

산화타이타늄의 상변태에 대한 분말 제조 공정의 영향 (Effects of Process Variables on Phase Transitions of TiO₂ Powder)

아주대학교 재료공학과 : 박용환, 고경현, 안재환
서울대학교 재료공학부 : 윤혁준, 하평수, 홍국선

이산화타이타늄은 자외선 등의 큰 에너지를 가진 빛을 흡수하여 유기물을 분해할 수 있는 radical을 형성함으로써 환경분야의 많은 이용이 기대되고 있는 재료이다. 그런데 빛의 흡수성 및 유기물의 흡착성 등의 특성은 이산화타이타늄과 같이 동소체를 가지는 소재의 경우 결정상의 종류에 따라서 매우 달라지므로 열처리시의 상변태 특성을 고찰하고 제조 공정에서 최종적인 특성을 제어해야한다. 본 연구에서는 침전법으로 비정질 분말을 제조한 후 후속 열처리를 통하여 결정상을 얻는 과정에서 제조 변수에 따른 상변태의 특성을 분석하였다.

침전물은 TiCl₄을 여러 조성의 암모니아와 물로서 침전 시킨후 잔류물질을 물, 에탄올, 및 부탄올로 세척하여 제조하였다. 얻는 비정질 분말은 대기중 500℃ ~ 700℃에서 시간 별로 열처리하여 XRD등으로 결정화와 상의 종류 및 변태를 관찰하였고 온도별 변태 특성은 DSC 및 FT-IR spectroscopy 등을 통한 분석 결과로서 고찰하였다.

모든 온도 범위에 있어서 세척액의 종류와 침전액 속의 Ti⁴⁺이온의 농도에 따라서 상변태의 속도와 상의 안정성이 변화하는 것이 관찰되었다. 500℃에서의 열처리에서는 부탄올로 세척한 분말만이 rutile 상으로 결정화하였고 나머지의 경우는 모두 anatase상으로 결정화 하였다. DSC결과에서는 250℃ 근처와 350℃ ~ 450℃에서의 peak가 검출되었는데 모두 anatase상의 결정화와 관련이 있는 것으로 생각된다. 그러나 peak의 위치가 변화하는 것으로 보아서 부탄올로 세척한 경우에는 anatase의 형성 속도가 저하되는 것으로 판단된다. 특히 500℃에서 1 시간 열처리 시에는 침전액속의 Ti⁴⁺이온 농도의 영향은 부탄올로 세척한 경우에 한해서 나타남으로서 부탄올이 Ti⁴⁺이온 농도를 변화시키기 위해 첨가한 수분 중의 OH radical과 작용하여 rutile상으로의 변태를 촉진하는 것으로 추정된다. FT-IR 분석 결과에서도 부탄올로 세척시 침전액 중의 OH가 상당량 잔존하는 것이 확인되었는데 따라서 일반적인 수소결합의 이론과 같이 tetrahedral 전하분포를 가지는 OH의 존재는 [TiO₆] 팔면체의 분리를 촉진하여 2번이 공유된 anatase보다는 공유가 적은 rutile상으로의 결정화를 촉진시키는 것으로 생각된다.