

АҢДАТПАСЫ

«6D071000 – Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы бойынша философия докторы (Ph.D.) ғылыми дәрежесін алу үшін Накысбеков Жасуланның «**Әр түрлі әдіспен мыс нанобөлшектерін синтездеу және олардың құрылымын радиациялық модификациялау**» тақырыбындағы диссертациясының

Жұмыстың жалпы сипаттамасы

Дипломдық жұмыста ультрадисперсті мыс бөлшектерін жоғары жиілікті сыйымдылықты плазмада катодты тозаңдату және электролиз әдістерімен алу технологиясы бойынша нәтижелер келтірілген, синтезделген ультрадисперсті бөлшектердің мөлшері мен құрылымына электронды сәулеленудің әсері зерттелген. Осы мақсатта әртүрлі әдістермен синтезделген ультрадисперсті мыс бөлшектерін электронды сәулелендіруге арналған эксперименттік қондырғылар жасалды, сәулелендіруге арналған қондырғыны баптау және физикалық іске қосу жүзеге асырылды. Электронды сәулеленудің ультрадисперсті мыс бөлшектерінің құрылымдық қасиеттеріне әсері зерттелді.

Тақырыптың өзектілігі

Ультрадисперсті материалдар соңғы онжылдықтарда өзіне айтарлықтай назар аударуда, өйткені олар болашақ технологиялық революция үшін жаңа электронды, жылу және механикалық қасиеттері бар озық материалдар ретінде қолдану потенциалы бар. Жаңа материалдарға өлшемдері 10-нан 1000 нм-ге дейінгі жартылай өткізгіш, керамика және полимерлі ультрадисперсті ұнтақтар кіреді. Олар пішініне, көлеміне немесе қасиеттеріне қарай әр түрлі топтарға жіктеуге болады. Ультрадисперсті бөлшектері жоғарғы меншікті беткі ауданы мен құрылымдық ерекшеліктерінің арқасында ерекше физикалық-химиялық қасиеттерге ие болады. Металл және жартылай өткізгіш ультрадисперсті бөлшектердің оптикалық қасиеттері олардың мөлшеріне айтарлықтай тәуелді, олардың өзгеруі спектрдің көрінетін аймағында электромагниттік сәулеленудің металл бөлшектерінің бос беттік электрондарымен жұтылуына байланысты оптикалық мөлдір материалдардың түсінің өзгеруіне әкеледі (жергілікті плазмондық резонанс). Олардың реактивтілігі, беріктігі және басқа қасиеттері олардың мөлшеріне, формасына және құрылымына да айтарлықтай тәуелді. Бұл сипаттамалар оларды катализде, медициналық қосымшаларда, энергетикалық зерттеулерде және қоршаған ортаны қорғауды қамтитын әртүрлі коммерциялық және тұрғын үй қосымшаларында қолдануда қолайлы кандидаттар етеді.

Зерттеудің үлкен көлемі ультрадисперсті бөлшектердің құрылымдық сипаттамаларына, олардың қасиеттерін түсіну, оларды жасау және практикалық қолдану жағдайларын оңтайландыруға арналды. Ультрадисперсті құрылымды зерттеудің ең заманауи және ақпаратты көп беретін әдістеріне жарықтандырғыш электронды микроскопия (ЖЭМ), рентгендік дифракция және фотоэлектрлік рентген спектроскопиясы сияқты әдістер жатады. Электронды және рентгендік сәулелену ультрадисперсті бөлшектер энергия мен түскен сәулеленің дозасы сияқты параметрлерге байланысты мұндай материалдардағы құрылымдық-

фазалық өзгерістерді тудыруы мүмкін екендігін айта кету керек. Осылайша, бұл әдістер ультрадисперсті материалдардың құрылымын зерттеудің бірегей әдістері ретінде ғана емес, сонымен қатар әртүрлі салаларда қолдану үшін олардың құрылымы мен физика-химиялық қасиеттерін өзгерту үшін де қолданыла алады. Электрондық сәулеленудің қатты затқа әсері ұзақ уақыт бойы қарқынды зерттеу тақырыбы болғанына қарамастан, ультрадисперсті бөлшектерде жүйелі зерттеулер сирек кездеседі.

Ультрадисперсті металл бөлшектерінің алуан түрлілігінің ішінде мыстың ультрадисперсті бөлшектері ерекше орын алады. Мыстың ультрадисперсті бөлшектері экология және биомедицина саласында перспективті болып табылады. Мыстың ультрадисперсті бөлшектері бірегей физика-химиялық, құрылымдық және морфологиялық сипаттамаларға ие, олар электронды, оптоэлектронды, оптикалық, электрохимиялық, экологиялық және биомедициналық салаларға байланысты көптеген қосымшаларда маңызды болып табылады.

Бүгінгі таңда әртүрлі материалдардың ультрадисперсті бөлшектерін синтездеу өзекті мәселе болып табылады. Соңғы жылдардағы зерттеулер ультрадисперсті металл бөлшектерін және олардың оксидтерін, жартылай өткізгіштерді, керамиканы, полимерлерді және т.б. алу мүмкіндігін көрсетті. Мыстың ультрадисперсті бөлшектерін синтездеудің перспективті әдістерінің бірі жоғары жиілікті сыйымды разряд плазмасында мыс нысанасын катодты тозаңдату және электролиз әдісі болып табылады. Қазіргі уақытта катодты тозаңдату және электролиз әдістерімен ультрадисперсті мыс алу кезінде технологиялық параметрлерінің өзгеруі физика-химиялық қасиеттердің кең спектрлі ультрадисперсті бөлшектерді алуға болатындығы анықталды, екінші жағынан, ультрадисперсті мыс бөлшектерін электронды сәулелендіру кезінде құрылымдық фазалық түрлендірулер іс жүзінде жеткілікті зерттелмеген.

Жұмыстың мақсаты

Катодты тозаңдату және электролиз әдісімен мыстың ультрадисперсті бөлшектерін алу және олардың құрылымын радиациялық модификациялау мүмкіндігін зерттеу.

Зерттеу міндеттері. Осы мақсатқа жету үшін келесі міндеттерді шешу қажет болды:

- Катодты тозаңдату және электролиз әдісімен ультрадисперсті мысты синтездеу технологиясын пысықтау;
- Катодты тозаңдату және электролиз әдісімен алынған ультрадисперсті мыс құрылымын зерттеу;
- 15 – 30 кэВ энергиялы электрондармен ультрадисперсті мыс бөлшектерін сәулелендіру үшін қондырғы жинап, сәулелену әдістемесін әзірлеу;
- Әртүрлі энергиялармен және дозалармен электрондық сәулеленудің мыстың ультрадисперсті бөлшектерінің құрылымдық өзгерістерін зерттеу.

Зерттеу тақырыбы синтезделген және электрондармен сәулелендірілген ультрадисперсті мыс бөлшектері.

Зерттеу әдістері

Ультрадисперсті мыс бөлшектерінің синтезі үшін жоғары жиілікті сыйымдылықты разрядының плазмасында катодты тозаңдату әдісі және электролиз әдісі қолданылды, синтезделген ультрадисперсті мыс бөлшектерін зерттеудің негізгі әдістері энергия дисперсиясын талдау, рентгендік дифрактометрия, сканерлеу және жарықтандырғыш электронды микроскопия, оптикалық микроскопия, азбұрышты рентгендік шашырау әдісі болып табылады.

Жұмыстың ғылыми жаңалығы. Диссертациялық жұмыстың ғылыми жаңалығы мен өзіндік ерекшелігі ретінде алғаш рет:

- беті дамыған ультрадисперсті мыс бөлшектерінің синтезі технологиялық параметрлердің өзгеруінің тар диапазонында жүретіні эксперименталды түрде анықталды (аргон қысымы 40 – 53 Па, аргон ағыны $1 - 1,5 \cdot 10^{-6}$ м³/с және иондық плазмалық разряд қуаты 150 – 200 Вт);
- алғаш рет 18 кэВ энергиясы бар және 50 мкА/см² ток тығыздығы бар электрондармен ультрадисперсті мыс оксидінің бөлшектерін сәулелендіру кезінде 0,8 МГр дозада мыс оксиді (CuO) → мыс оксиді (Cu₂O) және 3,2 МГр дозада мыс оксиді (Cu₂O) → металл мысқа өзгереді, бұл электронды қабықтардың қайта құрылуымен байланысты;
- алғаш рет мыстың ультрадисперсті бөлшектерін 0,5 МэВ энергиясы және 60 А/см² ток тығыздығы бар импульсті электрон шоғырымен сәулелендіргенде, 2,5 кГр дозада тор параметрінің жоғарылауы, 12-ден 50 кГр-ға дейінгі доза диапазонында тор параметрі азаюы байқалды;
- алғаш рет мыстың ультрадисперсті бөлшектерін 20 кВ үдеткіш кернеуі бар және 40 – 60 кГр доза диапазонындағы ток тығыздығы 0,6 мкА/см² электрондармен сәулелендіру кезінде кристаллиттердің орташа мөлшерінің екі есе азаюына әкелетіні анықталды.

Зерттеудің практикалық маңыздылығы.

Зерттеу нәтижелері электронмен сәулелендіру әдісімен ультрадисперсті мыс бөлшектеріндегі кристаллиттердің орташа мөлшерін ұсақтау үшін тікелей қолданылуы мүмкін, бұл №34284 РК МПК В22F 9/04 (2006.01) алынған патенті растайды. Жұмыста ұсынылған жоғары жиілікті разряд плазмасында катодты тозаңдату әдісінің технологиялық параметрлері беті дамыған ультрадисперсті мыс бөлшектерін синтездеу үшін қолданылуы мүмкін. Сондай-ақ, ультрадисперсті мыс бөлшектерін электрондармен сәулеленудің эксперименттік нәтижелерін мыс торының параметрінің мөлшерін тиімді басқару үшін пайдалануға болады. Сонымен қатар, жұмыста ультрадисперсті мыс оксидінің бөлшектерінің фазалық құрамын тиімді басқаруға болатын электрондармен сәулелендіру құрылғысының схемасы және сәулелену параметрлері ұсынылған.

Қорғауға шығарылатын негізгі тұжырымдар:

- I. Технологиялық параметрлердің тар диапазонында жоғары жиілікті сыйымдылықты плазмалық разрядтағы мыс нысанын катодты шашыратуда: аргон қысымы 40 – 53 Па, аргон ағыны $1 - 1,5 \cdot 10^{-6}$ м³/с және плазмалық разряд қуаты 150 – 200 Вт болғанда дамыған беті бар ультрадисперсті мыс бөлшектер өседі.

- II. Мыс оксидінің ультрадисперсті бөлшектерін энергиясы 18 кэВ және ток тығыздығы 50 мкА/см^2 электрондармен сәулелендіру келесі химиялық реакцияларға әкеледі: мыс оксиді (CuO) мыс оксидіне (Cu_2O) айналады, содан кейін металл мысқа айналады (мыстың ультрадисперсті бөлшектерін қалпына келтіру үшін қосымша процестерді қажет етпейді).
- III. Ультрадисперсті мыс бөлшектерінің тор параметрінің мөлшерін тиімді басқаруға импульсті электронды сәулелену дозасын (импульстің ұзақтығы 100 нс, 2 импульс 1 секунда) және тұрақты электрон энергиясы 0,5 МэВ, ток тығыздығы 60 А/см^2 мөлшерін өзгерту арқылы қол жеткізіледі. Сәулелену дозасы $D = 2,5 \text{ кГр}$ болған кезде a_0 тор параметрі 0,04% -ға артады, $D = 12 - 50 \text{ кГр}$ доза аралығында, a_0 тор параметрі 0,13% -ға дейін төмендейді.
- IV. Мыс бөлшектерін дозасы 40 – 60 кГр аралығында энергиясы 20 кэВ және ток тығыздығы $0,6 \text{ мкА/см}^2$ электронды сәулемен сәулелендіргенде, кристаллит мөлшері 55-тен 25 нм-ге дейін азаяды.

Автордың жеке үлесі диссертациялық жұмыстың бүкіл көлемін, зерттеу әдісін таңдауды, мәселелерді шешуді және эксперименттік қондырғыны жаңартуды автордың өз бетімен жасағандығында. Тапсырмалады қою және нәтижелерін талқылау ғылыми кеңесшілермен бірлесіп өткізілді. Ультрадисперсті мыс бөлшектерін алу және оларды электрондармен сәулелендіріп, құрылымдық өзгерістерін зерттеп, талдау автор толығымен өзі атқарды.

Нәтижелердің сенімділігі ҚР БҒМ білім және ғылым саласындағы бақылау бойынша Комитетімен ұсынылған және жақын мен алыс шетел халықаралық ғылыми конференцияларының еңбектеріндегі басылымдардың жарияланымдарымен расталады.

Диссертациялық жұмыстың апробациясы. Диссертациялық жұмыста алынған нәтижелер баяндалды және талқыланды:

Nakysbekov Z. et al. The change in the lattice parameter of Cu nanopowders under the action of a pulsed electron beam //International Journal of Nanotechnology. – 2019. – Т. 16. – №. 1-3. – С. 115-121.

Nakysbekov Zh. T. et al. Synthesis of Copper Nanoparticles by Cathode Sputtering in Radio-frequency Plasma //Journal of Nano- & Electronic Physics. – 2018. – Т. 10. – №. 3;

Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Габдуллин М.Т., Айтжанов М.Б., Суюндыкова Г.С., Досеке У. Рентгеноструктурный анализ нанопорошка меди // Вестник КазННТУ. – 2018. – №. 2. – С. 503;

Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Айтжанов М.Б., Суюндыкова Г.С., Шаймуханова А.Т., Габдуллин М.Т.. Влияния электронного пучка малой мощности на структуру нанопорошков меди // Вестник КазННТУ. – 2017. – №. 4. – С. 246;

Накысбеков Ж.Т., Мухамадиев Д.К., Бибатырова Л.К., Даму А., Нұрғали Е.Е. Особенности различий синтеза медных порошков и покрытий электрохимическом методом // Вестник КазННТУ. – 2016. – №. 5. – С.586;

Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Айтжанов М.Б., Габдуллин М.Т. Изменение параметра решетки нанопорошка меди под действием импульсного электронного пучка большой энергии // Сборник тезисов IX ежегодной конференции НОР. –М. Россия, 2018. – С. 29;

Buranbaev M., Yar-Mukhamedova G., Bozheyev F., Nakysbekov Zh., Aitzhanov M. Phase transition of hexagonal Be nanocrystal into cubic superlattice under X-ray radiation // 18th International Multidisciplinary Scientific GeoConference SGEM2018. – Albena, Bulgaria, 2018. –P. 393;

Nakysbekov Zh.T., Buranbaev M.Zh., Gabdullin M.T., Aitzhanov M.B., Suyundykova G.S. Influence of low power electron irradiation on the structure of copper nanopowder // 9th International conference on Advanced Nanomaterials, Aveiru, Portugal, 2017;

Buranbaev M.Zh., Embergenova K.R., Nakysbekov Zh. The radiographik analysis of the copper nanopowder irradiated by fast electrons // International scientific and practical conference World Science, - Dubai, 2015. – P.62;

Накысбеков Ж.Т., Айтжанов М.Б., Тоганбаева А.К., Бегманов С.М., Мәді Д.Ө., Получение нанопорошков меди катодным распылением // Международная научная конференция студентов и молодых ученых «Фараби Элемі». – Алматы, 2018;

Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Айтжанов М.Б., Мухамадиев Д.К., Габдуллин М.Т. Синтез наночастиц меди методом электролиза // IV Международная Научная Конференция «Современные проблемы физики конденсированного состояния, нанотехнологий и наноматериалов» (Сарсембиновские чтения)", Алматы, 10-12 сентября 2016.– С. 171-174;

Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Айтжанов М.Б., Мухамадиев Д.К., Габдуллин М.Т. Особенности формирования электролитических порошков меди и влияние электронного облучения на их размеры // IV Международная Научная Конференция «Современные проблемы физики конденсированного состояния, нанотехнологий и наноматериалов» (Сарсембиновские чтения)", Алматы, 10-12 сентября 2016. – С. 167-171.

Способ радиационного дробления нанопорошков меди электронным пучком: пат. №34284 РК МПК В22F 9/04 (2006.01), В22F 1/00 (2006.01), В02С 19/18 (2006.01)/ Накысбеков Ж.Т., Буранбаев М.Ж., Габдуллин М.Т. и др. Патентообладатель КазНУ; заявл. 2018/0705.1; бюл. № 16-24.04.2020

Жарияланымдар. Диссертациялық жұмыс материалдары негізінде 18 баспа жұмыстары жарық көрді: 3 PhD докторантура дәрежесін алу үшін диссертацияның негізгі нәтижелерін жариялау үшін Қазақстан Республикасы ҚР БҒМ білім және ғылым саласындағы бақылау бойынша Комитетімен ұсынылған тізімінен журналдарда және халықаралық ақпараттық ресурс Scopus-қа енгізілген импакт-факторы бар журналдарда 2 мақала (Elsevier, Нидерланды); Халықаралық ғылыми конференциялардың материалдарындағы 13 жұмыс және Қазақстан Республикасының 1 инновациялық патенті.

Диссертацияның көлемі мен құрылымы. Диссертациялық жұмыс кіріспеден, 3 бөлімнен, қорытындыдан және 240 атаудағы пайдаланылған

дереккөздер тізімінен тұрады, компьютердің негізгі мәтінінің 109 бетін, 73 сурет пен 7 кестені қамтиды.

Диссертацияның бірінші тарауы әдебиеттерге шолу жасауға және негізгі ғылыми мәселені тұжырымдауға арналған. Мыстың ультрадисперсті бөлшектерін алу әдістерінің жалпы әдістері туралы мәліметтер осында келтірілген. Сонымен қатар, сәулеленудің ультрадисперсті материалдар құрылымына әсері туралы зерттеулердің қазіргі жағдайын сипаттайды.

Диссертацияның екінші тарауында катодты тозаңдату және электролиздеу әдістерімен мыс бөлшектерін синтездеу бойынша эксперименттер, сондай-ақ ультрадисперсті мыс бөлшектерін алудың оңтайлы технологиялық параметрлерін таңдау бойынша ұсыныстар келтірілген.

Үшінші тарау синтезделген ультрадисперсті мыс бөлшектерін сәулелендіру бойынша тәжірибелерге және алынған негізгі эксперименттік нәтижелерді талқылауға және оларды талдауға арналған.