

## ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ

Ибраев Н.Х., д.ф.м.н., профессор;  
Абжанова Д.Б., магистр технических наук;  
Комутова А.С., магистр технических наук  
Межфакультетская научная лаборатория электронной микроскопии;  
Карагандинский государственный университет им. академика Е.А. Букетова  
[adb\\_a@mail.ru](mailto:adb_a@mail.ru)  
г. Караганда, Республика Казахстан

В работе рассматривается использование растрового электронного микроскопа MIRA 3 (TESCAN) в исследованиях микроструктуры материалов. Приведены полученные микроскопические снимки полупроводниковых объектов и диэлектриков, снятых в различных режимах работы микроскопа, а также при разных увеличениях.

### Введение

В настоящее время запросы человечества заставляют науку развиваться и не стоять на месте. Создаются новые материалы, развиваются уже существующие и разрабатываются новые технологии для улучшения уровня и качества жизни человека.

Так, наибольшее применение практически во всех отраслях промышленности получили нанотехнологии. Наноматериалы применяются в медицине, косметологии, промышленности, растениеводстве, текстильной промышленности, электронике, каталитической промышленности и во многих других.

В ходе получения и синтеза наноматериалов необходимо изучение процессов, наблюдение структуры материала, задание и контроль определенных свойств. В современном материаловедении существуют различные методы для тщательного исследования материалов. Это: электронная микроскопия, зондовая микроскопия, рентгеновский энергодисперсионный микроанализ, оптические методы исследования, механические испытания и т.д.

С помощью электронного микроскопа высокого пространственного разрешения можно исследовать микроструктуру поверхности образцов при увеличении до 1 000 000 крат, изучить их топографию, строение и другие свойства. Метод основан на регистрации излучений, возникающих при попадании пучка электронов из пушки на поверхность исследуемого объекта. Для проведения электронно-микроскопического анализа в камере микроскопа необходимо поддержание высокого вакуума, потому что электронный пучок в атмосфере подвергается сильному рассеянию и это не позволяет провести анализ. На сегодняшний день возможности электронной микроскопии находят применение практически во всех областях науки, от биологии до материаловедения. Множественное количество фирм выпускают электронные микроскопы различных типов с разнообразными конфигурациями и типами детекторов. Например: Jeol, Япония (<http://www.jeol.co.jp/en/>); Carl Zeiss NTS GmbH, Германия ([corporate.zeiss.com](http://corporate.zeiss.com)); Hitachi, Япония ([hitachi.com](http://hitachi.com)); Tescan, Чехия ([www.tescan.com](http://www.tescan.com)) и др.

Исследование поверхности с помощью сканирующей зондовой микроскопии основано на взаимодействии микрозонда, приготовленного специальным образом в виде торчащей на конце иглы. Рабочая часть таких зондов имеет размеры порядка 10 нм. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1-10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью. Так, работа туннельного микроскопа основана на явлении протекания туннельного тока между металлической иглой и проводящим образцом; различные типы силового взаимодействия лежат в основе работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов [1].

Метод рентгеновского энергодисперсионного микроанализа используется при исследовании объектов в сканирующем электронном микроскопе, где наблюдение образцов происходит в высоком вакууме. Этот метод основан на регистрации характеристического рентгеновского излучения, которое возникает в результате взаимодействия пучка электронов с образцом.

К оптическим методам исследования относятся фотометрические методы, нефелометрия и турбидиметрия, рефрактометрия, поляриметрия, спектральный и люминесцентный анализы.

К механическим испытаниям определения свойств материалов относятся статические (испытания на сжатие, растяжение, упругость) и динамические (испытания на твердость, микротвердость, ударную вязкость трещиностойкость) методы.

### Экспериментальная часть

В качестве инструмента исследования послужил растровый электронный микроскоп MIRA 3 LMU (TESCAN, Чехия), который находится в межфакультетской лаборатории электронной микроскопии КарГУ.

Данный микроскоп позволяет получать увеличение до 1 000 000 крат, что дает возможность наблюдать объекты размером до 2 нм (при ускоряющем напряжении 30 кВ).

Образцы должны быть тщательно очищены, не подвергать загрязнению колонну микроскопа. В случае изучения жидких объектов, образец для исследования должен быть высушен. Микроскоп исследует электропроводящие образцы для осуществления четкости изображения. Для обеспечения заземления образца с предметным столиком с целью получения хорошего электрического контакта и надежного крепления образца при вращении и наклоне столика используется углеродный скотч. При исследовании непроводящих ток материалов – диэлектриков – на их поверхность распыляется тонкая пленка (~20 нм) электропроводящих материалов – графит, золото и т.д.

Образцы, установленные на семипозиционную карусель, помещаются в камеру микроскопа. В камере находится предметный столик. Он обеспечивает перемещение образца в трех взаимно перпендикулярных направлениях, позволяет менять его наклон по отношению к падающему пучку электронов от  $0^{\circ}$  до  $90^{\circ}$  и вращать образец вокруг электронно-оптической оси.

Для получения информации микроструктуры образца используются вторичные и отраженные электроны.

Регистрация отраженных электронов происходит с помощью детектора BSE (*back scattered electrons*). Отраженные электроны образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до  $90^{\circ}$ ) углы в результате однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы. Особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее количество отраженных электронов с малым запасом энергии [2].

Регистрация вторичных электронов происходит с помощью детектора SE (*secondary electrons*). Вторичными электронами называют электроны, эмитированные мишенью при бомбардировке её первичным электронным пучком. Вторичные электроны обеспечивают максимальную в сравнении с другими сигналами разрешающую способность порядка 5...10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения топографии поверхности образцов [2].

Встраиваемая система рентгеновского энергодисперсионного микроанализа X-act Standard (Oxford Instruments, UK) позволяет проводить локальный элементный анализ образца.

### Результаты

Объектами исследования с помощью сканирующего электронного микроскопа могут служить различные неорганические материалы, например, металлические порошки, пленки, тонкие фольги, сплавы и др. Так, были проведены исследования полупроводниковых материалов (оксид цинка, диоксид титана) и диэлектриков (воластонит). Снимки этих образцов показаны на рисунках 1-3.

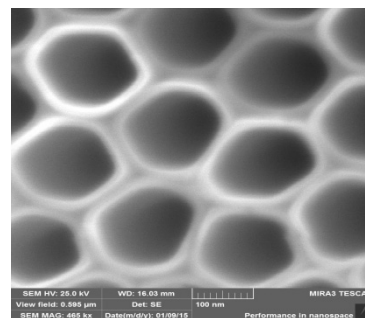
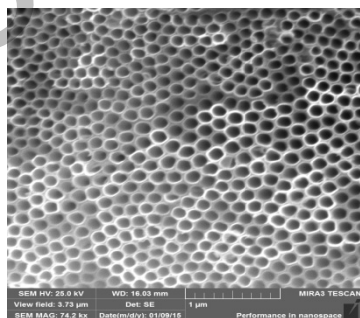


Рисунок 1. РЭМ изображение нанотрубчатого покрытия диоксида титана, полученного методом анодирования титановой фольги. Изображения получены при различных увеличениях:

а) x 74 крат;

б) x 485 крат

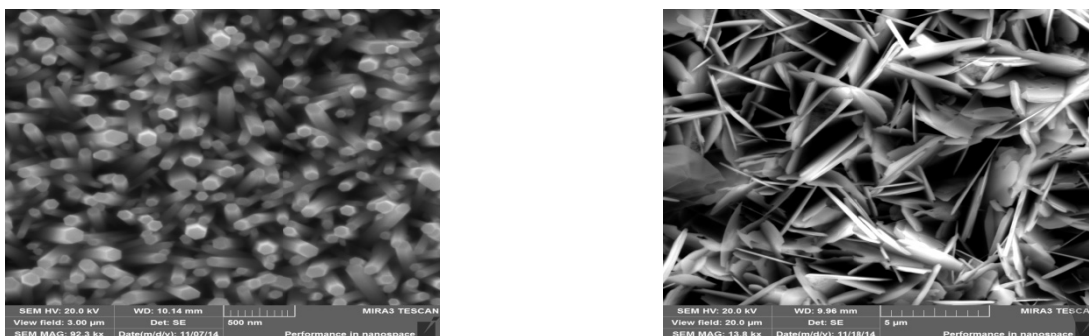
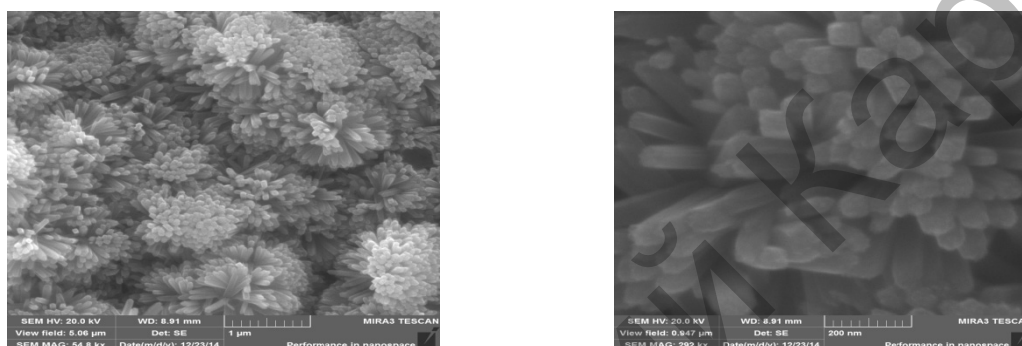


Рисунок 2. РЭМ изображения наноструктур оксида цинка, синтезированные различными методами: а) наностержни – гидротермальный синтез; б) нанопластины – электрохимическое осаждение



а) x54 крат;

б) x 292 крат

Рисунок 3. РЭМ изображения наностержневой диоксида титана, полученных методом гидротермального синтеза. Изображения получены при различных увеличениях:

На рисунке 4 приведен элементный анализ образца с помощью встроенной системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа X-act Standard (Oxford Instruments, UK).



Рисунок 4. Элементный анализ стеклянной подложки с токопроводящим покрытием ИТО

Также в растровом электронном микроскопе кроме неорганических материалов можно наблюдать и органические объекты, например, полимерные пленки (объемный гетеропереход РЗНТ:РСВМ), пленки графена. Снимки этих образцов показаны на рисунках 5, 6.

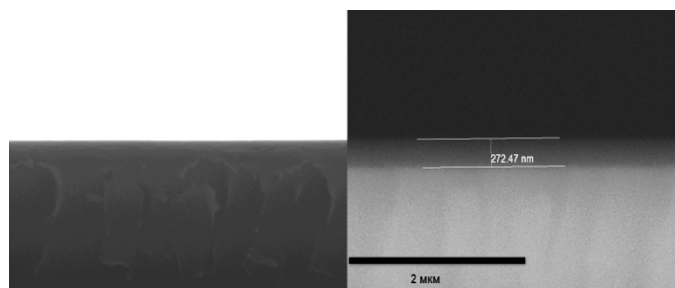


Рисунок 5. РЭМ изображение поперечного скола стекла с нанесенным слоем объемного гетероперехода PZT:PCBM. Снимок получен в режимах SE (а) и BSE (б)

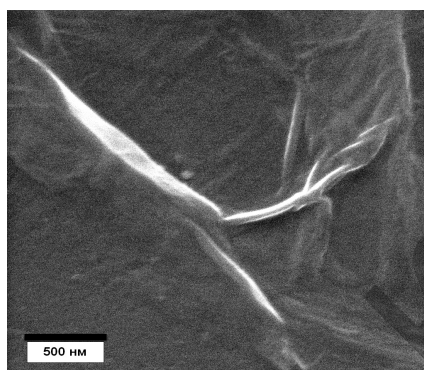


Рисунок 6. РЭМ изображение пленки графена на кварцевом стекле

Таким образом, методом электронной микроскопии удовлетворяется большинство требований современного материаловедения, в том числе и требований, которые предъявляются учеными Карагандинского государственного университета.

#### Литература:

1. Ибраев Н.Х. Методы исследований наноматериалов: Учебно-методическое пособие. – Караганда: 2012. – 197 с.
2. Жу У., Уанг Ж.Л. пер. с англ. Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий. – М.: БИНОМ, 2013. – 582 с.

## ОБЕСФЕНОЛИВАНИЕ СЛАНЦЕВОЙ СМОЛЫ ШУБАРКОЛЬСКОГО РАЗРЕЗА

Исмагилов З.Р., директор, член-корр. РАН\*;  
 Мейрамов М.Г., к.х.н.\*\*; Ордабаева А.Т., внс, к.х.н\*\*;  
 Хрупов В.А., внс, к.х.н \*\*; Ахметкаримова Ж.С., снс, к.х.н \*\*;  
 Бакирова Р.К., инженер\*\*  
 \*Институт углекислоты и химического материаловедения СО РАН  
 г. Кемерово Российская Федерация;  
 \*\*Институт органического синтеза и углекислоты РК  
 г. Караганда, Республика Казахстан

Было проведено обесфеноливание сланцевой смолы Шубаркольского разреза методом экстракции. По данным хромато-масс-спектрометрического анализа исходная сланцевая смола содержит 21,21% суммарных фенолов, суммарная смола после экстракции 70% раствором спирта–6,35%. Было установлено, что лучшие экстракционные свойства проявляет 70%-ный водный этанол с сланцевой смолой в соотношении 1:1.

*Ключевые слова:* сланцевая смола, фенол, экстракция.

Сланцевая смола содержит 82 - 84 % углерода, 9,5 – 10,5 % водорода и 5,5 – 6,5 % кислорода. Благодаря этому из сланцевой смолы можно получать ряд продуктов, производство которых на основе нефтяного сырья невозможно или в настоящее время экономически нецелесообразно. По изложенным причинам основным направлением термической переработки горючих сланцев является извлечение максимального количества смолы. Твердый остаток полукоксования в данном случае имеет очень большую зольность (65 - 80 %) и как топливо практического интереса не представляет