

Dipl.-Chem. Rüdiger Wittmann, Berlin

Hydrothermalsynthese und Sinterverhalten von Titandioxidpulvern

Einfluß der Prozeßparameter auf die Pulvereigenschaften

Reihe **5**: Grund- und Werkstoffe

Nr. **455**

1.	Einleitung	1
2.	Aufgabenstellung und Zielsetzung	3
3.	Literaturübersicht	6
3.1	Vorkommen von Titandioxid	6
3.2	Eigenschaften von Titandioxid	6
3.3	Strukturen des Titandioxid	10
3.4	Industrielle Herstellungsverfahren von Titandioxid	12
3.5	Verwendung von Titandioxid	14
3.6	Neuere Titandioxidsyntheseverfahren	16
3.7	Hydrothermalsynthese	18
3.7.1	Vorteile der Hydrothermalsynthese	20
3.7.2	Hydrothermalsynthese von Titandioxid	21
3.8.	Die Theorie des Sinterns	22
3.8.1	Einflußparameter auf die Sinterfähigkeit von TiO_2 -Pulvern	27
3.8.1.1	Agglomerate	27
3.8.1.2	Teilchengröße und -Form	28
3.8.1.3	Grünkörperdichte und Porosität	30
3.8.1.4	Sintergeschwindigkeit	30
3.8.2	Sintern von Titandioxid	31
4.	Experimenteller Ablauf	33
4.1	Konzeption	34
4.2	Terminologie der Pulverbezeichnung	34
5.	TiO_2-Synthese	38
5.1	Fällung	38
5.1.1	Fällung durch Hydrolyse von Titanalkoxiden	38

5.1.2	Fällung durch Hydrolyse von Titantrichlorid	41
5.1.3	Hydrolyse von Titanalkoxiden bei Anwesenheit von Impfkeimen	42
5.1.4	Fällungsparameter	44
5.1.4.1	pH-Wert	45
5.1.4.2	Fällungstemperatur	47
5.1.4.3	Zusätze	47
5.1.4.4	Atmosphäre	48
5.1.4.5	Wasserkonzentration während der Fällung	48
5.1.4.6	Titanausgangsmaterial	49
5.1.4.7	Fällungsmethode	49
5.1.4.8	Sonstige Variablen	50
5.1.5	Apparativer Aufbau	50
5.1.6	Synthese von Titanhydroxid	53
5.1.7	Herstellung der Impfkeime	53
5.1.7.1	Sedimentation	54
5.1.7.2	Charakterisierung der Impfkeime	55
5.1.7.3	Aufbereitung der Impfkeime	56
5.2	Hydrothermalsynthese im Autoklaven	56
5.3	Gefriertrocknung	58
5.3.1	Durchführung der Gefriertrocknung	59
5.3.2	Nachbehandlung des gefriergetrockneten Titandioxid	60
6.	Pulvercharakterisierung	61
6.1	Korngrößenverteilung durch Laserbeugung	61
6.1.1	Durchführung	62
6.1.2	Ergebnisse	63
6.2	Oberflächenbestimmung nach BET	67
6.2.1	Durchführung	68
6.2.2	Ergebnisse	69

6.3	Phasenanalyse und Bestimmung der Kristallitgröße mit XRD	71
6.3.1	Durchführung	73
6.3.2	Ergebnisse	73
6.4	Darstellung der Pulvermorphologie und Partikelgrößen durch REM ..	78
6.4.1	Durchführung	79
6.4.2	Ergebnisse	80
6.5	Differentialthermoanalyse und Thermogravimetrie	85
6.5.1	Durchführung	85
6.5.2	Ergebnisse	85
6.6	Chemische Analyse der Verunreinigungen durch ICP-AES	88
6.6.1	Grundlagen	88
6.6.2	Apparativer Aufbau	91
6.6.3	Induktive Kopplung des Plasma	93
6.6.4	Anwendungen	94
6.6.5	Linien des Titan	95
6.6.6	Durchführung	97
6.6.7	Ergebnisse	99
7.	Grünkörpercharakterisierung	103
7.1	Herstellung der Grünkörper	103
7.2	Gründichtebestimmung nach der geometrischen Methode	104
7.2.1	Durchführung	104
7.2.2	Ergebnisse	104
7.3	Porenradienverteilung mit Hg-Druck- porosimetrie	106
7.3.1	Durchführung	107
7.3.2	Ergebnisse	107
7.3.3	Vergleich der Porengröße aus der Hg-Druck- porosimetrie mit den ermittelten Werten aus XRD und BET	113

8.	Sinterkörpercharakterisierung	115
8.1	Herstellung der Sinterkörper	115
8.2	Dilatometrie	115
8.2.1	Durchführung	116
8.2.2	Ergebnisse	116
8.3	Sinterdichtebestimmung	119
8.3.1	Durchführung	119
8.3.2	Ergebnisse	120
8.4	Gefügeuntersuchung mit der Rasterelektronenmikroskopie	123
8.4.1	Durchführung	123
8.4.2	Ergebnisse	124
8.5	Röntgenphasenanalyse der gesinterten TiO_2 - Proben	133
8.6	Porenradienverteilung der Sinterproben durch Hg-Druck-Pososimetrie	134
8.6.1	Durchführung	134
8.6.2	Ergebnisse	134
8.6.3	Einfluß von PVA und isostatischem Nachverpressen	142
8.7	Zusammenfassung des optimierten Titandioxid $\text{E}_i\text{P12N}_{300/125/800}$	143
8.7.1	Herstellung des "optimierten" Titandioxid $\text{E}_i\text{P12N}_{300/125/800}$	144
8.7.2	Zusammenfassung der Ergebnisse des Titandioxid $\text{E}_i\text{P12N}_{300}$	144
9.	Zusammenfassung	147
10.	Anhang	151
11.	Literaturübersicht	187