

**XRD-6100 KUKUNLI DIFRAKTOMETR YORDAMIDA TiO₂
NAMUNALARI KRISTALLANISI VA HOSIL BO'LISH
JARAYONLARINI QAYD ETISH**

¹Xojiyev Sherali Teshaeovich, ¹Qosimov Isroil Odinaevich, ²Igamov Baxrom Dzhuraevich., ³И.К. Кучканов., ⁴Xoliqov O'tkir Xoliyarovich.

¹ O'z R FA Akademik O.S. Sodiqov nomidagi Bioorganik kimyo instituti, M. Ulug'bek ko'chasi 83, 100125, Toshkent, O'zbekiston

²O'zbekiston Respublikasi Fanlar akademiyasi konstruktorlik byurosi va tajriba ishlab chiqarishi ilmiy-texnika markazi, Do'rmon yo'li, 33. 100125.

³ЎЗР Фанлар академияси Материалшунослик институти, Тошкент шаҳри, Юнусобод тумани, Ч.Айтматов кўчаси. 2Б, 100086, Ўзбекистон

⁴ Termiz muhandislik-texnologiya instituti Termiz sh. I.Karimov ko'chasi 288 a
isroil.kosimov.76@mail.ru

²Igamov-bd@mail.ru.

Аннотация: Ushbu ishda titan oksidi TiO₂ namunalarining turli cho'qqilari rentgen fazali tahlilida (XRD-6100) eksperimental ravishda aniqlangan. TiO₂ namunalarining (boshlang'ich va qizdirilgan) rentgen fazali tahlili o'tkazildi. Tahlil natijasida TiO₂ namumasining atomlari orasidagi masofasi namuna haroratning ortishiga qarab o'zgarishi, va TiO₂ namunasining kristallanish darajasi Debay Sherrer formulasi bo'yicha hisoblanganida bir darajaga ortishi aniqlandi. Shuningdek, TiO₂ namunalarining kristallik va amorfizm darajalari aniqlandi. Ular Search and Match dasturi yordamida baholandi. Titan oksidi uchun mos ravishda amorf faza -81,13% va kristall faza 18,87% ekanligi aniqlandi.

Kalit so'zlar: titan dioksidi, kukun, keng oraliqli yarimo'tkazgich, rentgen fazali tahlil, Miller indeksleri, mikro tuzilma.

ФОРМИРОВАНИЯ И КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ОБРАЗЦОВ TiO_2 ОБНАРУЖЕННАЯ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОГО ДИФФРАКТОМЕТРА XRD-6100

¹Хожиев Шерали Тешаевич, ¹Косимов Исроил Одинаевич, ²Игамов Бахром Джураевич., ³Ш.К. Кучканов., ³Холиков Уткир Холиярович

¹Институт Биоорганической Химии им.акад. О.С. Содыкова АН РУз, ул. М. Улугбек 83,100125, Ташкент, Узбекистан

²Научно-технический центр с конструкторским бюро и опытным производством АН РУз, Дурмон йули, 33. 100125.

³Институт материаловедения, НПО «Физика-Солнца» АН РУз, ул. Чингиза Айтматова 2Б, 100084, Ташкент, Узбекистан

⁴Термезский инженерно-технологический институт, г.Термез, ул.И.Каримова 288 а

[¹isroil.kosimov.76@mail.ru](mailto:isroil.kosimov.76@mail.ru)

Igamov-bd@mail.ru

Аннотация: В настоящей работе были экспериментально идентифицированы различные пики образцов оксида титана TiO_2 на рентгенофазовом анализе (XRD-6100). Проведён рентгенофазовый анализ твёрдых образцов TiO_2 (исходных и нагретых). В результате анализа была установлено, что расстояние между атомами TiO_2 изменяется в зависимости от температуры, а степень кристаллизации TiO_2 увеличивается на один порядок по формуле Дебая Шеррера. А также были определены степени кристалличности и аморфности образцов TiO_2 . Их оценивали с использованием программного обеспечения «Search and Match». Для оксида

титана было установлено, что аморфная фаза составляет -81,13 %, а кристаллическая фаза - 18,87 % соответственно.

Ключевые слова: диоксид титана, порошок, широкозонный полупроводник, рентгенофазовый анализ, индексы Миллера, микроструктура.

FORMATION AND CRYSTALLIZATION OF TiO₂ SAMPLES DETECTED BY XRD-6100 POWDER DIFFRACTOMETER

¹Khojchiev Sherah Teshaevich, ¹Kosimov Isroil Odinaevich, ²Igamov Bakhrom Djuraevich., ³Kholikov Utkir Kholiyarovich,

¹Institute of Bioorganic Chemistry named after acad. O.S. Sodykov AS RUz, st. M. Ulugbek 83, 100125, Tashkent, Uzbekistan

²Scientific and technical center with a design bureau and pilot production of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, Durmon Yuli, 33. 100125.

³Materials Sciences Institute of the Academy of Sciences of Uzbekistan, str. Chingiz Aytmatov 2B, 100084, Tashkent, Uzbekistan

⁴Termez Institute of Engineering and Technology, city of Termez, I. Karimov str. 288 a

[¹isroil.kosimov.76@mail.ru](mailto:isroil.kosimov.76@mail.ru)

Igamov-bd@mail.ru

Annotation: In the present work, various peaks of titanium oxide TiO₂ samples were experimentally identified on X-ray phase analysis (XRD-6100). X-ray phase analysis of solid TiO₂ samples (initial and heated) was carried out. As a result of the analysis, it was found that the distance between TiO₂ atoms changes depending on temperature, and the degree of crystallization of TiO₂ increases by one order of magnitude according to the Debye Scherrer formula. And also the degrees of crystallinity and amorphism of TiO₂ samples were determined. They were evaluated using the Search and Match software. For titanium oxide, it was found that the amorphous phase is -81.13% and the

crystalline phase is 18.87%, respectively.

Keywords: titanium dioxide, powder, wide-gap semiconductor, X-ray phase analysis, Miller indices, microstructure.

I. Введение

В настоящее время TiO_2 является одним из широко используемых материалов в промышленности и в производстве. Каждый из оксидов металлов представляет собой материал с определённой кристаллической структурой и определёнными физическими свойствами, характеризующийся большой шириной запрещённой зоны. Все оксиды металлов обладают высоким показателем преломления, морфологией поверхности и уникальными свойствами. [1,2]. Сенсорные, адсорбционные, оптические, электрические и каталитические объекты в последние годы находятся в центре внимания исследователей. Свойства TiO_2 [3-5] диоксид титана широко изучается в связи с его высокой фотокаталитической активностью, что потенциально может быть использовано для фотоиндуктивной очистки воздуха и воды от вредных органических соединений [6-10]. Разработка фотокатализаторов на его основе в настоящее время является перспективным направлением, поскольку TiO_2 — дешёвый химически стойкий материал. Особый интерес представляет синтез диоксида титана. В тонкоплёночном состоянии [11–14] наноразмерный диоксид титана является широкозонным полупроводником, который благодаря своей прозрачности и высокому коэффициенту преломления находит применение в электронике и электрооптике, а также в видимой области спектра имеет большой потенциал для применения [15,16]. TiO_2 часто используется во многих отраслях промышленности, таких как аэрокосмическая промышленность, медицина, краска и косметика. Основным недостатком TiO_2 для оптики и фотокатализа является его активность только под действием ближнего ультрафиолетового (УФ) излучения, которое составляет лишь 5-8% всего солнечного спектра, достигающего поверхности Земли [17-19]. Кроме того, он широко

используется в производстве красителей [20]. TiO_2 лучше всего использовать при создании фотогальванических и электронных устройств. Благодаря высокой химической стабильности его используют как светочувствительный солнечный элемент и как фотокатализатор [21,22].

Целью данной статьи является изучение температурной зависимости размера и кристалличности частиц с помощью рентгенофазового анализа порошков для определения изменения, состава и степени кристаллизации наночастиц TiO_2 в порошкообразном состоянии в зависимости от температуры.

II. Методика исследования

В данной работе был выбран порошок TiO_2 . Для наблюдения за изменением расстояния между атомами и кристаллизацией TiO_2 его массу (более 30 граммов) измеряли на высокочувствительных электронных весах. На **рис.1(а)** первый образец при комнатной температуре, а (б) второй образец нагревали в муфельной печи при температуре 300°C в течение 1 часов.

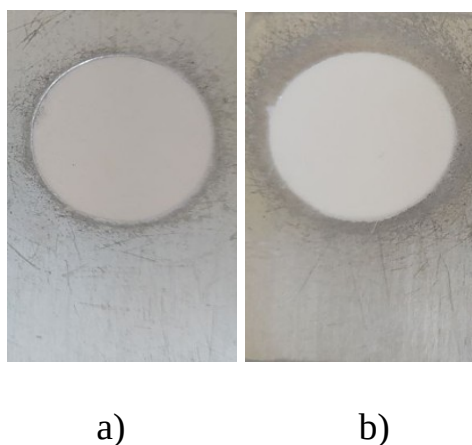


Рис.1 (а) исходный TiO_2

(б) отожжённый до 300°C TiO_2

Установка (XRD-6100) SHIMADZU X-ray diffractometer, (Напряжение : 40.0 (kV) , сила тока: 30.0 (mA), дивергентная щель: 1.00000 (deg), щель рассеяния: 1.00000 (deg), приемная щель: 0.30000(mm), приводная ось: Theta-2Theta , диапазон сканирования : 10.0000 - 80.0000 (deg), скорость сканирования:

2.0000 (deg/min) , шаг выборки: 0.0200 (deg)) заданное время: 0.60 (sec)

Рентгенофазовый анализ – это исследованные свойства рентгеновской дифракции в порошке или поликристаллических образцах TiO_2 , в зависимости от угла рассеяния излучения. Монохроматические рентгеновские лучи направлены на образец порошкообразного материала TiO_2 . На рис. 2 получено изображение (дебеграмма) в виде колец на фотопленке, обернутой вокруг образца. Расстояние между линиями одного и того же кольца на дебеграмме позволяет найти углы брэгговского отражения.



Рис2. Порошковый рентгеновский дифрактометр XRD-6100.

Он позволяет провести качественный и количественный фазовый анализ состава образца TiO_2 , кристаллической структуры вещества, оценить размеры кристаллов, определить постоянные решетки.

III. Основные результаты и их обсуждение

Результаты полученные для образцов TiO_2 (исходный и отожженный) (XRD-6100) сравнивали с литературными данными, и было обнаружено, хорошая согласованность с полученными результатами. Как видно из рис.3. Интенсивность пика показывает, что сильный дифракционный максимум пика при $2\theta=27,58^\circ$ относится к фазе анатаза с наивысших интенсивностей для TiO_2 . Пики $2\theta=36,31^\circ$ и $2\theta=69,08^\circ$ относятся к пикам, с наименьших

интенсивностей, которые наблюдались слабые дифракционные пики для данного материала.

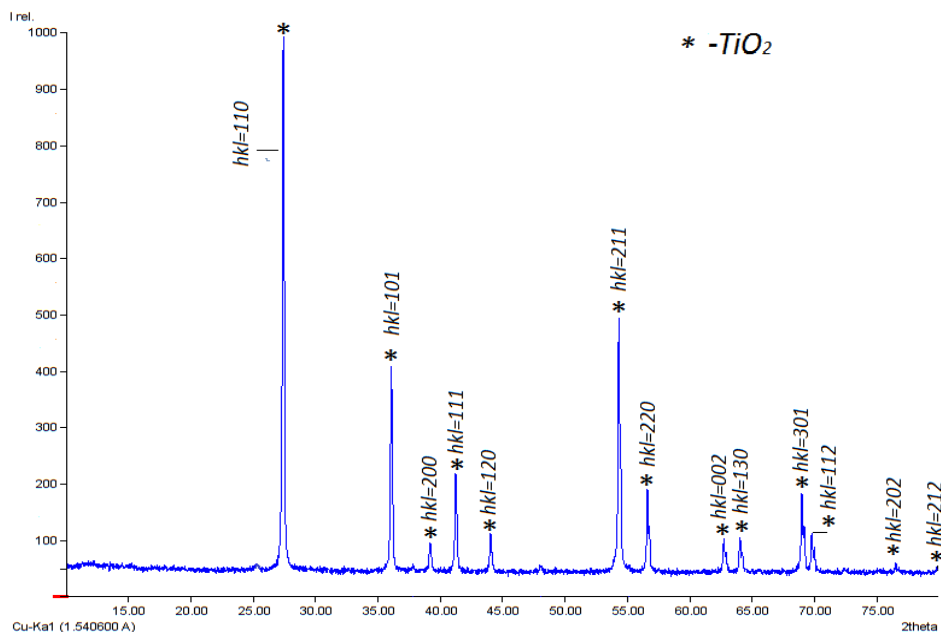


Рисунок.3. Спектральная зависимость TiO_2 , полученная методом порошковой дифрактометрии (XRD-6100). Определены индексы Миллера (110, 101, 200, 111, 120, 211, 220, 002, 130, 301, 112, 202, 212) для различных пиков. d_{hkl} межплоскостное расстояние различных плоскостей TiO_2 для исходного и отожженного образцов (рис. 4 и 5).

(XRD-6100) показал изменения в многоатомных ячейках TiO_2 , полученных методом порошковой дифрактометрии, и в зависимости от температуры.

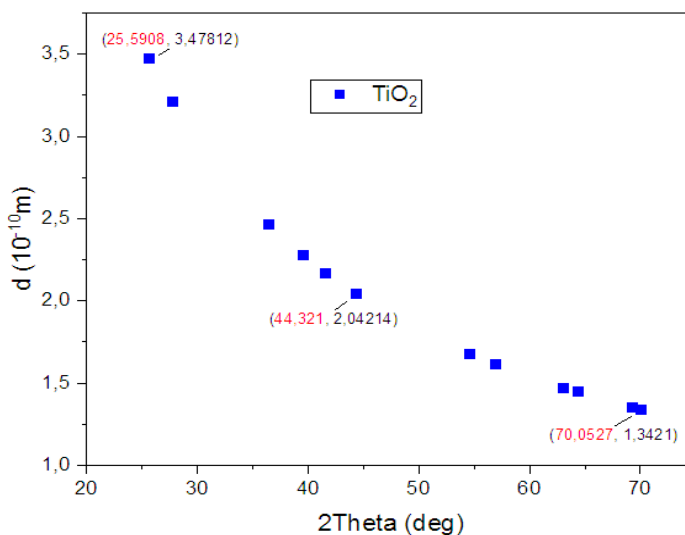


Рис.4. До нагрева

На **рис.4.** Расстояние между атомами в TiO_2 : $d_{\text{hkl}}=3,478\text{\AA}$ для угла $2\theta=25.59^\circ$; $d_{\text{hkl}}=2,042\text{\AA}$ для угла $2\theta=44.32^\circ$; $d_{\text{hkl}}=1,342\text{\AA}$ для угла $2\theta=70.05^\circ$. определено для исходного образца.

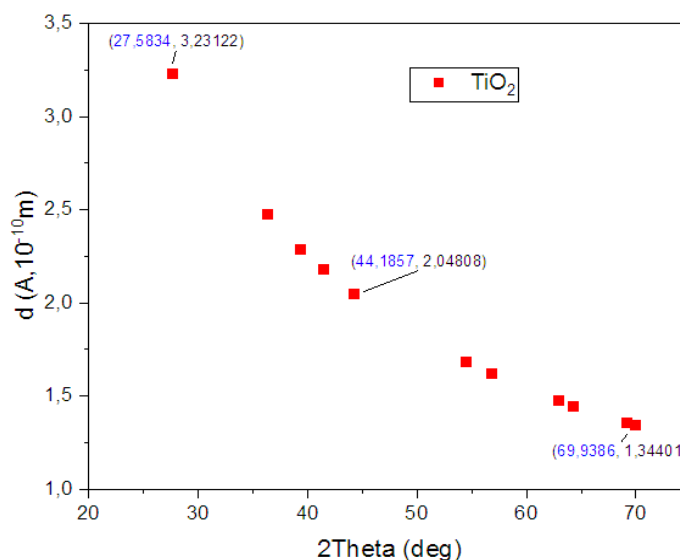


Рис.5. После нагрева.

Расстояние между атомами в TiO_2 после нагревания порошка при 300°C в течение 1 часа было обнаружено изменение межплоскостного расстояния: $d_{\text{hkl}}=3,231\text{\AA}$ для угла $2\theta=27.58^\circ$; $d_{\text{hkl}}=2,048\text{\AA}$ для угла $2\theta=44.18^\circ$; $d_{\text{hkl}}=1,344\text{\AA}$ для угла $2\theta=69.93^\circ$. Используя формулы Дебая-Шеррера для кристаллической структуры TiO_2 на (рис. 3), межатомное расстояние [22,23] и средний размер кристалла определяли по следующей формуле:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Здесь D -средний размер кристаллов, K - безразмерный коэффициент формы частиц (постоянная Шеррера); λ -длина волны рентгеновского излучения; β -ширина пика на половине высоты (в радианах и 2θ единицах); θ -угол дифракции (угол Брэгга). Коэффициент K может принимать различные значения в зависимости от формы частиц. Например, для сферических частиц

К обычно принимается равным 0,9 [22]. Постоянная Шеррера представлена как функция расстояния (d) между атомами TiO_2 .

На рис.6. до нагревания атомов TiO_2 d -(1.342; 2.042; 3.214Å) А также было определено средний размер кристаллов обнаружено, что D =(4.99E-4; 4.08E-4; 4.15E-4) составляет нм.

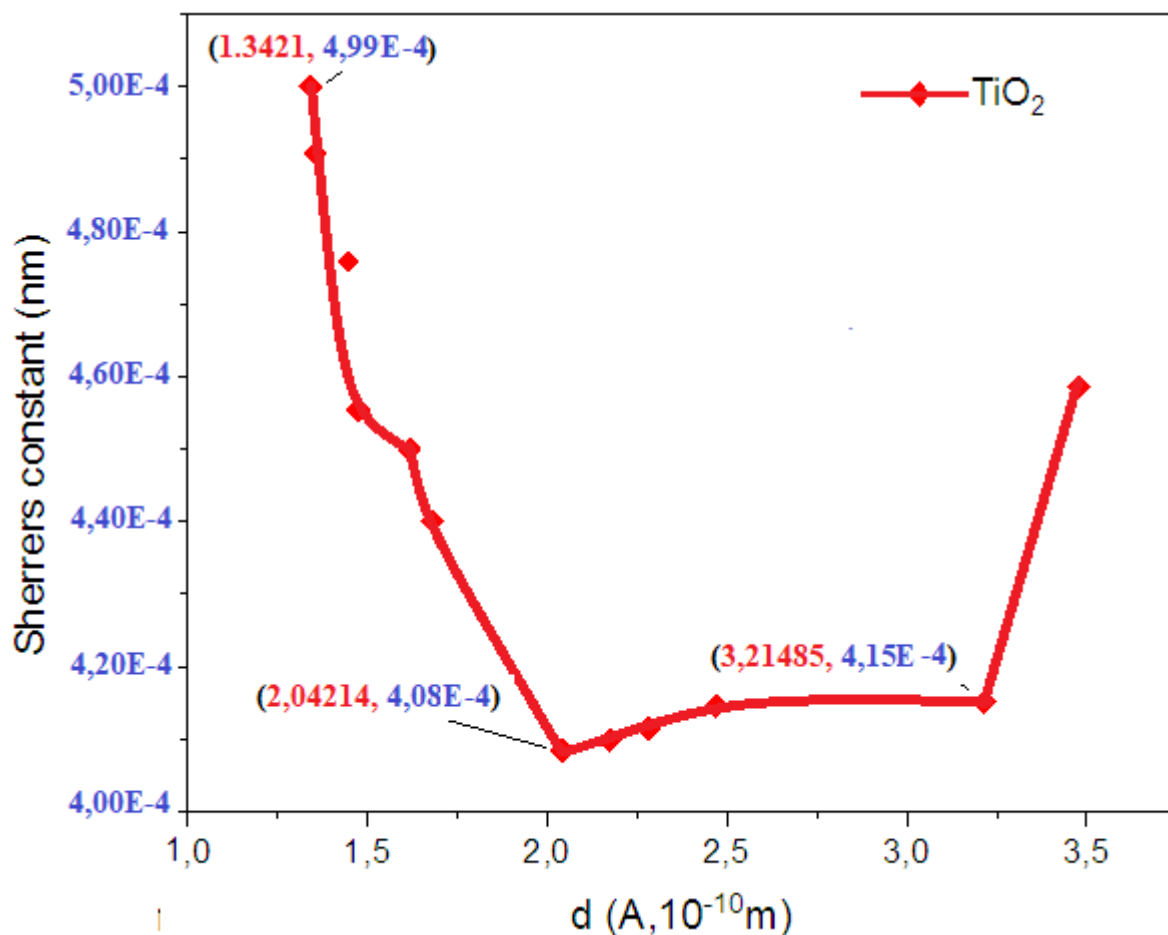


Рис.6. Для исходного образца постоянная Шеррера TiO_2 представляет собой график зависимости от расстояния между атомами (d).

При нагревании порошка TiO_2 до температуры 300°C в течение 1 часа средний размер кристаллов TiO_2 в точках d -(1.357; 2.477; 3.231) Å $= 10^{-10}$ м на рисунке (а); по формуле Шеррера было установлено, что D -(4.88E-3; 4.09E-3; 4.25E-3) нм. Из результатов исследований видно, что размер ячейки кристаллизации нагретого порошка TiO_2 в 10 раз больше, чем у ненагретого.

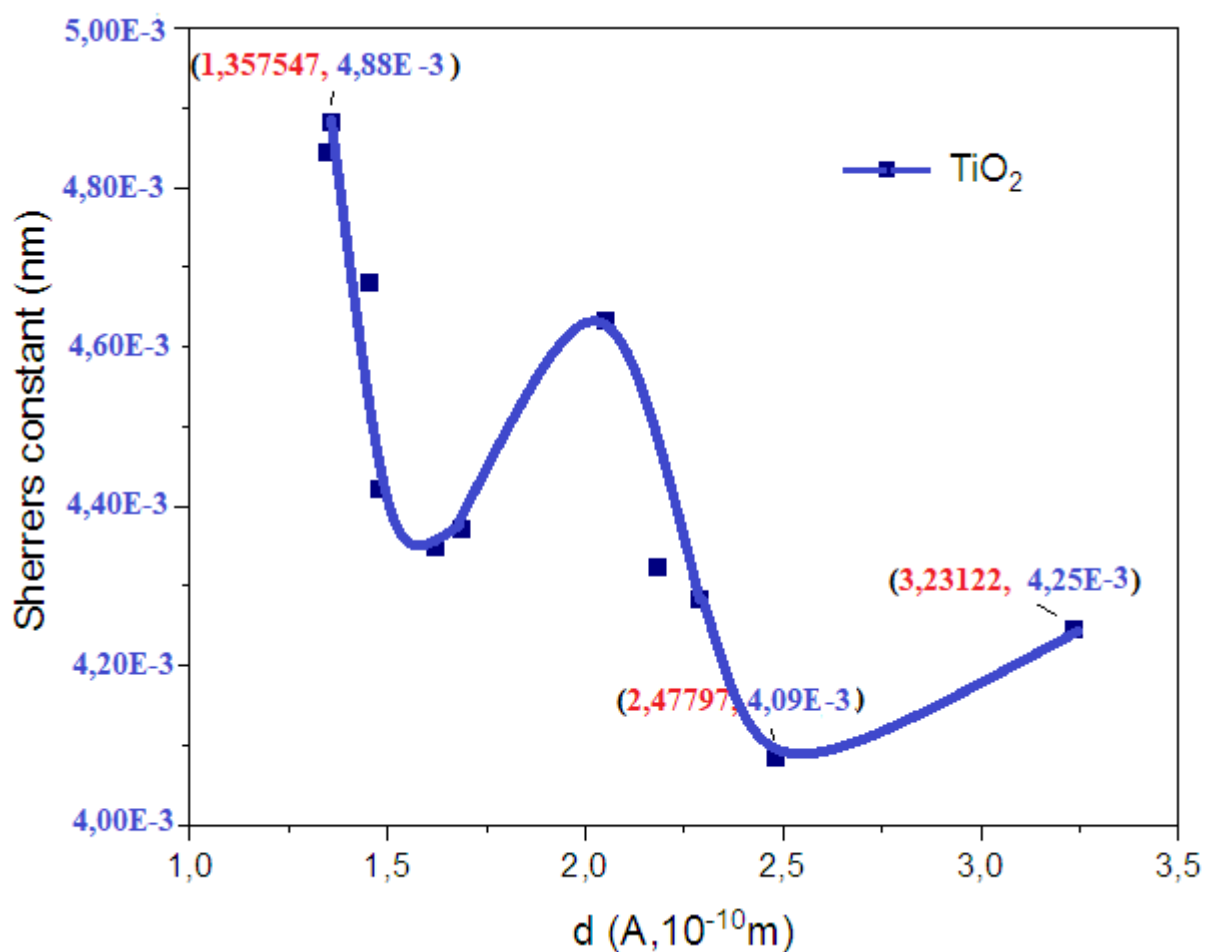


Рис.7. После нагрева постоянная Шеррера для TiO_2 представляет собой график зависимости от расстояния между атомами (d).

Показано процентное содержание кристаллической и аморфной части этого образца. Степень кристалличности и аморфности образцов TiO_2 оценивали методом рентгеноструктурного анализа с использованием программы «Search and Match». Для оксида титана аморфная фаза составляет -81,13%, а кристаллическая фаза всего -18,87%. Это указывает на то, что наш порошок в основном аморфный.

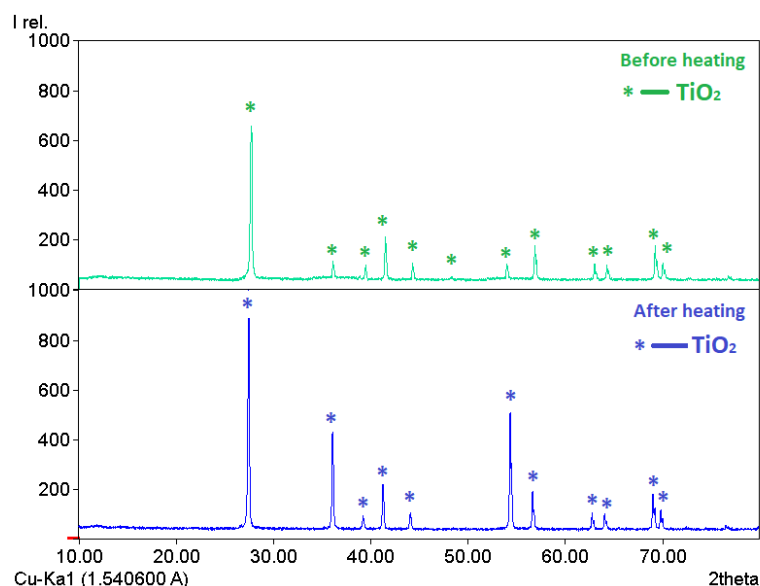


Рис.8. Приведены результаты сравнения исходных и нагретых образцов TiO_2 . Как видно из рис.8. интенсивности пиков для образца TiO_2 после нагрева при температуре 300°C в течение одного часа, 2θ (27,31,36,08,54,21) для данных углов 2-3- раза превышает значению интенсивностей пиков.

Заключение.

В результате исследований были экспериментально идентифицированы различные пики образцов оксида титана TiO_2 на установке рентгенофазового анализа (XRD-6100). Проведен рентгенофазовый анализ твердых образцов TiO_2 (исходных и нагретых). В результате анализа установлено, что расстояние между атомами TiO_2 изменяется в зависимости от температуры, а степень кристаллизации TiO_2 увеличивается на один порядок по формуле Дебая Шеррера. Степень кристалличности и аморфности образцов TiO_2 оценивали методом рентгеноструктурного анализа с использованием программы «Search and Match». Для оксида титана было установлено, что аморфная фаза составляет -81,13 %, а кристаллическая фаза - 18,87 % соответственно.

Литература.

- [1] M. Koelsch, S. Cassaignon, J.F. Guillemoles, J.P Jolivet, Comparison of optical and electrochemical properties of anatase and brookite TiO_2 synthesized by the sol–gel method Thin Solid Film 403–404 (2002) 312-319.
- [2] L. Martinu and D. Poitras, J. Vac. Sci. Technol. A 18, 2619 (2000).
- [3] D.Yoo, I. Kim, S. Kim, C. H. Hahn, C. Lee, and S. Cho, Appl. Surf. Sci. 253, 3888 (2007).
- [4] D. Mardare, N. Iftimie, M. Crişan, M. Răileanu, A. Yildiz, T. Coman, K. Pomoni, and A. Vomvas, J. Non-Cryst. Solids 357, 1774 (2011).
- [5] X. Zhang, Y. Lin, D. He, J. Zhang, Z. Fan, and T. Xie, Chem. Phys. Lett. 504, 71 (2011).
- [6] Kh.B.Ashurov, J. M., Khojiev, Sh. T., I. O. Qosimov, B. B Gaibnazarov, M.Sh.Teshayev, [//Study of the physico-chemical properties of aluminum oxide \$\text{Al}_2\text{O}_3\$ by the method of powder diffractometry.](#) // International Scientific Journal ISJ Theoretical & Applied Science Philadelphia, USA issue10, volume 102,P 9, published October 30, 2021.
- [7] Q. Chen, Y. Qian, Z. Chen, Y. Jia, G. Zhou, X. Li, and Y. Zhang, Phys. Status Solidi A 156, 381 (1996).
- [8] R. Ayouchi, C. Casteleiro, R. Schwarz, J. R. Barrado, and F. Martin, Phys. Status Solidi C 7, 933 (2010). [9] K.I.Zamaraev, M.I.Khramov // Rev.-Sci.Eng.1994.V.36.P.617.
- [10] L.Miao, P. Jin, K Kaneko., et al.// Materials Chemistry and Physics. 2009. V. 114. №1. P217—226.
- [11] H.Tang, H.Berger, P.E.Schmid, et al.//Solid State Commun. 1993. V. 87. P. 847.
- [12] O. Carp, C.L.Huissman, A.Reller //Progress Solid State Chem. 2004. V. 32. P. 33.

- [13] Y. Matsumoto, U.Unal, N.Tanaka et al.// J. Solid State Chem. 2004. V. 177. P. 4205.
- [14] B.D. Cullity, S.R. Stock, Elements of X-Ray Diffraction, 3rd Ed., Prentice-Hall Inc, 2001. ISBN 0-201-61091-4.
- [15] A.I.Gusev. Nanomateriali, nanostrukturi, nanotexnologii Fizmatlit., 2005. ISBN 978-5-9221-05828
- [16] Feng B. etal. Characterization of surface oxide films on titanium and bioactivity //Journal of materials science: Materials in Medicine. – 2002. – T. 13. – №. 5. – C. 457.
- [17] Kulkarni A. K. et al. Dependence of the sheet resistance of indium-tin-oxide thin films on grain size and grain orientation determined from X-ray diffraction techniques //Thin solid films. – 1999. – T. 345. – №. 2. – C. 273-277.
- [18] Hou Y. Q. et al. Influence of annealing temperature on the properties of titanium oxide thin film //Applied Surface Science. – 2003. – T. 218. – №. 1-4. – C. 98-106.
- [19] H. P. Klug and L. E. Alexander, X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials (Wiley, New York, 1974).
- [20] B. Karunagaran, R. T. R. Kumar, D. Mangalaraj, S. K. Narayandass, and G. M. Rao, Cryst. Res. Technol. 37, 1285 (2002).
- [21] S. Serio, M. E. M. Jorge, M. J. P. Maneira, and Y. Nunes, Mater. Chem. Phys. 126, 73 (2011).
- [22] S. Çörekçi, Z. Tekeli, M. Çakmak, S. Özçelik, Y. Dinç, O. Zeybek, and E. Özbay, Mat. Sci. Semicond. Proc. 12, 238 (2009).
- [23] K. J. Jiang, T. Kitamura, H. Yin, S. Ito and S. Yanagida, Dye-sensitized solar cells using brookite nanoparticle TiO₂ films as electrodes Chem. Lett., 2002,31(9), 872–873.

