

Пән: «Наноматериалдарды талдаудың заманауи әдістері»

СКАНЕРЛЕУШІ ЭЛЕКТРОНДЫ МИКРОСКОПИЯ

Дәріскер: Керимкулова Алмагуль Рыскуловна

Химиялық физика және материалтану кафедрасының
қауымдастырылған профессоры

Топ - Химия (6В05301) 4 Курс, қазақ

- **Дәрістің мақсаты:** нанокұрылымды материалдарды зерттеуде сканерлеуші электронды микроскопияны қолдану, құрылымы, зерттеу мүмкіндіктерін талқылау.

- **Дәрістің мазмұны:**

Сканерлеуші электронды микроскоптардың ашылу тарихы

Сканерлеуші электронды микроскоптардың жұмыс істеу принципі

Наноматериалдарды зерттеуде СЭМ қолдану

Фуллерендерді зерттеуде СЭМ қолдану

Көміртекті нанотүтікшелерді зерттеуде СЭМ қолдану

СЭМ арқылы көп қабатты көміртекті нанотүтікшелердің (КҚКНТ) зерттеулері

СЭМ арқылы бір қабатты көміртекті нанотүтікшелердің зерттеулері

Графендерді зерттеуде СЭМ қолдану

Көміртекті талшықтарды СЭМ арқылы зерттеу

Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы ПЕК (pitch based) негізіндегі көміртекті талшықтарды зерттеу

Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы Металл оксидтерінің нанобөлшектері/көміртекті талшық композитін зерттеу

Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы көміртекті талшық/көміртекті нанотүтікше композитін зерттеу

Аэрогельдер. Аэрогельдерді СЭМ арқылы зерттеу

Сканерлеуші электронды микроскоптардың ашылу тарихы

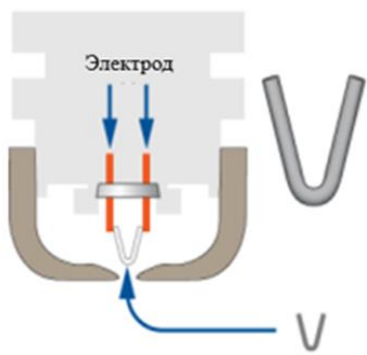
- Сканерлеуші электронды микроскоп жасаудың алғашқы идеялары 1930 жылдары басталды.
- **1935** жылы **Макс Кнолл** басқа микроскоптардан ерекшеленетін сканерлеуші электронды микроскопты ойлап тапты.
- **1938** жылы **Манфред фон Арденн** СЭМ-ге сканерлеу катушкасын қосу арқылы 23 кэВ кезінде $8000\times$ үлкейту арқылы 50-100 нм бөлшектерді көруге мүмкіндік ашты.
- **1942** жылы Зворыкин, Хильер және Снайдер қалың үлгілер үшін СЭМ-нің жаңа түрін енгізді
- **1950-1965** жылдары СЭМ дамуы үшін маңызды жылдар болып табылады. СЭМ-нің құрылымын, оның жұмыс істеу принциптерінің зерттеулері Кембридж институтында Чарльз Оутли мен Эллис Косслеттың бастамасымен жүргізілді .



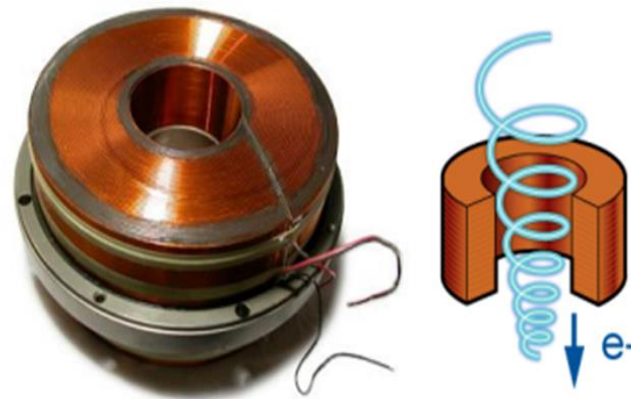
1960-ж моделі

Сканерлеуші электронды микроскоптардың жұмыс істеу принципі

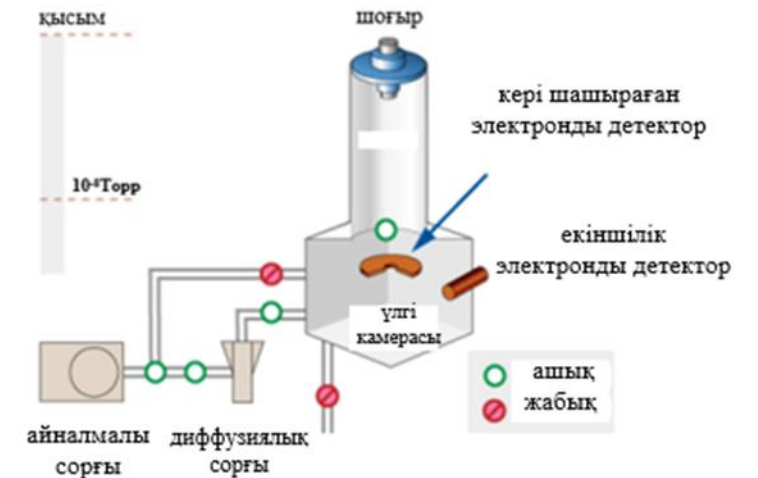
- СЭМ келесі компоненттерден тұрады: **электрон шоғыры** - бұл жоғары энергиялы электрондарды генерациялау көзі (1-сурет).
- Электрон шоғырында жасалған электрондар электронды сәулені фокустау және басқару үшін қажет екі немесе одан да көп **электромагниттік линзалар** арқылы өтеді (2-сурет).
- **Электрондық детектор** электронды сәуленің әсерінен үлгі шығаратын электрондарды анықтауға қабілетті құрылғы (3-сурет). Үлгі камерасында үлгі орналастырылып, зерттеледі және сканерленген кескіндерді бақылауға компьютерлік жүйе қажет болады [44].



1-сурет. Электрон шоғыры



2-сурет. Электромагниттік линза



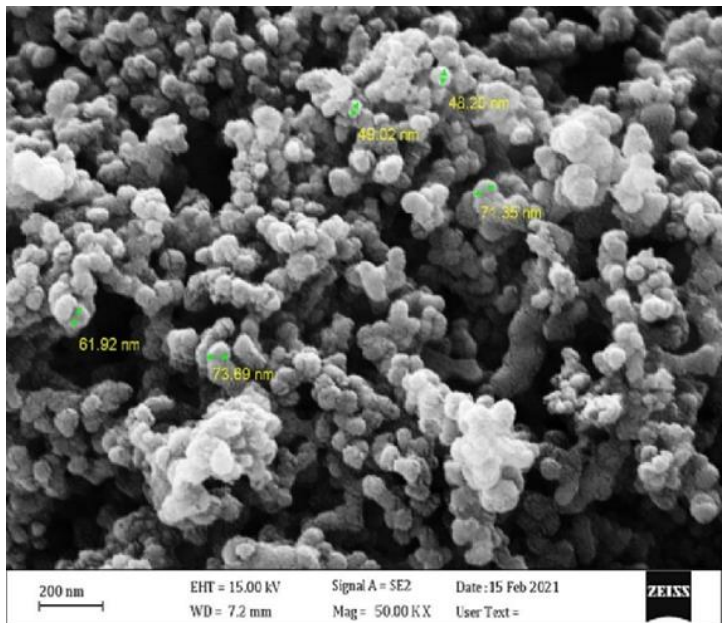
3-сурет. СЭМ жүйесіндегі электронды детекторлар

Сканерлеуші электронды микроскоптардың жұмыс істеу принципі

- СЭМ жоғары энергиялы электрон сәулесін шығаратын электрон шоғырынан тұрады.
- Электронды сәуле магниттік конденсациялық линзаның көмегімен фокусталады және конденсацияланады.
- Электрондық сәуле үлгімен әрекеттескенде әртүрлі сигналдар пайда болады. Бұл сигналдар беткі топография және үлгінің құрамы туралы ақпаратты береді.
- СЭМ жоғары кеңістіктік ажыратымдылықты қамтамасыз етеді, бұл нанометрге дейін жоғары объектілерді зерттеуге мүмкіндік береді.
- Үлгі бетінің 3D кескінің жасай алу мүмкіншілігі арқылы, үлгінің **құрылымы мен пішінің түсінуге ықпал** етеді.
- Рентгендік спектроскопияны пайдалану мүмкіндігімен СЭМ үлгілер бетінің **химиялық құрамын талдауға** мүмкіндік береді. Сонымен қатар, СЭМ полимерлер, металдар, керамика, биологиялық үлгілерді қоса алғанда кең ауқымды материалдарды зерттеуде пайдаланылады.
- Алайда, зерттеу үлгіні **мұқият дайындауды**, соның ішінде оларды **өткізгіш материалдың жұқа қабатымен жабуды талап** етеді, бұл кейбір үлгі түрлері үшін қиын болуы мүмкін. Электрондарды сәулелену көзі ретінде пайдалану кейбір үлгілерді, әсіресе органикалық үлгілерді зақымдайды.

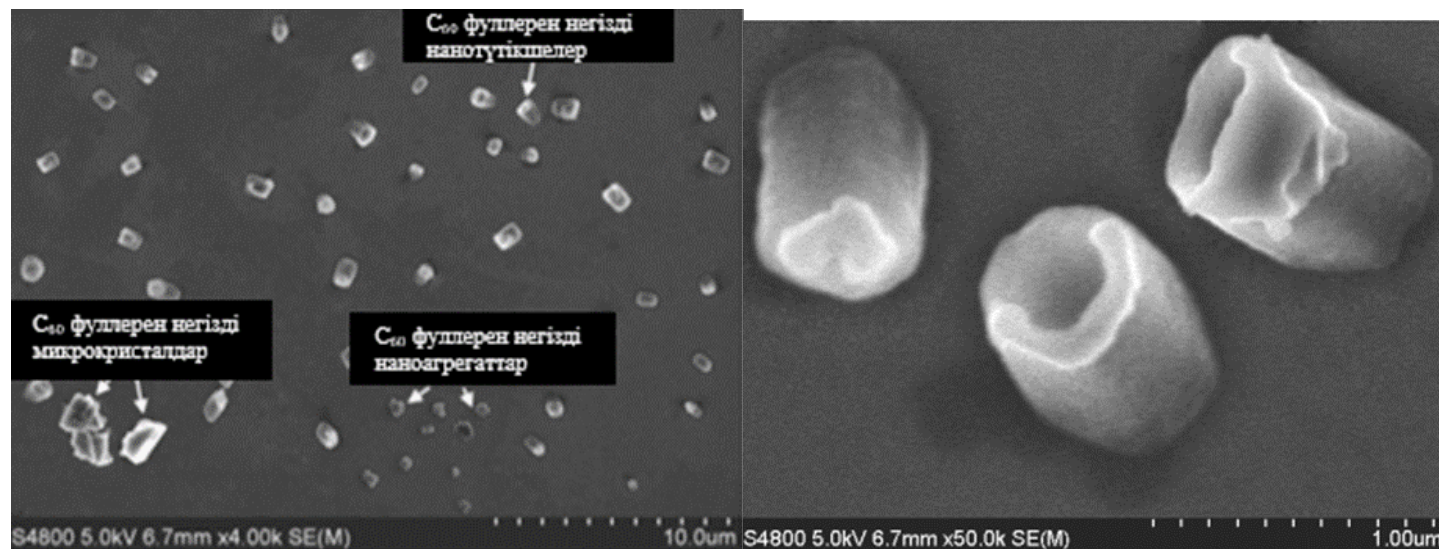
Наноматериалдарды зерттеуде СЭМ қолдану

Фуллерендерді зерттеуде СЭМ қолдану



4-сурет. СЭМ құрылғысымен алынған фуллерен көрінісі

- Фуллерен морфологиясы өріс эмиссиялық сканерлеуші электронды микроскопия құрылғы көмегімен зерттелген. Фуллерендер мұздатылып, содан кейін сұйық азотқа аз уақыт батырылғаннан кейін бүрку әдісі арқылы алтын қабатымен жабылды. Фуллерен диаметрлері диапазондағы бетінің морфологиясы 4-ші суретте көрсетілгендей **48,20–73,69 нм болды.**

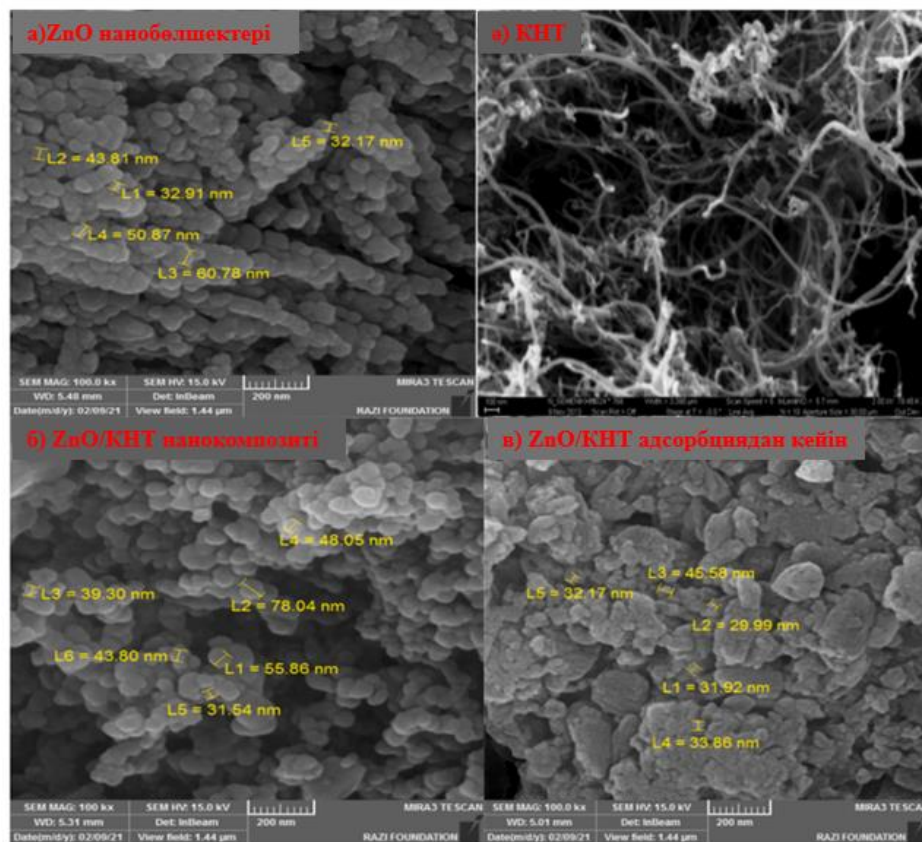


5-сурет.

5-ші суретте синтезделген C₆₀ фуллерен негізді наноқұрылымының СЭМ көрінісі көрсетілген. Синтезделген C₆₀ фуллерендер C₆₀ фуллерен негізді микрокристалдардан, C₆₀ фуллерен негізді сфералық наноагрегаттардан және C₆₀ фуллерен негізді нанотүтікшелерден тұрады.

Көміртекті нанотүтікшелерді зерттеуде СЭМ қолдану

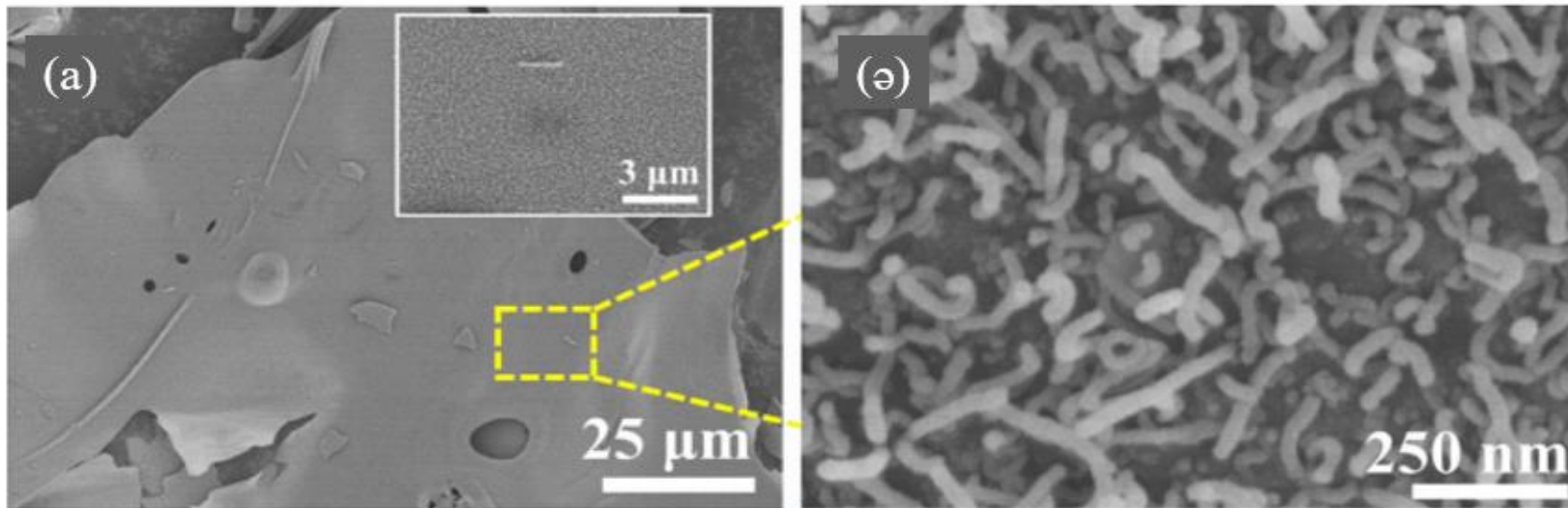
- А.Алжебори және т.б. зерттеушілер ZnO-КНТ композитін гидротермиялық әдіс арқылы синтездеп алды. Ерітіндінің рН, бояғыштың бастапқы концентрациясы және т.б. параметрлердің адсорбция процесіне әсерін зерттеді.



6-сурет. (а) ZnO, (ә) КНТ, (б) ZnO/КНТ нанокөмбізгінің және (в) ZnO/КНТ адсорбциялаудан кейінгі СЭМ көрінісі

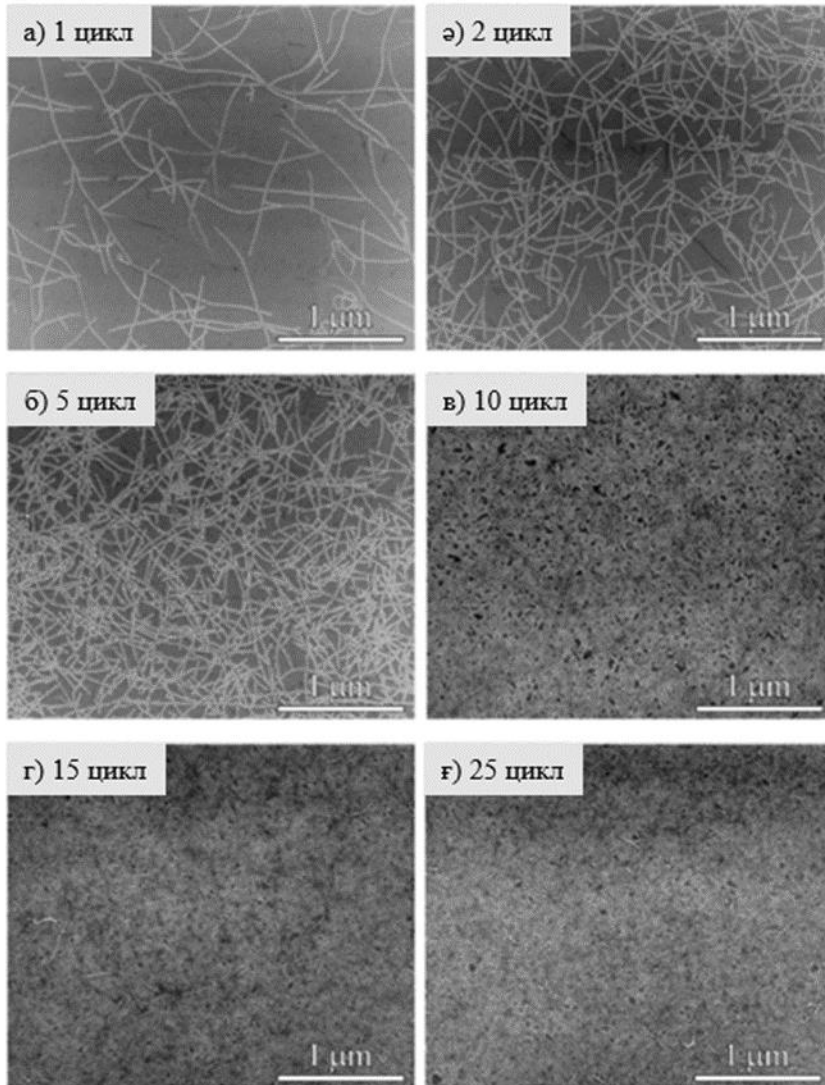
СЭМ арқылы көп қабатты көміртекті нанотүтікшелердің (КҚКНТ) зерттеулері

- Хуе Лиу және т.б. зерттеушілер **лимон қышқылы** және **этилендиамин** арасындағы өзара байланыс реакциясы негізінде гидротермиялық әдіс арқылы **КНТ өсіріп** алды.



7-сурет. Этилендиамин көмегімен өсірілген көміртекті нанотүтікшелердің СЭМ суреттері. (а) көміртекті нанотүтіктердің біркелкі өсуінің үлкейтілген суреті ; (б) көміртекті нанотүтіктердің микроқұрылымының СЭМ суреті

СЭМ арқылы бір қабатты көміртекті нанотүтікшелердің зерттеулері

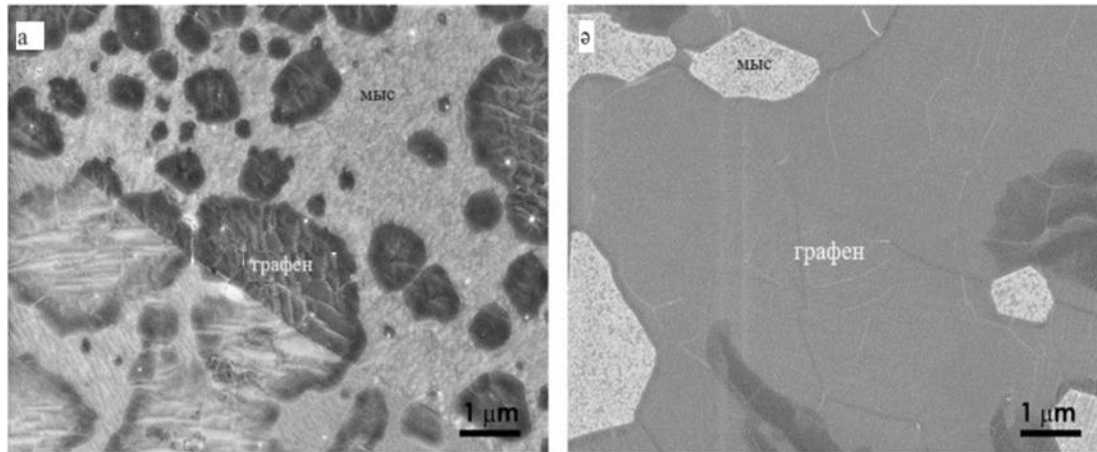


- Ник Тиссен және т.б. ғалымдар өңдірілген Co_3O_4 қабықшаларын пайдаланып, CVD әдісі арқылы БҚКНТ синтездеді. SiO_2 субстратында Co_3O_4 қабықшаларының әртүрлі циклдарында БҚКНТ түзілу механизмін зерттеді.

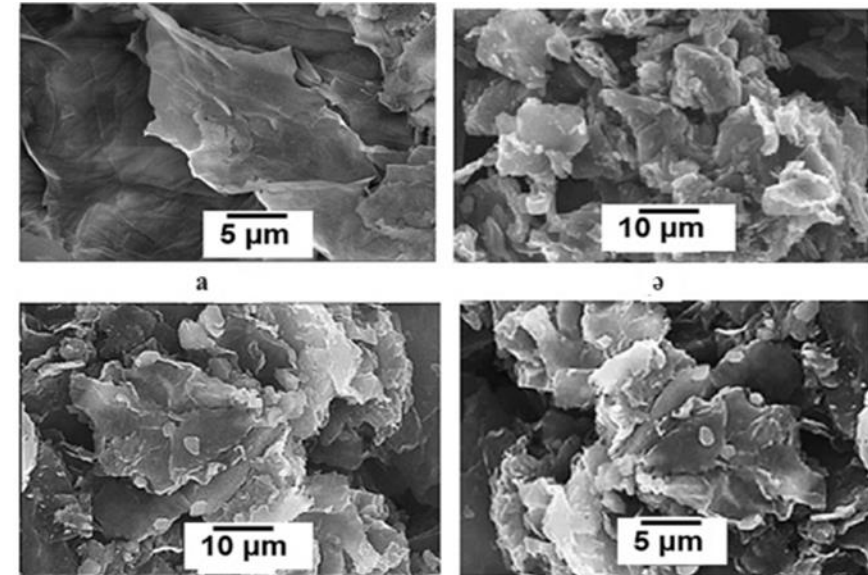
8-шы суретте Co_3O_4 1, 2, 5, 10, 15 және 25 циклдары арқылы SiO_2 субстратында синтезделген БҚКНТ сканерлеуші электронды микроскопиялық кескіндері көрсетілген. КНТ тығыздығы Co_3O_4 қалыңдығымен артады. 1 циклдің өзінде КНТ өскенің көруімізге болады, бұл Co_3O_4 қабықшалары процестің жүруіне еш кедергісі жоқ екендігінің дәлелі. Co_3O_4 қабықшасының қалыңдығы белгілі бір мәнге жеткенде, шамамен 10 және 15 циклдары арасында, КНТ жабыны бір қабаттан қалыңырақ болады, яғни бұдан шығатын қорытынды циклдардың көбеюі КҚКНТ түзілуіне әкеліп соғуы мүмкін.

Графендерді зерттеуде СЭМ қолдану

- Сканерлеуші электронды микроскопия материалдарды зерттеуде және, атап айтқанда, графенді сипаттауда ең қуатты және жиі қолданылатын бейнелеу әдістерінің бірі болып табылады. СЭМ көбінесе CVD көмегімен өткізгіш табақшада өсірілген графенді сипаттау үшін қолданылады. Ол **графеннің өсу қарқыны**, үлгіні қамту, **дән мөлшері** және **морфологиясы** туралы құнды ақпарат береді. Бірақ графен **қабаттарының нақты санын анықтай алмайды**, тек графен қабаттарының біркелкілігін бағалауды қамтамасыз етеді.



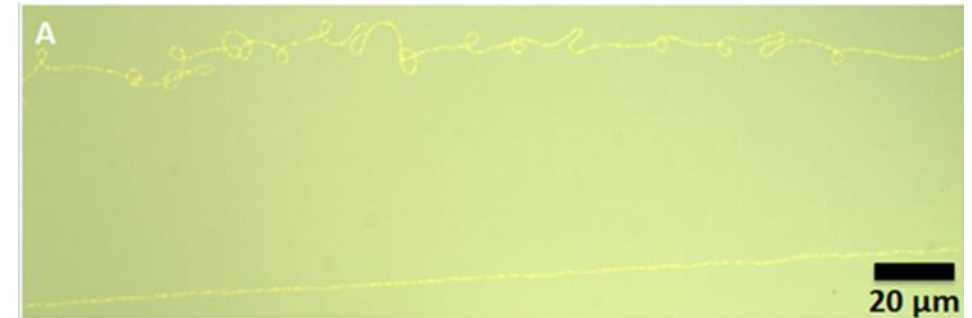
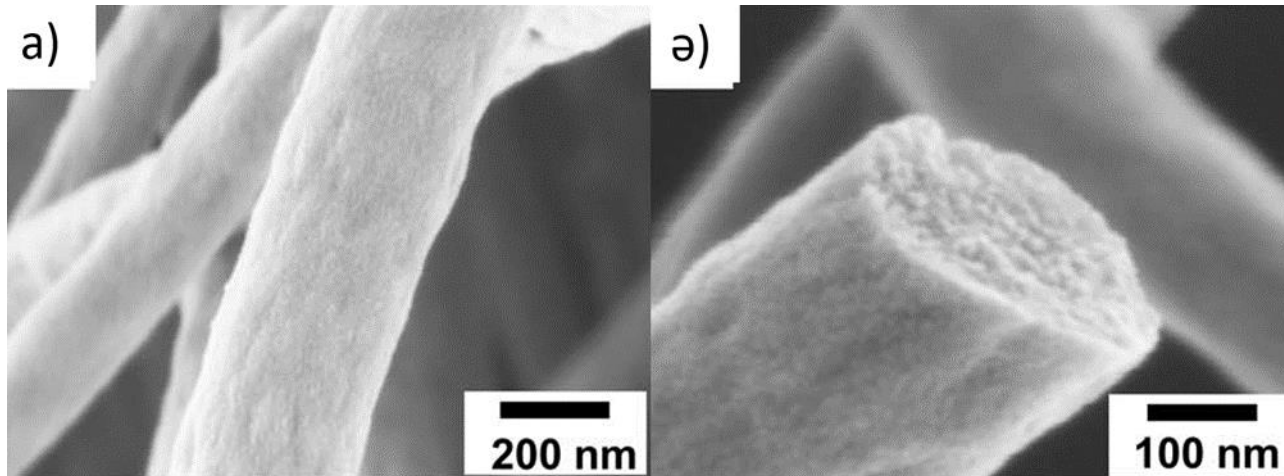
9-сурет. (а) 2-фенилетанол және (ә) этанол арқылы дайындалған моноқабатты үлгілердің СЭМ микросуреттері



10-шы (а–г) суретте ГО, тГО-2, тГО-5, тГО-10 және тГО-15 беттік морфологиялары келтірілген. Сурет өріс эмиссиялық СЭМ арқылы түсірілген. Өрістік эмиссиялық СЭМ ГО (10-ші а сурет) агломерацияланған графен наноленталарын көрсеткен, графен наноленталары жұқа парақтар түрінде бейнеленген

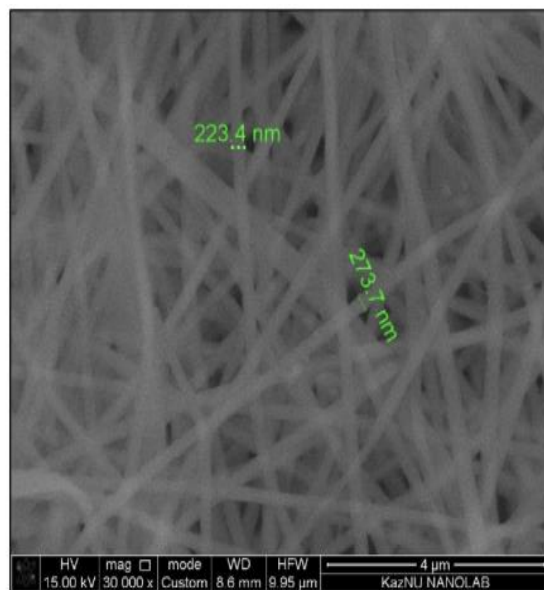
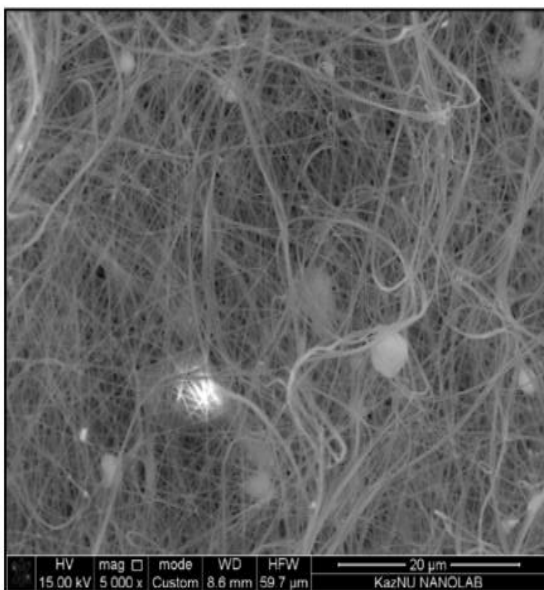
Көміртекті талшықтарды СЭМ арқылы зерттеу

- СЭМ полиакрилонитрил (ПАН) негізіндегі прекурсорлық көміртекті талшықтарды оптикалық микроскопқа қарағанда егжей-тегжейлі зерттеуге мүмкіндік береді. Джоу З. және басқа да ғалымдар ПАН негізіндегі көміртекті талшықтарды алды және СЭМ арқылы зерттеулер жүргізді. Жұмыста полиакрилонитрил (ПАН) полимері негізінде электроспиннинг арқылы талшықтар жиналды. Ғалымдар алынған талшыққа 280 °С ауада тотығу жүргізді. Сонымен қатар, материал азот (N₂) атмосферасында 800 °С температурада пиролизденді, нәтижесінде соңғы көміртекті талшықтардың СЭМ кескіндері 11-ші суретте көрсетілді.



Оптикалық микроскоп арқылы кескінделген КНТ бейнесі

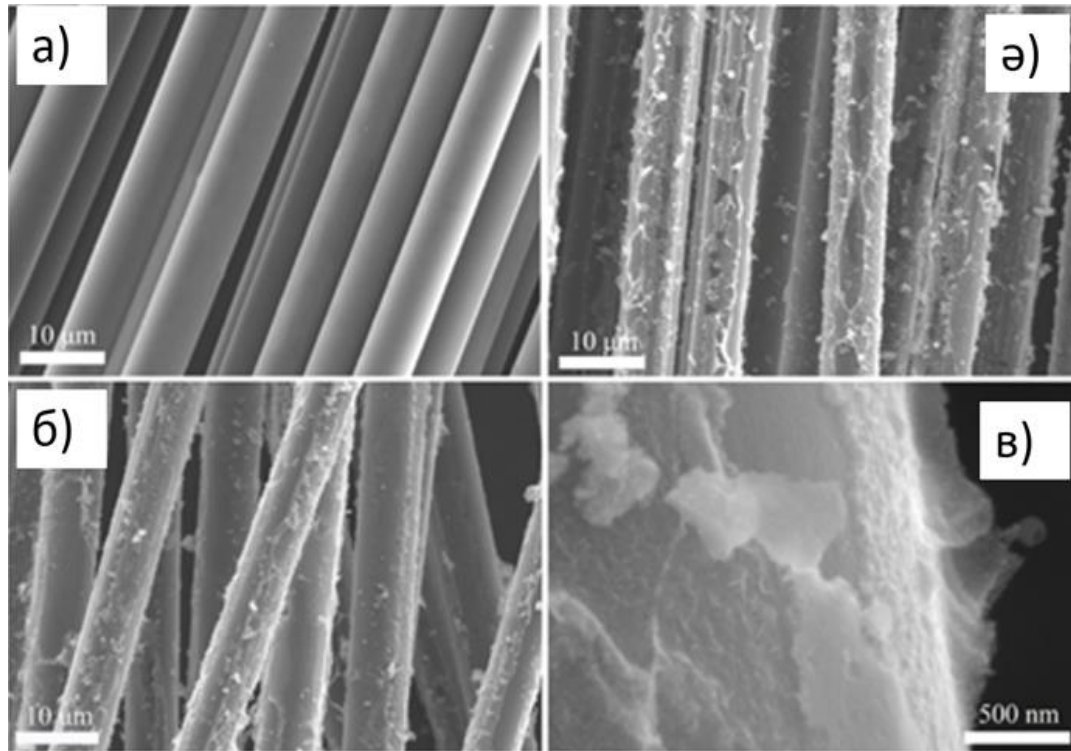
Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы кескінделген ПАН негізіндегі КТ бейнесі



СЭМ талдауынан талшықтардың беті тегіс және бетінде ақаулар, ашық кеуектілік немесе кластерлік түйіспелер жоқ екені анықталып, көрсетілген. Барлық осы қасиеттер байқалғанымен, айналмалы коллектордың бетінде жиналған талшықтар кездейсоқ бағытталғанын СЭМ кескіндерінен көре аламыз.

Кайдар Б.Б. және тағы да ғалымдар осы жұмыста ПАН/ПЕК негізіндегі көміртекті талшықтарды алды және оны СЭМ арқылы зерттеулер жүргізді. ПАН/ПЕК негізіндегі көміртекті талшықтар электроспиннинг әдісі арқылы алынып, шайыр сияқты ауыр мұнай фракциялары негізіндегі композиттік талшықтардың алынатындығын көрді. Тәжірибе нәтижесінде алынған талшық үлгілерінің СЭМ кескіндері суретте көрсетілген.

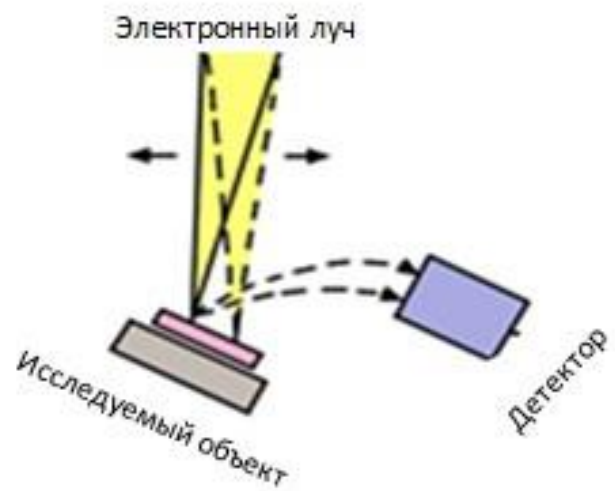
Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы Металл оксидтерінің нанобөлшектері/көміртекті талшық композитін зерттеу



Көміртекті талшықтарға **металл оксидінің нанобөлшектерін қосу** олардың қасиеттері мен функционалдығын жақсартуда қызығушылық тудыруда. Хиянг Д. және басқа да ғалымдар осы жұмыста никель оксидінің (NiO) нанобөлшектерін қарапайым циклдік вольтметрия әдісін қолдана отырып, көміртекті талшықтарға (КТ) біркелкі және толығымен орналастырды. NiO нанобөлшектері көміртегі талшықтарының электр өткізгіштігін жақсартуға көмектесетін тиімді өткізгіштер ретінде қызмет ете алады. NiO нанобөлшектерін енгізгенге дейін және енгізгеннен кейін талшықтарға СЭМ талдауы жасалды және ол суретте көрсетілген.

Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы кескінделген NiO/ПАН негізіндегі КТ композитінің бейнесі

- Hitachi Regulus SU8200



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