



**Қ. И. Сәтбаев атындағы Қазақ Ұлттық техникалық зерттеу
университеті**

Пән: «ФУНКЦИОНАЛДЫ МАТЕРИАЛДАР МЕН НАНОҚҰРЫЛЫМДАРДЫ АЛУ ӘДІСТЕРІ»

Дәріс-10

**Құрылымдық және фазалық талдау әдістері: рентгендік дифракция (XRD),
электрондық микроскопия (SEM, TEM)**

7M07103 - Материалтану және жаңа материалдар технологиясы

5 (1/0/2/2) кредит

Семестр: 1, күзгі, 2025-2026 оқу жылы

Дәріскер – Керимкулова Алмагуль Рыскуловна

Құрылымдық және фазалық талдау әдістері: рентгендік дифракция (XRD), электрондық микроскопия (SEM, TEM).

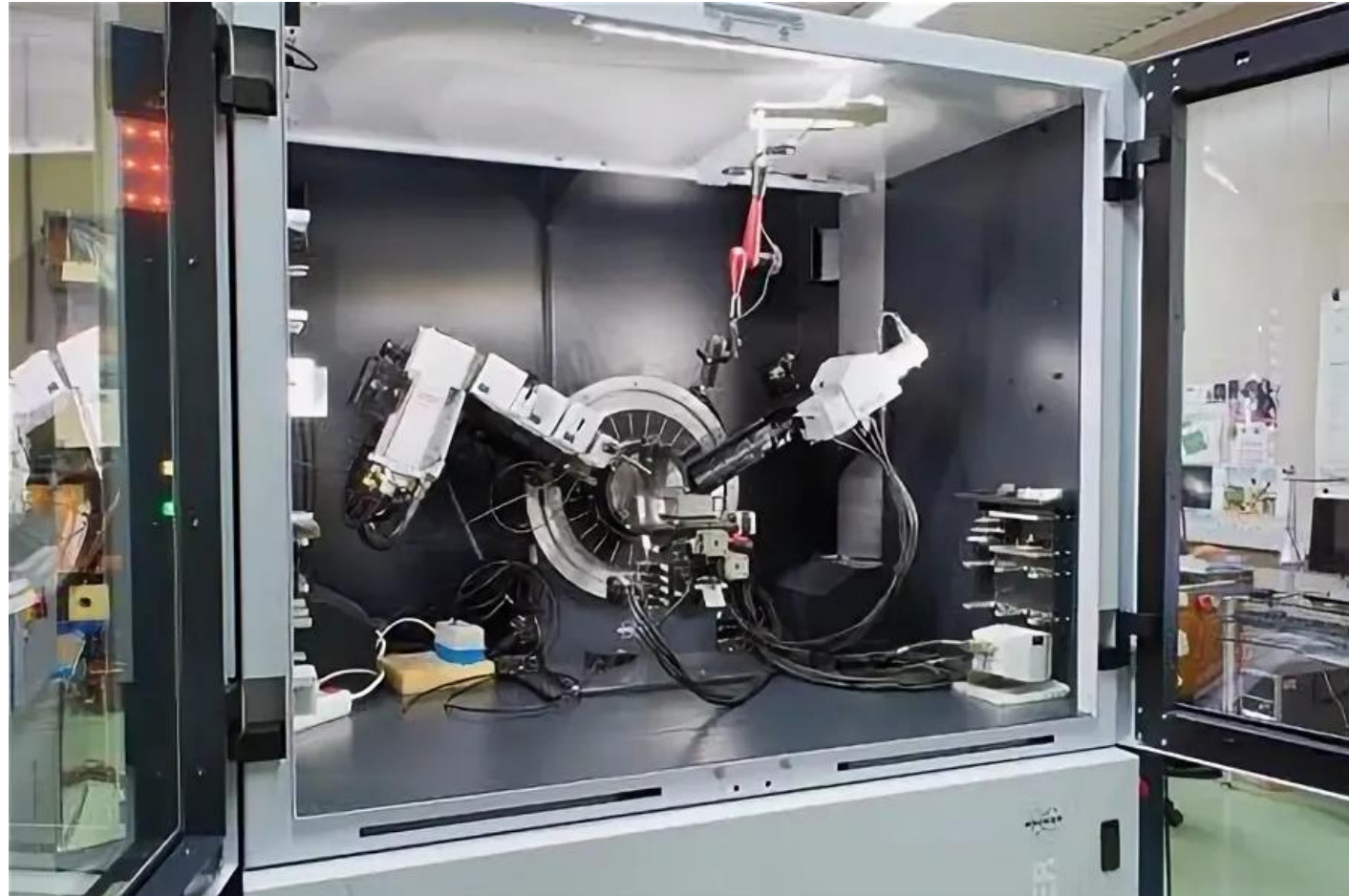
Материалдардың қасиеттері мен функционалдығын қазіргі заманғы түсіну олардың ішкі құрылымымен тығыз байланысты. Құрылымы мен фазалық құрамын зерттеу нанокөмізгіттер мен катализаторлардан бастап сорбенттер мен функционалдық жабындарға дейін әртүрлі қолданбаларға арналған жаңа материалдарды әзірлеу, синтездеу және модификациялаудағы маңызды қадам болып табылады. Құрылымдық және фазалық талдау әдістері заттың атомдық және кристалдық құрылымы мен оның физика-химиялық қасиеттері арасындағы байланысты орнатуға мүмкіндік береді.

Материалдарда, әсіресе нанокұрылымды материалдарда, кристалдық тор параметрлеріндегі, ақаулар дәрежесіндегі немесе фазалық құрамдағы шағын өзгерістер механикалық, сорбциялық, каталитикалық және электрондық сипаттамаларға айтарлықтай әсер етуі мүмкін. Сондықтан құрылымдық және фазалық талдау әдістерін кешенді қолдану қазіргі заманғы материалтану диагностикасының ажырамас элементі болып табылады.

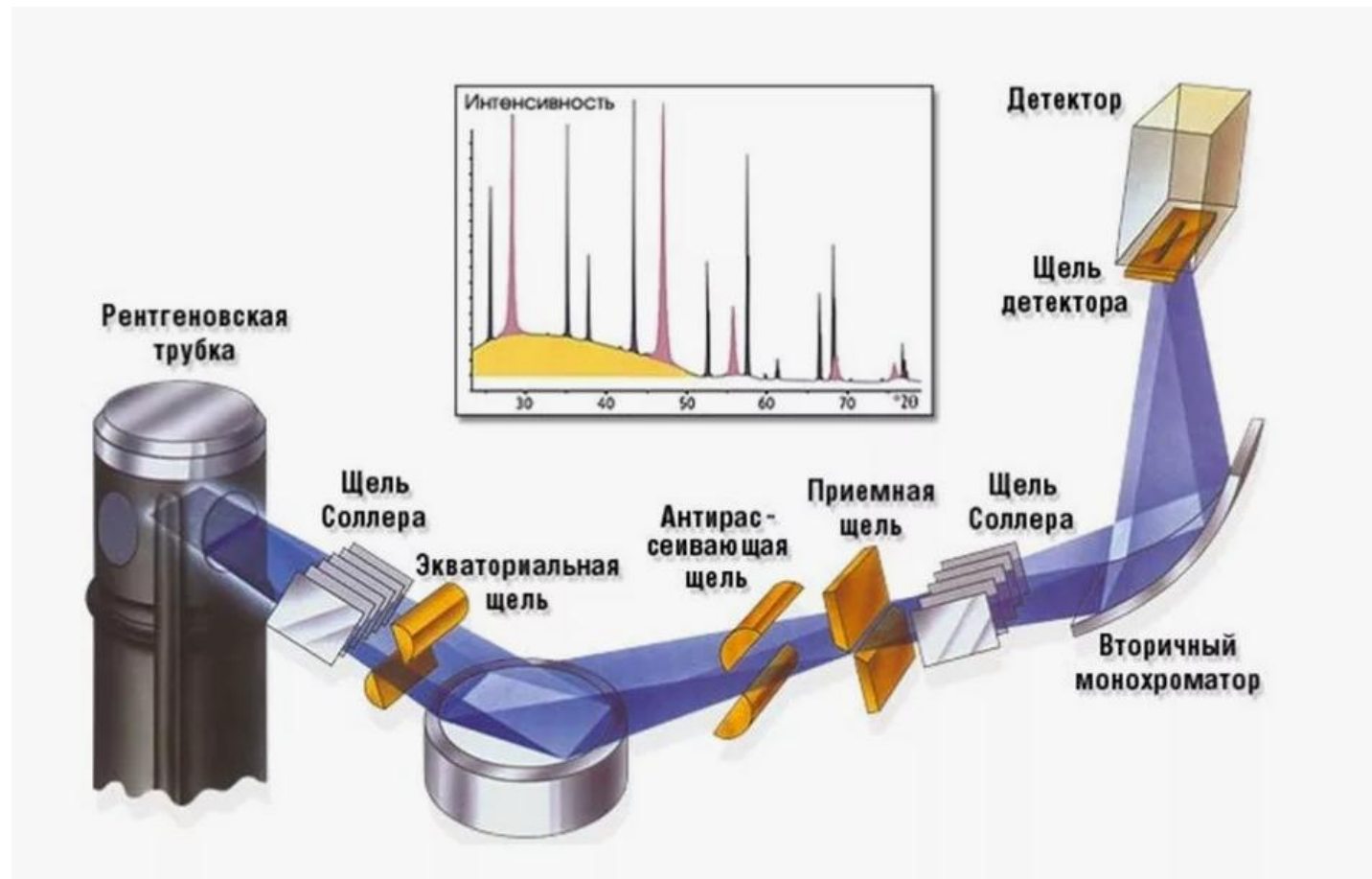
Бұл саладағы негізгі әдістер рентгендік дифракция (XRD), электронды микроскопия (SEM және TEM), сондай-ақ Фурье түрлендіру инфрақызыл спектроскопиясы (FTIR), Раман спектроскопиясы, рентгендік фотоэлектронды спектроскопия (XPS) сияқты спектроскопиялық әдістер және т.б. болып табылады.

Рентгендік дифракциялық талдау (XRD)

Рентгендік дифракциялық талдау — кристалдық материалдардың құрылымын зерттеудегі ең негізгі және дәл әдістердің бірі. Әдістің негізі когерентті рентген сәулесінің кристалл торындағы атомдық жазықтықтардан шашырауы мен интерференция құбылысына негізделген.



Жұмыс жасау принципі



Негізгі заңдылық Брэгг теңдеуімен өрнектеледі:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

мұндағы:

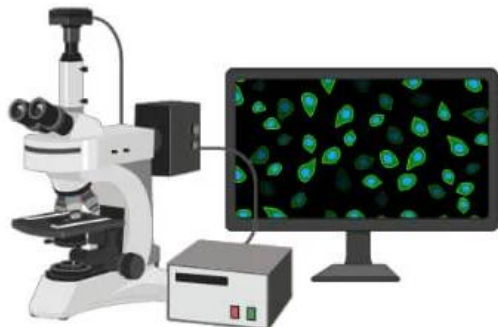
λ — рентген сәулесінің толқын ұзындығы, d — атомдық жазықтықтар арасындағы қашықтық, θ — дифракция бұрышы, n — шағылу реттілігі.

XRD әдісі арқылы келесі параметрлер анықталады: кристалдық тордың типі мен симметриясы; элементарлы ұяшықтың параметрлері; фаза түрлері мен олардың салыстырмалы мөлшері; кристаллиттердің орташа өлшемі мен микро-деформациялар (Шеррер теңдеуі бойынша); кристалдық дәрежесі мен аморфты бөлігінің үлесі. Алынған дифрактограмма материалдың «фазалық паспорты» болып табылады. Эксперименттік деректер халықаралық деректер базаларымен (ICDD PDF-2, COD және т.б.) салыстырылады, нәтижесінде үлгіде бар фазалар дәл анықталады.

Электронды микроскопия (ЭМ) - бұл 10^6 есеге дейінгі максималды үлкейтумен объектілердің кескіндерін жасауға қабілетті құрал (микроскоп). Бұл оптикалық микроскоптан айырмашылығы, жарық шоғының орнына 200 эВ-тан 400 кэВ-қа дейінгі немесе одан жоғары энергиясы бар электрондар шоғырын (мысалы, 1 МВ үдеу кернеуі бар жоғары ажыратымдылықтағы беріліс электронды микроскоптары) пайдаланумен байланысты.



Light Microscope



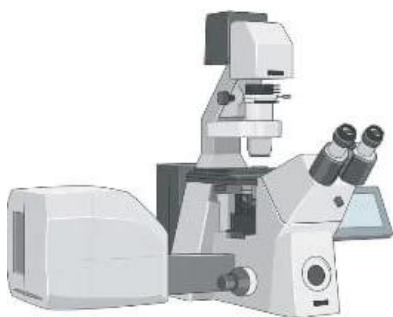
Fluorescence Microscope



Electron Microscope



Stereo Microscope



Confocal Microscope



Atomic Force Microscope



Inverted Microscope



Retinal Imaging Microscope

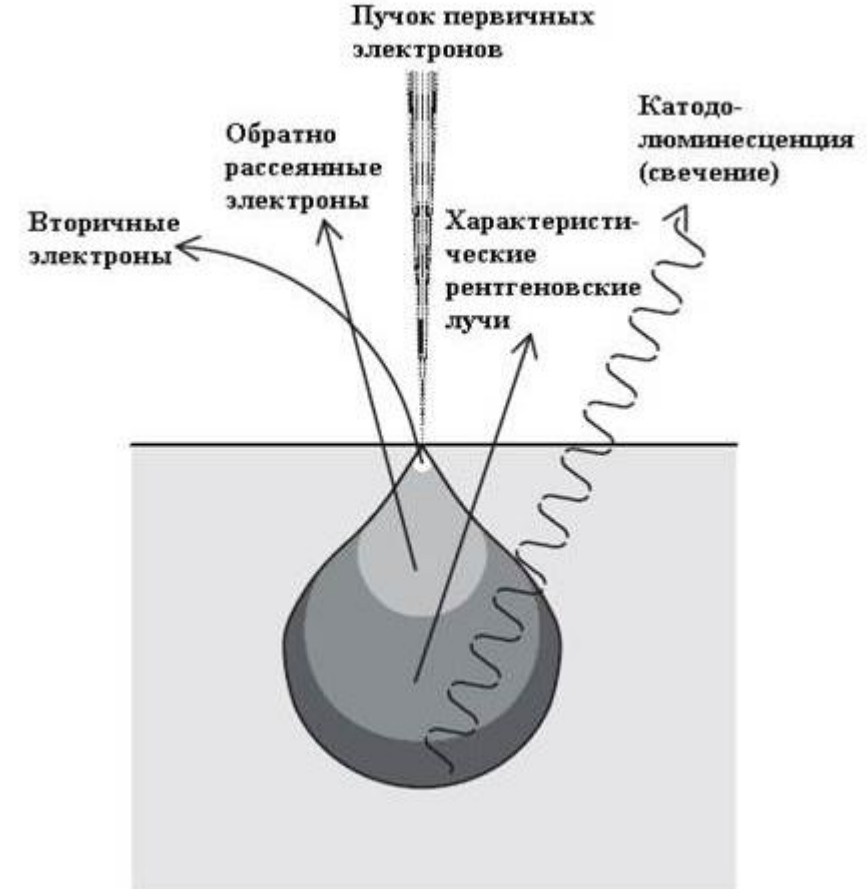
Сканерлеуші электрондық микроскоп (СЭМ) үлкейтілген кескіндерді алу үшін жарықтың орнына дәл фокусталған үдетілген электрондар шоғын қолданады.

- Электрон сәулесінің толқын ұзындығы қысқа болғандықтан, ол оптикалық микроскопқа қарағанда әлдеқайда жоғары ажыратымдылық береді.
- Фокусталған сәуле үлгінің бетін растрлей сканерлейді және әртүрлі детекторлар арқылы сигналдар тіркеледі. Бұл сигналдар үлгінің беткі құрылымы мен құрамын анықтауға мүмкіндік береді.
- Электрондар үлгі бетімен әрекеттесіп қана қоймай, ондаған микрометр тереңдікке еніп, өзара әрекеттесу көлемін түзеді.
- Оның пішіні тамшы тәрізді және үлгінің астында орналасады. Бастапқы электрондардың ену тереңдігі үлгінің элементтік құрамына, тығыздығына, сәуле энергиясына және көлбеу бұрышына байланысты.
- Жоғары энергиялы сәуле тереңірек енеді, ал ауыр элементтер бар үлгілерде ену тереңдігі азаяды.

Шығарылатын сигналдардың түрлері

Жеделдетілген бастапқы электрондар шоғырының сынақ үлгісімен әрекеттесуі бірқатар әртүрлі процестерді іске қосады, нәтижесінде үлгіден электрондардың немесе электромагниттік сәулелену кванттарының шығарылуына әкеледі. Бұл сигналдар бейнелеу үшін және кейбір жағдайларда үлгінің элементтік құрамы туралы ақпарат алу үшін қолданылатын шығарылатын сигналдар ретінде жазылады.

Сканерлеуші электронды микроскопияны пайдаланып жазылған сигналдардың негізгі түрлері 4-суретте көрсетілген.

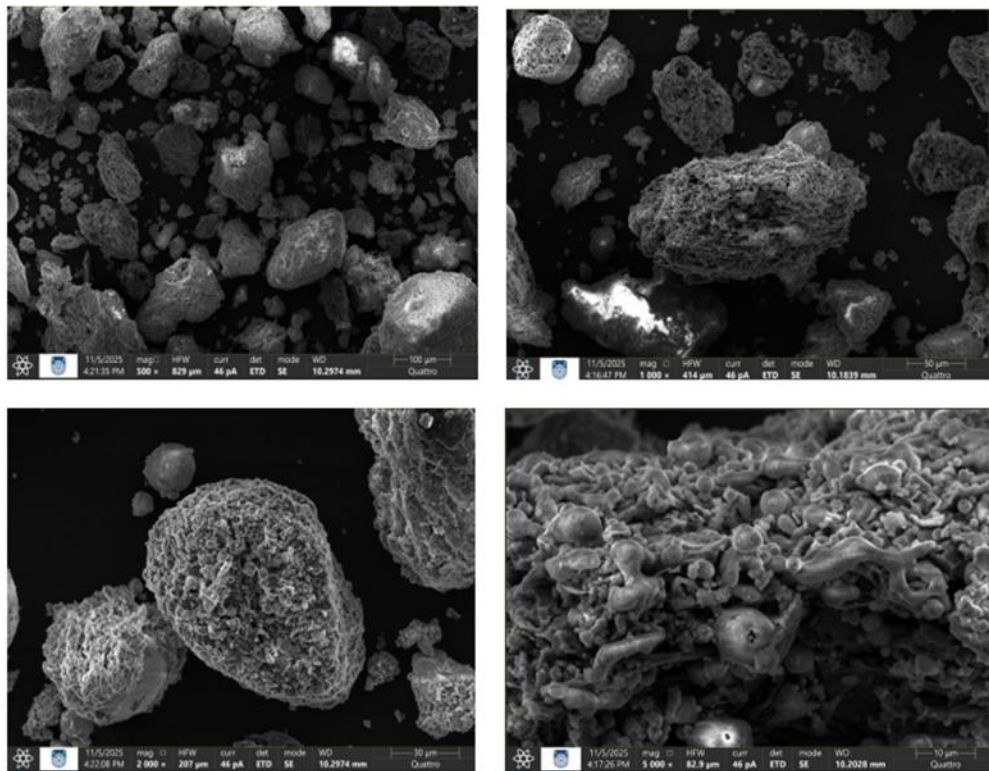


4-сурет – Шығарылатын сигналдардың өзара әрекеттесу көлемінің және түрлерінің схемалық диаграммасы

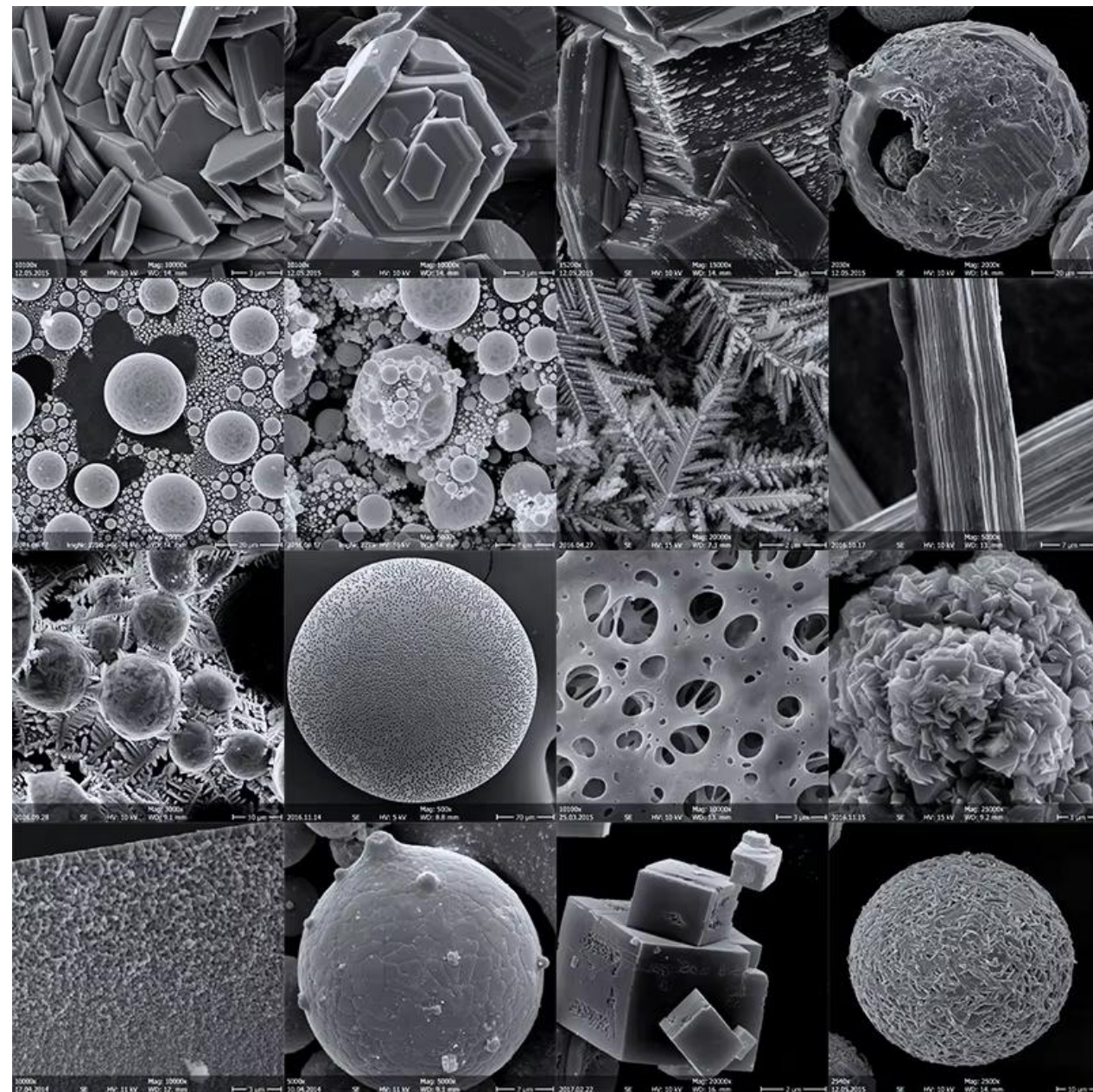


5-сурет – Сканерлейтін электронды микроскоптың схемалық диаграммасы

СЭМ талдауының нәтижелері



6-сурет – Жылу электр станциясының қалдығының SEM суреттері



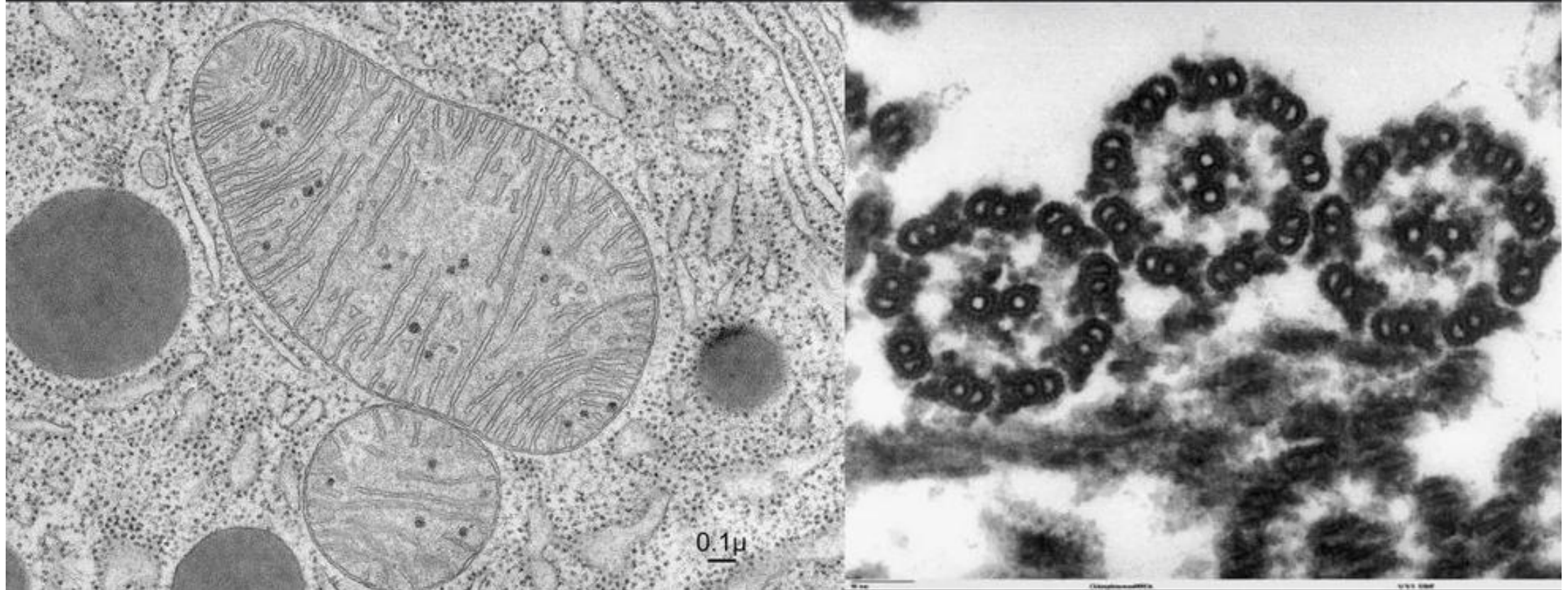
Жарықтандырғыш электрондық микроскопия (Transmission Electron Microscopy, TEM) — материалдардың ішкі құрылымын өте жоғары үлкейту мен ажыратымдылықта зерттеуге мүмкіндік беретін әдіс. Бұл әдісте үлгі арқылы өтетін үдетілген электрондар шоғы пайдаланылады.

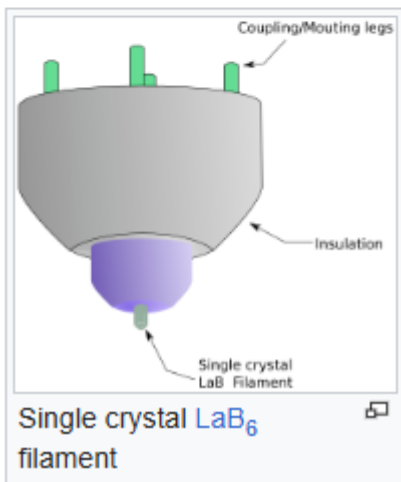
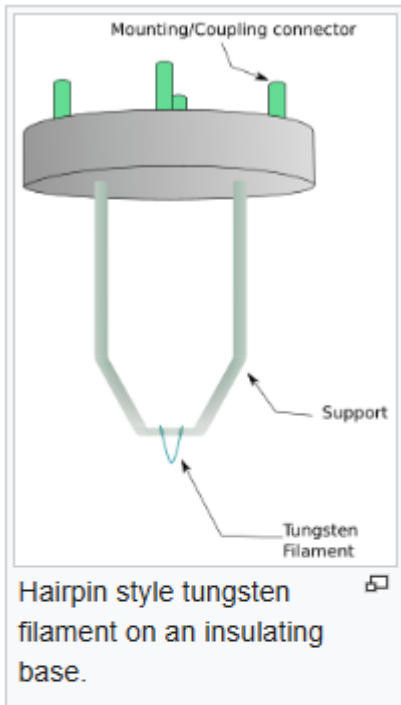
ТЕМ-нің негізгі бөліктеріне электрон көзі (катод), конденсорлық линзалар, үлгі ұстағыш, объектив линзасы және экран немесе детектор жатады. Электрон шоғы вакуумда қозғалады, сондықтан құрылғының ішкі камерасы жоғары вакуумда ұсталады.



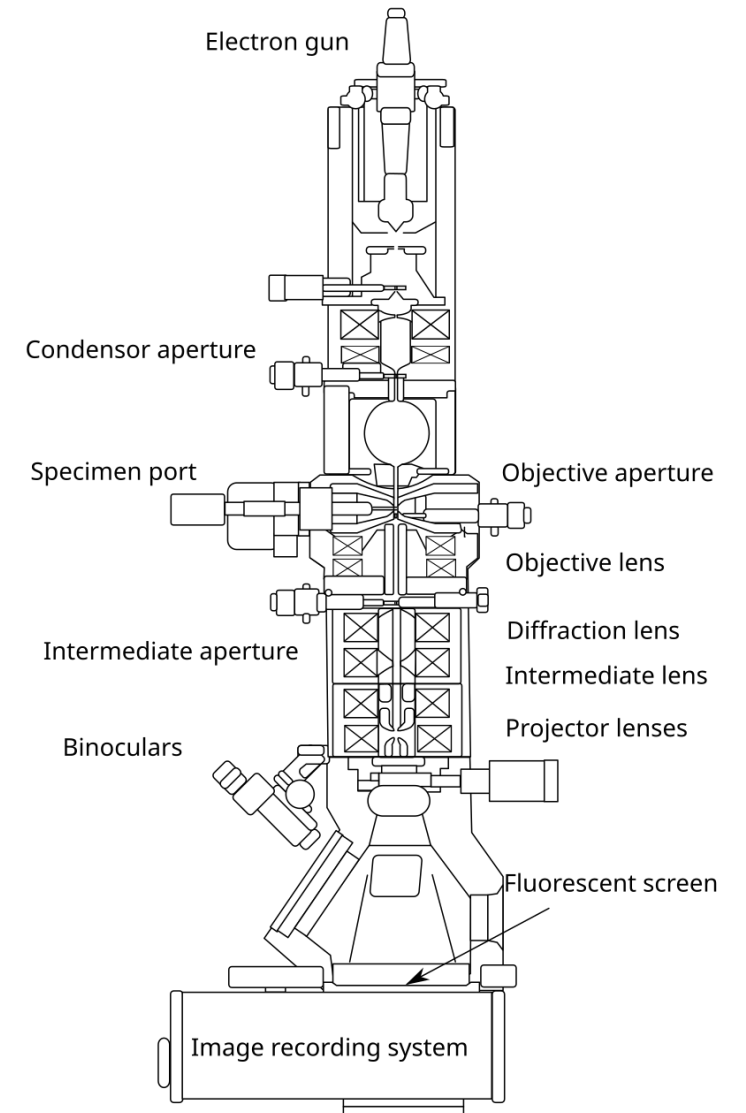
ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Она же - трансмиссионная

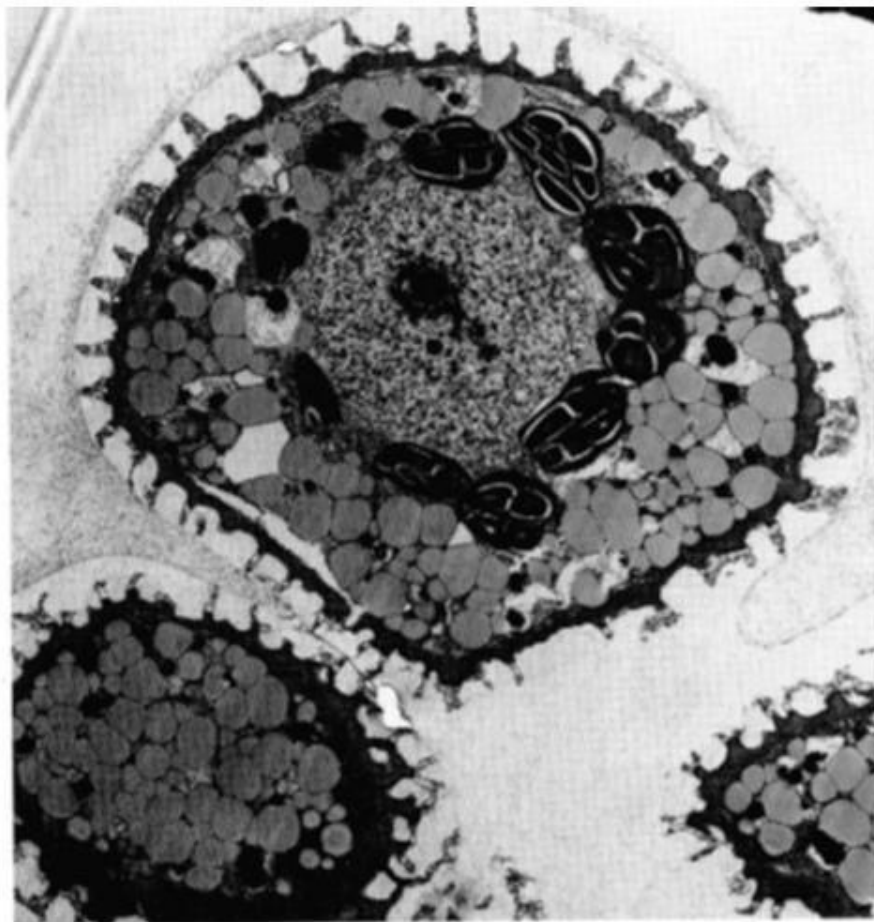
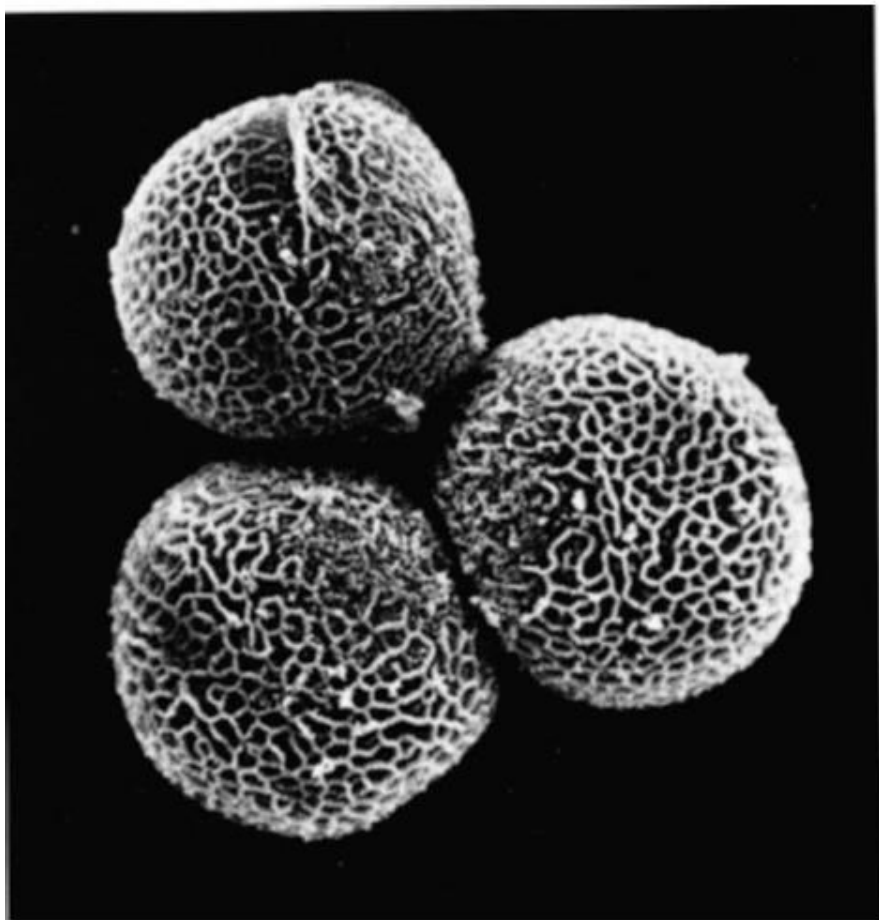




Жарықтандырғыш электрондық микроскоп (ТЕМ) жоғарыдан төмен қарай электрон эмиссия көзімен (катодпен) басталады. Ол вольфрам жібі, LaB₆ монокристалы немесе өрістік эмиссиялы зеңбірек түрінде болады. Электрондар жоғары кернеуде (100–300 кВ) вакуумға шығарылады және конденсорлық линза жүйесіне бағытталады. Термоэлектрондық көз Венельт цилиндрінде орналасып, электрон шоғын алдын ала фокусқа келтіреді. Өрістік эмиссия кезінде экстрактор, супрессор және линзалар өріс пішінін басқарады. Электрон шоғы магниттік және электростатикалық өрістердің әсерімен бағытталып, үлгіге дәл фокус түсіреді.



SEM vs. TEM



Пайдаланылған әдебиеттер

1. Williams, D. B., & Carter, C. B. (2009). Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science (2nd ed.). Springer.
2. Reimer, L., & Kohl, H. (2008). Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation. Springer.
3. Egerton, R. F. (2016). Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM, and AEM. Springer.
4. Fultz, B., & Howe, J. M. (2013). Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials. Springer.
5. Williams, D. (1996). Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science. Philips Electron Optics Publishing.
6. Spence, J. C. H. (2013). High-Resolution Electron Microscopy. Oxford University Press.
7. Iijima, S. (1991). Helical microtubules of graphitic carbon. Nature, 354(6348), 56–58.
<https://doi.org/10.1038/354056a0>