

ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА И НИТРИДА ТИТАНА В ПЛАЗМЕ ДУГОВОГО РАЗРЯДА НИЗКОГО ДАВЛЕНИЯ

Федоров Л.Ю., Карпов И.В., Ушаков А.В.

научный руководитель д-р техн. наук Лепешев А.А.

Сибирский Федеральный Университет

В настоящее время сложно переоценить значение нанотехнологий в современной науке. И всевозрастающие исследования в этой области только подтверждают интерес ученых и к самим технологиям и к продуктам, получаемым по этим технологиям. Применение нанопорошков открывает для ученых, инженеров и технологов широкие возможности в области создания новейших материалов и технологий, принципиально новых приборов и устройств. Нанопорошки находят применение в высокоэнергетических материалах, радиопоглощающих покрытиях, химической промышленности, органической электронике, оптических технологиях, аэрокосмической промышленности, медицине, фармацевтике, косметологии, обрабатывающей промышленности.

Среди способов получения нанопорошков можно выделить следующие: получение наночастиц электроэрозионным методом, ударно-волновой синтез наночастиц, получение наночастиц методом электровзрыва, получение наночастиц методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, механохимический синтез наночастиц, получение наночастиц с участием плазмы и др..

Из большого многообразия плазменных технологий вакуумно-дуговой синтез нанопорошков методом конденсации получил очень широкое распространение. Эта технология эффективна как с технической, так и с экономической точек зрения. Основой технологического процесса является генерация и транспортировка в вакууме плазменных потоков в среде различных газов, с последующим осаждением нанопорошков на подложке.

Технология синтеза электродуговых порошков в плазме дугового разряда низкого давления открывает принципиально новые возможности управления структурой получаемых материалов путем выбора оптимальной энергии конденсирующихся заряженных частиц. При этом выбор рабочих веществ для получения плазм практически неограничен – это могут быть любые газы, металлы, твердые и жидкие диэлектрики. Для процессов получения нанопорошков с помощью плазменных ускорителей и источников ионов может быть выбран оптимальный режим формирования материала (которому соответствуют оптимальные значения плотности потока частиц и их энергии), обеспечивающий решение конкретных задач.

Получение наночастиц оксидов и нитридов титана происходило на экспериментальной установке схема, которой показана на рисунке 1. Вакуумная камера изначально откачана до давления 10^{-3} Па с помощью паромасляного вакуумного насоса. Применялись высокочистые инертные газы (He, Ar) при постоянном, предварительно подобранном давлении и распыление проводилось в потоке газа. Для конденсации наночастиц была использована подложка из нержавеющей стали, расположенная на расстоянии 200 мм от катода.

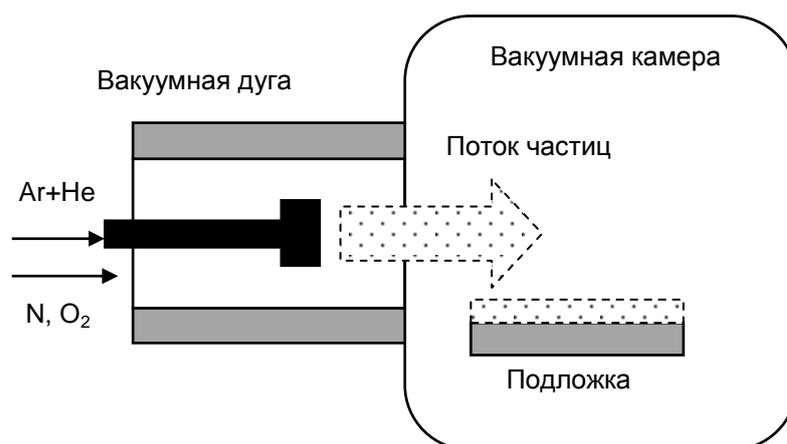


Рисунок 1. Схема устройства для получения наночастиц.

Для получения порошков TiO₂ и TiN использовался дуговой испаритель со следующими характеристиками: ток разряда 500 А, напряженность продольного магнитного поля на поверхности катода, создаваемого фокусирующей катушкой, 80 эрстед. В качестве катода для распыления выбран титан технической чистоты. Для осуществления плазмохимических реакций в камеру, после предварительной откачки до давления 1 мПа, напускалась газовая смесь O₂ и He (при получении оксидов), либо N и He (при получении нитридов). Синтез производился при давлении от 120 Па (для TiO₂) и от 140 Па (для TiN). Перед испарением катод нагревался до 1200К. Скорость испарения составила соответственно 9 г/мин и 10 г/мин. НМ TiO₂ имеет светло-серый цвет. Максимальная величина удельной поверхности, составляет 530 м²/г. Средний размер частиц порошка составляет 9,9 нм. НМ TiN имеет зеленовато-серый цвет. Максимальная величина удельной поверхности, составляет 560 м²/г. Средний размер частиц порошка составляет 8,7 нм. Химический состав порошков представлен в таблице 1. НМ TiO₂ кристаллизуется в рутильной фазе. НМ TiN кристаллизуется в виде кубической сингонии. Рентгенограммы порошков представлены на рисунке 2. Полнопрофильный анализ показал результаты близкие к величине дисперсности измеренной методом БЭТ.

Таблица 1 – Химический состав нанопорошка диоксида титана

Элемент	Содержание, мас. %	
	TiO ₂	TiN
Ti	52,7	71,1
O	47,06	–
N	–	28,1
Si	0,02	0,02
Cr	0,02	0,02
Fe	0,16	0,16
Cu	0,02	0,02
Zn	0,02	0,02

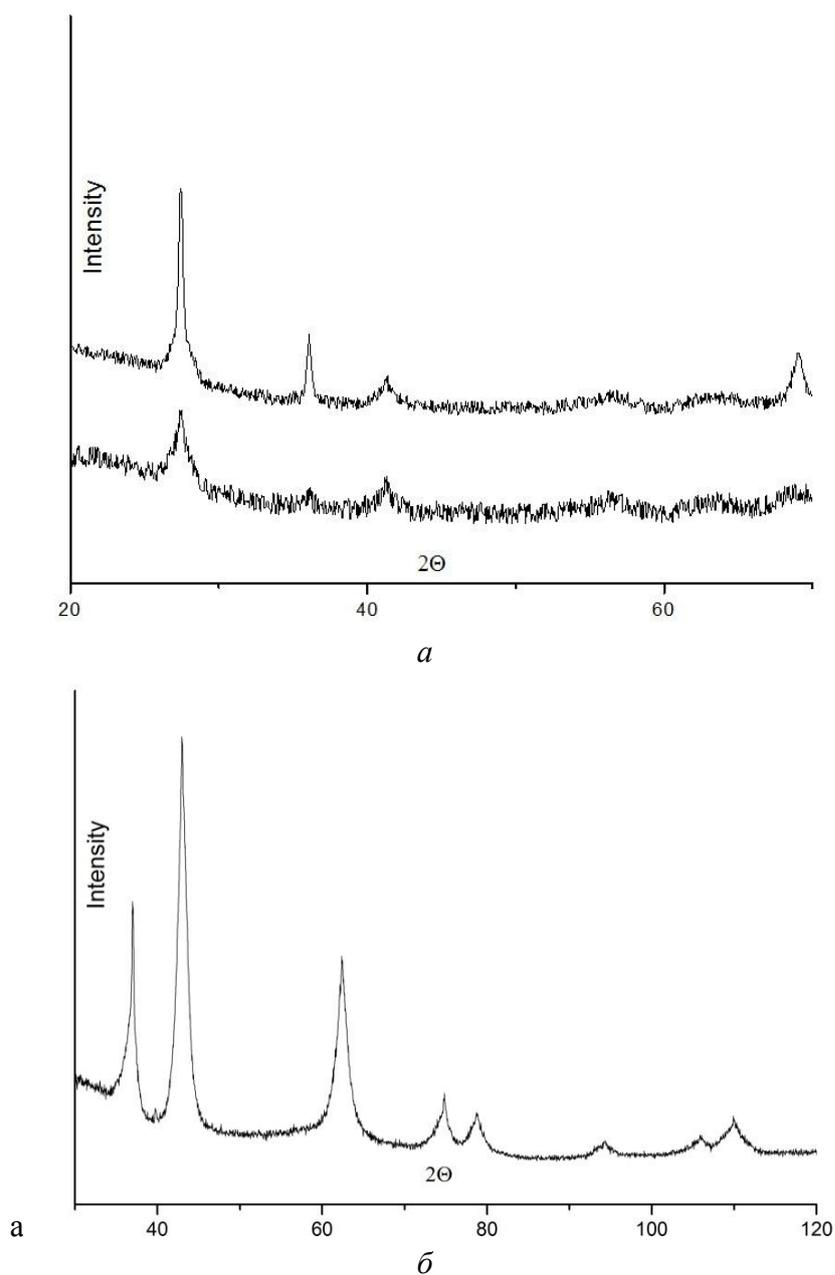


Рисунок 2.а – Рентгенограмма образца НМ TiO₂: внизу свежесажженный, вверху – нагретый до 600 К, б – рентгенограмма образца НМ TiN

На рисунке 3а представлена ПЭМ фотография НМ TiO₂. Исследование гранулометрического состава показало, что полученный НМ имеет логарифмически нормальный характер распределения, средний геометрический размер частиц составляет $d_g = 9,7$ нм, дисперсия составляет $\sigma_g = 1,2$.

Насыпная плотность НМ TiO₂ составила 0,04 г/см³, уплотняемость 50 % теоретической, сорбированная влага 18 мас. %.

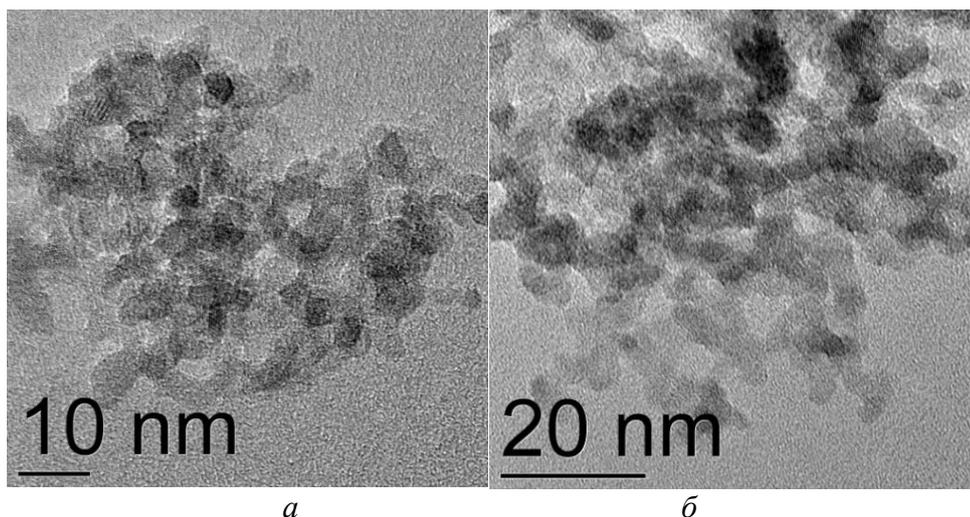


Рисунок 3.а– ПЭМ фотография свежесозданного НМ TiO_2 , б – ПЭМ фотография свежесозданного НМ TiN

На рисунке 3б представлена ПЭМ фотография НМ TiN . Порошок представляет собой ансамбль сильно агломерированных частиц неправильной формы размером от 5 до 10 нм. Встречаются и образования размером до 15 нм, однако это, по-видимому, агломераты из более мелких частиц. Такие агломераты не удается дезагрегировать. Исследование гранулометрического состава показало, что полученный НМ имеет логарифмически нормальный характер распределения, средний геометрический размер частиц составляет $d_g = 8,9$ нм, дисперсия составляет $\sigma_g = 1,2$.

При нагревании образца до температуры 800 К нитрид титана полностью окисляется до оксида титана TiO_2 с тетрагональной решеткой рутила.

Насыпная плотность НМ TiN составила 0,04г/см³, уплотняемость 50 % теоретической, сорбированная влага 12 мас.%, температура начала спекания 720 К.

Предложенный способ производства нанопорошков в вакуумной дуге обладает большей технологичностью и производительностью. Кроме того, процесс производства нанопорошков происходит в вакуумных условиях, что гарантирует высокое качество получаемого продукта.