



ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ ОКСИДА ОЛОВА МЕТОДОМ ИСКРОВОГО РАЗРЯДА С УПРАВЛЯЕМОЙ ДИСПЕРСНОСТЬЮ

Докладчик: Максимов Артем
Дмитриевич

Аспирант 3го года обучения,
младший научный сотрудник
ЛКЭФИ УрО РАН ИЭФ

a.d.maksimov1415@gmail.com

Российская академия наук
Уральское отделение



Применение оксида олова SnO_2

1

Применения:

- **В качестве катализатора**

В сочетании с оксидами ванадия его используют в качестве катализатора для окисления ароматических соединений в синтезе карбоновых кислот и ангидридов кислот, катализатора реакций замещения и гидролиза.

- **В электронной промышленности**

Основное применение соединения для создания прозрачных токопроводящих плёнок в различных приборах – жидкокристаллических дисплеях, фотогальванических элементах и в других приборах

- **В качестве абразивного материала**

Микрористаллы соединения имеют высокую твёрдость и применяется в составе полировальных паст и суспензий для полировки изделий из металлов, стекла, керамики, природных камней

Полупроводниковые газовые сенсоры

- Принцип действия полупроводниковых газовых датчиков резистивного типа основывается на изменении электропроводности чувствительных слоев при адсорбции на них газовой примеси.
- В качестве чувствительного элемента применяют оксид олова SnO_2
- При адсорбции примесей на поверхности чувствительного элемента возникают дополнительные донорные или акцепторные уровни в запрещенной зоне



Цели и задачи

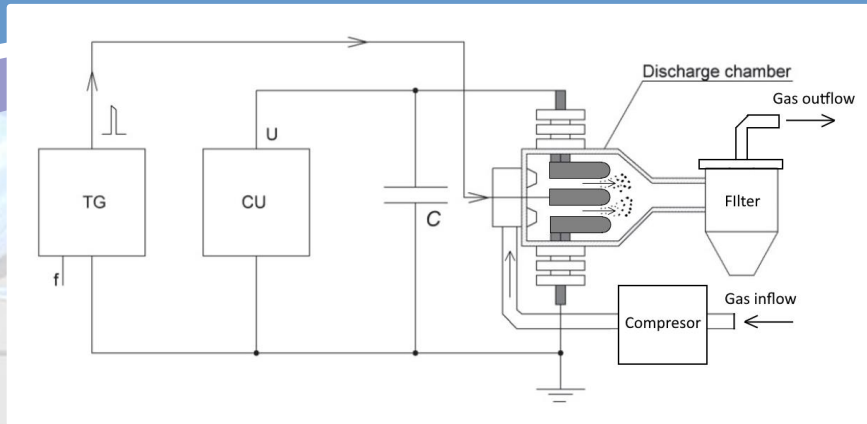
Цель:

- Получить нанопорошок оксида олова с различной дисперсностью

Задачи:

- Отработать методику получения нанопорошков оксида олова с разной дисперсностью
- Определить наиболее оптимальный режим работы установки, совмещающий в себе приемлемую производительность и возможность контролировать дисперсность получаемых нанопорошков

Метод искрового разряда



Преимущества по сравнению с другими методами

- Низкая производительность.
 - Высокая дисперсность получаемых наночастиц с малым $GSD < 1.3$.
 - Высокие энергозатраты.
-
- Не требует использования дорогостоящего оборудования.
 - Компактность установки.

Условия экспериментов

HV электрод



Управляющий
электрод

GND электрод

Внутреннее устройство камеры

1я серия экспериментов

Материал: Sn

Напряжение: 10 кВ

Накопитель: 100 нФ

Поток газа: 60-20 л/мин

Частота: 10-30 Гц

2я серия экспериментов

Материал: Sn

Напряжение: 10 кВ

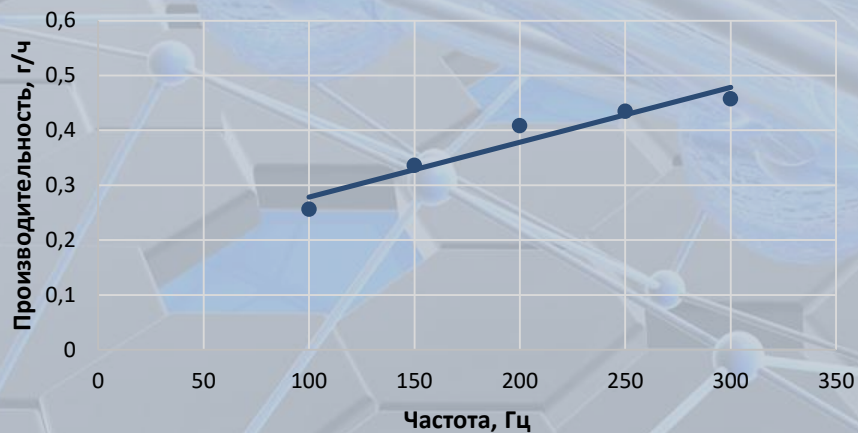
Накопитель: 13,6 нФ

Поток газа: 60-20 л/мин

Частота: 100-300 Гц

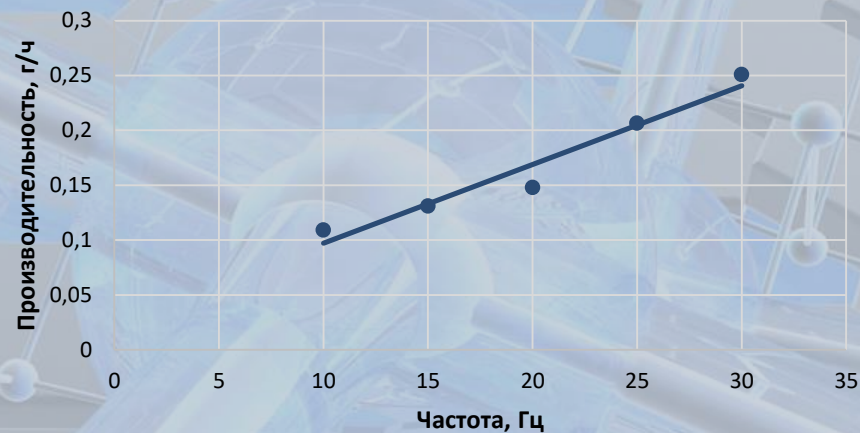
Результаты влияние частоты на производительность

Влияние частоты на производительность
при емкости 13,6 нФ



Средняя масса нанопорошка на импульс: 0,56
мкг/имп

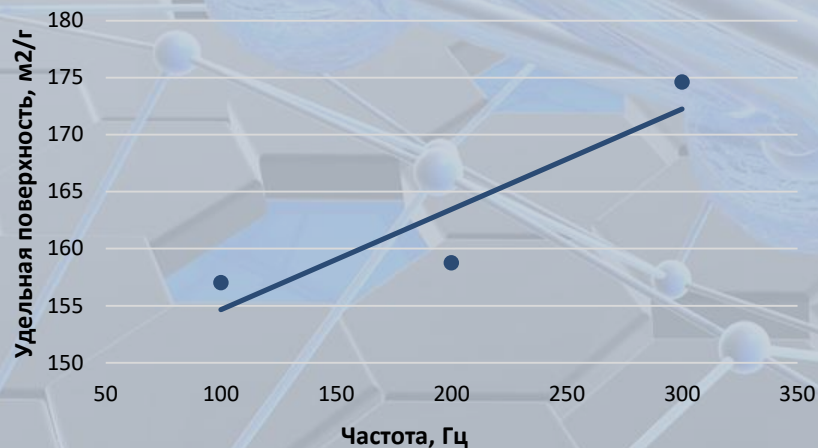
Влияние частоты на производительность
при емкости 100 нФ



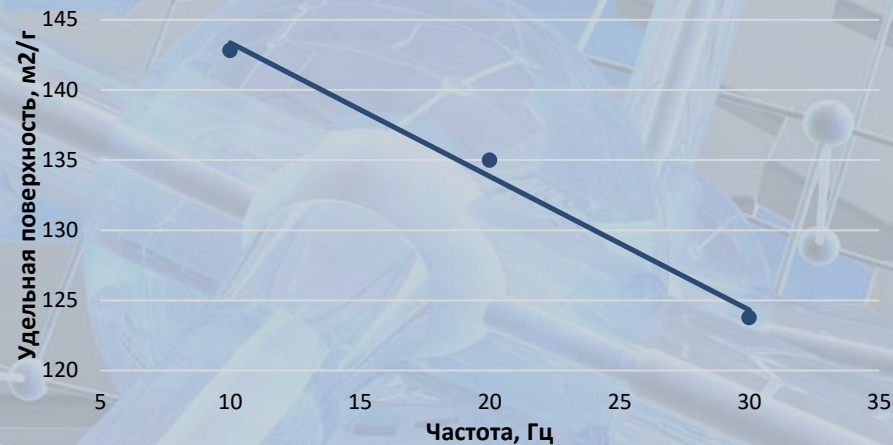
Средняя масса нанопорошка на импульс: 2,4
мкг/имп

Результаты влияние частоты на дисперсность

Влияние частоты на дисперсность
при емкости 13,6 нФ



Влияние частоты на дисперсность
при емкости 100 нФ



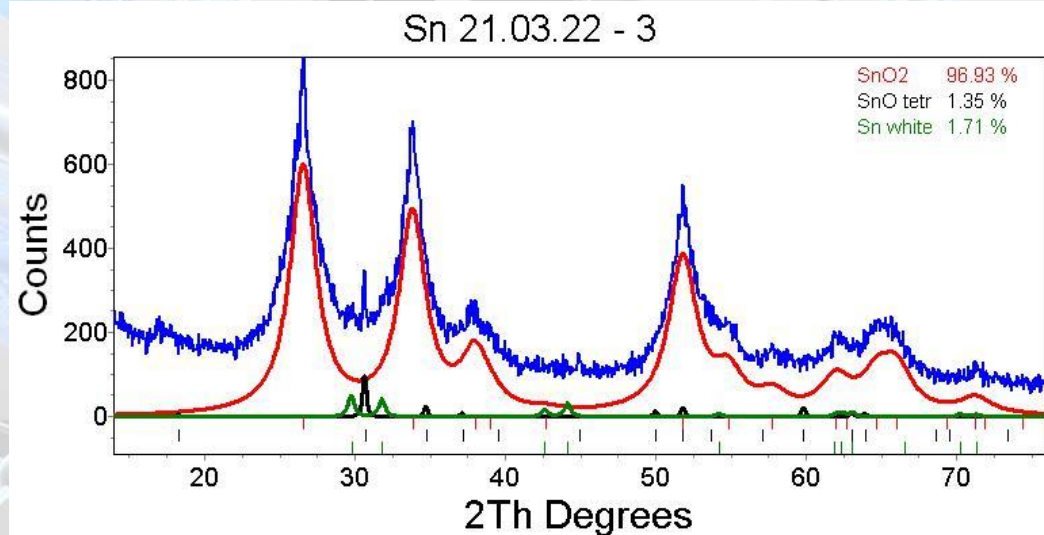
Результаты РФА

Материал содержит кристаллические фазы:

- **SnO₂**, тетрагональная, S.G.: P42/mnm, содержание $\approx 97\%$ (вес), ОКР = 3,8(0,5) нм периоды $a = 4,733(3) \text{ \AA}$, $c = 3,180(2) \text{ \AA}$.

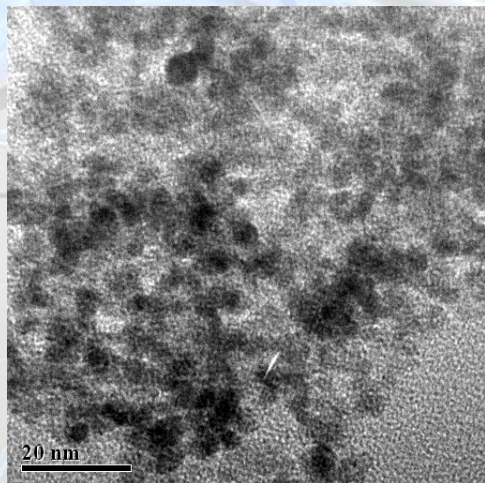
- **SnO**, тетрагональная, следы $> 1\%$ (вес), ОКР ≈ 37 нм, периоды $a = 3,646(2) \text{ \AA}$, $c = 4,833(3) \text{ \AA}$; встречаются также одиночные крупные частицы.

- **Sn белое**, тетрагональная, следы $> 1\%$ (вес), ОКР ≈ 18 нм, периоды $a = 5,991(7) \text{ \AA}$, $c = 3,179(6) \text{ \AA}$.

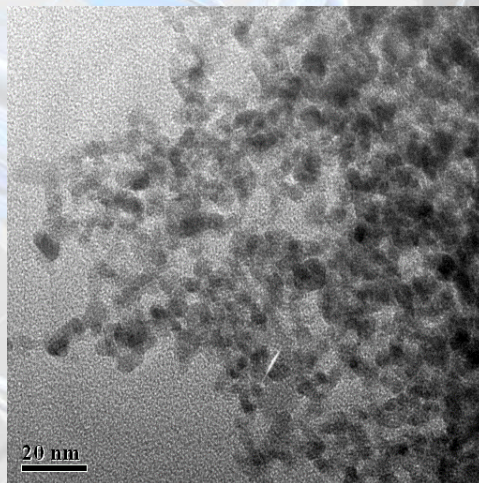


ТЕМ микроскопия

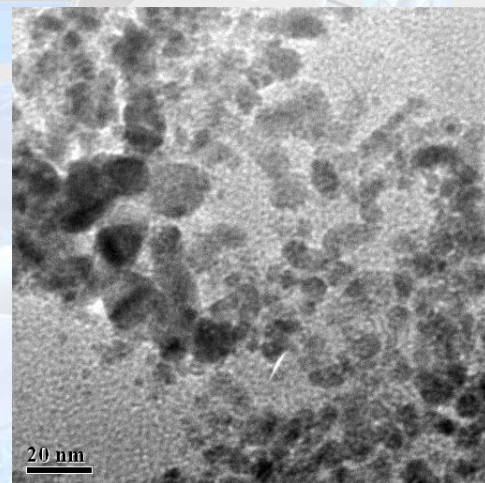
9



Sn2103223
 $\rho=210 \text{ м2/г}$

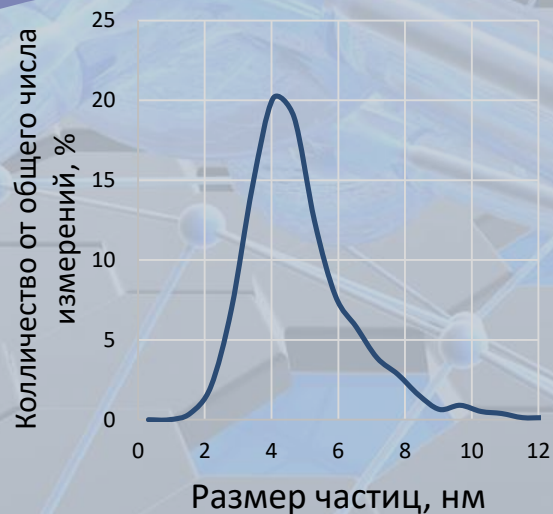


Sn1803222
 $\rho=158 \text{ м2/г}$

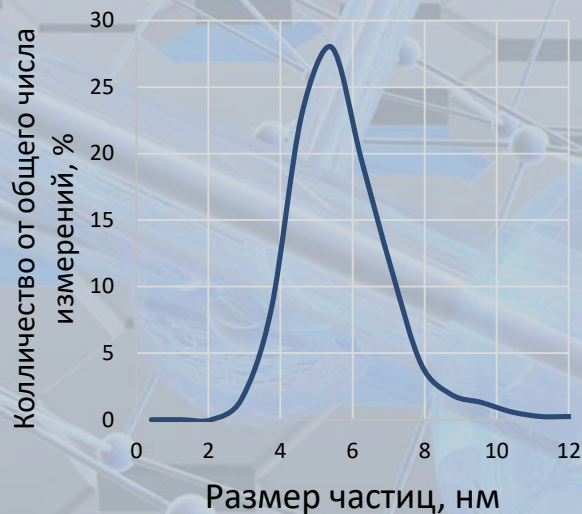


Sn2203223
 $\rho=123 \text{ м2/г}$

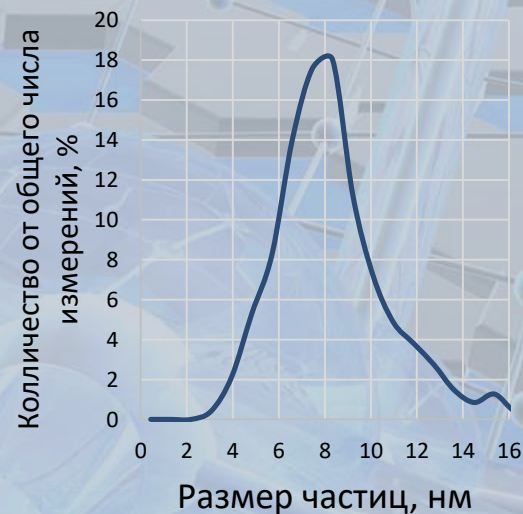
Распределение частиц по размерам



Sn2103223
 $\rho=210$ м2/г



Sn1803222
 $\rho=158$ м2/г



Sn2203223
 $\rho=123$ м2/г

Наработка материала для газовых датчиков

Условия получения и параметры 1 партии:

Емкость: 100 нФ

Напряжение: 10-11 кВ

Частота: 40 Гц

Поток: 70 л/мин

Масса: 1,098 г

Удельная поверхность: 100,45 м²/г

Условия получения и параметры 2 партии:

Емкость: 13,6 нФ

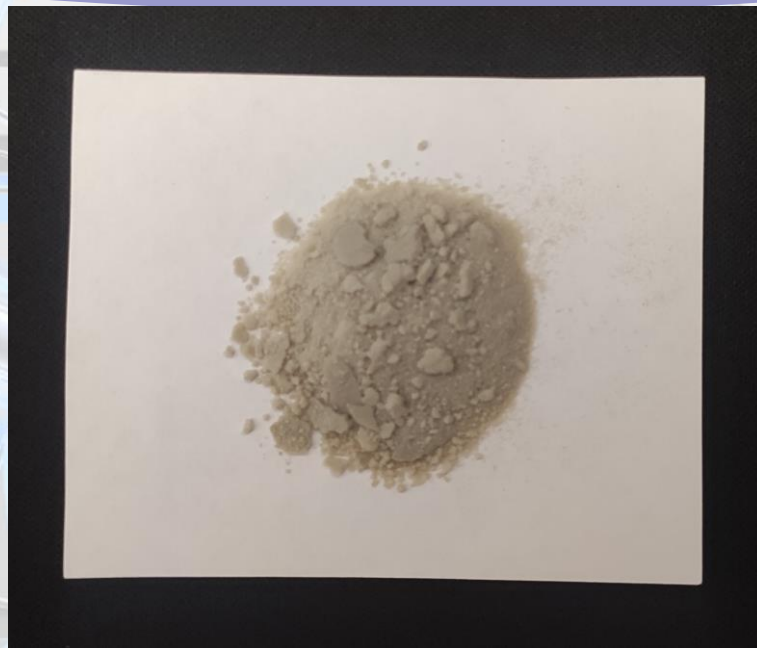
Напряжение: 10-11 кВ

Частота: 250 Гц

Поток: 20 л/мин

Масса: 1,094 г

Удельная поверхность: 191,54 м²/г



Образец полученного оксида
олова

Исследование примесей образцов методом ИНДУКТИВНО СВЯЗНОЙ ПЛАЗМЫ

12

РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗА ИСХОДНОГО МАТЕРИАЛА

Содержание элементов %

Al	<0.0005
Ca	<0.0002
Mg	<0.0001
Ba	<0.0001
Sr	<0.00005
Fe	<0.0008
Ni	<0.0002
Cr	<0.0002
Cu	<0.00015
Mn	<0.00005
Zn	<0.0001
Sb	<0.005
Pb	<0.0005

РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗА ПОЛУЧЕННОГО НАНОПОРОШКА

Содержание элементов (% , вытяжка царской
водкой)

Образец	Sn230322 Крупный	Sn240322 Мелкий
Al	0.00036	0.00018
Ca	<0.0005	<0.0005
Mg	<0.0001	<0.0001
Ba	<0.0001	<0.0001
Sr	<0.00005	<0.00005
Fe	0.0011	0.00069
Ni	0.0013	<0.0005
Cr	<0.0002	<0.0002
Cu	0.00054	0.00023
Mn	<0.00005	<0.00005
Zn	0.0033	0.0010
Sb	<0.005	<0.005
Pb	<0.0005	<0.0005

Выводы

- Оработана методика получения наночастиц с разной удельной поверхностью на примере оксида олова
- Определены режимы работы установки совмещающие в себе приемлемую производительность и возможность контролировать дисперсность порошков
- Получены партии нанопорошков оксида олова для дальнейшего применения их в качестве чувствительного элемента полупроводниковых газовых датчиков
- Получаемый материал не имеет сторонних примесей, кроме тех, которые присутствуют в исходном материале
- Средняя производительность составила 400 мг/ч

**Спасибо за
внимание!
Готов ответить на
ваши вопросы!**

a.d.maksimov1415@gmail.com



Приложение 1

Характеристики производительности:

- Средняя масса выхода порошка - 0.2 г/ч (оксид железа), 0.3 г/ч (оксид меди)
- Удельная поверхность нанопорошков - 200 м²/г (оксид железа) (d=5.7нм), 178 м²/г (оксид меди) (d=5.3нм)

Характеристики блока запуска:

- Напряжение импульса - 30 кВ
- Максимальная частота - 1 кГц

Характеристики источника:

- Максимальное напряжение - 50 кВ
- Ток зарядки - 0.12 А

Характеристики разрядного контура:

- Емкости накопителей - 3.4, 6.8, 10.2, 13.6, 100, 340 нФ
- Индуктивность токоведущих линий - 500 нГн
- Максимальное рабочее напряжение - 20 кВ (воздух), 10 кВ (аргон)