

## 수지연필심제조용규조토의 스테아린산연-스테아린산 표면처리효과

리귀철, 서일남

우리는 무정형실리카의 하나인 우리 나라에 무진장한 규조토를 리용하여 수지연필심을 제조하기 위한 연구를 하였다.

수지연필심의 질을 개선하기 위한 한가지 방도는 체질제, 결합제, 가소제, 안정제, 용매 등의 기본원료성분들에 탄소그을음, 무정형실리카와 같은 여러가지 첨가체들을 리용하는것이다.[6, 7]

규조토는 현재 가소물공업에서 여러가지 방법으로 표면처리되어 각이한 용도에 리용[1-5]되고있지만 수지연필심의 제조와 관련한 연구결과는 발표된것이 없다.

논문에서는 스테아린산연-스테아린산에 의한 규조토의 표면처리와 그 효과를 수지연필심의 제조와의 관계속에서 고찰하였다.

### 1. 스테아린산연-스테아린산에 의한 규조토의 표면처리

규조토는 표면에 실라놀기가 존재하므로 친수성을 가지며 수지연필심은 흑연, 염화비닐수지, DBP, 유기용매 등의 소수성원료들을 기본성분으로 하여 제조되기에때문에 규조토를 수지연필심원료에 균일하게 분산시키자면 규조토표면을 소수화시켜야 한다.

실험에서는 규조토표면의 소수성처리를 스테아린산연(St-Pb) 및 스테아린산(St)의 용융피복의 방법으로 하였다. 고속교반장치에 평균립경이  $10\mu\text{m}$ 이고 수분이 5%이하인 규조토와 스테아린산연, 스테아린산을 넣고  $130^\circ\text{C}$ 에서 1 600r/min의 교반속도로 각이한 시간동안 회전시키면서 표면처리하였다.

규조토의 류동점은 일정한 량의 규조토에 물을 방울방울 적하하면서 혼합물이 류동성을 나타낼 때 첨가된 물량으로 판정하였다.

스테아린산연과 스테아린산을 각이한 량으로 첨가할 때 교반시간에 따르는 규조토의 물량변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 교반시간이 길어짐에 따라 물량은 증가한다. 또한 스테아린산연의 량을 규조토 100g에 대하여 1g에서 2g으로 증가시키면 류동점은 증가하며 여기에 스테아린산을 1g 더 넣으면 교반시간 30min내에 포화에 도달한다. 규조토의 표면이 스테아린산연과 스테아

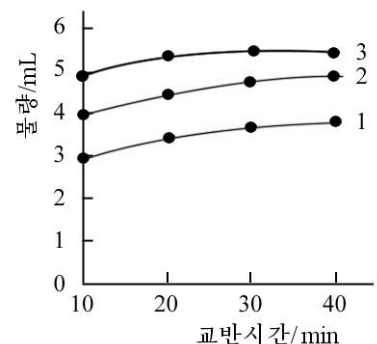


그림 1. 교반시간에 따르는  
규조토의 물량변화

1-1g St-Pb/100g-규조토, 2-2g St-Pb/100g-규조토, 3-(2g St-Pb+1g St)/100g-규조토

린산으로 씌워지면 구조토는 친수성으로부터 소수성으로 변하게 되며 물속에서의 분산성이 작아져 류동성을 잃게 된다. 따라서 류동성을 나타내는데 필요한 물량은 많아져 류동점은 증가한다.

실험결과로부터 구조토 100g에 대하여 스테아린산염 2g과 스테아린산 1g의 비율로 섞어 130°C에서 고속교반시키면 30min동안에 표면처리가 끝난다는것을 알수 있다.

표면처리한 구조토와 표면처리하지 않은 구조토의 적외선흡수스펙트르를 분석한 결과는 그림 2와 같다.

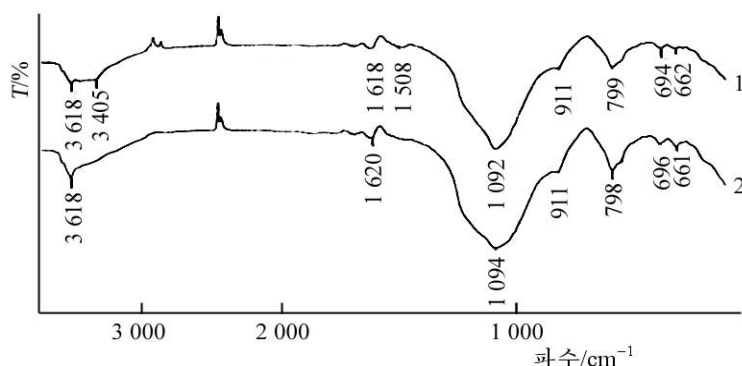


그림 2. 표면처리한 구조토(1)와 표면처리하지 않은 구조토(2)의 적외선흡수스펙트르

그림 2에서 보는바와 같이 표면처리한 구조토에서  $3405\text{cm}^{-1}$ 의 수소결합한 실라놀기( $\text{Si}-\text{OH}$ )에 해당하는 흡수띠가 없어지고  $3618\text{cm}^{-1}$ 의 유리상태의 실라놀기에 해당하는 흡수띠만이 존재한다. 또한  $1092\text{cm}^{-1}$ 의 실록산기( $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ )에 해당하는 흡수띠는 그대로 존재한다.

분석결과는 스테아린산염과 스테아린산으로 표면처리한 구조토가 유리상태의 실라놀기가 일부 존재하는 소수성표면을 가진다는것을 보여준다.

다음으로 각종 분산매질에서 스테아린산염과 스테아린산으로 표면처리한 구조토의 분산특성을 고찰하였다.

각이한 체적비로 혼합한 물-에틸알콜분산매질에 표면처리구조토를 현탁시키고 15h 동안 방치한 후의 침강층의 높이를 측정 한 결과는 표 1과 같다.

표 1. 물-에틸알콜혼합비에 따르는 표면처리한 구조토의 침강층높이변화

물-에틸알콜혼합비 (체적비)	1.0 : 0	0.8 : 0.2	0.5 : 0.5	0.2 : 0.8	0 : 1.0
침강높이/mm	0	64	64	63	45

을 혼합하면 에틸알콜의 함량이 많아짐에 따라 구조토의 분산-침강이 증대되며 침강층의 높이는 낮아진다.

각종 유기분산매에 현탁시킨 표면처리한 구조토의 침강층높이변화는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 침강층의 높이는 극성이 상대적으로 작은 톨루올에서 제일 작다. 이것은 스테아린산염과 스테아린산으로 표면처리한 구조토가 톨루올에 잘 분산되는

표 1에서 보는바와 같이 분산매가 물인 경우 표면처리한 구조토는 물속에 떠서 분산-침강되지 않기때문에 침강층의 높이를 측정할수 없다. 그러나 물에 에틸알콜

소수성표면을 가진다는것을 의미한다.

한편 규조토에 DBP가소제를 첨가하여 반죽하면 표면처리한 규조토는 처리하지 않은 규조토에 비하여 상대적으로 적은 량의 DBP가소제에서도 반죽이 잘되고 반죽물은

점착성과 광택성을 가진다. 그러나 표면처리하지 않은 규조토반죽물은 거칠고 점착성과 광택성이 없다. 이 현상은 DBP가소제에 대한 규조토의 분산성이 차이나는것과 관련된다.

표 2. 각종 유기분산매에서 표면처리한 규조토의 침강층높이변화

분산매	에틸알콜	아세톤	톨루올	케로신
침강높이/mm	45	37	29	52

## 2. 수지연필심의 제조에서 규조토의 표면처리효과

앞에서와 같이 표면처리한 규조토를 수지연필심에 첨가하여 표면처리효과를 검토하였다.

흑연 3.13kg, 염화비닐-초산비닐공중합수지 2.3kg, DBP 0.4kg, 톨루올 1kg, 스테아린산칼시움 6g, 스테아린산 40g, 규조토 80g을 혼합기에서 골고루 혼합하고 그 혼합물을 3본로라가공기에서 100~110℃의 온도조건으로 40min동안 혼련하였다.

다음 혼련물을 125℃에서 10~12MPa의 압력으로 압출하여 봉형태의 성형물을 얻었다.

이 성형봉을 다시 압심기에서 90℃, 8~10MPa의 압력으로 압출하여 수지연필심을 성형하였다.

이 압출성형심들의 표면상태를 광학현미경에서 50배로 확대하여 관찰한 결과는 그림 3과 같다.

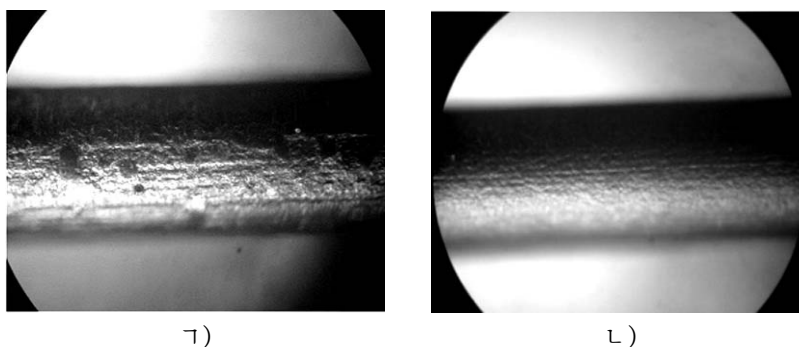


그림 3. 압출성형심들의 표면상태

1) 표면처리하지 않은 규조토첨가심, 2) 표면처리한 규조토첨가심

그림 3에서 보는바와 같이 표면처리하지 않은 규조토를 첨가한 심의 표면은 굽힌 자리, 흠과 같은 외견상의 결함들이 존재하며 매우 거칠다. 그러나 표면처리한 규조토를 첨가한 심의 표면은 우와 같은 결함들이 존재하지 않으며 외견상 매끈하다.

친수성의 표면처리하지 않은 규조토는 소수성의 수지연필심원료속에 잘 분산되지 않고 편석되며 압출과정에 심원료와 압출노즐내부벽사이의 마찰력을 변화시키고 원료의 불안정한 압출류동을 산생시켜 압출심의 표면에 결함(그림 3의 1))을 가져온다고 본다.

다음으로 표면처리한 규조토와 표면처리하지 않은 규조토를 첨가한 심들의 특성을 비교한 결과는 표 3과 같다.

결과들은 1 000℃에서 소성한 심들에 해당한것이며 불량심의 량은 임의로 심을 300g 채취하여 표면에 불량개소가 있는 심들을 선별한것이다.

표 3. 표면처리 및 처리하지 않은 구조토를 첨가한 심들의 비교

시편	강도/MPa	필적의 반사률/%	불량심의 량/%
표면처리하지 않은것	249.45	147	13.6
표면처리한것	254.27	150	0

표 3에서 보는바와 같이 구조토를 스테아린산염과 스테아린산으로 표면처리하면 수지연필심원료에 대한 구조토의 분산성이 좋아져 심표면의 질이 개선되며 생산실수률을 높일수 있다.

### 맺는 말

고속교반의 방법을 리용하여 구조토를 스테아린산염과 스테아린산으로 용융피복시키면 표면이 소수성화된 구조토를 얻을수 있다.

스테아린산염과 스테아린산으로 표면처리된 구조토는 수지연필심원료에 대한 분산성이 좋으며 심표면의 질을 개선한다.

### 참고 문헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 50, 1, 189, 주체93(2004).
- [2] 김일성종합대학학보(자연과학), 58, 8, 105, 주체101(2012).
- [3] 김경환; 일용품공업, 3, 9, 주체89(2000).
- [4] 박형식; 일용품공업, 3, 28, 주체91(2002).
- [5] 현승일; 전력, 5, 24, 주체91(2002).
- [6] 藤曲; WO2004/115686, 2004.
- [7] 藤曲; WO2004/175900, 2004.

주체103(2014)년 5월 5일 원고접수

## The Surface-Treatment Effect of Lead Stearate-Stearic Acid on Diatomite for the Manufacture of Mechanical Pencil Lead

*Ri Kwi Chol, So Il Nam*

We researched the surface-treatment of diatomite by lead stearate-stearic acid and their effects in relation to the manufacture of mechanical pencil lead.

The diatomite of which the surface was treated by lead stearate-stearic acid has been improved the dispersibility on the pencil lead material and the quality of pencil lead surface.

Key words: lead stearate, stearic acid, diatomite, pencil lead