

## 침전법에 의한 옥색 $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 합성

장진혁, 강철준, 봉철웅

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 우리 나라 인민경제발전에 절실히 필요한 문제를 자체로 풀기 위한 과학연구사업과 함께 발전된 나라들의 과학기술성고를 우리 나라의 구체적인 현실에 맞게 받아들이기 위한 과학연구사업도 잘하여야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제13권 417페이지)

크롬계색감은 내열, 내산, 내알카리성이 좋기때문에 화구용, 도자기용 및 칠감용으로 널리 리용되고있으며 자색으로부터 적색에 이르기까지 여러가지 색을 나타낼수 있는것으로 하여 광범히 연구되고있다.[2, 3]

우리는 이미 탄산나트륨을 리용하여 Zn, Cr, Al의 3성분계산화물로 이루어진 색감을 합성한데 기초하여 옥색  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 를 합성하였다.[1]

논문에서는 침전법으로 류산크롬(Ⅲ)과 류산아연의 혼합염용액으로부터  $\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 공침물을 얻고 그것으로부터의 옥색  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$  합성에 미치는 인자들의 영향을 평가하였다.

### 실험 방법

시료로는 0.05mol/L  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$  용액, 1mol/L  $\text{ZnSO}_4$  용액, Cr와 Zn의 혼합염용액, 0.5mol/L NaOH 용액을 리용하였다.

방온도(25℃)에서 0.05mol/L  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$  용액 100mL와 1mol/L  $\text{ZnSO}_4$  용액 100mL를 혼합하여 250r/min으로 교반하면서 여기에 NaOH 용액을 0.5mL/min의 속도로 적하하였다.

$\text{BaCl}_2$  용액에 의하여 흰색흐림이 생기지 않을 때까지 공침물을 증류수로 충분히 세척하고 려파한 다음 110℃에서 24h 동안 건조시킨 후 400~700℃에서 소성하여 X선회절기(《Rigaku》)로 상조성을 결정하였다.

### 실험결과 및 해석

배합비의 영향  $\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 배합비를 1 : 1(물질량비)로 하여 침전시킨 공침물의 XRD 도형은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이  $\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 배합비가 1 : 1인 공침물은 무정형이다.

$\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 배합비가 각각 1 : 0.5, 1 : 3인 공침물을 650℃에서 1.5h 동안 소성한 색감의 XRD 도형은 그림 2와 같다.

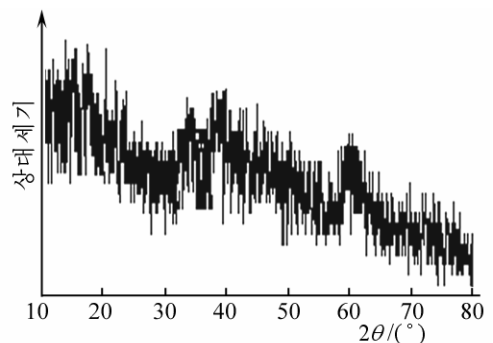


그림 1. 공침물의 XRD도형

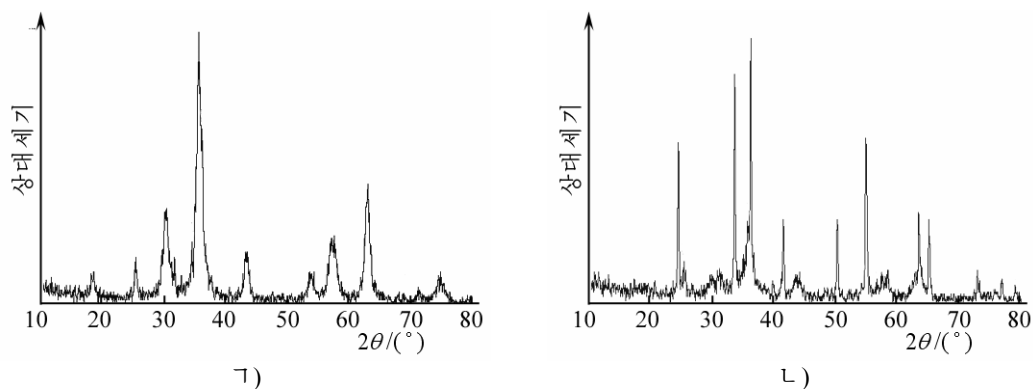


그림 2. 배합비에 따르는 색감의 XRD도형

ㄱ)  $\text{Cr}^{3+}:\text{Zn}^{2+}=1:0.5$ , ㄴ)  $\text{Cr}^{3+}:\text{Zn}^{2+}=1:3$

그림 2에서 보는바와 같이  $\text{Cr}^{3+}:\text{Zn}^{2+}=1:0.5$ 인 색감에서는 주로  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 의 기본회절봉우리들이 나타났으며  $\text{Zn}^{2+}$ 의 함량이 많아질수록  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 의 기본회절봉우리들의 세기는 약해진다.  $\text{Cr}^{3+}:\text{Zn}^{2+}=1:3$ 인 경우에는  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 의 기본회절봉우리들이 나타났다. 이것은  $\text{Cr}^{3+}:\text{Zn}^{2+}=1:3$ 에서 색감의 구조가 스피넬형으로 넘어간다는것을 보여준다.

소성온도의 영향  $\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 배합비가 1:3인 공침물을 450~650°C에서 1.5h동안 소성하였을 때 색감의 XRD도형은 그림 3과 같다.

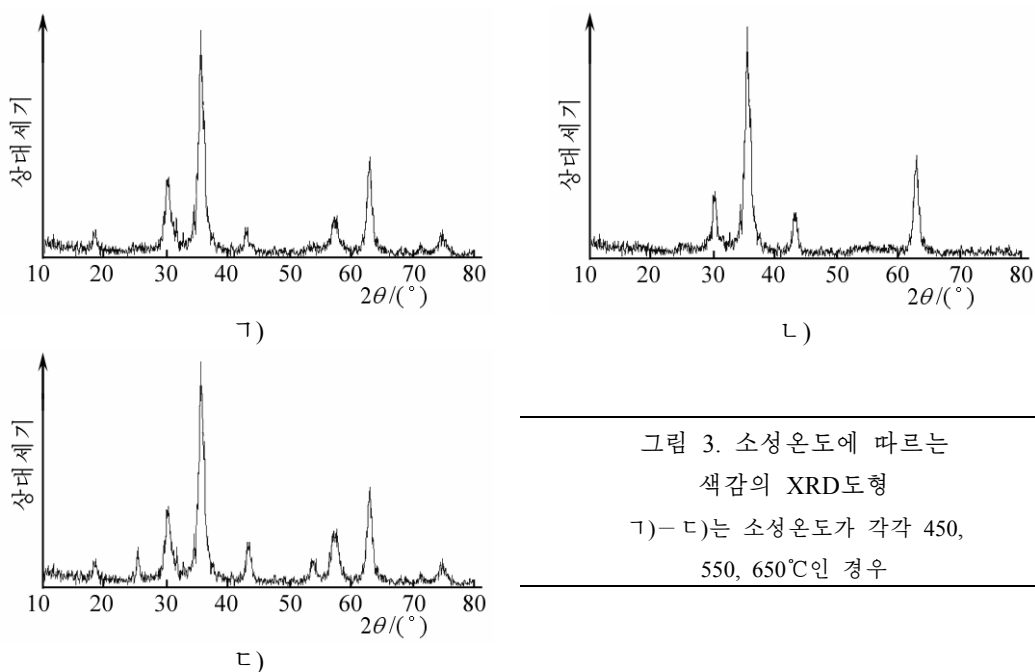


그림 3. 소성 온도에 따르는  
색감의 XRD도형

ㄱ)–ㄷ)는 소성온도가 각각 450,  
550, 650°C인 경우

그림 3에서 보는바와 같이  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 은 소성온도 450°C에서부터 형성되기 시작하는데 소성온도가 높아질수록 회절선들의 상대세기가 세지다가 650°C에서는 완전히 일치한다.

소성온도가 650°C이상일 때에는 상대세기가 크게 변하지 않았다. 이것은  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 의 생성에 최적온도는 650°C라는것을 보여준다.

## 맺 는 말

$\text{Cr}^{3+}$ 과  $\text{Zn}^{2+}$ 의 배합비가 1 : 1(물질량비)인 공침물은 무정형이며  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 의 스핀넬형 녹색으로 넘어가는 최적배합비는 1 : 3이다.

$\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ 스핀넬형 녹색소성의 최적조건은 소성온도  $650^\circ\text{C}$ , 소성시간 1.5h이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), **58**, 1, 99, 주체101(2012).
- [2] Emel Ozel et al.; Journal of the European Ceramics Society, **23**, 2097, 2010.
- [3] 陈白珍; 无机盐工业, **34**, 5, 1, 2002.

주체105(2016)년 8월 5일 원고접수

## Synthesis of Green $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ Pigment by Co-Precipitation Method

*Jang Jin Hyok, Kang Chol Jun and Pong Chol Ung*

When the molar ratio of  $\text{Zn}^{2+}$  and  $\text{Cr}^{3+}$  is 1 : 1, the co-precipitation material is amorphous. When the molar ratio of  $\text{Zn}^{2+}$  and  $\text{Cr}^{3+}$  is 1 : 3, the co-precipitation is green  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$  with spinel structure.

The optimal calcination temperature and time of the green  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$  pigment with spinel structure are  $650^\circ\text{C}$  and 1.5h.

Key words: co-precipitation method, green, pigment