

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ
МИНИСТРЛІГІ

СӨТБАЕВ УНИВЕРСИТЕТІ

Ө.А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты
Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы

Ажаипова Бану Шахимардановна

«Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу»

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы»
мамандығы

Алматы-2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ
МИНИСТРЛІГІ

СӘТБАЕВ УНИВЕРСИТЕТІ

Ө.А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты

Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы

ҚОРҒАУҒА ЖІБЕРІЛДІ

«МНЖИФ»

кафедра

менгерушісі т.ғ.к.

 У.К. Какимов

« 23 » маусым 2022 ж.

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС (ЖОБА)

«Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу»

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы

Орындаған

Ажаипова Б.Ш.

Пікір беруші:

PhD докторы,

«Көміртекті наноматериалдар»

зертханасының менгерушісі

ШЖҚ РМК «Ғылым Проблемалары

Институты»

 О. Досжанов

« 30 » маусым 2022 ж.

Ғылыми жетекші:

PhD докторы,

«ЖФ» кафедрасының менгерушісі

 А.Б. Лесбаев

« 30 » маусым 2022 ж.

Алматы-2022

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ
МИНИСТРЛІГІ

СӘТБАЕВ УНИВЕРСИТЕТІ

Ө.А. Байқоңыров атындағы тау-кен металлургия институты


Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы

ҚОРҒАУҒА ЖІБЕРІЛДІ

«МНЖИФ» кафедра

меңгерушісі Т.Ғ.К.

 У.К. Какимов

« 23 » мамыр 2022 ж.

Дипломдық жұмыс орындауға

ТАПСЫРМА

Білім алушы: Ажаипова Бану

Тақырыбы: «Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу»

Университет ректорының «24» желтоқсан 2021 ж. №489-П/Ө бұйырығымен бекітілген Аяқталған жұмысты тапсыру мерзімі « 23 » мамыр 2022 ж.

Дипломдық жұмыстың бастапқы берілістері:

1) Магнетит нанобөлшектерін темір оксиді негізінде алу

2) Алынған материалды СЭМ, РҚА негізінде зерттеу

Дипломдық жұмыста қарастырылған мәселелер:

1. Магнетит нанобөлшектеріне жалпы шолу




2. Тәжірибелік жұмыс жүргізу

Ұсынылған негізгі әдебиет атаулары: Berry C., Curtis A. Functionalisation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine; Bruce I.J., Sen T. Surface Modification of magnetic nanoparticles with alkoxy silanes and their application in magnetic bioseparations; Ақопджанов А.Г., Шимановский Н.Л., Науменко В.Ю., Семейкин А.В., Старостин К.М., Быков И.В., Манвелов Э.В.. Перспективы применения суперпарамагнитных наночастиц магнетита в качестве магнитно-резонансного контрастного средства.

Дипломдық жұмысты дайындау
КЕСТЕСІ

| | | |
|---|---|------------|
| Бөлімдер атауы, қарастырылатын мәселер тізімі | Ғылыми жетекші мен кеңесшілерге көрсету мерзімдер | Ескертулер |
| Әдеби шолу | 23.01.2022 - 28.02.2022 | |
| Тәжірибелік бөлім | 10.03.2022 – 07.04.2022 | |
| Дипломдық жұмысты алдын – ала қорғау | 23.05.22 | |


Дипломдық жұмыс (жоба) бөлімдерінің кеңесшілері мен норма бақылаушының аяқталған жұмысқа (жобаға) қойған **қолтаңбалары** (жұмысқа қарасты тараулардың нұсқаумен)

| Бөлім атауы | Кеңесшілер, (ғылыми дәрежесі, атағы) | Қол қойылған күні | Қолы |
|----------------------|---|-------------------|---|
| Әдеби шолу | Лесбаев А, PhD докторы | 30/04/22 |  |
| Тәжірибелік жұмыстар | Б.Б.Қайдар, Жану проблемалар институтының ғылыми қызметкері | 30/05/22 |  |
| Нормоконтролер | А.Б. Телешева, PhD докторы | 3.06.2022 |  |

Ғылыми жетекші

 Лесбаев А.Б

Тапсырманы орындауға алған білім алушы

 Ажайпова Б.Ш

Күні 26 қазан 2022 ж

АҢДАТПА

Дипломдық жұмыс химиялық тұндыру жолымен магнетит нанобөлшектерін алу жобасын қарастырды.

Дипломдық жұмыстың мақсаты: Химиялық тұндыру жолымен магнетит нанобөлшектерін алу әдісін зерттеу.

Бұл жұмыстың ғылыми жаңалығы берілген мөлшердегі нанобөлшектерді алу болып саналады.

Қазіргі уақытта нанобөлшектердің ерекше физикалық қасиеттері қарқынды зерттелуде. Олардың арасында магниттік қасиеттер ерекше орын алады. Магниттік нанобөлшектер (МНБ) –магнит өрістерімен басқаруға болатын нанобөлшектер классы. Қазіргі уақытта магниттік нанобөлшектерді алудың көптеген әдістері бар. Ең дәл және сапалы өнімді алу үшін химиялық конденсация әдісі қолайлы.

Тәжірибелік жұмыста магнетит нанобөлшектері химиялық конденсация әдісі арқылы синтезделіп,сканерлеуші электрондық микроскоп (СЭМ) пен рентген құрылыстық анализ (РҚА) бойынша зерттелді.Зерттелу кезінде олардың орташа мөлшерлері анықталды және біз алған бөлшектердің нанометрлік өлшемдері бар екендігі анықталды. Берілген мөлшердегі магнетит нанобөлшектерін алу үшін үш синтез режимі жасалды. Бірінші режимде ерітіндінің қыздыру температурасы 50°С болды. Екінші режимде 70°С және үшінші режимде 90°С.

АННОТАЦИЯ

В дипломной работе рассмотрен проект получения наночастиц магнетита путем химического осаждения.

Цель дипломной работы: изучить метод получения наночастиц магнетита путем химического осаждения.

Научной новизной данной работы считается получение наночастиц заданного размера.

В настоящее время интенсивно изучаются уникальные физические свойства наночастиц. Особое место среди них занимают магнитные свойства. Магнитные наночастицы (МНБ) – класс наночастиц, которые могут управляться магнитными полями. В настоящее время существует множество способов получения магнитных наночастиц. Для получения наиболее точного и качественного продукта подходит метод химической конденсации.

В экспериментальной работе наночастицы магнетита синтезировались методом химической конденсации и исследовались по сканирующему электронному микроскопу (СЭМ) и рентгеноструктурному анализу. При исследовании были определены их средние размеры и установлено, что полученные нами частицы имеют нанометровые размеры. Для получения наночастиц магнетита заданного размера были разработаны три режима синтеза. При первом режиме температура нагрева раствора составляла 50°C , 70°C во втором режиме и 90°C в третьем.

ANNOTATION

The thesis considered a project for obtaining magnetite nanoparticles by chemical deposition.

The purpose of the diploma work: to study the method of obtaining magnetite nanoparticles by chemical deposition

The scientific novelty of this work is considered to be the production of nanoparticles of a given size.

Currently, the unique physical properties of nanoparticles are being intensively studied. A special place among them is occupied by magnetic properties. Magnetic nanoparticles (MNBs) are a class of nanoparticles that can be controlled by magnetic fields. Currently, there are many ways to produce magnetic nanoparticles. To obtain the most accurate and high-quality product, the method of chemical condensation is suitable.

In the experimental work, magnetite nanoparticles were synthesized by chemical condensation and studied using a scanning electron microscope (SEM) and X-ray crystallography analysis (XRD). During the study, their average sizes were determined and it was found that the particles we obtained have nanometer dimensions. Three synthesis modes have been developed to obtain magnetite nanoparticles of a given size. In the first mode, the heating temperature of the solution was 50 ° C, 70 ° C in the second mode and 90 ° C in the third.

МАЗМҰНЫ

| | |
|--|----|
| КІРІСПЕ | 9 |
| 1. ӘДЕБИЕТТІК ШОЛУ | 10 |
| 1.1 Магнетит нанобөлшектері туралы жалпы сипаттама | 10 |
| 1.2 Магнетит нанобөлшектерін алу және синтездеу | 12 |
| 2. ЭКСПЕРИМЕНТТІК БӨЛІМ | 18 |
| 2.1 Зерттеу материалы мен әдістері | 18 |
| 2.2 Зерттеу нәтижелері | 24 |
| ҚОРЫТЫНДЫ | 30 |
| ҚЫСҚАРТУЛАР МЕН БЕЛГІЛЕНУЛЕР | 31 |
| ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ | 32 |

КІРІСПЕ

Өзектілігі. Наноқұрылымдарды зерттеу шамамен жиырма жыл бұрын қарқынды басталды және қолдану саласында белгілі бір орын алады. Нанотехнология сөзі салыстырмалы түрде жаңа деген мағына бергенімен, бұл жерде өлшемдеріне байланысты кіші өлшемді технологиялар ұғымы енгізіліп тұр.

Нанотехнология – бұл нанометрдің (метрдің миллиардтан бір бөлігі) өлшемді құрылғылардың, яғни бірнеше ондағаннан бірнеше мың атомға дейінгі құрылғылардың дамуымен байланысты ғылым мен техниканың саласы. Мұндай құрылғылардың негізгі мақсаты-жеке атомдармен және молекулалармен жұмыс істеу (биологиялық молекулалардағы атомаралық қашықтық нанометрдің оныншы бөлігімен өлшенеді). Нанотехнологияның дамуына сканерлеуші туннель микроскопының – затты Атом деңгейінде зерттеуге (атомдарды «көруге») және жеке атомдарды жылжытуға мүмкіндік беретін құрылғының құрылуы серпін берді. Осы өнертабысы үшін 1986 жылы Нобель сыйлығы берілді.

Нанохимия көптеген бөлімдерді қамтығандықтан және олардың барлығын дипломдық жұмыста қамту мүмкін емес болғандықтан, мен нанобөлшектерді алу әдістері бөліміне тоқталамын.

Дипломдық жұмыстың мақсаты: Химиялық тұндыру жолымен магнетит нанобөлшектерін алу әдісін зерттеу

Бұл жұмыстың ғылыми жаңалығы : Орташа өлшемдері 40 нм болатын магнетит нанобөлшектері химиялық конденсация әдісі арқылы алынды.

1 ӘДЕБИЕТТІК ШОЛУ

1.1 Магнетит нанобөлшектері туралы жалпы сипаттама

Магниттік нанобөлшектер (МНБ) - бұл магниттік қасиеттері бар 5-тен 100 нм-ге дейінгі табиғи немесе синтетикалық материалдардың бөлшектері. Биомедицинада, магнитті-резонансты томографияда, деректерді сақтау жүйелерінде, қоршаған ортаны қалпына келтіру технологияларында, магнитті басқарылатын сұйықтықтарда, әртүрлі детекторларда және иммуноанализ жүйелерінде МНБ қолданудың елеулі әлеуеті көрсетілген. Соңғы жағдайда МНБ сынама дайындау құралы ретінде де (аналитті тазарту, шоғырландыру), маркерлер ретінде де (магнитті детекциясы бар иммунохроматография) қолданылады.

Магнетит – аралас темір оксиді, яғни Fe_3O_4 . Ол айналмалы шпинельдің құрылымына ие. $1/3$ катиондар (Fe^{3+}) O_2 – аниондарының кубтық тығыз қаптамасындағы тетраэдрлік қуыстарды алады, октаэдрлік қуыстарда Fe^{2+} және Fe^{3+} катиондары тең мөлшерде орналасады. Магнетит көбінесе стехиометриялық емес, бұл жағдайда Fe^{3+} катион тапшылығы бар. Стехиометриялық магнетитте қатынасы $Fe^{2+}/Fe^{3+} = 0.5$ [1].

Әдетте магнетит темір (II) және темір (III) тұздарын сулы ерітіндіде келесі схема бойынша тұндыру арқылы алынады:



Магнетит синтезіне реактивтерді тұндыру әдісімен қосу тәртібі нанобөлшектердің мөлшеріне, пішініне және монодисперстігіне әсер ететінін атап өткен жөн. Сонымен, темір тұздарының қышқыл ерітіндісін сілтілі ерітіндіге тамызған кезде, өлшемі тар үлестірілген 10 нм нанобөлшектер алынады. Магнетиттің пайда болуы ферригидриттің пайда болуының аралық кезеңінен өтеді. Ферригидриттің құрамында жалпы қабылданған формула жоқ. Теориялық тұрғыдан оның формуласын $2,5Fe_2O_3 \cdot 2FeOOH \cdot 2,6H_2O$ деп жазуға болады, мұнда кристалл құрылымының реттік дәрежесіне байланысты химиялық байланысқан және байланыссыз судың қатынасы өзгереді.

Реакция рН ≈ 11 кезінде басталады. Мұндай жағдайларда Fe^{3+} ионы күшті гидролизге ұшырайды. Сонымен қатар, Fe^{2+} иондары ферригидрит құрылымына еніп, кейіннен магнетитке айналатын аралас валентті қосылыс түзеді.

Тұндыру әдісінің артықшылығы – нанобөлшектердің жоғары өнімділігі, бірақ алынған бөлшектердің мөлшерін бақылау қиын, өйткені бұл процесс көптеген параметрлерге (кристалдардың өсуінің кинетикалық факторларына, реакция жағдайларына, араластыру тәртібіне және т.б.) байланысты [1].

Қазіргі заманғы ғылым мен техниканың өзекті міндеттерінің бірі – берілген сипаттамалары бар миниатюралық құрылғыларды жасау үшін басқарылатын параметрлері бар жаңа функционалды материалдар жасау. Осыған байланысты молекула мен наноөлшемді компоненттердің жобалану қағидаттарына

негізделген жасанды түрде құрылған нанокұрылымды ортаны білдіретін композитті материалдарды пайдалану өте перспективті болып көрінеді. Композиттік материалдарды алудың жақсы дәлелденген әдісі – қарама-қарсы зарядталған полиэлектролиттердің ерітіндісінен дәйекті адсорбция әдісі. Сондай-ақ, дәйекті адсорбция әдісі жаңа функционалды қасиеттер беру үшін алынған материалдардың құрылымына органикалық және неограникалық нанобөлшектерді қосуға мүмкіндік береді. Нанокөпозитті жабындарды алудың басқа әдістеріне қарағанда дәйекті адсорбция әдісінің негізгі артықшылықтары бар. Мысалы, Лэнгмюр - Блоджетт әдісі қарапайым, арзан және алынған жабындыларының сапасы жоғары болып табылады.

Жақында құрылымында магниттік нанобөлшектері бар нанокөпозиттік материалдар радио сініргіш жабындар, ақпаратты сақтау құралдары, электроникадағы, сондай-ақ спинтроникадағы функционалды жабындар ретінде пайдалану мүмкіндігіне байланысты белсенді түрде зерттелуде. Бірқатар жұмыстарда нанокөпозиттік жабындардың физикалық параметрлерін олардың электрофизикалық, оптикалық, магниттік қасиеттерін, сондай-ақ беткі морфологиясын сипаттайтын басқаруды нанобөлшектердің адсорбция циклдерінің санын өзгертуге мүмкіндік беретіні көрсетілген, бұл олардың жабындағы көлемдік фракциясының өзгеруіне әкеледі [2].

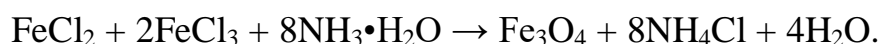
Электроникада магнитті жұқа қабықшалар магнитті жұқа пленкалы микроиндукторларды жасауда кеңінен қолданылады. Негізгі тәсіл-магниттік - жұмсақ материалдардың жұқа пленкаларын жоспарлау технологиясымен жасалған индуктивті элемент құрылымына қосу. Магниттік пленкаларды енгізу индуктивті элемент құрылымындағы магнит өрістерінің таралуына әсер етеді, бұл оның индуктивтілігі мен сапасының артуына әкеледі. Жұмыста индуктивті элементтердің сипаттамаларын жақсартудың жаңа тәсілі көрсетілген, ол индукторлардың құрылымына кіретін металл өткізгіштің бетін тікелей өзгертуден тұрады және металл бетінде мезопорлы қабат құру және алынған кеуектерді ерітіндіден дәйекті адсорбция әдісімен магнетит нанобөлшектерімен толтырудың екі қадамын біріктіреді.

МНБ алу кезінде, әдетте, темір, никель және кобальт және олардың оксидтері қолданылады. Таза металдардың кемшілігі-олардың магниттелуі атмосфералық оттегімен жанасатын беттің тотығуымен төмендейді. Алайда, осы кемшіліктерсіз заттардың субклассы бар - ферриттер. Олардың жалпы формуласы $MO-Fe_2O_3$, мұндағы m-метал ионы. Бұл топтың ең көп таралған өкілі-магнетит ($Fe^{3+}[Fe^{2+}Fe^{3+}]O_4$). Магнетиттің негізгі артықшылықтары-тотығуға сезімталдықтың төмендігі, жоғары магниттік қасиеттер және төмен шығындар[3].

Магниттік материалдың көлемін бір домендік деңгейге дейін (бірнеше ондаған нм-ден аз) азайту арқылы ол суперпарамагнетизм қасиетін алады. Магнит өрісін алып тастағанда суперпарамагниттік бөлшектер магниттелуді толығымен жоғалтады, яғни бастапқы күйіне оралады және ерітіндіде оңай қалпына келтірілуі мүмкін.

Магнетит алу үшін көбінесе тұндыру әдісі қолданылады [2], бұл әдіс бөлме температурасында немесе жоғары температурада инертті атмосфераға негіз қосу арқылы тұзды су ерітінділерінен МНБ алуды көздейді.

Схемалық түрде магнетит алу жолы төмендегідей:



Толық тұнба рН мәні 8-ден 14-ке дейін болады. Бөлшектердің пішіні мен құрамы тұз түріне (хлоридтер, сульфаттар, нитраттар), $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ қатынасына, реакция температурасына, рН, сондай-ақ негіз түріне және араластыру жылдамдығына байланысты[4].

1.2 Магнетит нанобөлшектерін алу және синтездеу

Наноөлшемді бөлшектердің пайда болуының ең көп кездесетін кинетикалық үлгісі-кристалдық фазаның жоғары нуклеация жылдамдығының оның төмен өсу жылдамдығымен үйлесуі. Нанобөлшектерді синтездеудің дәл осы ерекшеліктері оны жүзеге асырудың технологиялық жолдарын анықтайды.

Нанобөлшектерді алудың барлық әдістерін екі үлкен топқа бөлуге болады. Біріншісі нанобөлшектерді алу және зерттеу әдістерін біріктіреді, бірақ осы әдістерге сүйене отырып, жаңа материалдар жасау қиын. Бұған өте төмен температурадағы конденсация, химиялық, фотохимиялық және радиациялық қалпына келтірудің кейбір нұсқалары, лазерлік булану жатады.

Екінші топқа нанобөлшектер негізінде наноматериалдарды алуға мүмкіндік беретін әдістер кіреді. Бұл, ең алдымен, механохимиялық ұсақтаудың әртүрлі нұсқалары, газ фазасынан конденсация, плазмохимиялық әдістер және т.б[5].

Әдістердің бұл бөлінуі салыстырмалы түрде шартты. Бірақ бұл олардың тағы бір ерекшелігін көрсетеді: жеке атомдарды үлкейту және біріктіру арқылы бөлшектерді алу. Бірінші тәсіл негізінен наноөлшемді бөлшектерді алудың химиялық әдістеріне, екіншісі физикалық әдістерге тән. Атомдарды үлкейту арқылы нанобөлшектерді алу Жалғыз атомдарды нанохимияның төменгі шекарасы ретінде қарастыруға мүмкіндік береді. Жоғарғы шекара кластердегі атомдар санымен анықталады, онда бөлшектердің мөлшерінің одан әрі ұлғаюы химиялық қасиеттердің сапалық өзгеруіне әкелмейді.

Наноұнтақтардың буландыру және конденсация әдісі арқылы түзілуінің негізгі заңдылықтары:

1.Бөлшектер конденсациялау аумағында буды суыту кезінде түзіледі. Газ қысымы азайғанда конденсация аумағы ұлғаяды. Оның ішкі шекарасы буландырғыштың маңында орналасады, ал сыртқы шекарасы қысымның азаюына қарай реакциялық ыдыстың сыртына дейін шығып кетуі мүмкін.

Жалпы жағдайда бөлшектің қалыптасуына шығындалатын жұмыс А беттің түзілуі A_s мен көлемнің түзілуі A_v үшін жасалатын жұмыстардың алгебралық

қосындысы түрінде болады. Осы екі шаманың қатынасы бөлшектің қалыптасуы кезінде айтарлықтай рөл атқарады. Қарапайым жағдайда, гомогенді қалыптасу кезінде газ фазасынан радиусы r сфералық бөлшектің түзілуі кезінде Гибстің бос энергиясының өзгерісі:

$$\Delta G = \sigma 4\pi r^2 - \Delta G_v \frac{4}{3} \pi r^3 \quad (1)$$

мұндағы r – бөлшектің радиусы

σ – қалыптасқан бөлшек – бу шекарасындағы беттің бос энергиясы (беттік энергия)

ΔG_v – жүйенің изотермиялық сығылуға шығындайтын энергиясы.

$$\Delta G_v = \Delta \mu / (3\Omega) \quad (2)$$

мұндағы Ω – атомдық (молекулалық) көлем

$\Delta \mu$ – будан конденсацияланғанда өскін түзілуі кезінде химиялық потенциалдың өзгерісі:

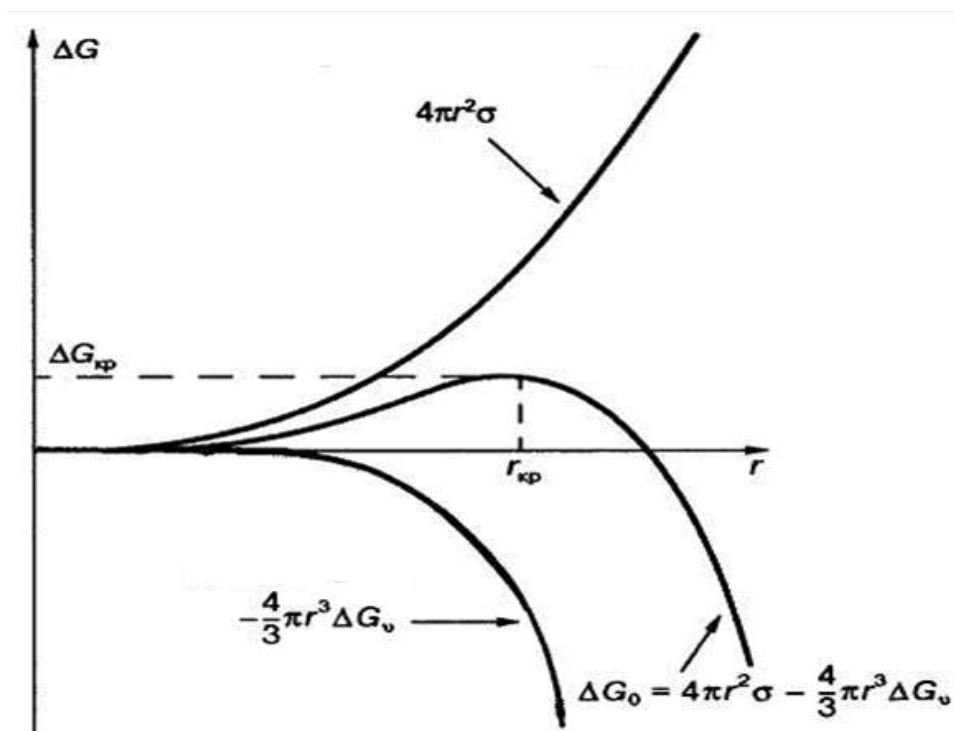
$$\Delta \mu = k_B T \ln(p / p_0) \quad (3)$$

мұндағы k_B – Больцман тұрақтысы

T – абсолютті температура

p, p_0 – жүйедегі бу қысымы және тепе-теңдік қысымы[9].

1 суретте өскін түзілу кезінде беттік және көлемдік бос энергиялардың өзгерісі көрсетілген. Бет түзілуі үшін жұмыс жүйенің негізінде жасалуы керек, ал көлем түзілуі кезінде жұмысты жүйенің өзі орындайды[10].

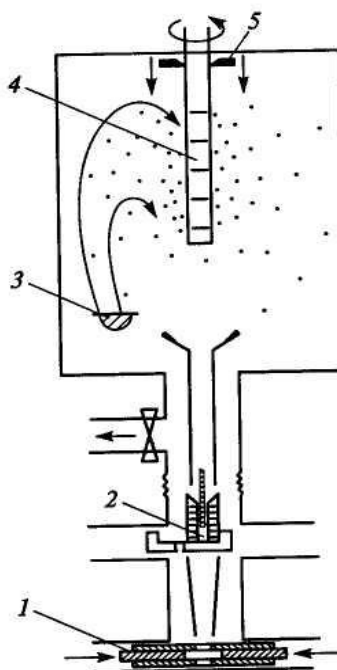


1 Сурет- Өскін түзілу энергиясының олардың радиустарына тәуелді өзгеруі[11].

Глейтер қондырғысында конденсациялық әдіс қолданылды. Сиретілген инертті газ атмосферасында ультрадисперсті ұнтақты алу вакуумдық пресстеумен біріктіріледі.

Суытылған айналмалы цилиндрдің бетіне конденсацияланатын нанобөлшектер арнайы қырғышпен алынып алдын-ала пресстелетін 2 пресс-формада жиналады, (қысым 1 Гпа дейін), ары қарай арнайы пресс-формада 1 жоғарырақ қысымда тығыздау жүргізіледі (қысым 3 – 5 Гпа дейін) [12].

Пресстеу, қыздырып біріктіру, тығыздау (компактирование) және т.б. – пішіндерін алдын-ала белгілейтін, қажетті өлшемдері және құрылымы мен қасиеттері бар үлгілерді (бұйымдарды) алуды қамтамасыз етуге негізделген. Осы операциялардың жиынын консолидация деп те атайды [13].



2 Сурет - Глейтер қондырғысының сұлбасы [14]:

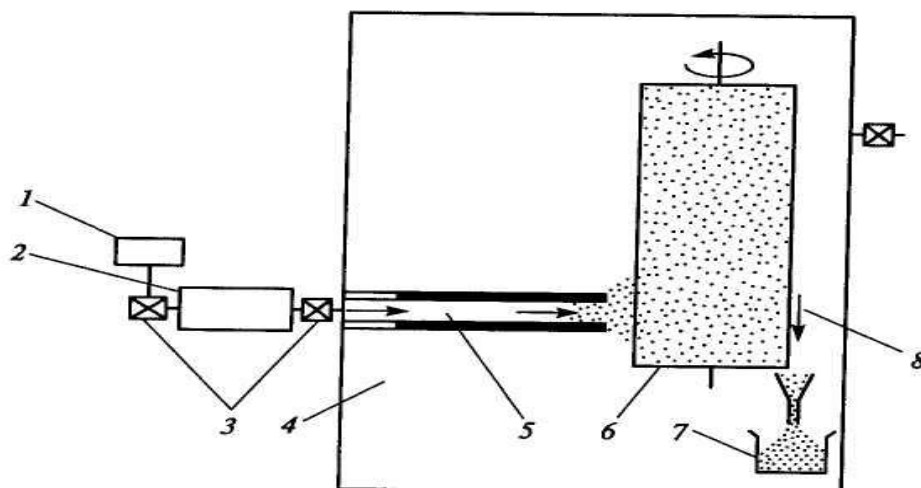
- 1 – жоғары қысымда тығыздайтын түйін;
- 2 – алдын ала пресстеу түйіні;
- 3 – буландырғыш;
- 4 – сұйық азотпен суытылатын айналмалы коллектор;
- 5 – қырғыш.

Көрсетілген 2 суретте прекурсор (бастапқы зат) ретінде металлорганикалық қосылыстарды қолданып конденсация әдісімен оксидтердің т.б. қосылыстардың (нитридтердің, карбидтердің) ультрадисперсті ұнтақтарын алуға арналған қондырғының сұлбасы келтірілген.

Өнімі аз қатты объектілерді буландыру бұл жағдайда тетраизопропилтитан немесе тетра-трет-бутилцирконий типті беріктігі төмен металлорганикалық қосылыстарды термиялық ыдыратумен алмастырылады. мұнда буландырғыш ретінде қыздырылатын трубалы реактор қолданылады, онда прекурсордың және нейтралды газдың (тасымалдаушының) газды қоспасы

жіберіледі және онда нанобөлшектер гетерогенді түзіледі. Осы қоспа буландырғыштан жұмыс камерасына шығарылады және айналмалы суытылатын цилиндрде конденсацияланады. Сол жерден арнайы коллекторға қырғышпен қырып алынады[15].

3 суретте оксидтердің ультрадисперсті ұнтақтарын алуға арналған қондырғының сұлбасы берілген.



3 Сурет - Оксидтердің ультрадисперсті ұнтақтарын алуға арналған қондырғының сұлбасы[16]:

1 – тасымалдаушы газды жеткізуші; 2 – прекурсордың көзі; 3 – реттеуші клапандар; 4 – жұмыс камерасы (газ қысымы 1–50 Па); 5 – қыздырылатын трубалы реактор; 6 – суытылатын айналмалы цилиндр; 7 – коллектор; 8 – қырғыш.

Мұндай қондырғылар өнеркәсіптік масштабта ультрадисперсті Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CeO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , In_2O_3 , Y_2O_3 и ZrO_2 ұнтақтарын алу үшін қолданылады. Өнімділігі шамамен 20 г/сағ.

Магнитті нанобөлшектерді алудың тағы бір әдісі-темір тұздарының немесе олардың кешендерінің тотықсыздандырғыштар мен тұрақтандырғыш агенттердің қатысуымен термиялық ыдырауы. Егер металл қосылыста 0 тотығу күйінде болса, онда ыдырау кезінде қарапайым зат алынады, содан кейін ол Fe^{2+}/Fe^{3+} аралас валенттілік күйіне дейін тотығады. Нәтижесі-біркелкі нанобөлшектер, олардың мөлшері кіші болады. Бұл әдістің кемшілігі-органикалық еріткіште синтездеу, нәтижесінде қосымша кезеңнің қажеттілігі – нанобөлшектерді органикалық фазадан су фазасына ауыстыру, өйткені нанобөлшектердің сулы ерітінділері биомедициналық қолдану үшін қолданылады.

Кері мицеллалардағы синтез

Бүгінгі таңда кері мицеллалардағы синтез үлкен танымалдылыққа ие болды. Оның мәні су ортасына түсіп, нанобөлшектерді ұстап тұратын нанореакторлар ретінде айналдырылған мицеллаларды қолдану болып табылады. Бұл әдіс нанобөлшектерді өте кіші мөлшерде бөлуге мүмкіндік береді және мицеллярлық жүйеде компоненттердің қатынасын өзгерту арқылы бұл көрсеткішті оңай өзгертеді. Алайда, бұл әдіс тұндыру мен термиялық ыдырауға қарағанда тар қолдану аймағына және төмен өнімділікке ие, сонымен қатар реактивтерді көп тұтынуды қажет етеді.

Гидротермиялық әдіс

Магниттік нанобөлшектерді синтездеудің тағы бір кең таралған әдісі- гидротермиялық әдісті атап өткен жөн. Ол су мен су ерітінділерінің қалыпты жағдайда іс жүзінде ерімейтін заттарды жоғары температурада (500 °C дейін) және қысымда (10-80 МПа, кейде 300 МПа дейін) еріту қабілетіне негізделген. Әрі қарай, қалыпты жағдайға оралған кезде, суда ерігіштігі төмен болғандықтан, алынған металл оксидтері нанобөлшектерді құрайды[17].

Микротолқынды синтез әдісі

Ерітінділердегі микротолқынды синтез әдісі басқа әдістермен салыстырғанда ерітіндінің бүкіл көлемін тез қыздыру, реакция жылдамдығы және жоғары өнімділік сияқты артықшылықтардың арқасында кең танымал болды. Жұмыста прекурсор ретінде акагенит нанобөлшектері қолданылды (β -FeOОН). Акагенит төмендету құралы ретінде $N_2H_4 \cdot H_2O$ гидразингидратының қатысуымен микротолқынды сәулеленуге ұшырады. Бұл магнетит (Fe_3O_4) және маггемит (α - Fe_2O_3) магниттік нанобөлшектердің қоспасын алуға мүмкіндік берді. Сонымен қатар, синтез барысында авторлар тотықсыздандырғыш концентрациясының өзгеруі алынған нанобөлшектердегі фазалардың қатынасына әсер ететінін көрсетті. Бұл әдістің басты артықшылығы-кристалдану өте тез жүреді, бұл микротолқынды пештің әсерінен ерітіндідегі жергілікті қызып кетумен байланысты болуы мүмкін. Салыстыру үшін, мысалы, термиялық ыдырау сияқты басқа әдістерде, кристалдылықты жақсарту үшін тұндыру көп уақытты қажет етеді.

Жалпы алғанда, нанобөлшектер бетінің үлкен ауданы мен жоғары химиялық белсенділігіне байланысты агломераттардың тотығуына және түзілуіне өте бейім, бұл олардың ерекше қасиеттерін бұзады. Қоршаған орта жағдайында нанобөлшектердің беті тотығуға ұшырайды және жұқа оксид қабаты пайда болады. Мұндай салдардың алдын алу үшін оларды көміртегі, кремний, асыл металдар, металл оксидтері, органикалық Полимерлер және беттік-белсенді заттар көмегімен "тығыздау" әдісі ұсынылады.

Тұрақтандыруға, яғни магниттік нанобөлшектердің агрегаттарының пайда болуына жол бермеуге электростатикалық күштерді немесе стерикалық факторларды қолдану арқылы қол жеткізуге болады.

Магнетитте Темір Льюис қышқылы ретінде әрекет етеді, сондықтан ол сыртқы молекулалардан жалғыз Электрон жұбын қабылдай алады. Суда магнетит гидратталған күйде болады және ерітіндінің рН-на байланысты оң немесе теріс зарядты көтере алады. Изоэлектрондық нүкте рН=6.8 кезінде байқалады. Содан кейін беттік зарядтың тығыздығы аз және оксидтің нанобөлшектері тұнбаға түседі[18].

Магнетит нанобөлшектерін тұрақтандырудың екі негізгі тәсілі бар. Бірінші жағдайда төмен және жоғары молекулалы органикалық молекулалар, соның ішінде полимерлер мен биомолекулалар қолданылады. Сонымен қатар, магнетит нанобөлшектерін карбоксил, фосфат және сульфат функционалды топтары бар органикалық қосылыстар арқылы тұрақтандыруға болады. Мысал ретінде темір оксидінің бетімен бір немесе екі карбоксил тобымен байланысатын лимон қышқылы (стерильді факторларға байланысты) болады, сондықтан кем дегенде тағы бір топ бетінде қалады, бұл нанобөлшекті теріс зарядталған және гидрофильді етеді. Бұл өз кезегінде агрегацияны болдырмайды.

Магниттік нанобөлшектерді синтездеу перспективалы зерттеу саласы болғандықтан, магниттік нанобөлшектерді синтездеудің әртүрлі әдістеріне арналған көптеген жұмыстар бар. Қазіргі уақытта темір оксидтері (магнетит (Fe_3O_4) және маггемит ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$)), таза металдар немесе қорытпалардан тұратын әртүрлі құрамдағы және формадағы магниттік нанобөлшектер синтезделді. Магниттік нанобөлшектерді синтездеудің іс жүзінде қолданылатын әдістерінің ішінде бірқатар негізгілерді бөліп көрсету керек: тұндыру, термиялық ыдырау, микроэмульсиялық, гидротермалдық және микротолқынды әдістер[19].

Соңғы онжылдықта нанотехнология өте танымал болды. Бұл наноөлшемді бөлшектердің микроскопиялық материалдармен салыстырғанда жаңа физикалық, химиялық және механикалық қасиеттерге ие болуымен байланысты. Бұл мөлшердің азаюымен және наноөлшемді күйге ауысуымен бетінің көлемге қатынасы, демек, көлемдік бірліктерге қатысты беттік атомдардың үлесі артады. Физикалық қасиеттерге оптикалық, электрлік және магниттік қасиеттер жатады. Ең тән-магниттік қасиеттер, олардың зерттеулері микроөлшемді материалдармен салыстырғанда наноматериалдарда тағы бір көріністі көрсетті. Сонымен қатар, магниттік момент (бір атомға есептелген) және нанобөлшектердің магниттік анизотропиясы микроматериалға қарағанда едәуір көп болуы мүмкін екендігі көрсетілді. Бұл басқа магниттік қасиеттерге де қатысты, мысалы Кюри немесе Неель температурасы және коэрцитивті өріс [4]. Жалпы жағдайда нанобөлшектердің магниттік әрекеті бөлшектердің мөлшері, кристалл торының түрі және бөлшектердің морфологиясы сияқты маңызды физикалық сипаттамалармен анықталады. Биомедицинадағы магниттік нанобөлшектердің арасында негізінен ферромагниттік және суперпарамагниттік нанобөлшектер қолданылады. Темір, никель, кобальт сияқты материалдарға негізделген ферромагниттік нанобөлшектерде атомның пайда болатын магниттік

моменті нөлге тең емес, бұл жұпталмаған электрондардың болуына байланысты. Нанобөлшек көптеген атомдардан тұратын домендерден тұрады, олардың магниттік моменттері доменнің магниттік моменттерінің жалпы желісін құрайды. Құрылған желінің алынған магниттік моменті белгілі бір бағытқа ие.

Қазіргі кезде кеңінен ферромагниттік нанобөлшектер орналастырылады. Сонымен қатар, ферромагниттік нанобөлшектерде магнит өрісі жойылғаннан кейін қалдық магнит моменті болады. Сондықтан ферромагниттік нанобөлшектердің тағы бір маңызды сипаттамасы – коэрцитивті күш (H_c) - магниттелуді нөлге келтіру үшін қажет магнит өрісі. Ферромагниттік нанобөлшектер критикалық радиусқа жеткенде, ол әдетте 50 нм-ден аз болады, олардың домендерге бөлінуі тоқтайды, нәтижесінде бір доменнен тұратын және осьтердің бірінде біркелкі магниттелген суперпарамагнитті нанобөлшектер пайда болады. Магнит өрісін қолданған кезде суперпарамагнитті күйдегі магниттік нанобөлшектер магнит өрісінің өзгеруіне қалдық магниттелусіз және коэрцитивтіліксіз тез жауап береді [20].

Темір оксидтеріне негізделген нанобөлшектер ең көп таралған, өйткені металл нанобөлшектермен салыстырғанда әлсіз магниттік қасиеттерге қарамастан, олар тотығуға төзімді, аз уытты және функционалдылықтың кең мүмкіндіктеріне ие[21].

2 ЭКСПЕРИМЕНТТІК БӨЛІМ

2.1 Зерттеу материалы мен әдістері

Қазіргі уақытта наноматериалдарды, әсіресе магниттік нанобөлшектерді алудың көптеген әдістері бар. Мысалы: ультрадыбыстық әдіс, химиялық тұндыру, сол гель әдісі және т.б[22].

Ең дәл және сапалы өнімді алу үшін химиялық конденсация әдісі қолайлы. Химиялық тұндыру әдісі химиялық реакция арқылы ерітінді алу болып табылады. Реактивтерді араластыру арқылы тұнбаға түсетін зат аламыз. Реакцияның тезірек өтуі үшін арнайы тұндырғыш заттар қосылады. Магнетит ұнтақтарын алу кезінде аммиак тұндырғыш зат ретінде қызмет етеді. Әрі қарай, аммиак қалдықтарынан құтылу үшін орташа есеппен 10 литр дистилденген су жуылады. Жуғаннан кейін кептіру процесі өтеді. Ерітінділерді кептіру және ұнтақтарды алу үшін табиғи кептіру жолдары қолданылады[23].

Химиялық әдісті ескере отырып, оның бірқатар маңызды емес магниттік нанобөлшектерді алудың физикалық және микробиологиялық әдістерімен салыстырғанда артықшылықтары[24]. Магниттік нанобөлшектердің синтезінің химиялық конденсациясы:

- көп энергия шығынын қажет етпейді
- процестің өзі үнемді
- сондай-ақ *in vivo* және *in vitro* қолдануға жарамды
- синтез жағдайларын түзету арқылы нанобөлшек параметрлеріне өзгерістер енгізуге болады[25].

Алғашқы тәжірибелік жұмыс 2022 жылдың 10-11 наурызында жасалды. Бұл синтез үшін арнайы құрылғылар мен жабдықтар қажет болды: Ыстыққа төзімді колба (1000 мл), жылытылатын магниттік араластырғыш, аналитикалық таразы, кептіргіш шкаф, өлшеуіш ыдыс, штатив, жүйе, арнайы өлшеуіш қасық, жылытылатын магниттік араластырғыш үшін магнит.

Эксперименттік жұмыс үшін қажет болды:

- таза химиялық реактивтер :
- Темір сульфаты ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- үшхлорлы темір ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- Аммиактың 25% сулы ерітіндісі ($\text{NH}_4\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)

4 суретте темір сульфаты және темір хлориді көрсетілген.



4 Сурет - Темір сульфаты және темір хлориді

Экспериментті бастау үшін келесі химиялық құралдар мен жабдықтар қолданылды: термометр, аналитикалық сағат, магниттік араластырғыш, 1 литрлік ыстыққа төзімді колбалар, өлшеуіш ыдыс.

Синтезді бастамас бұрын темір тұздарының екі сулы ерітіндісін дайындау керек болды. Бірінші ерітінді Темір сульфатымен ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), молярлық массасы 0,2 моль/л, массасы 4,516 г, Ол 81,25 мл дистилденген суда ерітілді. екінші ерітінді 0,32 моль/л, массасы 7,0275 Г болатын үш хлорлы темірмен ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ол да ерітілді көлемі 81,25 мл дистилденген суда.

5 суретте магниттік араластырғышта ерітіндіні араластыру процесі көрсетілген.



5 Сурет-Магниттік араластырғышта ерітіндіні араластыру

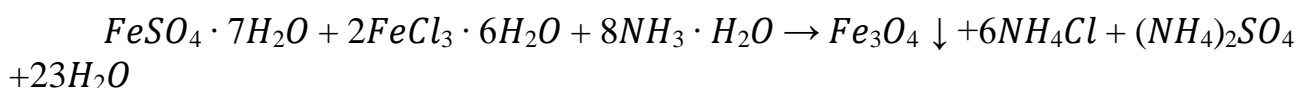
Дайын ерітінділер 1 литр көлеміндегі ыстыққа төзімді колбаға құйылып, ерітінді қыздырылған магниттік араластырғышпен араластырылуы үшін колбаға магнит қойылды. Қыздырылған магниттік араластырғыштың температурасы 50°C деңгейінде сақталды. Сонымен қатар, жүйе арқылы темір сульфаты мен трихлорлы темір бар ерітіндіге секундына 25% сулы аммиак ерітіндісінің бір тамшысы қосылды.

6 суретте 25% сулы аммиак ерітіндісін ерітіндіге қосу процесі көрсетілген.



6 Сурет- 25% Сулы аммиак ерітіндісін ерітіндіге қосу

Аммиакты толығымен тамшылатқаннан кейін, ерітіндіні жоғары сапалы араластыру үшін және магнетит нанобөлшектерінің пайда болу реакциясы үшін қыздырылған магниттік араластырғышта тағы 20 минут тұрады. Магнетит нанобөлшектерінің түзілу процесін теңдеу арқылы байқауға болады[26]:



Қосымша араластырудың соңында колба ерітіндімен тұрды және күні бойы тұндырылды.

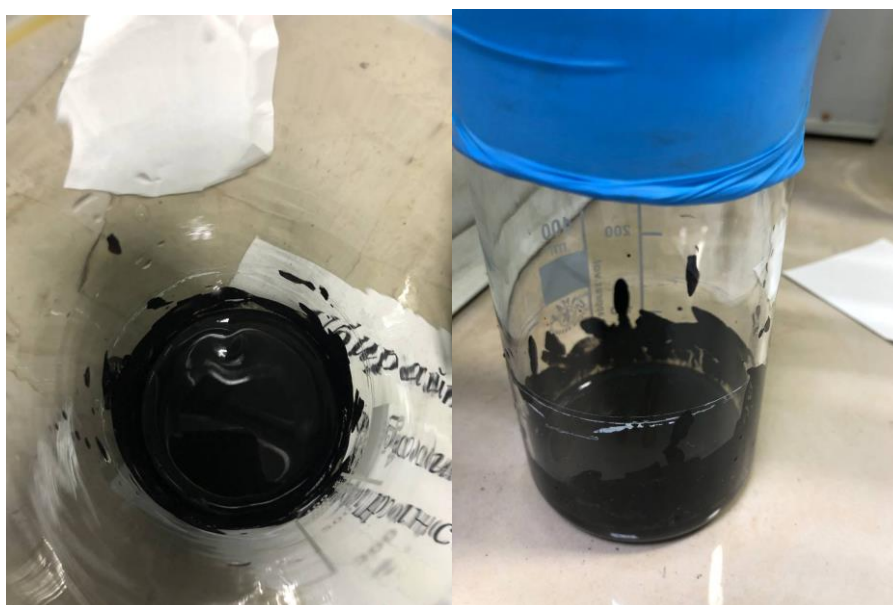
7 суретте ерітіндіні тұндыру процесі көрсетілген.



7 Сурет – Ерітіндіні тұндыру процесі

Келесі күні алынған тұнба сүзіліп, ерітінді аммиак қалдықтары мен оның иісінен 9-11 рет дистилденген сумен жуылады. Ерітіндіні жуған кезде тұнба күтілді, содан кейін алынған таза сұйықтық құйылып, таза дистилденген су құйылды. Осы жұмыстың соңында ылғалмен алынған тұнба басқа колбаға ауыстырылды және белгілі бір дәрежеде магнетиттен ылғалдың булануы үшін кішкене тесіктер қалдырып, магнетитке оттегіге қол жеткізуді тоқтатты.

8 суретте аммиактан дистилденген сумен сүзгіленгеннен кейін магнетит көрсетілген.



8 Сурет - Аммиактан дистилденген сумен сүзгіленгеннен кейін магнетит

Келесі қадам ретінде магнетит 2-3 күн кептіру камерасынсыз табиғи жолмен кептірілді.

9 суретте магнетитті кептіру процесі көрсетілген.



9 Сурет – Магнетитті кептіру процесі

Кептірілген ерітінді ұсақталып, пробиркаға құйылып, өлшенген магнетит ұнтағы алынды. Алынған магнетит ұнтағының массасы 2,13 г құрады.

Алынған магнетит ұнтағының 1-ші үлгісін 10 суреттен көре аламыз.



10 Сурет - Алынған магнетит ұнтағы 1-ші үлгі

Екінші тәжірибе 2022 жылдың 13 наурызында басталды.

Ерітіндісі бар колба магниттік араластырғышта 70°C температурада араластырылды. Әрі қарай, секундына екі тамшы жылдамдықпен алынған ерітіндіге 40 мл 25% сулы аммиак ерітіндісі құйылды. Екінші рет аммиакты тез тамшылатып көрдік. Сондай-ақ, аммиакты толығымен тамшылатқаннан кейінгі алғашқы тәжірибедегідей, алынған ерітінді магниттік араластырғышта араластырыла берді. Реакцияның толық өтуі үшін 20 минут бойы сақталды.

Алынған ерітінді орта есеппен 5-6 рет он литр дистилденген сумен жуылады. Жуылып және аммиак иісінен құтылғаннан кейін ерітіндіні кептіруге көшті. Кептірудің процесі алғашқы тәжірибедегідей болды. Орташа алғанда, ерітіндіні кептіру 1 күнді алды. Кептірілген ерітінді ұсақталып, пробиркаға құйылып, өлшенген магнетит ұнтағы алынды. Алынған магнетит ұнтағының массасы 6,82 г құрады.

Алынған магнетит ұнтағының 2-ші үлгісін 11 суреттен көре аламыз.



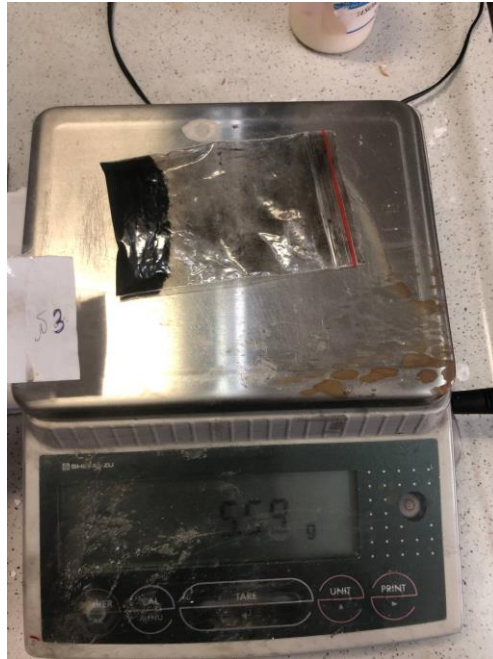
11 Сурет - Алынған магнетит ұнтағы 2-ші үлгі

Үшінші тәжірибе 2022 жылдың 14-15 наурызында өткізілді.

Ерітінді 90°C температурада магниттік араластырғышта араластырылды. Әрі қарай, секундына бір тамшы жылдамдықпен алынған ерітіндіге 60 мл 25% сулы аммиак ерітіндісі құйылды. Барлық аммиак қосылғаннан кейін, реакцияның толық өтуі үшін ерітінді 20 минут ішінде магниттік араластырғышта араластырылды.

Орташа алғанда, он литр дистилденген суды қолдана отырып, алынған ерітінді 5-6 рет жуылды. Бұдан әрі алынған ерітіндіні кептіріп, ұсақтатып және өлшенді. Алынған магнетит ұнтағының массасы 5,59 г құрады.

Алынған магнетит ұнтағының 3-ші үлгісін 12 суреттен көре аламыз.



12 Сурет - Алынған магнетит ұнтағы 3-ші үлгі

2.2 Зерттеу нәтижелері

Магнетит ұнтақтары алынғаннан кейін, өлшеніп, арнайы түтіктерге құйылғаннан кейін, үлгілер физика - техникалық институтқа әрі қарай зерттеу үшін жіберілді.

Бұл жағдайда жарық көзі катодтық сәулелік түтікпен шығарылатын электрондар болып табылады. Электрондардың сәулесі зерттелетін объектінің бетіне дақ түрінде назар аударады, соның арқасында үлгіні сканерлейді. Дақтың диаметрі 5 нм-ге жетеді. Электрондардың сәулесі бетімен соқтығысқан кезде эмиссия процесі байқалады. СЭМ-дегі суреттер электронды сәулелік түтікке енгеннен кейін пайда болады[27].

Сканерлеуші электронды микроскопта кескіндердің үш түрі пайда болады: қайталама электрондардың, кері таралған электрондардың, сондай-ақ рентген сәулесінің әсерінен пайда болады[28].

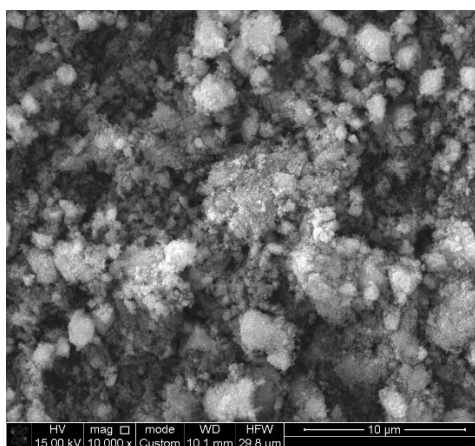
СЭМ-ді қолданудың қиындықтарының бірі-вакуум жасау, өйткені электрондардың ауада еркін қозғалу мүмкіндігі жоқ.

13 суретте сканерлейтін электронды микроскоп көрсетілген.

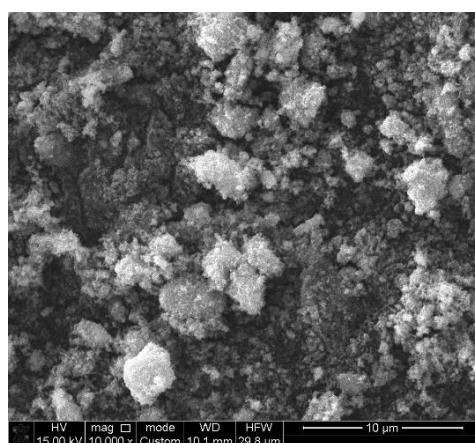


13 Сурет-Сканерлейтін электронды микроскоп

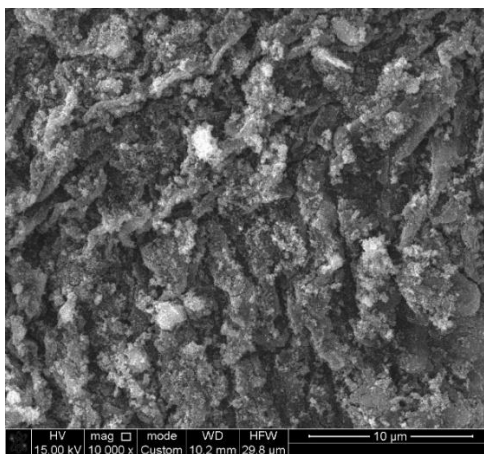
СЭМ-де үлгілер зерттелді. 14,15,16 суреттерде алынған үлгілердің СЭМ суреті көрсетілген.



14 Сурет – 1-ші үлгінің СЭМ суреті



15 Сурет – 2 -ші үлгінің СЭМ суреті



16 Сурет – 3-ші үлгінің СЭМ суреті

Сканерлейтін электронды микроскоптың құрылғысы алынған бөлшектердің мөлшері туралы нақты ақпарат бермейді, бірақ зерттелген әдебиет көздері мен жасалған жұмыстарға сәйкес магнетит бөлшектерінің үш режиміндегі өлшемі 40нм болды.

Келесі кезекте біз үлгілердің рентгенқұрылымды анализін зерттедік. Рентгендік құрылымды талдаудың міндеті-материалдың кристалды құрылымын алу.

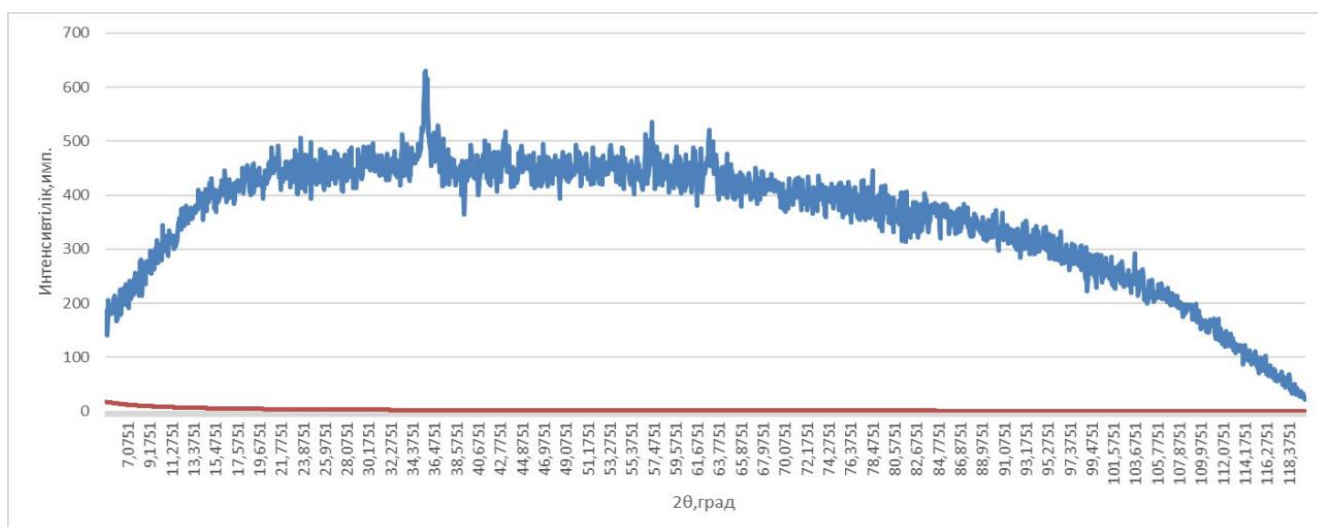
Суреттерде магнетит ұнтақтарының рентгенографиясы көрсетілген. Рентгенограммалардың схемалары арнайы PANalytical X'Pert Pro дифрактометрінде алынды.

17 суретте Panalytical X'PERT PRO Mrd Extended рентгендік дифрактометрдің суреті көрсетілген.



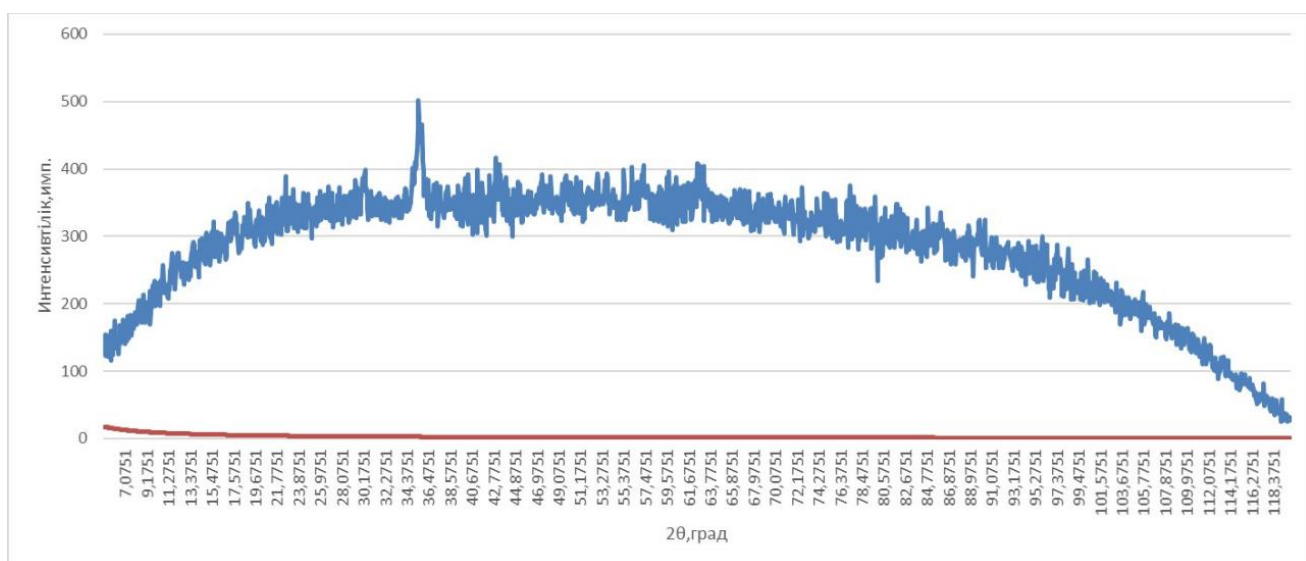
17 Сурет- XDR зерттеу

18,19,20 суреттерде алынған үлгілерінен алынған рентгенограммалар келтірілген.



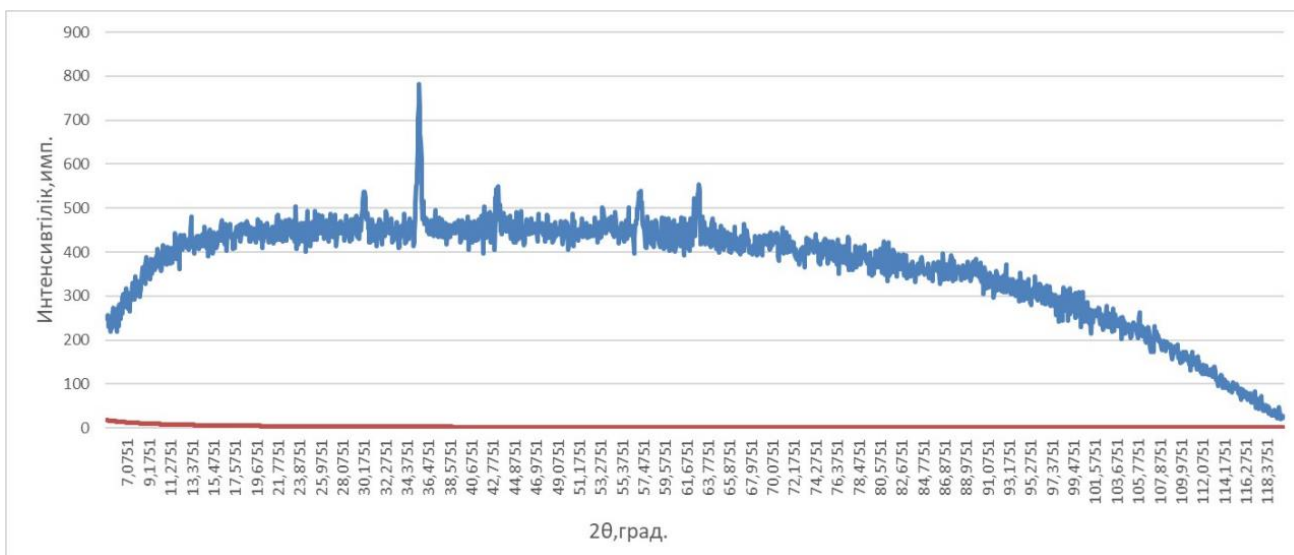
18 Сурет-1-ші үлгінің рентгенограммасы

18 суретте көрсетілген магнетит нанобөлшектерінің рентгенограммасында 2θ бұрыштары бар 5 дифракциялық шыңдар (пик) = 33,43 ; 35,57; 36,82; 57,32 ; 62,82 градустарға тән.



19 Сурет-2-ші үлгінің рентгенограммасы

19 суретте көрсетілген магнетит нанобөлшектерінің рентгенограммасында 2θ бұрыштары бар 5 дифракциялық шыңдар (пик) = 33,43; 35,47 ; 35,82 ; 42,97; 43,37 градустарға тән.



20 Сурет-3-ші үлгінің рентгенограммасы

20 суретте көрсетілген магнетит нанобөлшектерінің рентгенограммасында 2θ бұрыштары бар 5 дифракциялық шындрар (пик) = 30,27 ; 35,57 ; 43,27 ; 57,17 ; 62,87 градустарға тән.

Үлгілер XRD әдісімен сипатталды (Panalytical X ' PERT PRO Mrd Extended дифрактометрі). Үлгілерден алынған ұнтақтардың дифрактограммаларын көрсетеді. РҚА нәтижелері барлық үш ұнтақ Fe_3O_4 магнетиті екенін көрсетеді. Кристаллиттердің мөлшері Шеррердің белгілі формуласы бойынша табылды:

$$d = K\lambda/\beta\cos\theta \quad (4)$$

мұндағы K –пішіннің өлшемсіз коэффициенті (әдетте 0,9)
 λ – рентген сәулесінің толқын ұзындығы(1,5418 Å)
 β – сызықтың ені
 θ –Брагг бұрышы (градуспен) өлшенеді.

1-ші үлгі үшін есептеу нәтижелері

$$d_{орт1} = \frac{51,75+22,89+26,8+80,6+51,76}{5} = 46,75 \text{ нм}$$

2-ші үлгі үшін есептеу нәтижелері

$$d_{орт2} = \frac{38,15+48,4+86,3+41,4+80,8}{5} = 59,01 \text{ нм}$$

3-ші үлгі үшін есептеу нәтижелері

$$d_{орт3} = \frac{40,4+95,1+56,6+87,5+89,7}{5} = 75,86 \text{ нм}$$

Үш үлгінің орташа мөлшерлері :

$$d_{орт} = \frac{46,75+75,86+59,01}{3} = 60,54 \text{ нм}$$

Шеррер теңдеуін қолдана отырып синтезделген магнетит бөлшектерінің кристаллиттерінің орташа мөлшері 60,54 нм құрайды.

ҚОРЫТЫНДЫ

Дипломдық жұмыс химиялық тұндыру жолымен магнетит нанобөлшектерін алу жобасын қарастырды. Дипломдық жұмыс мақсатына жетті. Міндеттер орындалды.

Берілген мөлшердегі магнетит нанобөлшектерін алу үшін үш синтез режимі жасалды. Бірінші режимде ерітіндінің қыздыру температурасы 50°C болды. Екінші режимде 70°C және үшінші режимде 90°C.

Сканерлеуші электронды микроскопта магнетит ұнтақтарының нанобөлшектердің суреттері алынды. Барлық үш тәжірибелік жұмыста нанобөлшектердің орташа өлшемдері анықталды. Сканерлеуші электронды микроскоптың суреттерден реактивтердің концентрациясы алынған шикізаттың құрылымдық сипаттамаларына әсер ететінін көруге болады. Бірінші үлгінің алынған магнетит нанобөлшектері тұз кристалдарына ұқсас екендігі көрсетілген. Екінші үлгінің алынған магнетиттің құрылымы агломераттың сфералық тұнбасына ұқсайды. СЭМ суреттері бойынша бірінші және екінші магнетит нанобөлшектердің үлгілері бір-біріне ұқсас екенін байқауға болады, ал үшінші үлгінің де концентрацияның өзгеруіне байланысты алынған құрылым өрескел және толқынды болып келеді. Магнетит нанобөлшектердің үлгілерін зерттеген кезде СЭМ олардың орташа өлшемі 40 нм – ден аспайтыны анықтады.

Сонымен қатар , рентгенқұрылымдық анализ бен Шеррер формула бойынша әр үлгінің магнетит нанобөлшектердің кристаллиттердің орташа өлшемдері (сәйкесінше : 46,75 нм ; 59,01 нм ; 75,86 нм) анықталды.

ҚЫСҚАРТУЛАР МЕН БЕЛГІЛЕНУЛЕР

МНБ – Магнетит нанобөлшектері

СЭМ – Сканерлейтін электронды микроскоп

РҚА – Рентген құрылымдық анализ

ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

- 1 Berry C., Curtis A. Functionalisation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine // *J. Phys. D. Appl. Phys.* 2013. V. P.36.
- 2 Bruce I.J., Sen T. Surface Modification of magnetic nanoparticles with alkoxy silanes and their application in magnetic bioseparations // *Langmuir*. 2015. V. 21. P. 7029--7035.
- 3 Ch. H. Vestal, Z. John Zhang // *Int.J.of Nanotechnology*, V.1, p.240 (2014.(6
- 4 Edward A. Neuwelt, Bronwyn E. Hamilton, Csanad G. Varallyay, William R. Rooney, Robert D. Edelman, Paula M. Jacobs and Suzanne G. Watnick Ultrasmall superparamagnetic iron oxides (USPIOs): a future alternative magnetic resonance (MR) contrast agent for patients at risk for nephrogenic systemic fibrosis (NSF) // *Kidney International* (2019) 75, 465-474;
- 5 Fuentes M., Mateo C., Rodriguez A. et al. Detecting minimal traces of DNA using DNA covalently attached to superparamagnetic nanoparticles and direct PCR-ELISA // *Biosensors and Bioelectronics*. 2016. V. 21. P. 1574--1580.
- 6 F. C. Meldrum, N. A. Kotov, J.H. Feodler. Preparation of Particulate Mono- and Multilayers from Surfactant-Stabilized, Nanosized Magnetite Crystallites. *American Chemical Society* - 2014. - V.98. - P. 4506-4510
- 7 He X.X., Wang K., Tan W. et al. Bioconjugated nanoparticles for DNA protection from cleavage // *J. Am. Chem. Soc.* 2013. V. 125. P. 7168--1769.
- 8 Hong J., Gong P., Xu D. et al. Stabilization of chymotrypsin by covalent immobilization on amine-functionalized superparamagnetic nanogel // *J. of Biotechnology*. 2017. V. 128. P. 597--605.
- 9 Jain T.K., Morales M.A., Sahoo S.K. et al. Iron oxide nanoparticles for sustained delivery of anticancer agents // *Am. Chem. Soc.* 2013. V. 125 (51. P. 15754--15755.
- 10 Koneracka M., Kopcansky P., Antalik M. et al. Immobilization of proteins and enzymes to fine magnetic particles // *J. Magn. Magn. Mater.* 2019. V. 201. P. 427.
- 11 Koneracka M., Kopcansky P., Timko M. et al. Direct binding procedure of proteins and enzymes to fine magnetic particles // *J. Magn. Magn. Mater.* 2002. V. 252. P. 409.
- 12 Kouassi G.K., Irudayaraj J., McCarty G. Activity of glucose oxidase functionalized onto magnetic nanoparticles // *BioMagnetic Research and Technology* 2015. V. 3 [Электронный ресурс] режим доступа: <http://www.biomagres.com/content/3/1/1>.
- 13 Kin Man Ho, Pei Li. Design and Synthesis of Novel Magnetic Core- Shell Polymeric Particles. *American Chemical Society* 2018;24(5): 1801-1807
- 14 Lacava L.M. et al. Magnetic resonance of a dextran-coated magnetic fluid intravenously administered in mice // *Biophys. J.* 2011.V. 80. P. 2483--2486.
- 15 Liao M.-H., Chen D.-H. Immobilization of yeast alcohol dehydrogenase on magnetic nanoparticles for improving its stability // *Biotechnology Letters*. 2011. V. 23. P. 1723--1727.

16 Li X, Du X, Huo T, Liu X, Zhang S, Yuan F. Specific targeting of breast tumor by octreotide-conjugated ultrasmall superparamagnetic iron oxide particles using a clinical 3.0-Tesla magnetic resonance scanner.// *Acta Radiol.* 2019 Jul;50(6):583-94.

17 Louie A.Y., Huber M.M., Ahrens E.T. et al. In vivo visualization of gene expression using magnetic resonance imaging // *Nat. Biotechnol.* - 2010. - Vol. 18. - P. 321-325.

18 Martinez-Mera I., Espinoza-Pesqueira M.E., Perez-Hernandez R., Arenas-Alatorre J., “Synthesis of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles without surfactants at room temperature”, *Materials Letters*, 2017, 61, 4447-4451

19 Magnetic iron oxide nanoparticles as magnetic resonance contrast agents and fluorescent labels / A. G. Akopdzhanov [et al.] // *Biomedical radioelectronics.* 2017. No. 9. pp. 28-36 : ill.

20 Meilikhov, E. Z. The maximum density of magnetic recording and the distribution of switching fields / E. Z. Meilikhov, R. M. Farzetdinova // *Solid State Physics.* 2014. Vol. 56, issue. 12. pp. 2326-2334 : ill.

21 Morgunov, R. B. Nanostructures of ferromagnetic semiconductors – the future of spintronics / R. B. Morgunov, A. I. Dmitriev // *Russian Chemical Journal.* 2019. Vol. 53, 2. pp. 36-46 : ill.

22 Odintsov, S. A. Nonlinear dynamics of spin waves in lateral magnetic microwaves / S. A. Odintsov, A.V. Sadovnikov // *Izvestia of higher educational institutions. Applied nonlinear dynamics.* 2017. Vol. 25, No. 5. pp. 56-68 : ill.

23 Calculation of focusing transformations of spin waves by the method of micromagnetic modeling / G. M. Dudko [et al.] // *Izvestiya Saratov University. New series. Ser. Physics.* 2018. Vol. 18, issue. 2. pp. 92-100 : ill.

24 Resonant effects of spin-injection radiation of terahertz waves in nanoscale magnetic transitions / E. A. Vilkov [et al.] // *Electronic Engineering. Series 1. Microwave technology.* 2018. Issue. 2. pp. 6-12 : ill.

25 Rinkevich, A. B. Inhomogeneity of the electromagnetic field in artificial crystals with ferromagnetic particles / A. B. Rinkevich, D. V. Perov // *Reports of the Academy of Sciences.* 2018. vol. 481, No. 2. pp. 138-140 : ill.

26 Sleptsov V. V. Nanostructures of new quality / V. V. Sleptsov, M. Danziger // *Science in Russia.* 2015. No. 2. pp. 57-59 : ill.

27 Synthesis, structure and magnetic properties of iron and nickel nanoparticles encapsulated in carbon / V. A. Tsurin [et al.] // *Solid State Physics.* 2014. Vol. 56, issue. 2. pp. 287-300 : ill.

28 Synthesis and investigation of ensembles of magnetic nanoparticles deposited with controlled orientation of light axes / V. V. Gabbasov // *Izvestiya RAS. The series is physical.* 2017. vol. 81, No. 7. pp. 868-871

29 Storchak V. G. Magnetic silica – the material of electronics of the future : [conversation with V. G. Storchak, head of the Laboratory of New elements of Nanoelectronics of the Kurchatov Institute Research Center / N. Leskova talked] // *In the world of science.* 2018. No. 7. pp. 102-107 : ill.

30 Suzdalev I. P. Electric and magnetic transitions in nanoclusters and nanostructures // Russian Nanotechnologies. 2017. Vol. 6, No. 9/10. pp. 36-59 : ill.

31 Shalygina, E. E. Features of structural and magnetic characteristics of low-dimensional systems based on cobalt and copper / E. E. Shalygina, A.V. Makarov, A.M. Kharlamova // Bulletin of the Moscow University. Series 3. Physics. Astronomy. 2018. No. 1. pp. 101-107 : ill.

**Университеттің жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаменті
директорының ұқсастық есебіне талдау хаттамасы**

Жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаментінің директоры көрсетілген еңбекке қатысты дайындалған Плагияттың алдын алу және анықтау жүйесінің толық ұқсастық есебімен танысқанын мәлімдейді:

Автор: Ажанпова Бану Шахимардановна

Тақырыбы: Химиялық тұндыру арқылы алынған магнетит нанобөлшектерін синтездеу және зерттеу

Жетекшісі: Айдос Лесбаев

1-ұқсастық коэффициенті (30): 9.1

2-ұқсастық коэффициенті (5): 4.3

Дәйексөз (35): 0.4

Әріптерді ауыстыру: 5

Аралықтар: 1

Шағын кеңістіктер: 3

Ақ белгілер: 0

Ұқсастық есебін талдай отырып, Жүйе администраторы мен Академиялық мәселелер департаментінің директоры келесі шешімдерді мәлімдейді :

Ғылыми еңбекте табылған ұқсастықтар плагиат болып есептелмейді. Осыған байланысты жұмыс өз бетінше жазылған болып санала отырып, қорғауға жіберіледі.

Осы жұмыстағы ұқсастықтар плагиат болып есептелмейді, бірақ олардың шамадан тыс көптігі еңбектің құндылығына және автордың ғылыми жұмысты өзі жазғанына қатысты күмән тудырады. Осыған байланысты ұқсастықтарды шектеу мақсатында жұмыс қайта өңдеуге жіберілсін.

Еңбекте анықталған ұқсастықтар жосықсыз және плагиаттың белгілері болып саналады немесе мәтіндері қасақана бұрмаланып плагиат белгілері жасырылған. Осыған байланысты жұмыс қорғауға жіберілмейді.

Негіздеме:

Күні 30.05.2022



Кафедра меңгерушісі

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ
Қ.И.СӘТБАЕВ АТЫНДАҒЫ ҚАЗАҚ ҰЛГЫТҚ ТЕХНИКАЛЫҚ ЗЕРТТЕУ УНИВЕРСИТЕТІ
РЕЦЕНЗИЯ

Дипломдық жұмыс

(жұмыс түрінің атауы)

Ажаипова Бану Шахмардановна

(білім алушының Т.А.Ә.)

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы»

(мамандық шифры, атауы)

Тақырыбы: **«Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу»**

Аяқталды:

А) графикалық бөлімі 20 кестеден;

В) түсініктеме қағаз 30 беттен тұрады.

ДИПЛОМДЫҚ ЖҰМЫС БОЙЫНША ЕСКЕРТУЛЕР

Дипломдық жұмыс тапсырма бойынша толық орындалған. Тәжірибелік жұмыста химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 алуы мен зерттеулері қарастырылған. Бұл мақсатқа жету үшін студент ШЖК РМҚ «Жану Проблемалар Институты» ғылыми мекемесінде химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 алу үшін үш түрлі температурадағы синтезін жүргізді. Магнетит нанобөлшектеріне жалпы шолу жұмысына; 1) алынған материалды сканерлеуші электрондық микроскоп (СЭМ) , 2) рентген құрылымдық талдау (РҚА) зерттеулер негізінде; тәжірибелік жұмысына талдау жақсы жасалған.

Сонымен қатар , Ажаипова Банудың жұмысында тәжірибелік зерттеулер нәтижесінде алынған бөлшектер нанометрлік өлшемдерге тән және нанобөлшектердің орташа мөлшерлері 40нм екеніне куәландым.

Жұмысты бағалау

Дипломдық жұмысты қорғауға ұсынылған Ажаипова Банудың «Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу» тақырыбына орындалған дипломдық жұмысын 95% бағалап, бакалавр дәрежесін алуға лайық деп есептеймін.

Пікір беруші:

ШЖК РМҚ «Жану Проблемалары Институты»

Көміртекті наноматериалдар зерханасының меңгерушісі, PhD

(қызметтің деңгейі, дәрежесі, атағы)

Досжанов Ерман Оспанович

(қолы)

« 30 »

мамыр 2019 ж.

Ғылыми жетекшінің пікірі

Дипломдық жұмыс

(жұмыс түрінің атауы)

Ажайпова Бану Шахимардановна

(білім алушының Т.А.Ә.)

5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы»

(мамандық шифры, атауы)

Тақырыбы: «Химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 синтездеу және зерттеу»

Дипломдық жұмыс тапсырма бойынша толық орындалған. Тәжірибелік жұмыста химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 алу мен зерттеулері қарастырылған. Бұл мақсатқа жету үшін студент ШЖҚ РМК «Жану Проблемалары Институты» ғылыми мекемесінде химиялық тұндыру әдісімен магнетит нанобөлшектерін Fe_3O_4 алу үшін үш түрлі температурадағы синтезін жүргізді. Магнетит нанобөлшектеріне жалпы шолу жұмысына; 1) алынған материалды сканерлеуші электрондық микроскоп (СЭМ), 2) рентген құрылымдық талдау (РҚА) зерттеулер негізінде; тәжірибелік жұмысына талдау жақсы жасалды.

Сонымен қатар, Ажайпова Банудың жұмысында тәжірибелік зерттеулер нәтижесінде алынған бөлшектер нанометрлік өлшемдерге тән және нанобөлшектердің орташа мөлшерлерін есептеп, анықтады.

Қорғауға ұсынылған дипломдық жұмысқа байланысты Ажайпова Бану Шахимардановна дайындық деңгейін дәлелдейді. Дипломдық жұмысы қойылған талаптарға сай, қойылған мақсаты орындалған, «95» деген бағаға лайық зерттеу жұмысы деп есептеймін. Осыған байланысты Ажайпова Б. Ш. 5B071000 – «Материалтану және жаңа материалдар технологиясы» мамандығы бойынша «бакалавр» академиялық дәрежесін ашық түрде қорғағаннан кейін беруге болады және қорғауға жіберіледі.

Ғылыми жетекші

PhD докторы, «ЖФ» кафедрасының меңгерушісі

(қызметі, ғыл. дәрежесі, атағы)



Лесбаев А.Б.

(қолы)

(Т. А. Ә.)

«9» мамыр 2022 ж.