

Анализируя зависимости, видно, что при концентрации цинка 11,5 г/л выход по току составляет 36,7%, следовательно, дальнейшее извлечение является не целесообразным.

В заключении можно сказать, что полученный в опытах цинк имеет структуру порошка, лучше осаждение происходит на алюминиевую проволоку, так как в процессе электроэкстракции цинк отделяется от поверхности катода и осаждение цинка происходит быстрее, чем на медную пластинку.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Способ получения цинкового порошка: пат. 2757151 Российская Федерация, МПК В03В 7/00, С22В 19/00, С25С 1/16 / В. Г. Лобанов, К. Д. Наумов, С. А. Якорнов, М. А. Карпов, Е. Н. Селиванов, О. В. Нечвогloed; патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» – № 2020108460; заявл. 27.02.20; опубл. 11.10.21 // Федеральная служба по интеллектуальной собственности. – 2021. – №29.

2. Исследование влияния технологических параметров на эффективность электролиза цинка из щелочных растворов / С. В. Мамяченков [и др.] // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2018. – № 6. – С. 12-19.

УДК 544.774.2

А.Е. Лебедев, Е.Н. Сулова, Д.А. Корнеев  
РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия

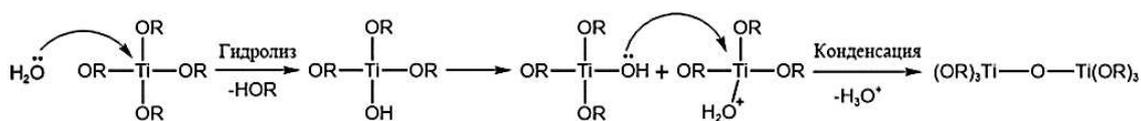
### **ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ АЭРОГЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ТИТАНА**

Аэрогели – это высокопористые материалы, полученные из алкогеля с помощью сверхкритической сушки. Аэрогели обладают такими уникальными свойствами, как низкий коэффициент теплопроводности, высокие шумоизоляционные характеристики, низкая плотность, низкий показатель преломления света и высокая удельная площадь поверхности [1]. В следствии этого аэрогели находят применение в различных областях промышленности. Так, например, органические аэрогели из нетоксичных для человека веществ могут использоваться в медицине и фармацевтике в качестве матриц-носителей активных и лекарственных веществ. Неорганические аэрогели, напри-

мер, на основе диоксида кремния применяются при производстве теплоизоляционных материалов, сорбентов, газовых датчиков [2].

В данной работе исследовалось получение аэрогелей на основе диоксида титана – материалов, объединяющих в себе свойства как диоксида титана [3], так и аэрогелей [1]. Предполагается, что получение материалов с подобным сочетанием свойств позволит существенно повысить эффективность их использования, в сравнении с чистым порошком диоксида титана. Поставленная задача позволит получать материалы нового поколения, а её решение внесёт большой вклад в науку о функциональных материалах.

Получение аэрогелей на основе оксида титана происходило в две стадии: синтез алкогелей с помощью двухэтапного золь-гель процесса и сверхкритическая сушка гелей. В качестве прекурсора были выбраны изопропоксид титана (ИПТ) и тетрабутоксититан (ТБТ), в качестве растворителя – изопропиловый спирт (ИПС). Ингибитором реакции гидролиза являлась уксусная кислота (УК), а катализатором реакции конденсации являлся водный раствор соляной кислоты (HCl). Механизм золь-гель процесса представлен на рисунке 1.



**Рисунок 1 - Механизм процесса гелеобразования**

Для получения гелей предварительно подготавливались два раствора: первый состоял из прекурсора и ИПС с мольным соотношением 1:9.6; второй раствор включал в себя 10 моль ИПС и 2.6 моль раствора HCl с различными концентрациями.

В случае использования уксусной кислоты методика изменялась: первый раствор состоял из прекурсора, УК и ИПС в мольных отношениях 1:1:9.66 или 1:2:9.66 соответственно; второй состоял из HCl и ИПС в мольных отношениях 5:10. Все приведённые моли рассчитаны на 1 моль прекурсора.

Растворы смешивали и оставляли при перемешивании в течении 15 минут, после чего разливали по цилиндрическим формам объёмом 5 мл. Растворы выдерживали в течении 24 часов для полного протекания реакций и получения монолитных гелей в форме цилиндров.

Затем проводилась замена растворителя в гелях для отмывки от непрореагировавших веществ и минимизации количеств остаточной воды. Для этого гели трижды с интервалом 24 часа перемещали в чистый ИПС.

В завершении проводилась сверхкритическая сушка алкогелей для получения аэрогелей на основе диоксида титана. Процесс сверх-

критической сушки проводился в аппарате объёмом 250 мл при температуре 40 °С, давлении 120 атм и расходе углекислого газа 500 г/ч.

Наименования полученных образцов и параметры проведения золь-гель процесса представлены в таблице 1.

**Таблица 1 – Наименование образцов и параметры проведения золь-гель процесса**

Наименование образца	Прекурсор	Конц. HCl, моль/л	Прекурсор:УК, моль
2-С-ИПТ	ИПТ	2.0	1:0
1-С-ТБТ	ТБТ	1.0	1:0
3-С-ТБТ	ТБТ	3.0	1:0
3-С-ТБТ-2У	ТБТ	3.0	1:2
2-С-ТБТ-2У	ТБТ	2.0	1:2
0.5-С-ТБТ-2У	ТБТ	0.5	1:2

Для исследования морфологии поверхности образца была проведена сканирующая электронная микроскопия (SEM), для элементного анализа использовалась энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (EDX) на сканирующем (растровом) электронном микроскопе JSM 6510 LV + SSD X-MAX. Гелиевая пикнометрия для анализа истинной плотности проводилась на приборе Ассурус 1340, Micromeritics Instrument. Оборудование предоставлялось Центром коллективного пользования РХТУ им. Д.И. Менделеева в рамках государственного контракта №13.ЦКП.21.0009.

Азотная порометрия использовалась для анализа распределения пор по размерам, площади удельной поверхности. Порометрия проводилась на анализаторе удельной поверхности NOVA 2200e от Quantachrome, предоставляемом кафедрой химического и фармацевтического инжиниринга РХТУ им. Д.И. Менделеева. Полученные данные представлены в таблице 2 и на рисунке 2.

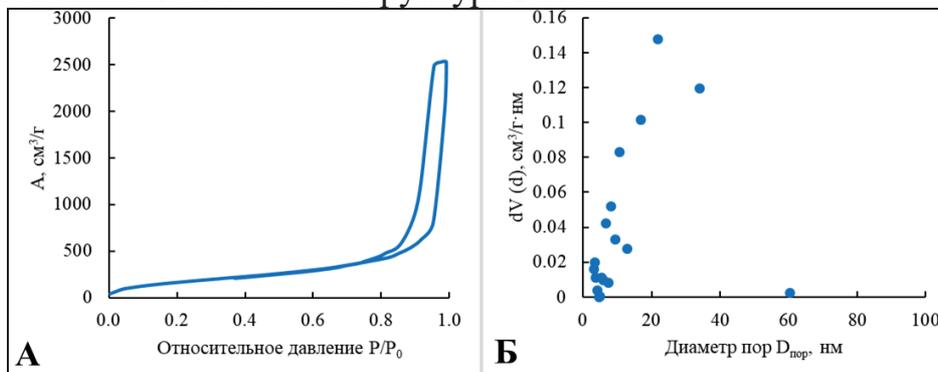
**Таблица 2 – Характеристики полученных материалов**

Наименование образца	$\rho_{ист}$ , г/м <sup>3</sup>	$\epsilon$	$S_{ВЕТ}$ , см <sup>2</sup> /г	$V_{pore}$ , м <sup>3</sup> /г	$D_{pore}$ , нм	Ti, ат%	O, ат%	Cl, ат%
2-С-ИПТ	1.90	0.83	630	5.1	21.9	22.5	73.6	3.9
1-С-ТБТ	2.02	0.81	662	4.3	21.9	18.6	24.4	15.6
3-С-ТБТ	1.92	0.84	657	4.0	21.9	22.1	15.9	16.8
3-С-ТБТ-2У	1.96	0.85	639	2.3	6.7	34.4	16.5	20.3
2-С-ТБТ-2У	1.94	0.79	639	2.4	10.8	16.9	16.6	24.5
0.5-С-ТБТ-2У	1.96	0.78	715	4.4	21.8	23.8	21.5	22.5

Физико-химические и структурные характеристики полученных образцов свидетельствуют о слабой зависимости конечных свойств материала (плотности ( $\rho_{ист}$ ), пористости ( $\epsilon$ ), удельной площади поверхности ( $S_{ВЕТ}$ )) от параметров проведения золь-гель процесса. Элементный состав также не значительно зависит от параметров процес-

са, что свидетельствует о воспроизводимости экспериментальных исследований.

Следует отметить, что при увеличении концентрации УК снижается объем и диаметр пор. Возможно, это связано с тем, что УК влияет на размер глобул, образующихся на этапе золеобразования, от которого зависит конечная структура гелей.



**Рисунок 2 – Образец 3-С-ТБТ:**  
**А – кривые адсорбции-десорбции,**  
**Б – кривая распределение пор по размерам**

Петли гистерезиса образца можно отнести к типу H1 по классификации ИЮПАК. Данный тип характерен для пористой структуры, состоящей из сферических частиц близкого размера. Кривые распределения пор имеют один четко выраженный пик, то есть образцы преимущественно включают в себя поры близкого размера пределах от 19 до 22 нм. Следовательно, полученные аэрогели относятся к мезопористым материалам.

В данной работе были получены мезопористые аэрогели на основе диоксида титана с высокой удельной площадью поверхности и низкой плотностью. Выявлена зависимость свойств материалов от параметров проведения золь-гель процесса получения.

*Исследование выполнено за счет гранта  
Российского научного фонда № 22-79-00154.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Hüsing N. Aerogels-airy materials: chemistry, structure, and properties / Hüsing N., Schubert U.// *Angewandte Chemie International Edition*. Wiley Online Library, 1998. Vol. 37, № 1–2. P. 22–45.
2. Mazrouei-Sebdani Z. et al. Multiple assembly strategies for silica aerogel-fiber combinations – A review // *Materials & Design*. 2022. Vol. 223. P. 111228.
3. Nowotny M.K. et al. Observations of p-type semiconductivity in titanium dioxide at room temperature // *Materials Letters*. 2010. Vol. 64, № 8. P. 928–930.