

## 졸-겔법에 의한 LaOCl 나노분말의 제조

김경석, 김영민

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《정보기술, 나노기술, 생물공학을 비롯한 핵심기초기술과 새 재료기술, 새 에너지기 기술, 우주기술, 핵기술과 같은 중심적이고 견인력이 강한 과학기술분야를 주타격방향으로 정하고 힘을 집중하여야 합니다.》(《조선로동당 제7차대회에서 한 중앙위원회사업총화보고》 단행본 39페이지)

SnO<sub>2</sub> 또는 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>을 기초재료로 하는 이산화탄소수감부의 중요한 결함은 동작온도가 높고 감도가 낮은것이다.[1, 2] 이로부터 옥시염화란탄(LaOCl)나노분말을 이산화탄소수감재료로 리용하기 위한 연구[3]가 진행되고있다.

LaOCl나노분말을 제조하기 위한 방법들가운데서 졸-겔법[4, 5]은 쉽게 공업화할수 있는것으로 하여 주의를 끌고있지만 구체적인 자료는 발표되지 않았다.

론문에서는 졸-겔법을 리용하여 산화란탄(La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)으로부터 LaOCl나노분말을 제조하기 위한 연구결과를 논의하였다.

### 실험 방법

기구 및 시약 기구로는 진공건조기, 자석교반기, 항온조, 마플로, 수자식pH미터(《OP-211/1》)를, 시약으로는 분석순의 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 아크릴아미드(CH<sub>2</sub>=CHCONH<sub>2</sub>), 과류산암모니움((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>), 36% 염산을 리용하였다.

LaOCl나노분말의 제조 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1g을 36% 염산 2mL에 용해시켜 제조한 염화란탄(LaCl<sub>3</sub>) 용액을 진공건조기에서 가열건조시켜 파잉의 염산을 증발제거하고 증류수로 희석하여 용액의 pH를 중성근방으로 조절하였다. 이 용액에 아크릴아미드를 0.33의 질량비로 넣고 충분히 교반하여 졸을 형성시킨 다음 0.1g의 과류산암모니움을 첨가하고 80℃의 항온조에서 2h 동안 놓아두어 겔을 형성시켰다. 얻어진 겔을 진공건조기에서 건조시키고 500℃의 마플로에서 4h동안 소결하여 LaOCl나노분말을 제조하였다.

LaOCl나노분말의 립도와 모양 결정 LaOCl나노분말의 립도와 모양은 분말X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》)와 주사전자현미경(《JSM-6610》)을 리용하여 결정하였다.

### 실험결과 및 해석

립도에 미치는 La<sup>3+</sup> 초기농도의 영향 La<sup>3+</sup>의 초기농도에 따르는 LaOCl분말의 평균립도 변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 La<sup>3+</sup>의 초기농도가 높아짐에 따라 얻어진 LaOCl분말의 평균립도는 서서히 증가하며 La<sup>3+</sup>의 초기농도가 0.3mol/L이상일 때부터는 평균립도가 나

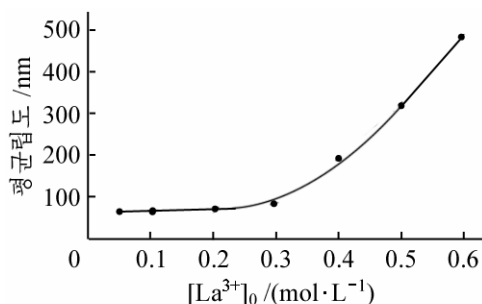


그림 1.  $La^{3+}$ 의 초기농도에 따르는 LaOCl 분말의 평균립도변화

노물질의 크기범위를 벗어난다. 그것은  $La^{3+}$ 의 초기농도가 높을수록 형성되는 결정핵의 수가 많아지고 분산효과가 작아지는 결과로 립자들사이의 호상작용에 의한 응집현상이 일어나기때문이다. 한편  $La^{3+}$ 의 초기농도가 0.1mol/L이하일 때에는 결정핵형성속도가 느려지기때문에 LaOCl나노분말거듭률이 낮아진다. 그러므로  $La^{3+}$ 의 적합한 초기농도를 0.2mol/L로 설정하였다.

립도에 미치는 아크릴아미드량의 영향 겔형성제인 아크릴아미드의 첨가량은 LaOCl분말의 립도에 영

향을 미친다.

$LaCl_3$  용액에 대한 아크릴아미드의 질량비에 따르는 LaOCl분말의 평균립도변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 초기에는  $LaCl_3$  용액에 대한 아크릴아미드의 질량비가 증가함에 따라 얻어지는 LaOCl분말의 평균립도가 급격히 감소하지만 질량비가 0.33이상일 때부터는 거의나 일정하다. 이것은 질량비가 0.33이하일 때에는 아크릴아미드가  $La^{3+}$ 이 응집되지 못하도록 할수 있을 정도의 충분한 량에 이르지 못하기때문에 겔이 류동성을 가지지만 질량비가 0.33이상일 때에는 안정한 겔이 형성된다는것을 의미한다. 그러므로  $LaCl_3$  용액에 대한 아크릴아미드의 합리적인 질량비는 0.33이다.

립도에 미치는 겔형성시간 및 온도의 영향 겔형성시간과 온도에 따르는 LaOCl분말의 평균립도변화는 그림 3과 같다.

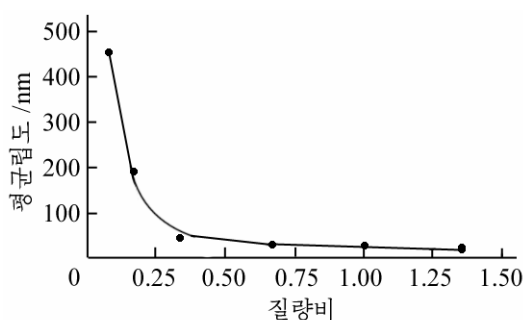


그림 2.  $LaCl_3$  용액에 대한 아크릴아미드의 질량비에 따르는 LaOCl분말의 평균립도변화  
 $[La^{3+}]_0 = 0.2mol/L$

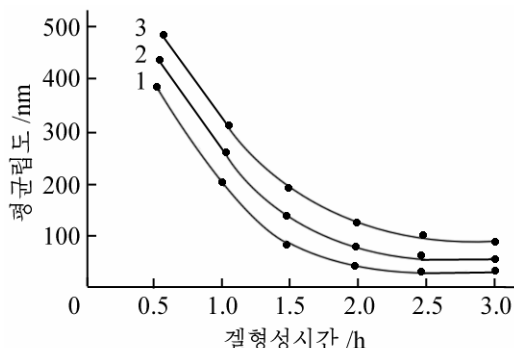


그림 3. 겔형성시간과 온도에 따르는 LaOCl분말의 평균립도변화  
 1-3은 겔형성온도가 각각 50, 70, 90°C인 경우

그림 3에서 보는바와 같이 겔형성시간이 증가함에 따라 그리고 겔형성온도가 감소함에 따라 얻어지는 LaOCl분말의 평균립도는 점차적으로 나노크기범위로 작아지며 겔형성시간이 2h이상일 때부터는 평균립도가 거의나 일정하다. 이로부터 50°C에서 2h동안 겔을 형성시키면 겔속에 포함되어있던 대부분의 수분이 증발되어  $LaCl_3$  립자들사이의 응집이 일어나지 않으며 따라서 균일한 크기의 LaOCl나노분말이 얻어진다는것을 알수 있다.

순도에 미치는 소결온도의 영향  $LaCl_3$ 을 포함한 폴리아크릴아미드겔의 소결온도에 따라

소결물의 조성이 변화된다. 그러므로 소결온도는 LaOCl분말의 순도에 영향을 미친다.

LaCl<sub>3</sub>을 포함한 폴리아크릴아미드겔을 각 이한 온도에서 4h동안 소결하였을 때 얻어진 LaOCl분말의 색깔은 소결온도가 100~300°C인 경우에 흰색, 500~700°C인 경우에 연누런색, 800°C이상인 경우에 흰색이다. 소결후 얻어진 LaOCl분말들의 X선회절스펙트르는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 LaCl<sub>3</sub>은 500°C 이상에서 LaOCl로 급격히 산화되며 700°C이상에서는 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>으로 전환된다. 그러므로 LaOCl을 제조하기 위한 합리적인 소결온도는 500°C이다.

LaOCl분말의 모양과 립도분포 LaCl<sub>3</sub>을 포함한 폴리아크릴아미드겔을 500°C에서 4h동안 소결하여 얻은 LaOCl분말의 주사전자현미경사진은 그림 5와 같다.

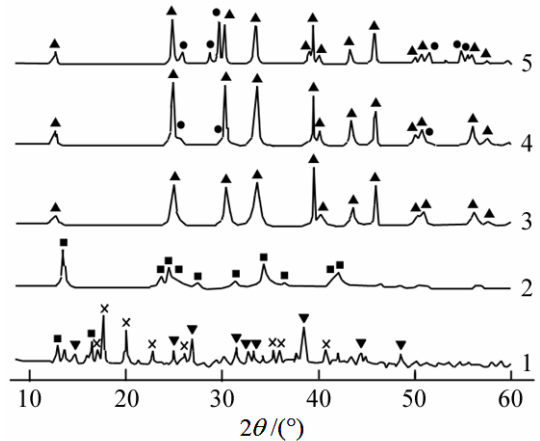


그림 4. 소결후 얻어진 LaOCl분말들의 X선회절스펙트르

■ - LaCl<sub>3</sub>, × - La(OH)<sub>3</sub>, ▼ - LaCl<sub>3</sub> 수화물, ▲ - LaOCl, ● - La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1-5는 소결온도가 각각 100, 300, 500, 700, 800°C인 경우

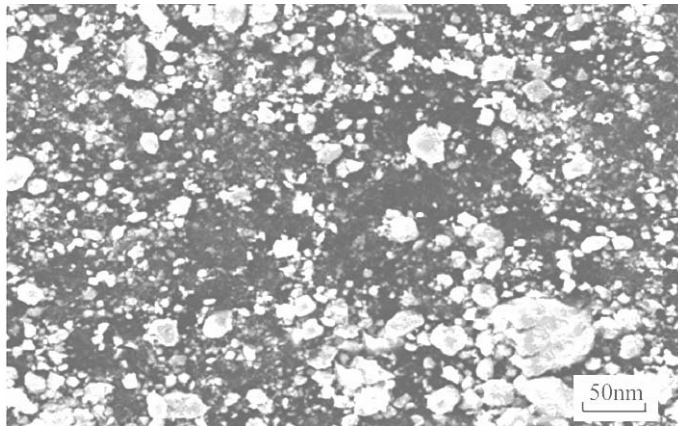


그림 5. LaOCl분말의 주사전자현미경사진  
소결조건: 500°C에서 4h

그림 5에서 보는바와 같이 LaOCl분말은 구모양이고 립도가 비교적 균일하며 평균립도는 20nm이다.

## 맺는 말

La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>을 원료로 하고 졸-겔법을 리용하는 LaOCl나노분말제조의 최적조건은 La<sup>3+</sup>의 초기농도 0.2mol/L, LaCl<sub>3</sub> 용액에 대한 아크릴아미드의 질량비 0.33, 겔형성온도 50°C, 겔형성시간 2h, 소결온도 500°C, 소결시간 4h이다. 얻어진 분말은 구모양이며 평균립도는 20nm이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 60, 10, 59, 주체103(2014).
- [2] Yuehua He et al.; Rare Metal Materials and Engineering, 35, 3, 132, 2006.
- [3] Yoshiharu Taniguchi et al.; Electronics and Communications in Japan, 82, 4, 727, 1999.
- [4] A. Marsal et al.; Sensors and Actuators, 94, 324, 2003.
- [5] M. Secu et al.; Journal of the European Ceramic Society, 36, 203, 2016.

주체107(2018)년 4월 5일 원고접수

## Preparation of LaOCl Nanopowder by Sol-Gel Method

*Kim Kyong Sok, Kim Yong Min*

We prepared LaOCl nanopowder from lanthanum oxide by using sol-gel method. The optimum conditions for preparing LaOCl nanopowder are as follows: the initial concentration of  $\text{La}^{3+}$  is 0.2mol/L, the mass ratio of acrylamide to  $\text{LaCl}_3$  solution is 0.33, the gel forming temperature and time are 50°C and 2h respectively, the sintering temperature and time are 500°C and 4h respectively.

The prepared LaOCl powder is globular and the mean particle size is 20nm.

Key words: LaOCl nanopowder, sol-gel method