주체106(2017)년 제63권 제4호

물작용분해법에 이한 옥시염화비스무트이 합성

리훈, 김복실

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《인민경제 모든 부문에서 투쟁목표를 통이 크게 세우고 내부예비와 잠재력을 남김없이 동원하여 생산정상화의 동음을 높이 울리며 제품의 질제고와 설비, 원료자재의 국산화를 중요한 정책적문제로 틀어쥐고 힘있게 내밀어야 합니다.》

옥시염화비스무트는 반투명성이 좋고 광택이 세지 않으며 매끈한 느낌을 주는 진주색 감으로서 세계적으로 여러가지 종류의 화장품생산에 리용[1-3]되고있지만 그것의 특성을 구 체적으로 평가한 자료는 제기되지 않았다.

우리는 염화비스무트의 물작용분해반응에 의하여 옥시염화비스무트를 합성하고 그 특성을 평가하여 화장품용재료로서의 리용가능성을 밝혔다.

실 험 방 법

시약으로는 순급의 Bi₂O₃, HCl을 리용하였다.

20% HCl 0.5L를 반응기에 넣고 250r/min의 속도로 교반하면서 Bi₂O₃ 200g을 첨가하여 97℃에서 염화비스무트포화용액을 제조하였다. 반응기에 증류수 10L를 넣고 500r/min의 속도로 교반하면서 BiCl₃포화용액을 5mL/min의 속도로 적하하여 흰색의 옥시염화비스무트침 전물을 합성하였다.

색감의 색도는 HSL측정체계로, 구조는 X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》), 나노레이자립도분석기(《BT-90》), 주사전자현미경(《Ovantor-200》)으로 분석하였다.

침전물을 12h동안 방치시킨 다음 모액의 pH가 중성으로 될 때까지 증류수로 5~6회 경 사세척하고 려과하여 100℃에서 건조시켰다.

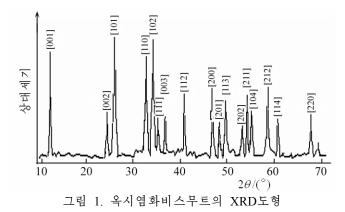
Bi³⁺은 크실레놀오렌지알림약을 리용하여 EDTA적정법으로 자주색이 누런색으로 될 때까지 정량하였다.

Pb는 원자흡광분석기(《Perkin Elmer 5100PC-ZL》)를 리용하여 흑연로원자흡광분석법으로, As, Hg는 흐름주입분석체계(《FIAS-400》)와 자동시료주입기(《Perkin Elmer AS-90》)를 리용하여 수소화물발생원자흡광분석법으로 분석하였다.

실험결과 및 고찰

일반적으로 금속염화물들은 물작용분해되여 수산화물을 형성하지만 염화비스무트의 물 작용분해반응에서는 2단계물작용분해생성물이 불안정하기때문에 물분자가 떨어져나가면서 흰색의 옥시염화비스무트가 생성된다. 반응식은 다음과 같다.

BiCl₃+H₂O=BiOHCl₂+HCl BiOHCl₂+H₂O=Bi(OH)₂Cl+HCl Bi(OH)₂Cl=BiOCl+H₂O BiCl₃+H₂O=BiOCl+2HCl



합성한 옥시염화비스무트의 XRD 도형은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 옥시염 화비스무트는 공간군 P4/nmm[129]이고 a=3.890, b=3.890, c=7.370인 정방정 계구조를 가진다.

합성한 옥시염화비스무트의 X선 회절도형은 표준시료와 잘 일치하였다.

옥시염화비스무트의 레이자립도 분포측정결과는 표 1과 같다.

표 1. 옥시염화비스무트의 립도분포

립도/nm	≤ 44.5	≤ 80.1	≤ 144	≤ 260	≤468	≤ 844	≤ 1 520	≤ 2 739	≤4 935	≤8 891
함량/%	0.00	0.57	4.00	4.39	6.16	30.25	71.78	93.49	99.58	100.00

표 1에서 보는바와 같이 옥시염화비스무트는 80.1~8 891nm사이의 립도분포를 가지며 평균립도(D50)는 1 096nm이다.

옥시염화비스무트의 TEM사진은 그림 2와 같다. 그림 2에서 보는바와 같이 옥시염화비스무트는

옥시염화비스무트의 특성은 표 2와 같다.

침상의 단일립자들이 응집된 상태이다.

표 2. 목시염화비스무트의 특성

지표	값	지표	값
평균립도(D50)/ <i>μ</i> m	1.096	은폐력/(g·m ⁻²)	55.6
pН	$6.0 \sim 7.0$	연/(·10 ⁻⁴ %)	9.6
색상(H)	46 ± 2	비소/(·10 ⁻⁴ %)	0.037
포화도(S)	4 ± 1	수은/(·10 ⁻⁴ %)	0.083
밝기(L)	245 ± 2		

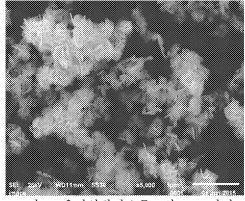


그림 2. 옥시염화비스무트의 TEM사진

맺 는 말

산화비스무트를 20% 염산에 가열용해시켜 제조한 염화비스무트포화용액을 증류수에 5mL/min의 속도로 적하시켜 흰색의 옥시염화비스무트를 합성하였다.

옥시염화비스무트는 P4/nmm[129](a=3.890, b=3.890, c=7.370)인 정방정계의 침상결정이며 평균립도(D50)는 1.096 μ m, 은페력은 55.6g/m², 중금속함량은 시료 1g당 0.1mg이하이다. 합성한 옥시염화비스무트를 화장품생산에 리용할수 있다.

참 고 문 헌

- [1] Xiaofeng Chang et al.; Journal of Colloid and Interface Science, 377, 1, 291, 2012.
- [2] Bhaw Na Sarw An et al.; Journal of Photochemistry and Photobiology, B 116, 48, 2012.
- [3] Xin Xiao et al.; Journal of Hazardous Materials, 233-234, 122, 2012.

주체105(2016)년 12월 5일 원고접수

Synthesis of Bismuth Oxychloride by Hydrolysis Method

Ri Hun, Kim Pok Sil

We synthesize the white bismuth oxychloride by hydrolyzing bismuth chloride prepared by heating and dissolving bismuth oxide in 20% of hydrochloric acid.

The bismuth oxychloride is the needle crystal of tetragonal system of P4/nmm[129](a=3.890, b=3.890, c=7.370) and the average particle size(D50) is 1.096 μ m, the hiding power is 55.6g/m² and the amount of heavy metal is less than 0.1mg per 1g.

Key words: bismuth oxychloride, hydrolysis method