

## ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТОК НА СТРУКТУРУ ПЛЕНОК $\text{TiO}_2$

**А.Э. Рабаданова\*, С.Х. Гаджимагомедов, Н.М.-Р. Алиханов, Ф.Ф. Оруджев,  
Р.М. Эмиров, П.М. Сайпулаев**

*Дагестанский государственный университет,  
367000, г. Махачкала, ул. Гаджиева 43-А*

*\*E-mail: [Rabadanova.aida@mail.ru](mailto:Rabadanova.aida@mail.ru)*

## EFFECT OF HEAT TREATMENT MODES ON THE STRUCTURE OF $\text{TiO}_2$ FILMS

**A.E. Rabadanova\*, S.Kh. Gadzhimagomedov, N.M.-R. Alikhanov, F.F. Orudzhev,  
R.M. Emirov, P.M. Saypulaev**

*Dagestan State University,  
43-A Gadzhieva str., Makhachkala, the Republic of Dagestan, 367000 Russia*

*\*E-mail: [Rabadanova.aida@mail.ru](mailto:Rabadanova.aida@mail.ru)*

Пленки трубчатого диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ) были получены методом анодного окисления титановой фольги. Термообработка полученных пленок осуществлялась при температурах 400°C и 500°C. Исследована структура образцов. Показано уменьшение средних размеров кристаллитов с повышением температуры обработки.

Films of tubular titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) were obtained by anodic oxidation of titanium foil. The heat treatment of the films obtained was carried out at temperatures of 400 ° C and 500 ° C. The structure of the samples was investigated. The average size of crystallites is shown to decrease with increasing processing temperature.

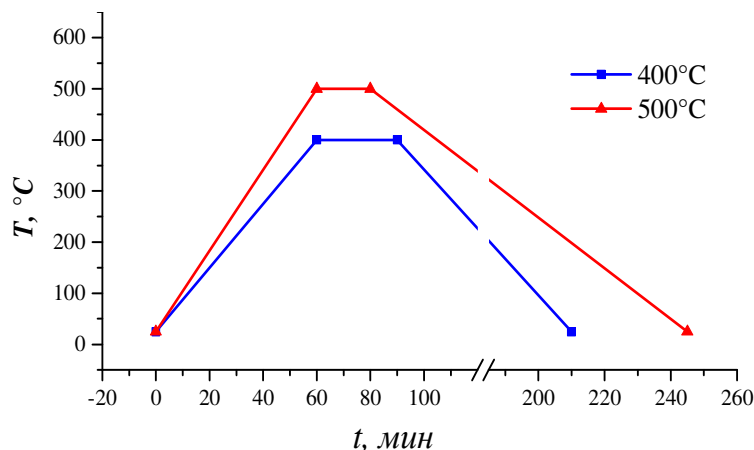
К материалам на основе диоксида титана, благодаря их фотокаталитическим и оптическим свойствам, исследователи проявляют значительный интерес. В наноструктурированном виде эти свойства значительно усиливаются. Диоксид титана существует в трех аллотропных модификациях: анатаз, рутил и брукит. Причем, наиболее часто встречаются первые две, а последнюю тяжело получить из-за присущей ей нестабильности. При этом процесс фазового превращения анатаза в рутил сильно зависит от технологических параметров [1]. Пленки на основе  $\text{TiO}_2$  с заданной морфологией получают различными методами: гидротермальным, золь-гель и электрохимическим.

Для изготовления нанотрубок на основе  $\text{TiO}_2$  широко используют метод анодирования, позволяющий формировать массивы непосредственно на поверхности фольги из  $\text{Ti}$ . Обычно пленки, синтезированные методом анодного окисления из титановой фольги, аморфны, а после термической обработки они кристаллизуются в различные аллотропные модификации. В связи с чем, важно регулирование параметров термообработки, влияющих на структуру получаемых материалов. Из-за нестабильности фазы анатаза при температурах выше ~ 500°C возможен ее переход в фазу рутила. Авторами [2] установлено, что термообработка при температуре до ~ 400°C не приводит к образованию фазы рутила. Однако в [3] показано, что даже при 500°C формируется только фаза анатаза.

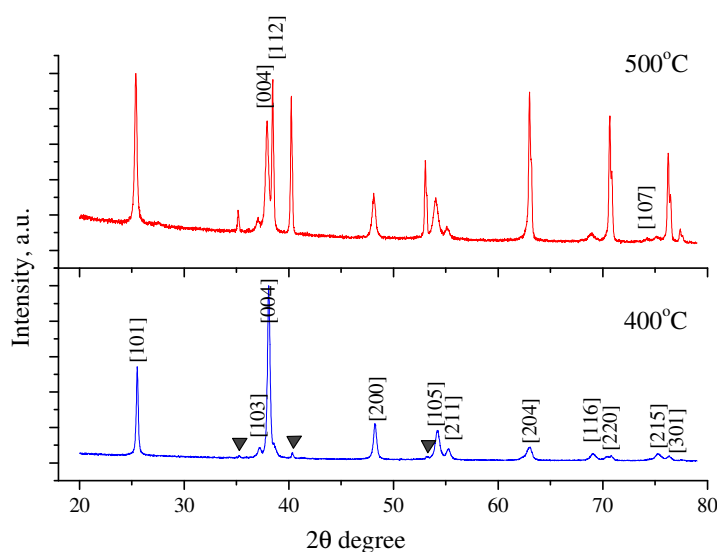
В данной работе изучается влияние процесса термообработки при температурах 400°C и 500°C на формирование структуры полученных образцов. Пленки на основе  $\text{TiO}_2$  были получены методом анодного окисления титановых пластин [4]. Предварительная ультразвуковая очистка фольги  $\text{Ti}$  осуществлялась в растворе этанола и дистиллированной воды. Процесс анодирования образцов проводился при напряжении 30В в течение 6 часов в растворе электролита с использованием этиленгликоля и фторида аммония (в соотношении 99.7% и 0.3%). Последующая термообработка образцов происходила при температурах 400°C и

500°C со скоростью подъема ~ 6°C/мин в течение 30 и 20 минут соответственно. Режимы термообработки (печь Nabertherm LF 15/14) представлены на рисунке 1.

Результаты исследования структуры образцов пленок, термообработанных при 400°C и 500°C приведены на рисунке 2. Как видно, на дифрактограммах, наряду с мелкими пиками фазы Ti (см. треугольники на рисунке), присутствуют интенсивные дифракционные пики, соответствующие фазе анатаза. В частности, основные пики наблюдаются при  $2\theta = \sim 25.5^\circ$ ,  $\sim 38^\circ$ ,  $\sim 48.2^\circ$  и  $\sim 54.2^\circ$ . Согласно фазовому анализу пленок, доля фазы анатаза после термообработки при 400°C составляет ~ 93%, а после 500°C ~ 61%.



**Рис. 1** - Режимы термообработки пленок диоксида титана



**Рис. 2** - Дифрактограммы образцов после термообработки при 400°C и 500°C

Средний размер кристаллитов для образца после термообработки при 400°C, рассчитанный по формуле Шеррера, составляет 47.6 нм, а после 500°C – 37.7 нм. Наблюдаемое уменьшение размеров кристаллитов с повышением температуры, возможно, связано с утончением стенок трубок.

*Работа поддержана проектом «УМНИК» 14057ГУ/2019 и частично Гос. заданием FZNZ-2020-0002.*

#### Список использованных источников:

1. *Fang, D., Luo, Z., Huang, K., Lagoudas, D.C.* // *Appl. Surf. Sci.*, 2011, V. 257, P. 6451.
2. *Bonatto F., Venturini J., Frantz A.C. et al.* // *Ceramics International*, 2018, V. 44, P. 22345–22351.
3. *Filho, J.T., Rocco A.M.* // *Rev. Virtual Quim.*, 2013, V. 5 (4), P. 630-645.
4. *Оруджев Ф.Ф., Алиев З.М., Гасанова Ф.Г. и др.* // *Электрохимия*, 2015, Т. 51(11), С. 1247-1253.