

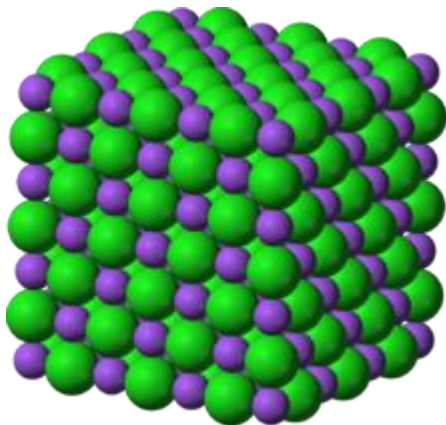
Пән: «Наноматериалдарды талдаудың заманауи әдістері»

Дәріс- 8. Рентген фазалық талдау. Фуллерендер, КНТ-ні, композитті КҚКНТ-ді зерттеу.

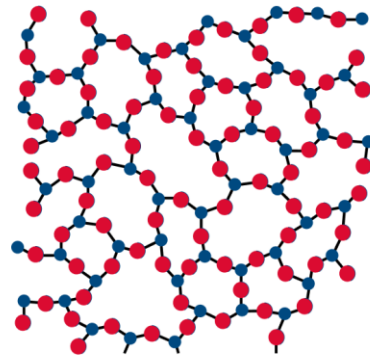
Дәріскер: Керимкулова Алмагуль Рыскуловна
Химиялық физика және материалтану кафедрасының қауымдастырылған профессоры

Топ - Химия (6В05301) 4 Курс, қазақ

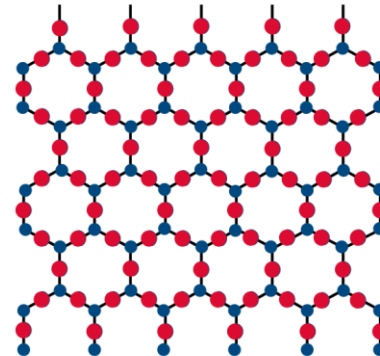
- Рентген фазалық талдау, сонымен қатар рентгендік дифракция (XRD) ретінде белгілі-белгісіз үлгідегі кристалдық фазалардың болуын анықтау үшін қолданылатын маңызды әдіс болып табылады.
- Бұл әдіс белгілі бір кристалдық фазалар үшін дифракция шыңдарының позициялары мен қарқындылығын өлшеуге негізделген.
- Рентгендік фазалық талдау (РФА)-рентгендік сәулелерінің дифракциясы, материалдың кристаллографиялық құрылымын анықтау үшін қолданылатын күшті аналитикалық әдіс.
- Ол кристалдық тордың ішіндегі атомдардың орналасуын зерттеу үшін қысқа толқын ұзындығы бар электромагниттік сәулеленудің бір түрі **рентген сәулелерін** пайдаланады.



Аморфное вещество



Кристаллическое вещество

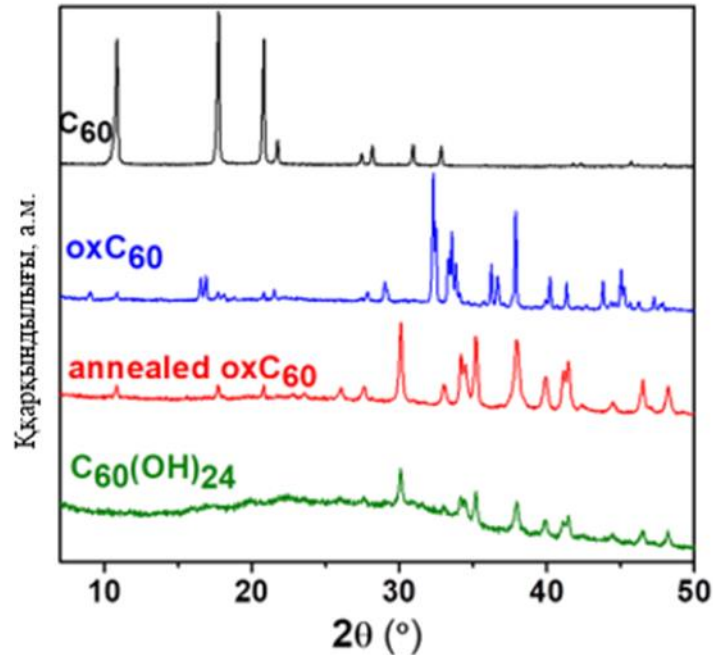


РФТ принципі:

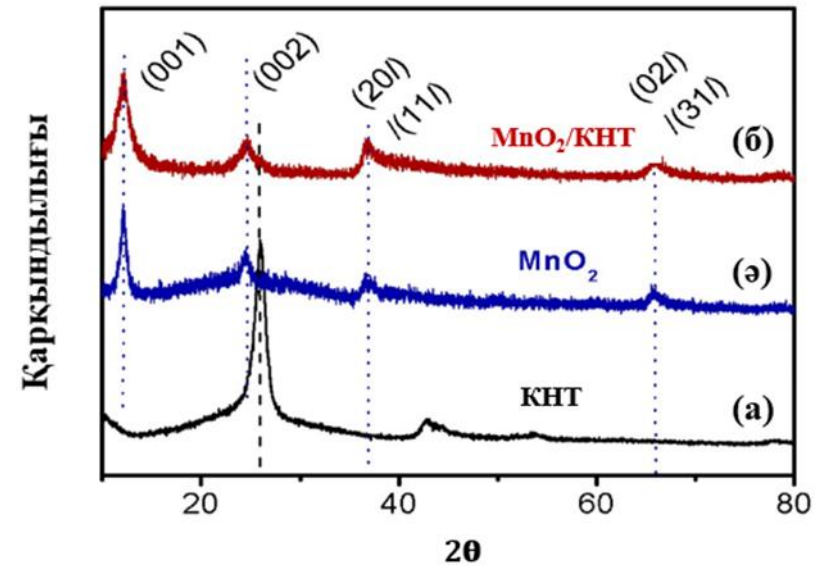
- Рентген сәулелері кристалды үлгіге бағытталады.
- Рентген сәулелері кристалл атомдарын қоршап тұрған электрондармен әрекеттеседі.
- Бұл өзара әрекеттесулер рентген сәулелерінің белгілі бір бағытта таралуына әкеледі.
- Шашыраңқы рентген сәулелері анықталады және олардың қарқындылығымен өлшенеді.

- Дифракциялық сурет деп аталатын шашыраңқы рентгендік қарқындылық үлгісі әрбір кристалды материалға ғана тән. Осы үлгіні талдай отырып, ғалымдар материал туралы құнды ақпарат ала алады, соның ішінде:
 - **Кристалдық құрылым:** бұл кристалдық тордағы атомдардың белгілі бір орналасуын білдіреді. Кристалдық құрылымды білу материалдың қасиеттері мен сипаттарын түсінуге көмектеседі.
 - **Бірлік ұяшығының өлшемдері:** кристалдық тордағы негізгі қайталанатын бірліктің өлшемі мен пішінін анықтаңыз.
 - **Кристаллит мөлшері:** бұл үлгідегі жеке кристалдардың өлшеміне қатысты.
 - **Фазалардың болуы.** Рентгендік талдау көп компонентті материалда болатын әртүрлі кристалдық фазаларды анықтауға мүмкіндік береді.
 - **Деформация немесе ақаулар.** Идеал кристалдық құрылымнан ауытқуларды дифракциялық үлгіні талдау арқылы анықтауға болады.

Фуллерендерді зерттеуде РФТ әдісін қолдану



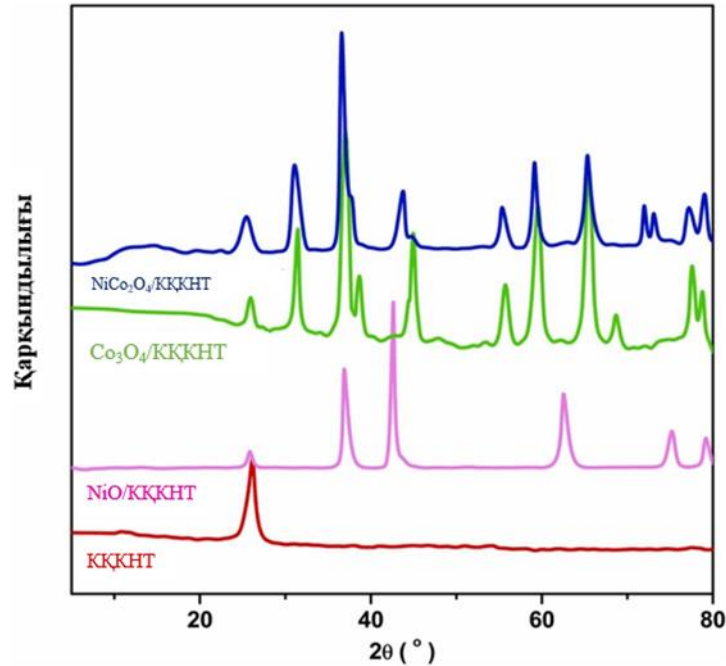
Тотыққан фуллереннің (oxC_{60}) бөлме температурасындағы рентгендік ұнтақ дифракциясының үлгісі [1].



КНТ-ді РФТ әдісімен зерттеу

а) таза КНТ, (ә) таза MnO_2 және (б) MnO_2/KHT нанокөмірдің рентгендік дифракциялық спектрлері [2].

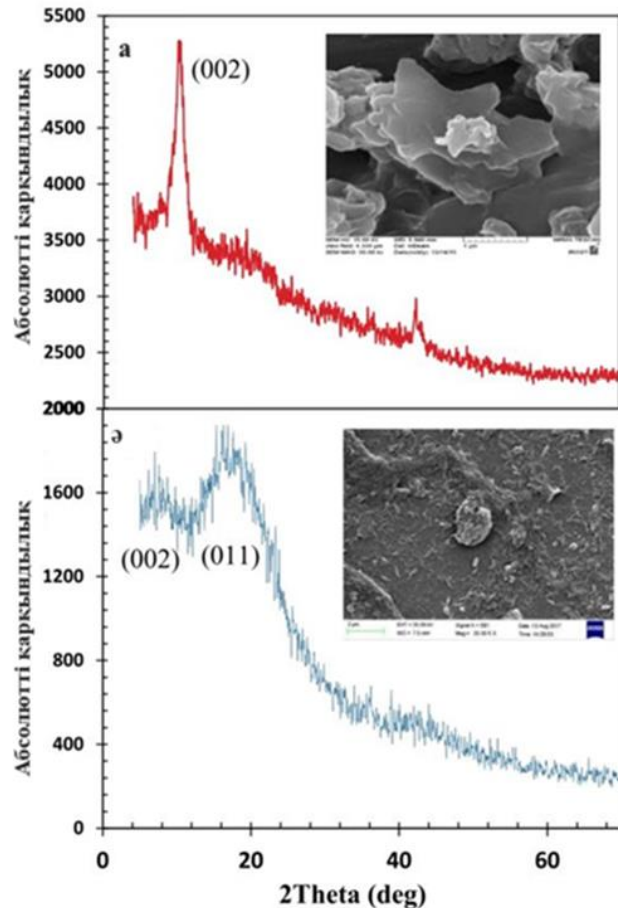
Рентген фазалық талдау арқылы композитті КҚКНТ зерттеулері



Нанокөмпозиттердің рентгендік спектрлері:
КҚКНТ, NiO/КҚКНТ, Co₃O₄/КҚКНТ және
NiCo₂O₄/КҚКНТ (50:50 қатынасы) [3]

суретте КҚКНТ, NiO/ КҚКНТ, Co₃O₄/ КҚКНТ және NiCo₂O₄/ КҚКНТ (50:50) нанокөмпозиттерінің рентгендік спектрлері көрсетілген. Барлық рентгендік дифракция (XRD) спектрлерінде КҚКНТ кристаллографиялық жазықтығына сәйкес келетін сипаттамалық $2\theta = 25,88^\circ$ шыңды байқауымызға болады. NiO/ КҚКНТ үшін XRD спектрлері $2\theta = 36,82^\circ, 42,39^\circ, 62,61^\circ, 75,47^\circ$ және $79,19^\circ$ шамасында күшті шыңдарды көрсетеді. Бұл синтезделген нанокөмпозиттерде текше фазасына сәйкес құрылым бар екенін білдіреді. $2\theta = 31,66^\circ, 37,28^\circ, 33,98^\circ, 44,94^\circ, 55,74^\circ, 60,03^\circ, 65,64^\circ, 68,58^\circ, 77,35^\circ$ және $78,94^\circ$ нүктелеріндегі шыңдар Co₃O₄/КҚКНТ көмпозитіне сәйкес келеді. NiCo₂O₄/КҚКНТ нанокөмпозиттерінде NiO және Co₃O₄ фазаларына сәйкес келетін шыңдардың бар болуын көрсетеді [3].

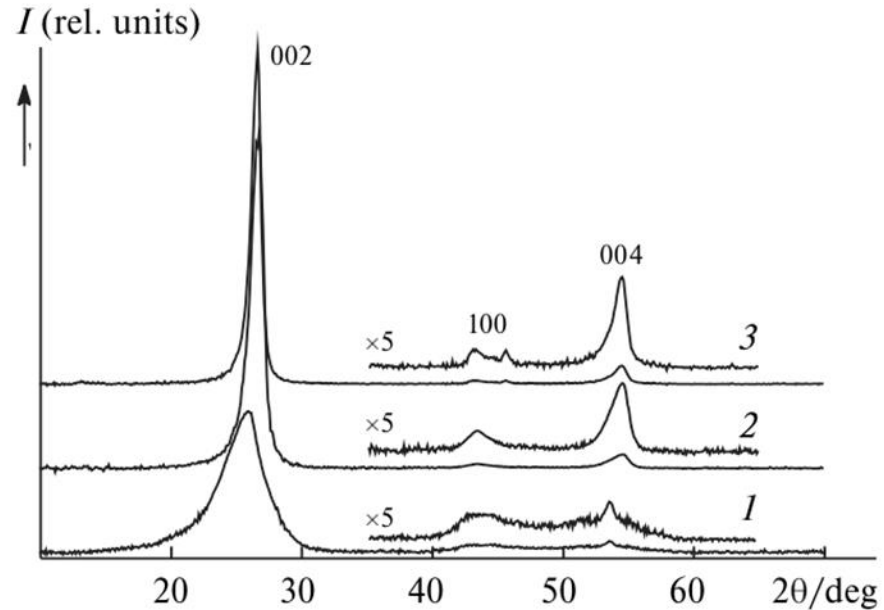
РФТ әдісі арқылы графен оксидін зерттеу



Суретте көрсетілген СЭМ кескіндері, көпқабатты ГО парақтарының жинақталған түрде дамып, мыжыңқы құрылымға ие екендігін көрсетеді, бірақ ГО парақтарына ПАНИ қосқанда морфология өзгереді. ГО қабатты құрылымы көрінбейді, себебі ПАНИ бөлшектердің агрегациясын болдыртпайтын пленканың рөлін атқарады [4].

ГО (а) және ГО–ПАНИ (ә) рентгендік дифракциялық үлгілері [4].

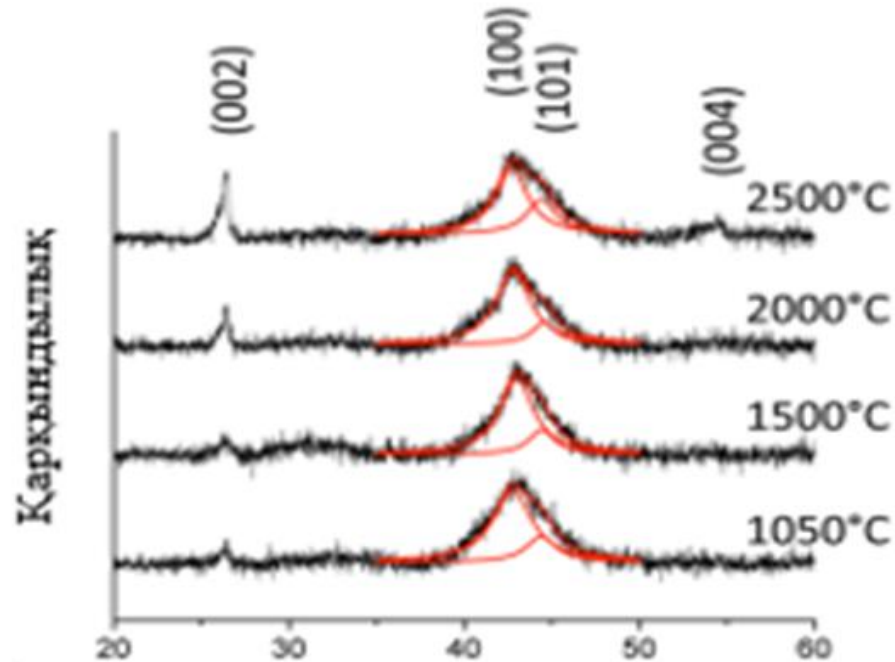
РФТ әдісін көміртекті талшықтарды зерттеуде қолдану



Рентген сәулелерінің дифракциялық үлгілерінен үш шың көрінеді, оларды графиттік құрылым моделі шеңберінде 002, 100 және 004 сызықтары ретінде қарастыруға болады. 002 және 004 жолдар графеннің жазықтықтағы реттілігіне сәйкес келеді, ал 100 жолы графеннің жазықтықтан тыс реттелгеніне сәйкес келеді.

Рентген сәулелерінің дифракциялық үлгілері (2θ 15-тен 70°-қа дейінгі бұрыштар диапазонында) 2300 °С температурада алынған көміртекті талшықты (1), сондай-ақ серпімділік модулі 410 ГПа (2) және 495 ГПа (3) келетін шамамен 3000 °С температурада термомеханикалық өңдеуден кейін алынған екі көміртекті талшықты көрсететін бейнесі [5]

Аэрогельдерді зерттеуде РФТ әдісін қолдану



Ли және т.б. (сурет) шыңның қарқындылығының жоғарылауы қабаттар арасындағы қабаттасудың реттелгенін көрсетеді [6]. Осылайша, барлық XRD нәтижелері термиялық өңдеуден кейін аз ақаулы графен аэрогель түзілетінін және графен қабаттарының қайта қабаттасуы барынша азайтылғанын көрсетеді.

Әртүрлі күйдіру температураларындағы ГА үшін РФТ үлгілері. Қызыл сызықтар (100) және (101) дифракциялық шыңдарға сәйкес келетін шыңдарды білдіреді

ӨЗІН-ӨЗІ ТЕКСЕРУГЕ АРНАЛҒАН СҰРАҚТАР

- 1. Рентген фазалық талдау әдісінің қандай артықшылықтары мен кемшіліктері бар?
- 2. Рентген фазалық талдау әдісінің жұмыс жасау принциптері қандай?
- 3. Рентген фазалық талдау әдісі арқылы наноқұрылымдарды зерттеу қалай жүзеге асырылады?
- 4. Наноматериалдарды зерттеуде рентген фазалық талдау әдісін қолдану ерекшеліктері неде?
- 5. Рентген фазалық талдау әдісінің арқылы аэрогельдерді зерттеу қандай нәтиже береді?

Әдебиеттер

- 1. Panagiota Zygouri, Konstantinos Spyrou, Efstratia Mitsari, María Barrio, Roberto Macovez, Michaela Patila, Haralambos Stamatis, Ioannis I. Verginadis, Anastasia P. Velalopoulou, Angelos M. Evangelou, Zili Sideratou, Dimitrios Gournis¹ & Petra Rudolf // A facile approach to hydrophilic oxidized fullerenes and their derivatives as cytotoxic agents and supports for nanobiocatalytic systems // Scientific Reports | (2020) 10:8244 | <https://doi.org/10.1038/s41598-020-65117-7>
- 2. РАЗРАБОТКА ПРОЦЕССА ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИИ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В ПАРАХ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ И ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА
- http://dn.tstu.ru/science/diss/zip/2014/Gorsky/%D0%B4%D0%B8%D1%81%D1%81%D0%B5%D1%80%D1%82%D0%B0%D1%86%D0%B8%D1%8F_%D0%B3%D0%BE%D1%80%D1%81%D0%BA%D0%B8%D0%B9.pdf?ysclid=m1nmbyduyt871707779
- 3. О. В. Ямскова а, *, Ю. Г. Колягин б, В. С. Романова а, А. С. Егоров а, Д. В. Курилов с, И. А. Ямсков а, Н. Д. Зубарева с, Л. М. Кустов б, с //Твердотельный ЯМР аминокислотных производных фуллерена C60// Журнал физической химии, 2019, Т. 93, № 2, стр. 266-268 <https://doi.org/10.1134/S004445371902033X>
- 4. S. Amrollahi, B. Ramezanzadeh, H. Yari, M. Ramezanzadeh, M. Mahdavian// Synthesis of polyaniline-modified graphene oxide for obtaining a high-performance epoxy nanocomposite film with excellent UV blocking/ anti-oxidant/ anti-corrosion capabilities// Composites Part B: Engineering, V. 173, 2019, 106804
- 5. Bukalov S. S. et al. Structure of sp²-carbon fiber prepared by high-temperature thermomechanical treatment of polyacrylonitrile fiber: a Raman and X-ray diffraction study //Russian Chemical Bulletin. – 2018. – V. 67. – P. 1002-1009.
- 6. Worsley, M. A., Pham, T. T., Yan, A., Shin, S. J., Lee, J. R. I., Bagge-Hansen, M., ... Zettl, A. (2014). Synthesis and Characterization of Highly Crystalline Graphene Aerogels. ACS Nano, 8(10), 11013–11022. doi:10.1021/nn505335u