

(NH₄)₂WS₄으로부터 WS₂의 제조

김덕성, 이성철

오늘 수소발생에 유리한 전극촉매를 개발하는 문제는 수소에너르기생산에서 매우 중요한 과제로 나서고있다. 보다 적은 전력으로 물을 분해하여 수소와 산소를 얻자면 반드시 음극 및 양극과전압이 낮은 전극촉매를 개발리용하여야 한다.

현재 세계적으로 물전기분해용수소전극촉매로는 MoO₃, MoS₂, WS₂ 등이 리용되고있다. 여기서 WS₂은 수소발생전극촉매뿐만아니라 내열성, 내압성이 좋은 윤활제, 흑연을 대신하는 리튬이온축전지의 전극재료로 광범히 리용되고있다.[1]

WS₂제조방법에는 류황화합물을 열분해하는 방법, 유리류황가루와 월프람분말 혹은 WO₃을 혼합하여 소성하는 방법 등이 있다.[2-6] 그러나 제조방법들이 복잡하고 같은 방법에서도 온도와 분위기, 순도가 서로 다른것으로 하여 응용에서 많은 문제들이 제기된다.

우리는 티오월프람산암모니움을 소결로에서 열분해하여 WS₂을 제조하였다.

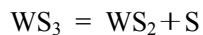
실험 방법

시료로는 적황색의 티오월프람산암모니움((NH₄)₂WS₄, 98.9%)을, 기구로는 소결로(자체 제작)를 리용하였다. 불활성기체로는 질소를, 여분의 류황을 없애기 위하여 일정한 량의 수소를 리용하였다. 소결할 때의 온도증가속도는 20°C/min이다.

생성물의 결정구조는 X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》)로, 립자분포와 립자형태는 주사전자현미경(《JSM-6610A》)으로 분석하였다.

실험결과 및 해석

분위기의 영향 질소분위기에서 (NH₄)₂WS₄은 250°C근방에서 H₂S기체를 내보내면서 분해되기 시작한다. 분해반응은 다음과 같다.



(NH₄)₂WS₄을 질소분위기, 550°C에서 2h동안 분해시켜 얻은 생성물은 윤기가 거의 없고 립자들이 불균일하며 크기가 0.1~1.0mm이므로 전극촉매나 윤활제로 리용하려면 미세하게 분쇄하여야 한다.

수소와 질소를 1 : 9(체적비)로 혼합하여 분위기를 조성하고 550°C에서 2h동안 시료를 분해시켰을 때 얻어진 생성물은 재빛색이고 문지르면 윤기를 가지며 매우 보드랍다.

그 이상의 혼합비에서는 WS₂이 환원되면서 금속월프람이 생길수 있다.

XRD 및 SEM분석결과 소결온도 550°C, 수소와 질소의 혼합기체(1 : 9(체적비))분위기에서 제조한 생성물의 XRD도형은 그림 1과 같다.

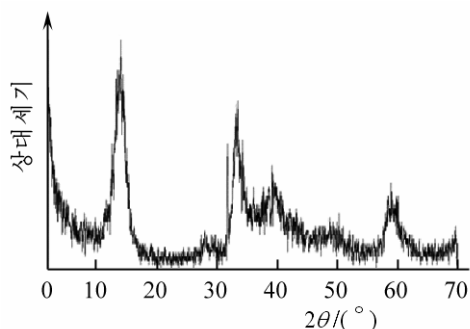


그림 1. 생성물의 XRD도형

SEM분석결과에 의하면 생성물에서 W함량은 70.70%, S함량은 24.86%, 산소함량은 4.32%이며 산소외에는 다른 불순물이 포함되어있지 않다는것을 알수 있다.

맺 는 말

550°C에서 $(\text{NH}_4)_2\text{WS}_4$ 을 분해하여 얻은 WS_2 은 흑연과 같은 판상모양을 가진다.

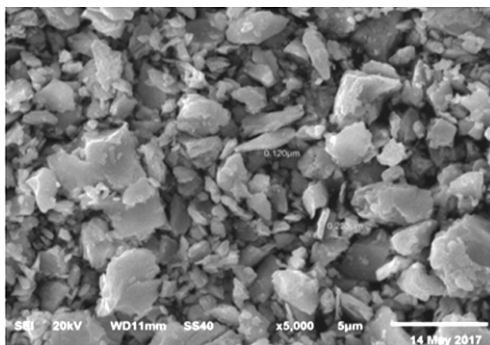


그림 2. 생성물의 SEM사진(5 000배)

참 고 문 헌

- [1] A. Olivas et al.; Materials Letters, **61**, 4336, 2007.
- [2] Jifen Wu et al.; Tribology International, **43**, 1650, 2010.
- [3] Xianghui Hou; Thin Solid Films, **520**, 4916, 2012.
- [4] Gaojun An; Materials Research Bulletin, **46**, 1323, 2011.
- [5] R. Bhandavat et al.; J. Phys. Chem. Lett., **3**, 1523, 2012.
- [6] R. K. Kachhap et al.; Materials and Design, **56**, 368, 2014.

주체106(2017)년 10월 5일 원고접수

Preparation of WS_2 from $(\text{NH}_4)_2\text{WS}_4$

Kim Tok Song, Ri Song Chol

WS_2 obtained from thermal decomposition of $(\text{NH}_4)_2\text{WS}_4$ at 550°C, has a shape of plate like as graphite.

Key words: WS_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{WS}_4$, decomposition temperature