

Пән: «Наноматериалдарды талдаудың заманауи әдістері»

ЖАРЫҚТАНДЫРҒЫШ ЭЛЕКТРОНДЫҚ МИКРОСКОП

Дәріскер: Керимкулова Алмагуль Рыскуловна

Химиялық физика және материалтану кафедрасының қауымдастырылған профессоры

Топ - Химия (6B05301) 4 Курс, қазақ

Дәрістің мақсаты: нанокұрылымды материалдарды зерттеуде жарықтандырғыш электронды микроскопияның қолданылуы, құрылымы, зерттеу мүмкіншілігін талқылау.

Дәрістің мазмұны:

- Жарықтандырғыш электронды микроскоптың ашылу тарихы
- Жарықтандырғыш электронды микроскоптың жұмыс істеу принципі
- Наноматериалдарды зерттеу үшін ЖЭМ қолдану
- Фуллерендерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану
- Полигидроксилденген фуллерендерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану
- C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерді зерттеуде ЖЭМ қолдану
- Үндістандағы Мегалая штатында орналасқан Ум-Сохрингкев өзенінен иридийге бай бор-палеоген (К-Pg) шекаралық қабаттарынан табылған C_{60} табиғи фуллеренін ЖЭМ арқылы зерттеу
- Көміртекті нанотүтікшелерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану
- ЖЭМ арқылы көп қабатты көміртекті нанотүтікшенің (КҚКНТ) зерттеулері

ЖАРЫҚТАНДЫРҒЫШ ЭЛЕКТРОНДЫҚ МИКРОСКОП (ПЭМ, англ, TEM — transmission electron microscope)

Жарықтандырғыш электронды микроскоптар (ЖЕМ) атомдық деңгейде наноматериалдар мен нанокұрылымдарды зерттеуге арналған қуатты құрал болып табылады.

- Олар жоғары ажыратымдылықты қамтамасыз етеді.
- Жарықтандырғыш электронды микроскоп жұқа үлгі арқылы электронды сәулені өткізу арқылы жұмыс істейді.
- Үлгіге енетін электрондар оның құрылымы бойынша шашыраңқы болады, бұл материалдың ішкі құрылымының бейнесін алуға мүмкіндік береді.
- ЖЭМ-тың артықшылығы - олар наноөлшемді объектілерді өте жоғары ажыратымдылықта зерттеуге мүмкіндік береді.
- Дегенмен, олардың да шектеулері бар, мысалы, **үлгіні дайындаудың күрделілігі және электронды сәуленің әсерінен тірі үлгілерді зерттеудің мүмкін еместігі.**

Жарықтандырғыш электронды микроскоптың ашылу тарихы

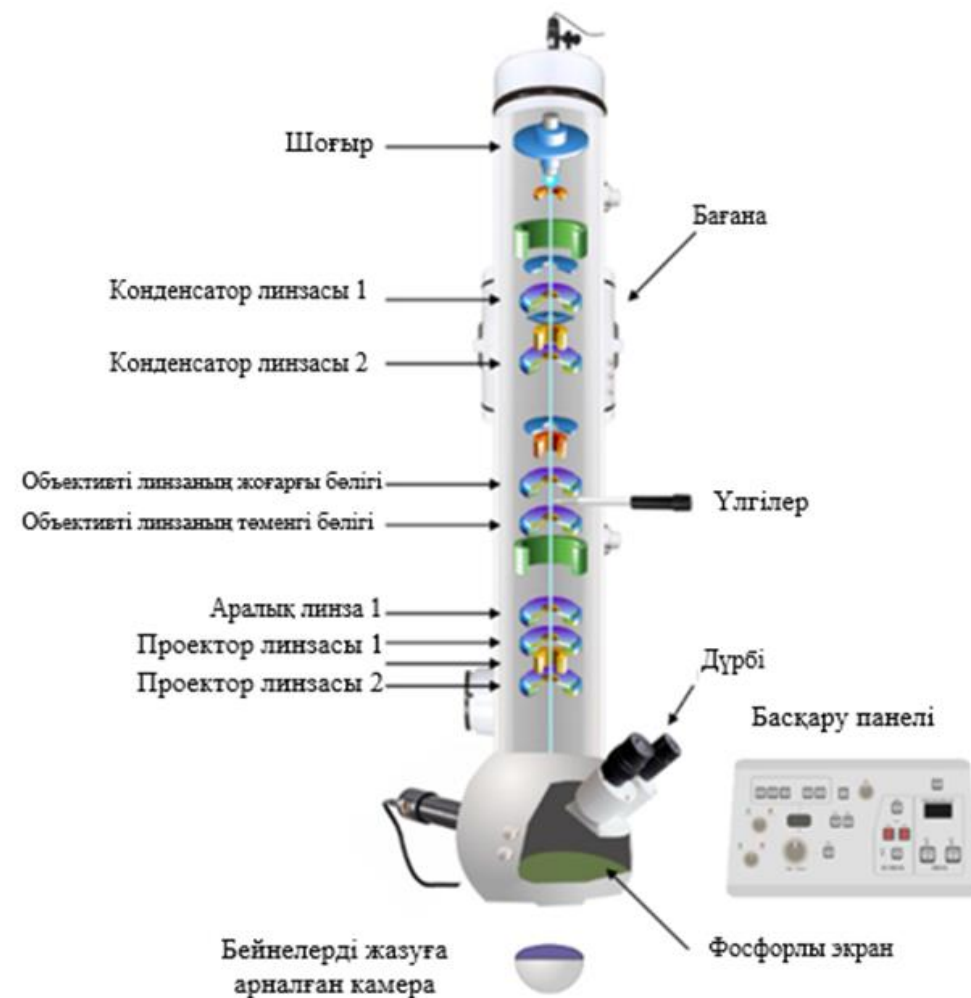
- ЖЭМ ХХ ғасырдың бірінші жартысынан бастап ғылымның дамуына әсер етті.
- Көптеген жылдар бойы зерттеушілер сыртқы бейнені зерттеп қана қоймай, сонымен қатар атомдық масштабта бақылауға қызығушылық танытқан.
- 1931 жылы Эрнст Руска мен Макс Нолл (Knoll) ЖЭМ-ды ең алғашқы болып ашқан.
- 1940-1950 жылдары маңызды технологиялық жетілдірулер болды, соның ішінде линзалар мен фокустау жүйелері дамыды.
- 1960-1970 жылдары ЖЭМ биология, физика, химия және материалтану саласындағы заманауи ғылыми зерттеулердің құрамдас бөлігіне айналды.
- ЖЭМ-де үлгі алдын-ала дайындалады, үлгі қалыңдығы 20-200 нм аралығында болуы керек.



Первый практический ПЭМ; экспозиция в музее Мюнхена (Германия)

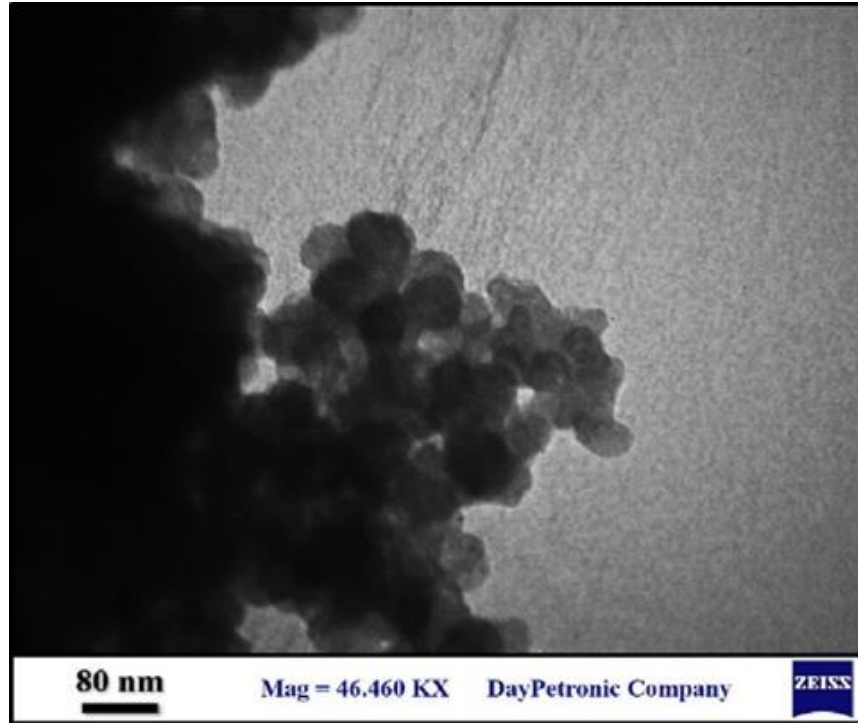
Жарықтандырғыш электронды микроскоптың жұмыс істеу принципі

- Жарықтандырғыш электронды микроскоп мына компоненттерден тұрады: электрон шоғыры, электрон бағаны, электромагниттік линзалар жүйесі, детекторлар, үлгі камерасы, негізгі басқару панелі және операциялық басқару элементтері, суретке түсіру жүйесі (1-сурет).
- ЖЭМ **жарық көзі ретінде жоғары энергиялы электронды сәулені пайдаланады.**
- Электронды сәуле жоғары кернеуде (300 кВ) үлгіге бағытталады.
- Электрондар үлгі атомдарымен шашырауға, дифракцияға және жұтуға ұшырайды. Бұл үлгінің құрылымы, құрамы және қасиеттері туралы ақпарат береді.
- ЖЭМ электронды сәулені фокустау және басқару үшін электромагниттік линзаларды пайдаланады. Бұл линзалар үлгіні дәл фокустауға және бейнелеуге мүмкіндік беретін электрондардың жолын басқару үшін магнит өрістерін пайдаланады.
- Электрондар үлгімен әрекеттескеннен кейін флуоресцентті экранға немесе детекторға бағытталады.



Наноматериалдарды зерттеу үшін ЖЭМ қолдану

Фуллерендерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану

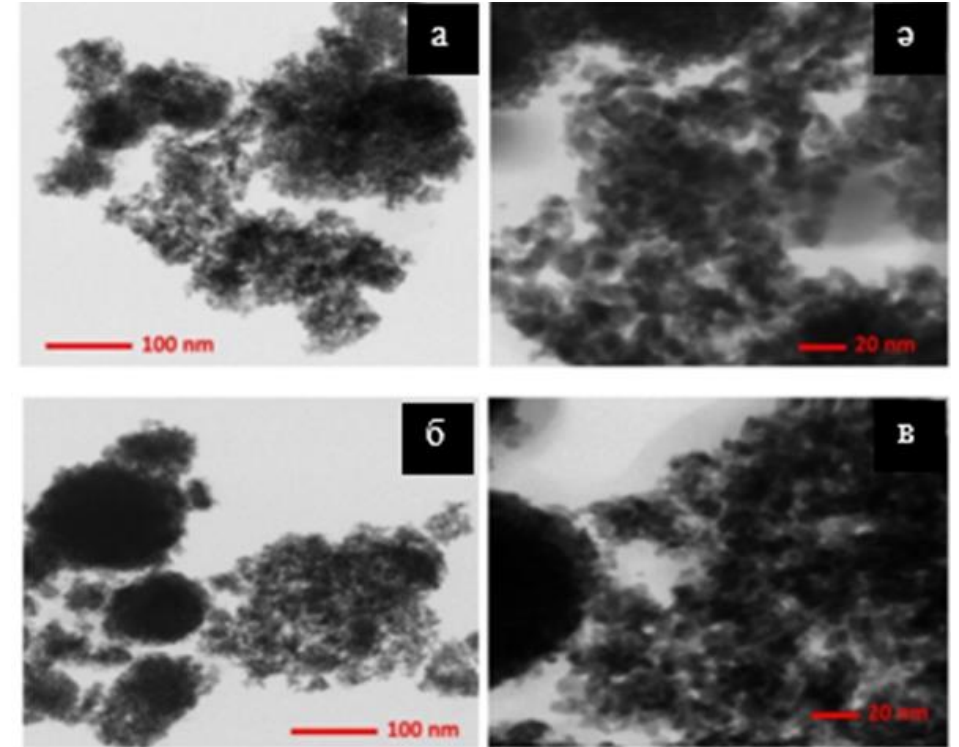


2-сурет. ЖЭМ арқылы алынған фуллереннің көрінісі

- Фуллерендердің формасы ЖЭМ көмегімен зерттеледі. Үлгілер этил спиртіндегі ультрадыбыстық дисперсия арқылы 30 минут ішінде ерітіледі. Содан кейін үлгінің ерітіндісі мыс торға қойылып, зерттеу алдында кептіруге қалдырылады. ЖЭМ талдаудың нәтижесі қуыс көміртекті шарлардың пайда болғандығын 2-ші суреттен көре аламыз.

Полигидроксилденген фуллерендерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану

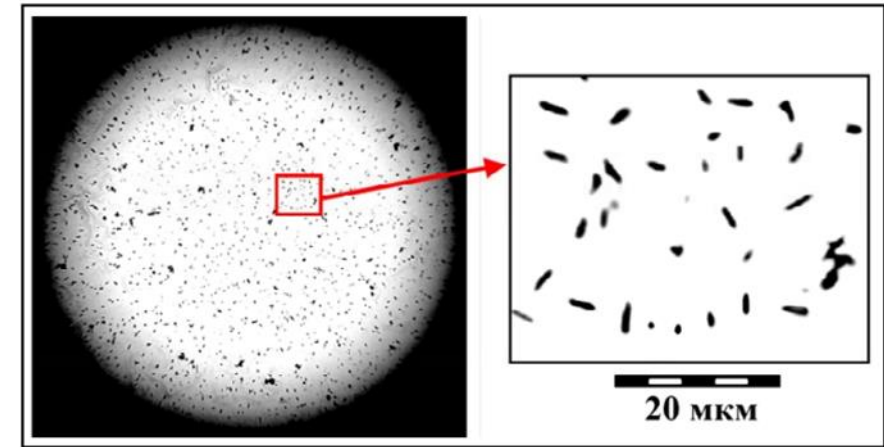
- 3-ші суретте Pt/C₆₀(OH)₂₄₋₂₇ және Pt/C₆₀(OH)₃₀₋₃₆ катализаторлары үшін әртүрлі үлкейту кезінде ЖЭМ кескіндері келтірілген. Фуллерендерге қолданылатын нанобөлшектер үлкен кластерлерде сфералық пішінге ие. C₆₀(OH)₂₄₋₂₇ катализаторы қатысында (3-сурет (а, ә)) аз агломерацияланған нанобөлшектер, ал Pt/C₆₀(OH)₃₀₋₃₆ катализаторы қатысында (3-сурет (б, в)) мөлшері 100 нм-ден асатын кластерлер түзіледі.



3-сурет. Pt/C₆₀(OH)₂₄₋₂₇ (а, ә) және Pt/C₆₀(OH)₃₀₋₃₆ (б, в) катализаторлары үшін әртүрлі үлкейту кезінде ЖЭМ кескіндері.

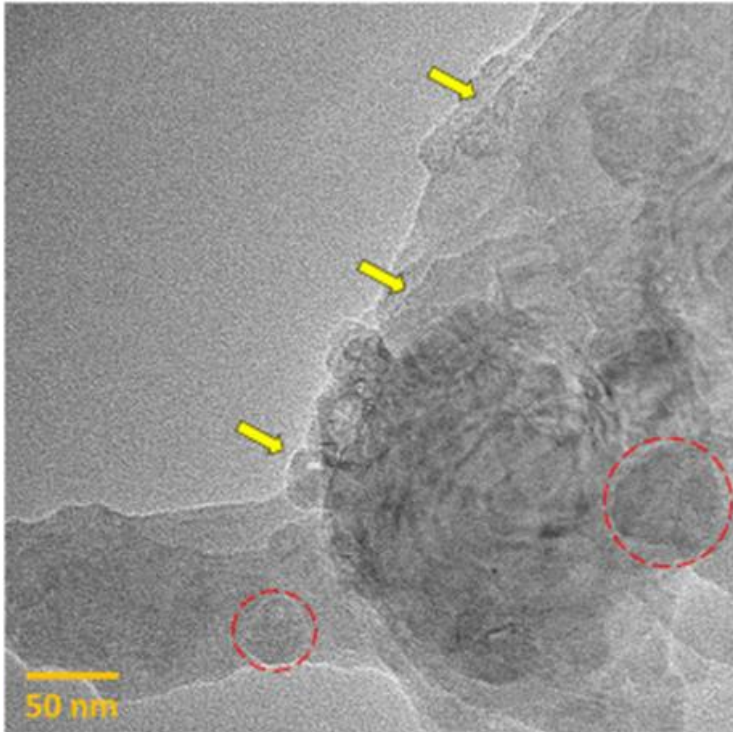
C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерді зерттеуде ЖЭМ қолдану

- 4-ші суретте микроскопиялық ұсынылған термиялық булану процесінде пайда болған C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің суреті және C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің жіп тәрізді пішіні бар екенін көруге болады. C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің ұзындығы ~4 микрометрге дейін және ені 1,1 микрометрге дейін екендігі анықталды.

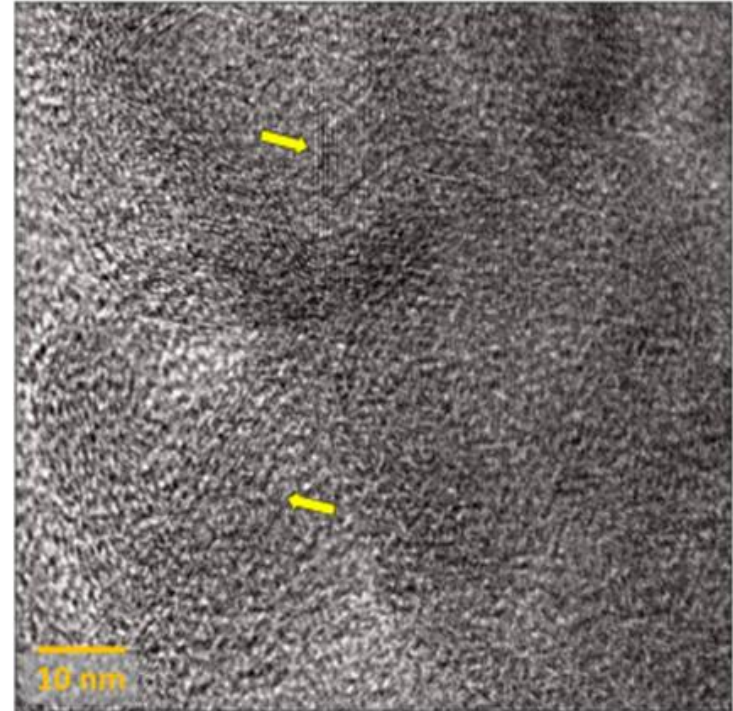


4-сурет. Оқшауланған көлемнен органикалық еріткіштердің жылулық булануы нәтижесінде монокристалды кремнийдің бетінде орналасқан C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің тамшыларының кескіні (сол жақта) және C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің микроскопиялық үлкейтілген кескіні (оң жақта).

Үндістандағы Мегалая штатында орналасқан Ум-Сохрингкев өзенінен иридийге бай бор-палеоген (К-Pg) шекаралық қабаттарынан табылған C60 табиғи фуллеренін ЖЭМ арқылы зерттеу



5-сурет. Фуллереннің үлкен, тұрақты пішінді фуллерен бөлшектері мен сфералық көміртекті бөлшектердің қоспасы екенін көрсететін кескіні (фуллерен мен көміртек сәйкесінше стрелкамен және қызыл нүктелі шеңберлермен көрсетілген).

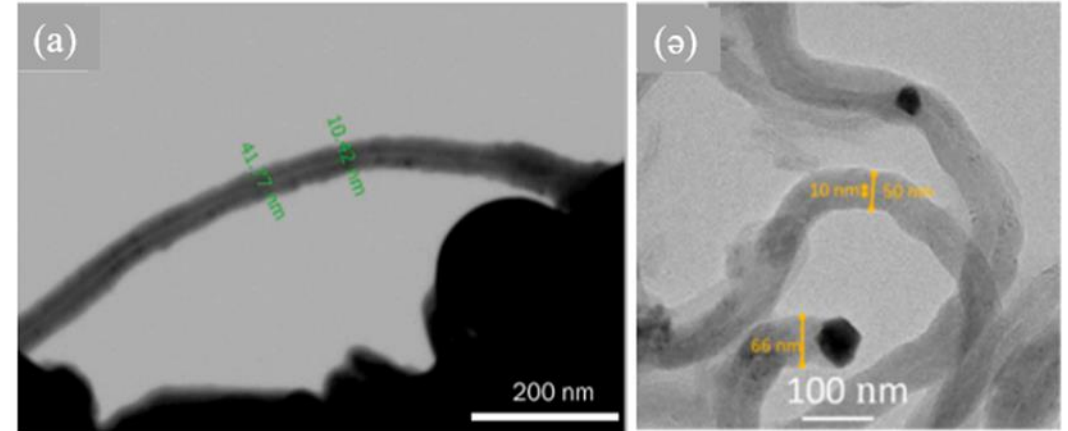


6-сурет. C60 фуллерен үлгісінің аморфты аймағында графит қабаттарының болуын көрсететін ЖЭМ кескіні (стрелкамен көрсетілген).

Көміртекті нанотүтікшелерді зерттеу үшін ЖЭМ қолдану

ЖЭМ арқылы көп қабатты көміртекті нанотүтікшенің (КҚКНТ) зерттеулері

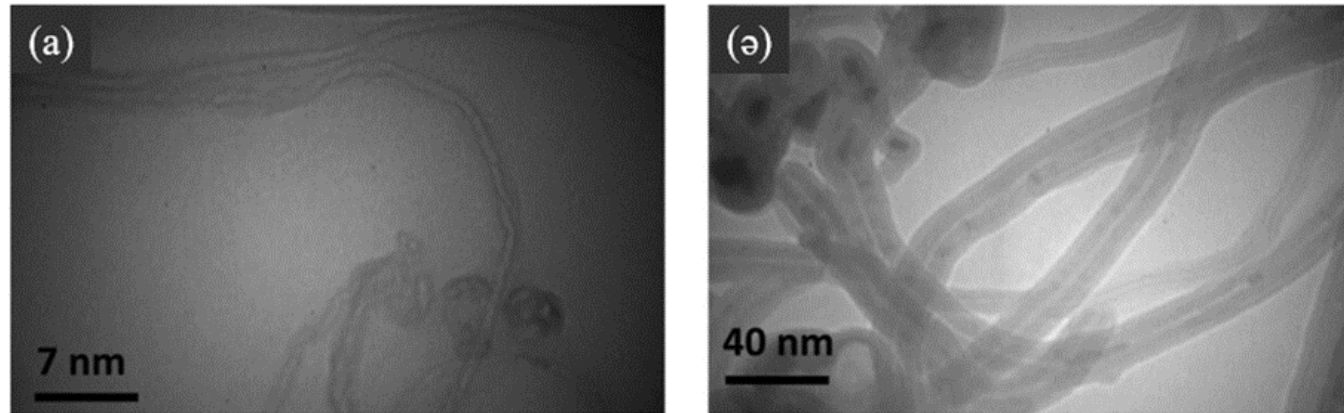
- Гасим Ибрагим және т.б. зерттеушілер CVD әдісі арқылы 20% коммерциялық Ni/ γ -Al₂O₃ қатысында КҚКНТ синтездеді.
- ЖЭМ бақылауларына сүйене отырып КҚКНТ диаметрі 50-ден 100 нм-ге дейін болатыны анықталды. ЖЭМ көрінісі 7-ші суретте келтірілген. ЖЭМ суретінен нанотүтікшенің ішкі диаметрі шамамен 10 нм, ал сыртқы диаметрі 41 нм екенің көруімізге болады.



7 - Сурет. КҚКНТ-нің ішкі және сыртқы диаметрлерін көрсететін ЖЭМ көрінісі

ЖЭМ арқылы БҚКНТ және КҚКНТ зерттеулері

- Х.А. Зейнабад және т.б. зерттеушілер Ирандағы Neutrino компаниясынан алынған БҚКНТ және КҚКНТ көміртекті нанотүтікшелердің морфологиясын және өлшемдерінің таралуын зерттей отырып, олардың биомедициналық қолданбаларда пайдалану мүмкіндігін зерттеді.

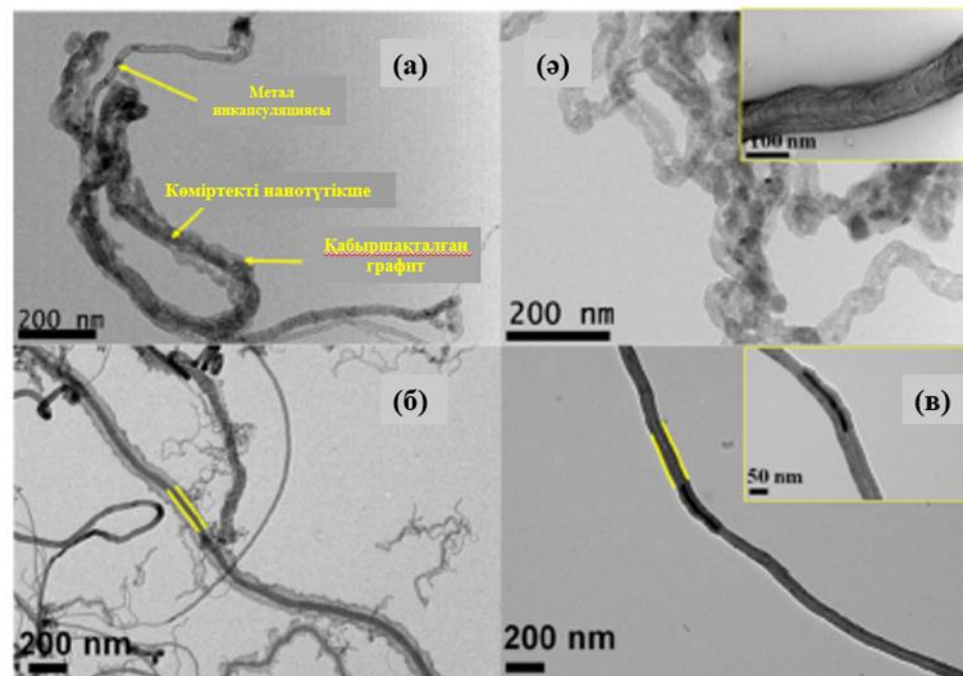


8-сурет. (а) БҚКНТ және (ә) КҚКНТ-нің ЖЭМ бейнесі

БҚКНТ диаметрі 1-2 нм және КҚКНТ диаметрі 10-20 нм

ЖЭМ арқылы композитті КНТ зерттеулері

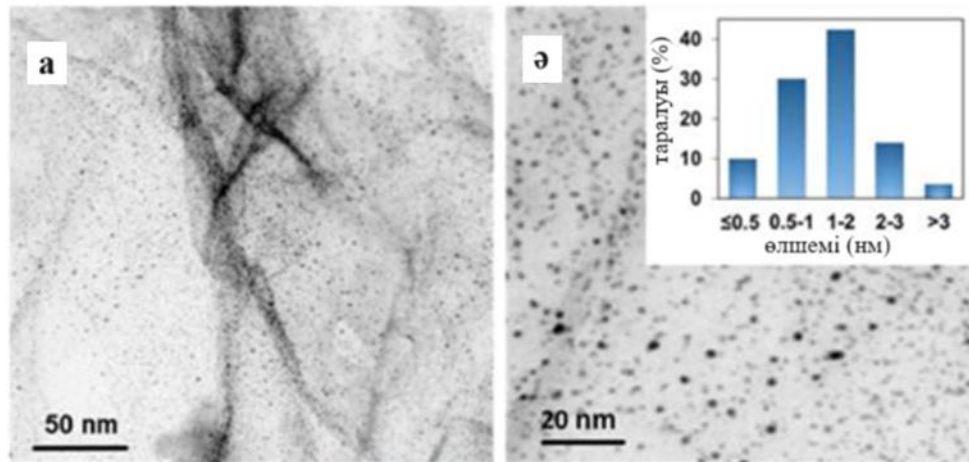
- Dipsikha Ganguly және т.б. ғалымдар инкапсуляцияланған никель негізінде CVD әдісімен азотпен легирленген КНТ өсірді. Азотпен легирленген КНТ Ni-TiO₂ матрицасында 700°C температурада ацетонитрил буымен термиялық ыдырауын пайдалана отырып CVD әдісі арқылы синтезделді. Титан диоксиді Ni нанобөлшектері үшін дисперстік орта ретінде пайдаланады, ол жоғары температурада КНТ-нің жылдам өсуіне ықпал етеді.



9 -сурет. ЖЭМ микросуреті. (а) Ni-TiO₂-КНТ, (ә) қышқылмен өңделген Ni-TiO₂-КНТ, (б) Ni-TiO₂-НКНТ және (в) қышқылмен өңделген Ni-TiO₂-НКНТ)

Графендерді ЖЭМ арқылы зерттеу

- Көпқабатты графенды CS₂ суық плазмалық графенге салынған CdS нанобөлшектері мен Pd кластерлерінен тұратын жаңа Графен-Pd-CdS гибридин Мария Л. Годино және әріптестері алды. ЖЭМ зерттеулер арқылы (67-сурет) наноөлшемді деңгейде материалдардың құрылымы мен морфологиясы туралы толық ақпарат алынды.



10-сурет. Ажыратымдылығы жоғары жарықтандырғыш электронды микроскоп арқылы алынған графенге отырғызылған Pd нанобөлшектерінің кескіндері мен спектрлері: а) Жарықтандырғыш электронды микроскоп кескіндері және ә) Pd бөлшектерінің таралу өлшемдері



Просвечивающий электронный микроскоп HT7800

Әдебиеттер

Негізгі:

1. Мансұров З.А., Діністанова Б.Қ., Керімқұлова А.Р., Нәжіпқызы М. Нанотехнология негіздері. Оқу құралы. – Алматы: 2013. -244 б.
2. Т.А.Шабанова, Г.Қ.Тәжкенова, Р.М.Мансурова Электрондық микроскопия: оқу құралы. – Алматы: Қазақ университеті, 2004.-62 бет.
3. Елисеев А.А., Лукашин А.В. Функциональные наноматериалы. – М.ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 456 с.
4. Д.Мырзакожа, А.Мырзаходжаева Современные методы исследования: учебное пособие: - Алматы, 2013.-428 с.

Қосымша:

5. Kumar N., Kumbhat S. Essentials in Nanoscience and Nanotechnology. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2016 P. 470
6. Bayda S., Adeel M., Tuccinardi N., Cordani M., Rizzolio F. (2020) The History of Nanoscience and Nanotechnology: From Chemical-Physical Applications to Nanomedicine. *Molecules* 25:112-127 doi:10.3390/molecules25010112
7. AlJahdaly B.A., Elsadek M.F., Ahmed B.M., Farahat M.F., Taher M.M., Khalil A.M. (2021) Outstanding Graphene Quantum Dots from Carbon Source for Biomedical and Corrosion Inhibition Applications: A Review. *Sustainability* 13:2127 <https://doi.org/10.3390/su13042127>
8. Acquah S.F.A. Penkova A.V., Markelov D.A., Semisalova A.S., Leonhardt B.E., Magi J.M. (2017) Review-The Beautiful Molecule: 30 Years of C60 and Its Derivatives *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 6 (6) M3155-M3162
9. Wang Zh., Hu T., Liang R., Wei M. (2020) Application of Zero-Dimensional Nanomaterials in Biosensing. *Frontiers in Chemistry* 8:320 doi:10.3389/fchem.2020.00320