

**ПРЯМОЙ ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ДИОКСИДА  
ТИТАНА**Ю.Н. Вымпина

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.А. Сивков  
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050  
E-mail: [xyulyashax@mail.ru](mailto:xyulyashax@mail.ru)

**DIRECT PLASMA DYNAMIC SYNTHESIS OF ULTRADISPERSED TITANIUM DIOXIDE**Yu.N. Vympina

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.A Sivkov  
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050  
E-mail: [xyulyashax@mail.ru](mailto:xyulyashax@mail.ru)

***Abstract.** The possibility of obtaining ultradispersed titanium dioxide by plasma dynamic method is shown. There are two crystalline phases of titanium dioxide in obtained product: 59% with the structure of anatase and 41% with the structure of rutile. Both crystalline phases have tetragonal system. The particle size is less 100 nm – this fact shows nanodispersity of synthesized material.*

**Введение.** За последние десятилетия возрос интерес к созданию наноразмерных материалов ввиду проявления ими уникальных свойств. Одним из таких материалов является диоксид титана, благодаря своим характеристикам который находит обширное применение в современных областях науки и техники, в частности, медицине, производстве пигментов, микробиологии, фотокатализе и т.д [1-3]. Более того, диоксид титана применяется в виде покрытий, служащих для увеличения механической прочности, удельной поверхности и селективности получаемых на их основе катализаторов.

Существует огромное множество различных способов получения наноразмерного диоксида титана [4, 5], однако все они имеют ряд недостатков. К примеру, широко известный золь-гель метод позволят получать материалы как с простым, так и со сложным химическим составом, к тому же регулировать размер частиц на любых стадиях процесса. Однако сырьё имеет высокую стоимость, процесс синтеза материала многостадийный. Солвотермический метод также позволяет контролировать размер частиц, кристаллические фазы синтезируемого продукта, однако исходный материал требует тщательной подготовки. Стоит отметить, что весь процесс сильно зависим от температуры реакции, времени, органических растворителей. В данной работе предлагается синтез ультрадисперсного диоксида титана плазмодинамическим методом. Метод позволяет получить материал за доли секунды ( $10^{-3}$  с), является одностадийным и не требует какой-либо предварительной подготовки, к тому же его реализация проходит в атмосферных условиях.

**Экспериментальная часть.** Основным элементом системы является импульсный высокопоточный коаксиальный магнитоплазменный ускоритель (КМПУ) эрозионного типа с металлическими титановыми электродами. Схема КМПУ представлена на рисунке 1. Питание КМПУ осуществляется от

секционированного емкостного накопителя энергии с ёмкостью до  $C_{зар}=28,8$  мФ и зарядным напряжением до  $U_{зар}=5$  кВ.

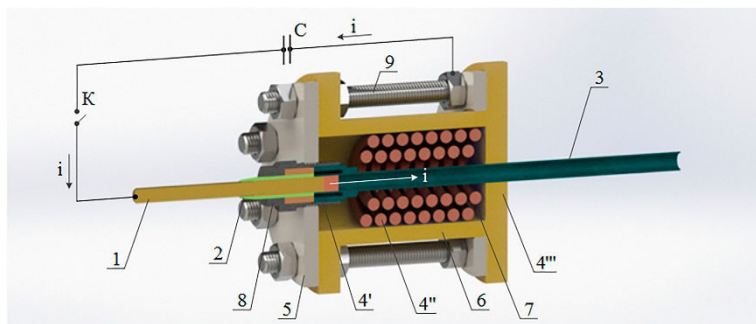


Рис. 1. Устройство коаксиального магнетоплазменного ускорителя (в разрезе):

- 1 – центральный электрод; 2 – изолятор центрального электрода; 3 – электрод-ствол (3);  
4' – контактный цилиндр; 4'' – соленоид; 4''' – контактный фланец; 5 – заглушка; 6 – корпус;  
7 – изоляция; 8 – стальная обойма; 9 – стальные шпильки

Принцип действия данной установки заключается в следующем. При замыкании силовых ключей по контуру начинает протекать нарастающий ток. Спустя некоторое время он достигает своего критического значения, что ведёт к образованию плазменной структуры внутри ускорительного канала (УК). По мере передвижения струи происходит электроэрозионный износ ствола, эродированный материал поступает в плазму, тем самым осуществляется наработка основного материала – титана. Истечение гиперскоростной плазменной струи происходит в герметичный объём камеры-реактора, наполненной газообразной смесью кислород/аргон ( $O_2/Ar$ ). Эксперимент проводился при следующих условиях:  $C_{зар}=14,4$  мФ,  $U_{зар}=2,5$  кВ, накапливаемая энергия  $W_c=45$  кДж, длина ствола  $l_{ук}=230$  мм, диаметр ствола  $d_{ук}=12$  мм, соотношение  $O_2/Ar - 1:1$ , давление в камере  $P=1$  атм., температура помещения  $t_0 \approx 20$  °С.

**Результаты исследования.** Исследование фазового состава продукта, полученного в результате плазмодинамического синтеза, проводилось методом рентгеновской дифрактометрии. На рисунке 2 представлены рентгеновская дифрактограмма синтезированного продукта, полученного с помощью рентгеновского дифрактометра Shumadzu XRD 7000S (Cu-K $\alpha$ ), а также карточки предполагаемых фаз.

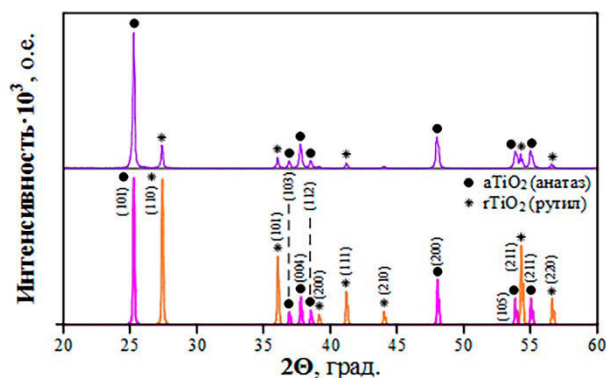


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы полученного продукта и карточки предполагаемых кристаллических фаз

Полнопрофильный анализ продукта проводился с использованием программы «PowderCell2.4» и базы структурных данных PDF4+, результаты которого представлены в таблице 1. Идентифицированы две кристаллические модификации диоксида титана  $\text{TiO}_2$ : анатаз (пространственная группа 141/amd, № 21-1272) с тетрагональной сингонией ( $a=b=3,7852 \text{ \AA}$ ;  $c=9,5139 \text{ \AA}$ ) и рутил (пространственная группа P42/mnm, № 21-1276) также с тетрагональной сингонией ( $a=b=4,5933 \text{ \AA}$ ;  $c=2,9592 \text{ \AA}$ ). Также выявлено, что размер областей когерентного рассеивания (ОКР) образовавшихся фаз составляет менее 100 нм, что свидетельствует о нанодисперсности синтезированного продукта. Процентное содержание анатаза и рутила составляет 59% и 41% соответственно.

Таблица 1

## Результаты рентгенофазового анализа

Фаза, прост. группа	Содержание, % (масс.)	ОКР, нм	$\Delta d/d \cdot 10_3$	Параметры решётки, $\text{Å}$ Расчёт/PDF, $\text{Å}$
$\text{TiO}_2$ (анатаз) 141/amd	59	78,56	2,134	a: 3,7844/3,7852 c: 9,5024/9,5139
$\text{TiO}_2$ (рутил) P42/mnm	41	32,9	1,067	a: 4,5920/4,5933 c: 2,9578/2,9592

**Заключение.** В работе показана возможность получения ультрадисперсного порошка диоксида титана посредством плазмодинамического синтеза. По результатам рентгенофазового анализа установлено, что в синтезированном продукте имеются 2 кристаллические модификации  $\text{TiO}_2$ : анатаз с тетрагональной сингонией и рутил с такой же сингонией. Более того, процентное содержание мелкой фракции, анатаза, превосходит крупную, рутил:  $a\text{TiO}_2$  – 59%,  $r\text{TiO}_2$  – 41%. По результатам расчёта были выявлены отличия параметров решётки идентифицированных фаз от стандартных значений. Это связано неравновесностью и высокой динамичностью процесса синтеза и кристаллизации, сравнимых лишь с процессами детонационного синтеза.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lee B. et al. All-solid-state dye-sensitized solar cells with high efficiency // Nature. – 2012. – Т. 485. – №. 7399. – С. 486.
2. Trino L. D. et al. Surface physicochemical and structural analysis of functionalized titanium dioxide films // Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. – 2018. – Т. 546. – С. 168-178.
3. Ahmad M. S., Pandey A. K., Rahim N. A. Advancements in the development of  $\text{TiO}_2$  photoanodes and its fabrication methods for dye sensitized solar cell (DSSC) applications. A review // Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2017. – Т. 77. – С. 89-108.
4. Vorkapic D., Matsoukas T. Effect of temperature and alcohols in the preparation of titania nanoparticles from alkoxides // Journal of the American Ceramic Society. – 1998. – Т. 81. – №. 11. – С. 2815-2820.
5. Liu J. et al. Solvothermal synthesis of crystalline phase and shape controlled  $\text{Sn}^{4+}$ -doped  $\text{TiO}_2$  nanocrystals: effects of reaction solvent // ACS applied materials & interfaces. – 2011. – Т. 3. – №. 4. – С. 1261-1268.