

산화그라펜의 카르복실화에 미치는 초음파처리의 영향

김은순, 리진천

산화그라펜(GO)은 친수성과 항균성, 넓은 비표면적을 가지고있는것[1]으로 하여 의학 및 생물학분야에서 항균제, 흡착제, 약물운반체 등으로 리용[4]되고있다. 그러나 GO분말을 그대로 리용하면 응집되면서 생체적합성을 낮추므로 GO의 분산성을 높여야 한다.

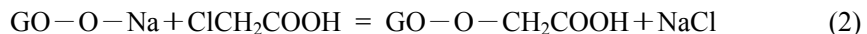
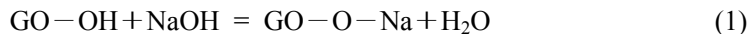
현재 세계적으로 산화그라펜을 카르복실화하여 분산성을 높이기 위한 연구가 많이 진행되고있지만 초음파처리를 결합한 방법은 발표된것이 없다.

우리는 초음파처리방법을 리용하여 산화그라펜을 카르복실화하였다.

실험 방법

시약으로는 GO분말, 가성소다(고체, 98%), 모노클로로초산(고체, 98%)을, 기구로는 초음파반응기, 교반기, 원심분리기(《LD4-2A》), 항온건조기(《DHG-9037A》), 푸리에변환적외선분광광도계(《Nicolet 6700》), 자외가시선분광광도계(《UV-2201》), 주사전자현미경(《JSM-6610A》)을 리용하였다.

산화그라펜의 카르복실화반응은 다음과 같이 일어난다.[2]



하머스법[3]으로 제조한 산화그라펜용액(1%) 100mL에 가성소다 20g과 모노클로로초산 15g을 넣고 8h동안 교반하면서 각이한 시간동안 초음파를 쏘이면서 반응시켰다. 다음 용액을 원심분리기로 중성이 될 때까지 세척하고 항온건조기에서 건조시켜 분석하였다.

실험결과 및 해석

각이한 초음파조임세기와 조임시간으로 제조한 카르복실화된 산화그라펜시료들의 IR흡수스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 초음파조임한 시료에서는 2900cm^{-1} 근방에서 메틸렌기의 특성흡수띠와 1760cm^{-1} 근방에서 카르복실기의 특성흡수띠가 나타난다. 또한 초음파조임세기가 셀 때 메틸렌기 및 카르복실기의 특성흡수띠가 더 뚜렷하다. 즉 초음파조임세기를 세게 할수록 카르복실화에 보다 유리하다는 것을

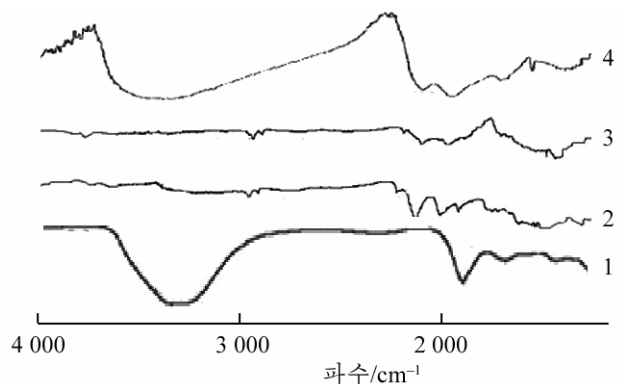


그림 1. 카르복실화한 산화그라펜시료들의 IR흡수스펙트르

1-산화그라펜; 2-초음파조임세기 650W, 초음파조임시간 30min인 경우; 3-초음파조임세기 200W, 초음파조임시간 2h인 경우; 4-초음파를 쏘이지 않은 경우

보여준다. 이것은 선행연구결과[3]와 일치한다.

초음파조임하지 않은 시료에서는 $3\,247\text{cm}^{-1}$ 에서 흡수띠가 강하게 나타났는데 이것은 카르복실화된 후에도 산화그라펜에 히드록실기가 많이 남아있다는 것이며 $1\,760\text{cm}^{-1}$ 근방에서 카르복실기의 흡수띠세기가 매우 작은것은 카르복실화효율이 낮다는것을 보여준다.

산화그라펜과 카르복실화된 산화그라펜의 자외가시선 흡수스펙트르는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 산화그라펜보다 카르복실화된 산화그라펜의 흡수세기가 더 크다.

산화그라펜과 카르복실화한 산화그라펜에서 중요한 지표는 C/O비이다. C/O비는 카르복실화과정에 작아지며 이것을 리용하여 전체 히드록실기중에서 얼마만한 량이 카르복실화되었는가를 판단할수 있다.

산화그라펜과 카르복실화된 산화그라펜에 대한 에네르기분산형 주사전자현미경 분석결과는 표와 같다.

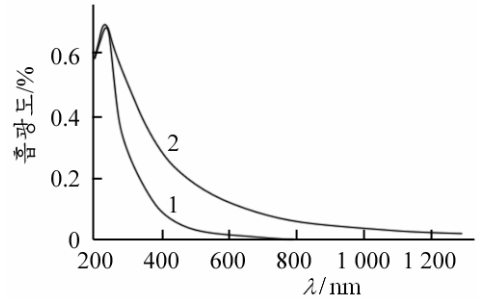


그림 2. 산화그라펜(1)과 카르복실화된 산화그라펜(2)의 자외가시선 흡수스펙트르

표. 산화그라펜과 카르복실화된 산화그라펜의 분석결과

산화그라펜					카르복실화된 산화그라펜				
원소		U/keV	함량/질량%	함량/원자%	원소		U/keV	함량/질량%	함량/원자%
C	K	0.277	54.08	62.26	C	K	0.277	49.14	58.31
O	K	0.525	41.11	35.52	O	K	0.525	43.30	38.57
Na	K	1.041	1.09	0.65	Na	K*	1.041	0.09	0.06
Mg	K*	1.253	0.50	0.28	Mg	K	1.253	1.22	0.71
Al	K*	1.486	0.16	0.08	Al	K*	1.486	0.29	0.15
Si	K	1.739	0.50	0.24	Si	K*	1.739	0.35	0.18
P	K*	2.013	0.10	0.04	P	K*	2.013	0.06	0.03
S	K*	2.307	0.42	0.19	S	K*	2.307	0.13	0.06
Cl	K*	2.621	0.43	0.17	Cl	K*	2.621	0.10	0.04
K	K*	3.312	0.08	0.03	K	K*	3.312	0.00	0.00
Ca	K	3.690	1.53	0.53	Ca	K	3.690	5.31	1.89

표에서 보는바와 같이 산화그라펜에서 C/O비는 1.75이고 카르복실화된 후에는 1.51로서 25%이상의 히드록실기가 카르복실기로 전환되었다는것을 알수 있다. 이것은 초음파조임이 카르복실화에 좋은 영향을 미친다는것을 알수 있다.

맺 는 말

초음파조임을 리용하면 산화그라펜의 카르복실화를 보다 촉진시키며 조임세기가 셀수록 더 많은 히드록실기들이 카르복실화된다.

참 고 문 헌

- [1] 리진천 등; 21세기 새 재료 그래펜, 김일성종합대학출판사, 21~25, 주체104(2015).
- [2] Shaobin Liu et al.; ACS Nano, 5, 9, 22, 2011.
- [3] Satish Bykkam et al.; Int. J. A. Biotech & Research, 4, 1, 142, 2013.
- [4] J. C. Laura et al.; Appl. Chem., 83, 1, 95, 2011.

주체106(2017)년 10월 5일 원고접수

Effect of Ultrasonic Treatment on Carboxylation of Graphene Oxide

Kim Un Sun, Ri Jin Chon

The ultrasonic treatment promotes the carboxylation of grapheneoxide and more hydroxyl groups are carboxylated with high irradiation being strengthened.

Key words: ultrasonic, graphen oxide, carboxylation