

## D2EHPA-St-DVB계추출수지의 합성

김성광, 임정길, 오윤화

희유금속과 희토류금속, 방사성동위원소의 분리에는 각이한 모양의 고체추출제[1-3]가 이용되고있다. 그러나 이온교환수지와 모양이 유사한 추출수지의 합성에 대한 구체적인 연구자료는 발표된것이 없다.

우리는 스티롤(St)과 디비닐벤졸(DVB)의 현탁공중합반응계에 린산디(2-에틸헥실)에스테르(D2EHPA)를 첨가하여 구형인 D2EHPA-St-DVB계추출수지를 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

시약으로는 D2EHPA(공업순)와 St(98%), DVB(공업순), 과산화벤조일(화학순), 가용성농마(화학순)를 이용하였다.

D2EHPA-St-DVB계추출수지의 합성 D2EHPA-St-DVB계추출수지는 역류랭각기와 폐쇄기, 교반기가 설치된 3구플라스크와 항온조로 구성된 장치에서 다음의 방법으로 합성하였다. 먼저 공중합용액(St와 DVB의 혼합용액)을 제조한 다음 체적비가 7 : 1인 물상(0.6% 가용성농마용액)과 유기상(D2EHPA : 공중합용액=4 : 6인 혼합용액)을 3구플라스크에 넣고 여기에 과산화벤조일을 30mg 첨가하였다. 이 용액을 25℃에서 30min동안 250r/min의 속도로 교반하여 유기상을 충분히 현탁시킨 다음 80℃에서 5h동안 같은 속도로 교반하면서 공중합반응을 진행시키고 계속하여 90℃에서 1h동안 같은 속도로 교반하면서 합성된 추출수지를 숙성시켰다. 3구플라스크를 방온도까지 랭각시키고 얻어진 추출수지를 경사법으로 분리하여 증류수로 세척한 다음 건조시켰다.

특성량들의 결정 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거둬들(%)은 유기상질량에 대한 추출수지질량의 백분율로 결정하였다.

D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도(mm)는 다음식으로 결정하였다.

$$\bar{d} = \sum_{i=1}^n m_i d_i / \sum_{i=1}^n m_i$$

여기서  $m_i$ 와  $d_i$ 는 각각  $i$ 번째 립도구간에 놓이는 추출수지의 질량(g)과 평균립도(mm)이다.

IR투과스펙트르 및 열질량분석 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 IR투과스펙트르분석은 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)로, 열질량분석은 열질량분석기(《TGA-50H》)로 하였다.

### 실험결과 및 고찰

#### 1) D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거둬들에 미치는 인자들의 영향

DVB농도의 영향 공중합용액에서 DVB의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거둬들변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거둬들은 공중합용액에서 DVB의 농도가 증가함에 따라 초기에는 높아지지만 12%이상일 때에는 거의나 일정하다.

그러므로 공중합용액에서 DVB의 적합한 농도는 12%이다.

D2EHPA농도의 영향 유기상에서 D2EHPA의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률변화는 그림 2와 같다.

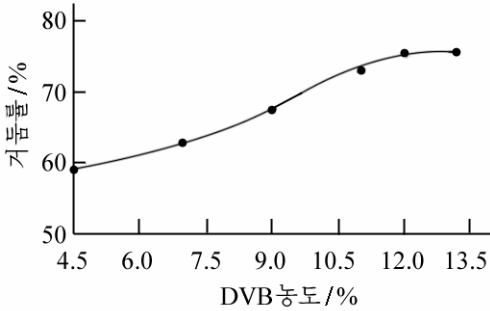


그림 1. 공중합용액에서 DVB의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률변화

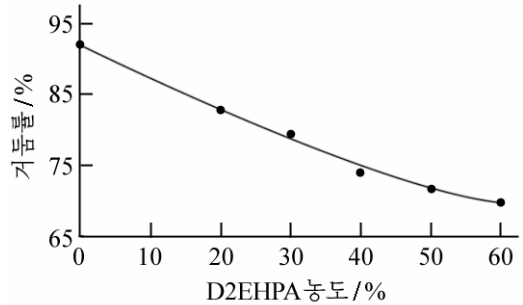


그림 2. 유기상에서 D2EHPA의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률변화

그림 2에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률은 유기상에서 D2EHPA의 농도가 증가함에 따라 거의나 선형적으로 감소한다. 그러므로 D2EHPA의 적합한 농도는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률과 추출성능을 함께 고려하여 결정하여야 한다고 본다.

현탁공중합반응온도의 영향 현탁공중합반응온도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률은 현탁공중합반응온도가 높아짐에 따라 초기에는 선형적으로 증가하지만 80°C 이상에서는 75%로서 거의나 일정하다. 그러므로 현탁공중합반응에 적합한 온도는 80°C이다.

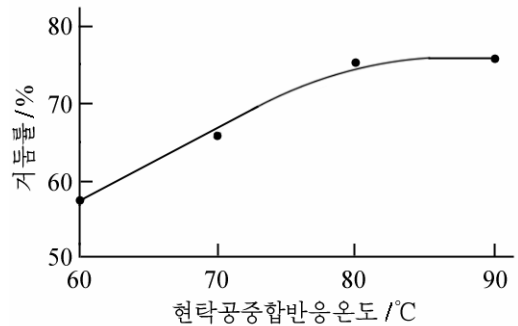


그림 3. 현탁공중합반응온도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 거름률변화

## 2) D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도에 미치는 인자들의 영향

교반속도의 영향 교반속도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도는 교반속도가 증가함에 따라 초기에는 선형적으로 감소하지만 250r/min 이상일 때에는 거의나 일정하다. 그러므로 D2EHPA-St-DVB계추출수지합성에 적합한 교반속도는 250r/min이다.

가용성농마농도의 영향 물상에서 가용성농마의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화는 그림 5와 같다.

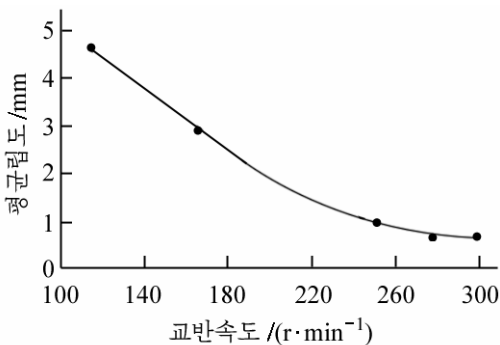


그림 4. 교반속도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화

그림 5에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도는 물상에서 가용성농마의 농도가 증가함에 따라 초기에는 급격히 감소하지만 0.7%이상일 때에는 거의나 일정하다. 그러므로 물상에서 가용성농마의 적합한 농도는 0.7%이다.

물상과 유기상의 체적비의 영향 물상과 유기상의 체적비에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화는 그림 6과 같다.

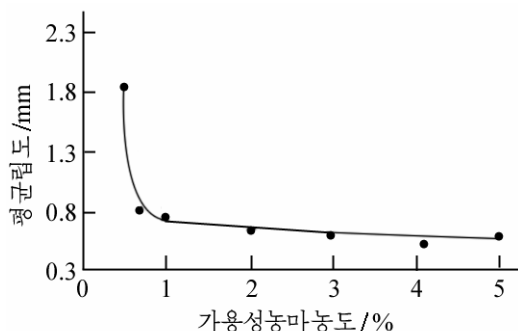


그림 5. 물상에서 가용성농마의 농도에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화

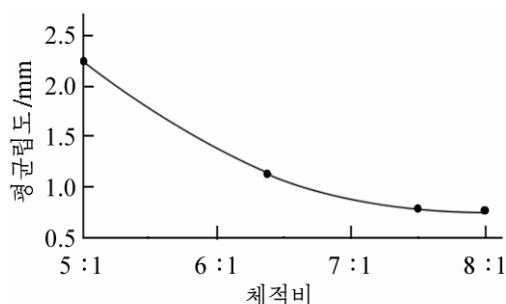


그림 6. 물상과 유기상의 체적비에 따르는 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도변화

그림 6에서 보는바와 같이 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 평균립도는 물상과 유기상의 체적비가 증가함에 따라 초기에는 점차적으로 감소하지만 7.5 : 1이상일 때에는 0.8mm로서 거의나 일정하다. 그러므로 D2EHPA-St-DVB계추출수지합성에 적합한 물상과 유기상의 체적비는 7.5 : 1이다.

### 3) D2EHPA-St-DVB계추출수지에서 D2EHPA의 존재상태

D2EHPA-St-DVB계추출수지의 IR투과스펙트르는 그림 7과 같다.

그림 7에서 보는바와 같이 P=O결합에 의한 투과봉우리( $1\,027\text{cm}^{-1}$ )와 P-OH결합에 의한 투과봉우리( $1\,232\text{cm}^{-1}$ )가 나타나는데 이로부터 D2EHPA가 추출수지에 포함되어있다는것을 알수 있다.

D2EHPA-St-DVB계추출수지의 TGA곡선은 그림 8과 같다.

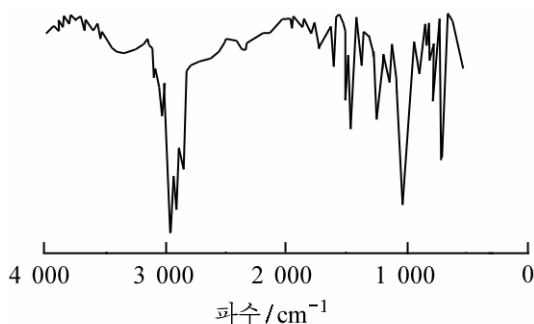


그림 7. D2EHPA-St-DVB계추출수지의 IR투과스펙트르

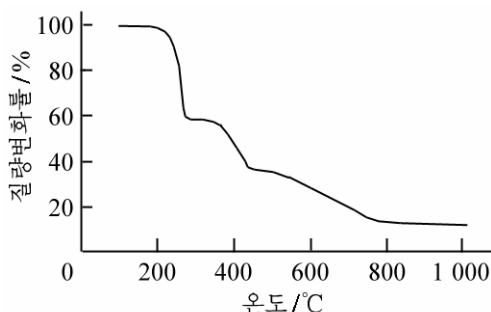


그림 8. D2EHPA-St-DVB계추출수지의 TGA곡선

그림 8에서 보는바와 같이 온도가 증가함에 따라 D2EHPA-St-DVB계추출수지의 성분들 가운데서 D2EHPA가 먼저 제거된다. 이로부터 D2EHPA는 추출수지에 합침된 상태로 존재한다는것을 알수 있다.

## 맺 는 말

- 1) 현탁공중합법에 의한 D2EHPA-St-DVB계 추출수지의 합성에 미치는 몇가지 인자들의 영향을 고찰하였다.
- 2) 공중합용액에서 DVB의 농도가 12%이고 유기상에서 D2EHPA의 농도가 40%이며 현탁공중합반응온도가 80℃일 때 D2EHPA-St-DVB계 추출수지의 거름률은 75%이다.
- 3) 교반속도가 250r/min이고 물상에서 가용성농마의 농도가 0.7%이며 물상과 유기상의 체적비가 7.5 : 1일 때 D2EHPA-St-DVB계 추출수지의 평균립도는 0.8mm이다.
- 4) D2EHPA-St-DVB계 추출수지에서 D2EHPA는 함침된 상태로 존재한다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김철호; 원자력, 4, 13, 주체97(2008).
- [2] 김대연; 원자력, 1, 7, 1996.
- [3] V. Korovinef et al.; Reactive & Functional Polymers, 40, 107, 1999.

주체109(2020)년 1월 5일 원고접수

## Synthesis of D2EHPA-St-DVB System Extraction Resin

*Kim Song Gwang, Im Jong Gil and O Yun Hak*

We considered the influences of some factors on the synthesis of D2EHPA-St-DVB system extraction resin.

In this extraction resin, D2EHPA exists in the impregnated state.

Keywords: extraction, synthesis