

## 반응침적법에 의한 팽윤토표면에 나노류황의 담지

손영철, 봉철용, 박규희

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《새로운 과학분야를 개척하며 최신과학기술의 성과를 인민경제에 널리 받아들이기 위한 연구사업을 전망성있게 하여야 합니다.》(《김일성전집》 제72권 292페이지)

류황은 높은 항균성을 가지고있는것으로 하여 원예부문을 비롯하여 여러 부문에 널리 이용되고있다. 류황을 나노화하면 식물체겉면과의 부착성과 침투성이 높아지므로 적은 량으로도 살균효과를 높일수 있다.[2, 3]

우리는 티오류산나트륨과 류산으로 나노류황을 합성하여 팽윤토표면에 담지시켰다.

### 실험 방법

시약으로는  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (순), 30%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 용액, 팽윤토표, 기구로는 교반기가 설치된 500mL들이 3구플라스크, 진공건조기(《VO200》), 수류뿔프(《SHZ-DCⅢ》), 레이자립도분석기(《BT-9300》), 주사전자현미경(《JSM-6610A》)을 이용하였다.

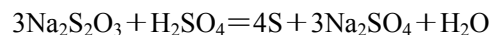
팽윤토표면자표면에 나노류황의 담지 0.01mol/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 용액 100mL와 적당한 량의 팽윤토표를 플라스크에 넣고 10℃에서 저어주면서 분액깎때기로 0.03mol/L  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 용액을 20방울/min의 속도로 적하한다. 3h동안 교반한 다음 방온도에서 비커를 밀폐시키고 4h동안 방치한다.

수류뿔프로 흰색의 침전물용액을 려과한 다음 용액속에서 류산이온이 검출되지 않을 때까지 탈이온수로 3회 세척한다. 다음 진공건조기(70~80℃)에서 2h동안 건조시켜 나노류황 복합체를 얻는다.

팽윤토표의 표면상태와 립도측정 레이자립도분석기와 주사전자현미경으로 나노류황이 담지된 팽윤토표의 립도와 표면상태, 담지된 나노류황립자들의 립도를 측정한다.

### 실험결과 및 고찰

티오류산나트륨용액에 류산을 작용시키면 다음과 같은 화학반응이 일어난다.[1]



반응온도의 영향 류산농도 0.01mol/L, 티오류산나트륨농도 0.03mol/L, 반응시간 3h, 적하속도 50방울/min, 교반속도 1 000r/min의 조건에서 반응온도에 따르는 나노류황의 평균립경변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 반응온도가 높아짐에 따라 나노류황의 평균립경은 커진다. 이것은 반응온도가 높을수록 생성된 립자들의 열운동이 활발해지면서 충돌수가 커져 응집되기때문이다. 따라

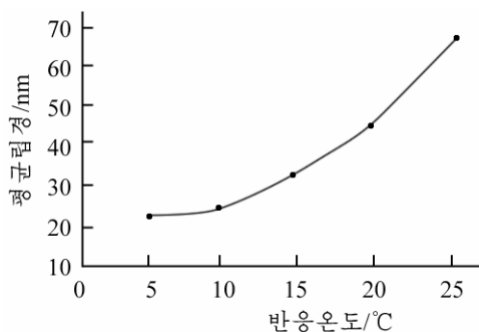


그림 1. 반응온도에 따르는 나노류황의 평균립경변화

서 반응온도는 될수록 낮게 선정하여야 하지만 반응속도를 고려하여 5~10℃로 정하였다.

티오류산나트륨의 영향 류산농도 0.01mol/L, 반응시간 3h, 적하속도 50방울/min, 교반속도 1 000r/min, 반응온도 10℃의 조건에서 티오류산나트륨농도에 따르는 나노류황의 평균립경변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 티오류산나트륨 농도가 0.01~0.03mol/L일 때 나노류황의 평균립경은 20~30nm이며 0.03mol/L이상에서 급격히 증가한다. 이것은 티오류산나트륨농도가 묽을 때 단위시간동안에 생성되는 나노류황립자수가 적으므로 응집이 적게 일어나지만 농도가 짙어지면 단위시간동안에 생성되는 나노류황립자수가 많아져 평운토에 담지되기 전에 응집되기때문이다. 따라서 적합한 티오류산나트륨용액의 농도는 0.01~0.03mol/L이다.

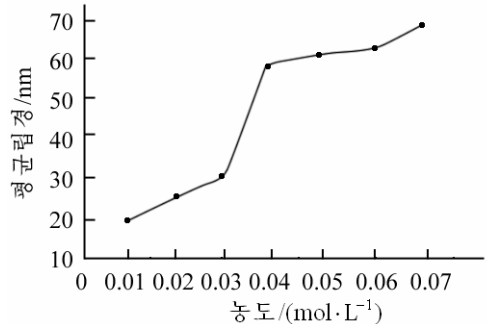


그림 2. 티오류산나트륨농도에 따르는 나노류황의 평균립경변화

류산의 영향 티오류산나트륨농도 0.03mol/L, 반응시간 3h, 적하속도 50방울/min, 교반속도 1 000r/min, 반응온도 10℃의 조건에서 류산농도에 따르는 나노류황의 평균립경변화는 그림 3과 같다.

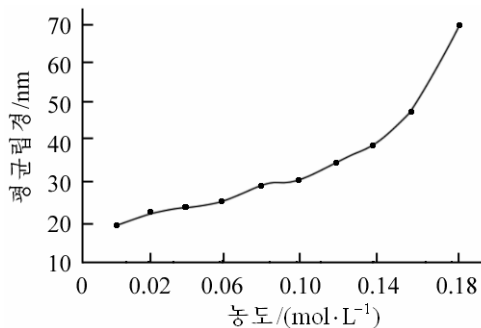


그림 3. 류산농도에 따르는 나노류황의 평균립경변화

그림 3에서 보는바와 같이 류산농도가 0.01~0.10mol/L일 때 나노류황의 평균립경은 20~30nm이며 0.12mol/L이상에서는 급격히 증가한다. 이것은 티오류산나트륨에서와 같이 설명할 수 있다. 이로부터 적합한 류산농도는 0.01~0.10mol/L이다.

적하 및 교반속도의 영향 류산농도 0.01mol/L, 티오류산나트륨농도 0.03mol/L, 반응시간 3h, 반응온도 10℃의 조건에서 적하 및 교반속도에 따르는 나노류황의 평균립경변화는 표와 같다.

표. 적하 및 교반속도에 따르는 나노류황의 평균립경(nm)

적하속도/ (방울 · min <sup>-1</sup> )	교반속도/(r · min <sup>-1</sup> )					
	100	250	500	1 000	1 250	1 500
20	78	64	40	20	20	20
40	89	73	50	25	27	25
60	96	84	65	30	30	31
80	105	92	70	45	46	46
100	120	110	97	58	58	57

표에서 보는바와 같이 적하속도가 느릴수록, 교반속도가 빠를수록 형성된 나노류황의 평균립경이 작아진다. 따라서 합리적인 적하속도는 20~60방울/min, 교반속도는 1 000r/min이다.

반응시간의 영향 류산농도 0.01mol/L, 티오류산나트륨농도 0.03mol/L, 적하속도 50방울/min, 교반속도 1 000r/min, 반응온도 10℃의 조건에서 반응시간에 따르는 나노류황의 거둬

률변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 반응시간이 길어짐에 따라 나노류황의 거둢률은 높아지다가 3h후에는 변화가 없다. 따라서 적합한 반응시간은 3h이다.

나노류황이 담지된 팽윤토의 립도와 걸면상태 나노류황이 담지된 팽윤토의 립도분포와 SEM 사진은 그림 5, 6과 같다.

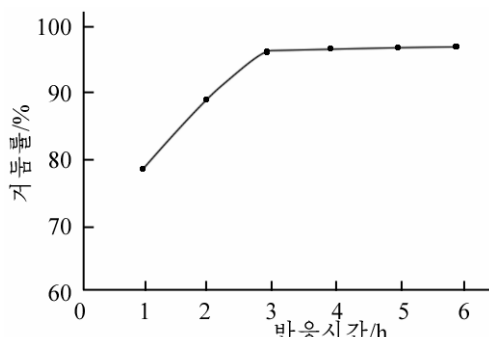


그림 4. 반응시간에 따르는 나노류황의 거둢률변화

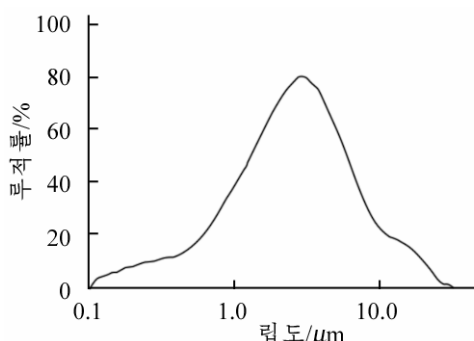
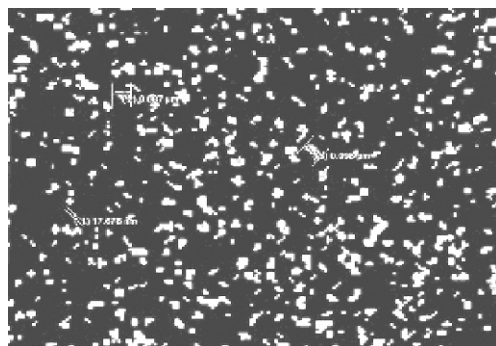
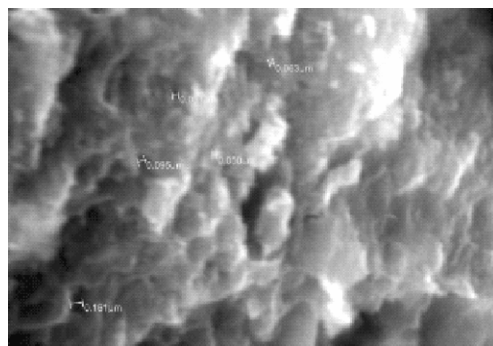


그림 5. 나노류황이 담지된 팽윤토의 립도분포곡선



가)



나)

그림 6. 팽윤토의 SEM사진  
가) 팽윤토, 나) 나노류황이 담지된 팽윤토

그림 5에서 보는바와 같이 나노류황이 담지된 팽윤토의 립도는 0.1~20μm이다.

그림 6의 가)에서 보는바와 같이 팽윤토의 표면에는 미세한 굴곡이 많으며 크기가 81~160nm인 기공이 존재하므로 나노류황이 여기에 많이 담지될수 있다. 그림 6의 나)에서 보는바와 같이 류황립자가 팽윤토표면에 골고루 분포되어 표면을 완전히 덮지 않고 일정한 간격을 두고 담지된 상태이다. 팽윤토표면에는  $D_{50} \approx 38\text{nm}$ 인 류황립자들이 부착되어있으며 큰 립자들은 용액속에 있던 1차립자들이 건조과정에 응집되어 생긴것이라고 볼수 있다.

## 맺는 말

나노류황의 합성과 팽윤토에 나노류황을 담지시키기 위한 합리적인 조건은 반응온도 10℃, 티오류산나트륨농도 0.03mol/L, 류산농도 0.01mol/L, 적하속도 20방울/min, 교반속도 1 000r/min이다. 팽윤토에서 담지된 나노류황립자들은 팽윤토걸면을 완전히 덮지 않고 일정한 간격을 두고 부착되어있는데 립자크기는 20~90nm( $D_{50} \approx 38\text{nm}$ )이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 박종근 등; 화학반응식찾아보기, 공업출판사, 350~380, 1978.
- [2] G. C. Rajib et al.; J. Colloid Interface Sci., **354**, 563, 2011.
- [3] Y. Xiao et al.; J. Hazard. Mater., **153**, 3, 1193, 2008.

주제106(2017)년 10월 5일 원고접수

### **Carrying of Nano Sulfur on Surface of Bentonite by Reaction Deposition Method**

*Son Yong Chol, Pong Chol Ung and Pak Kyu Hoe*

We considered the suitable reaction conditions for the formation of nano sulfur with reactant of sodium thiosulphate and sulfuric acid, carrying condition on the particle surface of bentonite, and also surface condition carried nano sulfur and size of one.

The characteristics of the obtained sulfur nanoparticles were studied using scanning electron microscopy.

The average diameter of the prepared nanoparticles was about 38nm.

Key words: sulfur nanoparticle, bentonite, method of reaction deposition