

초음파화학반응법에 의한 나노 Fe_2O_3 의 제조와 빛흡수특성

김철성, 조광원, 홍철

나노 Fe_2O_3 을 제조하는 방법에는 용매열법, 침전법, 초음파화학법, 열분해법 등이 리용 [1-3]되고있지만 모두 소결단계를 거치고있다.

우리는 분산안정제나 소결단계를 리용하지 않는 초음파화학반응법으로 나노 Fe_2O_3 을 제조하고 그것의 빛흡수특성을 고찰하였다.

실험 방법

기구로는 고출력초음파반응기(《D-500-20》), X선회절분석기(《Smartlab》), 주사전자현미경(《JMS-6610A》), 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 전자천평(《EB-3301-A》)을, 시약으로는 분석순의 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, 가성소다, 류산, 증류수를 리용하였다.

초음파반응기(80W, 방온도)에 0.03mol/L $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 용액 100mL를 넣고 0.2mol/L 가성소다용액 50mL를 적하하면서 반응시킨다. 이때 반응계는 점차 붉은 밤색으로 변하면서 침전물이 생긴다. 적하후 30min동안 초음파반응시킨 다음 5mol/L 류산용액을 적하하면서 pH를 3정도 되게 조절하고 다시 1mol/L 가성소다용액으로 중화시킨다. 이 과정에 Fe_2O_3 결정립자가 생기는데 회로류자석으로 확인하였다. 30min동안 더 초음파분산시킨 다음 침전물을 더 과하고 증류수로 충분히 세척한다. 이것을 러지채로 100℃에서 항량이 될 때까지 건조시키고 마네킵구에서 분쇄하여 나노 Fe_2O_3 분말을 얻는다.

실험결과 및 고찰

나노 Fe_2O_3 립자의 크기와 모양 제조한 나노 Fe_2O_3 의 X선회절도형은 그림 1과 같다.

X선회절분석법으로 결정한 Fe_2O_3 의 평균립자크기는 24.6nm이다.

$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 의 초기농도를 질게 하면 Fe_2O_3 의 립자크기는 커지고 상대적으로 무정형상이 많이 생기므로 결정형나노 Fe_2O_3 의 거둬들이 떨어지게 된다.

나노 Fe_2O_3 의 SEM사진은 그림 2와 같다.

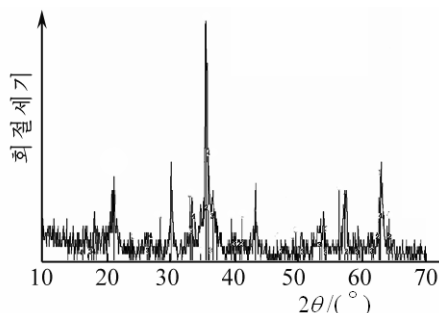


그림 1. 나노 Fe_2O_3 의 X선회절도형

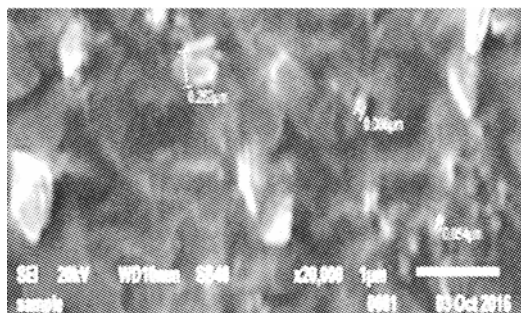


그림 2. 나노 Fe_2O_3 의 SEM사진

그림 2에서 보는바와 같이 나노립자는 구형이 아니라 타원형이며 각을 이룬 면도 가지고있어 빛을 흡수도 하고 반사도 할수 있다. 주사전자현미경으로 측정한 Fe_2O_3 립자의 크기는 X선회절분석법으로 결정한 립자크기보다 크게 보이는데 이것은 1차결정립자들의 응집때문이다.

나노 Fe_2O_3 의 빛흡수특성 나노 Fe_2O_3 분말을 폴리비닐알콜수용액에 0.1% 되게 초음파분산시키고 이것을 소형분무기로 면천에 분무하여 건조시킨다. 이 조작을 면천의 기공이 보이지 않을 때까지 반복한다. 이 시편의 자외가시선 및 적외선헤산반사스펙트르를 측정한 결과는 그림 3, 4와 같다.

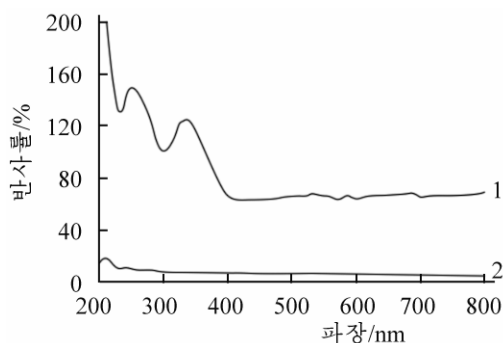


그림 3. 시편의 자외가시선반사스펙트르
1-면천, 2-시편

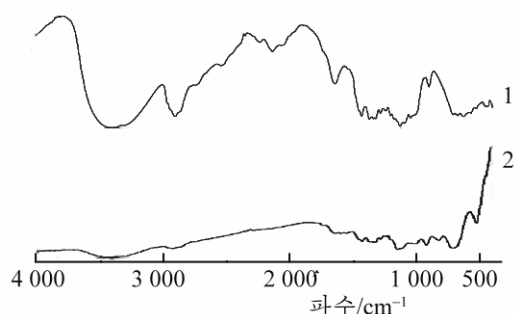


그림 4. 시편의 적외선헤산반사스펙트르
1-면천, 2-시편

그림 3에서 보는바와 같이 나노 Fe_2O_3 은 자외가시선을 흡수하는데 파장이 200~360nm인 근자외선의 90%, 360~400nm인 근자외선의 약 30%, 가시선의 40%를 흡수한다.

또한 그림 4에서 보는바와 같이 나노 Fe_2O_3 은 중간적외선구역의 빛도 약하게 흡수하는데 파수가 4 000~3 500 cm^{-1} 인 적외선의 16%, 3 500~2 800 cm^{-1} 인 적외선의 4%, 2 800~1 500 cm^{-1} 인 적외선의 13%, 1 500~1 000 cm^{-1} 인 적외선의 0.5%, 1 000~700 cm^{-1} 인 적외선의 5%를 흡수한다.

맺 는 말

분산안정제나 소결법을 리용하지 않고 초음파화확반응법으로 나노 Fe_2O_3 을 제조하였다.

나노 Fe_2O_3 의 평균립자크기는 24.6nm이며 파장이 200~360, 360~400, 400~800nm인 빛의 흡수률은 각각 90, 30, 40%이다. 또한 중간적외선구역에서의 빛흡수률은 0.5~16%이다.

참 고 문 헌

- [1] 지수홍; 제1차 전국나노과학기술발표회논문집, 중앙과학기술통보사, 51~52, 주체92(2003).
- [2] 김은순; 화학, 2, 15, 주체103(2014).
- [3] 梶木 等; 应用化学, 3, 204, 2001.

Preparation of Nano Fe_2O_3 by Ultrasonic Chemical Reaction Method and Its Luminous Absorption Characteristics

Kim Chol Song, Jo Kwang Won and Hong Chol

We prepared nano Fe_2O_3 by ultrasonic chemical reaction method without dispersion stability and sintering process. The average particle size of nano Fe_2O_3 is 24.6nm and the absorption factors of light with wavelength of 200~360, 360~400 and 400~800nm are 90, 30 and 40%, respectively. And the absorption factor of the medium infrared rays band is 0.5~16%.

Key words: ultrasonic chemical reaction method, nano Fe_2O_3