

합성비석－페로시아나화칼리움－질산코발트복합물제조

안철주, 박화철

최근에 ^{137}Cs 에 대한 선택성이 높은 합성비석에 여러가지 이온들을 침적시켜 ^{90}Sr 에 대한 분리성능이 높은 복합흡착제를 널리 개발하고있다.[1]

론문에서는 우리가 이미 합성한 비석을 립상화한 다음 페로시아나화칼리움과 질산코발트를 침적시켜 얻어진 복합흡착제의 조성을 밝혔다.

실험 방법

합성비석분말에 점결제로 물유리(SiO_2 30.4%, Na_2O 8.6%)를 약 20질량% 되게 혼합기에 넣고 잘 섞은 다음 스크류식압출기(노즐직경 3mm)에서 성형하였다. 이것을 2mol/L HCl 용액에서 응고시킨 다음 pH 7이 될 때까지 증류수로 세척하고 200메쉬채로 선별하였다.

립상화한 합성비석에 표 1에서와 같이 각이한 량의 페로시아나화칼리움과 질산코발트를 침적시켰다.

표 1. 침적때 물질의 농도와 체적

복합물번호	비석함량/g	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$		$\text{Co}(\text{NO}_3)_2$	
		$C_1/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$V_1/(\text{mL} \cdot \text{g}^{-1})$	$C_2/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$V_2/(\text{mL} \cdot \text{g}^{-1})$
Г-1	5	0.5	40	0.5	60
Г-2	5	0.75	15	0.75	23
Л-1	10	0.75	20	0.75	40
Л-2	8	0.75	10	0.75	15
Л-3	6	0.75	8	0.75	12
Л-4	3	0.75	5	0.75	8

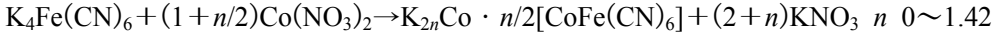
등근밀플라스크에 립상화한 합성비석을 넣고 축축해질 정도로 페로시아나화칼리움용액을 넣어 50℃의 물욕에서 잘 혼합한 다음 30min정도 방치하고 흡인려과하여 물을 제거하였다. 여기에 아세톤에 푼 질산코발트용액을 첨가하였다.

복합물의 콜로이드화를 막기 위하여 질산코발트용액을 충분히 첨가하고 10h동안 50℃의 물욕에서 흔들어주면서 반응시켰다. 이것을 다시 아세톤으로 씻은 다음 110℃, 공기분위기에서 12h동안 건조시켰다. 다음 립상화한 합성비석에 남아있는 미반응페로시아나화칼리움을 증류수로 제거하고 아세톤으로 씻은 다음 110℃에서 12h동안 건조시켰다.

이 과정을 여러번 반복하여 복합물을 제조하였다.

실험결과 및 해석

복합흡착제의 함량 페로시아화칼리움과 질산코발트사이에는 다음과 같은 반응이 일어난다.[2]



편리상 $\text{K}_{2n}\text{Co} \cdot n/2[\text{CoFe}(\text{CN})_6]$ 을 KCoFC로 표시한다.

질산코발트를 물에 풀면 비석에 침적된 페로시아화칼리움의 일부가 물에 용해되어 기공밖에서 질산코발트와 반응하여 기공안에서의 KCoFC의 함량을 감소시킬수 있다. 그러나 페로시아화칼리움은 아세톤에 거의 풀리지 않는다. 따라서 질산코발트를 아세톤에 풀어 실험에 이용하였다.

제조한 복합흡착제를 선행연구[2]와 같은 방법으로 시편을 만들어 원자흡광광도계로 K, Co, Fe를 정량하여 계산한 KCoFC의 경험식과 함량은 표 2와 같다.

표 2. KCoFC의 경험식과 함량

복합물기호	리론값/(g · g ⁻¹)	원소함량/%			경험식	실제값/(g · g ⁻¹)
		K	Co	Fe		
Γ-1	1.396 0	3.20	1.31	3.03	$\text{K}_{3.49}\text{Co}_{2.19}\text{Fe}(\text{CN})_6$	0.092 6
Γ-2	0.785 4	5.89	5.32	6.76	$\text{K}_{1.58}\text{Co}_{1.20}\text{Fe}(\text{CN})_6$	0.488 0
ℒ-1	0.523 6	3.92	4.08	5.01	$\text{K}_{1.37}\text{Co}_{1.16}\text{Fe}(\text{CN})_6$	0.322 0
ℒ-2	0.978 6	5.61	5.72	6.38	$\text{K}_{1.4}\text{Co}_{1.06}\text{Fe}(\text{CN})_6$	0.508 0
ℒ-3	1.490 0	8.21	7.63	9.54	$\text{K}_{1.54}\text{Co}_{1.19}\text{Fe}(\text{CN})_6$	0.876 0
ℒ-4	2.082 0	9.3	10.3	10.4	$\text{K}_{1.29}\text{Co}_{0.96}\text{Fe}(\text{CN})_6$	1.410 0

표 2에서 KCoFC의 리론량은 $C_t^* = 349.08(C+V)/m$ 에 의하여 계산한다. 여기서 C, V는 $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 의 몰농도와 체적이고 349.08은 $\text{K}_2\text{CoFe}(\text{CN})_6$ 의 화학식량이며 m은 비석의 질량이다.

표 2에서 보는바와 같이 복합물 Γ-1의 제조에서 KCoFC의 실제값 0.092 6은 리론값 1.396 0보다 매우 작지만 페로시아화칼리움의 농도를 증가(Γ-2)시켰을 때에는 그 차이가 줄어든다. ℒ-1~ℒ-4는 비석에 두 시약을 각각 침적시킨 다음 다시 두가지 시약의 침적을 반복하여 제조한것이다.

복합물의 비겉면적 BET장치로 측정한 복합물들의 비겉면적은 표 3과 같다.

표 3에서 보는바와 같이 페로시아화칼리움과 질산코발트량이 많아짐에 따라 비겉면적이 작아진다.

표 3. 복합물의 비겉면적

복합물기호	함량/(g · g ⁻¹)	비겉면적/(m ² · g ⁻¹)
	0	477.6
Γ-1	0.092 6	423.6
Γ-2	0.488 0	401.4
ℒ-1	0.322 0	412.0
ℒ-2	0.508 0	389.7
ℒ-3	0.876 0	367.1
ℒ-4	1.410 0	326.8

맺는말

점결제로 20%의 물유리를 첨가하여 분말상태의 합성비석을 립상화하고 페로시아나화칼리움과 질산코발트를 침적시켜 1.4g의 KCoFC가 포함된 페로시아나화복합물을 합성하였다.

참고문헌

[1] A. Nichi et al.; Radiation Physics and Chemistry, **68**, 837, 2003.

[2] A. Mardan et al.; Separation and Purification Technology, **16**, 147, 1999.

주체103(2014)년 12월 5일 원고접수

**Preparation of Synthetic Zeolite-Potassium Ferrocyanide-
-Cobalt Nitrate Composite**

An Chol Ju, Pak Hwa Chol

We have made the powder synthetic zeolite granulation by adding the 20% water glass as agglomerant and synthesized the ferrocyanide composite with 1.4g of KCoFC by depositing the potassium ferrocyanide and cobalt nitrate.

Key word: synthetic zeolite