

## GO-SG/AN-St계구형복합체의 합성

현송림, 강현일

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자, 기술자들은 과학연구사업을 더욱 힘있게 벌려 나라의 과학기술수준을 한계단 더 높이며 인민경제를 빨리 발전시키는데 적극 이바지하여야 하겠습니까.》(《김일성전집》 제 77권 261페이지)

무기흡착제와 유기흡착제의 우점들을 모두 가지고있는 무기-유기복합흡착제의 합성과 관련한 연구[1-3]가 많이 진행되고있지만 그것의 모체로 되는 무기-유기복합체를 합성하는데 산화그라펜(GO)을 적용한 연구자료는 발표된것이 없다.

우리는 새로운 무기-유기복합흡착제를 개발하기 위한 기초연구로서 그것의 모체로 리용할수 있는 산화그라펜-실리카겔/아크릴로니트릴-스티롤(GO-SG/AN-St)계 구형복합체를 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

시약으로는 GO용액(2mg/mL), 물유리, 1mol/L 류산,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , St, AN, 디비닐벤졸, 벤졸, 젤라틴, 과산화벤조일, 메틸알콜을, 기구로는 자석교반기, 환류랭각기가 달린 반응기, 온도 및 교반속도조절기를 리용하였다.

구형복합체의 합성 반응기에 2mL의 물유리용액(밀도 1.15g/mL,  $\text{SiO}_2$  6.52%)과 일정한 량의 증류수를 넣고 1mol/L 류산으로 중화시킨 다음 물유리용액과의 체적비가 2:3인 GO용액(2mg/mL)과 0.13g의  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  을 첨가하고 방온도에서 10min동안 500r/min의 속도로 교반하였다. 그리고 반응계에 AN과 St, 벤졸의 체적비가 2:1:3인 혼합용액 30mL와 디비닐벤졸 1mL, 과산화벤조일 0.15g, 0.5% 젤라틴용액 15mL를 넣고 400r/min의 속도로 교반하면서 일정한 온도 및 시간조건에서 공중합반응을 진행시켰다. 반응이 끝난 후 생성물을 분리하여 메틸알콜로 세척하고 건조시켰다.

특성량결정 생성물의 거둬들임(%)은 다음식으로 계산하였다.

$$\text{거둬들임} = \frac{m}{m_1 + m_2} \times 100$$

여기서  $m_1$  은 물유리속의  $\text{SiO}_2$ 질량,  $m_2$  는 단량체들(AN, St)과 디비닐벤졸의 질량의 합,  $m$ 은 생성물의 질량이다.

얻어진 생성물로부터 립도가 0.1~1.25mm인 구형복합체를 분리하고 그것의 평균립도(mm)를 다음식으로 결정하였다.

$$\text{평균립도} = \frac{\sum_{i=1}^n m_i d_i}{\sum_{i=1}^n m_i}$$

여기서  $m_i$  는  $i$ 번째 립도구간에 놓이는 구형복합체의 질량(g),  $d_i$  는  $i$ 번째 립도구간의 중심에 해당하는 립도(mm),  $n$ 은 립도구간의 개수이다.

구형복합체의 조성분석 구형복합체의 조성은 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)로 분석하였다.

## 실험결과 및 고찰

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 1과 같다.

그림 1로부터 반응시간이 3h이상일 때에는 생성물의 거둢률이 일정해진다는것을 알 수 있다. 그러므로 구형복합체합성에 적합한 반응시간은 3h로서 GO를 첨가하지 않은 경우[1]보다 1/2정도 짧다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 2와 같다.

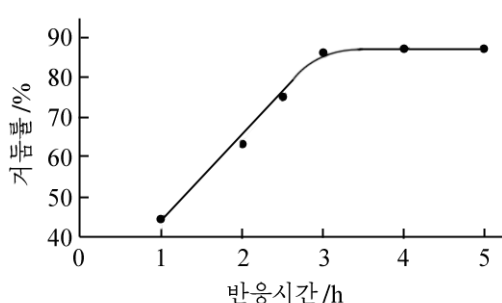


그림 1. 반응시간에 따르는 생성물의 거둢률변화

물상과 유기상의 체적비 1 : 1, 반응온도 70℃

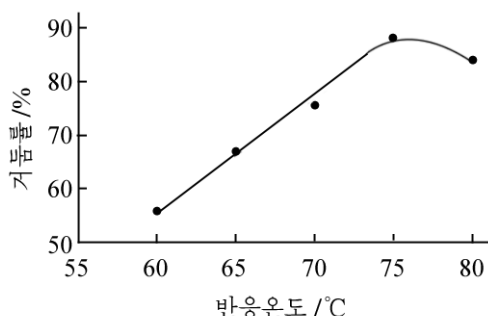


그림 2. 반응온도에 따르는 생성물의 거둢률변화

물상과 유기상의 체적비 1 : 1, 반응시간 3h

그림 2에서 보는바와 같이 75℃까지는 반응온도에 비례하여 생성물의 거둢률이 증가하지만 75℃이상에서는 거둢률이 감소된다. 그것은 75℃이하에서는 중합개시제인 과산화벤조일의 분해속도가 느리며 75℃이상에서는 희석용매인 벤졸이 증발하는 결과로 공중합반응이 충분히 일어나지 못하기때문이라고 본다. 그러므로 구형복합체합성에 적합한 온도는 75℃이다.

물상과 유기상의 체적비의 영향 물상과 유기상의 체적비에 따르는 생성물의 거둢률변화는 그림 3과 같다.

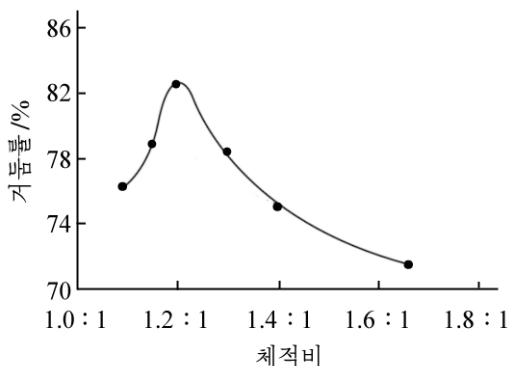


그림 3. 물상과 유기상의 체적비에 따르는 생성물의 거둢률변화

반응온도 75℃, 기타 조건은 그림 2와 같음.

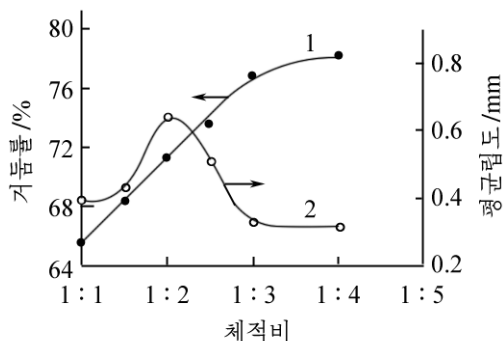


그림 4. 물유리용액과 GO용액의 체적비에 따르는 생성물의 거둢률(1)과 구형복합체의 평균립도(2)변화

반응온도 75℃, 기타 조건은 그림 2와 같음.

그림 3에서 보는바와 같이 생성물의 거름률은 물상과 유기상의 체적비가 1.2:1일 때 최대로 된다.

GO첨가량의 영향 물유리용액과 GO용액의 체적비에 따르는 생성물의 거름률과 구형복합체의 평균립도변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 물유리용액과 GO용액의 체적비가 증가함에 따라 생성물의 거름률은 증가하지만 구형복합체의 평균립도는 체적비가 1:2일 때 0.62mm로서 최대로 된다. 그러므로 구형복합체합성에 적합한 물유리용액과 GO용액의 체적비는 1:2이다.

교반속도의 영향 교반속도와 구형복합체의 립도별함량 및 평균립도사이의 관계는 표와 같다.

표. 교반속도와 구형복합체의 립도별함량 및 평균립도사이의 관계

교반속도 /( $r \cdot \min^{-1}$ )	립도별함량/%			평균립도/mm
	0.1~0.25mm	0.25~0.8mm	0.8~1.25mm	
400	5.2	35.4	59.4	0.62
450	14.5	74.3	11.2	0.41
500	40.2	55.0	4.8	0.31
550	52.3	45.6	2.1	0.26

물유리용액과 GO용액의 체적비 1:2, 반응온도 75°C, 기타 조건은 그림 2와 같음.

표로부터 교반속도가 빠를수록 구형복합체의 평균립도가 작아지며 립도가 0.25~0.8mm인 구형복합체는 교반속도가 450r/min일 때 많이 얻어진다는것을 알수 있다. 그러므로 구형복합체합성에 적합한 교반속도는 450r/min이다.

구형복합체의 조성 몇가지 시료들의 적외선흡수스펙트르는 그림 5와 같다.

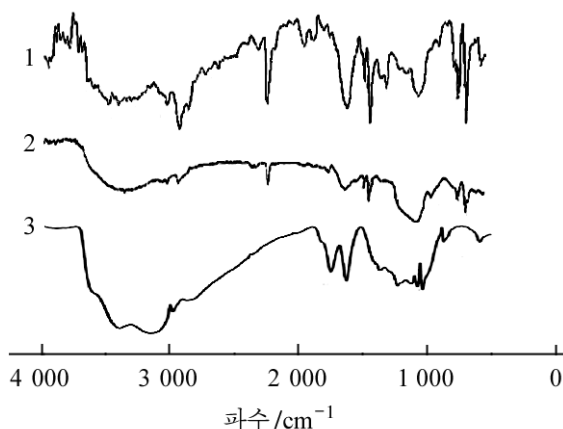


그림 5. 몇가지 시료들의 적외선흡수스펙트르

1-구형복합체, 2-SG/AN-St계공중합체[1], 3-GO

그림 5에서 보는바와 같이 구형복합체에 대한 적외선흡수스펙트르의 1067 $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는 흡수띠와 2240 $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는 흡수띠, 1492 및 1449 $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는 흡수띠는 각각 SG/AN-St계공중합체에서 실라놀기와 시안기, 페닐기에 해당하는 흡수띠와 일치하며 1738 $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는 흡수띠는 GO의 카르복실기에 해당하는 흡수띠와 일치한다. 이로부터 합성된 구형복합체가 GO, SG, AN, St로 구성되었다는것을 알수 있다.

## 맺 는 말

GO-SG/AN-St계구형복합체를 합성하는데 적합한 조건은 물유리용액과 GO용액의 체적비 1:2, 물상과 유기상의 체적비 1.2:1, 교반속도 450r/min, 반응온도 75°C, 반응시간 3h이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 백광일; 원자력, 4, 6, 주체107(2018).
- [2] L. Yang et al.; Chemical Engineering Journal, 306, 77, 2016.
- [3] Dadong Shao et al.; Chemical Engineering Journal, 255, 604, 2014.

주체110(2021)년 1월 5일 원고접수

## Synthesis of GO-SG/AN-St System Spherical Composite

*Hyon Song Rim, Kang Hyon Il*

The suitable conditions for the synthesis of GO-SG/AN-St system spherical composite are as follows: the volume ratio of water glass solution to GO solution is 1 : 2, the volume ratio of aqueous phase to organic phase is 1.2 : 1, the agitating velocity is 450r/min, the reaction temperature is 75°C and the reaction time is 3h.

Keywords: spherical composite, synthesis