

규산졸제조에 미치는 몇가지 인자들의 영향

류우민, 박진혁

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《기초과학부문들을 발전시켜야 나라의 과학기술수준을 빨리 높일수 있고 인민경제 여러 분야에서 나서는 과학기술적문제들을 원만히 풀수 있으며 과학기술을 주체성있게 발전 시켜나갈수 있습니다.》(《김정일선집》 증보판 제10권 485페이지)

일반적으로 졸생산에 가장 많이 리용되고있는 방법은 산첨가법, 전기투석법[1], 이온교환수지법이다. 규산나트륨과 산이 작용할 때 규산나트륨(물유리)은 중화되어 산성졸 또는 염기성졸을 만든다.

우리는 물유리와 염산으로부터 아크릴유락칠감의 첨가제로 리용할수 있는 규산졸을 제조하였다.

실험 방법

교반기가 달린 반응기(5L)에 일정한 농도의 물유리를 넣고 1 000r/min의 속도로 교반하면서 염산을 적하하여 규산졸을 형성시키고 규산졸의 안정성을 측정하였다.

실험결과 및 해석

물유리밀도의 영향 물유리 100mL를 1 000r/min의 속도로 교반하면서 여기에 2% HCl 5mL를 5min동안 적하하고 10min동안 교반(500~700r/min)한 다음 방온도에서 방치할 때 물유리(M 4.6)밀도에 따르는 규산졸형성시간과 졸안정성은 그림 1, 표 1과 같다.

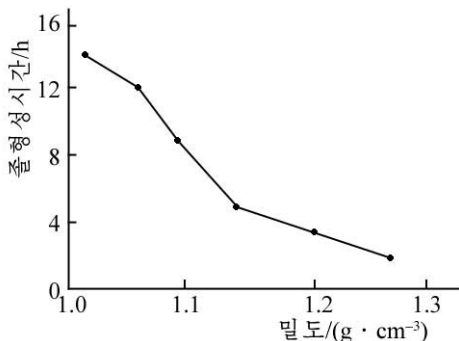


그림 1. 밀도에 따르는 규산졸형성시간

표 1. 밀도에 따르는 졸안정성

| 물유리밀도/(g·cm ⁻³) | 1.01 | 1.07 | 1.10 | 1.15 | 1.20 | 1.25 |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|
| 졸안정성(평균)/d | 8~10 | 7~8 | 5~6 | 4~5 | 2~3 | 1~2 |

그림 1, 표 1에서 보는바와 같이 물유리의 밀도가 커짐에 따라 규산졸형성시간은 짧아지고 졸안정성이 낮아진다. 물유리밀도가 1.3g/cm³이상일 때에는 반응후에 규산졸이 생기지 않는다. 이것은 물유리의 밀도가 커지면 물유리량에 비하여 HCl의량이 적으므로 HCl량이 증가한다고 하여도 졸단계를 거치지 않고 직접 겔로 넘어가면서 졸이 형성되기 힘들다는것을 보여준다.

따라서 우리는 밀도가 1.07g/cm³인 물유리를 원료로 선정하였다.

염산농도의 영향 염산용액의 농도에 따르는 규산졸의 형성시간과 졸안정성은 그림 2, 표 2와 같다.

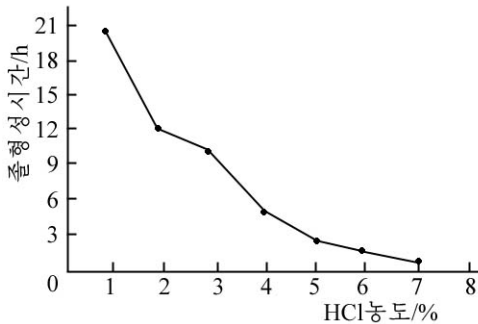


그림 2. HCl용액의 농도에 따르는 규산졸형성시간

| 염산농도/% | 졸안정성/d |
|--------|------------|
| 1 | 8~10 |
| 2 | 7~8 |
| 3 | 4~5 |
| 4 | 1~2 |
| 5 | 2~3h후 겔상태 |
| 6 | 2~3h후 겔상태 |
| 7 | 30min후 침전물 |

그림 2, 표 2에서 보는바와 같이 HCl용액의 농도가 짙어짐에 따라 졸형성시간은 짧아지며 졸안정성은 낮아진다.

1% HCl용액에서는 졸형성시간이 너무 길지만 안정성은 2% HCl용액에서와 비슷하다. 따라서 2% HCl용액을 규산졸형성을 위한 합리적인 농도로 선정하였다.

염산용액의 첨가량의 영향 2% HCl용액의 첨가량에 따르는 규산졸형성시간과 졸안정성은 그림 3, 표 3과 같다.

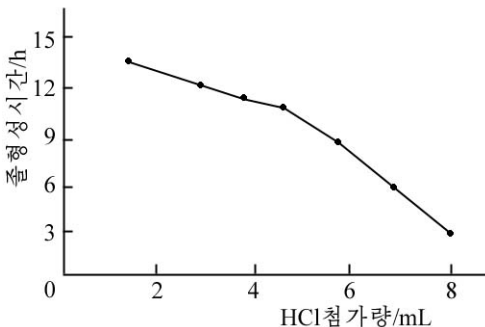


그림 3. 염산의 첨가량에 따르는 규산졸형성시간

| HCl첨가량/mL | 졸안정성/d | 반응액상태 |
|-----------|-------------|--------|
| 2 | 6~7 | 맑음 |
| 3 | 7~8 | 맑음 |
| 4 | 7~9 | 맑음 |
| 5 | 7~9 | 맑음 |
| 6 | 2~3 | 연한 우유빛 |
| 7 | 1~2h후 겔 | 우유빛 |
| 8 | 0.5~1.0h후 겔 | 짙은 우유빛 |

그림 3, 표 3에서 보는바와 같이 2% HCl용액의 첨가량 5mL까지는 규산졸형성시간이 완만하게 감소하고 그 이상에서는 급격히 감소하며 8mL 첨가할 때에는 적하후 30min안에 겔로 넘어간다는것을 알수 있다.

따라서 2% HCl용액을 3~5mL 첨가하는것을 합리적인 조건으로 정하였다.

반응온도의 영향 반응온도에 따르는 규산졸형성시간과 규산졸안정성은 그림 4, 표 4와 같다.

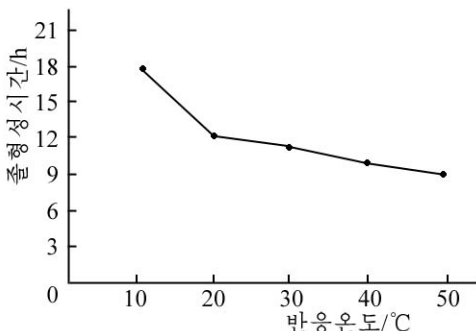


그림 4. 반응온도에 따르는 규산졸형성시간

| 반응온도/°C | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
|---------|-----|-----|-----|-----|----|
| 졸안정성/d | 6~7 | 7~8 | 5~6 | 2~3 | ~1 |

그림 4, 표 4에서 보는바와 같이 반응온도 20℃까지는 규산졸형성시간이 급격히 감소하며 그 이상에서는 졸안정성이 급격히 떨어지는데 50℃에서는 방치후 4h 지나면 겔로 넘어간다. 따라서 합리적인 반응온도를 20℃로 하였다.

염산첨가방식의 영향 2% HCl용액 5mL를 적하할 때와 전량투입할 때 첨가방식에 따르는 규산졸형성시간과 졸안정성은 표 5와 같다.

표 5. 염산첨가방식에 따르는 규산졸형성시간과 졸안정성

| 첨가방식 | 반응액상태 | 졸형성시간/h | 졸안정성 |
|-------|-------|------------|--------|
| 적하법 | 투명액 | 12 | 7~8d |
| 전량투입법 | 뿌연액 | 계는 불안정한 상태 | 18~25h |

정한 규산졸을 얻을수 있다.

교반속도의 영향 교반속도에 따르는 규산졸의 상태는 표 6과 같다.

표 6. 교반속도에 따르는 규산졸의 상태

| 교반속도/(r·min ⁻¹) | 200 | 400 | 600 | 800 | 1 200 |
|-----------------------------|----------|-------------|-----|-----|-------|
| 졸형성시간/h | — | — | 6 | 8 | 12 |
| 반응액상태 | 응집알갱이 침전 | 우유빛 (침전물생성) | 우유빛 | 맑음 | 맑음 |
| 졸안정성/d | — | — | 4h | 3~4 | 7~8 |

표 6에서 보는바와 같이 교반속도 200~400r/min에서는 2% HCl용액을 적하한 후 방치하여 30~60min안에 겔로 넘어간다. 600r/min에서도 반응물의 상태가 뿌연액상태로 된 불안정한 계로 되며 방치하여 4h안에 겔로 넘어간다. 교반속도 1 200r/min으로 보장할 때 졸안정성이 좋은 규산졸을 얻을수 있다.

방치온도의 영향 방치온도에 따르는 규산졸의 안정성은 표 7과 같다.

표 7에서 보는바와 같이 방치온도가 15~20℃일 때 졸의 안정성이 제일 좋다. 즉 졸용액의 방치온도를 15~20℃로 하는것이 좋다.

표 7. 방치온도에 따르는 졸안정성

| 온도/℃ | 10 | 20 | 30 | 40 |
|--------|------|-----|-----|-----|
| 졸안정성/d | 9~10 | 7~8 | 2~3 | 1~2 |

맺는말

밀도가 1.42g/cm³인 물유리(M 4.6)로부터 밀도가 1.07g/cm³인 용액을 만들고 이 용액 100mL에 2% HCl 3mL를 첨가하여 보관안정성이 7~8일인 규산졸을 제조하였다. 이때 염산은 적하방식으로 첨가하였으며 1 200r/min의 교반속도를 보장하였다.

참고문헌

- [1] D. Yiamsawas et al.; Reactive and Functional Polymers, **58**, 876, 2009.

주체105(2016)년 1월 5일 원고접수

Effects of Several Factors on the Production of Silicic Acid Sol

Ryu U Min, Pak Jin Hyok

We made a solution of 1.07g/cm^3 dense from the water glass(M 4.6) of 1.42g/cm^3 dense, adding 2% HCl of 3mL in this solution of 100mL and produced the silicic acid sol having a storage safe period of 7~8 days. At that time, HCl was added by dropping method and the stirring rate was 1 200r/min.

Key words: silicic acid sol, water glass, stability