

УДК 54.057

СИНТЕЗ ДИОКСИДА ТИТАНА ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ВОЗМОЖНОСТЬЮ РЕГУЛИРОВАНИЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА

© 2022 г. А. А. Сивков^{a, b}, Ю. Н. Вымпина^{b, *}, И. А. Рахматуллин^b,
А. С. Ивашутенко^b, Ю. Л. Шаненкова^b, И. И. Шаненков^b, Д. С. Никитин^b

^aCollege of Communication Engineering, Jilin University, Changchun, 130023 China

^bИнженерная школа энергетики, Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, Томск, 634050 Россия

*e-mail: ynp2@tpu.ru

Поступила в редакцию 10.03.2021 г.

После доработки 07.05.2021 г.

Принята к публикации 12.05.2021 г.

Представлены результаты экспериментальных исследований синтеза ультрадисперсных порошков диоксида титана плазмодинамическим методом с использованием способа дифференциально-барической сепарации для регулирования их гранулометрического состава. Принцип работы способа заключается в перемещении мелкодисперсной фракции из основной камеры (в которой протекает плазмохимическая реакция) в буферную при открытии перепускного клапана за счет разности давлений. Способ позволяет осуществлять фракционное разделение и получать материалы с преимущественным содержанием мелких частиц размерами менее 1–2 мкм (вплоть до 10 нм) и крупных частиц размерами порядка 10–100 мкм в процессе синтеза без использования дополнительных устройств и методов сепарации. Экспериментальная система, реализующая дифференциально-барическую сепарацию, позволяет изменять время открытия перепускного клапана между основной и буферной камерами, что влияет на соотношение масс и фазовый состав низкодисперсной и высокодисперсной фракций. Показана эффективность применения способа для получения максимальной массы высокодисперсной фракции с наибольшим содержанием анатаза около 80 мас. % при времени открытия перепускного клапана около 10 с, что подтверждается результатами рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии.

Ключевые слова: плазмодинамический синтез, диоксид титана, анатаз, рутил, дифференциально-барическая сепарация, просвечивающая электронная микроскопия, рентгеновская дифрактометрия.

DOI: 10.31857/S1028096022010174

ВВЕДЕНИЕ

Проблемы, связанные с загрязнением окружающей среды и истощением запасов ископаемого топлива, послужили причиной активных исследований в области производства водорода в последние десятилетия [1–4]. На текущий момент разработано несколько основных способов: ферментация биомассы, крекинг некоторых видов углеводородов, электро- и фотокаталитическое разложение воды с использованием катализаторов [5, 6]. В аспекте потенциальной доступности ресурсов и экологичности процесса фоторасщепление воды наиболее предпочтительно, поэтому все больше научных работ посвящено именно этой тематике [7–10]. Среди существующих фотокатализаторов по-прежнему наиболее популярным остается диоксид титана TiO_2 ввиду его высокой химической стабильности и низкой стоимости [11–14]. Многие исследователи проявля-

ют повышенный интерес к анатазу – модификации TiO_2 , которая обладает наилучшей фотокаталитической активностью среди других известных структур TiO_2 , что обусловлено меньшим средним размером частиц и, соответственно, более высокой поверхностной энергией [11, 14]. В связи с этим получение диоксида титана с повышенным содержанием анатаза и минимальным размером частиц является актуальной задачей.

В [15] показана принципиальная возможность получения дисперсного TiO_2 с помощью метода прямого плазмодинамического синтеза. Установлено, что материал синтезированного порошка состоит из двух сильно различающихся размерных фракций: ультрадисперсной – с размером частиц до 1–2 мкм и микронной – до 200 мкм. Для фотокаталитических приложений нужны частицы с большей поверхностной энергией, которая достигается за счет уменьшения их размера, по-

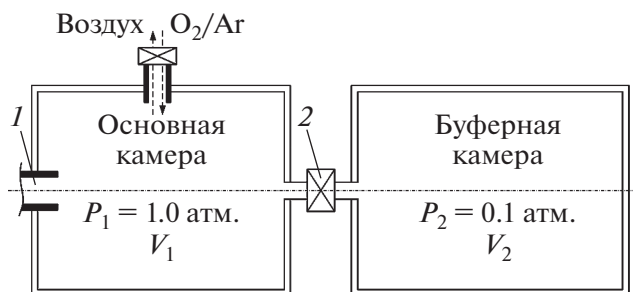


Рис. 1. Принципиальная схема системы дифференциально-барической сепарации: 1 – электрод-ствол ускорителя; 2 – перепускной управляемый клапан между основной и буферной камерами.

этому предложено проводить фракционное разделение непосредственно в камере-реакторе сразу после окончания процесса синтеза. В настоящей работе продемонстрирована возможность применения способа дифференциально-барической сепарации для фракционного разделения частиц и преимущественного получения ультрадисперсного продукта с содержанием анатаза около 80%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Метод прямого плазмодинамического синтеза диоксида титана основан на использовании сверхзвуковой плазменной струи, генерируемой импульсным высокопоточным коаксиальным магнитоплазменным ускорителем эрозийного типа с титановыми электродами и ускорительным каналом [15]. Импульсное электропитание ускорителя осуществляется от емкостного накопителя энергии с емкостью конденсаторной батареи $C' = 14.4$ мФ при зарядном напряжении $U_{зар} = 2.5–3.0$ кВ.

Титан нарабатывается путем электроэрозийного износа с поверхности ускорительного канала при протекании тока электропитания около 100 кА, переходит в плазменное состояние, ускоряется в коаксиальной электродной системе магнитоплазменного ускорителя до скоростей порядка 1 км/с и истекает в герметичную камеру-реактор, заполненную газовой смесью кислорода и аргона при соотношении парциальных давлений ($O_2 : Ar = 1 : 1$) в нормальных условиях при комнатной температуре. При распылении материала с внешней границы головной ударной волны сверхзвуковой струи происходит плазмохимическая реакция образования диоксида титана и формирование микро- и наночастиц.

В рамках настоящего исследования для фракционного разделения синтезируемого диоксида титана использовался разработанный способ дифференциально-барической сепарации, суть которого заключается в перемещении взвешенной в газовой смеси мелкодисперсной фракции

из основной камеры (в которой протекает плазмохимическая реакция) в буферную за счет разности давлений в их объемах (рис. 1). Технически способ реализуется путем разделения общего объема камер на два независимых, соединенных между собой перепускным управляемым клапаном 2 ($d = 10–20$ мм). В буферной камере создается форвакуум, после чего закрывается клапан, а основная камера наполняется смесью газов. В основной камере протекает плазмохимическая реакция при нормальном атмосферном давлении и комнатной температуре. После окончания плазмохимической реакции и формирования частиц диоксида титана спустя установленный временной промежуток Δt открывается перепускной клапан, и часть газовой смеси, содержащей взвешенные мелкодисперсные частицы, перемещается в буферную камеру за счет перепада давлений до полного его выравнивания. Более подробно метод описан в [16].

Рентгенофазовый анализ продуктов плазмодинамического синтеза проводился с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 7000S ($CuK\alpha$ -излучение). Обработку полученных дифрактограмм осуществляли в программной среде PowderCell 2.4 с использованием базы структурных данных PDF4+. Степень кристалличности оценивали с помощью программного продукта XRD: Crystallinity. Структуру, морфологию и размеры частиц исследовали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Hitachi TM 3000, JSM-6700F и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Philips CM12. Для измерений удельной поверхности синтезированных порошков методом Брюнета–Эммета–Теллера (БЭТ) в азоте использовали газоабсорбционный анализатор удельной поверхности и пористости TriStar II 3020.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Основным фактором, способным повлиять на гранулометрический и фазовый состав продукта плазмодинамического синтеза, а также на его массу при использовании предложенного способа сепарации, является время Δt открытия перепускного клапана после завершения работы коаксиального магнитоплазменного ускорителя. На рис. 2 представлены зависимости масс продуктов, собранных в основной (m_1) и буферной (m_2) камерах, и суммарной массы дисперсного материала m_3 от указанного параметра. Очевидно, что с увеличением времени открытия клапана масса порошка, остающегося в основной камере, заметно возрастает, в то время как масса высокодисперсного продукта, перекачанного в буферную камеру, уменьшается. Это обусловлено тем, что с увеличением временного промежутка большее количество частиц осаждается на стенки основной камеры. Общая масса материалов остается постоянной в пределах, обусловленных некото-

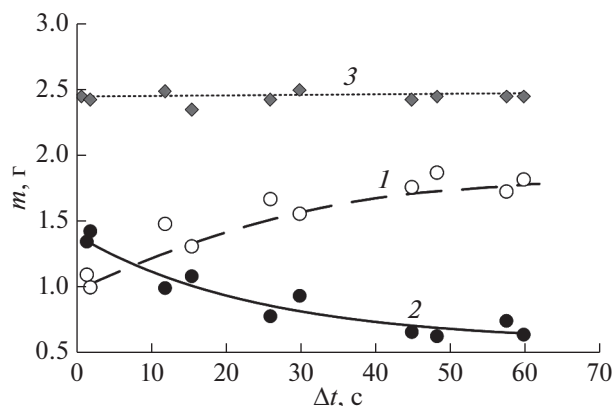


Рис. 2. Зависимости масс порошков m от времени открытия перепускного клапана Δt : 1 – масса порошка в основной камере m_1 ; 2 – масса порошка в буферной камере m_2 ; 3 – суммарная масса порошка m_3 .

рыми отклонениями подведенной к ускорителю энергии в серии экспериментов.

В рассматриваемых условиях максимальное количество ультрадисперсного материала выносятся в объем буферной камеры при минимальном времени открытия клапана около 1 с. Однако РЭМ-изображение (рис. 3а) демонстрирует неприемлемость такого режима, так как в продукт буферной камеры при переносе попадают частицы размерами порядка 10 мкм и более. Это недостаток постепенно исключается с увеличением промежутка времени Δt до открытия перепускного клапана, как это видно из сопоставления РЭМ-изображений на рис. 3. Так, при $\Delta t \geq 10$ с в порошке буферной камеры уже полностью отсутствуют частицы крупной фракции размерами более 10 мкм, а процентное содержание частиц

размерами менее 400 нм вплоть до десятков нанометров монотонно возрастает. Об этом свидетельствуют соответствующие гистограммы распределения по размерам частиц субмикронного диапазона (рис. 3), согласно которым при $\Delta t = 1$ с их содержание составляет 67.5%, при $\Delta t = 10$ с – 80.3%, а при $\Delta t = 30$ с – 83%.

Таким образом, увеличение Δt позволяет регулировать гранулометрический состав порошков буферной камеры в диапазоне размеров от 1.0–1.5 мкм до порядка 10–100 нм и выбирать необходимый диапазон, отвечающий функциональным требованиям. Однако следует отметить, что предложенный способ не обеспечивает удаление из порошка частиц микронных размеров, которые длительное время находятся во взвешенном состоянии в основной камере. Поэтому для выделения фракции с размером гранул порядка 100 нм и менее необходимо использовать другие, дополнительные способы сепарации, например, центрифугирование. Кроме того, согласно зависимостям, приведенным на рис. 2, увеличение Δt сопровождается сильным перераспределением масс порошков между основной и буферной камерами (увеличением в основной и уменьшением в буферной камерах) за счет дополнительной естественной агломерации мелкой фракции и ее осаждения в основной камере с увеличением Δt . Так, если при минимальном $\Delta t = 1$ с масса порошка в буферной камере составляет ~1.4 г, то при $\Delta t \approx 10$ с она уменьшается до 1 г при полном отсутствии частиц крупной фракции, в то время как при $t = 30$ с она уменьшается до ~0.8 г. При дальнейшем увеличении Δt происходит нежелательное уменьшение m_2 , а фазовый состав продукта буферной камеры остается практически постоянным. Исходя из этих данных, с учетом сохране-

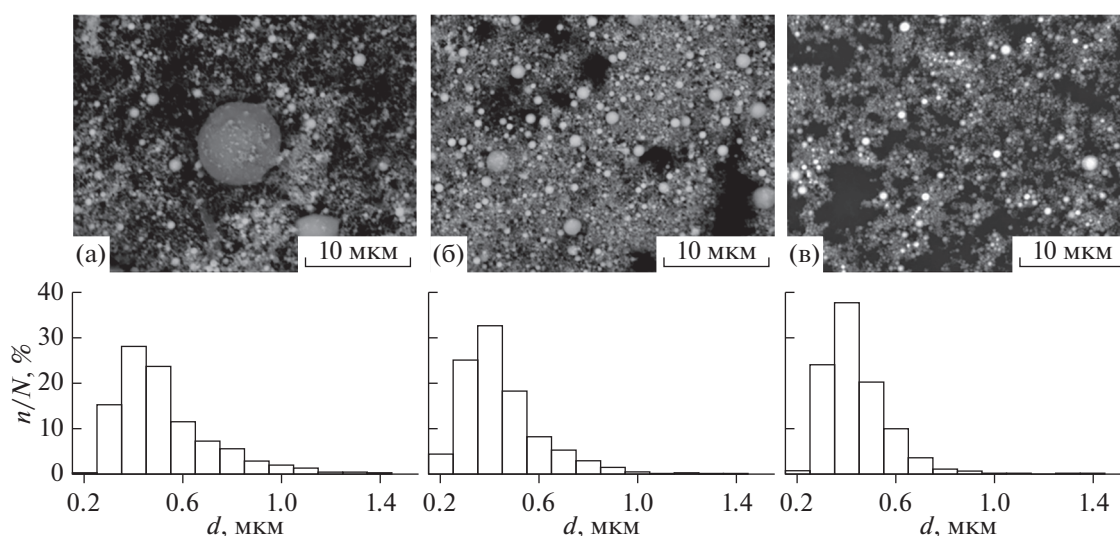


Рис. 3. РЭМ-изображения продуктов плазмодинамического синтеза, полученных при временах открытия перепускного клапана $\Delta t = 1$ (а), 10 (б), 30 с (в), и соответствующие гистограммы распределения частиц по размерам.

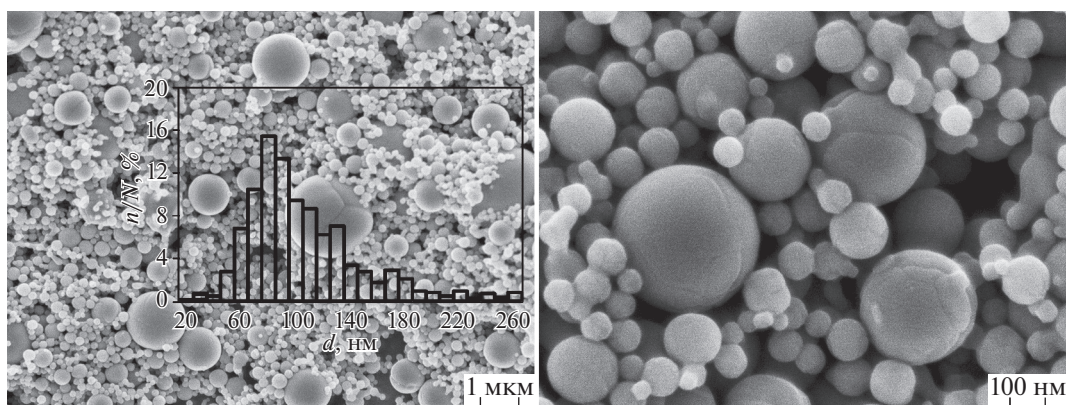


Рис. 4. РЭМ-изображения высокого разрешения продукта плазмодинамического синтеза из буферной камеры, полученного при $\Delta t = 10$ с.

ния в порошке буферной камеры микронной и субмикронной фракции с достаточно близким процентным содержанием за оптимальное время открытия перепускного клапана условно принято $\Delta t = 5\text{--}10$ с. Это время обеспечивает практически максимальное по массе выделение мелкой фракции при полном исключении частиц с размерами порядка $10\text{--}100$ мкм. Одновременно в основной камере осаждается крупная фракция с относительно малым содержанием мелкой фракции.

На рис. 4 приведены типичные РЭМ-изображения высокого разрешения порошка мелкой фракции из буферной камеры при $\Delta t = 10$ с и гистограмма распределения частиц по размерам. Видно, что практически все частицы с размерами до 100 нм и более крупные имеют сферическую форму и блочное строение. Средний размер частиц субмикронной и наноразмерной фракций порошков в описанных условиях составляет около 80 нм. Содержание наноразмерных (менее 100 нм) частиц близко к 58% , а определенная методом БЭТ удельная поверхность составляет $10\text{--}15$ м²/г, что соответствует среднему размеру частиц 80 нм.

Стоит отметить, что объемы основной V_1 и буферной V_2 камер, а также их отношение V_2/V_1 оказывают влияние на качественные характеристики процесса дифференциально-барической сепарации синтезированного продукта. При относительно малом объеме основной камеры $V_1 = 0.017$ м³ (диаметр $d = 0.021$ м, длина $l = 0.5$ м) значительная часть наработанного в канале коаксиального магнитоплазменного ускорителя материала достигает противоположной стенки основной камеры, не вступая в реакцию окисления и не участвуя в образовании дисперсного продукта, где осаждается в виде расплава титана. Экспериментально установлено, что увеличение объема основной камеры за счет увеличения ее длины и диаметра позволяет существенно повысить суммарную массу дисперсного продукта m_3 . На рис. 5 приведена экспериментальная зависимость отношения

масс порошков, собранных из буферной и основной камер m_2/m_1 , от отношения объемов этих камер V_2/V_1 . Она практически линейная и не зависит от абсолютных линейных размеров и абсолютных величин m_1 и m_2 , при постоянных исходных давлениях $P_1 = 1$ и $P_2 = 0.1$ атм. и соотношении компонентов газовой смеси $O_2 : Ag = 1 : 1$. Зависимость показывает, что с ростом отношения V_2/V_1 существенно возрастает масса высокодисперсного продукта, переходящая в буферную камеру. То есть ее объем независимо от габаритов должен быть много больше объема основной камеры $V_2 \gg V_1$ для обеспечения предельно высокой эффективности предварительной сепарации и выделения как высокодисперсной, так и низкодисперсной фракции продукта плазмодинамического синтеза в системе Ti–O.

На рис. 6 представлены типичные дифрактограммы порошкообразных продуктов из основной и буферной камер, полученных в экспериментах при разных Δt и прочих одинаковых условиях ($V_2/V_1 = 1.65$, $W \approx 30.0$ кДж). Фазовый анализ показал, что во всех случаях материалы состоят из двух модификаций, близких к структурным моделям анатаза $aTiO_2$ (карточка № 21-1272, тетрагональная сингония, пр. гр. $I4_1/amd$) и рутила $rTiO_2$ (карточка № 21-1276, тетрагональная сингония, пр. гр. $P4_2/mnm$) с преимущественным содержанием анатаза. Судя по соотношениям интенсивностей сильнейших рефлексов $aTiO_2$ 101 и $rTiO_2$ 110 при углах $2\theta = 24^\circ\text{--}29^\circ$, доминирование анатаза усиливается в материале из буферной камеры, в которой практически отсутствует крупная фракция порошков с размерами частиц порядка $10\text{--}100$ мкм, состоящая из рутила.

Об этом косвенно свидетельствует более высокий уровень кристалличности $\approx 98.2\%$ порошка из основной камеры по отношению к материалу из буферной камеры 97% . Результаты расчетов показали минимальное содержание анатаза $\sim 68\%$ и максимальное рутила $\sim 32\%$ в порошке из бу-

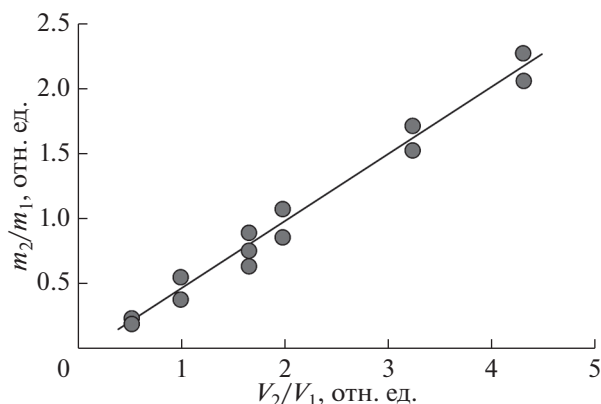


Рис. 5. Влияние отношения объемов камер на отношение масс дисперсного продукта при дифференциально-барической сепарации.

ферной камеры при времени $\Delta t = 1$ с. Это обусловлено, как отмечено выше, попаданием в буферную камеру частиц крупной фракции. Аналогичное соотношение (анатаз 67.9% и рутил 37.1%) имеет место для порошков основной камеры. Увеличение Δt до ~ 10 с из-за исключения перехода в буферную камеру крупной фракции (рутила) обеспечивает повышение в ней содержания анатаза до 73–75% и снижение содержания рутила до 27–25%. Важно отметить, что дальнейшее увеличение Δt до ~ 60 с приводит лишь к небольшому, на уровне погрешности эксперимента около 1–

2%, снижению содержания анатаза и росту концентрации рутила. Это можно связать с возможным фазовым переходом материала наночастиц при повышении времени их нахождения в условиях повышенной температуры основной камеры из-за диссипированной в ней энергии плазменной струи.

Оценочные расчеты средних размеров областей когерентного рассеяния показали их практическое постоянство для порошков мелкой фракции из буферной камеры: 80 нм для анатаза и 90 нм для рутила, что сопоставимо с результатами статического анализа (рис. 4). Эти результаты также показывают целесообразность использования $\Delta t \approx 10$ с для получения максимального содержания анатаза.

На рис. 7 приведены результаты ПЭМ наиболее типичных скоплений частиц высокодисперсной фракции: светлопольные изображения, картины электронной микродифракции в выделенных областях и темнопольные изображения в свете дифрагированных пучков, полученные при смещении апертурной диафрагмы в области указанных рефлексов. Во всех случаях размеры наиболее крупных сферических частиц не превышают ~ 250 нм, а наиболее мелких составляют около ~ 10 нм.

Все представленные картины микродифракции содержат кольца, пятна и рефлексы двух полиморфных фаз анатаза и рутила – рефлексам $1-3$ соответствуют темнопольные изображения с яр-

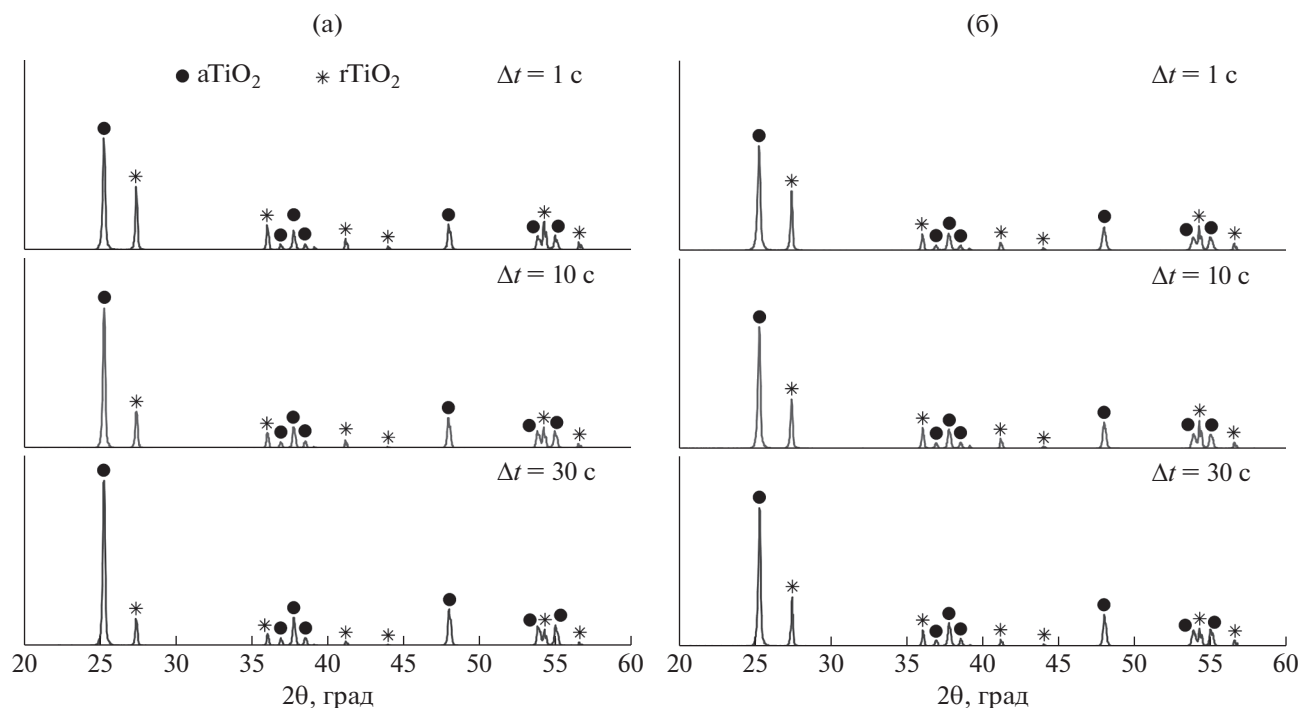


Рис. 6. Дифракционные картины порошков плазмодинамического синтеза, собранных из буферной и основной камеры при разных Δt : а – буферная камера; б – основная камера.

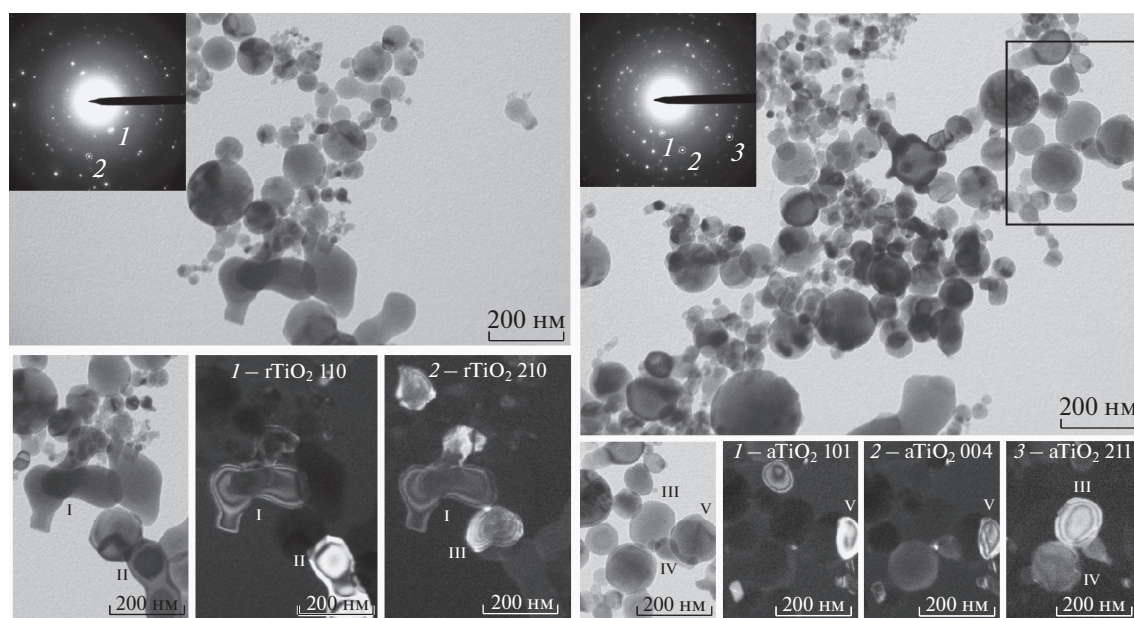


Рис. 7. Просвечивающая электронная микроскопия частиц диоксида титана плазмодинамического синтеза.

ко светящимися контурами. В некоторых случаях экстинкционные контуры расположены по всему телу целых частиц. Например, так выделяются бесформенные объекты I и II, которым соответствуют два разных рефлекса 110 и 210 фазы рутила. Эти и подобного вида объекты образовались при соединении нескольких жидкофазных нанок капель синтезированного диоксида титана с последующей относительно медленно кристаллизацией фазы со структурой рутила.

Этот факт иллюстрирует одну из закономерностей процесса плазмодинамического синтеза: подобные по морфологии объекты имеют структуру рутила. Второй предполагаемой закономерностью является образование небольшого количества сфероподобных, иногда с просматривающейся естественной огранкой, монокристаллических частиц. Геометрия экстинкционных контуров и рефлексы 211, 004 фазы анатаза полностью соответствует геометрии самих частиц, что видно из сравнения светлопольных и темнопольных изображений (частицы III и IV). То есть монокристаллические частицы, как правило, имеют структуру анатаза. Третья, наиболее очевидная, закономерность заключается в том, что подавляющее большинство частиц порошков имеет блочное строение. Судя по очертаниям экстинкционных контуров на темнопольных изображениях, блоки монокристаллические. Так, например, наблюдаются экстинкционные контуры в теле блоков частицы V и отражения от плоскостей (101) и (004) анатаза.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработан и реализован в экспериментальных условиях новый способ дифференциально-барической сепарации дисперсных продуктов диоксида титана плазмодинамического синтеза непосредственно при проведении самого процесса. Указанный способ сепарации позволяет отделить ультрадисперсную фракцию частиц с размерами от 1–2 мкм и менее вплоть до ~10 нм от крупной фракции с размерами частиц порядка 10–100 мкм и более.

Показано, что масса ультрадисперсного материала, перенесенного в буферную камеру из основной, возрастает с уменьшением времени открытия перепускного клапана и с увеличением объема буферной камеры. Близким к оптимальному следует считать время 10 с, при котором полностью исключается попадание частиц крупной фракции в буферную камеру.

Результаты рентгенофазового анализа показали доминирование кристаллической фазы анатаза в буферной камере. Косвенно это свидетельствует о том, что анатаз является основным материалом мелкой фракции.

Методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии установлено, что продукт буферной камеры состоит в основном из сфероподобных частиц с блочной структурой с размерами от ~10 до 250 нм при среднем размере около 80 нм. Блоки являются монокристаллическими и имеют в основном структуру анатаза. Показано, что в ультрадисперсных порошках присутствуют в небольшом количестве бесформенные субмикронные объекты, состоящие из материала со структурой рутила.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (проект № 20-33-90060).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Gao D., Yu H., Xu Y. // Appl. Surf. Sci. 2018. V. 462. P. 623.
<https://doi.org/0.1016/j.apsusc.2018.08.061>
2. Esmat M., El-Hosainy H., Tahawy R., Jevasuwan W., Tsunaji N., Fukata N., Ide Y. // Appl. Catalysis. B. 2020. V. 285. P. 119755.
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2020.119755>
3. Li W., Ma Q., Wang X., He S., Li M., Ren L. // Appl. Sur. Sci. 2019. V. 494. P. 275.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.07.152>
4. Barba-Nieto I., Christoforidis K.C., Fernández-García M., Kubacka A. // Appl. Catalysis. B. 2020. V. 277. P. 119246.
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2020.119246>
5. Barakat N.A.M., Erfan N.A., Mohammed A.A., Mohamed S.E.I. // Colloids Surf. A. 2020. V. 604. P. 125307.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125307>
6. Zhang M., Zhong W., Xu Y., Xue F., Fan J., Yu H. // J. Phys. Chem. Solids. 2021. V. 149. P. 109796.
<https://doi.org/0.1016/j.jpcs.2020.109796>
7. Ba Q., Jia X., Huang L., Li X., Chen W., Mao L. // Int. J. Hydrogen En. 2019. V. 44. № 12. P. 5872.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.01.054>
8. Chang C., Lin Y., Weng H., Wei Y. // Appl. Surf. Sci. 2018. V. 451. P. 198.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.05.004>
9. Qiu F., Qiu F., Zhu X., Guo Q., Dai Y., Xu J., Zhang T. // Powder Technol. 2017. V. 317. P. 287.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.05.026>
10. Li H., Su Z., Hu S., Yan Y. // Appl. Catalysis. B. 2017. V. 207. P. 134.
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.02.013>
11. Nunes D., Pimentel A., Santos L., Barquinha P., Pereira L., Fortunato E., Martins R. // Metal Oxide Nanostructures: Synthesis, Properties and Applications. Amsterdam: Elsevier, 2018. P. 328.
<https://doi.org/10.1016/C2016-0-01647-9>
12. Mohamad M. // Mater. Sci. Semicond. Process. 2015. V. 31. P. 405.
<https://doi.org/10.1016/j.mssp.2014.12.027>
13. Hayashi T., Nakamura K., Suzuki T., Saito N., Murakami Y. // Chem. Phys. Lett. 2020. V. 739. P. 136958.
<https://doi.org/10.1016/j.cplett.2019.136958>
14. Barakat N.A.M., Erfan N.A., Mohammed A.A., Mohamed S.E.I. // Colloids Surf. A. 2020. V. 604. P. 125307.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125307>
15. Сивков А.А., Вымпина Ю.Н., Иващенко А.С., Рахматуллин И.А., Шаненкова Ю.Л., Шаненков И.И. // Материаловедение. 2020. № 11. С. 21.
<https://doi.org/10.31044/1684-579X-2020-0-11-21-26>
16. Шаненков И.И. Плазмодинамический синтез дисперсных оксидов железа с высоким содержанием эпсилон фазы в высокоскоростной струе электро-разрядной плазмы: Дис. ... канд. тех. наук: 05.14.12:05.09.02. Томск: ТПУ, 2018. 156 с.

Synthesis of Titanium Dioxide by Plasma Dynamic Method with Controlling the Particle Size Distribution

A. A. Sivkov^{1, 2}, Yu. N. Vympina^{2, *}, I. A. Rahkmatullin², A. S. Ivashutenko², Yu. L. Shanenkova², I. I. Shanenkov², D. S. Nikitin²

¹College of Communication Engineering, Jilin University, Changchun, 130023 China

²School of Energy & Power Engineering, National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, 634050 Russia

*e-mail: sivkov@tpu.ru

The results of experimental studies of the synthesis of ultradispersed titanium dioxide powders by the plasma dynamic method using differential pressure separation to control their particle size distribution are presented. The essence of the method is to move the finely dispersed fraction from the main chamber (in which the plasma-chemical reaction takes place) to the buffer one when the bypass valve is opened due to the pressure difference. The method makes it possible to carry out fractional separation and obtain materials with a predominant content of small particles with sizes less than 1–2 μm (up to 10 nm) and large particles with sizes of about 10–100 μm in the process of synthesis without using additional devices and separation methods. The experimental system that implements differential pressure separation allows changing the opening time of the bypass valve between the main and buffer chambers, which affects the weight ratio and phase composition of the low-dispersed and highly dispersed fractions. The efficiency of the application of the method for obtaining the maximum weight of the finely dispersed fraction with the highest anatase content of about 80 wt % with a bypass valve opening time of about 10 s is shown, which is confirmed by the results of X-ray diffractometry and transmission electron microscopy.

Keywords: plasma dynamic synthesis, titanium dioxide, anatase, rutile, differential pressure separation, transmission electron microscopy, X-ray diffractometry.