

규티탄산나트륨흡착제의 합성

김현아, 김성호

방사성폐액처리에서 중요한것은 폐액속에 들어있는 반감기가 길고 독성이 센 방사성 핵분열생성물들을 선택적으로 분리제거할수 있는 효능높은 이온교환체를 개발하는것이다.[1] 최근 초우라늄원소들의 분리와 방사성폐기물을 처리하기 위하여 다공성구조를 가지며 높은 열과 방사선, 화학적작용에도 안정하고 ^{137}Cs , ^{90}Sr , 악티노이드들에 대한 높은 선택성을 가지는 티탄화합물무기흡착제들이 개발[2, 3]되어 널리 리용되고있지만 구체적인 합성조건과 방법은 발표된것이 없다.

우리는 규티탄산나트륨무기흡착제를 합성하고 흡착제의 조성과 립도분포를 밝혔다.

실험 방법

온도계, 펌프기, 분액깔때기, 교반기가 설치된 반응플라스크에 류산산성 류산티타닐 용액을 넣고 120~130r/min의 속도로 교반하면서 메타규산나트륨용액을 적하한 다음 가성소다용액을 적하하였다.[4] 반응용액의 총 체적을 150mL로 하였다. 이때 반응용액은 졸상태로부터 겔상태로 넘어간다.

100℃에서 반응용액을 교반하면서 일정한 시간동안 반응시켰다. 반응이 끝난 후 흡인려과하여 생성물을 분리하고 증류수로 충분히 세척한다. 다음 생성물을 건조시키고 200℃에서 8h동안 소성하였다. 생성물의 거둬들은 94.41%였다.

규티탄산나트륨흡착제의 합성반응조건은 표 1과 같다.

표 1. 합성반응조건

No.	$[\text{TiOSO}_4]/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	$[\text{Na}_2\text{SiO}_3]/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	$[\text{H}_2\text{SO}_4]/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	$[\text{NaOH}]/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	반응시간/h	온도/℃
1	0.32	0.36	1.13	2.26	4	100
2	0.32	0.36	1.13	2.26	8	100
3	0.32	0.36	1.13	2.26	12	100
4	0.32	0.18	1.13	2.26	8	100
5	0.32	0.36	1.13	2.26	8	100
6	0.32	0.54	1.13	2.26	8	100
7	0.32	0.36	1.13	1.76	8	100
8	0.32	0.36	1.13	2.57	8	100
9	0.32	0.36	1.13	2.73	8	100
10	0.32	0.36	1.13	2.86	8	100

실험결과 및 해석

합성반응조건에 따라 규티탄산나트륨을 제조하고 주사전자현미경(《JSM-6610A》)으로 분석한 결과는 표 2와 같다.

표 2. 흡착제의 주사전자현미경분석결과

No.	생성량 /g	Na		Ti		Si		O	
		원소조성	화학량론	원소조성	화학량론	원소조성	화학량론	원소조성	화학량론
		/%	결수	/%	결수	/%	결수	/%	결수
1	5.89	14.82	1.82	28.32	1.74	6.46	0.65	40.91	7.21
2	6.33	12.14	1.49	36.72	2.16	10.54	1.06	40.46	7.13
3	5.58	14.19	1.74	30.28	2.29	11.53	1.16	41.07	7.24
4	5.45	19.95	2.45	20.75	1.27	3.27	0.33	38.03	6.70
5	6.33	12.14	1.49	36.72	2.16	10.54	1.06	40.46	7.13
6	6.42	12.14	1.49	32.34	1.93	10.22	1.03	40.43	7.13
7	5.58	16.5	2.02	25.88	1.59	5.21	0.52	38.45	6.78
8	5.94	13.95	1.71	32.05	1.96	7.25	0.73	40.48	7.38
9	6.37	13.81	1.69	30.92	1.89	10.32	1.04	40.99	7.22
10	6.27	12.43	1.52	35.38	2.17	9.03	0.91	40.57	7.15

표 2에서 보는바와 같이 반응조건 1과 4로 제조한 흡착제에 들어있는 Ti와 Si의 비가 매우 크다는것을 알수 있다. 또한 반응조건 6으로 제조한 흡착제의 Ti : Si가 약 2 : 1로서 목적하는 비와 근사하다는것을 알수 있다.

반응조건 6으로 제조한 흡착제의 주사전자현미경사진은 그림과 같다.

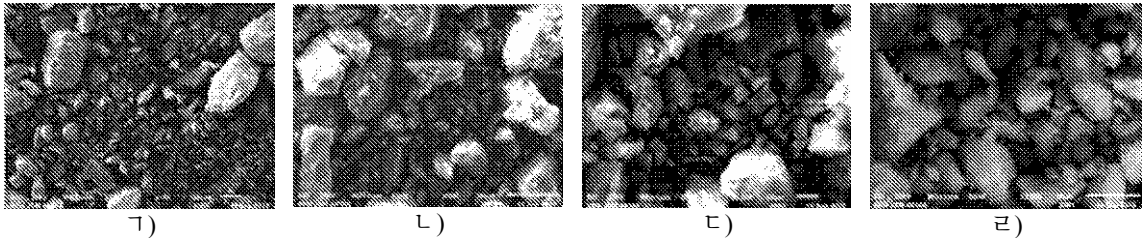


그림. 흡착제의 주사전자현미경사진

가)~라)는 확대배수가 각각 100, 500, 1 000, 2 500인 경우

그림에서 보는바와 같이 합성한 흡착제는 립도가 0.5~300 μ m인 결정성알갱이이다.

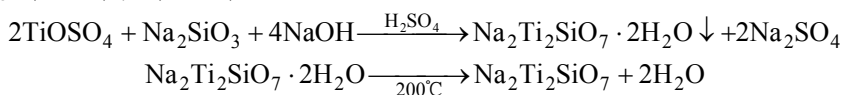
반응조건 6으로 제조한 흡착제의 임의의 4점에서 주사전자현미경으로 분석한 결과는 표 3과 같다.

표 3. 흡착제의 주사전자현미경분석결과

No.	Na		Ti		Si		O	
	원소조성	화학량론	원소조성	화학량론	원소조성	화학량론	원소조성	화학량론
	/%	결수	/%	결수	/%	결수	/%	결수
1	13.81	1.69	30.92	1.89	10.32	1.04	40.99	7.22
2	14.19	1.74	29.68	1.82	13.53	1.36	41.28	7.28
3	14.20	1.74	29.28	1.80	12.31	1.24	41.26	7.27
4	13.95	1.71	28.83	1.77	13.41	1.35	41.50	7.31
평균	14.04 \pm 0.16	1.72 \pm 0.02	29.68 \pm 0.62	1.82 \pm 0.04	12.39 \pm 1.08	1.25 \pm 0.11	41.26 \pm 0.13	7.27 \pm 0.03

표 3에서 보는바와 같이 합성한 흡착제의 원소조성은 Na 14.04%, Ti 29.68%, Si 12.39%, O 41.26%이며 따라서 흡착제의 화학식은 Na₂Ti₂SiO₇으로 표시할수 있다.

반응방정식은 다음과 같다.



맺는말

졸-겔법으로 규티탄산나트륨을 정확히 합성하였다. 흡착제는 립도가 $0.5\sim 300\mu\text{m}$ 인 결정성알갱이이며 거둬들은 94.41%이다.

참고문헌

- [1] A. Clearfield et al.; Reactive & Functional Polymers, **43**, 85, 2000.
- [2] Yasutoshi Ban et al.; JAEA Research, 2011-037, 1~10.
- [3] D. T. Hobbs; WSRC-TR-2000-00229, 1~15.
- [4] S. Meleshevych et al.; Lithuanian Journal of Physics, **48**, 1, 107, 2008.

주체104(2015)년 12월 5일 원고접수

Synthesis of Sodium Titano-Silicate Sorbent

Kim Hyon A, Kim Song Ho

The synthesis condition of sodium titano-silicate, inorganic sorbent, by sol-gel method are as follows: the concentration of TiOSO_4 is 0.32mol/L, the concentration of Na_2SiO_3 is 0.54mol/L, the concentration of NaOH is 2.26mol/L, the reaction temperature is 100°C and the reaction time is 8h. As the analysis result of the composition of sodium titano-silicate using scanning electron microscopy “JSM-6610A”, the formula of sorbent is $\text{Na}_2\text{Ti}_2\text{SiO}_7$ and they are crystal particles with $0.5\sim 300\mu\text{m}$ of size.

Key words: titano-silicate, inorganic sorbent