

**ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ КИСЛОРОДА НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПРОДУКТА
ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

А.И. Циммерман, Ю.Л. Шаненкова, М.И. Гуков

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.А. Сивков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: alextsimmer@yandex.ru

**EFFECT OF OXYGEN CONCENTRATION ON PHASE COMPOSITION OF PRODUCT
PLASMODYNAMIC SYNTHESIS**

A.I. Tsimmerman, Yu.L. Shanenkova, M.I. Gukov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.A. Sivkov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: alextsimmer@yandex.ru

***Abstract.** In this paper, the possibility is shown to synthesize oxide aluminum using a high-speed electro discharge plasma jet. The synthesized products were characterized by X-Ray diffractometry and transmission electron microscopy.*

Введение. В последнее время нанокристаллические материалы вызывают большой интерес научного мира благодаря проявлению таких свойств, как: повышенная твердость, высокая удельная теплоемкость и т.д. [1]. Оксид алюминия является одним из наиболее часто используемых, так как обладает следующими привлекательными механическими свойствами: высокие твердость и прочность, низкая плотность и т.д. [2]. Оксид алюминия применяют в ракетном топливе, взрывчатых веществах, пиротехнике, а также в качестве изоляторов и т.д. [3]. Получают оксид алюминия разнообразными методами, один из главных методов – промышленный метод Байера [4]. Однако освоенный промышленностью метод Байера не удовлетворяет требованиям по высокой химической чистоте, а также длителен по времени получения материала.

Экспериментальная часть. Известен метод плазмодинамического синтеза на основе импульсного сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя эрозионного типа. Основными преимуществами данного метода являются: быстрдействие, простота получения и экологичность технологии [5]. Простота метода заключается в том, что, используя в качестве ствола трубу из алюминиевого сплава, в составе которого около 5% магния, и при закачке в камеру-реактор газообразного прекурсора – кислорода, возможно получение уникальных фаз оксида алюминия. Синтез Al_2O_3 осуществлялся за счет эрозии Al ствола. При протекании дуги по ускорительному каналу происходит наработка основного материала – алюминия, после чего он выносится в камеру, где вступает в плазмохимическую реакцию с кислородом, образуя требуемый продукт. В работе рассматриваются три опыта, в которых изменялись процентные содержания кислорода и аргона: в первом опыте 20:80 соответственно, во втором и третьем – 80:20. Однако для получения более чистого продукта плазмодинамического синтеза было предложено использовать систему с разделением продукта на крупную и мелкую фракцию – третий опыт. Синтезированный продукт анализировался следующими

методами: методом рентгеновской дифрактометрии (дифрактометр Shimadzu XRD 7000S) и методом просвечивающей электронной микроскопии (микроскоп Philips CM 12).

Результаты. Расшифровка рентгеновских дифрактограмм (рисунок 1) проведена с помощью программы Search-Match и базы структурных данных PDF2. В результате расшифровки были идентифицированы следующие фазы: нестехиометричный оксид алюминия $Al_{2,667}O_4$ (№80–1385 – cubic, Fd–3m no.227, $a=7,94 \text{ \AA}$), шпинель $MgAl_2O_4$ (№72–6955 – cubic, Fd–3m no. 227, $a=7,96 \text{ \AA}$) и алюминий Al (№85–1327 – cubic, Fm–3m no. 225, $a=4,04940 \text{ \AA}$). В первом опыте, при 20 % кислорода, фаза Al преобладает относительно других, однако при большей концентрации кислорода (второй и третий опыты – 80 % кислорода) выход Al уменьшился. Также стоит отметить, что, используя конструкцию с разделением продукта в процессе опыта, удалось получить материал, состоящий только из оксида алюминия (70%) и шпинели (~28%) (рисунок 1г), а отражения фазы алюминия (~2%) можно отметить на уровне следов. Образование шпинели в данной системе обусловлено, наличием магния в фазовом составе трубы, используемой в опытах. Однако этот факт не является недостатком, ввиду того, что присутствие $MgAl_2O_4$ положительно влияет на создание керамики на основе оксида алюминия [2].

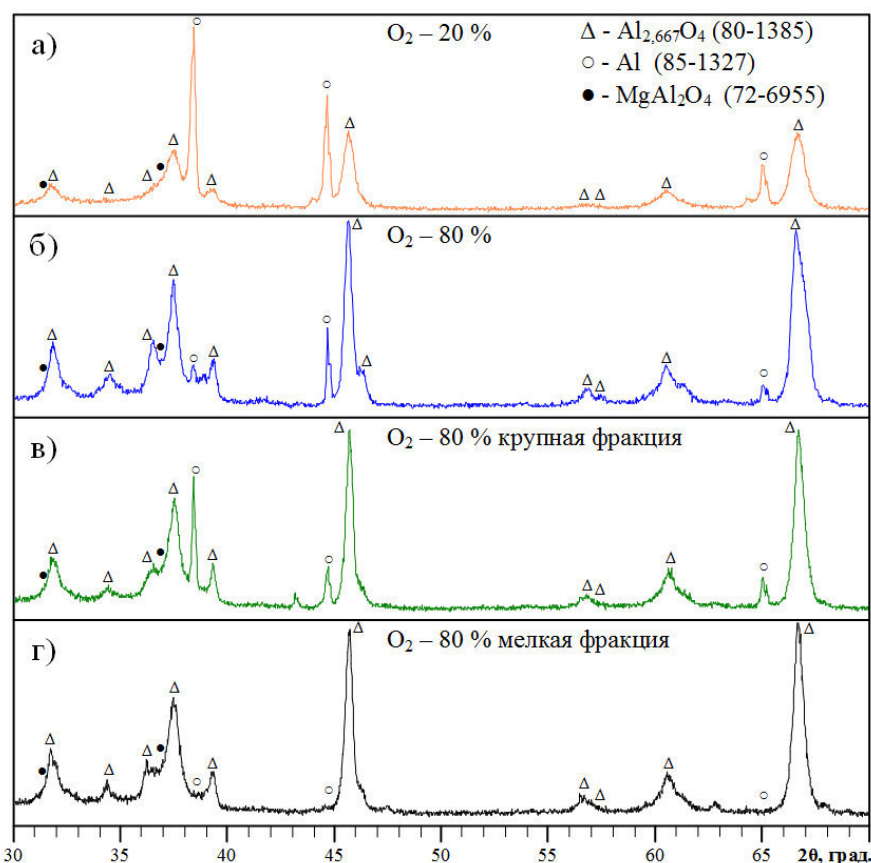


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы полученных продуктов плазмодинамического синтеза

Результаты рентгеноструктурного анализа полученного материала мелкой фракции в опыте №3 подтверждаются данными просвечивающей электронной микроскопии. На рисунке 2 представлены светлопольный и темнопольные снимки, а также электронная микродифракция с представленного скопления. Большая часть продукта имеет форму, близкую к сферической, однако при более детальном рассмотрении частиц в светлом поле, а также в соответствующих темных полях, стоит заметить вполне

различимую ограниченность. Также можно предположить, что частицы 1-а и 2-а близки к простым формам, соответствующим кристаллографическому классу $m\bar{3}m$ кубической сингонии, в том числе гексаоктаэдру, имеющего большое количество граней. Средний размер частиц в продукте варьируется от 50 нм до 250 нм. Электронная дифракция с выделенной области в большинстве своем имеет точечно-кольцевой характер, и ее расшифровка позволяет подтвердить синтез указанных выше фаз.

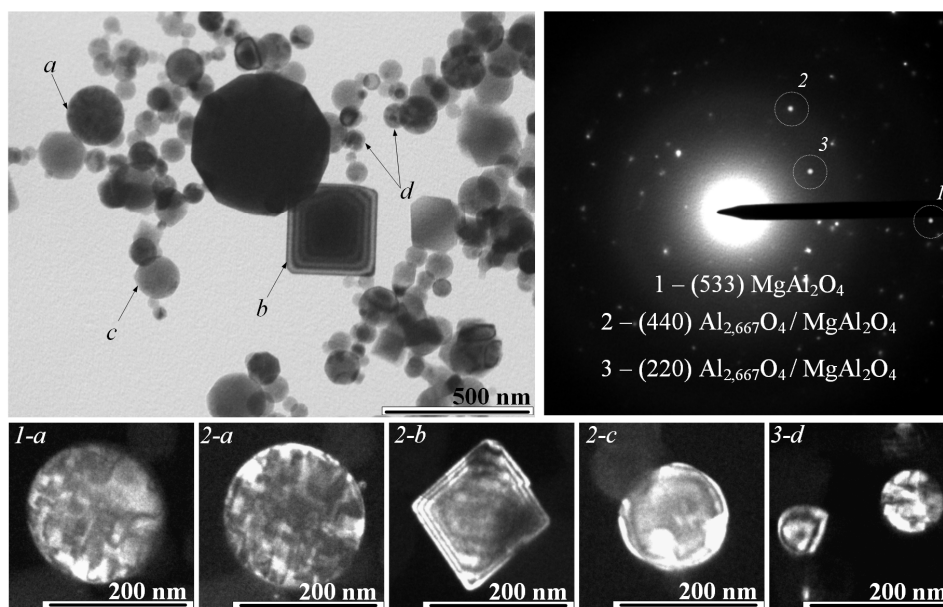


Рис. 2. ТЕМ – снимки синтезированного материала

В работе было экспериментально доказано возможность получения синтеза оксида алюминия в системе, основанной на использовании импульсного сильноточного коаксиального магнетоплазменного ускорителя эрозионного типа. Выявлено, что при повышении концентрации кислорода в камере-реакторе до 80% и использование системы с выделением мелкой фракции – чистота выхода требуемого продукта увеличивается. В дальнейшем планируется использование данного материала для получения объемных керамических образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Зацепин Д. А. и др. Рентгеноэмиссионное исследование электронной структуры нанокристаллического Al_2O_3 // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46. – №. 11. – С. 2064–2068.
2. Ma B. et al. Preparation and properties of Al_2O_3 – $MgAl_2O_4$ ceramic foams // Ceramics International. – 2015. – Т. 41. – №. 2. – С. 3237–3244.
3. Gromov A. et al. Nanometals in energetic systems: achievements and future // International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion. – 2014. – Т. 13. – №. 5.
4. Green J. A. S. Aluminum recycling and processing for energy conservation and sustainability. – ASM International, 2007.
5. Sivkov A. et al. Plasma dynamic synthesis and obtaining ultradispersed zinc oxide with single-crystalline particle structure // Advanced Powder Technology. – 2016. – Т. 27. – №. 4. – С. 1506–1513.