

화학침전법에 의한 나노ZnO의 합성과 특성

김동일, 최선애, 리문혁

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《새로운 과학분야들을 개척하고 최신과학기술의 성과를 인민경제에 널리 받아들이며 중요한 기초과학부문들을 적극 발전시켜야 합니다.》(《김일성전집》 제27권 391페이지)

나노ZnO는 크기가 작고 비결면적이 크기때문에 보통 산화아연에서는 찾아볼수 없는 특이한 성질들을 나타내며 자외선차폐, 빛수감, 항균소독 등 새로운 기능을 나타내는 전망성 있는 재료로 널리 리용되고있다.[1-5]

지금까지 연구된 나노ZnO제조방법중에서 화학침전법이 제일 많이 리용되고있는데 원가가 높고 생산성이 높으며 공업화하기가 쉽다. 그러나 립자들의 응집을 막지 못하며 보다 작고 균일한 크기의 나노물질을 얻기 힘든 결함이 있다.

우리는 화학침전법으로 립자크기가 작고 분산성이 좋은 나노ZnO를 합성하고 그 특성을 고찰하였다.

실험 방법

기구로는 교반기, 온도계, 건조로, 마플로, pH미터(《PHS-3C》), 주사전자현미경(《JSM-6610A》), X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》)를, 시약으로는 금속아연(99.99%), 질산(30%), 암모니아수(30%), 가성소다(분석순), 폴리에틸렌글리콜, 증류수를 리용하였다.

먼저 아연을 30% 질산에 풀어 질산아연을 만든다. 교반기와 온도계가 설치된 3구플라스크에 질산아연용액과 폴리에틸렌글리콜(PEG)을 일정한 량 넣는다. 반응액을 세계 교반하면서 암모니아수 또는 가성소다용액을 pH가 6이 될 때까지 적하한다. 얻어진 침전물을 러파세척한 다음 80℃에서 건조시키고 600℃에서 2h동안 소성하여 분말을 얻었다.

분말의 립자크기는 X선회절스펙트르와 쉐라의 공식을 리용하여 평가하였다.

$$d = \frac{0.94\lambda}{\Delta B \cdot \cos \theta}$$

여기서 λ 는 X선파장, θ 는 회절각, $\Delta B = \sqrt{B^2 - B_0^2}$, B_0 , B 는 보통산화아연과 분말산화아연의 반폭, d 는 립자크기이다.

실험결과 및 해석

Zn(NO₃)₂농도의 영향 Zn(NO₃)₂의 농도에 따르는 ZnO의 립자크기변화는 표 1과 같다.

표 1. Zn(NO₃)₂의 농도에 따르는 ZnO의 립자크기변화

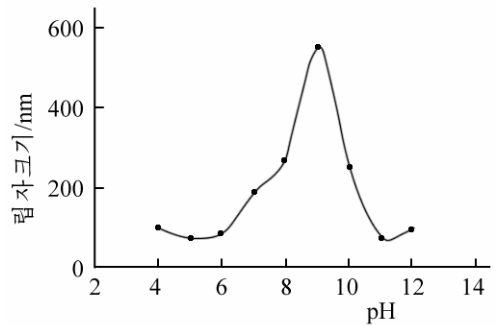
Zn(NO ₃) ₂ 농도/(mol·L ⁻¹)	0.3	0.5	0.6	0.7	0.8
립자크기/nm	85	38	30	36	70

표 1에서 보는바와 같이 Zn(NO₃)₂ 농도가 0.5~0.7mol/L일 때 ZnO의 립자크기가 최소로 된다.

Zn^{2+} 농도가 높으면 립자핵형성속도와 성장속도의 비가 작으므로 립자크기가 커지며 반대로 너무 높으면 립자사이의 충돌수가 증가하므로 립자의 크기가 커진다고 볼수 있다. 따라서 $Zn(NO_3)_2$ 의 농도를 0.5~0.7mol/L로 하는것이 좋다.

pH의 영향 ZnO의 전구체는 양성물질이므로 pH값이 지나치게 높거나 낮으면 용해된다. pH에 따르는 ZnO의 립자크기변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 pH가 커짐에 따라 ZnO의 립자크기는 커지다가 수산화아연의 등전점(8.9)에서 최대로 되며 그 이상에서는 다시 작아진다. 그러므로 용액의 산도는 pH 5~6을 보장하는것이 좋다. 한편 침전물을 세척할 때 pH가 수산화아연의 등전점에 접근하면 전구체가 뭉칠수 있다. 그러나 pH가 11인 암모니아수로 세척하면 ZnO전구체가 뭉치는 현상을 막을수 있다.



계면활성제의 영향 계면활성제첨가량에 따르는 립자크기변화는 표 2와 같다.

표 2. 계면활성제첨가량에 따르는 립자크기변화

계면활성제첨가량/질량%	0	0.05	0.10	0.15	0.20	0.30
립자크기/nm	55	48	36	30	30	30

결면에 흡착되어 그것들사이의 응집을 방해하며 치기때문이다. 그러나 계면활성제를 너무 많이 넣으면 회분이 재료의 특성에 나쁜 영향을 미치므로 최적량을 0.15%로 하였다.

표 2에서 보는바와 같이 계면활성제첨가량이 많아짐에 따라 립자크기가 작아지다가 0.15%이상에서는 변화가 없다. 이것은 계면활성제가 수산화물립자 소성과정에 1차립자의 성장에 영향을 미

소성온도의 영향 소성온도에 따르는 립자크기변화는 표 3과 같다.

표 3에서 보는바와 같이 소성온도가 높아짐에 따라 ZnO립자들의 생성과 확산, 성장속도가 보다 빨라지면서 립자크기가 커지게 된다. 그러나 온도가 너무 낮으면 전구체가 불완전열분해되므로 적합한 소성온도를 600℃로 정하였다.

표 3. 소성온도에 따르는 립자크기변화

소성온도/℃	400	500	600	700	800
립자크기/nm	20	29	30	50	80

나노ZnO의 특징 X선회절분석결과(그림 2) 생성물은 순수한 ZnO이며 결정립자크기는 30nm정도이다. 또한 립자형태는 구형이고 균일하며 립자크기는 86nm이다.(그림 3)

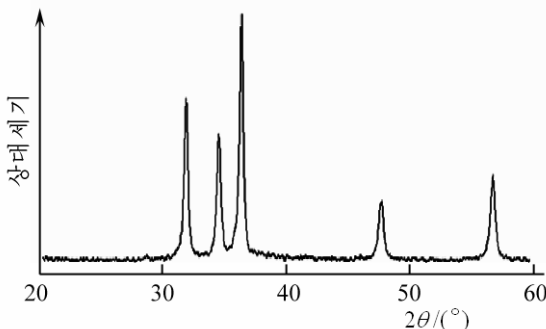


그림 2. 나노ZnO의 X선회절도형

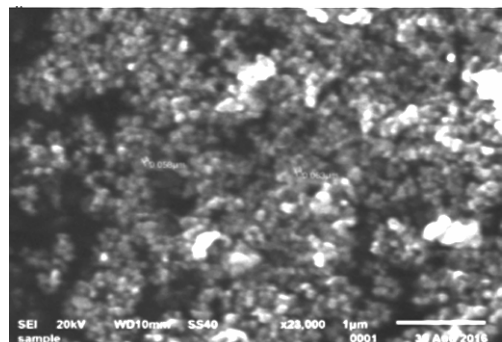


그림 3. 나노ZnO의 SEM화상

맺는 말

화학침전법으로 립자크기가 작고 분산성이 좋은 나노ZnO를 얻기 위한 가장 합리적인 조건($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 의 농도 0.5~0.7mol/L, pH 6, 계면활성제의 첨가량 0.15%, 소성온도 600°C)을 찾고 합성한 나노ZnO의 특성(립자형태는 구형이고 균일하며 립자크기는 86nm, 결정립자크기는 30nm)을 밝혔다.

참고 문헌

- [1] Studydesislava Staneva et al.; Applied Surface Science, **345**, 72, 2015.
- [2] Mona Hosseini Sarvari et al.; Applied Surface Science, **324**, 265, 2015.
- [3] Jianwei Zhao et al.; Applied Surface Science, **330**, 126, 2015.
- [4] M. Bizarro; Thin Solid Films, **553**, 179, 2014.
- [5] Yowjon Lin; Thin Solid Films, **550**, 554, 2014.

주체106(2017)년 10월 5일 원고접수

Synthesis and Characteristics of Nano ZnO by Chemical Deposition Method

Kim Tong Il, Choe Son Ae and Ri Mun Hyok

We found the reasonable conditions for obtaining nano ZnO with small particle size and well distributed by chemical deposition method.

It shows that the synthesized nano ZnO particles have spherical shape, particle size of 86nm and crystal particle size of 30nm.

Key words: chemical deposition method, ZnO