərait yaradır. Bu tip materialların sənaye və elektronikanın müxtəlif sahələrində geniş tətbiq imkanları vardır.

Polimer makromolekullarının əmələ gətirdiyi zəncirlərə nano hissəciklərin təsirinin araşdırılması (zəncirlərin genişlənməsi və dinamikası) həm nəzəri, həm də eksperimental nöqteyi nəzərdən böyük maraq kəsb edir. Aparılan tədqiqatlar sübut edir ki, nanodoldurucular polimerin mexaniki xassələrini, dağılmaya davamlılığını yüksəldir, dielektrik xüsusiyyətlərini dəyişərək elektrik möhkəmliyini artırır. Ümumiyətlə polimer matrisaya əlavə edilmiş doldurucu əksər hallarda onun fiziki və mexaniki xüsusiyyətlərinin yaxşılaşmasına, eləcə də alınan kompozitlərin daha ucuz və səmərəli başa gəlməsinə səbəb olur [6-9].

Son dövrlərin tədqiqatları göstərir ki, yüksək sıxlıqlı polietilen (YSPE) əsaslı nanokompozitlər izolyasiya materialları olaraq mükəmməl termiki emal olunma və yüksək dielektrik, maqnitodielektrik xüsusiyyətlərinə görə geniş tətbiq imkanlarına malikdir [9-12].

Polimer və doldurucu zərrəcikləri arasındakı fazalararası sərhəd təbəqəsi (interface region) polimer kompozit materiallarının dielektrik xüsusiyyətlərinin dəyişdirilməsində vacib rol oynayır. Polimer-oksid dolduruculu nanokompozitlər yüksək dielektrik nüfuzluqlu materiallar olmaqla elektron cihazları sənayesində perspektivli materiallar hesab olunur. Müəyyən edilmişdir ki, polimer kompozitlərdə fazalararası təbəqənin xassələri doldurucunun növündən, formasından, ölçüsündən və.s kimi faktorlardan asılıdır [13,15-19]. Kompozitin xüsusiyyətlərinin yaxşılaşdırılması nanozərrəciklərin polimer matrisa ilə yaratdıqları fazalararası təbəqənin effektiv səthindən bilavasitə asılıdır. Eyni tərkibli mikro ölçülü doldurucu ilə müqayisədə nano ölçülü doldurucu ilə alınmış kompozitlərdə effektiv səth daha böyük olur. Buna görə də nanokompozitlərdə Van-Der-Waals qarşılıqlı təsir qüvvələrinin təsiri daha güclü olur və çox vaxsı fiziki, kimyəvi, mexaniki və optik xassələr göstərir. Makro sistemlərdə isə molekullar arası məsəfə nano zərrəciklər arasındakı məsafəyə nəzərən dəfələrlə böyük olduğuna görə Van-Der-Waals qarşılıqlı təsir qüvvələrinin təsiri çox kiçik olur [17-20].

Polimer nanokompozitlərin yük halında dəyişikliklərin tədqiqatı taclı boşalmanın və γşüalanmanın təsiri ilə həyata keçirmək olar. Yük halının öyrənilməsini kompozitlərin termostimullaşdırılmış depolyarizasiya (TSD) cərəyanları spektrinin qeyd edilməsi metodu və bu spektrlərin müqayisəli analizi ilə həyata keçirilir [18-22]. Bu metod polimer nanokompozitlərində molekulyar zəncirlərin dinamikasının və qeyri-stabil yüklərin relaksasiya proseslərinin araşdırılmasında xüsusi əhəmiyyət kəsb edir.

Təqdim etdiyimiz işin əsas məqsədi γ-şülarla modifikasiya olunmuş YSPE+n-ZrO<sub>2</sub> nanokompozitlərin yük halını tədqiq etməklə polimer matrisada və polimer-doldurucu fazalararası sərhəddində gedən relaksasiya proseslərinin araşdırılması olmuşdur.

Qeyd etmək lazımdır ki, nanoquruluşlu polimer kompozit materialların γ-şüalanma və kosmik faktorlarla modifikasiya olunması xüsusiyyətləri az tədqiq olunmuşdur.

## EKSPERİMENT

Tədqiqat obyekti olaraq, polimer matrisa qismində molekulyar kütləsi 95·10<sup>3</sup>g/mol, kristallıq dərəcəsi 60%, ərimə temperaturu 130°C, sıxlığı 0,958g/cm<sup>3</sup> olan 20806-024 markalı yüksək sıxlıqlı polietilen (YSPE) istifadə edilmişdir. Doldurucu maddə kimi xüsusi səth sahəsi S=35m<sup>2</sup>/g, sıxlığı 5.68g/sm<sup>3</sup>, ölçüləri 20÷30nm və təmizlik dərəcəsi 99,9% olan sferik formalı n-ZrO<sub>2</sub> (Sky Spring Nanomaterials, Inc. Houston, USA) nano zərrəcikləri götürülmüşdür [19].

YSPE/n-ZrO<sub>2</sub> nanokompozit nümunələr komponentlərin müəyyən həcm nisbətində diyircəkli laboratoriya dəyirmanında qarışığının hidravlik presdə P=15MPa təzyiq və T=438K temperaturda 5 dəqiqə müddətində termik preslənərək, su-buz qarışığında ani olaraq soyudulması metodu ilə hazırlanmışdır [22]. Alınmış kompozit nümunələrinin qalınlığı 80÷120µm və diametrləri 50mm ölçüdə olmuşdur.

Termodepolyarizasiya cərəyanı spektrləri U5-11 markalı elektrometrik gücləndirici və ikikoordinatlı "Endim 620.02" markalı potensiometri əsasında yığılmış qurğunun köməyi ilə çəkilmişdir. Kompozit nümunələrinin polyarizasiyası metal iynə-müstəvi sistemində mənfi polyarlıqlı tacşəkilli boşalma qurğusunda U=-7kV gərginlikdə t=5dəqiqə müddətində aparılmışdır, elektrodlar arasında məsafə h=10mm olmuşdur. Polyarizasiyadan dərhal sonra, 25÷170°C temperatur aralığında nümunələrin termodepolyarizasiya cərəyanı spektrləri çəkilmişdir. Eksperimetlər zamanı temperaturun xətti olaraq artma sürəti  $\beta$ =4dər./dəq. olmuşdur. TSD cərəyanı spektrlərindən energetik parametrlərin hesablanması "başlanğıc meyl" (Qarlik-Qibson metodu) üsulundan istifadə olunmaqla həyata keçirilmişdir [19-21].

TSD spektrlərində müşahidə olunan hər bir relaksasiya prosesinə uyğun maksimumların aktivləşmə enerjisi  $E_a$  Qarlik-Qibson üsulu ilə hesablanmışdır

$$E_a = \frac{0.086 (\ln \dot{I}_2 - \ln \dot{I}_1)}{10^3 / T_1 - 10^3 / T_2},$$

burada  $E_a$  - aktivləşmə enerjisi, eV; T- mütləq temperatur, K; İ - cərəyan, A; K isə k Bolsman sabitinin elementar yükə olan nisbətini ifadə edən əmsaldır: K=k/e=0.086eV/K [19-21].

## NƏTİCƏ VƏ MÜZAKİRƏLƏR

TSD cərəyanlarının qeyd edilməsi metodu dielektrik materiallarda yüktutma mərkəzlərinə məxsus parametrlərin enerji səviyyələrinin müəyyən edilməsində, elektretlərdə polyarizasiyadan sonra effektiv səth potensialını yaradan yükdaşıyıcıların konsentrasiyasının n və yaşama müddətlərinin  $\tau$  təyinində, eyni zamanda, relaksasiya proseslərinin və müddətinin(( $\tau_0$ ) tədqiqi üçün olduqca səmərəli analitik metodlardan biridir [1819]. Aşağıda YSPE və müxtəlif həcm nisbətlərində alınmış YSPE+%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitləri üçün TSD spektrləri göstərilmişdir (Şəkil 1).



Səkil 1

Təmiz YSPE və YSPE+%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitlərində termo stimullaşdırılmış depolyarizasiya (TSD) spektrləri: aspektrin 20÷100°C oblastı; b - spektrin 100÷140°C oblastı.

Şəkil 1(a) - polimer və nanokompozit nümunələrinə məxsus TSD spektrlərinin 20÷100°C oblastını əks etdirir. Şəkil 1. b-də isə spektrin 100÷150°C oblastının böyüdülmüş təsviri göstərilmişdir. Göründüyü kimi təmiz polietilendə və onun əsasında nanokompozitlərin TSD spektrlərində 20÷80°C və 110÷140°C temperatur intervalında iki maksimum müşahidə edilir. Güman edirik ki, 20÷80°C intervalında müşahidə olunan maksimumlar tacşəkilli boşalma ilə polyarizasiya zamanı aşağı enerjili səthi tələlərdə lokallaşmış yükdaşıyıcıların termik aktivləşməsi hesabına yaranır. Yuxarı temperatur intervalında (110÷140°C) yaranan maksimumlar isə polimer matrisada stabilləşən həcmi yüklərin və polimer-ZrO<sub>2</sub> fazalararası sərhəd təbəqəsində lokallaşmış yükdaşıyıcıların termik aktivləşməsi hesabına yaranır. Spektrlərin 20-80°C oblastında, göründüyü kimi, doldurucunun miqdarı artdıqca maksimumlar otaq temperaturuna doğru sürüşür, yəni relaksasion təbiətlidir. Cədvəl 1-dən də göründüyü kimi doldurucunun miqdarı artdıqca səthi tələlərdə tutulan yüklərin miqdarı 6 dəfəyə yaxın azalır, 11.24nKl-dan 1.88nKl-a qədər düşür. Analoji azalma prosesi

yüklərin tələlərdən boşalmasına sərf olunan aktivləşmə enerjisində də müşahidə olunur. Bu prosesi nanokompozitlərdə doldurucunun miqdarı artdıqca polimer matrisanın amorf fazasının artması ilə izah etmək olar. Polimer matrisada amorflaşmanın artması apardığımız başqa ekperimentlərdə də öz əksini tapmışdır. Belə ki, DSC (Differential scanning calorimetry) metodu ilə apardığımız təcrübələr polietilenin kristallıq dərəcəsinin doldurucun miqdarı ardıqca 59.6%-dən 26.5%-ə qədər azaldığını göstərmişdir. Rentgen difraksiyası metodu (XRD) isə doldurucunun miqdarı artdıqca polietilenin kristal fazasına məxsus intensivliyin 9 dəfəyə qədər azaldığını göstərib [13]. Amorf fazanın artması fazalararası effektiv səthin kəskin azalmasına gətirib çıxarır. Spektrlərin yüksək temperatur (110÷140°C) oblastında həm polimerin həm də, kompozitin TSD spektrlərində müxtəlif intensivlikli maksimumlar müşahidə olunur. 110°C ətrafinda yaranan geniş maksimum güman edirik ki, amorf fazada stabilləşmiş həcmi yüklərin termik relaksasiyasının nəticəsidir. Qeyd edək ki, təmiz polietilendə 122.9°C temperaturdakı maksimum polimerin kristallik və fazalararası amorf

sərhəddinə yığılan yüklərin hesabına yaranır. Bu temperatur intervalında 1 və 3% doldurucu ilə alınmış kompozitlərdə 119.93°C və 121.9°C temperaturlarda dublet piklər əmələ gəlir. Bu kompozitlərdə polimerin miqdarı və kristallik yüksək olduğundan fazası dubletin birinci maksimumunu matrisaya, ikinci maksimumunu isə polimer-ZrO<sub>2</sub> sərhəddinə aid etmək olar. Güman edirik ki, bu dubletin birinci piki polimer matrisanın kristal və amorf fazalararası sərhəddində, ikinci piki isə doldurucu ilə polimer sərhəddində üç fazalı üst molekulyar quruluş təsəvvürlərinə görə [14,22] fazalararası təbəqədə toplanan yüklərin hesabına yaranır. Bu piklərin birincisi doldurucunun 5 və 10% miqdarında olan kompozitlərdə əks polyarlığa keçir və spektrdə

inversiya müşahidə edilir. Bu prosesi fərqli təbiətə malik iki dielektrik materialın fazalararası sərhəddində baş verən Makswell-Vagner effekti daha məqsədə uyğundur. ilə izah etmək Spektrlərdən də göründüyü kimi bu temperatur intervalında şərti müsbət tərəfdə geniş zolaqlı, aşağı intensivlikli maksimum və davamı olaraq şərti mənfi istiqamətdə böyük intensivlikli maksimum müşahidə olunur. Bu maksimumlardan aşağı temperaturlusu amorf fazada həcmi yüklərin yaratdığı maksimum, yuxarı temperaturlusu isə polietilenin kristallik fazası ilə amorf fazası arasında fazalararası təbəqədə yığılmış Makswell-Vagner polyarizasiyasına məxsus yüklərin relaksasiyasıdır [18,22].

## Cədvəl 1

Təmiz YSPE və YSPE+%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitlərinin TSD spektrlərindən hesablanmış xarakterik parametrlərin nəticələri. Burada  $E_{a}$ - aktivləşmə enerjisi, Q-elektrik yükü, T- isə piklərin temperaturudur.

Doldurucu	I pik	II pik		III pik		Pik temperaturu, °C		
miqdarı, %	Q, nKl	$E_a$ , $eV$	Q, nKl	$E_a$ , $eV$	Q, nKl	I pik	II pik	III pik
0	11.24	0.144	0.058	0.318	3.5	56.14	111.35	122.87
1	9.8	0.0102	2.25	0.495	2.74	46.07	107.36	121.88
3	7.2	0.0105	5.64	0.119	1.74	43.22	97	122.38
5	6.9	0.634	0.1	0.65	3.4	33.19	119.61	124.1
10	3.52	0.292	1.3	0.159	0.076	37.39	119.28	122.64
20	1.88	-	-	0.0164	3.9	25.28	-	124.06

Doldurucunun 5 və 10% miqdarında alınmış nanokompozitlərinTSD spektrində 119÷121℃ temperatur intervalında inversiya müşahidə olunur (Şəkil 1(b)). Hesab edirik ki, inversiya amorf fazada yaranan tələlərdə stabilləşən yüklərin relaksasiyasının nəticəsidir. Güman edirik ki, doldurucunun miqdarı artdıqca, yuxarıda qeyd etdiyimiz kimi, kristallik fazanın həcmi azalır və bu da matrisaya məxsus fazalararası sərhəddin effektiv səthinin sahəsinin azalmasına səbəb olur və nəticə olaraq amorf fazada stabilləşmiş yüklərin daha parlaq üzə çıxmasının şahid oluruq. Buna görə də, YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> kompozitlərində inversiya maksimumunun yaranmasını və YSPE+10%ZrO2 kompozitlərində artmasını müşahidə edirik.

Doldurucunun sonrakı artımı doldurucu hissəciklərinin nano ölçülü agreqatlar əmələ gətirməsi və amorf fazanın ümumilikdə azalması hesabına effektiv səthin sahəsinin azalması və TSD spektrində yüksək temperaturlu maksimumun intensivliyinin azalması ilə nəticələnir. Eyni zamanda güman edirik ki, kompozitdə doldurucunun miqdarı müəyyən həddi (həcmcə ~5%) kecdikdən sonra amorf fazanın həcmi artır və bu artım geniş enerji spektrinə malik tələlərin konsentrasiyasının azalması və inversiya yaranmasına səbəb olan, nisbətən yüksək enerjili tələlərin konsentrasiyasının artması ilə nəticələnir.

TSD spektrlərindən polimer və kompozitin xarakterik parametrləri, aktivləşmə enerjisi və elektrik yükünün miqdarı hesablanmış və alınan nəticələr cədvəl 1.-də öz əksini tapmışdır.

Təmiz YSPE və YSPE+%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitlərin TSD spektrlərində yüksəktemperaturlu maksimuma uyğun relaksasiya prosesinə məxsus parametrlər Cədvəl 2-də verilmişdir. Cədvəldə verilmiş parametrlərdən əsas maraq kəsb edəni uyğun maksimuma məxsus prosesin relaksasiya müddətidir. Cədvəldə həm maksimumun temperaturuna (T<sub>m</sub>), həm də istismar temperaturuna (T<sub>ist.</sub>) uyğun hesablanmış relaksasiya müddəti təqdim edilib. Göründüyü kimi, yüksək yaşama müddəti YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> kompozitinə məxsusdur ki, bu da bu tərkibli kompozitdə yüklərin nisbətən zəif relaksasiya prosesindən xəbər verir. Hesab edirik ki, YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> kompozitinin yaşama müddətinin yüksək olması doldurucunun matrisada bircins paylanmasının nəticəsi olub, polimer doldurucu fazalararası sərhəddinə məxsus effektiv səthin bu kompozitdə optimal qiyməti ilə əlaqədardır.

#### Cədvəl 2

Təmiz YSPE və YSPE+%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitlərin TSD spektrlərindən yüksəktemperaturlu maksimuma görə hesablanmış xarakterik relaksasiya parametrləri. Hesablama [25] saylı mənbəyə əsasən aparılmışdır, burada Q - T<sub>m</sub> maksimumundan sonrakı S sahəsinə məxsus elektrik yükü,  $I_m$  - maksimuma uygun T<sub>m</sub> temperaturunda cərəyan,  $\tau_s$  və lg $\tau_{eks.}$  - uygun olaraq maksimumun temperaturuna (T<sub>m</sub>) və istismar temperaturuna (T<sub>ist.</sub>) uygun hesablanmış relaksasiya müddətidir.

Ф, həcmi%	<i>S</i> , <i>sm</i> <sup>2</sup>	Q, 10 <sup>-11</sup> Kl	$Q/S_{el.},$ $10^{-11}Kl/sm^2$	I <sub>m</sub> , 10 <sup>-11</sup> A	$\tau_s$ , san.	Т <sub>т</sub> , К	lgτ <sub>eks.</sub> , san.
0	3,8	240	34,28	5,0	48,4	396	0,54 sut
1	3,5	165	23,57	2,8	59	393	6,81sut.
5	7,0	757,3	108,18	3,75	201,9	397	96,3 sut.
10	2,66	58,0	8,28	1,5	38,7	395	4,3 sut.
20	2,74	66,27	9,47	2,0	33,15	396	3,74 sut.





YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> (a, b) və YSPE+10%ZrO<sub>2</sub> (c, d) polimer nanokompozitlərində qamma şüalandırılmadan əvvəl və sonra termo stimullaşdırılmış depolyarizasiya (TSD) cərəyanı spektrləri: 1- 0kGy, 2 - 300kGy, 3 -500kGy.

YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> və YSPE+10%ZrO<sub>2</sub> polimer nanokompozitlərinin γ- şüalandırılmadan əvvəl və sonra çəkilmiş TSD spektrləri Şəkil 2-də verilmişdir. Spektrlərdən göründüyü kimi həcmcə 5% və 10%ZrO<sub>2</sub> ilə alınmış nümunələrin şüalanmadan əvvəl və sonra çəkilmiş TSD spektrlərini müqayisə etsək, aşağı temperaturlar oblastında (20÷80°C) yaranan maksimumların şüalanmış nümunələrdə bir tərtib yüksək olduğunu görürük. Bunun səbəbi qamma şüalanmadan sonra nümunələrdə ilkin nümunələrlə müqayisədə nisbətən yüksək enerjili tələlərin konsentrasiyasının artmasıdır. Yuxarı temperaturlar oblastında (80÷150°C) isə yaranan maksimumların intensivlikləri isə həm ilkin həm də şüalanmış nümunələr üçün təqribən eyni tərtibdədir. Spektrlərdən görünür ki, yuxarı temperaturlar oblastında inversiya aradan qalxmışdır. 90÷130°C temperatur intervalında yaranan maksimumlar güman ki, qamma şüalanmanın matrisada yaratdığı defektlərdə polyarizasiyadan sonra stabilləşmiş yüklərin termik relaksasiyasının nəticəsidir [24].

Beləliklə müəyyən edilmişdir ki, nanokompozitlərin TSD spektrlərində meydana çıxan depolyarizasiya pikləri həm yüksək sıxlıqlı polietilenin amorf və kristal fazaları sərhəddində dərin tələlərdə, həm də polimer-ZrO<sub>2</sub> fazalararası sərhəddində polyarlaşma zamanı yığılan yüklərin müvafiq temperaturlarda relaksasiyası nəticəsində baş verir. YSPE+ZrO<sub>2</sub> kompozitlərinin qamma şüalarla modifikasiyası TSD spektrlərindən göründüyü kimi, yuxarı temperaturlar oblastında bir sıra yeni maksimumların yaranması ilə nəticələnir.

## NƏTİCƏLƏR

• YSPE və YSPE+ZrO<sub>2</sub> nanokompozitlərinin TSD spektrlərinin müqayisəli analizindən müəyyən edilmişdir ki, spektrlərdə meydana çıxan depolyarizasiya maksimumları tacşəkilli polyarlaşmadan sonra matrisada toplanmış həcmi yüklərlə yanaşı, YSPE-nin kristallik və amorf fazalararası sərhəddində və YSPE+ZrO<sub>2</sub> fazalararası sərhəddində stabilləşmiş yüklərin müvafiq temperaturlarda relaksasiyası nəticəsində baş verir.

- 1. Thomas Hanemann, Dorothée Vinga Szabó. *Polymer-Nanoparticle Composites: From Synthesis to Modern Applications, Materials,* **3** (2010) 3468-3517.
- 2. W.R.Caseri. Nanocomposites of polymers and inorganic particles: preparation, structure and properties, Mater. Sci. Tech., **22** (2006) 807-817.
- 3. L.S.Schadler, L.C.Brinson, W.G.Sawyer. *Polymer* nanocomposites: A small part of the story, J. Miner. Met. Mater. Soc., **59** (2007) 53-60.
- 4. R.Krishnamoorti. *Strategies for dispersing nanoparticles in polymers, Mater. Res. Bull.*, **32** (2007) 341-347.
- 5. F.Hussain, M.Hojjati, M.Okamoto, R.E.Gorga. *Review article: Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application, Journal of Composite Materials,* **40** (2006) 1511-1575.
- J.K.Nelson, Y.Hu, J.Thiticharoenpong. *Electrical* properties of TiO<sub>2</sub> nanocomposites. in '2003 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena. Albuquerque, USA', (2003) 719-722.

• Qamma şüalanmanın təsirindən sonra aşağı temperaturlu maksimumun bir tərtib yüksək olması və yüksək temperaturlara tərəf sürüşməsi yeni, nisbətən yüksək enerjili və konsentrasiyalı səth defektlərinin yaranmasından xəbər verir.

• 300kGy və 500kGy şüalandırılmış, həcmcə 5 və 10%-li YSPE+ZrO<sub>2</sub> kompozitlərinin TSD spektrlərinin müqayisəli analizi 300 kGy dozada işlənmiş kompozitlərin temperatura daha dayanıqlı olduğunu üzə çıxarmışdır. Bu 300kGy dozaya qədər tikilmə prosesinin üstünlük təşkil etməsi ilə izah oluna bilər.

• YSPE və YSPE+ZrO<sub>2</sub> nanokompozitlərinin TSD spektrlərindən həm yüksəktemperaturlu maksimumun temperaturuna (T<sub>m</sub>), həm də istismar temperaturuna (T<sub>ist.</sub>) uyğun hesablanmış relaksasiya müddətinin YSPE+5%ZrO<sub>2</sub> kompoziti üçün yüksək olması doldurucunun matrisada bircins paylanmasının nəticəsi olub, kristallaşa bilən polimer əsaslı kompozitlərin üç fazalı struktur modelinə əsasən, polimer doldurucu fazalararası sərhəddinə məxsus effektiv səthin bu kompozitdə optimal qiyməti ilə əlaqədardır.

- 7. S.C.Tjong. Structural and mechanical properties of polymer nanocomposites, Materials Science and Engineering R, **53** (2006) 73-197.
- M.K.Crawford, R.J.Smalley, G.Cohen, B.Hogan, B.Wood, S.K.Kumar, Y.B.Melnichenko, L.He, W.Guise, B.Hammouda. *Chain Conformation in Polymer Nanocomposites with Uniformly Dispersed Nanoparticles, Physical Review Letter, PRL*, **110** (2013) 196001.
- А.М.Магеррамов, Д.Ф.Рустамова. Электрофизические свойства нанокомпозитов полиэтилен-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, закристаллизованных в постоянном магнитном поле, Перспективные материалы, (Москва), **3** (2016) 27-34
- 10. T.Tanaka. *Dielectric nanocomposites with insulating properties, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, **12** (2005) 914-928.
- 11. P.Pissis, D.Fragiadakis, A.Kanapitsas, K.Delides. Broadband Dielectric Relaxation Spectroscopy in Polymer Nanocomposites, Macromol. Symp., **265** (2008) 12-20.
- 12. M.Roy, J.K.Nelson, R.K.MacCrone, L.S.Schadler, C.W.Reed, R.Keefe, W.Zenger. *Polymer Nanocomposite Dielectrics - The Role of the Interface,*

*Electrical Insulation and Dielectric Phenomena,* 2004. CEIDP '04. 2004 Annual Report Conference on.

- R.Gensler, P.Groppel, V.Muhrer, N.Muller. Applications of Nanoparticles in Polymers for Electronic and Electrical Engineering. Particle and Particle Systems Characterization, 19 (2002) 293-299.
- А.М.Магеррамов, Х.В.Багирбеков, А.Э.Чеботаревский, А.И.Абдуллаева. О структуре межфазных слоев и особенности радиотермолюминесценции композиций полиэтилена с дивинилстирольным блоксополимером ДСТ-50, Проблемы энергетики, 4 (2011) 44-51.
- M.M.Guliyev, R.S.Ismayilova, A.A.Shukurova, A.A.Nabiyev, G.A.Akhundova. Influence of γradiation on properties of composite structure UHMWPE+α-SiO<sub>2</sub>, Journal of Radiation Research, Baku, **3** №1 (2016) 14-23.
- 16. М.М.Кулиев, А.М.Магеррамов, Р.С.Исмайилова, А.А.Набиев. Нанокомпозитные короноэлектреты на основе полиэтилена высокой плотности и диоксида кремния, Перспективные материалы, 9 (2015) 17-22.
- 17. Thi Thu Nga Vu, Gilbert Teyssedre, Séverine Le Roy, Christian Laurent. *Maxwell–Wagner Effect in Multi-Layered Dielectrics: Interfacial Charge*

*Measurement and Modelling, Technologies*, **27** №5 (2017) 1-15.

- 18. Yu.A.Gorokhovatsky. Fundamentals of the Thermal Depolarization Analysis, Moscow: Nauka, (1981).
- 19. G.M.Sessler (ed.). *Electrets, Third Edition, Laplacian Press, Morgan Hill,* **1** (1999).
- 20. М.Ф.Галиханов. Коноэлектреты на основе полиэтиленовых композиционных материалов, Материаловедение, **7** (2008) 15-28.
- 21. Ю.А.Гороховатский. Электретный эффект и его применение, Соросовский образовательный журнал, **8** (1997) 92-98.
- 22. А.М.Магеррамов. Структурное и радиационное модифицирование электретных, пъезоэлектретных свойств полимерных композитов, Баку, "Элм", (2001).
- A.Joy. Singh Temperature and Field Dependence of Thermally Stimulated Discharge Current in Polymer Nanocomposite Electret, International Journal of Chemical and Physical Sciences, 3 (2014) 13-19.
- 24. А.М.Магеррамов, М.К.Керимов, Э.М.Гамидов. Электретные полимерные пленки для дозиметрии γ-излучения, Elmi məcmuələr, **6** №1 (2004) 257-264.

# CHARGE STATE AND RELAXATION PROCESSES OF POLYETHYLENE/ZrO2NANOCOMPOSITES MODIFIED BY $\gamma\text{-RADIATION}$

#### A.A.NABIYEV, A.M.MAHARRAMOV, M.A.NURIYEV

The electric charge state and relaxation processes in HDPE+ZrO<sub>2</sub> nanocomposites modified by the effect of  $\gamma$ -rays have been investigated by the thermostimulated depolarization method. Measurements have been carried out at a temperature range of 25÷165°C for pure high density polyethylene (HDPE), as well as polymer composite samples obtained with spherical nano-ZrO<sub>2</sub> particles at different mass percentages (1÷20%). Comparative analysis of TSD spectra of nanocomposites has been identified that the depolarization maxima occurring in the spectra take place on interphase boundaries both in the matrix, and in PE-ZrO<sub>2</sub> nanocomposite samples as a result of the relaxation of stabilized charges in the corresponding temperature regions after corona polarization.

It has been established that when the amount of filler  $n-ZrO_2$  nanoparticles is about  $3\div10\%$ , the relaxation processes of electret charges is weakened.

# ЗАРЯДОВОЕ СОСТОЯНИЕ И РЕЛАКСАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ НАНОКОМПОЗИТОВ ПОЛИЭТИЛЕНА/ZrO<sub>2</sub>, МОДИФИЦИРОВАННЫХ *ү*-ИЗЛУЧЕНИЕМ

#### А.А.НАБИЕВ, А.М.МАГЕРРАМОВ, М.А.НУРИЕВ

Исследовано состояние электрического заряда и релаксационные процессы в нанокомпозитах ПЭВП/ZrO<sub>2</sub>, модифицированных  $\gamma$ -облучением, методом термостимулированной деполяризации. Измерения проводились в температурном диапазоне 25÷165°С для чистого полиэтилена высокой плотности (ПЭВП), а также образцов полимерных композиций, полученных со сферическими нано-ZrO<sub>2</sub> частицами при различных массовых процентах (1÷20%). Сравнительным анализом спектров токов TCД нанокомпозитов установлено, что деполяризационные максимумы в матрице и композите PЭ/ZrO<sub>2</sub> являются результатом релаксации стабилизированных в межфазной границе зарядов при соответствующих температурах. Установлено, что, когда количество наночастиц n-ZrO<sub>2</sub> наполнителя составляет около 3÷10%, релаксационные процессы электретных зарядов ослабевают.