

Effects of Positive Ionic Radius on the Phase Transition of Titania Nano Powders from Aqueous TiOCl_2 Solutions

Doo-Sun Hwang, Nam-Hee Lee, Gang Lee, Chi-Jung Jeon*, Sun-Jae Kim
 Department of Nano Science and Technology/Sejong Advanced Institute of
 Nano Technologies, Sejong University
 *AMT Technology Co., Ltd.

We focus on the doping effects of various positive ions having the radii different from Ti^{4+} on the phase transition of doped TiO_2 nano-structured powders directly prepared from aqueous TiOCl_2 solutions, added with a small amount of various additives of metal (Zr, Ni, Cu, Fe, Al and Nb)-chlorides, by Homogeneous Precipitation Process at Low Temperatures (HPPLT). Various positive ions-doped TiO_2 powders were characterized using XRD, SEM, TEM and ICP. The powders were completely crystallized with rutile phase when adding Cu^{2+} ($r=0.072$ nm) and Fe^{3+} ($r=0.064$ nm) ions as well as when not adding the additives at all, whereas they were transitive into anatase phase when adding Zr^{4+} ($r=0.079$ nm) and Al^{3+} ($r=0.051$ nm) ions to the aqueous TiOCl_2 solution. Ions of ionic radius not greatly different from Ti^{4+} ($r=0.068$ nm) showed the rutile phase. On the other hand, the formed secondary particles consisted of acicular and spherical primary particles corresponding to the rutile and anatase phases, respectively. These results suggest that the positive ionic radii of the additives as the metal-chlorides affect the phase transition as well as the morphology of nano-structured TiO_2 precipitates during HPPLT.

물라이트의 합성거동에 미치는 염 및 전구체 pH의 영향

Effects of Precursor pH and Salt on Synthesizing Behavior of Mullite

이재연, 김재원, 정연길, 조창용*
 창원대학교 세라믹공학과
 *한국기계연구원 내열재료그룹

본 연구에서는 수용성 매체에서 솔-젤 법을 이용한 물라이트 합성에 있어서 출발물질인 염 및 전구체 pH가 합성거동 및 입자형상에 미치는 영향에 대해 관찰하였다. 두 가지 종류의 해리된 알루미늄 염 (aluminum nitrate enneahydrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, type I, aluminum sulfate 14~18 water, $\text{Al}(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\sim 18\text{H}_2\text{O}$, type II)과 콜로이드 실리카를 각각 혼합하여 물라이트 전구체 졸을 합성하였으며, 전구체 졸의 pH는 NH_4OH 에 의해 산성 ($\text{pH} \approx 1.5 \sim 2$) 및 염기성 ($\text{pH} \approx 8.5 \sim 9$) 조건으로 제어하였다. 합성된 분말은 열 분석을 통해 500°C 와 850°C 에서 각각 nitrate ion (NO_3^-)과 sulfate ion (SO_4^{2-})이 완전히 제거됨을 확인할 수 있었다. X-선 회절 분석 및 적외선 분광 결과에서 염기성 시료에 비해 산성 시료에서 우선적으로 물라이트 상이 합성됨을 확인하였으며, 이때 졸의 pH는 입자형상에는 크게 영향을 미치지 않았다. 또한, type I에 비해 type II에서 우선적으로 물라이트 상이 합성되어졌으며, 합성된 물라이트는 초미립의 입자 크기를 나타내었다. 결과적으로 초기 전구체 pH 및 염의 열분해 온도는 물라이트 결정상의 생성 온도 및 입자 크기에 직접적으로 영향을 미쳤으며, 입자형상에는 영향을 미치지 않았다.