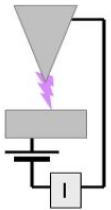


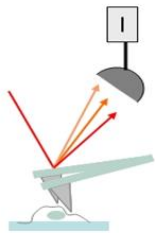


НАНОМАТЕРИАЛДАРДЫҢ ҚҰРЫЛЫМЫ МЕН ҚАСИЕТТЕРІ

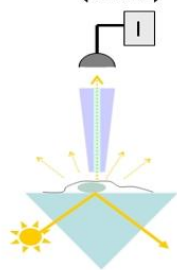
Scanning Tunneling
Microscopy (STM)



Atomic Force
Microscopy (AFM)



Scanning Near-field
Optical Microscopy
(SNOM)



**7M07103 - МАТЕРИАЛТАНУ ЖӘНЕ ЖАҢА МАТЕРИАЛДАР
ТЕХНОЛОГИЯСЫ**

5 (2/0/1/2) КРЕДИТ

СЕМЕСТР: 1, КҮЗ, 2025- 2026 ОҚУ ЖЫЛЫ

ДӘРІСКЕР – КЕРИМКУЛОВА АЛМАГУЛЬ РЫСКУЛОВНА

8-Дәріс

Наноқұрылымдарды зерттеудің микроскопиялық әдістері

Оптикалық микроскоптар объектілердің кескіндерін қалыптастыру үшін көрінетін жарықты пайдаланады. Жұмыс принципі үлгіге жарық сәулесін фокустап, содан кейін линзалар жүйесін пайдаланып үлкейтілген кескінді алуға негізделген.

Оптикалық микроскоптың негізгі құрамдас бөліктері – жарық көзі, объективтер мен окулярлар, фокустау жүйесі және кескіндерді алуға арналған детектор. Оптикалық микроскоптардың арнайы түрлері конфокальды микроскоптар, шағылысатын микроскоптар және жарық өткізгіш микроскоптар сияқты наноматериалдарды зерттеу үшін қолданылады.

1. Оптикалық микроскоптардың ашылу тарихы

Алғашқы оптикалық микроскопты 1673 жылы **Антонио ван Левенгук** ойлап тапты, оның үлкейтуі шамамен 270 есе. Бұл көрінетін жарықпен линзалар көмегімен көзбен байқауға қиын үлгілерді бақылау үшін алғаш рет пайдаланылды.

Оптикалық микроскоптардың жарықтың таралуына қатысты ажыратымдылығын есептеу үшін бірқатар зерттеулер жүргізілді.

Джордж Эйри дифракциясы шектелген жүйе арқылы өтетін түскен жарықтың ауытқуынан туындаған жарықпен қараңғы дақтардың таралуын есептеу әдісін ұсынды.

Эрнст Эббе линзалардың сандық саңылаулары мен толқын ұзындығына негізделген оптикалық микроскоптардың ажырату қабілетін есептеді.

XX ғасырдың басына қарай микроскопия әлемі парфокал линзаларды енгізумен айтарлықтай жақсарды.

XX ғасырдағы оптикалық микроскоптар

•1900-жылдар басы:

- Зауыттар **парафокал объективтерді** шығара бастады (объектив ауысса да фокус сақталады).
- Өртүрлі өндірушілердің оқу-зертханалық модельдері кең таралды (Bausch & Lomb, Zeiss, Leitz, Spencer, Watson, т.б.).

•1924 – Zeiss Лёшателъе үлгісіндегі **металлографты** ұсынды, **шексіздікке түзетілген оптика** (infinity-corrected) қағидатын қолданды. Алайда бұл стандартқа кеңінен көшу тек **1980-жылдардың соңына** қарай жүзеге асты.

•1930-жылдардың соңы (II Д.ж. соғыс алдындағы кезең):

- Фритс Зернике идеялары негізінде **фазалық контраст** микроскоптарының алғашқы прототиптері Zeiss-та жасалды.
- Кейін осы жүйелермен **уақытша қатар (time-lapse)** түсірілім арқылы жасуша бөлінуін алғаш рет фазалық контраспен кинемикроскопияға түсірді.
- Фазалық контраст 1950-жылдары кеңінен мойындалды және бүгінде тірі жасушаларды бояусыз зерттеуде әлі де «алтын стандарттардың» бірі.

•1955 – Физик **Жорж Номарский Волластон призмасын** жетілдіріп, **дифференциалды интерференциялық контрастты (DIC/Nomarski)** жасады. DIC пен фазалық контраст тірі жасушалар мен бояусыз тіндерді зерттеуді жаңа деңгейге шығарып, биологияда кең өріс ашты.

•1975:

- Роберт Хоффман тірі үлгілердегі **фазалық градиенттерді** пайдаланып, **Hoffman Modulation Contrast (HMC)** әдісін енгізді (қазіргі заманауи микроскоптардың көбіне опция ретінде қойылады).

•1980-жылдардың соңы:

- Көпшілік өндірушілер **тұрақты түтік ұзындығынан (160–210 мм) шексіздікке түзетілген оптикаға** (infinity) жаппай көшті: модульдік салыну, аксессуарлар кірістіру (фильтр, призма, т.б.) оңайлады.

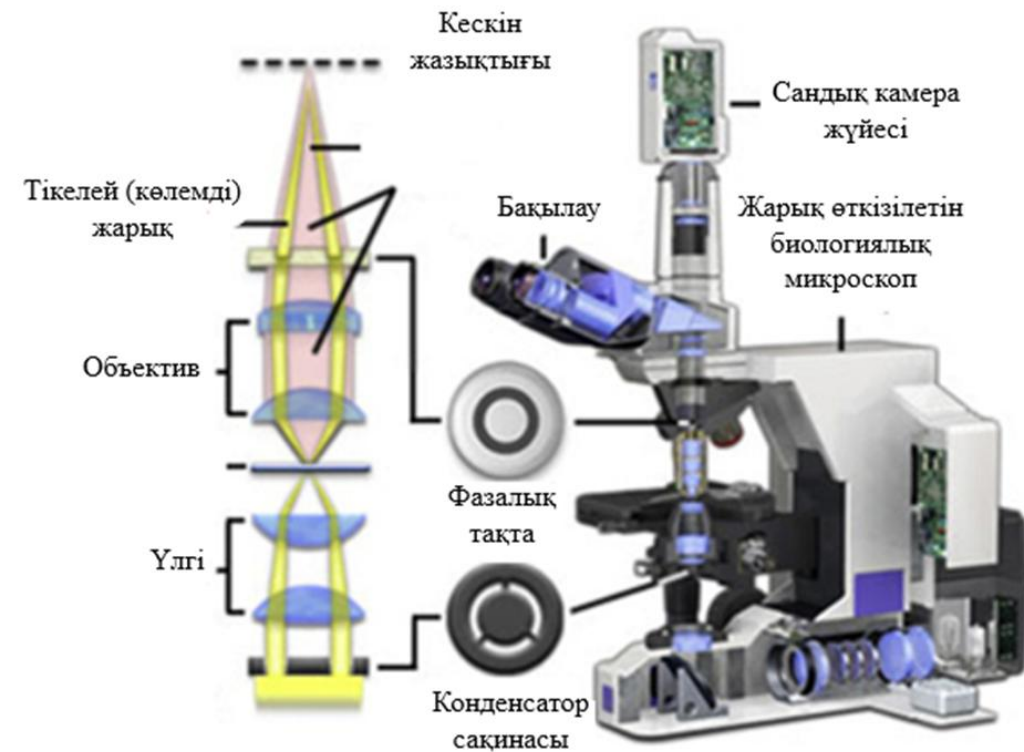
•1990-жылдар:

- **Флуоресценттік таңбалардың** тез дамуы → флуоресценциялық микроскопияның жедел өрлеуі.
- **Цифрлық кескін алу және талдау** – сандық өлшеулерді жылдам әрі дәл орындауға мүмкіндік берді (фотосезімтал қосылыстардан суперөткізгіш керамикаға дейінгі үлгілер).
- **Жіңішке оптикалық қималарды** бейнелеу үшін цифрлық видео қолдану; **конфокалдық** жүйелер ірі зерттеу орталықтарында стандартқа айналды.
- **1999 ж.** Intel мен Mattel бірге **\$100 Intel Play QX3** компьютерлік микроскопын шығарды (кең аудиторияға микроскопияны қолжетімді етті).

Оптикалық микроскоптардың жұмыс істеу принципі

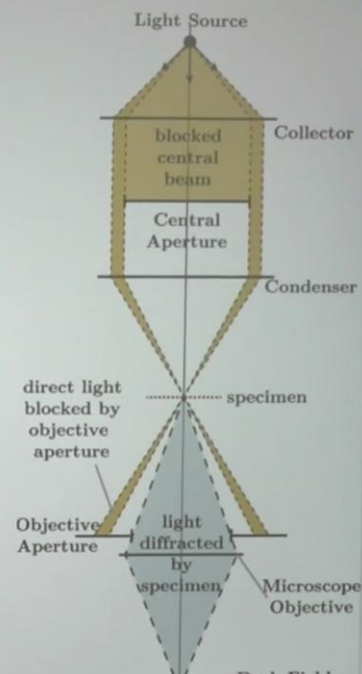
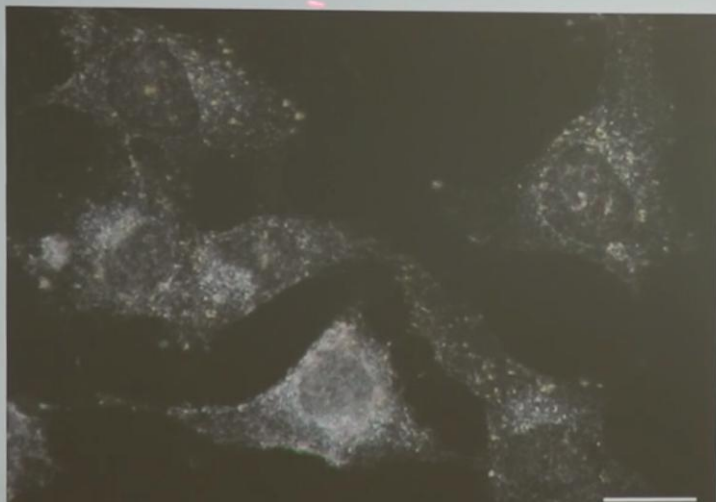
Оптикалық микроскоптың жұмыс істеу принципі үлгіні жарықтандыру арқылы кескіннің үлкейтілген бейнесін бақылау.

- Жарық конденсатор линзасы арқылы өтіп, жарықты үлгіге бағыттайды.
- Үлгіге берілген жарық шағылысып үлгіге жақын орналасқан линзаға түседі және объектив үлгінің үлкейтілген бейнесін кескіндейді.
- Объективтен пайда болған үлкейтілген кескін окуляр арқылы одан әрі үлкейтіледі.
- Окуляр үлкейтілген кескінді көруге мүмкіндік береді. Оптикалық микроскоп линза мен үлгі арасындағы қашықтықты реттеуге мүмкіндік беретін фокустау механизмімен жабдықталған. Бұл үлгіні анық түрде көрсетуге мүмкіндік береді. Линзалар әртүрлі фокустық ұзындақтарға ие бола алатындықтан, оптикалық микроскоп үлгіні 10-нан 2000 есеге дейінгі масштаб аралығында үлкейте алады.

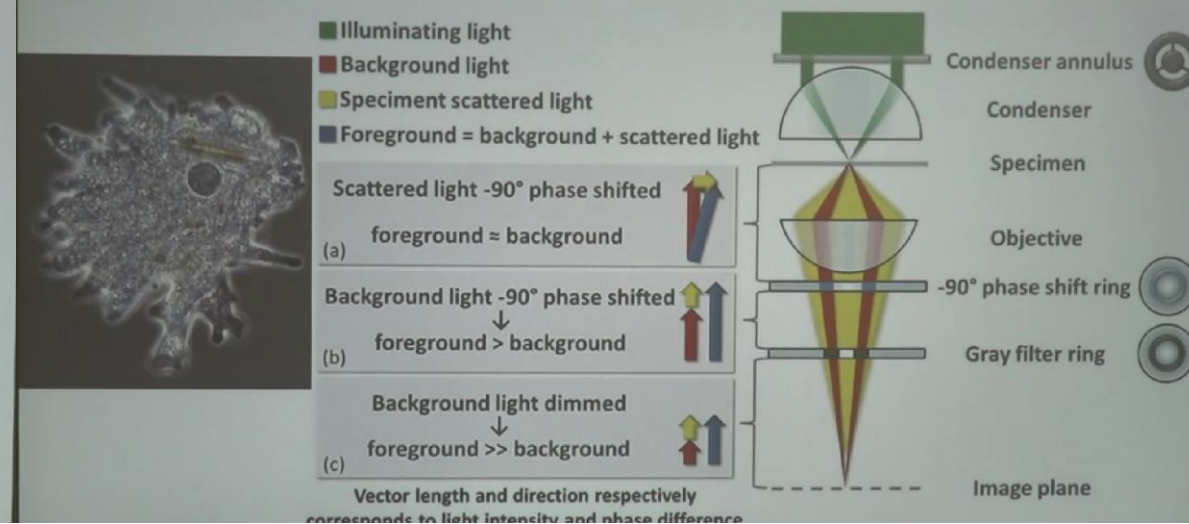


Метод темного поля

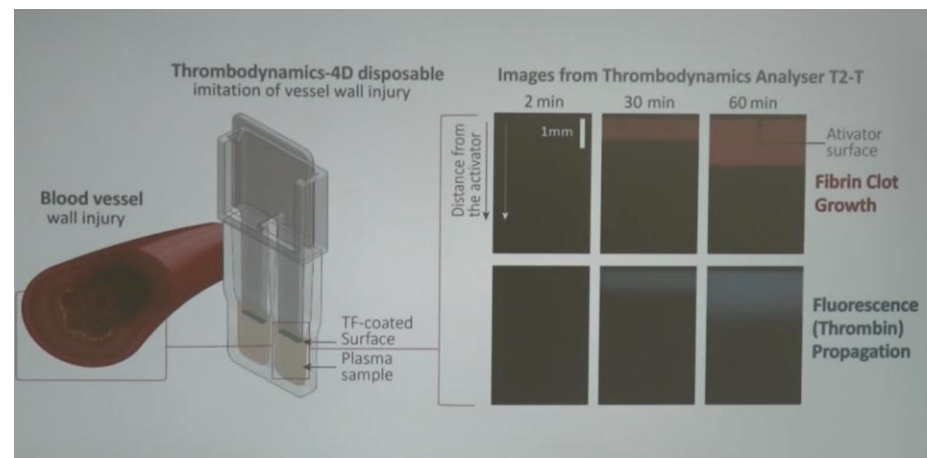
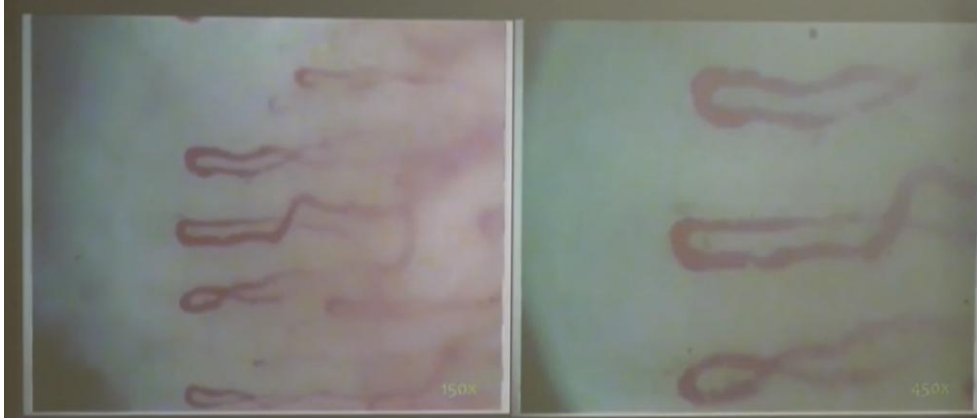
- Отсекаем нерассеянный проходящий свет, собираем рассеянный образцом свет



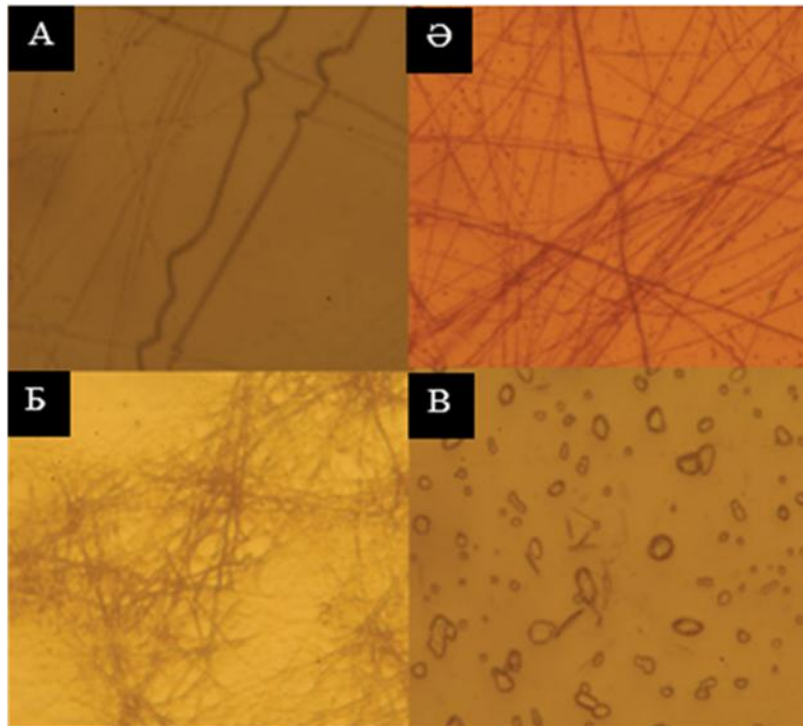
Метод фазового контраста



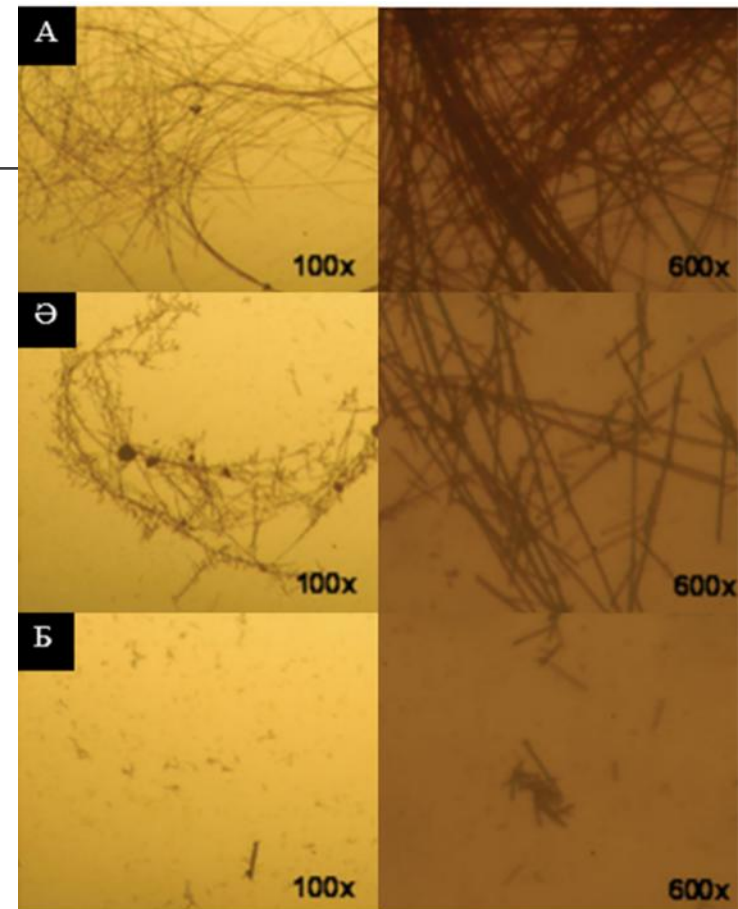
Примеры капиллярного кровотока здорового человека 74 лет



C_{60} фуллеренінің оптикалық талдауы



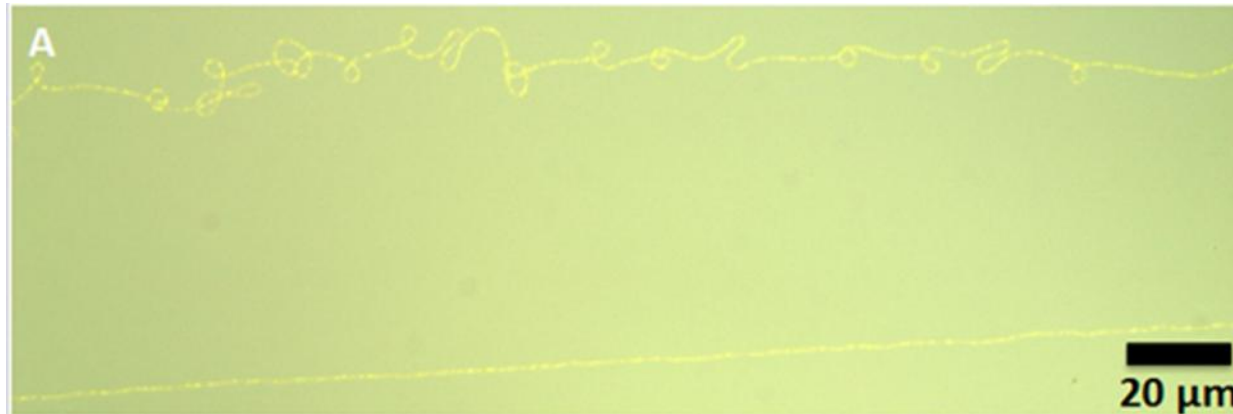
сурет. а - 2 күн; ә - 3 күн; б - 5 күн және в - 7 күнде 180°C температурада қызған C_{60} фуллерен негізді нанотүтікшелерінің оптикалық микроскоптық кескіндері



сурет. 5 с (а), 10 с (ә) және 30 с (б) 40 кГц ультрадыбыстық әсерге ұшырауы бойынша бейнеленген C_{60} фуллерен негізді нановискерлердің оптикалық микроскоп көріністері

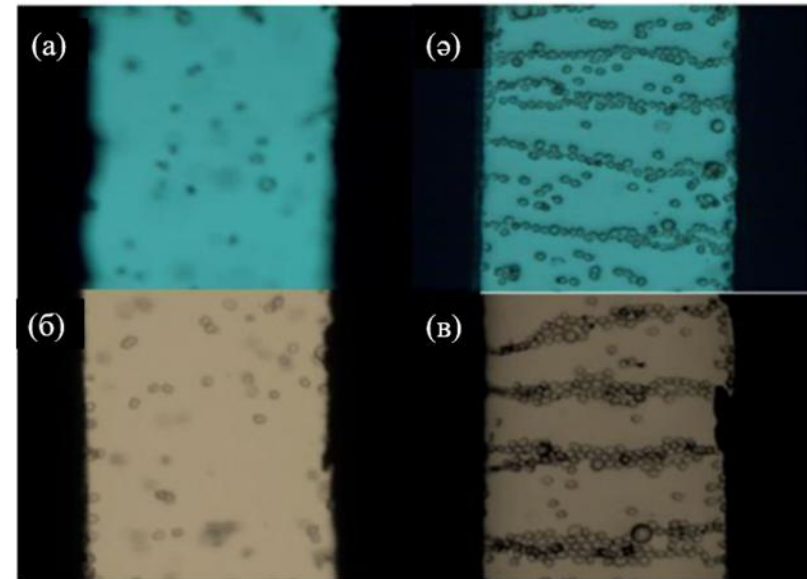
Көміртекті нанотүтікшелерді оптикалық микроскоп арқылы зерттеу

Майкл және т.б. зерттеушілер химиялық будан тұндыру (CVD) әдісі арқылы кремний пластинасында КНТ өсірді.

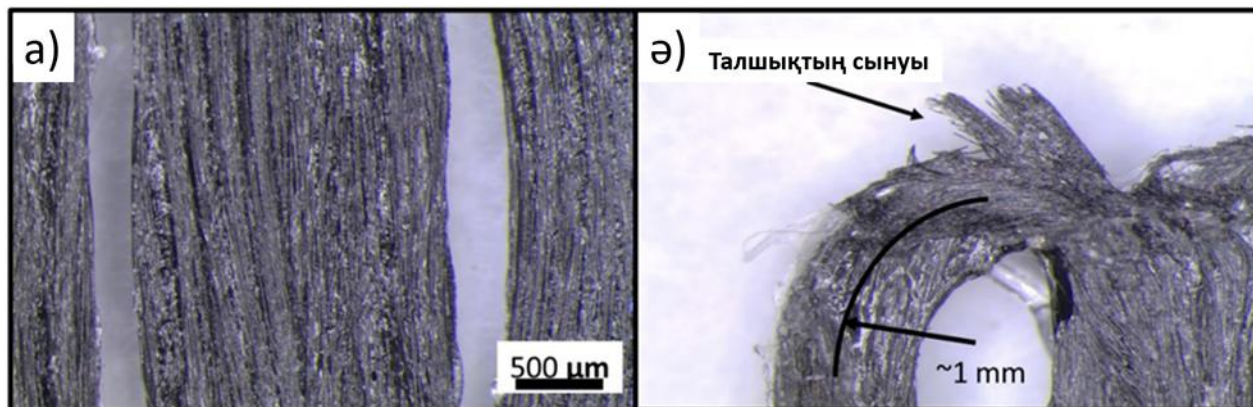


сурет. Оптикалық микроскоп арқылы кескінделген КНТ бейнесі

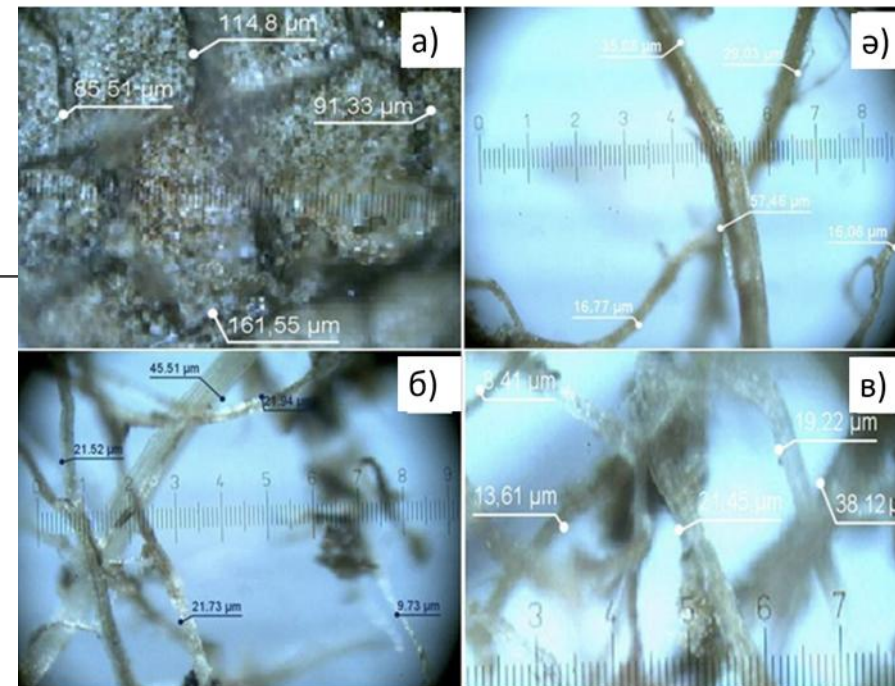
Кэ Чжан және т.б. зерттеушілер CVD әдісі арқылы КҚКНТ синтездеп алды. Беттік активті заттарды (БАЗ), оның ішінде цетилтриметиламмоний бромиді (ЦТАБ) және натрий додецилсульфатты (НДС) пайдалану арқылы микробөлшектерді алып, оларды зерттеді.



Силиконды майда КҚКНТ-ге БАЗ пайдалану арқылы алынған микробөлшектердің суреті. (а) электр өрісінсіз ЦТАБ; (ә) электр өрісінсіз НДС; (б) электр өрісімен ЦТАБ; (в) электр өрісімен НДС



Оптикалық микроскоп арқылы кескінделген КТ бейнесі



Таурбеков А.Т. және басқа да ғалымдар целлюлоза талшықтарын алу үшін түскен жапырақтарды химиялық-термиялық әдіспен өңдеді. Суретте оптикалық микроскоптың көмегімен алынған бастапқы өнімнің және әртүрлі химиялық-термиялық өңдеулерден кейінгі целлюлоза талшықтарының құрылымының фотосуреттері көрсетілген.

СКАНЕРЛЕУШІ ЭЛЕКТРОНДЫ МИКРОСКОПИЯ

Сканерлеуші электронды микроскоп - бұл жарықтың орнына кескін қалыптастыру үшін электрондарды қолданатын микроскоп. 1950 жылдардың басында пайда болғаннан бері сканерлеуші электронды микроскоптар медициналық және физикалық ғылыми ортада зерттеудің жаңа бағыттарын ашты. СЭМ зерттеушілерге көптеген үлгілерді зерттеуге мүмкіндік берді.

Сканерлеуші электронды микроскоптың дәстүрлі микроскоптарға қарағанда көптеген артықшылықтары бар. СЭМ өрістің үлкен тереңдігіне ие, бұл үлгінің көп бөлігін бір уақытта фокуста көруге мүмкіндік береді. СЭМ сонымен қатар әлдеқайда жоғары ажыратымдылыққа ие, сондықтан жақын орналасқан үлгілерді әлдеқайда жоғары деңгейде үлкейтуге болады. СЭМ линзаларды емес, электромагниттерді қолданатындықтан, зерттеушінің үлкейту дәрежесін бақылау мүмкіндігі әлдеқайда көп. Осы артықшылықтардың барлығы, сондай-ақ таңқаларлық айқын кескіндер сканерлеуші электронды микроскопты заманауи зерттеулердегі ең пайдалы құралдардың біріне айналдырады.

СЭМ - бұл кескінді қалыптастыру үшін жарықтың орнына электрондарды қолдана отырып, жоғары үлкейтілген кескін жасайтын құрал. Электрондар сәулесі микроскоптың жоғарғы жағында электронды зеңбірекпен жасалады. Электрондық сәуле вакуумда орналасқан микроскоп арқылы тік жолмен өтеді. Сәуле электромагниттік өрістер мен сәулені үлгіге бағыттайтын линзалар арқылы өтеді. Сәуле үлгіге түскеннен кейін үлгіден электрондар мен рентген сәулелері шығарылады.

Сканерлеуші электронды микроскоптардың ашылу тарихы

Сканерлеуші электронды микроскоп жасаудың алғашқы идеялары 1930 жылдары басталды. 1935 жылы Макс Нолл басқа микроскоптардан ерекшеленетін сканерлеуші электронды микроскопты ойлап тапты.

1938 жылы Манфред фон Арденн СЭМ-ге **сканерлеу катушкасын қосу** арқылы 23 кэВ кезінде 8000× үлкейту арқылы 50-100 нм бөлшектерді көруге мүмкіндік ашты.

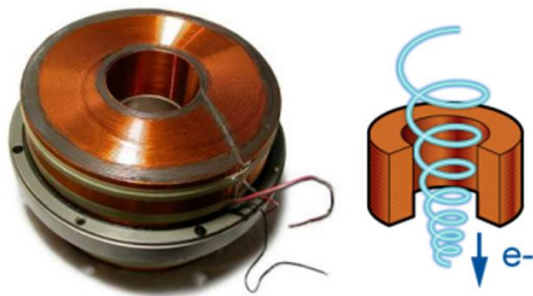
1942 жылы Зворыкин, Хильер және Снайдер қалың үлгілер үшін СЭМ-нің жаңа түрін енгізді, ал 1952 жылы **Oatley мен McMullan электростатикалық линзаларды** сканерлейтін электронды микроскопты жасады.

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

Сканерлеуші электронды микроскоптардың жұмыс істеу принципі

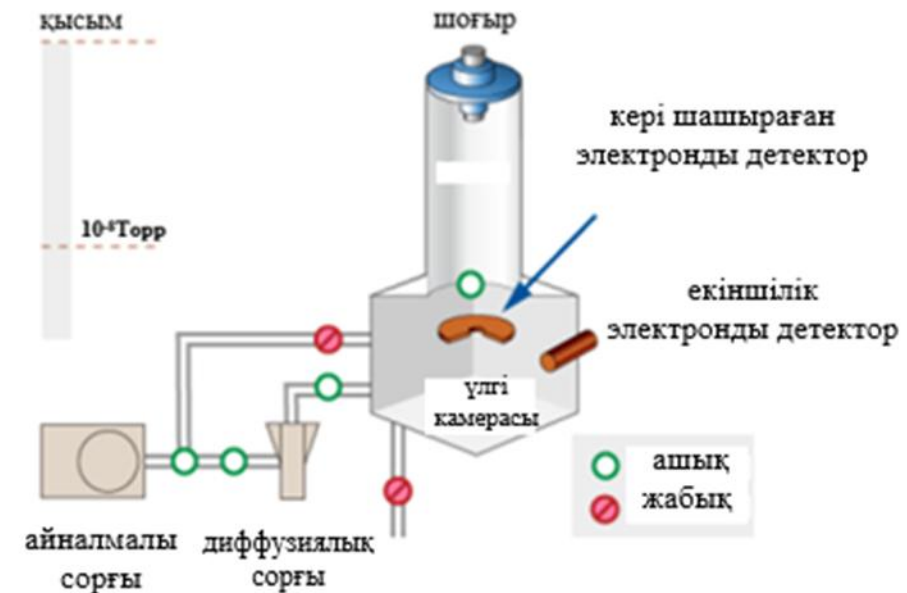


Электрон шоғыры

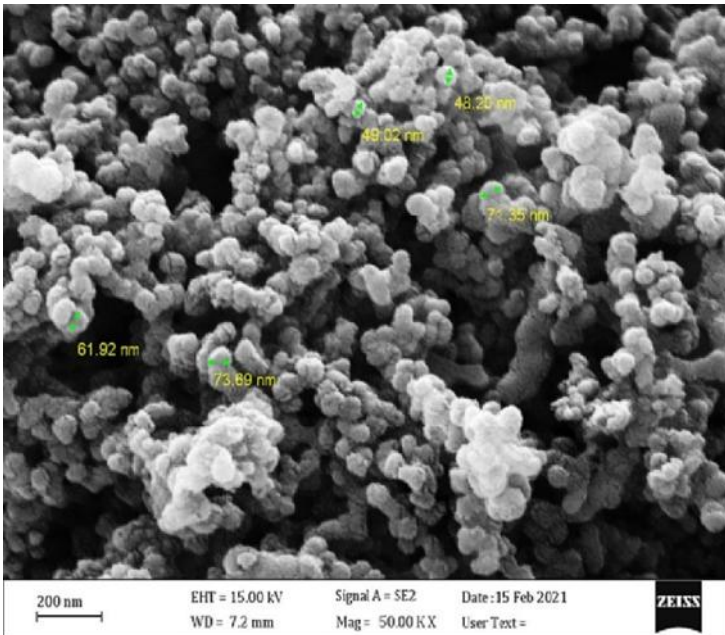


Электромагниттік линза

СЭМ жүйесіндегі электронды детекторлар



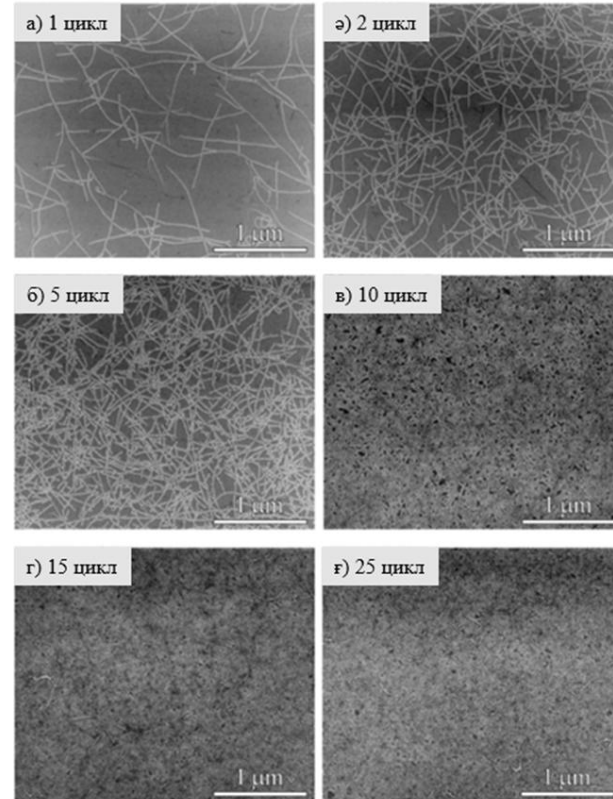
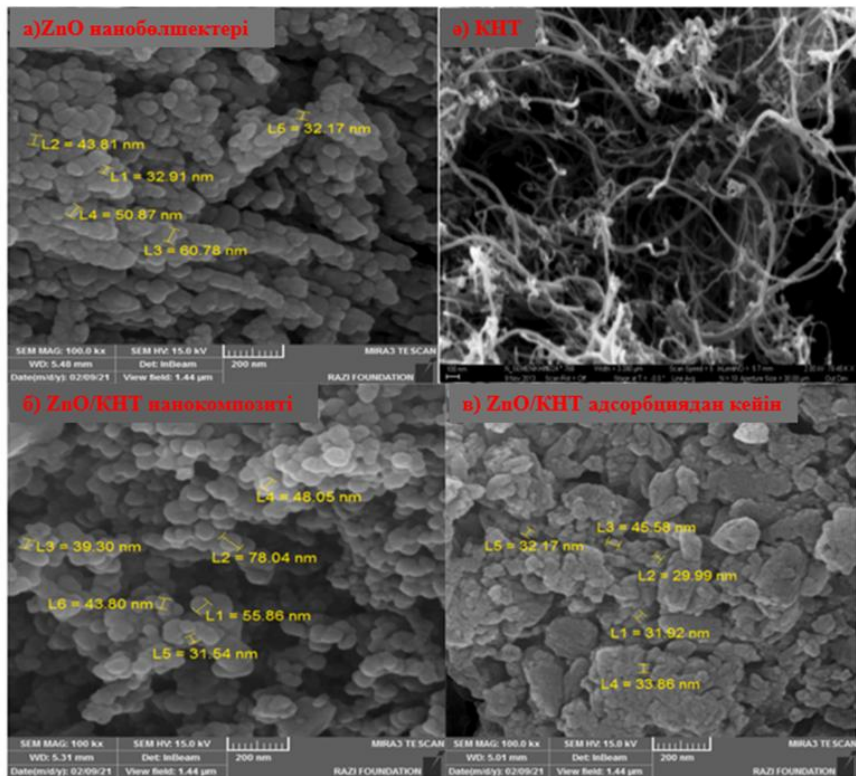
Фуллерендерді зерттеуде СЭМ қолдану



FE-эмитер өте кіші диаметрлі электрон шоғынын береді → жоғары жарқырау (brightness) және шағын энергиялық шашырау. Нәтиже: нанообъектілердің беттік морфологиясын 1–2 нм деңгейінде (кей үлгілерде ≤ 1 нм) көрсету, әсіресе төмен кернеуде (0.5–5 кВ) жоғары контрастпен бейнелеу.

Өріс эмиссиялық СЭМ құрылғысымен алынған фуллерен көрінісі

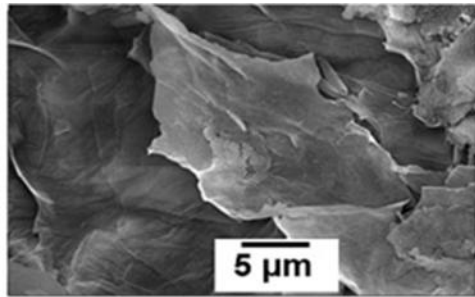
Көміртекті нанотүтікшелерді зерттеуде СЭМ қолдану



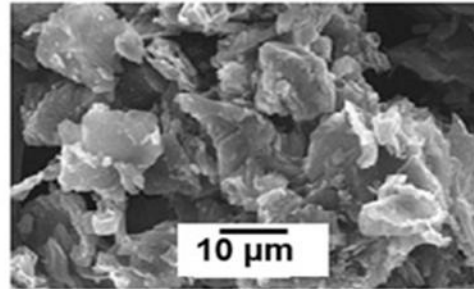
Ник Тиссен және т.б. ғалымдар өндірілген Co_3O_4 қабықшаларын пайдаланып, CVD әдісі арқылы БҚКНТ синтездеді. SiO_2 субстратында Co_3O_4 қабықшаларының әртүрлі циклдарында БҚКНТ түзілу механизмін зерттеді.

(а) ZnO, (ә) КНТ, (б) ZnO/КНТ нанокөмірінің және (в) ZnO/КНТ адсорбциялаудан кейінгі СЭМ көрінісі

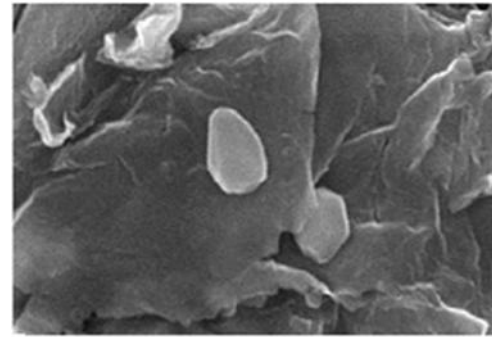
Графендерді зерттеуде СЭМ қолдану



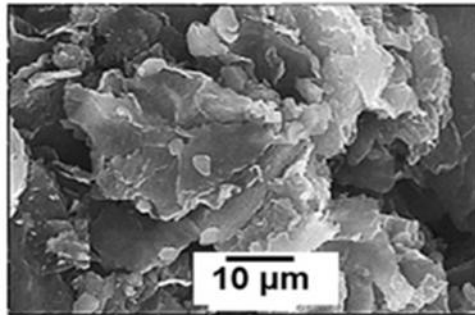
а



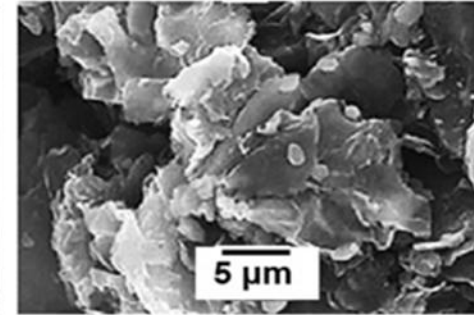
ä



г



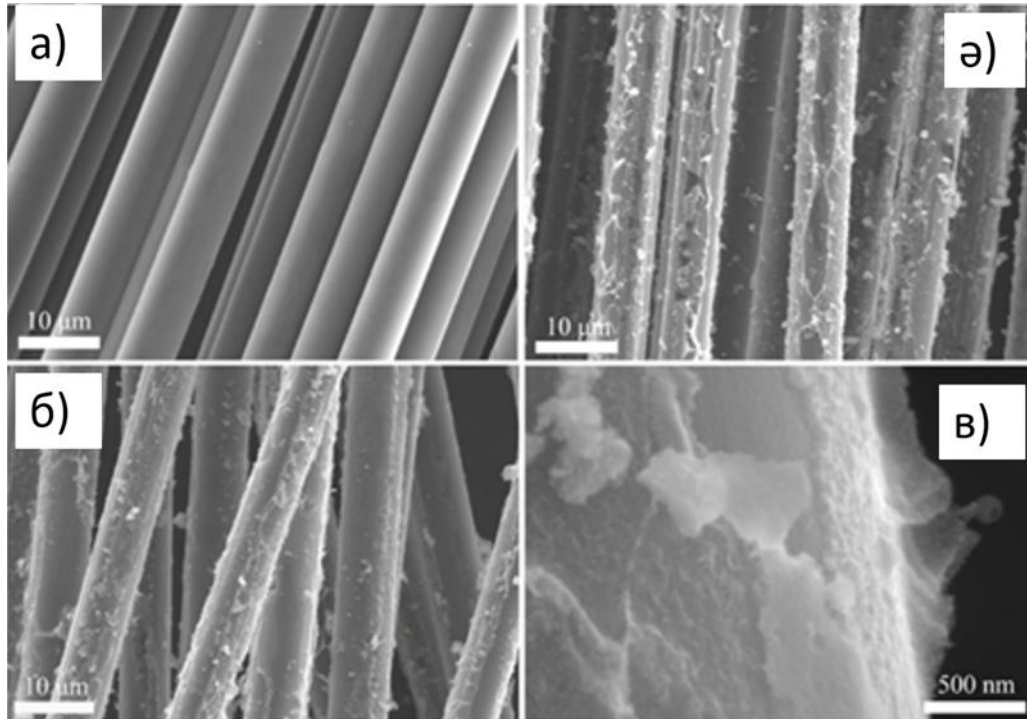
б



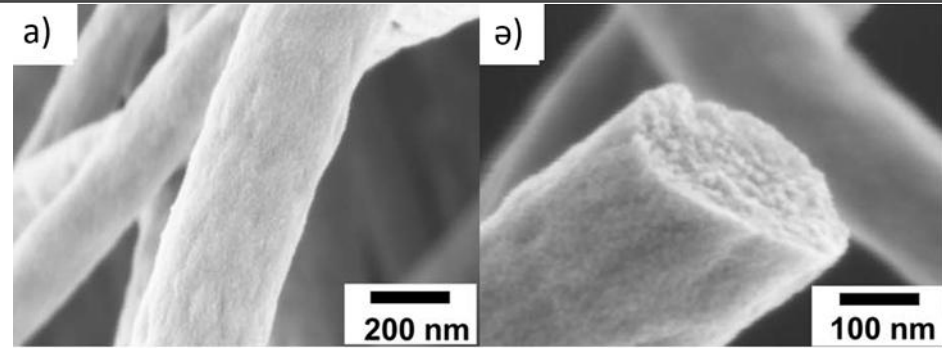
в

ГО 0,5 мг/мл концентрацияда x ($x = 2, 5, 10$ және 15 мл) ,
яғни, ГО(а), тГО-2(ä), тГО-5(б), тГО-10(в) және тГО-15 өрістік
эмиссиялық сканерлеуші электронды микроскоп (г) кескіні

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



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



Сканерлеуші электронды микроскоп арқылы кескінделген ПАН негізіндегі КТ бейнесі

ЖАРЫҚТАНДЫРҒЫШ ЭЛЕКТРОНДЫҚ МИКРОСКОП

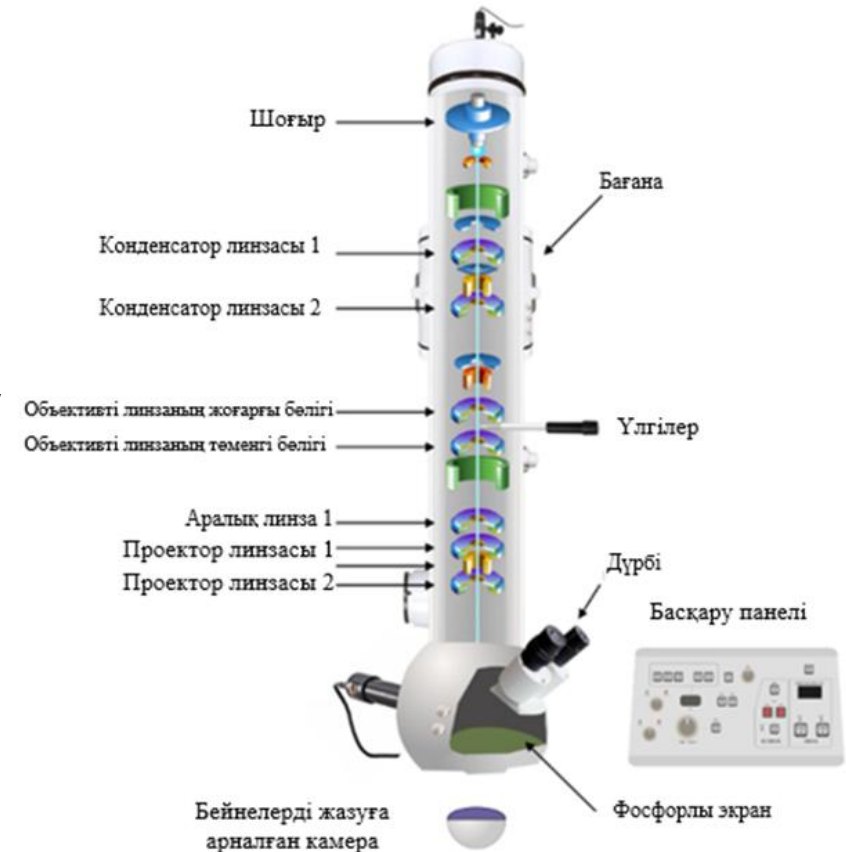
Жарықтандырғыш электронды микроскоп жұқа үлгі арқылы электронды сәулені өткізу арқылы жұмыс істейді. Үлгіге енетін электрондар оның құрылымы бойынша шашыраңқы болады, бұл материалдың ішкі құрылымының бейнесін алуға мүмкіндік береді. ЖЭМ-тың артықшылығы - олар наноөлшемді объектілерді өте жоғары ажыратымдылықта 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 зерттеу әдістерінің ішіндегі негізгі әдістердің бірі. ЖЭМ XX ғасырдың бірінші жартысынан бастап ғылымның дамуына әсер етті. Көптеген жылдар бойы зерттеушілер сыртқы бейнені зерттеп ғана қоймай, сонымен қатар атомдық масштабта бақылауға қызығушылық танытқан. 1931 жылы Эрнст Руска мен Макс Нолл 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

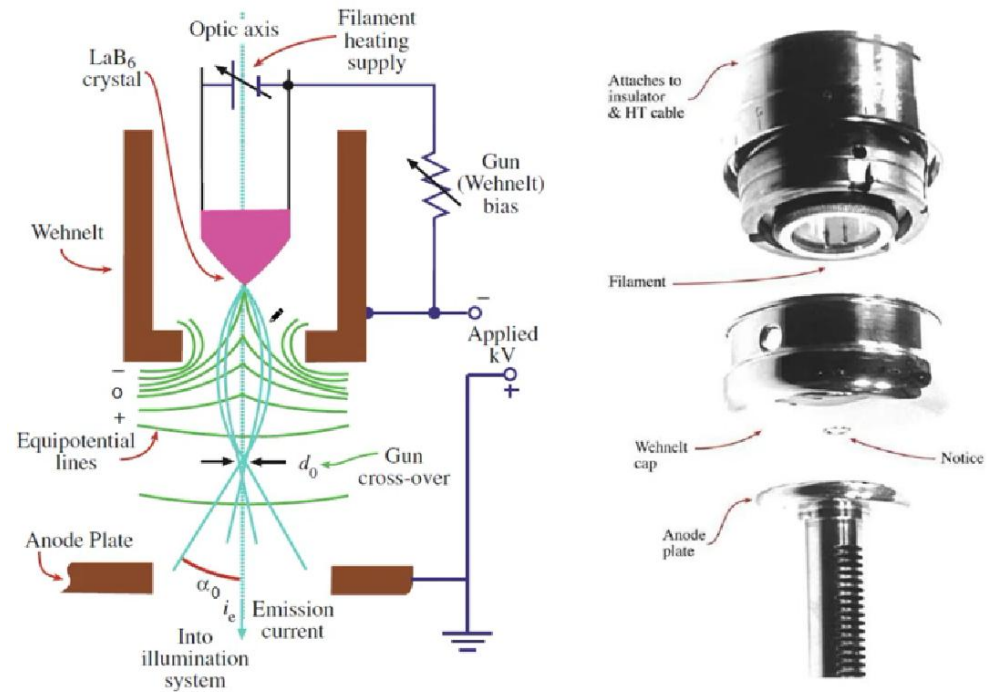
ЖАРЫҚТАНДЫРҒЫШ ЭЛЕКТРОНДЫҚ МИКРОСКОП

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.



ЖЭМ құрылымының бейнесі

Электронная пушка

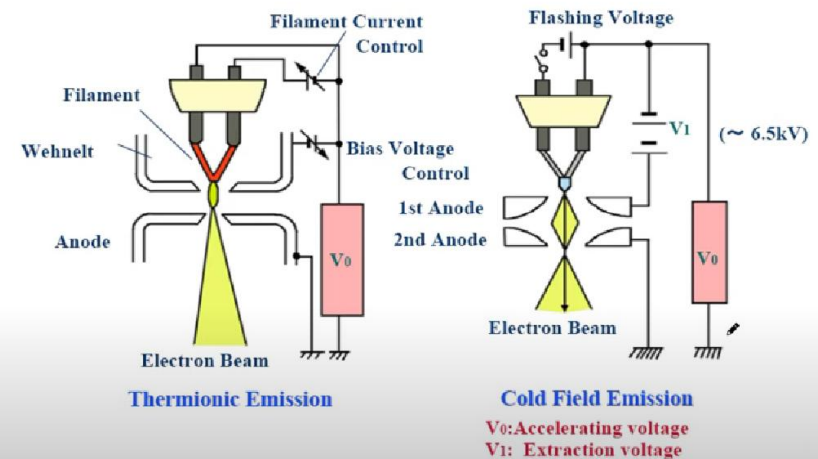
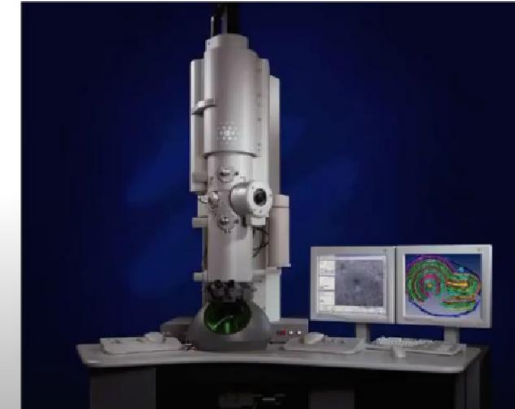


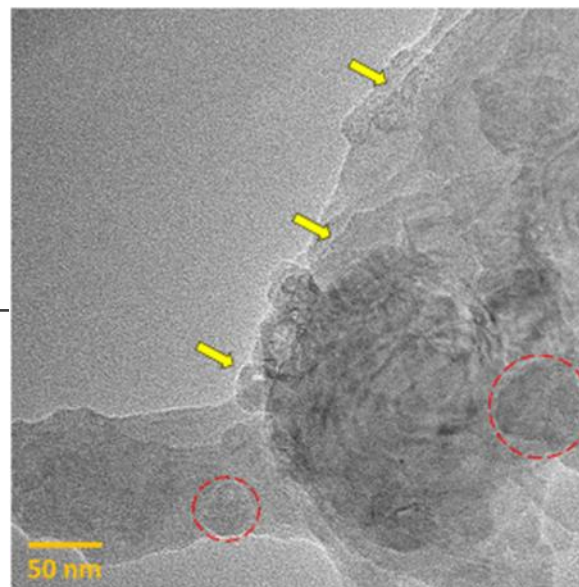
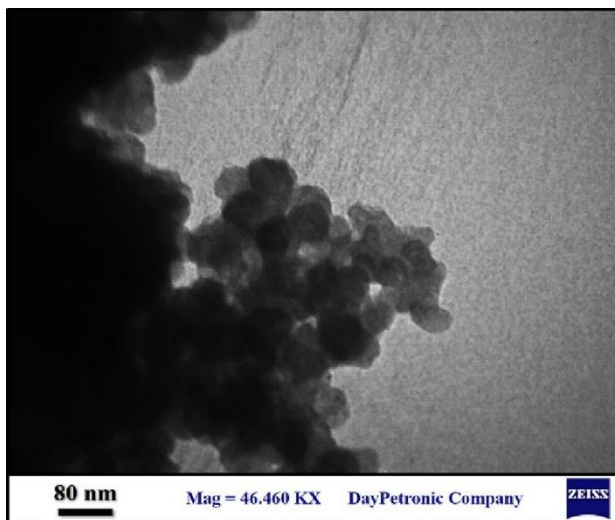
Источники первичных электронов

- Термоэлектронные эмиттеры;
- Полевые эмиттеры.



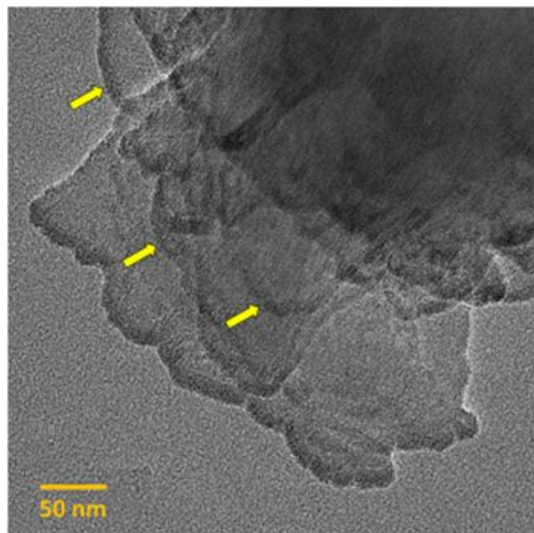
Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Transmission electron microscopy (TEM)



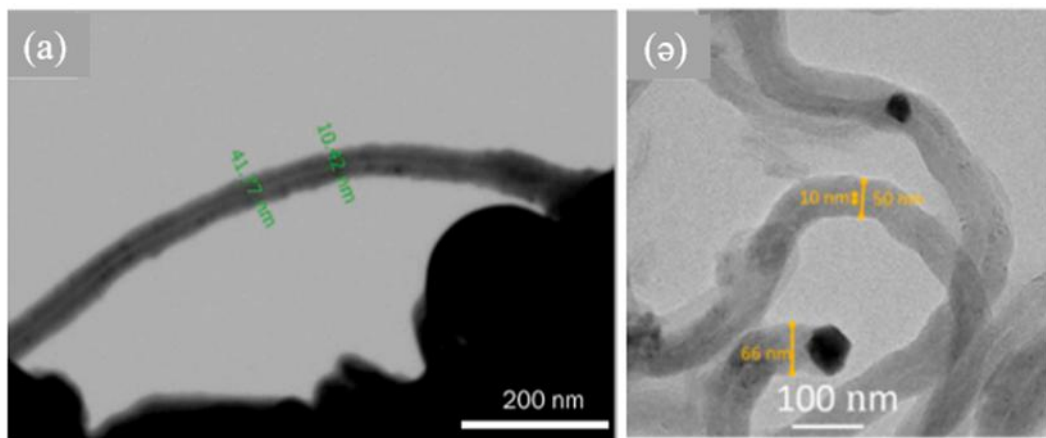


Үндістандағы Мегалая штатында орналасқан Ум-Сохрингкев өзенінен иридийге бай бор-палеоген (К-Pg) шекаралық қабаттарынан табылған C60 табиғи фуллеренін ЖЭМ арқылы зерттеу

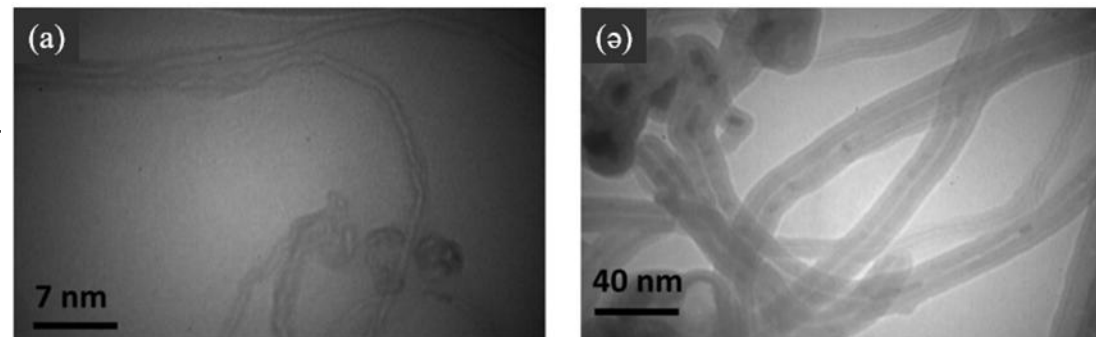
ЖЭМ арқылы алынған фуллереннің көрінісі



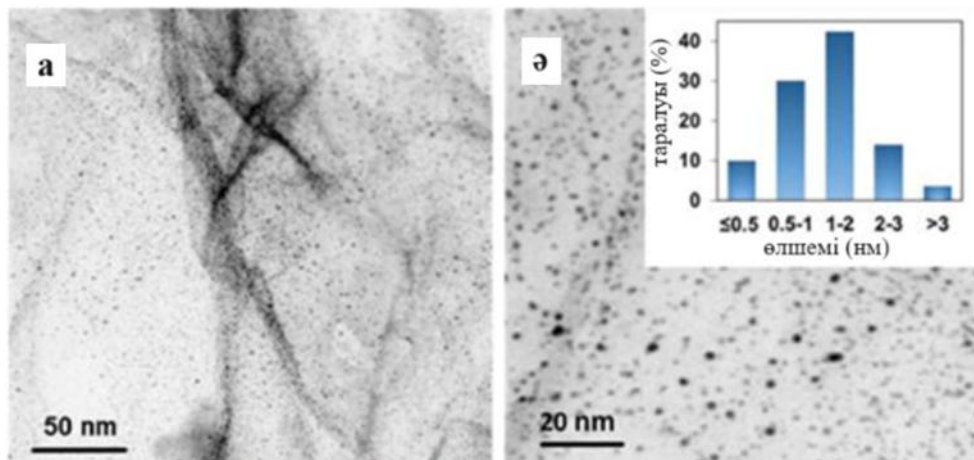
Бөлшектердің толық түзілмеген графит қабаттарынан тұратындығын және тор масштабында бірінен екіншісіне үздіксіз болатындығын көрсететін ЖЭМ кескіні (стрелкамен көрсетілген) [J.B. Donnet, R.C. Bansal, M.J. Wang // Carbon Black Science and Technology // Dekker, New York (1993)] [42]



КҚКНТ-нің ішкі және сыртқы диаметрлерін көрсететін ЖЭМ көрінісі



(a) БҚКНТ және (ә) КҚКНТ-нің ЖЭМ бейнесі



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

Взаимодействие электронов с веществом

