

은 이온 담지를 위한 나노 Zirconium Phosphate의 합성 On the Synthesis of Nano-Zirconium Phosphate for doping Ag ions

요업기술원 나노세라믹센터 최현규*, 오경식, 정영근
한양대학교 재료공학과 김영도

1. 서 론

0.2~80 μ m 크기의 원핵 생물인 세균은 적절한 환경이 주어지면 기하급수적으로 증가하여 여러 가지 질병의 원인이 된다. Ag, Au, Pt, Cu, Zn 등의 전이 금속계 이온들은 항균효과를 가진 것으로 여러 연구 발표에서 확인된 바 있는데, 이와 같은 무기계 항균제들은 기존의 화학물질 항균제와는 달리 내성을 촉진할 우려가 적다는 점에서 관심을 끌고 있다.

Zirconium Phosphate($Zr(HPO_4)_2 \cdot H_2O$)는 은을 담지하여 항균소자로의 응용이 기대되는 재료이다. 항균 특성은 은 이온의 방출량과 직접적인 관계가 있으므로 이를 극대화하기 위해서는 담지체인 인산 지르코늄의 미립화가 필수적이며 또한 이는 복합화 하였을 때 투명성에도 기여할 수 있다. 이에 본 연구에서는 수용액법을 이용하여 은 이온을 담지 할 수 있는 최적의 결정 인산 지르코늄을 합성하고 여러 실험조건이 합성분말의 Size에 미치는 영향을 분석하였다. 또한 인산 지르코늄의 결정성과 수율의 극대화, 그리고 단시간에 인산 지르코늄을 합성하기 위해 여러 가지 공정 변수를 고찰하였다.

2. 실험방법

인산 지르코늄, $Zr(HPO_4)_2 \cdot H_2O$ 분말의 합성을 위해 Zirconium oxychloride ($ZrCl_2O \cdot 8H_2O$)와 Phosphoric acid(H_3PO_4)를 출발물질로 하는 침전법을 이용하였다. 초기 P/Zr의 몰비율 2.0~4.0에서 변화시켰으며 Zirconium oxychloride를 강산인 Hydrochloric acid(HCl)에 80 $^{\circ}$ C 온도에서 용해하였다. 용해가 완료된 용액을 상온에서 정밀 교반기를 이용하여 교반하는 상태에서 1.25M H_3PO_4 를 혼합하였다. 혼합 시에는 교반속도를 500~1000rpm범위에서 조절하였으며 혼합된 용액은 상온을 유지하면서 최대 6시간 동안 숙성하였다. 반응 결과로 생성된 침전물은 삼압여과기를 이용해 분리하였으며, Cl⁻이온을 제거하기 위하여 0.3M H_3PO_4 로 세척을 실시하였다. 이후에는 증류수로 충분히 세척을 반복하여 세척액의 pH가 2.5이상이 되도록 하였다. 분리 및 세척된 침전물은 전기 오븐에서 50 $^{\circ}$ C로 약 48시간 동안 건조하였으며 건조한 분말은 유발을 이용하여 분쇄하였다.

3. 결과 및 고찰

출발원료인 Zirconium oxychloride($ZrCl_2O \cdot 8H_2O$), Phosphoric acid(H_3PO_4) 및 Hydrochloric acid(HCl)로 하여 기계적인 가공이 없이도 약 20~30nm 크기의 입자 및 분산성이 우수한 결정 인산 지르코늄을 제조 할 수 있었으며, 또한 합성시간의 단축과 수율이 높은 인산 지르코늄을 합성할 수 있었다. 항균 특성 및 항균소자의 최적화에 관련이 되는 결정 인산 지르코늄분말의 미립화를 위한 중요한 공정변수는 합성 시 교반속도가 가장 중요한 변수로 파악되었다. 또한 수용액의 pH 및 건조온도 또한 변수임으로 파악되었다.

차후 은 이온을 인산 지르코늄 결정성 구조 내로 안정하게 결합시키고 불순물 및 잔류염을 제거하기 위한 적절한 열처리온도를 파악하고 적합한 은 이온의 치환 비율 및 은 이온의 변색을 막기 위한 실험이 계속되어 최적의 은 이온이 담지된 나노 인산 지르코늄 분말의 제조를 위한 실험이 이루어져야 할 것으로 생각된다.