

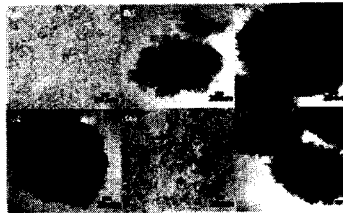
저온균일침전법에 의해 제조된 TiO₂의 상변화 (Phase Transition of TiO₂ prepared by HPPLT)

세종대학교 나노공학과 황두선, 이남희, 이강, 김선재

저온균일침전법(HPPLT)으로 제조된 TiO₂나노분말은 100℃ 이하의 온도에서 rutile상을 얻을 수 있다. 또한, rutile에서 anatase로의 상변화는 합성시간, 가열속도, 반응온도 그리고 음이온 첨가에 의해 일어난다고 보고되어졌지만, 금속양이온들에 의한 상변화는 알려진 바가 없다. 따라서, 다양한 양이온을 첨가하여 저온균일침전법에서 TiO₂의 상변화가 어떻게 일어나는지를 조사하였다.

출발원료인 TiCl₄를 사용하여 가수분해하여 0.67M의 TiOCl₂을 얻었다. 얻어진 TiOCl₂ 수용액에 각각 0.01M의 금속염화물(ZrOCl₂, NiCl₂, CuCl₂, FeCl₃, AlCl₃ 그리고 NbCl₅)을 첨가한 후 반응기에 넣고 100℃에서 4시간동안 가열하였다. 가열한 후 얻어진 침전물에 NaOH 수용액을 이용하여 PH 7~8로 중화한 후 증류수로 Cl⁻이온이 제거될 때까지 충분히 세척하였다. 세척된 침전물을 105℃에서 24h동안 건조하여 분말을 얻었고, rutile에서 anatase로의 상변화특성을 관찰하기 위하여 XRD, SEM, TEM, ICP 분석을 실시하였다.

TiOCl₂에 Ti⁴⁺ (r=0.068nm)와 비슷한 이온반경을 갖는 Cu²⁺ (r=0.072nm), Nb⁵⁺ (r=0.069nm), Ni²⁺ (r=0.069nm) 그리고 Fe³⁺(r=0.064nm)이온들을 첨가하였을 때 아무것도 첨가하지 않은 때의 분말과 똑같은 침상의 rutile상으로 나타났다. 반면에 Ti⁴⁺ (r=0.068nm)와 이온반경이 크게 다른 Zr⁴⁺ (r=0.079nm) 그리고 Al³⁺ (r=0.051nm)이온을 첨가하였을 경우 구형의 anatase상으로 결정상이 변하는 것으로 확인되어졌다.



TEM photos for doped TiO₂ powders prepared from TiOCl₂ solution added with
(a)ZrOCl₂, (b)NiCl₂, (c)CuCl₂, (d)FeCl₃, (e)AlCl₃ and (f)NbCl₅.

참고문헌

1. S. D. Park, Y. H. Cho, W. W. KIM, S. J. Kim. J. Solid Sate Chem. 146(1999), P 230.
2. S.J .Kim, S. Park. Jpn. J. Appl. Phys. 40(2001), P. 6797