

리트벨드법에 의한 생물분해성수지충진제의 조성상분석

송 창 진

생물분해성수지는 자연계에서 자체분해되는것으로 하여 환경오염방지에 널리 리용되고있다.[1] 생물분해성수지를 리용한 수지제품들에서는 수지의 세기를 높이기 위하여 여러가지 충진제를 리용하고있다.[2-4]

론문에서는 열분석으로 생물분해성수지에 들어있는 수지성분과 충진제의 총합량을 결정하고 리트벨드법을 리용하여 충진제의 조성상을 분석하였다.

실험 방법

시료로는 두가지 생물분해성수지(푸색, 흰색)를, 장치로는 열무게분석기(《TGA-50H》), X선회절분석기(《SamrtLab》), 고온마플로(《OM-011》), 전자천평(《LIBBROR AEL-40SM》)을 리용하였다.

열분석 두가지 생물분해성수지를 11.94mg(흰색), 6.15mg(푸색)씩 저울질하여 열분석을 하였다. 얻어진 열무게분석곡선을 해석하여 매 시료에 들어있는 수지성분과 충진제의 총합량을 결정하였다.

X선회절분석 열무게분석곡선으로부터 얻은 생물분해성수지의 분해온도보다 높은 온도의 고온마플로에서 시료들을 1h동안 소성하여 얻은 흰색의 고체가루를 시료로 리용하여 X선회절도형을 얻었다. MDI JADE5.0프로그램을 리용하여 회절봉우리들의 면간거리와 2θ 값을 결정하고 그것으로부터 충진제의 조성상을 결정하였다. 리트벨드상정량분석프로그램 TOPAS3.0으로 조성상합량을 결정하였다.

실험결과 및 고찰

열분석 두가지 생물분해성수지를 가열속도 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 설정온도 960°C 에서 열무게분석한 결과는 그림 1, 2, 표 1, 2와 같다.

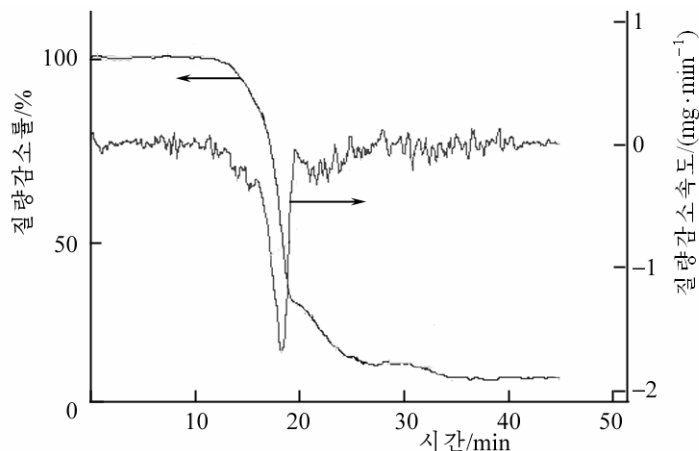


그림 1. 흰색생물분해성수지의 열무게분석곡선

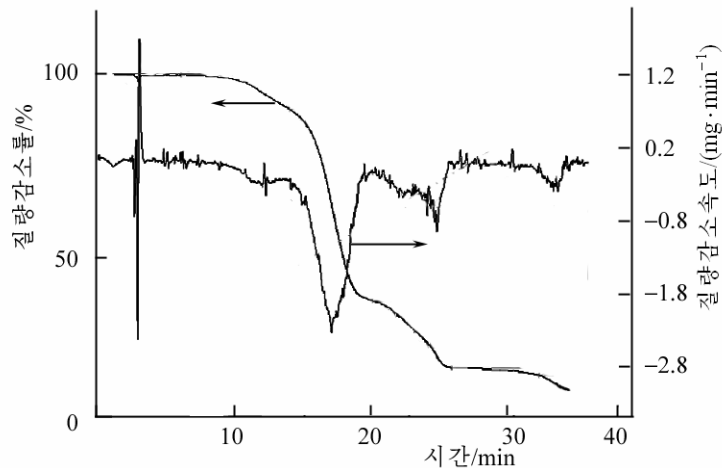


그림 2. 풀색생물분해성수지의 열무게분석곡선

표 1. 흰색생물분해성수지의 열무게분석곡선해석

| 온도구간/℃ | 25.66~ | 166.51~ | 335.44~ | 411.83~ | 487.44~ | 588.80~ | 650.72~ |
|------------|------------|-------------|------------|-------------|-------------|-----------|-----------|
| | 166.51 | 335.44 | 411.83 | 487.44 | 588.80 | 650.72 | 915.44 |
| 질량변화량/% | 0.229 | 13.437 | 53.705 | 11.753 | 4.301 | 1.197 | 2.944 |
| 질량변화 본질 | 미량의 흡착수 | 저분자물질 분해 | 수지기본 분해 | 수지탄화물 분해 | 수지탄화물 분해 | 충진물 분해 | 충진물 분해 |

표 2. 풀색생물분해성수지의 열무게분석곡선해석

| 온도구간/℃ | 23.70~ | 175.90~ | 333.69~ | 452.74~ | 516.10~ | 571.68~ | 698.90~ |
|------------|------------|-------------|------------|-------------|-------------|-----------|-----------|
| | 175.90 | 333.69 | 452.74 | 516.10 | 571.68 | 698.90 | 771.60 |
| 질량변화량/% | 0.244 | 9.352 | 53.482 | 8.065 | 10.314 | 2.232 | 4.086 |
| 질량변화 본질 | 미량의 흡착수 | 저분자물질 분해 | 수지기본 분해 | 수지탄화물 분해 | 수지탄화물 분해 | 충진물 분해 | 충진물 분해 |

표 1에서 보는바와 같이 흰색생물분해성수지속의 총유기물질함량은 83.425%, 무기충진제함량은 16.575%이다. 또한 표 2에서 보는바와 같이 풀색생물분해성수지속의 총유기물질함량은 81.437%, 무기충진제함량은 18.563%이다.

리트벨드법을 리용한 X선회절분석 열분석을 통하여 두가지 생물분해성수지는 600℃이하에서 수지성분이 완전히 분해되며 온도를 더 높이면 무기충진제가 분해된다는것을 알 수 있다. 이로부터 고온마플로의 온도를 600℃로 설정하고 수지를 1h동안 열분해시켰다. 열분해후 시료는 흰색의 고체가루로 되었다. 이것을 X선회절분석하여 XRD도형을 얻었다.(그림 3)

그림 3에서 보는바와 같이 두가지 시료에 들어있는 충진제의 조성상이 일치하다는것을 알 수 있다.

XRD도형들을 리용하여 리트벨드법으로 충진제들의 조성상함량을 결정하고 열무게분석결과와 대비하였다.

각이한 모양함수를 리용하여 리트벨드법으로 충진제들의 조성상함량을 결정한 결과는 표 3, 4와 같다.

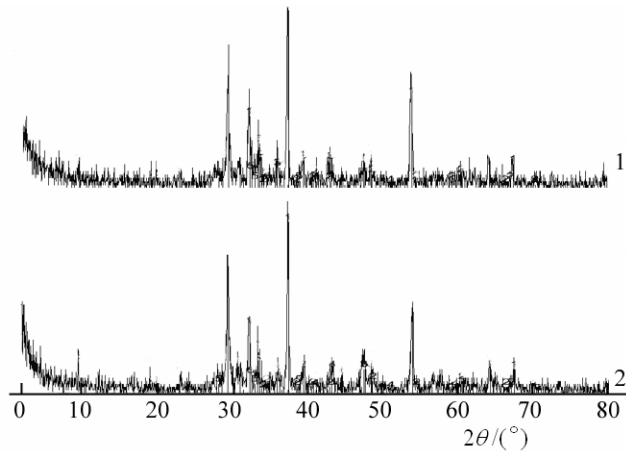


그림 3. 흰색(1) 및 풀색(2)생물분해성수지충진제의 XRD도형

표 3. 흰색생물분해성수지충진제의 리트벨드정량결과(%)

| 조성상 | 모양함수 | | | |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 가우스함수 | 로렌쯔함수 | 보기트함수 | 피어슨함수 |
| 완화회석 | 21.69 | 22.18 | 21.56 | 22.73 |
| 산화칼시움 | 34.87 | 33.39 | 34.02 | 29.67 |
| 탄산칼시움 | 35.00 | 35.69 | 35.38 | 43.74 |
| 고회석 | 6.33 | 6.25 | 6.33 | 3.63 |
| 활석 | 2.11 | 2.48 | 2.70 | 0.23 |

표 4. 풀색생물분해성수지충진제의 리트벨드정량결과(%)

| 조성상 | 모양함수 | | | |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 가우스함수 | 로렌쯔함수 | 보기트함수 | 피어슨함수 |
| 완화회석 | 13.67 | 13.94 | 12.92 | 14.64 |
| 산화칼시움 | 30.42 | 29.20 | 30.18 | 31.73 |
| 탄산칼시움 | 44.22 | 41.93 | 43.69 | 38.52 |
| 고회석 | 9.06 | 11.54 | 9.84 | 11.02 |
| 활석 | 2.63 | 3.40 | 3.36 | 4.09 |

표 3, 4에서 보는바와 같이 충진제의 기본조성은 탄산칼시움이라는것을 알수 있다. 이로부터 열분석으로 결정한 탄산칼시움량과 각이한 모양함수를 리용하여 결정한 충진제속의 탄산칼시움량을 비교하여 리트벨드법의 정확성을 평가하였다. 열분석과 리트벨드법으로 결정한 탄산칼시움함량은 표 5와 같다.

표 5. 열분석과 리트벨드법으로 결정한 탄산칼시움함량(%)

| 열 분석 | | 리트벨드법 | | | 상대 오차/% | |
|-------|-------|-------|------|------|---------|------|
| 흰색수지 | 풀색수지 | 모양함수 | 흰색수지 | 풀색수지 | | |
| 6.691 | 9.286 | 가우스함수 | 6.61 | 9.47 | 1.22 | 1.95 |
| | | 로렌쯔함수 | 6.72 | 9.41 | 0.43 | 1.33 |
| | | 보기트함수 | 6.68 | 9.49 | 1.65 | 2.19 |
| | | 피어슨함수 | 7.70 | 8.71 | 13.11 | 6.21 |

표 5에서 보는바와 같이 가우스함수와 로렌츠함수, 보기트함수를 모양함수로 선택할 때 정량결과가 비교적 정확하다는것을 알수 있다. 특히 로렌츠함수를 모양함수로 선택하여 리트벨드법으로 정량할 때 열분석결과와 근사하다는것을 알수 있다.

이로부터 로렌츠함수를 모양함수로 선택하여 생물분해성수지충진제의 조성상함량을 결정하였다.(표 6)

표 6. 생물분해성수지충진제의 조성상함량

| 시료 | 완화회석/% | 산화칼시움/% | 탄산칼시움/% | 고회석/% | 활석/% |
|-----|--------|---------|---------|-------|------|
| 흰색 | 22.18 | 33.39 | 35.69 | 6.25 | 2.48 |
| 푸른색 | 13.94 | 29.20 | 41.93 | 11.54 | 3.40 |

표 6에서 보는바와 같이 두가지 생물분해성수지충진제에는 탄산칼시움과 산화칼시움이 기본조성으로 들어있고 이밖에도 완화회석과 고회석, 활석도 들어있다.

맺 는 말

각이한 모양함수를 리용하여 리트벨드법으로 생물분해성수지에서 무기충진제의 조성상함량을 결정하고 열분석결과와 비교하여 정확한 값을 주는 모양함수는 로렌츠함수라는것을 확증하였다.

참 고 문 헌

- [1] Chuan-De Ruan et al.; Applied Clay Science, 21, 227, 2002.
- [2] R. Allmann et al.; Acta Cryst., A 63, 412, 2007.
- [3] Tetsuro Matsushita et al.; J. Struct. Constr. Eng., 73, 623, 2008.
- [4] Fethi Kooli; Thermochimica Acta, 551, 7, 2013.

주제109(2020)년 7월 5일 원고접수

Analysis of Composition Phase of Biodegradable Resin Filler by Rietveld Method

Song Chang Jin

I confirmed that the shape function which gave the correct value was Lorentzian function by determining the content of composition phase of mineral filler in biodegradable resin with Rietveld method, using various shape function and comparing with thermal analysis.

Keywords: Rietveld, thermal analysis, biodegradable resin