

저온균일침전법에 의해 제조된 TiO<sub>2</sub>의 상변화Phase Transformation of TiO<sub>2</sub> Obtained Homogeneous Precipitation at Low Temperatures

황두선, 구숙경, 이 강, 김광수\*, 이은구\*, 전치중\*\*, 김선재  
 세종대학교 나노기술연구소/나노공학과  
 \*조선대학교 금속·재료공학과  
 \*\*(주)에이엠티 기술

저온균일침전법에서 anatase상과 rutile상의 상변화는 온도, 조성, 시간 그리고 반응온도에서 물의 증발억제 변화에 따라 상변화가 이루어진다고 보고되었지만 TiO<sub>2</sub>의 상변화 특성 및 제어에 관한 연구는 아직 미비한 실정이다 이에 본 실험에서는 TiCl<sub>4</sub>를 가수분해하여 얻은 TiOCl<sub>2</sub>에 HCl, HNO<sub>3</sub> 그리고 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 첨가하여 저온균일침전법으로 TiO<sub>2</sub> 분말을 제조하여 각각의 첨가물질에 따른 상변화 및 입자형태의 변화를 관찰하였다 또한 chloride 화합물인 Zr, Ni, Cu, Fe, Al, Nb등을 담지시켜 저온균일침전법으로 분말을 합성하여 rutile에서 anatase로의 상변화 특성과 이에 따른 광촉매 특성을 평가하였다 TiOCl<sub>2</sub>에 HCl과 HNO<sub>3</sub>를 첨가하여 제조한 TiO<sub>2</sub>는 저온균일침전법의 특성인 저온에서 rutile상의 변화가 없었고 또한 입자형상의 변화도 없었다 반면 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 첨가한 경우 rutile상에서 anatase상으로 상변화하였고, 형상의 변화의 경우 acicular의 rutile 입자들이 shperical의 anatase입자들로 변화하였다 Chloride 화합물의 경우 TiOCl<sub>2</sub>에 Ni, Cu, Fe 그리고 Nb를 첨가한 경우에 결정상의 변화가 없었고 입자형상이 acicular였으나, Zr과 Al을 첨가하였을 경우는 anatase상으로의 결정상 변화가 일어나고 입자형상이 shperical로 변화하였다. 이와같이 TiO<sub>2</sub> 입자의 침전중에 일어난 상변화 및 형상 변화는 이온간의 반경비( $r^+/r^-$ )에 의해 일어남을 추측할 수 있었다

천이금속원소를 첨가한 나노 TiO<sub>2</sub> 복합 졸의 제조

## The Preparation of Nanocomposition Titania Sol in Transition Metal Element

이 강, 황두선, 구숙경, 민형섭, 김광수\*, 이남희\*\*, 김선재  
 세종대학교 나노기술연구소/나노공학과  
 \*조선대학교 재료공학과  
 \*\*(주)에이엠티기술

TiO<sub>2</sub>는 밴드갭에너지가 3.0~3.2 eV로 자외선영역에서 광활성을 갖는 물질로 잘 알려져 있다 그러나 TiO<sub>2</sub>를 실생활에 응용하기 위해서는 TiO<sub>2</sub>의 밴드갭 에너지를 낮추어 가시광선영역에서 산화·환원 전위를 갖도록 금속원소를 담지시켜 광반응을 가시광 및 태양광 파장영역에서 활성화 시키는게 중요하다 이에 본 실험에서는 TiCl<sub>4</sub>를 가수분해하여 얻은 TiOCl<sub>2</sub>에 천이금속 중 V, Cr, Fe, Ni, Nb등의 chloride 화합물을 담지시켜 복합졸을 합성하였다 TiOCl<sub>2</sub>의 몰비와 금속 chloride 화합물의 몰비 증가 및 감소에 따른 결정성과 점도특성을 분석하였고, 시효온도와 시간에 따른 복합졸의 형성과정을 관찰하였다 이렇게 제조된 복합졸은 전자현미경 관찰결과 50 nm이하의 침상 및 화살촉 형태의 입자형상을 나타냈으며, 금속원소 중 Nb와 Fe가 첨가된 복합졸은 입자 크기가 10~20 nm로 감소하였고, 입자의 형태도 구형화되었다 X-선회절시험을 통하여 복합졸의 결정성을 측정한 결과, 담지원소에 관계없이 모두 아나타제상이 관찰되었다 가시광 및 태양광 파장영역에서의 광활성도를 측정하기 위해 실시한 Methlene Blue 분해실험결과, 합성된 복합졸 모두에서 높은 분해효율을 나타내었다