

## 테트라에톡시실란에 기초한 SG/AN-St계구형복합체의 합성

방현초, 전순진

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학자, 기술자들은 우리의 원료와 선진과학기술에 의거하여 다른 나라 제품들보다 값이 낮으면서도 질이 담보되는 여러가지 용도의 제품들을 더 많이 연구개발하여야 합니다.》

우라니움을 비롯한 방사성물질의 분리에 널리 쓰이는 무기흡착제와 유기흡착제의 우점을 결합시켜 흡착속도가 빠르고 기계적세기가 크며 선택성과 화학적 및 방사선안정성이 높은 복합흡착제를 개발하기 위한 연구[3-5]가 많이 진행되고있으나 실리카겔/아미독심(SG/AO)계복합흡착제의 합성에 대한 연구자료는 적다.

우리는 테트라에톡시실란(TEOS)과 아크릴로니트릴(AN), 스티롤(St)의 혼합용액속에서 TEOS의 물작용분해반응과 단량체들(AN과 St)의 공중합반응을 동시에 진행시키는 방법으로 SG/AO계복합흡착제의 모체로 리용할수 있는 SG/AN-St계구형복합체를 합성하기 위한 연구를 하였다.

### 실험 방법

시약으로는 화학순의 TEOS와 AN, St, 디비닐벤졸, 과산화벤조일, 젤라틴, 메틸알콜을 리용하였다.

구형복합체의 합성 자동온도 및 교반속도조절기와 폐쇄기, 랭각기가 설치된 3구플라스크에 0.3% 젤라틴수용액을 200mL 넣고 이어서 AN과 St의 혼합액(체적비 1.5 : 1) 100mL에 2mL의 디비닐벤졸과 0.5g의 과산화벤조일을 첨가하여 조제한 유기용액[1]을 넣은 다음 일정한 량의 TEOS를 넣었다. 그리고 150r/min의 속도로 교반하면서 70°C에서 일정한 시간 동안 반응시키고 계속하여 90°C에서 1h동안 반응계를 유지하여 구형복합체를 합성하였다. 얻어진 구형복합체를 메틸알콜로 세척하고 진공건조시켰다.

특성량들의 결정 구형복합체의 겔보기거듭률은 다음과 같이 결정하였다. 먼저 구형복합체를 합성할 때와 같은 량의 TEOS를 충분히 물작용분해시키고[2] 얻어진 실리카겔의 질량( $M_1$ )을 결정하였다. 다음 우와 같은 반응조건에서 구형복합체를 합성할 때와 같은 량의 유기용액으로부터 얻어진 AN-St계공중합체의 질량( $M_2$ )과 합성된 구형복합체의 질량( $M_s$ )을 결정하고 다음식에 따라 겔보기거듭률( $G/\%$ )을 계산하였다.

$$G = \frac{M_s}{M_1 + M_2} \times 100$$

구형복합체의 평균립도(mm)는 다음식으로 결정하였다.

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

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

조성 및 결정구조분석 합성된 구형복합체의 조성은 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》)로, 결정구조는 X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》)로 분석하였다.

## 실험결과 및 고찰

### 1) 구형복합체의 겔보기거동률과 평균립도에 미치는 인자들의 영향

반응시간의 영향 반응시간에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 구형복합체의 겔보기거동률은 반응시간이 증가함에 따라 초기에는 선형적으로 증가하지만 2.5h이상일 때에는 거의나 일정하다. 그러므로 구형복합체의 합성에 적합한 반응시간은 3h이다.

TEOS와 AN의 체적비의 영향 TEOS와 AN의 체적비에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률변화는 그림 2와 같다.

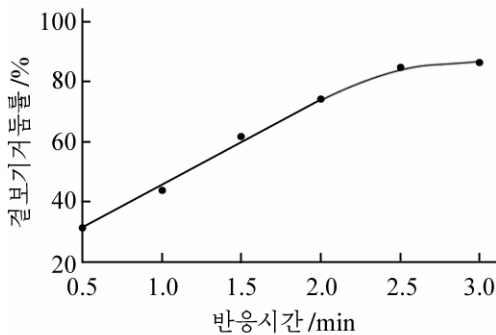


그림 1. 반응시간에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률변화  
TEOS : AN(체적비)=0.5 : 1

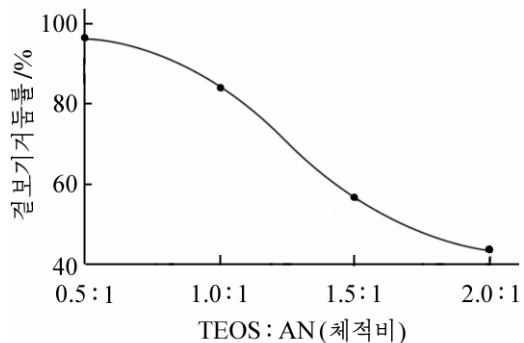


그림 2. TEOS와 AN의 체적비에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률변화  
반응시간 3h

그림 2에서 보는바와 같이 구형복합체의 겔보기거동률은 TEOS와 AN의 체적비가 0.5 : 1일 때 96%로서 최대가 되며 체적비가 증가함에 따라 감소한다. 그것은 파인으로 생성된 실리카졸립자들이 유기상과 분리되기때문이다. 그러므로 구형복합체합성에 적합한 TEOS와 AN의 체적비는 0.5 : 1이다.

교반속도의 영향 교반속도에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률과 평균립도의 변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 구형복합체의 겔보기거동률은 100~200r/min의 범위에서 교반속도의 영향을 거의나 받지 않지만 평균립도는 교반속도가 증가함에 따라 감소한다. 그러므로 적합한 교반속도는 구형복합체에 기능단을 도입하여 복합흡착제로 완성하는 단계에서의 립도변화를 고려하여 설정하여야 한다고 본다.

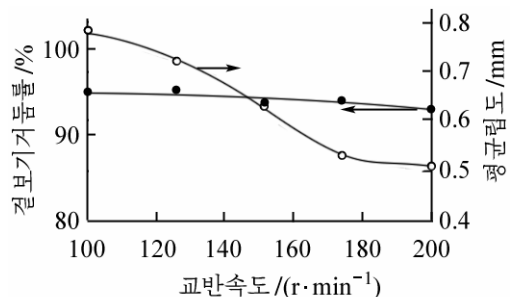


그림 3. 교반속도에 따르는 구형복합체의 겔보기거동률과 평균립도의 변화  
TEOS : AN(체적비)=0.5 : 1, 반응시간 3h

### 2) 구형복합체의 조성과 결정구조

구형복합체의 조성 몇가지 물질의 IR투과스펙트르는 그림 4와 같다.

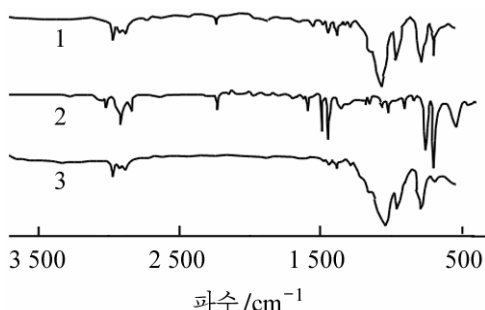


그림 4. 몇 가지 물질의 IR투과스펙트르  
1-구형복합체, 2-AN-St계공중합체,  
3-실리카겔

이로부터 합성된 구형복합체는 실리카겔과 AN, St로 구성되어 있다는 것을 알 수 있다.

구형복합체에서 실리카겔의 결정구조 SG/AN-St계구형복합체의 XRD도형은 그림 5와 같다.

그림 5에 기초하여 SG/AN-St계구형복합체에서 실리카겔의 결정구조를 해석한 데 의하면 55.5%가 단사정제로, 44.5%가 정방정제로 존재한다.

그림 4의 곡선 1에서 보는바와 같이 구형복합체의 IR투과스펙트르에서 니트릴기에 의한 투과파( $\nu_{C\equiv N} = 2238\text{cm}^{-1}$ )와 비닐기에 의한 투과파( $\nu_{CH=CH_2} = 761\text{cm}^{-1}$ ), 벤졸고리와 결합된 비닐기에 의한 투과파( $\nu_{CH=CH_2} = 2939\sim 3028\text{cm}^{-1}$ )가 나타나는데 그것들은 AN-St계공중합체(그림 4의 곡선 2)에서와 일치한다. 구형복합체의 IR투과스펙트르에서는 또한  $1048\text{cm}^{-1}$ 에서 투과파가 나타나는데 그것은 실리카겔에서 O-Si-O결합의 비대칭신축진동에 의한 투과파(그림 4의 곡선 3)와 일치한다.

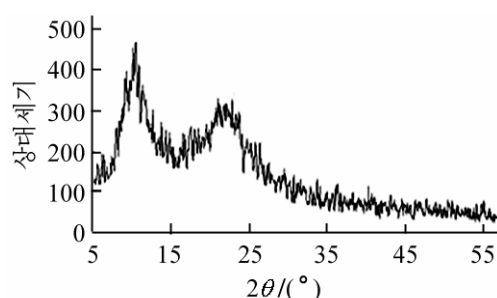


그림 5. SG/AN-St계구형복합체의 XRD도형

## 맺 는 말

1) SG/AN-St계구형복합체의 겔보기거름물은 TEOS와 AN의 체적비가 0.5 : 1이고 70°C에서의 반응시간이 3h일 때 96%로서 최대로 된다.

2) SG/AN-St계구형복합체의 겔보기거름물은 100~200r/min의 범위에서 교반속도의 영향을 거의 받지 않으며 평균립도는 교반속도가 증가함에 따라 감소한다.

3) SG/AN-St계구형복합체에서 실리카겔의 55.5%는 단사정제로, 44.5%는 정방정제로 존재한다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), 63, 11, 92, 주체106(2017).
- [2] 박영수 등; 분석, 2, 27, 주체94(2005).
- [3] 백광일 등; 원자력, 4, 6, 주체107(2018).
- [4] Baowang Lu et al.; Materials Research Bulletin, 47, 1301, 2012.
- [5] M. M. Younes et al.; International Journal of Refrigeration, 98, 1213, 2019.

주체109(2020)년 7월 5일 원고접수

## **Synthesis of SG/AN-St System Spherical Composite Based on Tetraethoxysilane**

*Pang Hyon Cho, Jon Sun Jin*

We considered the influences of some factors on the synthesis of SG/AN-St system spherical composite based on tetraethoxysilane and analyzed the composition and the crystal structure of the synthesized composite.

This composite can be used as the matrix of SG/AO system spherical composite adsorbent.

Keywords: tetraethoxysilane, composite