

AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI

Əlyazması hüququnda

RENIUMUN ÜÇLÜ ƏRİNTİLƏRİNİN NAZİK TƏBƏQƏLƏRİNİN ELEKTROKİMYƏVİ ÜSULLA ALINMASI

İxtisas: 2307.01 – Fiziki kimya

Elm sahəsi: Kimya

İddiaçı: **Kəmalə Fəhrad qızı İbrahimova**

Fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi almaq üçün
təqdim edilmiş dissertasiyanın

AVTOREFERATI

Bakı – 2024

Dissertasiya işi Azərbaycan Respublikası Elm və Təhsil Nazirliyi akademik M.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutunun "Renyum ərintilərinin elektrokimyası və elektrokatalizi" laboratoriyasında yerinə yetirilmişdir.

Elmi rəhbər:

kimya elmləri doktoru, professor
Elza Əbdüləziz qızı Salahova

Rəsmi opponentlər:

kimya elmləri doktoru, dosent
Yasin İsa oğlu Cəfərov

kimya elmləri doktoru, professor
Müslüm Əhməd oğlu Qurbanov

kimya üzrə fəlsəfə doktoru
Əsmər Dadaş qızı Vəliyeva



Azərbaycan Respublikası Prezidenti yanında Ali Attestasiya Komissiyasının Bakı Dövlət Universitetinin nəzdində fəaliyyət göstərən ED 2.16 Dissertasiya şurası

Dissertasiya

şurasının sədri:

kimya elmləri doktoru, professor
İbrahim Qərib oğlu Məmmədov

Dissertasiya şurasının

elmi katibi:

kimya elmləri doktoru, dosent
Fərid Nadir oğlu Nağıyev

Elmi seminarın sədri:



İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

Mövzunun aktuallığı və işlənmə dərəcəsi. Müasir dövrdə elmdə aktual olan istiqamətlərdən biri - nanotexnologiya böyük inkişaf mərhələsinə qədəm qoymuşdur. Bu elm sahəsinin inkişafı alimlər qarşısında yeni fundamental elmi-tədqiqat işləri aparmaq üçün geniş imkanlar yaradır.

Unikal xassəyə malik qeyri-üzvi maddələrin alınması məqsədi ilə yeni üsulların işlənilib hazırlanması müasir dövrün materialşünaslıq elminin əsasını təşkil edir. Tərkibində xalkoqen olan yarımkeçirici təbəqələr yarımkeçiricilər texnikasında geniş tətbiq edilir. Rенийumun üçlü ərintiləri kimyəvi və stexiometrik tərkibdən asılı olaraq çox maraqlı xassələr (fotokeçiricilik, optoelektronik, yarımkeçirici və s.) göstərir. Lakin bu yarımkeçirici örtüklərin alınması üçün kimyəvi və elektrokimyəvi üsuldən istifadə edilir. Kimyəvi, həm də elektrokimyəvi üsulun üstünlüyü ondan ibarətdir ki, hər iki halda proses aşağı temperaturda aparılır və yüksək temperaturda aparılan buxarlanmadan azad olunur. Elektrokimyəvi üsulun özünəməxsus müsbət xüsusiyyətləri vardır. Belə ki, elektrokimyəvi metodla elektroliz prosesini dəqiqliklə aparmaq, alınan təbəqənin qalınlığını tənzim etmək mümkündür. Rенийum ərintilərinin alınması üçün geniş dairə üsulu mövcuddur ki, onların içərisində elektrokimyəvi üsul əsas yerlərdən birini tutur. Məlumdur ki, reniumun müxtəlif metallarla ərintiləri vardır ki, onlar da bir sıra qiymətli xassələrə malikdirlər: korroziyaya qarşı davamlılıq, spesifik maqnit və mexaniki xassələri, daha sonra onlar katalizator kimi və s. istifadə edilir. Digər tərəfdən, elektrokimyəvi üsulla verilmiş ərintilərin müxtəlif elektrolitlərdən alınması bir çox spesifik xüsusiyyətlərə malikdir ki, o da alınan maddələrin xassələrinə təsir göstərir. Belə ki, elektroliz prosesi zamanı alınan ərintilərin tərkibində qeyri-metallik qarışıqların (oksigen, hidrogen, karbon və s.) miqdarı olduqca azdır.

Odur ki, iki və daha artıq metalların məhlullarından lazım olan tərkibdə yarımkeçirici xassəyə malik olan nazik təbəqələrin alınması böyük elmi və praktiki əhəmiyyət kəsb edir. Yarımkeçirici xassəyə malik müxtəlif metalların ərintiləri vardır ki, onları elektroliz üsulu ilə tərkibində renium və müvafiq metal kationlarını məhlullarını istifadə etməklə almaq olar. Məhlulda reniumun və metalların qatılığını,

temperaturu və pH-nı dəyişməklə reniumun müxtəlif tərkibli üçlü ərintilərini almaq mümkündür. Ədəbiyyatda renium xalkogen əsasında üçlü ərintilərin alınması barədə məlumat demək olar ki, yoxdur. Dissertasiya işində ilk dəfə olaraq, renium selen mis əsasında üçlü ərintilərin nazik təbəqələrinin alınması prosesi tədqiq edilmiş və alınmış təbəqələrin fiziki kimyəvi xassələri öyrənilmişdir.

Tədqiqatın obyektı və predmeti. Tədqiqatın obyektı renium-selen-mis ərintilərinin nano təbəqələrinin elektrokimyəvi üsulla tədqiqi, predmeti isə yarımkeçiricilər texnikasında istifadə ediləcək təbəqələrin alınmasıdır.

Tədqiqatın məqsəd və vəzifələri. Elektrokimyəvi çökdürülmə yolu ilə yarımkeçirici xassəyə malik renium-selen-mis sistemində nano təbəqələrin alınmasından və alınmış təbəqələrin fiziki-kimyəvi xassələrinin öyrənilməsindən ibarətdir. Elmi tədqiqat işi aşağıdakı mərhələlərlə yerinə yetirilmişdir:

- Reniumun, selenin, misin həm ayrılıqda, həm də birlikdə elektrolitik çökmə prosesinin mexanizminin öyrənilməsi

- Renium-selen-mis ərintilərinin alınmasında müxtəlif amillərin təsirinin öyrənilməsi

- Renium-selen-mis sistemində alınmış ərintilərin nazik təbəqələrinin fiziki-kimyəvi xassələrinin tədqiqi

Tədqiqat metodları. Re–Se–Cu ərintilərinin nazik təbəqələrinin rentgenfaza analizi Almaniyanın “Bruker” firmasının tozvari “D2 Phaser” difraktometrində CuK_α – şüalanmasında aparılmış, alınmış ərintilərin morfologiyası SEM vasitəsilə JEOL JSM7600F skanediçi elektron mikroskopunda, element analizi detektor OXFORD X-MAX 50 vasitəsilə tədqiq edilmiş, katod çöküntülərinin səth quruluşunun faza tərkibi Tesla BS-301 markalı elektron mikroskopu və «Cotece» M-46 markalı mikrozondda təyin edilmişdir. Re–Se–Cu ərintilərinin nazik təbəqələrinin maqnit xassələri EPR spektrometrində öyrənilmişdir. Nazik təbəqələrin termiki davamlılığı və oksidləşməsi termoqravimetrik analiz vasitəsilə NETZCH STA 449F3A-0835 derivatoqrafda 20–900°C temperatur intervalında, 10°C/dəq proqramlaşdırılmışdır. Elektrokimyəvi prosesin tədqiqi üçün kompüterlə təchiz edilmiş IVIUMSTAT potensiostatından istifadə olunmuşdur.

Müdafiəyə çıxarılan əsas müddəalar.

- İlk dəfə olaraq, elektrokimyəvi yolla sulfat məhlullarından Re–Se–Cu üçlü ərintilərin potensiostatik, temperatur-kinetik və voltamperometrik metodla elektrolitik çökməsi prosesinin öyrənilməsi həyata keçirilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, sulfat məhlullarından reniumun elektrolitik çökməsi prosesi əsasən qatılıq polyarizasiyası ilə və katod prosesinin sürəti isə katodun səthində ionların diffuziyası ilə xarakterizə olunur.

- Reniumun sulfat elektrolitlərdən reniumun çökmə prosesinin tədqiqi nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, reniumun reduksiyası əsasən aralıq birləşmələrin əmələ gəlməsi ilə və yaxud renium oksidlərinin (Re_2O_5 , ReO_3) yaranması ilə gedir və sulfat məhlullarından reniumun elektrolitik çökməsi prosesi əsasən qatılıq polyarizasiyası ilə xarakterizə edilir.

- Selenin sulfat məhlullarından elektrolitik çökməsi prosesi tədqiq edilmiş, müxtəlif faktorların çökmə prosesinə təsiri öyrənilmiş və müəyyən olunmuşdur ki, selenin elektrokimyəvi üsulla çökməsi sürəti işıqlanmadan və temperaturdan asılıdır.

- Renium ilə selenin sulfat məhlullarından birgə elektrolitik çökməsi prosesinin potensiostatik və tsiklik voltamper xarakteristikasının tədqiqi göstərir ki, katodda renium ilə selenin birgə elektrolitik çökməsi zamanı hər iki elementin depolyarizasiyası müşahidə olunur. Buna səbəb katodda renium ilə selen arasında kimyəvi qarşılıqlı təsirin olması, kimyəvi birləşmənin əmələ gəlməsidir.

- Re–Se–Cu üçlü ərintilərinin tərkibinə müxtəlif amillərin (cərəyan sıxlığının, temperaturun, turşuluğun, komponentlərin qatılığının və s.) təsiri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, cərəyan sıxlığının, temperaturun və reniumun qatılığının artması ilə təbəqələrin keyfiyyəti yaxşılaşır, reniumun ərintidə miqdarı artır. Yarımkəçirici xassəli nazik təbəqələrin alınması üçün optimal şərait və elektrolitin tərkibi təklif edilmişdir.

- Renium-selen-mis sistemində alınan nazik təbəqələrin oksidləşməsi və termiki davamlılığı öyrənilmişdir. Elektrokimyəvi yolla alınmış Re–Se–Cu ərintisinin tam oksidləşməsi 3 ekzotermik və 2 endotermik reaksiya ilə xarakterizə olunur. Ərintinin oksidləşməsi mürəkkəb mexanizm ilə gedir.

- Re-Se-Cu sistemində alınmış nazik təbəqələrin 343 K-də, 1800 saniyə müddətində +0.5V potensialda mis elektrodu üzərində nümunələrin SEM analizi aparılmış və onun ölçülərinin 50-130 nm arasında dəyişdiyi müəyyən edilmişdir. Bu zaman platin elektrodun səthində müxtəlif həndəsi formalı sferik hissəciklərin orta ölçüsü ~ 20–25 nm olması müşahidə olunur.

- Elektrokimyəvi üsulla sulfat məhlullarından alınmış renium-selen-mis ərintilərin nazik təbəqələrinin maqnit xassələri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, renium-selen-mis sistemində alınan nazik təbəqələrin paramaqnit xassələri vardır. Renium-selen-mis sistemlərində alınmış təbəqələr əsasında Al-(Re-Se-Cu) tipli diod quruluşu yaradılmış, onun dinamik və statik voltamper xarakteristikaları öyrənilmiş və aşkar edilmişdir ki, bu diod quruluşlarında "çevrilmə və yaddaş" effekti vardır.

Tədqiqatın elmi yeniliyi. İlk dəfə olaraq müasir elektrokimyəvi tədqiqat üsullarından istifadə etməklə reniumun, selenin və misin sulfat məhlullarından ayrı-ayrılıqda, həm də birlikdə çökmə prosesinin mexanizmi (potensiostatik, temperatur-kinetik və voltamperometrik metodla) tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, sulfat məhlullarından reniumun elektrolitik çökməsi prosesi əsasən qatılıq polyarizasiyası ilə və katodun səthində ionların diffuziyası ilə xarakterizə olunur.

Selenin elektrolitik çökməsi prosesi sulfat məhlullarından tədqiq edilmiş və polyarizasiyanın təbiəti təyin edilmişdir. Selenin çökməsi əvvəlcə kimyəvi, sonra isə diffuziya polyarizasiya ilə xarakterizə olunur. Selenin elektrolitik çökməsi prosesi elektrolitdə əmələ gələn iki valentli selen hissəciklərinin reduksiyası ilə tənzimlənir.

Renium ilə selenin sulfat məhlullarından birgə elektrolitik çökməsi prosesinin potensiostatik və tsiklik voltamper xarakteristikasının tədqiqi göstərir ki, katodda renium ilə selenin birgə elektrolitik çökməsi zamanı renium əsasında yeni kimyəvi birləşmənin alınması müşahidə olunur. Buna səbəb katodda renium ilə selen arasında kimyəvi qarşılıqlı təsirin olmasıdır.

Tədqiqatın nəzəri və praktiki əhəmiyyəti.

Aparılan tədqiqatların nəticəsində elektroliz üsulu ilə qısa müddət ərzində, aşağı temperaturda və müxtəlif metallar üzərində, lazımı

tərkibdə nazik təbəqə şəklində renium üçlü ərintisini almaq mümkündür ki, həmin təbəqələr yarımkeçiricilər texnikasında istifadə edilə bilər. Müasir texnikanın tələblərinə cavab verən keyfiyyətli ərintilər alınması üçün elektroliz apararkən elektrolitin tərkibini dəyişmək mümkündür.

Elektrokimyəvi üsulla alınmış renium-selen-mis ərintilərinin nazik təbəqələrinin fiziki-kimyəvi xassələri tədqiq edilmişdir.

Aprobasiyası və tətbiqi. Dissertasiya işinin əsas məzmunu 29 elmi əsər və 2 patentdə öz əksini tapmışdır. Onlardan 14 məqalə (10 xaricdə), 15 tezisdır. Dissertasiya işinin əsas nəticələri aşağıdakı Beynəlxalq və Respublika elmi konfranslarında məruzə olunmuşdur: AMEA-nın müxbir üzvü X.S.Məmmədovun 75 illik yubileyinə həsr olunmuş konfransın materialları (Bakı 2002), Akademik M.F.Nağıyevin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş elmi konfrans (Bakı 2003), AMEA-nın müxbir üzvü Z.H.Zülfüqarovun 90 illik yubileyinə həsr olunmuş konfransın materialları (Bakı 2004), Prof. A.Ə.Verdzadənin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş «Üzvi reagentlər analitik kimyada» respublika konfransının materialları (Bakı, 2009), «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии» II, VI, VII, IX, X, XI Международная научная конференция, (Иваново 2010, 2014, 2015, 2017, 2019, 2020), «Евразийский симпозиум по инновациям в катализе и электрохимии» посвященный 100-летию акад. Д.В.Сокольского, (Казахстан, Алматы 2010). ФГУП «ИНСТИТУТ «ГИНЦВЕТМЕТ» РЕНИЙ. Научные исследования, технологические разработки, промышленное применение. Сборник материалов международной научно-практической конференции (Москва 2013, 2016), M.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutunun 80 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika elmi konfransının materialları (Bakı 2016), Akademik M.Nağıyevin 110 illik yubileyinə həsr olunmuş “Nağıyev qıraətləri” Beynəlxalq konfransı (Bakı 2018), XXI Менделеевский съезд по общей и прикладной химии (Санкт-Петербург 2019)

Dissertasiya işinin yerinə yetirildiyi təşkilatın adı.

Dissertasiya işi ARETN-nin M.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutunun “Renium ərintilərinin elektrokimyası və elektrokatalizi” laboratoriyasında yerinə yetirilmişdir.

Dissertasiyanın struktur bölmələrinin ayrılıqda həcmi qeyd olunmaqla dissertasiyanın işarə ilə ümumi həcmi. Dissertasiya işi girişdən (10648 işarə), 4 fəsildən (I fəsil –70625 işarə, II fəsil – 9175 işarə, III fəsil – 48378 işarə, IV fəsil – 40925 işarə) və ümumi nəticələrdən (2256 işarə) ibarətdir. Dissertasiyanın həcmi 159 səhifə kompüter mətnindən ibarətdir. İşdə 56 şəkil, 9 cədvəl və 142 adda istinad olunmuş ədəbiyyat siyahısı vardır. Dissertasiyada 182007 işarə vardır.

Tədqiqatçının şəxsi tövhəsi. Dissertasiya işinin yerinə yetirilməsi, qarşıya qoyulan məsələlərin həllində iddiaçı tam iştirak etmişdir. İddiaçı son dövrlər bu sahədə aparılan işlərin ədəbiyyat icmalında yığılması, elektroliz qoyulması, polyarizasiya əyrilərinin çəkilməsi ilə prosesin mexanizminin izahı, ortaya çıxan ideyaların, nəticələrin ümumiləşdirilərək yekunlaşdırılması, məqalələrin yazılmasında bilavasitə iştirak etmişdir.

İŞİN ƏSAS MƏZMUNU

Giriş hissədə dissertasiya mövzusunun aktuallığı, işin əsas məqsədi, elmi yeniliyi, praktiki əhəmiyyəti öz əksini tapmışdır.

Birinci fəsildə dissertasiya işinə aid elmi ədəbiyyat materialları müqayisəli şəkildə təhlil edilərək verilmişdir. Ədəbiyyat icmalında reniumun üçlü ərintilərinin xassələri, müxtəlif elektrolitlərdən elektrolitik çökdürülməsi prosesinin əsas qanunauyğunluqları müzakirə olunmuşdur.

İkinci fəsildə - işdə istifadə olunmuş kimyəvi reaktivlər, məhlulların və elektrodların hazırlanması qaydaları, alınmış çöküntülərin analiz üsulları, polyarizasiya əyrilərinin çəkmə metodikası, renium və Re-Se-Cu ərintilərinin fiziki-kimyəvi xassələrinin təyini üsulları verilmişdir. Tədqiqat işi üçün lazım olan reaktivlər: SeO_2 (k.t.), CuCl_2 , KReO_4 (k.t.), H_2SO_4 (k.t.). Katod kimi sahəsi 4sm^2 olan platin və mis elektrodundan istifadə etməklə ərinti alınır. Sahəsi 0.15sm^2 olan platin elektrodu vasitəsilə polyarizasiya əyriləri çəkilmişdir. Təcrübə üçün elektodlar istifadə olunmamışdan qabaq parıldadılır, yağsızlaşdırılır və 30%-li nitrat turşusunda yuyulur. Polyarizasiya əyriləri çəkmək üçün səthi selen, renium və renium-selen ilə örtülmüş platin elektrodundan istifadə etməklə uyğun məhlullarından çökdürülmüşdür. Müqayisə elektrodu kimi gümüş-xlor elektrodundan,

köməkçi elektrod kimi platin məftilindən istifadə etməklə təcrübələr aparılmışdır.

Potensiostatik və tsiklik voltamperometrik üsullardan istifadə etməklə reniumun, selenin və misin birgə elektrolitik çökmə prosesinin kinetikasi öyrənilmişdir. Tsiklik voltamperometrik əyrilər P-5827M potensiostatında, PDP4-002 reqistratorunun köməyiylə potensiostatik əyrilər isə P-5827M potensiostatında KSP-4 potensiometrinin köməyiylə çəkilmişdir. Kompüterlə təchiz edilmiş İVİUMSTAT elektrokimyəvi analizator potensiostatından istifadə etməklə Re-Se-Cu nazik təbəqələrin elektrokimyəvi yolla alınması prosesinin kinetika və mexanizmi tədqiq edilmişdir. Həcmi 50ml olan, üzəri şüşə köynəklə örtülmüş şüşə elektrolizyorun köməyiylə polyarizasiya əyriləri çəkilmişdir. Temperatur $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ dəqiqliklə U-10 termostatu vasitəsilə tənzimlənmişdir. Mis kulonometrin köməyiylə cərəyana görə çıxım çəki üsulu ilə təyin edilmiş və çöküntünün tərkibi nəzərə alınmaqla hesablanmışdır.

Tesla BS-301 markalı elektron mikroskopu və «Cotece» M-46 markalı mikrozondda renium və onun xalkogenli ərintilərinin səth quruluşunun faza tərkibi təyin edilmişdir. Səth cızıqlar çəkməklə elektrodu 90°C bucaq altında əyməklə örtüklərin məsaməliliyi isə filtr kağızı ilə yoxlanılmaqla çöküntülərin katod səthi ilə adgeziyası müəyyən edilmişdir.

Re-Se-Cu ərintisinin tərkibinin analizi aşağıdakı kimidir: elektrokimyəvi üsulla katodda alınan çöküntü 10ml qatı nitrat turşusunda qızdırılaraq həll edilir, su hamamında bir neçə dəfə buxarlandırdıqdan sonra məhlula 5N H_3PO_4 əlavə edilir. Reniumu seləndən ayırmaq üçün izoamil spirtinin köməyiylə ekstraksiya edilir. Se və Re ayrılıqda fotometrik üsulla sidikcövhəri məhlulu ilə SPECORD-50 PLUS cihazında təyin edilmişdir. Renium-selen-mis sistemində misin təyini AA 280 FS Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometer – Varian cihazında aparılmışdır. Re-Se-Cu sistemində alınmış ərintilərin nazik təbəqələrinin rentgenquruluş araşdırmaları UDR-50 UM difraktometrində RKD-57,3 kamerasında CuK_{α} -şüalanmasında aparılmışdır. İnterferon metodu ilə mikroskop Mİİ-4-də Re-Se-Cu ərintilərinin nazik təbəqələrinin qalınlığı hesablanmışdır. Elektrokimyəvi yolla SEM

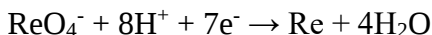
vasitəsilə Re-Se-Cu sistemində alınmış ərintilərin morfolojiyası öyrənilmişdir.

Birgə çökməni müəyyənləşdirmək üçün elektrodun səthi JEOL JSM7600F skanedici elektron mikroskopunda müxtəlif artımda, həmçinin müvafiq olaraq element analizi OXFORD X-MAX detektor 50 vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Nümunənin skanedilməsi ~15 kEv tezlikli orta elektron gərginlikdə aparılmışdır. Elektrokimyəvi yolla sulfat məhlullarından alınmış Re-Se-Cu sistemində alınmış nazik təbəqələrin termiki davamlılığı və oksidləşməsi termogravimetrik analiz vasitəsilə öyrənilmişdir. Termoqramma NETZCH STA 449F3A-0835 derivatoqrafda 20–900°C temperatur intervalında, 10°C/dəq proqramlaşdırılmışdır. Re-Se-Cu sistemində alınmış nano təbəqələrin maqnit xassələri EPR cihazında öyrənilmişdir.

Üçüncü fəsildə - sulfat məhlulundan renium-selen-mis ərintilərinin elektrokimyəvi üsulla çökdürülməsinin təcrübi nəticələri verilmişdir

Renium, selen və misin birgə elektrolitik çökməsi prosesini tədqiq etmək məqsədilə, ilk növbədə həmin metalların verilmiş elektrolitlərdən ayrı-ayrılıqda çökməsi prosesini tədqiq etmək lazımdır. Bu məqsədlə reniumun, selen və misin verilmiş məhlullardan çökməsi prosesinin kinetika və mexanizmi potenstatik, voltamperometrik üsulla tədqiq edilmişdir [4,12].

Reniumun turş məhlullardan elektrolitik çökməsi üçün əsas elektrolit - sulfat məhlulu hesab edilir. Məlum olduğu kimi, renium sulfat məhlullarında perrenat ionları (ReO_4^-) şəklində olur və onun reduksiyası bir neçə mərhələdə gedir. Prosesin yekun tənliyi aşağıdakı kimidir:



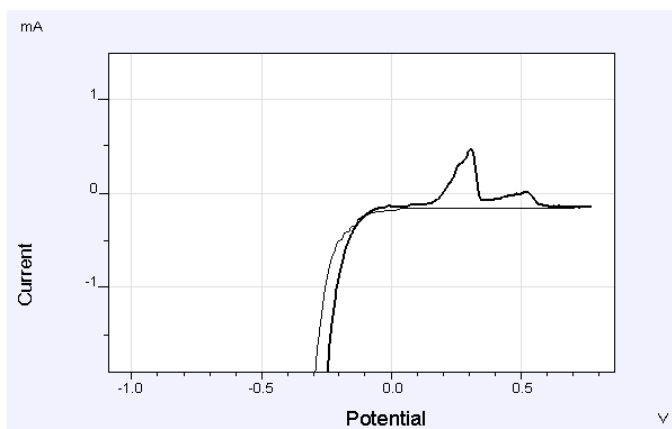
Ədəbiyyatdan və apardığımız tədqiqatlardan məlum olur ki, sulfat məhlullarında reniumun reduksiyası, bir neçə mərhələdən ibarətdir. Reniumun sulfat məhlullarından elektrolitik çökdürülməsinə elektrolitdə reniumun qatılığının, temperaturun, turşuluğun, elektrodun materialının təsiri tədqiq edilmişdir [7]. Polyarizasiya ayrılərində dalğa müşahidə olunur ki, bu da reniumun reduksiyasının mərhələli getdiyini təsdiqləyir. Çox guman ki,reniumun reduksiyası zamanı Re_2O_5 və Re_2O_3 oksidləri alınır [16]. Reniumun sulfat məhlullarından

elektrolitik çökdürülməsi + 0,3 v potensialda başlanır və elektrod üzərində reniumun qara rəngli nazik təbəqələri alınır.

Reniumun müxtəlif turşuluqlarda polyarizasiya ayriləri cəkilmiş və müəyyən edilmişdir ki, məhlulun turşuluğu artdıqca reniumun reduksiyası çətinləşir və renium yüksək polyarizasiya ilə çökür. Müəyyən edilmişdir ki, sulfat elektrolitində reniumun elektrolitik çökmə prosesi məhlulda pH-ı artırmaqla yavaşlayır və elektrodun səthində aralıq məhsullar yaranır hansılar ki, elektrodun səthini passivləşdirirlər və potensialın mənfi tərəfə sürüşməsinə səbəb olur.

Eyni zamanda potensialın dəyişikliyi müxtəlif qiymətlərində polyarizasiya ayriləri cəkilmiş və katod polyarizasiya ayrisində iki dəqiq dalğa müşahidə olunur. Bunlardan biri 0,2– 0,3V potensial, digəri isə (– 0,3) – (– 0,4) volt potensialda müşahidə olunur. Bu dalğaların mövcudluğunu, perrenat ionların reduksiyasının pilləli mexanizmiylə izah etmək olar. Bunu həmçinin anod polyarizasiya ayriləri təsdiq edir. Reniumun həll olunmasına anod dalğasındakı 0.1–0.2V potensialı aid etmək olar və şəkildə müşahidə olunan dalğa ReO_3 və ReO_2 həll olması əyrisidir.

Şəkil 1-də platin elektrodu üzərində reniumun sulfat məhlullarından voltamperometrik tsiklik polyarizasiya ayriləri cəkilmişdir.



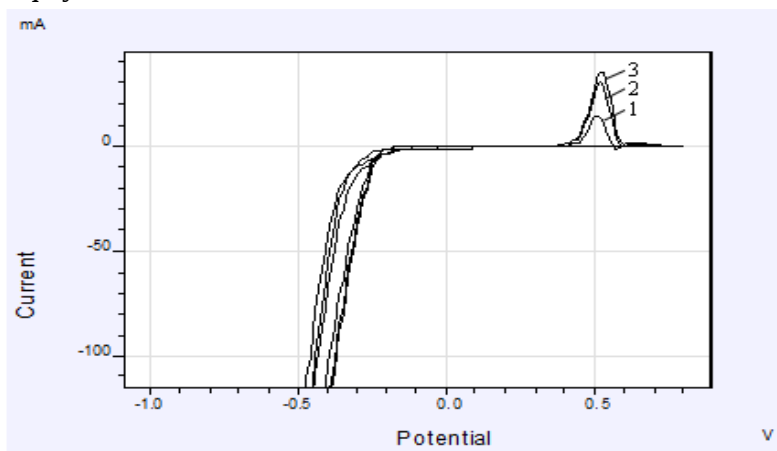
Şəkil 1. Platin elektrodu üzərində reniumun sulfat məhlullarından voltamperometrik tsiklik polyarizasiya ayriləri. Elektrolitin tərkibi mol/l:

$3,5 \cdot 10^{-3} \text{ KReO}_4 + 2,0 \text{ H}_2\text{SO}_4$; $t=75^\circ\text{C}$; $\text{pH}=0,4$; $V=0,005 \text{ v/s}$.

Renium elektrodu üzərində reniumun sulfat məhlullarından voltamperometrik tsiklik polyarizasiya əyrilərinə nəzər etdikdə, bu zaman polyarizasiya əyrilərində maksimum müşahidə olunur ki, bu da reniumun reduksiyasına aiddir. Verilmiş elektrolitdə reniumun reduksiyası 0,15 voltla başlayır və perrenat ionlarının metallik reniuma reduksiyası mərhələli gedir.

Platin elektrodu üzərində elektrolizi aparmaqla öyrənilmişdir ki, anod polyarizasiya əyrisi reniumun anod həll olmasını, katod polyarizasiya əyrisi isə elektrod üzərində reniumun katod çökməsini göstərir. Çökmə və anod həll olması prosesləri müxtəlif potensialda məhlulda reniumun qatılığından asılı olaraq gedir [6]. Reniumun turş məhlullarda oksidləşmə cərəyanı 0,5V potensialda başlanır və bununla voltamper əyrilərində kəskin nəzərə çarpan maksimum əmələ gəlir.

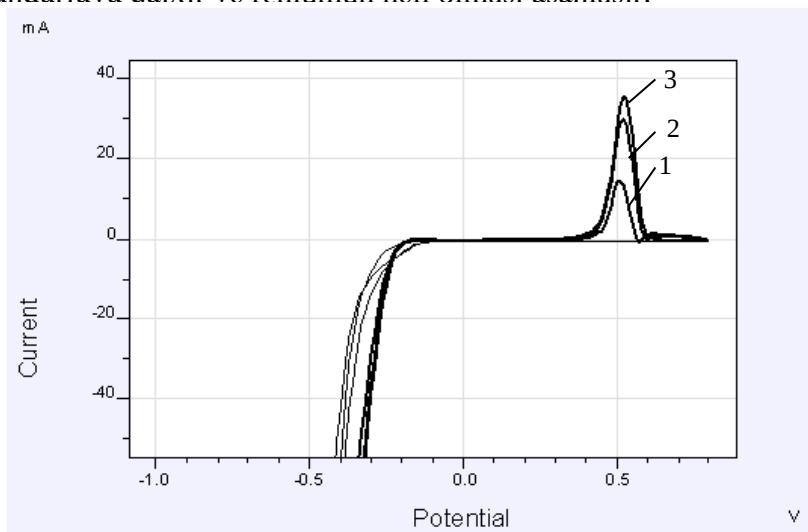
Şəkil 2-də platin elektrodu üzərində reniumun müxtəlif qatılıqlarda sulfat məhlullarından voltamperometrik tsiklik polyarizasiya əyriləri verilmişdir. Əyrilərdən göründüyü kimi, reniumun qatılığından asılı olaraq, bu zaman volt-ampere əyrilərində əmələ gələn dalğanın hündürlüyü qalxır. Bu da reniumun qatılığından asılı olaraq çökmə və anod həll olması prosesinin müxtəlif cərəyan sıxlıqlarında getdiyini təsdiqləyir.



Şəkil 2. Platin elektrodu üzərində reniumun müxtəlif qatılıqlarda sulfat məhlullarından voltamperometrik tsiklik polyarizasiya əyriləri. Elektrolitin tərkibi mol/l: 1– $3,5 \cdot 10^{-3}$ KReO_4 +2,0 H_2SO_4 ; 2– $5,0 \cdot 10^{-3}$ KReO_4 +2,0 H_2SO_4 ; 3– $8,0 \cdot 10^{-3}$ KReO_4 +2,0 H_2SO_4 ; $t=75^\circ\text{C}$; $\text{pH}=0,4$; $V=0,005$ v/s

Reniumun sulfat elektrolitindən daha keyfiyyətli və nazik təbəqələrinin alınması üçün müxtəlif amillərin: cərəyan sıxlığının, temperaturun, məhlulun pH-nın, reniumun məhlulda qatılığının, sulfat turşusunun, ammonium sulfatın qatılığının, müxtəlif elektrodların təsiri tədqiq edilmişdir.

Reniumun turş məhlullarından elektrotik çökməsinə təsir edən əsas faktorlardan biri temperaturdur. Şəkil 3 -də platin elektrodu üzərində reniumun sulfat məhlullarından müxtəlif temperaturlarda voltamperometrik tsiklik polyarizasiya ayrıləri verilmişdir. Bu zaman temperatur 25–90°C intervalında dəyişmişdir. Polyarizasiya ayrılərindən göründüyü kimi temperatur artdıqca reniumun anod ayrısının hündürlüyü azalır və reniumun həll olması asanlaşır.



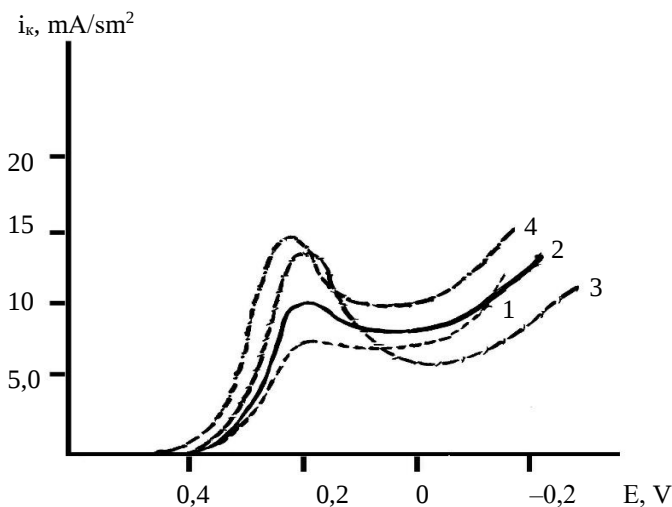
Şəkil 3. Platin elektrodu üzərində reniumun sulfat məhlullarından müxtəlif temperaturlarda voltamperometrik tsiklik polyarizasiya ayrıləri. Elektrolitin tərkibi mol/l: $3,5 \cdot 10^{-3}$ $\text{KReO}_4 + 2,0 \text{ H}_2\text{SO}_4$; pH=0,4 ; V=0,005 v/s. Temperatur (°C), 1–25, 2–45, 3–75.

Aparılan uzun müddətli tədqiqatlar nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, reniumun turş məhlullardan elektrolitik çökməsi prosesi, təbəqənin keyfiyyəti və xarici görünüşü temperaturdan kəskin sürətdə asılıdır.

Reniumun sulfat məhlullarından elektrolitik çökməsi prosesinin mexanizmini aydınlaşdırmaq üçün temperatur - kinetik üsuldən istifadə edilmişdir. Bu üsuldən istifadə etməklə katod prosesində polyarizasiyanın təbiəti təyin edilmişdir.

Katod potensialının müxtəlif sabit qiymətlərində $\lg i_k - 1/T$ qrafiki qurulmuş, katodun sabit potensialında düz xətt asılılığına əsasən elektrod prosesinin effektiv aktivləşmə enerjisi hesablanmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, potensialın kiçik qiymətlərində, reniumun sulfat məhlulundan çökməsi kimyəvi polyarizasiya ilə müşahidə olunur. Daha sonrakı potenciallarda isə reniumun çökməsi qarışıq polyarizasiya ilə gedir.

Reniumun xarici görünüşü və keyfiyyəti cərəyan sıxlığından asılı olaraq dəyişir. Bu zaman məhlulda cərəyan sıxlığından asılı olaraq (cərəyan sıxlığı $5-20 \text{ mA/sm}^2$) reniumun cərəyana görə çıxımı $20-45\%$ intervalında dəyişir [14]. Sulfat məhlullarından reniumun nazik təbəqələrinin alınması üçün aşağıda təklif edilmiş elektrolitdən və optimal elektroliz şəraitindən istifadə edilmişdir. Aşağıda elektrolitin tərkibi verilmişdir (mol/l): $3,5 \cdot 10^{-3} \text{ KReO}_4 + 2,0 \text{ H}_2\text{SO}_4$, $i_k = 1-20 \text{ mA/sm}^2$, $t = 75^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 0,4$

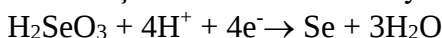


Şəkil 4. Müxtəlif temperaturlarda selenin $0,25\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$ platin elektrodu üzərində polyarizasiya ayrılırları ($^\circ\text{C}$): 1 – 25; 2 – 45; 3 – 65; 4 – 75 $^\circ\text{C}$.

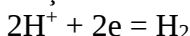
Selen və onun örtüklərinin elektrokimyəvi yolla alınması perspektivli olub böyük elmi maraq doğurur. Selenin yarımkerici xassələri və çökmə mexanizmi elektrolitin tərkibindən, elektrolizin aparılma şəraitindən, elektrodun səthinin vəziyyətindən, temperaturdan və cərəyan sıxlığından asılıdır [4]. Selenin standart potensialı 0,74 V bərabərdir:



Turş mühütdən selenin çökdürülməsi üçün ən əlverişli elektrolit sulfat turşusu hesab olunur. Selenit turşusundan selenin hər hansı bir modifikasiyada elektrolitik çökdürülməsi bu reaksiya üzrə gedir:



Polyarizasiya ayrılmasının gedişinə elektrolitdə selenin qatılığının, temperaturun, potensialın dəyişmə sürətinin təsiri öyrənilmişdir. Şəkil 4-dən göründüyü kimi turş elektrolitdən selenin reduksiyası +0,36 V potensialda başlanır və polyarizasiya ayrısında +0,25 V potensialda dalğa müşahidə olunur ki, bu dalğa selenin qələvi mühitdən çökdürülməsi zamanı da müşahidə olunur [1]. Lakin fərq ondadır ki, selenin elektrolitik çökməsi turş mühitdə qələvi mühitə nisbətən daha müsbət potensialda gedir. Yəqin ki, selenit ionun reduksiyası turş mühitdə belə sxem üzrə gedir: elektrod prosesinin ilk mərhələsi elementar selenin əmələ gəlməsi ilə müəyyən olunur. İkinci mərhələdə isə ikivalentli selen əmələ gəlir. Elektrod prosesinin üçüncü mərhələsində hidrogenin ayrılması müşahidə olunur.

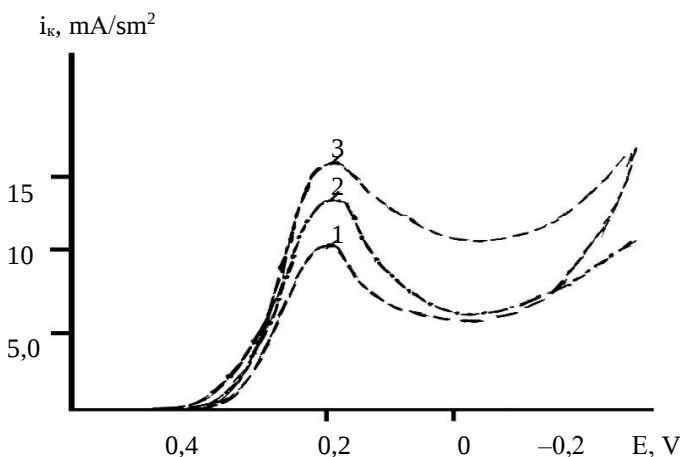


Selenin elektrolitik çökməsinə və keyfiyyətinə temperatur xüsusi təsir göstərir. Şəkil 4-də müxtəlif temperaturalarda selenin polyarizasiya ayrılma qeydləri çəkilmişdir. Şəkildən göründüyü kimi temperaturun artması ilə SeO_3^{2-} ionunun reduksiyası asanlaşır və katod səthində 25–45°C temperaturda qırmızı amorf selen, 45–75°C temperaturda isə boz heksoqonal selen alınır.

Selen oksidin məhlulda qatılığı artdıqda, selenin katod üzərində reduksiya sürəti artır və çökmə potensialı müsbət tərəfə sürüşür. Bu zaman +0,3V potensialda polyarizasiya ayrısında dalğa müşahidə olunur və elektrod səthində elementar selen təbəqəsi alınır (Şəkil 5). Məhlulda selenin qatılığı ilə hədd cərəyanı arasında düz mütənəsib

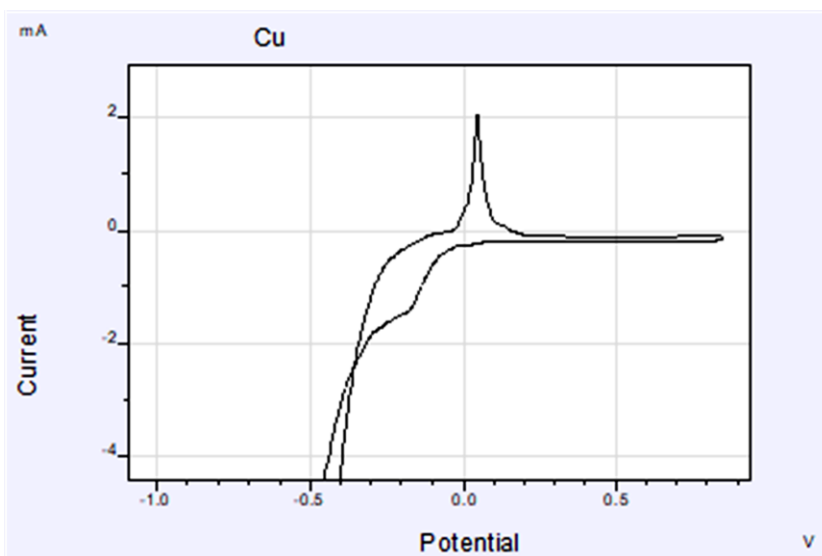
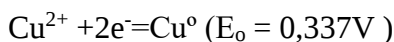
asılılıq vardır. Bu onu göstərir ki, hədd cərəyanı əmələ gələrkən, elektrod ətrafı sahədə selenin miqdarı azaldığına görə elektrodun potensialı mənfi tərəfə sürüşür və elektroliz prosesində hidrogen ayrılmağa başlayır.

Temperaturun prosesə təsiri öyrənilməklə müəyyən edilmişdir ki, temperaturun artması ilə katodda selenin miqdarı artır, narın kristallı çöküntü alınır. $\lg i_k - 1/T$ asılılıq əyrisinin qurulması katod potensialının təbiətini müəyyən etmək üçündür. Bu zaman alınan düzxətli asılılığa əsasən aktivləşmə enerjisi hesablanmışdır. Bu məhlullardan selenin çökməsi 0,2V potensiala qədər əsasən kimyəvi polyarizasiya ilə, 0,35V-dan isə qarışıq polyarizasiya ilə müşayiət olunduğu müəyyən edilmişdir və temperatur tədqiq edilən prosesin sürətinə əsaslı təsir göstərir. Elektrolitdə temperatur 20–90°C olduqda polyarizasiya ayrılərində hədd cərəyanı müşahidə edilir ki, hədd cərəyanının qiyməti temperaturdan asılı olaraq dəyişir və selenin reduksiya reaksiyasının sürəti artır. Katod potensialının qiymətindən asılı olaraq, prosesin temperaturunun artması, selenin elektrolitik çökməsini müxtəlif dərəcədə sürətləndirir.



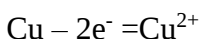
Şəkil 5. Müxtəlif qatılıqlarda selenin platin elektrodu üzərində polyarizasiya ayrıləri(mol/l): 1 – 0,25 $\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$; 2 – 0,35 $\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$; 3 – 0,40 $\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$. $t = 75^\circ\text{C}$.

Re-Cu-Se sistemini elektrokimyəvi yolla tədqiq etmək məqsədilə, misin həmin elektrolitdən elektrolitik çökməsi prosesi ətraflı öyrənilməlidir. Odur ki, verilmiş məhlullardan misin elektrolitik çökməsi prosesi tədqiq edilmişdir. Mis və onun ərintiləri (xalkogenidləri) ədəbiyyatda geniş tədqiq edilmiş maddələrdəndir. Sulfat məhlulundan Pt katodu üzərində Cu (II) reduksiyasının katod prosesi tədqiq edilmişdir. Məlumdur ki, sulfat turşusu məhlullarında mis ionu reduksiya edərək sərbəst mis əmələ gəlir:

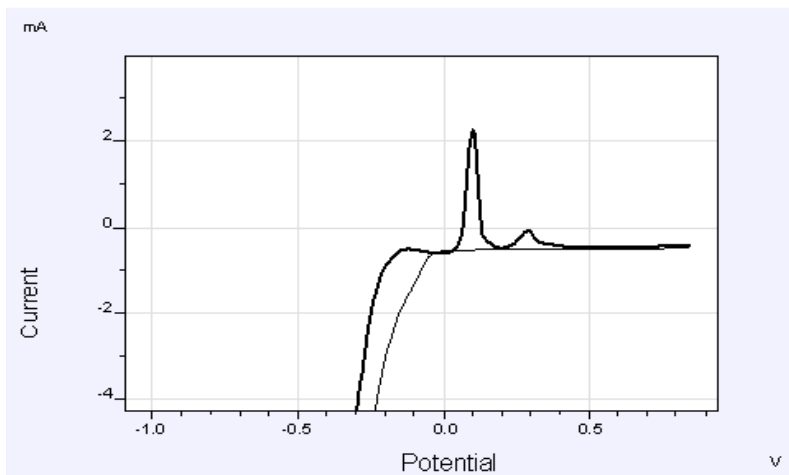


Şəkil 6. Misin platin elektrodu üzərində tsiklik polarizasiya ayrılırları (mol/l): $6 \cdot 10^{-4} \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{H}_2\text{SO}_4$; $t=75^\circ\text{C}$; $V=0,005\text{VS}^{-1}$; $\text{pH}=0,4$

Misin sulfat məhlullarından elektrolitik çökməsi prosesini tədqiq etmək üçün tsiklik polarizasiya ayrılıqlarını çəkmişik. Bu məqsədlə misin anod əyrisi çəkilmiş və şəkil 6-da həmin əyrlər verilmişdir [18]. Misin anod əyrisində bir dalğa müsaibə olunur ki, (potensial 0.05V) bu da misin oksidləşmə əyrisidir.



Lakin məlum olduğu kimi Cu ilə Se-in birgə elektrolitik çökməsi üçün məhlulda hər iki metalın məhlulu əlavə edilir və çökmə prosesi tədqiq edilir. Bu zaman mis ilə selenin birgə çökməsi prosesi baş verir və elektrod üzərində Cu_2Se kimyəvi birləşməsi alınır (Şəkil7).

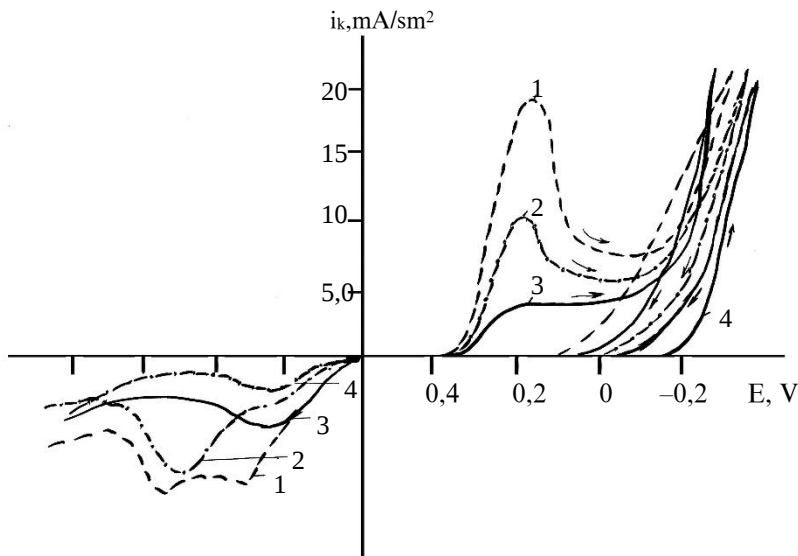


Şəkil 7. Selen və misin birlikdə platin elektrodu üzərində voltampermetrik tsiklik polarizasiya ayrılıqları, elektrolitin tərkibi(mol/l): $6 \cdot 10^{-4} \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 9 \cdot 10^{-4} \text{SeO}_2 + 2\text{H}_2\text{SO}_4$, $t=75^\circ\text{C}$; $V=0,005\text{VS}^{-1}$; $\text{pH}=0,38$

Sulfat elektrolitlərindən renium və selenin birgə elektrolitik çökmə prosesinin tədqiqi və çökmə mexanizmini, kinetikasını aydınlaşdırmaq məqsədi ilə ümumi polarizasiya ayrılıqları çəkilmişdir. Şəkil 8-də həmin polarizasiya ayrılıqları verilmişdir. Məlumdur ki, turş məhlullarda selenin standart elektrod potensialı $+0,74\text{V}$, reniumun isə $+0,36\text{V}$ -dır. Polarizasiya ölçüləri göstərir ki, reniumun çökməsi selen olmadığı halda (0,28) V-da başlayır – selenin reduksiyası isə (0,32)V-da gedir. Renium və selenin birlikdə elektrolitik çökməsi bu metalların ayrılıqda çökməsinə nisbətən daha müsbət potensialda başlayır. Bu onu göstərir ki, hər iki element depolarizasiya ilə ayrılır ki, bu da katod üzərində kimyəvi birləşmə (ReSe_2) və yaxud bərk məhlul əmələ gəldiyini təsdiqləyir.

Selen ilə birlikdə elektrolitik çökmə zamanı reniumun potensialının müsbət tərəfə sürüşməsi baş verir ki, bu da komponentlər arasında

ərintinin əmələ gəlməsi nəticəsində yaranan depolyarizasiya effekti nəticəsində olur (şəkil 8). Ərinti əmələ gəldikdə metal ionlarının reduksiya proseslərinin asanlaşmasına səbəbi ərintinin komponentlərinin sərbəst parsial enerjinin dəyişməsidir. Sulfat elektrolitlərindən keyfiyyətli yarımqeçirici xassəli Re-Se örtüklərinin alınması üçün optimal elektroliz şəraiti müəyyən edilmiş və çökmə prosesinə müxtəlif amillərin təsiri öyrənilmişdir.

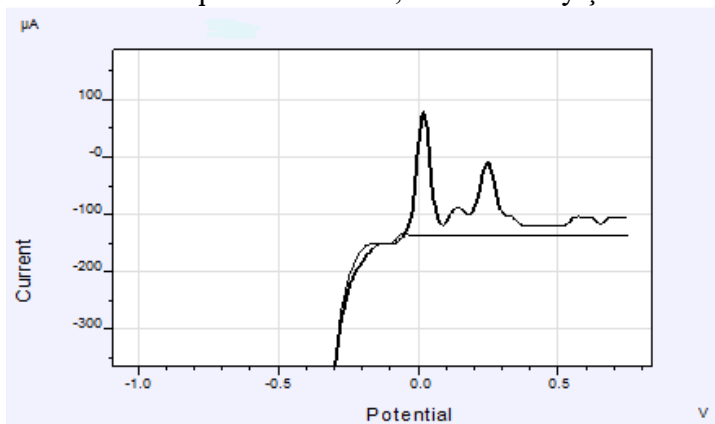


Şəkil 8. Platin elektrodu üzərində selen ilə reniumun birlikdə tsiklik polyarizasiya ayrıləri (mol/l):

1– $0,18\text{NH}_4\text{ReO}_4 + 0,07\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$, 2 – $0,07\text{SeO}_2 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$, 3 – $0,18\text{NH}_4\text{ReO}_4 + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$, 4 – $2,0\text{H}_2\text{SO}_4$, temperatur – 75°C .

Re–Se ərintilərinin elektrolitik çökmə prosesinin tədqiqi göstərir ki, alınan örtüklərin keyfiyyəti əsaslı sürətdə cərəyan sıxlığından temperaturdan, məhlulun turşuluğundan, komponentlərin ayrı-ayrılıqda qatılığından, cəm qatılığından və kompleksəmələgətiricilərin təsirindən asılıdır. Re–Se ərintisinin tərkibinə və keyfiyyətinə temperaturun da təsiri var. Müəyyən edilmişdir ki, hər iki elektroliddə temperaturun yüksəlməsi ilə reniumun ərintidə miqdarı da artır. Sulfat elektrolitlərindən nazik lövhə şəkilli, keyfiyyətli çöküntülər $75\text{--}80^\circ\text{C}$ -də

alınır [13]. 95°C temperaturda isə katod üzərində alınan Re–Se ərintisinin tərkibində amorf şəkildə selen olur ki, bu da çöküntünün keyfiyyətini pisləşdirir. Re–Se ərintilərinin tərkibinə və keyfiyyətinə məhlulun turşuluğunun və ammonium sulfatın təsiri öyrənilmişdir [3]. Məlum olmuşdur ki, elektrolitdə sulfat turşusunun qatılığı artdıqda ərintidə reniumun miqdarı əvvəl artır, sonra isə dəyişmir.



Şəkil 9. Renium-selen-mis ərintisinin platin elektrodu üzərində voltampermetrik tsiklik polyarizasiya əyriləri. Elektrolitin tərkibi (mol/l): $6,9 \cdot 10^{-4} \text{KReO}_4 + 9 \cdot 10^{-4} \text{SeO}_2 + 6 \cdot 10^{-4} \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{H}_2\text{SO}_4$, $t=75^\circ$; $V=0,005 \text{VS}^{-1}$; $\text{pH}=0,1$

Re-Cu-Se sistemində birgə çökməni tədqiq etmək məqsədilə hər üç komponentdən ibarət elektrolit götürülmüş və polyarizasiya əyriləri çəkilmişdir. Şəkil 9-da Re-Cu-Se birgə çökmə prosesinin voltampermetrik polyarizasiya əyriləri verilmişdir. Re-Cu-Se-nin voltampermetrik polyarizasiya əyrilərinə nəzər etdikdə, Re-Se və Cu-Se anod əyrilərinə nisbətən burada 3 dalğa müşahidə olunur. Alınan anod əyrilərinə görə aşağıdakı nəticəyə gəlmək olar. Çəkilmiş polyarizasiya əyrilərində müşahidə olunan I dalğanı Cu-in oksidləşməsinə, polyarizasiya əyrisində müşahidə olunan II dalğanın selenin oksidləşməsinə, III dalğa isə yeni üçlü Re–Se–Cu ərintisinin anod həll olmasına aid etmək olar. Alınan dalğa onu sübut edir ki, tədqiq edilən məhlulda və müəyyən edilmiş potensialda üçlü Re–Se–Cu ərintisi alınır. Platin elektrodu üzərində elektroçökdürülmüş Re-Cu-Se nazik

təbəqələrinin morfolojiyası və tərkibin analizi aparılmışdır [25]. Bu işdə verilənlərə əsaslanaraq Re–Se–Cu nazik təbəqələrinin elektroli-
tik çökmə mexanizminin ilkin modeli təklif olunur. Burada üç əsas elektrokimyəvi tədqiqat mərhələsini göstərmək olar:

I mərhələ – platin elektrodu səthində selen hissəciklərinin reduksiyası və adsorbsiyası;

II mərhələ – Cu^{2+} ionlarının adsorbsiya olunmuş selenin oksidləşmiş birləşmələri ilə qarşılıqlı təsiri;

III mərhələ – Re–Se–Cu ərintisinin əmələ gəlməsi Cu^{2+} və Se^{4+} ionlarının renium ionları ilə qarşılıqlı təsirindən Re-Se-Cu nazik təbəqələri əmələ gəlir.

Cədvəl 1. Renium-mis-selen təbəqəsinin tərkibinin və keyfiyyətinin reniumun qatılığından asılılığı. Elektrolitin tərkibi (mol/l): $2 \text{H}_2\text{SO}_4$, $t = 75^\circ\text{C}$, $i_k = 20 \text{ mA/sm}^2$.

Elektrolit, mol/l			i_k , mA/sm ²	Ərintinin tərkibi, %			Təbəqənin xarici görünüşü
KReO ₄	CuCl ₂	SeO ₂		Re %	Se %	Cu%	
$3,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	20	46	14	40	boz, parıltısız
$4,6 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	20	47	16	37	tünd-boz, parıltısız
$5,0 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	20	48	18	34	qara boz, parıltılı
$5,4 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	20	50	20	30	qara, parıltılı
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	20	54	24	22	qara, parıltılı

Alınmış ərintinin tərkibinə müxtəlif amillərin təsiri öyrənilmişdir [29]. Belə ki, elektroliz prosesinə komponentlərin qatılığının, temperaturun, məhlulun pH-nın, potensialın dəyişmə sürətinin, elektrodun materialının və s. təsiri öyrənilmişdir [26]. Cədvəl 1-də Re–Se–Cu ərintisinin tərkibinin reniumun elektrolitdəki qatılığının asılılığı verilmişdir. Cədvəldən göründüyü kimi, məhlulda olan reniumun qatılığı renium-mis-selen ərintisinin keyfiyyətinə və xassəsinə təsir edir. Məhlulda olan reniumun miqdarı və cərəyan sıxlığı artdıqca reniumun ərintidə miqdarı artır.

Ərintinin tərkibinə təsir edən əsas amillərdən biridə temperatur və cərəyan sıxlığıdır. Müəyyən edilmişdir ki, cərəyan sıxlığının 15 mA/sm^2 -dən 20 mA/sm^2 -a qədər artması ilə ərintidə reniumun miqdarı 40%-dən 54%-ə qədər artır. Daha keyfiyyətli ərintilər cərəyan sıxlığı 20 mA/sm^2 -də alınır. Cədvəl 2-də Re-Cu-Se ərintisinin tərkibinin temperaturdan asılılığı verilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, daha keyfiyyətli nazik təbəqələr 75°C -də, Pt və Ni elektrodu üzərində alınır.

Cədvəl 2. Renium-selen-mis təbəqəsinin tərkibinin və keyfiyyətinin temperaturdan asılılığı. Elektrolitin tərkibi (mol/l):

$2 \text{ H}_2\text{SO}_4$, $t = 75^\circ\text{C}$, $i_k = 20 \text{ mA/sm}^2$.

Elektrolit, mol/l			temperatur $^\circ\text{C}$	Ərintinin tərkibi, %			Təbəqənin xarici görünüşü
KReO ₄	CuCl ₂	SeO ₂		Re %	Se %	Cu%	
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	25	44	30	26	tünd-boz, parıltısız
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	45	47	29	24	tünd-boz, parıltısız
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	65	50	27	23	qara-boz, parıltılı
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	75	54	24	22	qara-boz, parıltılı
$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$	90	54	24	22	qara, parıltılı

Müxtəlif cərəyan sıxlıqlarında elektrokimyəvi üsul ilə alınmış renium-selen-mis ərintilərinin nazik təbəqələrinin mikroquruluşu öyrənilmiş, elektroliz şəraitinin tədqiqi zamanı keyfiyyətli Re–Se–Cu örtüklərinin nazik təbəqələrinin alınması üçün ən əlverişli temperaturun $75\text{--}80^\circ\text{C}$ olması müəyyən edilmişdir. Bu temperaturda, katod səthində qara bozuntul rəngli, sıx, parıltılı, kiçik kristallik Re-Se-Cu ərintisinin nazik təbəqələri alınır. Elektrolitin temperaturunun artması ilə çöküntünün keyfiyyəti və quruluşu da dəyişir. Beləliklə, aparılan təcrübələr nəticəsində elektrokimyəvi üsulla renium-selen-mis sistemində sulfat məhlullarından yarımqəçirici xassəyə malik nazik təbəqələrin platin elektrodu üzərində alınması üçün aşağıdakı tərkibdə elektrolit və optimal rejim təklif edilmişdir.

Aşağıda elektrolitin tərkibi verilmişdir (mol/l):

$6,9 \cdot 10^{-4} \text{ KReO}_4 + 9 \cdot 10^{-4} \text{ SeO}_2 + 6 \cdot 10^{-4} \text{ CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 2,0\text{H}_2\text{SO}_4$,
 $i_k = 1-20 \text{ mA/sm}^2$, $t = 75^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 0,4$

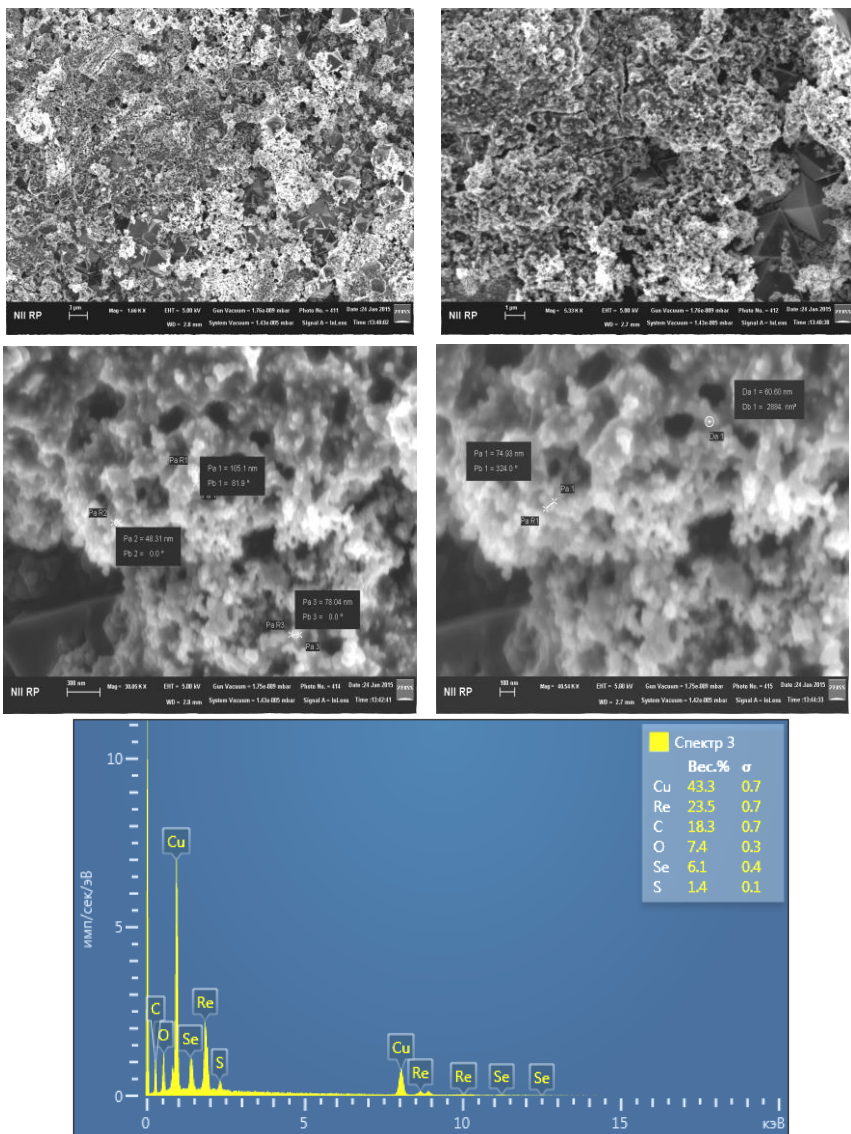
Dördüncü fəsildə - renium-selen-mis ərintilərinin fiziki-kimyəvi xassələri: elektrolitin səpələnmə qabiliyyəti, alınmış təbəqələrin termiki davamlılığı, maqnit xassələri, voltamper xarakteristikası, SEM analizi, rentgenfaza analizinin nəticələri verilmişdir.

Məlum olduğu kimi, elektroliz üsulu ilə alınmış ərintilərin mikrostrukturu, rentgenquruluşu, qalınlığı, keçiriciliyinin növü və xassələri ərintinin əmələ gəlməsi mexanizmindən asılı olaraq müxtəlif olur.

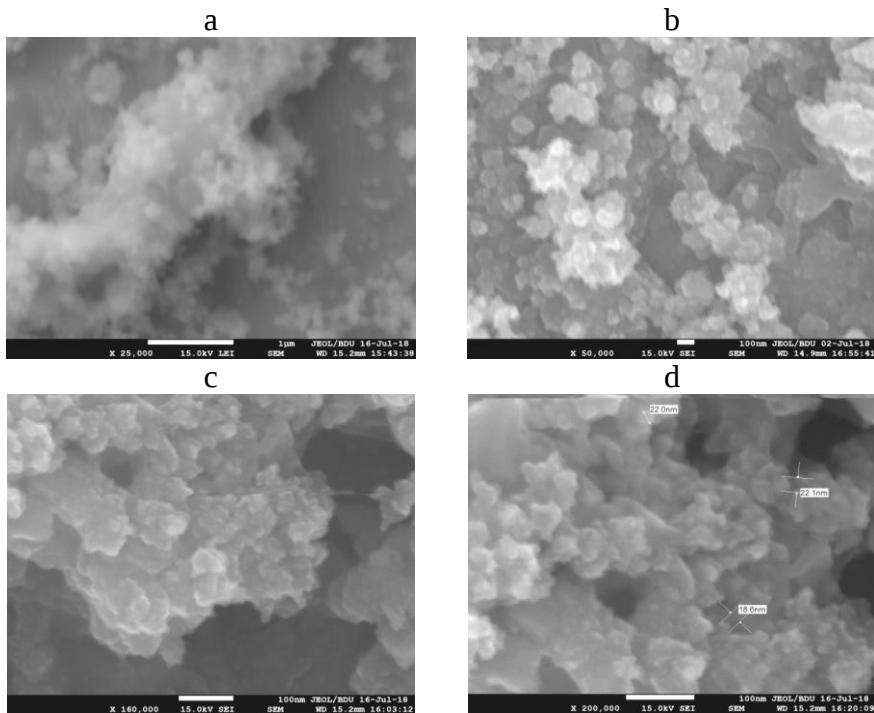
Elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində alınan nazik təbəqələrin morfologiyası müxtəlif elektrodlar: mis, platina və nikel elektrodları üzərində tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, Re–Se–Cu sistemində alınmış nazik təbəqələrin ölçüləri elektrodun materialından asılı olaraq fərqli olur. Belə ki, eyni elektrolitdən, eyni cərəyan sıxlığında müxtəlif elektrodlar üzərində alınan təbəqələr ölçülərinə və tərkiblərinə görə müxtəlif olurlar. Odur ki, platin elektrodu üzərində alınan maddələrin ölçüləri 18-22 nm, mis elektrodu üzərində isə alınan maddələrin ölçüləri 50-60 nm arasında dəyişir.

Alınan təcrübələrin nəticələri şəkil 10-da (alınan təbəqələrin morfologiyası və alınan təbəqələrin tərkibinin element analizi) verilmişdir. Element analizin nəticələrindən göründüyü kimi təbəqələrin tərkibinə görə hər yerdə eynicinsli olduğu müəyyən edilmişdir. Aparılan tədqiqatlar nəticəsində məlum olmuşdur ki, həm platin, həm də nikel elektrodu üzərində alınan təbəqələrin morfoloji quruluşu eynidir.

Re-Se-Cu nazik təbəqələrinin əmələ gəlməsini və platin elektrodu üzərində əsas komponentlərin birgə çökməsini müəyyənləşdirmək üçün elektrodun səthi JEOL JSM7600F skanedici elektron mikroskopunda müxtəlif artımda həmçinin müvafiq olaraq element analizi vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Nümunənin skanedilməsi ~15 kEv tezlikli orta elektron gərginlikdə aparılmışdır. Şəkil 11-də müvafiq olaraq görünən 25000 (a), 50000 (b), 160000 (v) və 200000 (q) bir sıra artımlarda elektrodun səthində müxtəlif həndəsi formalı sferik hissəciklərin orta ölçüsü ~ 20-25 nm xarakterik olan aqlomeratlar müşahidə olunur. Aşağı artımlarda alınan təsvirlərdə platin elektrodu üzərində aqlomeratların bərabər paylanması göstərilir.

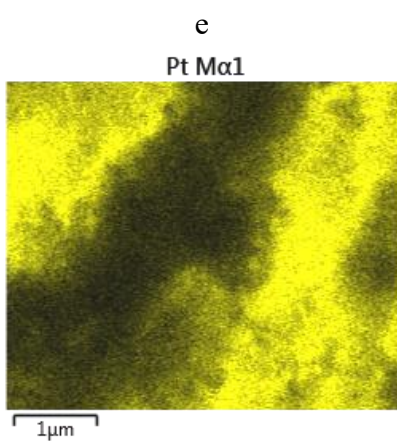
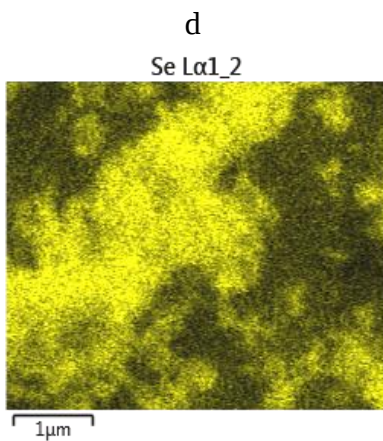
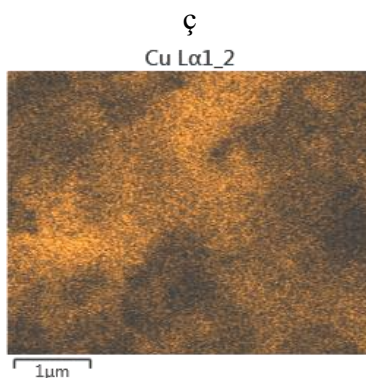
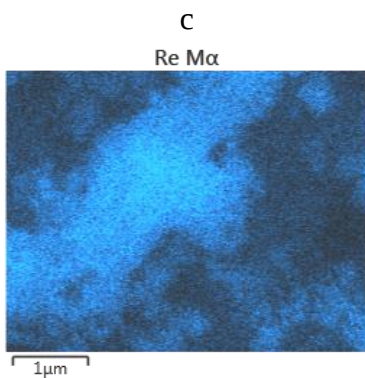
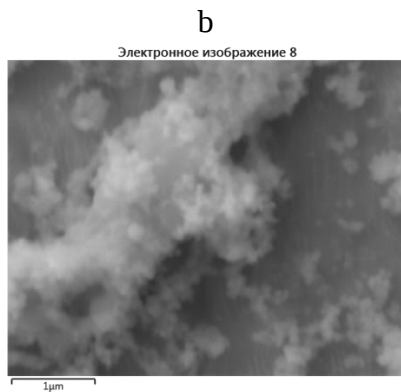
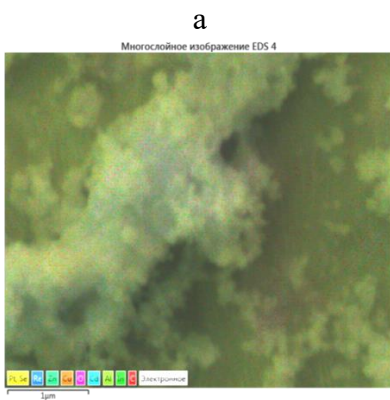


Şəkil 10. Elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində 10 mA/sm² cərəyan sıxlığında alınmış nazik təbəqələrin 343 K-də, 1800 saniyə müddətində +0,5V potensialda mis elektrodu üzərində nümunələrin SEM vasitəsilə morfoloqiyası və element analizi.

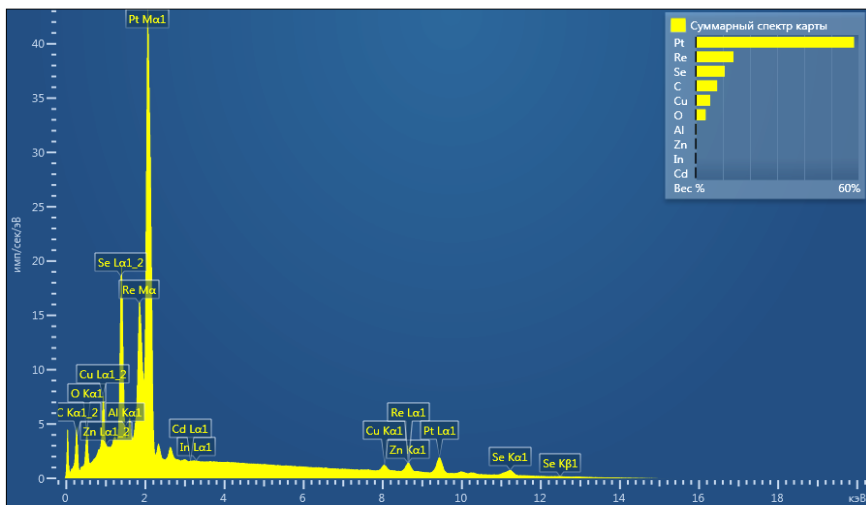


Şəkil 11. Elektrokimyəvi üsulla alınmış Re-Cu-Se nazik təbəqələrinin x25000 (a), 50000 (b), 160000 (c) və 200000 (d) dəfə böyüdülmüş SEM mikroskopu vasitəsilə çəkilmiş elektron təsviri.

Bu faktı eyni zamanda şəkil 12-də elementlərin paylanması xəritəsi təsdiqləyir (a-kiçik xəritə, b-elektron təsvir, c, ç, d, e- Re, Cu, Se və Pt yerləşməsi təbəqəyə uyğundur). Təqdim olunan xəritədən göründüyü kimi aqlomeratların müşahidə olunan tərkibi ərintinin əsas element tərkibi kimi göstərilir və texnoloji prosesin gedişi belə bir nəticə çıxarmağa imkan verir ki, alınan klasterlər Re-Se-Cu sisteminin əsas elementləridir [22]. Şəkil 13-də SEM-in spektr xüsusiyyətləri eyni zamanda verilmiş sistemin göstərilən komponentlərinin miqdarı analizini aparmağa imkan verir. Çəki faizinin paylanması diaqramından göründüyü kimi sistemin tərkibindəki komponentlərin miqdarını Re-12%, Cu-5%, Se-10% göstərmək olar. Karbon və oksigenin spektrdəki xarakterik piklərinin iştirakı alınma prosesində qalıq kimi izah olunur [27].



Şəkil 12. Elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində alınmış ərintilərin SEMmikroskopu vasitəsilə morfolojiyası.



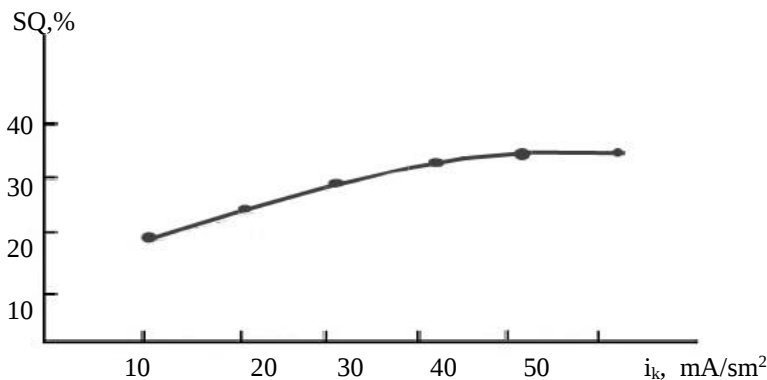
Şəkil 13. Elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində alınmış ərintilərin SEMmikroskopu vasitəsilə morfolojiyası və element analizi.

Elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində platin elektrodu üzərində alınan nazik təbəqələrin rentgenquruluşu öyrənilərkən onların tərkibində oksidli birləşmələrin olduğu aşkar edilmişdir. Təbəqələrin tərkibini müxtəlif oksidlərdən təmizləmək üçün elektrokimyəvi yolla Re–Se–Cu sistemində alınan maddələr 500°C temperaturda 2 saat müddətində yandırılmış və yanmadan sonra rentgenoqramması çəkilmişdir. Bu zaman rentgenoqrammada hec bir dəyişiklik olmamışdır.

Elektrolitin tərkibindən və elektrolizin aparılma şəraitindən asılı olaraq elektrod üzərində cərəyanın paylanması (elektrolitin səpəlmə qabiliyyəti) müxtəlif ola bilər. Metalların çökməsi prosesi zamanı cərəyanın düzgün paylanması katodun bütün səthində eyni qalınlıqda və keyfiyyətdə nazik təbəqələrin alınması imkanı təyin edir. Re-Se-Cu sistemində istifadə olunan elektrolitin səpəlmə qabiliyyətini təyin etmək üçün geniş tətbiq sahəsinə malik olan Xering və Blyuma üsullardan istifadə edilmişdir [5].

Şəkil 14-də Re–Se–Cu sistemində nazik təbəqələrin alınması üçün elektrolitin səpəlmə qabiliyyətinin cərəyan sıxlığından asılılığı verilmişdir. Bu məqsədlə elektrolitin səpəlmə qabiliyyətini

təyin etmək üçün bir-birinə hərəkətsiz birləşdirilmiş iki mis katoddan və torşəkilli platin anoddan istifadə edilmişdir. Bu halda anodun biri katodun digərinə nisbətən 5 dəfə uzaqda quraşdırılmışdır. Proses zamanı parametrlərdən birinin qiyməti dəyişdikdə, digərinin qiyməti sabit saxlanılmışdır. Bu zaman elektrolitin səpələnmə qabiliyyəti və cərəyanın paylanması ölçülmüş və müsbət qiymət aldığı müəyyən olunmuşdur [28]. Belə ki, $4,0 \text{ mA/sm}^2$ cərəyan sıxlığında və 75°C temperaturda elektrolitin paylanma qabiliyyəti 24 % təşkil edir. Cərəyan sıxlığı 10 mA/sm^2 -dan çox olduqda, cərəyana görə çıxım artır və bu zaman elektrolitin səpələnmə qabiliyyəti artaraq 35 % olur. Elektrokimyəvi yolla Re-Cu-Se sistemində alınmış nazik təbəqələrin keçiriciliyinin növü termozond üsulu ilə təyin edilmiş və müəyyən olunmuşdur ki, onlar "p" növ keçiriciliyə malikdir [24].

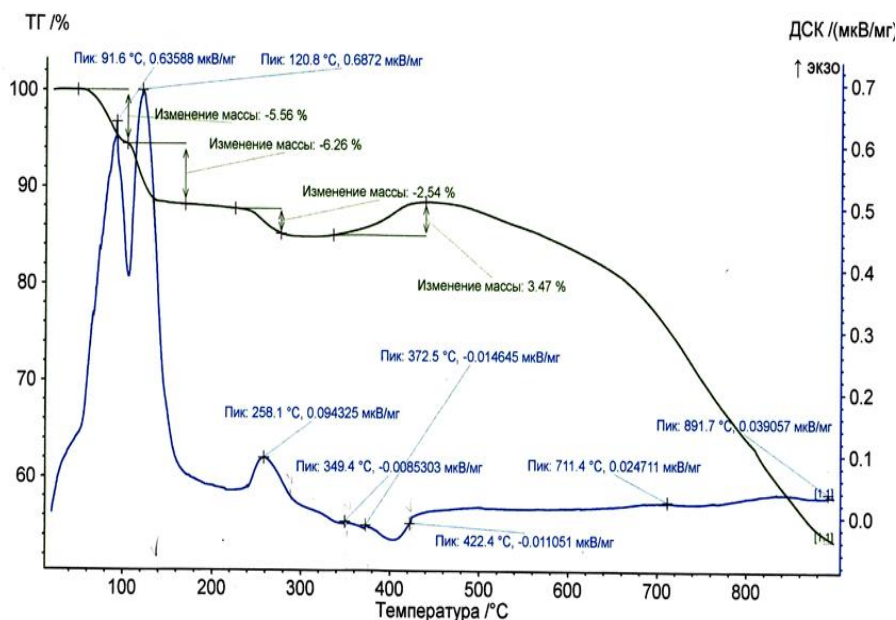


Şəkil 14. Re–Se–Cu sistemində nazik təbəqələrin alınması üçün elektrolitin səpələnmə qabiliyyətinin cərəyan sıxlığından asılılığı. Elektrolitin tərkibi (mol/l): $7 \cdot 10^{-3} \text{ KReO}_4 + 1,25 \cdot 10^{-2} \text{ SeO}_2 + 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ CuCl}_2 + 2,0 \text{ H}_2\text{SO}_4$

Elektrokimyəvi üsulla sulfat məhlullardan alınmış Re–Se–Cu ərintisinin termiki davamlılığı və oksidləşməsi termogravimetrik analiz vasitəsilə öyrənilmişdir. Bu məqsədlə termogramma inert atmosferdə $20\text{--}900^\circ \text{C}$ temperaturda və 10^0 C/dəq. istilik sürətiylə ölçülmüşdür.

Aşkar edilmişdir ki, elektrokimyəvi üsulla alınmış Re–Se–Cu ərintiləri reaksiya mühiti üçün termiki davamlıdır. Bu zaman ən yük-

sək çəki itkisi 6,25% və 120,8°C-dir. Elektrokimyəvi yolla alınmış Re–Se–Cu ərintisinin tam oksidləşməsi 3 ekzotermik və 2 endotermik reaksiya ilə xarakterizə olunur. Ərintinin oksidləşməsi mürəkkəb mexanizm ilə gedir. Burada müxtəlif faktorların təsiri böyük rol oynayır. Belə ki, ərintinin tərkibində olan komponentlərin qatılığı və təbiəti, oksid təbəqələrinin xassələri, temperatur, kristallik quruluşda dəyişikliklərin olması və s. Aparılan tədqiqatlara əsasən belə nəticəyə gəlmək olar ki, oksidləşmə prosesi diffuziya rejimində gedir. Temperaturun artması, ərintinin tərkibindən asılı olmayaraq ərintinin oksidləşməsinin sürətinin artması müşahidə olunur. Birinci ekzotermik proses 100–120°C-də başlayır və suyun qopmasını xarakterizə edir. İkinci ekzotermik proses 250–280°C-də müşahidə olunur ki, bu da yəqin ki, həmin temperaturda reniumun oksidləşməsidir. Şəkil 15-də elektrokimyəvi üsulla Re–Se–Cu sistemində alınmış nano təbəqələrin termoqramması verilmişdir.



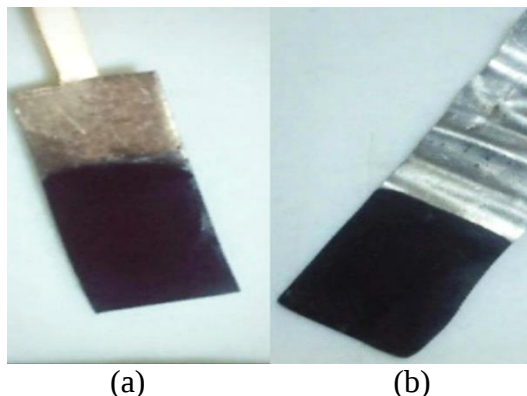
Şəkil 15. Elektrokimyəvi üsulla sulfat məhlullarından Re-Cu-Se sistemində alınmış təbəqələrin termoqramması.

Elektroliz üsulu ilə Re–Se–Cu sistemində alınmış nazik təbəqələrin, Al elektrodu ilə kontakda dinamik və statik voltamper xarakteristikaları tədqiq edilmişdir [9]. Rенийum-selen-mis sistemlərində alınmış təbəqələr əsasında Al–(Re–Se–Cu) tipli diod quruluşu yaradılmış, onun dinamik və statik voltamper xarakteristikaları öyrənilmiş və aşkar edilmişdir ki, bu diod quruluşlarında "çevrilmə və yaddaş" effekti vardır. Həmçinin bu ərintilərdən ibarət örtüklərdə bipolyar idarə edilə bilən çevrilmə effekti var ki, bu xüsusiyyətinə görə də həmin örtüklər yarımkeçirici çevrilmə cihazlarında istifadə edilə bilərlər.

Elektrokimyəvi üsulla sulfat məhlullarından alınmış renium-selen-mis ərintilərin nazik təbəqələrinin maqnit xassələri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, renium-selen-mis sistemində alınan nazik təbəqələrinin paramaqnit xassələri vardır [23].

Dissertasiya işindən “Renium əsasında nazik təbəqəli örtüyün alınması üsulu” adlı patent alınmışdır. (Patent İ 2018 0016) [31].

Elektrokimyəvi üsulla Re–Se–Cu sistemində alınmış nano təbəqələr eksponat kimi institutun sərgisində nümayiş etdirilmişdir. Şəkil 16-da Re–Se–Cu sistemində mis (a) və platin (b) elektrodları üzərində alınmış nazik təbəqələrin nümunələri verilmişdir.



Şəkil 16. Re–Se–Cu sistemində mis (a) və platin (b) elektrodları üzərində alınmış nazik təbəqələrin nümunələri.

Aparılan elmi tədqiqat işi Azərbaycan Respublikasının Prezidenti yanında Elmin İnkişafı Fondunun maliyyə yardımı ilə yerinə yetirilmişdir. – Qrant № EİF-2013-9(15)-46/19/4-M-37

NƏTİCƏLƏR

1. Müasir elektrokimyəvi tədqiqat üsullarından istifadə etməklə reniumun, selenin və misin sulfat məhlullarından ayrı-ayrılıqda, həm də birlikdə çökmə prosesinin mexanizmi (potensiostatik, temperatur-kinetik və voltamperometrik metodla) tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, sulfat məhlullarından reniumun elektrolitik çökməsi prosesi əsasən qatılıq polyarizasiyası ilə və katodun səthində ionların diffuziyası ilə xarakterizə olunur.
2. Selenin elektrolitik çökməsi prosesi sulfat məhlullarından tədqiq edilmiş və polyarizasiyanın təbiəti təyin edilmişdir. Selenin çökməsi əvvəlcə kimyəvi, sonra isə diffuziya polyarizasiya ilə xarakterizə olunur. Selenin elektrolitik çökməsi prosesi elektrolitdə əmələ gələn iki valentli selen hissəciklərinin reduksiyası ilə tənzimlənir.
3. Yarımkəçirici xassəyə malik renium-selen-mis ərintisinin tərkibinə və keyfiyyətinə müxtəlif faktorların (cərəyan sıxlığının, temperaturun, cəm qatılığının, turşuluğun, komponentlərin qatılığının və s.) təsiri tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, cərəyan sıxlığının, temperaturun və reniumun qatılığının artması ilə reniumun ərintidə miqdarı artır və təbəqələrin keyfiyyəti yaxşılaşır.
4. Renium ilə selenin sulfat məhlullarından birgə elektrolitik çökməsi prosesinin potensiostatik və tsiklik voltamper xarakteristikasının tədqiqi göstərir ki, katodda renium ilə selenin birgə elektrolitik çökməsi zamanı renium əsasında yeni kimyəvi birləşmənin alınması müşahidə olunur. Buna səbəb katodda renium ilə selen arasında kimyəvi qarşılıqlı təsirin olmasıdır.
5. Elektrokimyəvi yolla sulfat məhlullarından Re-Cu-Se sistemi tədqiq edilmiş, aparılan təcrübələrə əsasən sulfat elektrolitlərindən nano təbəqələrin alınması üçün optimal şərait və elektrolitin tərkibi təklif edilmişdir. “Renium əsasında nazik təbəqəli örtüyün alınması üsulu” adlı patent alınmışdır (Patent İ 2018 0016).
6. Sulfat məhlullarından renium-mis-selen sistemlərində alınmış təbəqələrin rentgenoqrafik üsulla quruluşları tədqiq edilmiş və elektroliz prosesi nəticəsində ReSe_2 kimyəvi birləşməsi və Re-Cu-Se üçlü ərintisi alınmışdır. Termozond üsulu ilə Re-Cu-Se sistemində alınmış nanotəbəqələrin keçiriciliyi təyin edilmiş və onların "p" növ keçiriciliyə malik olması aşkar edilmişdir.

7. Elektrokimyəvi üsulla sulfat məhlullarından alınmış renium-selen-mis ərintilərin nazik təbəqələrinin maqnit xassələri (paramaqnit) və VAX xarakteristikaları öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, renium-selen-mis sistemində alınan nazik təbəqələrdə "çevrilmə və yaddaş" effekti vardır.

Dissertasiya işinin əsas nəticələri aşağıdakı elmi əsərlərdə çap olunmuşdur:

1. Салахова Э.А., Новрузова Ф.С., Мамедзаде В.А., Сеидова К.Ф. Исследование процесса электролиза при получении сплава рений-селен из щелочного электролита / АМЕА-нын müxbir üzvü X.S.Məmmədovun 75 illik yubileyinə həsr olunmuş konfransın materialları, 2002, səh. 100-102
2. Салахова Э.А., Новрузова Ф.С., Эйлазов Э.Д., Мамедзаде В.А., Сеидова К.Ф. Электрохимическое получение тонких пленок селенида-рения / Akademik M.F. Nağıyevin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş elmi konfrans. Məruzələrin tezisləri, sentyabr 2003, səh. 111-112
3. Салахова Э.А., Новрузова Ф.С., Мамедзаде В.А., Сеидова К.Ф. Влияние кислотности и концентрации сульфата аммония на процесс электроосаждения рения / АМЕА-нын müxbir üzvü Z.N.Zülfüqarovun 90 illik yubileyinə həsr olunmuş konf. mater., Bakı 2004, səh. 63-64
4. Салахова Э.А., Новрузова Ф.С., Сеидова К.Ф., Гахраманова Ш.И. Электроосаждение селена из сульфатного электролита // Azərb. Kimya Jurnalı, 2006, № 4, səh. 93-96
5. Салахова Э.А., Сеидова К.Ф., Калантарова П.Е., Зейналова Н.Н. Рассеивающая способность сульфатного и хлоридно-сульфатного электролита при осаждении сплавов халькогенидов рения // Kimya problemləri jurnalı, 2007, №4, s. 694-696
6. Salahova E.Ə., Novruzova F.S., Məcidzadə V.A., Kələntərova P.Ə., Seyidova K.F. Renium örtüklərinin müxtəlif elektrolitlərdən alınması / Professor A.Ə.Verdizadənin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş «Üzvi reagentlər analitik kimyada» Respublika konfransının materialları. Bakı-2009, s. 23-24
7. Салахова Э.А., Мамедзаде В.А., Новрузова Ф.С., Сеидова К.Ф.

- Новый электролит для получения тонких покрытий рения / «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии» II Международная научная конф. Тезисы докладов, ПЛЁС 2010, г. Иваново, 21-25 июня, стр. 222
8. Салахова Э.А., Меджидзаде В.А., Ибрагимова К.Ф., Гасанов Ч.Г., Калантарова П.Е., Гулузаде Л.М. / Электрофизические свойства тонких покрытий халкогенидов рения, полученных электрохимическим способом. «ИНСТИТУТ «ГИНЦВЕТМЕТ» РЕНИЙ. Сборник материалов международной научно-практической конференции. Москва, 2013, с. 143
 9. Salakhova E.A., Majidzade V.A., Ibraghimova K.F., Kalantarova P.E. The elektro-physical properties of rhenium chalcogenides thin films // J/C/C/E Journal of chemistry and chemical engineering, 2013, V. 7(6), p. 518-521
 10. Salakhova E.A., Aliyev A.M., Ibraghimova K.F. The obtaining of Re-S thin films from thiocarbamide electrolytes and influence of various factors on alloy composition // American chemical science journal. 2014, volume 04, Issue 03, p.337-347
 11. Салахова Э.А., Калантарова П.Е., Ибрагимова К.Ф. / Электрохимическое получение тройных сплавов рения из сульфатного электролита. VI Международная научная конференция «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии». Плес, Ивановская обл., Россия, 8-12 сентября 2014, с. 160
 12. Салахова Э.А., Ибрагимова К.Ф., Калантарова П.Е., Гулузаде Л.М., Гейбатова А.Ф. Получение сплавов Re-Se-Cu из сульфатного электролита / VII Международная научная конференция «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии». Плес, Ивановская обл., Россия, 21-25 сентября 2015, с. 171
 13. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Ibraghimova K.F., Kalantarova P.E. The investigation of microstructure and the X-ray phase analysis of ReX alloys (X=S, Se, Te) // Journal of Materials Science and Chemical Engineering, 2015, 3, p. 1-8
 14. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Kalantarova P.E., Ibraghimova K.F. Physico-chemical properties of thin rhenium chalcogenides coatings

- // Journal of Materials Science and Chemical Engineering, 2015, 3, p. 82-87
15. Салахова Э.А., Калантарова П.Е., Ибрагимова К.Ф., Ханкишиева Н.Н. Тройные сплавы рения / ОАО «ИНСТИТУТ «ГИНЦВЕТМЕТ» Международная научно-практическая конференция, 2016, Москва, с. 172-174
 16. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Kalantarova P.E., Ibraghimova K.F. The electrochemical method for obtaining thin coverings of rhenium chalcogenides // International Journal of Engineering Sciences Research technology, 2016, V. 5(10), p. 390-399
 17. Салахова Э.А., Ибрагимова К.Ф., Калантарова П.Е., Гейбатова А.Ф. Электрохимический метод исследования системы рений-теллур-медь / M.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-Üzvi Kimya İnstitutunun 80 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi konfransının materialları, 2016, s. 34-36
 18. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Kalantarova P.E., Ibraghimova K.F. Electrodeposition of Re-Cu-Se alloys from sulphur acidic electrolytes // International Journal of current Research, 2017, V. 9, p. 45406-45411
 19. Салахова Э.А., Калантарова П.Е., Ибрагимова К.Ф., Ханкишиева Н.Н. Электрохимическое получение новых тонких покрытий в системе Re-Te-Cu / IX Всероссийская Международная научная конференция. «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии» Тезисы докладов. Плес, Ивановская обл., Россия., 2017, с. 122-123
 20. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Kalantarova P.E., Ibraghimova K.F., Asgarova A.M. Morphology of thin films obtained in Re-Te-Cu system by electrochemical method // International Journal of Trend in Research and Development. Volume 5, Issue 3, May-June 2018. p. 504-506
 21. Салахова Э.А., Тагиев Д.Б., Ибрагимова К.Ф., Калантарова П.Е., Ханкишиева Н.Н. Электрохимическое получение тонких покрытий в системе Re-Cu-Se / Akademik M.Nağıyevin 110 illik yubileyinə həsr olunmuş “Nağıyev qiraətləri” Beynəlxalq konfransı 30-31 oktyabr, Bakı 2018, səh 318
 22. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Ramazanov M.A., Aghamaliyev Z.A.,

- Ibraghimova K.F., Kalantarova P.E. Electrochemical obtaining of selenium-containing rhenium clusters // Web of Science Clarivate Analytics system Baku State University International Conference Proceedings "MODERN TRENDS IN PHYSICS" 1-3 may 2019, p. 109-112
23. Салахова Э.А., Тагиев Д.Б., Ибрагимова К.Ф., Магерамова А.Д., Ханкишиева Н.Н. Синтез нанопокровтий с магнитными свойствами / X Международная научная конференция. «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии» Тезисы докладов. 9-13 сентября 2019 г. Плес, Ивановская обл., Россия. стр. 87
 24. Салахова Э.А., Тагиев Д.Б., Рамазанов М.А., Агамалиев З.А., Ибрагимова К.Ф., Калантарова П.Е. Электрохимическое получение полупроводниковых сплавов Re-Cu-Se / XXI Менделеевский съезд по общей и прикладной химии Том 3, 9-13 сентября 2019 г. Санкт-Петербург, стр. 178
 25. Salakhova E.A., Tagiyev D.B., Kalantarova P.E., Ibraghimova K.F. Morphology of Rhenium-selenium-copper Nano-Films // London Journals Press. vol 19, Issue 8, 2019 p. 45-49
 26. Салахова Э.А., Тагиев Д.Б., Ибрагимова К.Ф., Калантарова П.Е., Ханкишиева Н.Н., Гусейнова Р.Э. Влияние различных факторов на электрохимическое получение тонких сплавов Re-Cu-Se / XI Международной научной конференции «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии». Плес. Конференция 7-11 сентября 2020 г., стр. 112
 27. İbrahimova K.F. Re-Se-Cu nazik təbəqələrinin alınması üçün elektrolitin səpələnmə qabiliyyətinin və cərəyanın paylanması // Pedaqoji universitetin xəbərləri Riyaziyyat və təbiət elmləri seriyası 2020, C.68, №3, səh. 127-134
 28. Салахова Э.А., Тагиев Д.Б., Рамазанов М.А., Агамалиев З.А., Калантарова П.Е., Ибрагимова К.Ф. Электрохимическое получение нанопокровтий в системе Re-Cu-Se и их морфология // «Химия и химическая технология» г. Иваново 2021, т. 64, вып. 2, стр. 34-40
 29. Ибрагимова К.Ф. Влияние различных факторов на электрохимическое получение тонких покровтий в системе Re-Se-Cu //

Pedaqoji universitetin xəbərləri Riyaziyyat və təbiət elmləri seriyası
2021, C.69, №2, səh. 161-167

30. Salahova E.Ə., Tağıyev D.B., Kələntərova P.Ə., İbrahimova K.F.
Renium əsasında nazik təbəqəli örtüyün alınma üsulu, Azərbaycan
Respublikası Patenti İ 20170055
31. Salahova E.Ə., Tağıyev D.B., Kələntərova P.Ə., İbrahimova K.F.,
Heybətova Ə.F. Renium əsasında nazik təbəqəli örtüyün alınma
üsulu, Azərbaycan Respublikası Patenti İ 2018 0016



Dissertasiyanın müdafiəsi 31 may 2024-cü il tarixində saat 11⁰⁰ Azərbaycan Respublikası Elm və Təhsil Nazirliyi Bakı Dövlət Universitetinin nəzdində fəaliyyət göstərən ED 2.16 Dissertasiya şurasının iclasında keçiriləcək.

Ünvan: AZ 1148, Bakı şəhəri, akademik Zəhid Xəlilov küçəsi, 23, Bakı Dövlət Universiteti, əsas bina

Dissertasiya ilə Bakı Dövlət Universitetinin kitabxanasında tanış olmaq mümkündür.

Dissertasiya və avtoreferatın elektron versiyaları Bakı Dövlət Universitetinin rəsmi internet saytında yerləşdirilmişdir.

Avtoreferat 29 aprel 2024-cü il tarixində zəruri ünvanlara göndərilmişdir.

Çapa imzalanıb: 19.04.2024

Kağızın formatı: 60x84^{1/16}

Həcm: 40267

Tiraj: 100