

SiO₂함량이 높은 산성규산졸의 제조

윤준, 김문혁

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구부문에서는 나라의 경제발전과 인민생활향상에서 전망적으로 풀어야 할 문제들과 현실에서 제기되는 과학기술적문제들을 풀고 첨단을 돌파하여 지식경제건설의 지름길을 열어놓아야 합니다.》

규산졸과 물유리는 다같이 SiO₂이 주성분으로 되어있지만 규산졸에서는 나노SiO₂립자의 작용으로 물유리에서 나타날수 없는 여러가지 기능을 가지게 된다.[1, 2] 규산졸은 자외선차폐효과와 내열성, 내마모성이 좋은 막제조의 첨가제, 고순도실리카겔제조의 원료, 정밀주조용점결제, 염색물의 탈색방지제 등 여러 부문에서 리용되고있다. 규산졸에는 산성규산졸과 알칼리성규산졸이 있는데 산성규산졸의 리용범위가 더 넓으며 SiO₂함량이 높을수록 더 좋다.

우리는 우리 나라에 흔한 물유리로 만든 알칼리성규산졸로부터 SiO₂함량이 높은 산성규산졸을 제조하였다.

실험 방법

기구로는 센산성양이온교환수지(《IR-250》), 이온교환수지탑(ϕ 40mm×1.2m), 교반기가 달린 불수강반응기, 밀도계, 전기가열기, 온도계, 마플로, 자기도가니, 분석천평, 항온건조기, 데시케터, 주사식전자현미경(《JSM-6610A》), 레이자립도분석기(《BT-90》)를, 시약으로는 물유리(밀도 1.34g/cm³, 모듈 2.5), 음이온계면활성제(《OP-10》), 종합pH지를 리용하였다.

산성규산졸합성 물유리로 만든 알칼리성규산졸을 삼각플라스크에 넣고 50~60r/min의 속도로 교반하면서 탈이온수를 첨가하여 SiO₂함량이 5% 되게 희석시킨다. 희석과정에 침전물이 생기면 경사려파하여 상등액만을 리용한다. 희석시킨 규산졸을 이온교환수지탑으로 통과시킨다. 용출액을 류분별로 갈라 pH가 2~3인 용출액만을 교반기가 달린 불수강반응기에 넣는다. 여기에 음이온계면활성제를 용출액의 0.1질량% 첨가하고 가압조건에서 가열농축시킨다. 반응물의 체적이 1/10정도일 때 밀도를 측정하면서 해당한 밀도값에 이를 때까지 가열농축시킨다. 해당한 밀도값에 이르면 가열을 중지하고 충분히 식힌 다음 마개달린 통에 넣어 보관한다.

SiO₂함량분석 산성규산졸 2mL를 질량을 알고있는 자기도가니에 넣고 분석천평으로 질량을 측정한다. 자기도가니를 항온건조기(105~110℃)에서 건조시킨 다음 마플로(800~900℃)에서 2h동안 작열한 후 빨리 데시케터에 옮기여 식힌다. 데시케터에서 질량을 측정한다.

SiO₂함량(%)은 다음식으로 계산한다.

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

여기서 m_1 은 작열하기 전 질량, m_2 는 작열한 후 질량, m_3 은 자기도가니의 질량이다.

실험결과 및 해석

용출속도의 영향 이온교환수지탑으로 알카리성 규산졸을 용출시킬 때 용출속도에 따르는 산성 규산졸의 SiO₂ 함량변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 용출속도가 빨라짐에 따라 산성 규산졸의 SiO₂ 함량은 낮아진다. 그러나 용출속도를 너무 뜨게 하면 생산주기가 길어지므로 용출속도를 10mL/min으로 정하였다.

압력의 영향 알카리성 규산졸을 이온교환수지탑으로 통과시킨 다음 pH가 2~3인 용출액을 가열 농축시킬 때 압력에 따르는 산성 규산졸의 SiO₂ 함량변화는 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 압력이 높아짐에 따라 SiO₂ 함량은 높아지다가 0.3MPa 이상에서 변화가 거의 없다. 따라서 압력을 0.3MPa로 정하였다.

가열온도의 영향 가열 온도에 따르는 SiO₂ 함량변화는 그림 3과 같다.

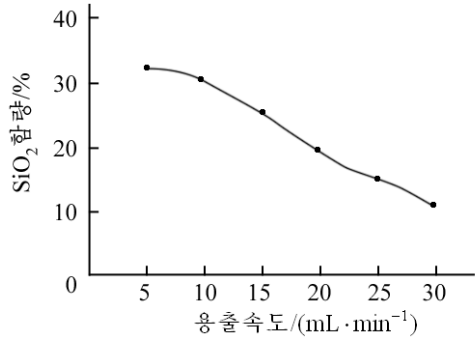


그림 1. 용출속도에 따르는 SiO₂ 함량변화

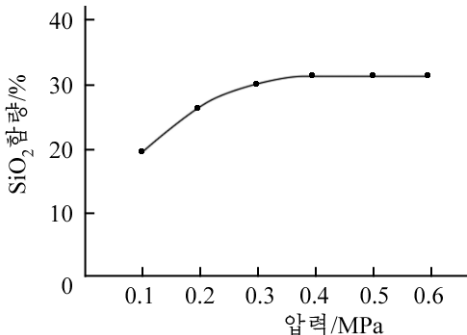


그림 2. 압력에 따르는 SiO₂ 함량변화

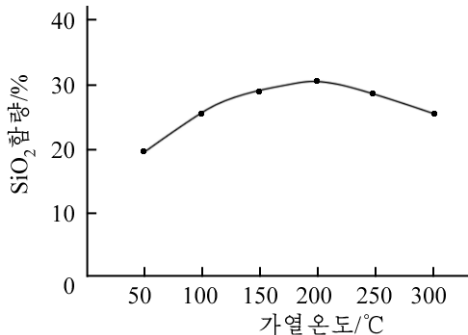


그림 3. 가열 온도에 따르는 SiO₂ 함량변화

그림 3에서 보는바와 같이 가열 온도가 높아짐에 따라 SiO₂ 함량은 증가하다가 200°C에서

최대로 되고 그 이상에서는 감소하였다. 따라서 가열 온도를 200°C로 정하였다.

합성한 산성규산졸과 수입산 산성규산졸의 기술지표는 표와 같다.

표에서 보는바와 같이 우리가 합성한 산성규산졸은 수입산 산성규산졸과 기술지표가 거의 같다.

표. 합성한 산성규산졸과 수입산 산성규산졸의 기술지표

| 지표 | 합성한 산성규산졸 | 수입산 산성규산졸 |
|--------------------------------|-----------|-----------|
| SiO ₂ 함량/질량% | 29~30 | 30~31 |
| Na ₂ O 함량/질량% | 0 | 0 |
| 점도/s ⁻¹ (20°C) | 13~14 | 12~14 |
| 밀도/(g·cm ⁻³)(20°C) | 1.15~1.20 | 1.17~1.21 |
| 보관안정성/d | 180 | 150 |
| pH(20°C) | 2~3 | 2 |

산성규산졸은 5~40℃, 상대습도 50~60%, 그늘지고 서늘한 곳에서 180일이상 안정하였다.

산성규산졸의 SEM사진은 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 산성규산졸에서 구형의 SiO₂립자들이 고르게 분포되어 있다.

레이자립도분석기로 측정한 산성규산졸의 립도분포곡선은 그림 5와 같다.

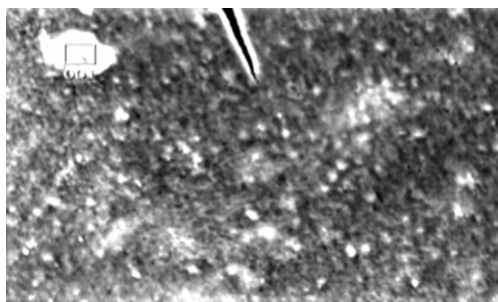


그림 4. 산성규산졸의 SEM사진

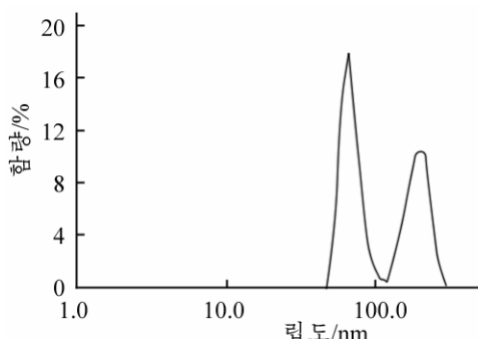


그림 5. 산성규산졸의 립도분포곡선

산성규산졸의 평균립도(D_{50})는 140nm이다.

실험결과로부터 우리가 합성한 산성규산졸의 특성이 수입산 산성규산졸과 거의 같다는 것을 알 수 있다.

맺는 말

알카리성규산졸을 탈이온수로 희석시키고 센산성양이온수지를 리용하여 이온교환시킨 다음 음이온계면활성제로 분산안정화시키고 0.3MPa, 200℃에서 가열농축시켜 분산안정성이 높은 밀도 1.2g/cm³, pH 2, SiO₂함량 30%인 산성규산졸을 제조하였다.

참고 문헌

- [1] 김미경; 화학과 화학공학, 4, 97, 주체102(2013).
- [2] R. Venkateswara et al.; J. Colloid Interface Sci., 300, 279, 2006.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

Manufacture of Acidic Silica Sol with High SiO₂ Content

Yun Jun, Kim Mun Hyok

We diluted alkaline silica sol with deionized water and exchanged ion using strong acidic cation exchange resin. Then we dispersed and stabilized with an anionic surface active agent, heated and concentrated at 200 °C and 0.3MPa, so that manufactured acidic silica sol with 30% of SiO₂ content.

Key words: silica sol, ion exchange