

적외선스펙트르분석법과 열무게분석법에 의한 표면처리이산화티탄의 평가방법

송창진, 김성희

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《기초과학부문들을 발전시켜야 나라의 과학기술수준을 빨리 높일수 있고 인민경제 여러 분야에서 나서는 과학기술적문제들을 원만히 풀수 있으며 과학기술을 주체성있게 발전시켜나갈수 있습니다.》(《김정일선집》 증보판 제10권 485페이지)

나노이산화티탄은 빛촉매활성에 의한 세척작용, 살균작용, 흡수작용으로 하여 세척칠 감이나 물때방지액, 공기정화, 물정화, 화장품분체에 널리 리용되고있다.[3] 일반적으로 분체들은 친수성기를 가지고있으므로 다른 재료와의 상용성이 나쁜것으로 하여 화장품에서 상분리현상이 나타나고있다. 이런 현상을 극복하기 위하여 화장품에서 리용되는 분체들을 유기물질로 표면처리하여 리용하고있다.

실란계열의 유기물질들은 분체의 표면처리에 광범히 리용되고있으며 표면처리정도는 주로 적외선반사법, 열무게분석법으로 평가하고있다.[1, 2, 4]

우리는 적외선스펙트르분석법과 열무게분석법을 결합하여 각이한 pH에서 표면처리한 나노이산화티탄의 표면처리정도를 평가하였다.

실 험 방 법

기구로는 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》), 확산반사장치(《Collector ii》), 열무게분석기(《TGA-50》)를, 시료로는 각이한 pH에서 트리에톡시카프릴실란으로 표면처리한 이산화티탄분체를 리용하였다.

적외선확산반사스펙트르측정방법은 다음과 같다.

푸리에변환적외선분광기의 시료실에 확산반사장치를 설치한 다음 표준시료를 올려놓고 배경스펙트르를 측정하였다. 다음 시료고뿌에 분말시료를 채워넣고 반사스펙트르를 측정하였다.

열무게분석은 저울질한 시료를 열무게분석기에 넣고 일정한 속도로 가열하면서 진행하였다.

실험결과 및 고찰

적외선스펙트르분석결과 표면처리하지 않은 이산화티탄과 각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 $4\ 000\sim 2\ 500\text{cm}^{-1}$ 에서의 적외선확산반사스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 표면처리한 경우 트리에톡시카프릴실란의 $2\ 976\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡수띠가 $2\ 962\text{cm}^{-1}$ 로 이동하였다. $2\ 976\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡수띠는 트리에톡시카프릴실란에서 에톡시기의 C-H신축진동에 해당하며 표면처리한 후 낮은 파수쪽으로 이동한것은 트리에톡시카프릴실란이 물작용분해되면서 에톡시기능단이 없어진다는것을 보여준다.

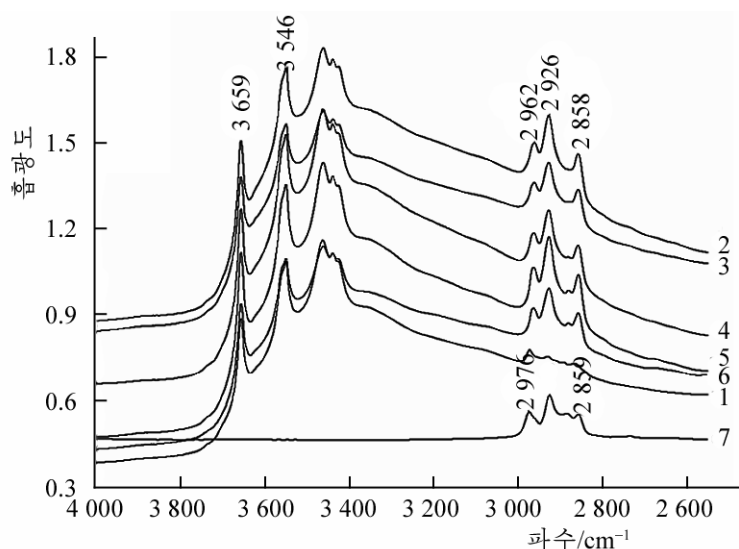


그림 1. 이산화티탄의 적외선확산반사스펙트럼($4\,000\sim2\,500\text{cm}^{-1}$)

1—표면처리하지 않은것, 2—6은 pH 3, 4, 5, 8, 9에서 표면처리한것, 7—트리에톡시카프릴실란

표면처리하지 않은 이산화티탄과 각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 $2\,000\sim1\,000\text{cm}^{-1}$ 에서의 적외선확산반사스펙트르는 그림 2와 같다.

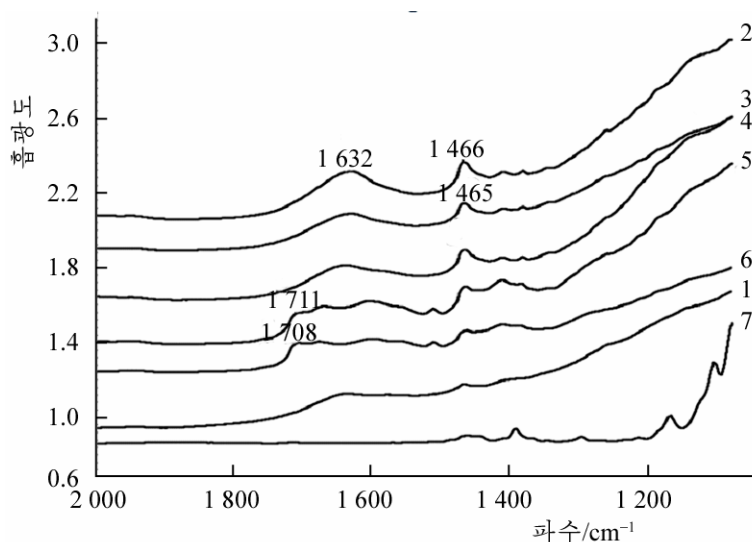


그림 2. 이산화티탄의 적외선확산반사스펙트럼($2\,000\sim1\,000\text{cm}^{-1}$)

1—7은 그림 1에서와 같음.

그림 2에서 보는바와 같이 표면처리하지 않은 이산화티탄과 pH 3, 4, 5에서 표면처리한 이산화티탄에서는 $1\,632\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡수띠세기차이가 그리 크지 않지만 pH 8, 9에서 표면처리한 이산화티탄에서는 이 흡수띠가 $1\,708\text{cm}^{-1}$ 로 이동하였다. $1\,632\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡수띠는 $\text{Ti}-\text{O}\cdots\text{H}$ 에 의하여 나타나며 $1\,708\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡수띠는 $\text{Ti}-\text{O}\cdots\text{H}$ 에서 H가 떨어져나가고 다른 기능단이 결합되어 나타난것이다.

적외선스펙트르분석결과 pH 8, 9에서 표면처리가 더 잘된다는것을 알수 있다.

열무게분석결과 각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 열무게분석곡선은 그림 3과 같다.

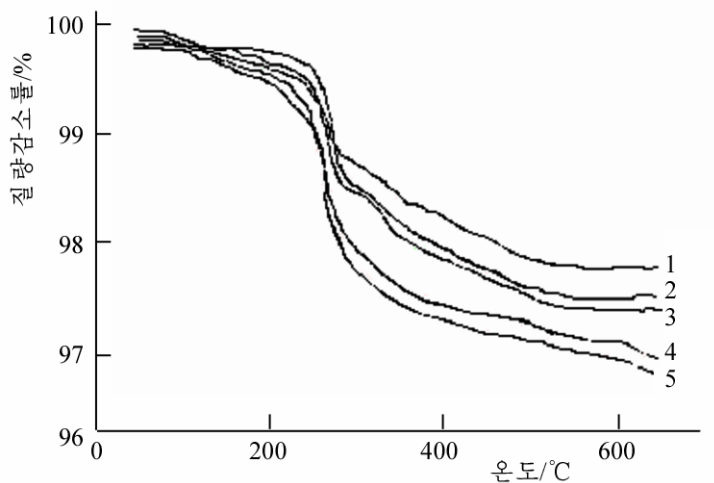


그림 3. 각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 열무게분석곡선
1-5는 pH 3, 4, 5, 8, 9에서 표면처리한것.

그림 3에서 보는바와 같이 각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 질량감소률은 서로 차이난다. 트리에톡시카프릴실란의 끓음점이 270°C이므로 210~305°C에서의 질량변화량은 표면에 결합된 트리에톡시카프릴실란에 의한것이다.

각이한 pH에서 표면처리한 이산화티탄의 210~305°C구간에서의 질량변화량은 그림 4와 같다.

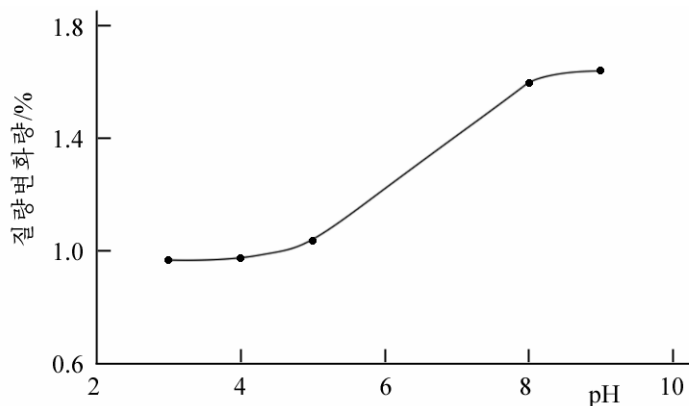


그림 4. 표면처리한 이산화티탄의 질량변화량

그림 4에서 보는바와 같이 표면처리액의 pH가 높아질 때 표면에 결합되는 트리에톡시카프릴실란의 양이 많아진다는것을 알수 있다.

맺는 말

적외선스펙트럼분석법과 열무게분석법을 리용하여 이산화티탄의 표면처리정도를 평가하였다. 트리에톡시카프릴실란으로 이산화티탄을 표면처리할 때 염기성매질에서 진행하여야 표면처리가 잘된다.

참 고 문 헌

- [1] L. Yang et al.; Applied Surface Science, 257, 990, 2010.
- [2] M. Masmoudi et al.; Applied Surface Science, 286, 71, 2013.
- [3] B. C. Smith; Fundamental of Fourier Transform Infrared Spectroscopy, CRC Press, 124~127, 2012.
- [4] Natasja Leth Joergensen et al.; Tissue Engineering, 21—22, 2757, 2015.

주체109(2020)년 10월 5일 원고접수

Estimation Method of the Surface-Treated Titanium Dioxide by Infrared Spectroscopy and Thermal Gravimetric Analysis

Song Chang Jin, Kim Song Hui

We estimated the surface-treatment degree of titanium dioxide that was widely used in make-up cosmetics by using infrared spectroscopy and thermal gravimetric analysis.

When titanium dioxide is treated with the triethoxycaprylsilane in basic medium, the surface-treating is done well.

Keywords: infrared spectroscopy, thermal gravimetric analysis