

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 구조적특성에 미치는 Co^{2+} 혼입량의 영향

박 동 훈

경애하는 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《정보기술, 나노기술, 생물공학을 비롯한 핵심기초기술과 새 재료기술, 새 에너지기술, 우주기술, 핵기술과 같은 중심적이고 견인력이 강한 과학기술분야를 주타격방향으로 정하고 힘을 집중하여야 합니다.》

자성재료는 의학분야에서 약물수송, 온열치료, 자기공명화상얻기, 화학공업분야에서 촉매 및 수감재료, 물질분리 등에 널리 리용되고있다. 최근에 나노크기의 자성립자를 제조하여 다양한 목적에 리용하기 위한 연구들[1, 2, 5]이 활발히 진행되고있다.

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 과 Fe_3O_4 은 강자성을 가지는데 제조원가가 낮고 부작용과 공해가 없으며 리용전망이 큰것으로 하여 각이한 성능을 가진 자성복합재료들을 개발하기 위한 연구[4]가 심화되고있다. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 은 방온도에서 강자성뿐아니라 독특한 촉매특성도 가지므로 나노크기의 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 을 자성에 기초한 분리, 자기기록재료, 기체수감부, 방부식칠감생산에 널리 리용하고있다.[3]

철의 산화물에 코발트를 첨가하면 재료의 포화자화세기, 보자력 등이 개선되며 그것을 종양의 진단과 치료에서 약물운반체, 자성조영제로 리용하기 위한 연구[3, 4]가 진행되고있다.

본문에서는 공침법으로 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 을 합성하고 Co^{2+} 의 혼입량이 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 구조적특성에 미치는 영향을 평가하였다.

실 험 방 법

기구로는 항온건조로(《DHG-9123A》), 마플로(《SXL-1208》), 교반기, 원심분리기, 분말X선회절분석기(《D/max 2550 VB/PC》), 투과전자현미경(《Tecnai-12》)을, 시약으로는 류산철(II)($\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 분석순), 가성소다(분석순), 질산나트륨(분석순), 염화코발트($\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 분석순), 염산(분석순), 에틸알콜(95%), 증류수를 리용하였다.

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 합성 $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.01mol을 증류수 30mL에 교반하면서 용해시킨 다음 NaOH 0.021mol을 첨가하여 연꽃색의 현탁액을 얻는다. 80°C 에서 NaNO_3 0.003mol을 첨가한 다음 1h동안 교반하여 검은색의 현탁액을 얻는다. 이것을 방치하고 원심분리기에서 5 000r/min의 속도로 원심분리한 다음 탈이온수와 에틸알콜로 각각 3회 세척한다. 60°C 에서 4h동안 건조시키고 260°C 에서 6h동안 열분해시켜 붉은밤색의 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 분말을 얻는다.

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 합성 $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 의 물질량의 2.0, 5.3, 11.1, 17.6, 25.0% 되게 각각 첨가하고 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 합성과 같은 방법으로 합성하여 얻은 분말을 마플로에 넣고 260°C 에서 6h동안 열분해시켜 붉은밤색의 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 분말을 얻는다.

생성물의 분석 분말X선회절분석기로 합성한 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 과 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 나노립자의 구조를, 투과전자현미경으로 크기와 모양을 분석하였다.

실험결과 및 고찰

Co^{2+} 의 첨가량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 X선회절도형은 그림 1과 같다.

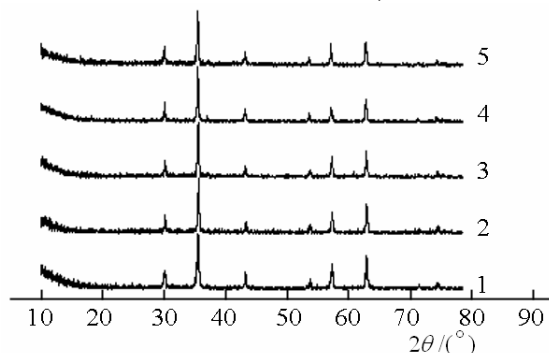


그림 1. Co^{2+} 의 첨가량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 X선회절도형

1-5는 Co^{2+} 의 첨가량이 각각 2.0, 5.3, 11.1, 17.6, 25.0%인 경우

그림 1에서 보는바와 같이 Co^{2+} 의 첨가량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 X선회절도형은 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 X선회절도형(《JCPDS 39-1346》)과 기본적으로 일치하다. 이것은 Co^{2+} 을 첨가해도 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 결정구조가 변화되지 않으며 Co^{2+} 의 첨가량에 따라 립자크기도 크게 변하지 않는다는것을 의미한다.

Co^{2+} 의 첨가량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 X선회절도형의 해석결과는 표와 같다.

표에서 보는바와 같이 Co^{2+} 의 첨가량이 많아짐에 따라 살창상수들은 커진다. 이것은 Co^{2+} 이 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 결정살창의 8면체공간뿐 아니라 4면체공간도 차지한다는것을 의미한다.

표. Co^{2+} 의 첨가량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 X선회절도형의 해석결과

$h\ k\ l$	Co^{2+} 의 첨가량/%							
	2.0		5.3		11.1		17.6	
	D/nm	I/I_0	D/nm	I/I_0	D/nm	I/I_0	D/nm	I/I_0
2 0 6	2.957	31.3	2.957	33.3	2.959	30.4	2.959	36.3
1 1 9	2.525	100	2.520	100	2.521	100	2.523	100
2 3 5	2.092	32.1	2.088	20.4	2.092	20.7	2.091	24.4
2 4 6	1.705	20.2	1.701	17.6	1.706	14.8	1.709	16.6
1 5 2	1.607	45.0	1.609	38.0	1.609	37.8	1.611	26.4
2 5 5	1.476	61.5	1.478	51.9	1.478	47.4	1.480	42.0
5 3 7	1.319	9.2	1.320	9.3	1.320	7.4	1.323	6.2
4 5 3	1.272	12.8	1.274	13.0	1.272	11.9	1.278	9.3
$a, b/\text{pm}$	0.833		0.840		0.835		0.842	
c/pm	2.523		2.529		2.526		2.522	
V/nm^3	1.751		1.784		1.761		1.788	

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 EDS분석결과 실제로 들어있는 Co^{2+} 의 혼입량은 각각 1.05, 2.35, 4.92, 7.56, 10.94%이다. 즉 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 에서 Co^{2+} 의 혼입량은 반응에서 첨가한 량보다 작는데 이것은 Co^{2+} 의 일부가 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 에 포함된다는것을 보여준다.

Co^{2+} 의 혼입량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 TEM사진은 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 Co^{2+} 의 혼입량은 립자의 모양에 비교적 큰 영향을 준다는것을 알수 있다. 순수한 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 에서 립자의 모양은 정방형이다. Co^{2+} 의 혼입량이 1.05%인 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 에서 대부분의 립자들은 정방형이지만 구형에 가까운 립자도 있으며 매우 작은 립자들이 큰 립자들사이에 조금 분포되어있다. Co^{2+} 의 혼입량이 높을수록 구형에 가까운 립자들이 더 많아진다. 이것은 Co^{2+} 의 혼입량이 높을수록 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 립자표면에 코발트-철복합산화물이 형성되기때문이다.

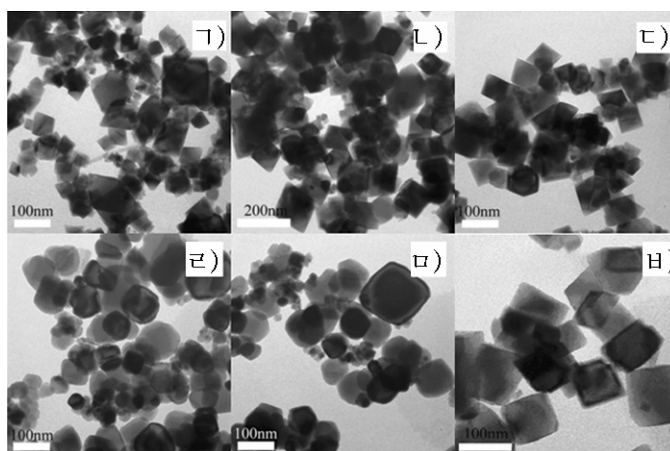


그림 2. Co^{2+} 의 혼입량에 따르는 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 의 TEM사진
 ㉠)–㉦)는 Co^{2+} 의 혼입량이 각각 1.05, 2.35, 4.92, 7.56, 10.94, 0%인 경우

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 립자의 크기는 60~90nm이지만 Co^{2+} 이 첨가되는 경우 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 립자의 크기는 커지는데 80~150nm정도이다. 따라서 Co^{2+} 의 혼입량이 높아질 때 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$ 립자의 크기는 크게 변하지 않지만 립자의 모양은 크게 변한다는것을 알수 있다.

맺 는 말

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 에 Co^{2+} 이 첨가될 때 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 의 결정상은 변하지 않는다. Co^{2+} 의 혼입량은 립자크기에는 영향을 미치지 않지만 립자의 모양에는 비교적 큰 영향을 미친다.

참 고 문 헌

- [1] A. Afkhami; Journal of Hazardous Materials, 181, 3, 398, 2017.
- [2] M. H. Mahmoud; Journal of Hyperfine Interactions, 181, 7, 261, 2016.
- [3] 臧永丽; 山东理工大学学报(自然科学版), 29, 2, 57, 2015.
- [4] 蒋荣立; 化学学报, 76, 11, 1322, 2018.
- [5] 徐明祥; 物理化学学报, 25, 7, 619, 2009.

주제 110(2021)년 4월 5일 원고접수

Effect of the Doped Amount of Co^{2+} on the Structural Characteristics of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$

Pak Tong Hun

When Co^{2+} ions are doped in $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, the crystal phase of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ does not change. The doped amount of Co^{2+} exerts small influence upon the magnitude of generated particles, but much influence upon the shape of particles.

Keywords: coprecipitation method, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{:Co}^{2+}$, crystal phase