

푸리에변환적외선반사분광법에 의한 트리에톡시옥틸실란으로 처리한 활석분말의 표면결합특성평가

리수범, 김성희, 김금희

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《나라의 과학기술을 세계적수준에 올려세우자면 발전된 과학기술을 받아들이는것과 함께 새로운 과학기술분야를 개척하고 그 성과를 인민경제에 적극 받아들여야 합니다.》
(《김정일선집》 증보판 제11권 138~139페이지)

활석은 화장품, 고무, 수지를 비롯한 많은 제품들에 충전제로 리용되고있다.[1] 특히 화장품공업에서 활석, 운모, 이산화티탄과 같은 분체들이 널리 리용되고있는데 제품속에서 기초제들과 분체들이 분리되지 않도록 하려면 분체들을 표면처리하여 소수성화하여야 한다. 실란을 비롯한 여러가지 표면처리제들을 리용하여 분체들을 소수성화한 다음 표면에서 소수성화도와 결합특성을 평가하는것은 제품의 질을 담보하는데서 중요한 문제로 나선다. 푸리에변환적외선반사분광법으로 표면처리된 분체들의 표면결합특성을 평가하는 방법들에 대한 연구[2-5]는 진행되었지만 트리에톡시옥틸실란으로 처리한 활석의 표면결합상태를 연구한 자료는 발표된것이 없다.

우리는 푸리에변환적외선반사분광법으로 트리에톡시옥틸실란으로 처리한 활석분말의 표면결합특성을 밝히기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

기구로는 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》), 단일전반사장치(《Smart iTR》), 열질량분석기(《TGA-50H》)를, 시편으로는 pH가 각각 7, 8, 9인 에틸알콜매질에 표면처리제인 트리에톡시옥틸실란을 각각 0.5, 1, 2% 되게 첨가하고 일정한 시간동안 물작용분해시킨 후 활석분말을 첨가하고 초음파분산시키면서 표면처리를 진행하고 100℃에서 열처리한것을 리용하였다.

적외선반사스펙트르는 주사수 32, 분해능 8cm^{-1} 에서 측정하였으며 적외선스펙트르에서 겹친 봉우리분리는 omnic 9.0프로그램에 장비된 기능을 리용하여 진행하였다.

실험결과 및 해석

트리에톡시옥틸실란과 활석의 적외선스펙트르해석 트리에톡시옥틸실란과 활석의 적외선스펙트르는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 트리에톡시옥틸실란의 적외선스펙트르에서 2973cm^{-1} 은 에톡시기에 결합된 메틸기의 비대칭신축진동에 해당하는 흡수봉우리이며 $2925, 2858\text{cm}^{-1}$ 은 메틸렌기의 비대칭 및 대칭신축진동에 해당하는 흡수봉우리들이다. $1112, 1081, 955\text{cm}^{-1}$

은 $\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_3$ 결합에서 Si-O 결합에 해당하는 흡수봉우리이며 $1\,166, 787\text{cm}^{-1}$ 은 Si-C 결합과 관련한 흡수봉우리들이다.[3]

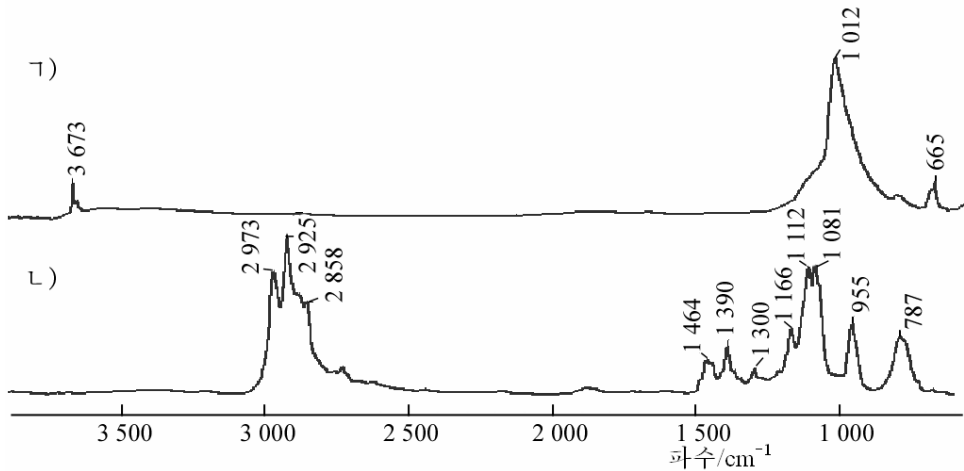


그림 1. 트리에톡시옥틸실란과 활성탄의 적외선스펙트르
Γ) 활성, Λ) 트리에톡시옥틸실란

활성탄의 적외선스펙트르에서 $3\,673\text{cm}^{-1}$ 은 Si-OH 에서 OH신축진동에 해당하는 흡수봉우리이며 $1\,012\text{cm}^{-1}$ 은 Si-O-Si 결합과 Si-O-Mg 결합에서 Si-O 결합에 해당하는 흡수봉우리로 해석할수 있다.

트리에톡시옥틸실란이 물작용분해되면 실라놀기가 형성되며 이것은 활성탄의 실라놀기에 있는 OH기와 반응하여 표면에 옥틸실록산결합을 형성하게 된다. 활성탄표면에서 실록산결합의 세기는 실란의 물작용분해조건에 따라 차이나므로 표면에서 결합이 가장 공고한 물작용분해조건을 실험적으로 찾아야 한다. 일반적으로 이것은 주로 표면처리후에 적심각을 재는 방법으로 평가하고있다.[3]

활성탄표면의 소수성화에 미치는 표면처리조건의 영향 1% 트리에톡시옥틸실란을 각이한 pH에서 물작용분해한 후 이것으로 표면처리한 활성탄분말의 적외선스펙트르는 그림 2와 같다.

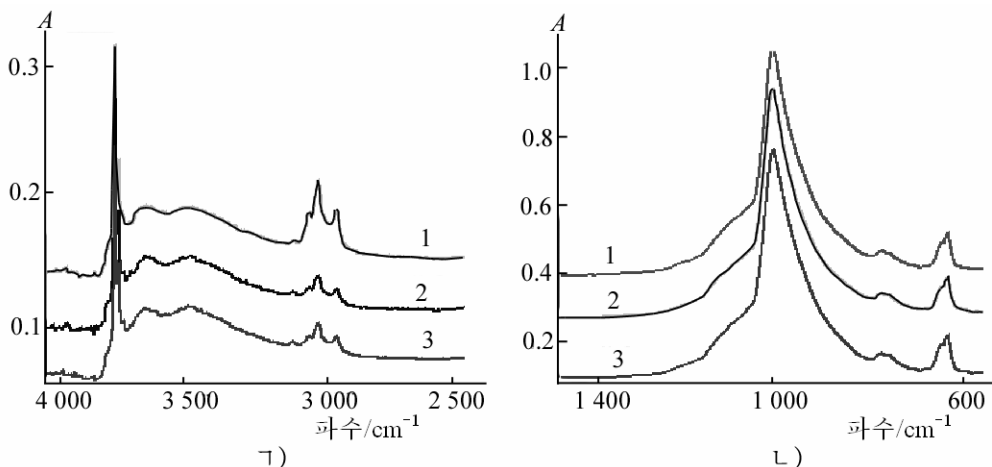


그림 2. 각이한 pH에서 표면처리한 활성탄분말의 적외선스펙트르
Γ) 파수 $4\,000\sim 2\,500\text{cm}^{-1}$, Λ) 파수 $1\,400\sim 600\text{cm}^{-1}$
1-3은 pH가 각각 7, 8, 9인 경우

그림 2에서 보는바와 같이 $3\,100\sim 2\,800\text{cm}^{-1}$ 구역에서 흡수봉우리들이 나타나고있지만 처리조건에 따라서 모양이 거의 유사하므로 차이를 구별하기 어렵다. 이로부터 $3\,100\sim 2\,800\text{cm}^{-1}$ 구역의 봉우리를 분리하여 분해된 봉우리들에 대한 해석을 진행하였다.

각이한 조건에서 표면처리한 활석분말의 $3\,100\sim 2\,800\text{cm}^{-1}$ 에서의 봉우리분해스펙트르는 그림 3과 같다.

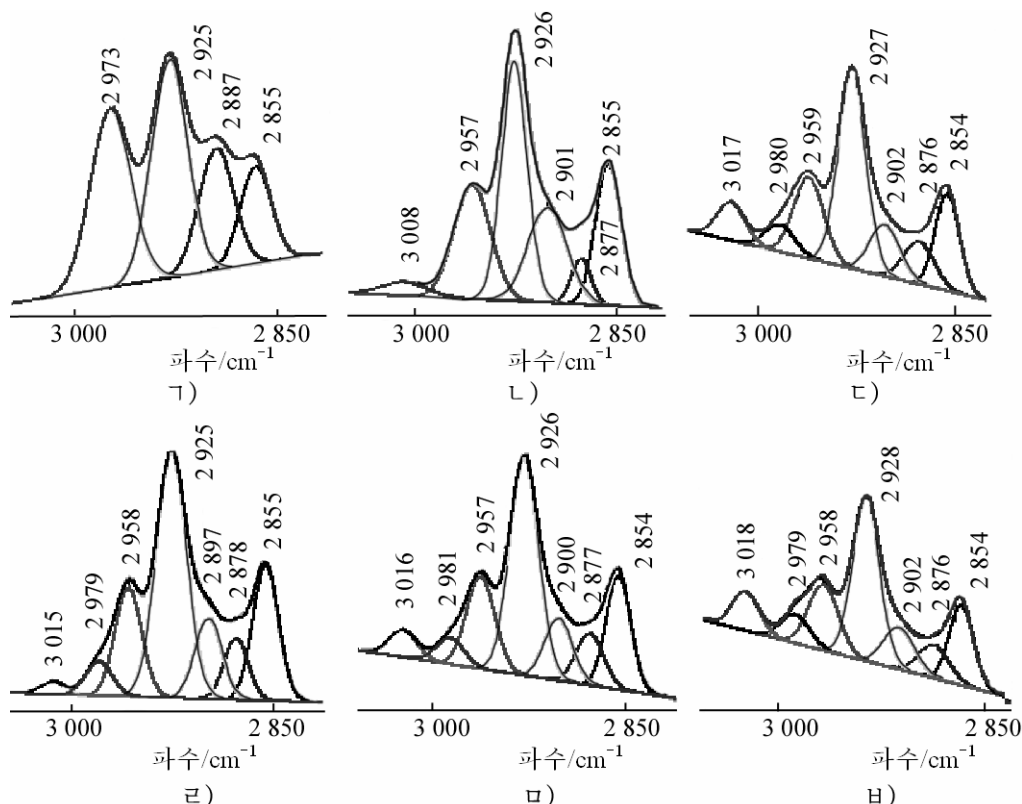


그림 3. 각이한 조건에서 표면처리한 활석분말의 $3\,050\sim 2\,850\text{cm}^{-1}$ 에서의 봉우리분해스펙트르
 가) 트리에톡시옥틸실란, 나) pH 7, 1%, 다) pH 8, 1%, 르) pH 9, 0.5%, 미) pH 9, 1%, 바) pH 9, 2%

그림 3에서 보는바와 같이 $2\,973\text{cm}^{-1}$ 봉우리는 에톡시기능단의 메틸기의 흡수띠이다. pH 7에서 이 봉우리는 없어지고 $2\,957\text{cm}^{-1}$ 봉우리가 나타나고있다. pH가 증가함에 따라 $2\,980\text{cm}^{-1}$ 근방에 약한 봉우리가 새로 나타나고있으며 $2\,900\sim 2\,870\text{cm}^{-1}$ 에서 2개의 봉우리가 분리되었다. $2\,980\text{cm}^{-1}$ 봉우리는 물작용분해되지 않은 에톡시기에서 메틸기의 비대칭 신축진동에 해당되며 $2\,900\sim 2\,870\text{cm}^{-1}$ 에서 분리된 $2\,900$, $2\,876\text{cm}^{-1}$ 봉우리도 역시 물작용분해되지 않은 에톡시기의 메틸기와 옥틸기에서 메틸기의 흡수에 의한 대칭신축진동으로 해석할수 있다. $2\,925$, $2\,855\text{cm}^{-1}$ 봉우리는 메틸렌기의 비대칭 및 신축진동에 해당된다. 이로부터 메틸렌기에 해당하는 흡수봉우리들의 위치는 거의 변화가 없지만 메틸기와 관련한 봉우리들의 위치와 세기에서는 큰 변화가 있다는것을 알수 있다.

각이한 조건에서 처리한 활석표면에서의 메틸렌기에 해당하는 $2\,925\text{cm}^{-1}$ 봉우리와 에톡시기의 메틸기에 해당하는 $2\,980\text{cm}^{-1}$ 봉우리의 면적비(S_{2925}/S_{2980})의 변화는 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 $2\,925\text{cm}^{-1}$ 봉우리와 $2\,980\text{cm}^{-1}$ 봉우리의 면적비는 pH가 증가함에 따라 증가하며 표면처리제함량을 1%로 할 때 가장 크다.

그러므로 $2\,925\text{cm}^{-1}$ 봉우리와 $2\,980\text{cm}^{-1}$ 봉우리의 면적비는 표면에서 소수성화를 평가하는 척도로 볼수 있다.

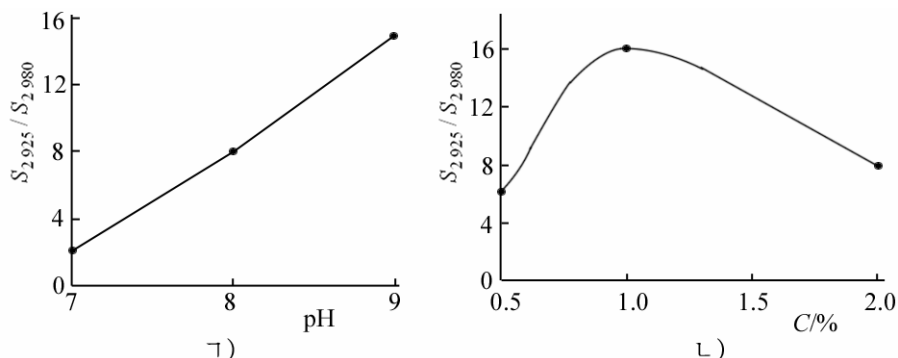


그림 4. pH(가)와 표면처리제의 함량(나)에 따르는 $2\,925$, $2\,980\text{cm}^{-1}$ 봉우리면적비의 변화

활석표면에서 옥틸실록산결합특성에 주는 표면처리조건의 영향 각이한 조건에서 처리한 활석분말의 $1\,100\sim 900\text{cm}^{-1}$ 에서의 봉우리분해스펙트르는 그림 5와 같다.

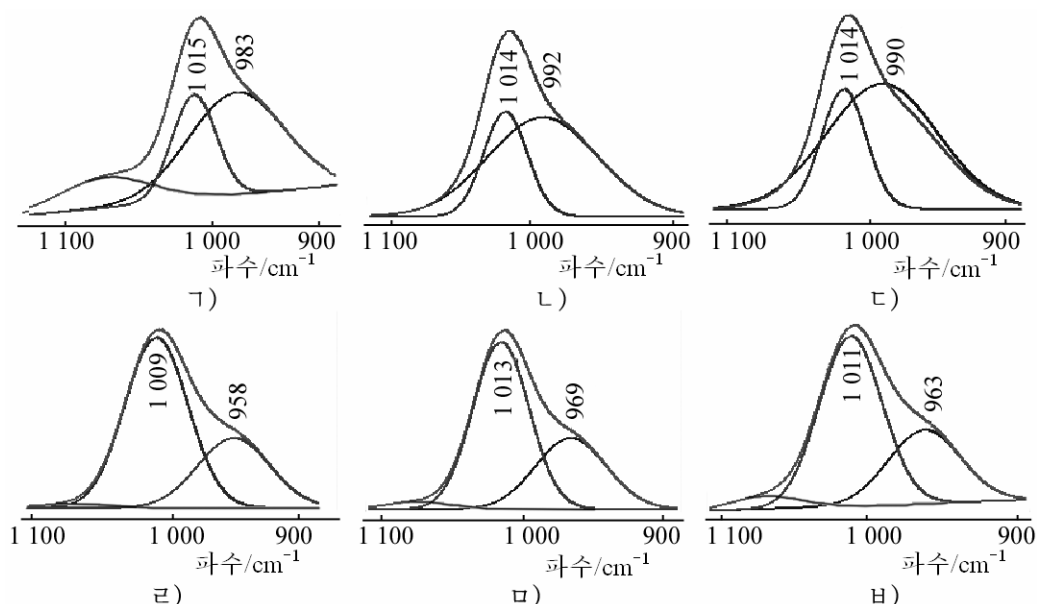


그림 5. 각이한 조건에서 표면처리한 활석분말의 $1\,100\sim 900\text{cm}^{-1}$ 에서의 봉우리분해스펙트르
가) 활석, 나) pH 7, 1%, 다) pH 8, 1%, 라) pH 9, 0.5%, 마) pH 9, 1%, 바) pH 9, 2%

그림 5에서 보는바와 같이 $1\,010\text{cm}^{-1}$ 근방의 봉우리는 활석의 Si—O결합과 관련한 봉우리이며 이 구역에서 알킬실록산결합에 해당하는 봉우리가 겹쳐져 나타나게 된다. 990cm^{-1} 근방의 봉우리는 Si—O—Mg결합의 Si—O신축진동에 해당되는 봉우리이며 960cm^{-1} 근방의 봉우리는 알킬실록산에서 Si—C신축진동에 해당한 봉우리로 해석할수 있다.

또한 pH 7, 8에서 활석의 Si—O결합과 관련한 $1\,010\text{cm}^{-1}$ 근방의 봉우리의 면적은 크게 차이가 없으나 pH 9에서 이 봉우리의 면적은 크게 증가한다.

pH 9에서 표면처리제함량에 따르는 알킬실록산결합의 파수변화는 그림 6과 같다.

그림 6에서 보는바와 같이 표면처리제인 트리에톡시옥틸실란의 함량이 1%일 때 알

킬실록산결합이 가장 높은 파수쪽으로 이동한다는것을 알수 있다. 이것은 표면의 알킬실록산결합에서 실록산기능단이 많을수록 Si-C결합의 진동수가 증가하는것으로 해석할수 있다.

3 $100\sim 2800\text{cm}^{-1}$, 1 $100\sim 900\text{cm}^{-1}$ 에서 봉우리들을 분해하고 해석한 결과 pH 9에서 1% 실란으로 처리하면 활석표면에서 소수성화가 가장 크며 실록산결합이 표면에서 안정하게 이루어진다고 해석할수 있다.

이 결과를 확증하기 위하여 pH 9에서 각이한 농도의 트리에톡시옥틸실란으로 처리한 활석분말에 대한 열질량분석을 진행하였다.(그림 7)

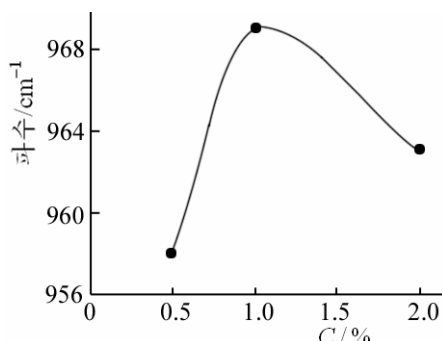


그림 6. 표면처리제 함량에 따르는 알킬실록산결합의 파수변화

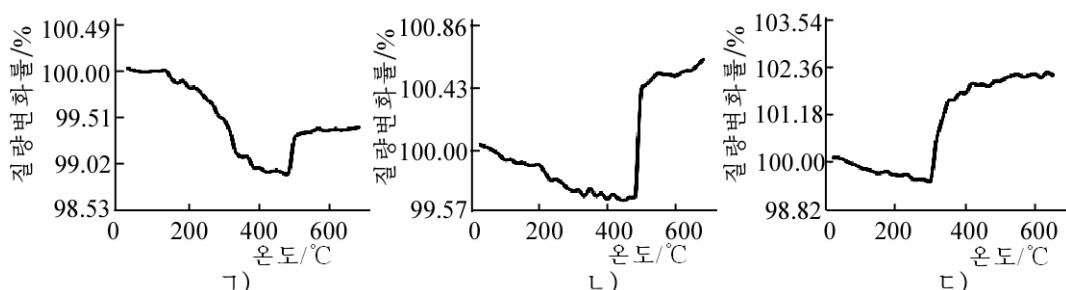


그림 7. 시편들의 열질량분석곡선
pH 9, ㉠) 0.5%, ㉡) 1%, ㉢) 2%

그림 7에서 보는바와 같이 pH 9에서 표면처리제의 농도가 1%일 때 질량변화가 가장 적으며 변화가 일어나는 온도도 가장 높다는것을 알수 있다. 이것은 적외선스펙트럼해석결과와 잘 일치한다.

맺 는 말

푸리에변환적외선분광법으로 트리에톡시옥틸실란으로 표면처리한 활석의 표면결합특성을 연구하였다. 2925cm^{-1} 와 2980cm^{-1} 봉우리면적비와 960cm^{-1} 봉우리를 해석하여 표면의 소수성화 정도와 결합의 안정성을 밝히고 pH 9에서 1% 실란으로 표면처리한 활석표면에서 소수성화가 제일 크고 실록산결합이 가장 안정하게 이루어진다는것을 확증하였다.

참 고 문 헌

- [1] M. M. Fiume et al.; International Journal of Toxicology, 34, 665, 2015.
- [2] L. Yang et al.; Applied Surface Science, 257, 990, 2010.
- [3] M. Masmoudi et al.; Applied Surface Science, 286, 71, 2013.
- [4] C. S. Choe et al.; Analyst, 141, 6329, 2016.
- [5] C. S. Choe et al.; J. Raman Spectrosc., 47, 1327, 2016.

**Characteristic Estimation of the Surface Bonding of
Triethoxyoctylsilane-treated Talc Powder
by FTIR Reflection Spectroscopy**

Ri Su Bom, Kim Song Hui and Kim Kum Hui

We studied characteristics of surface of triethoxyoctylsilane-treated talc powder by the FTIR reflection spectroscopy.

We estimated the hydrophobicity and bonding properties of triethoxyoctylsilane-treated talc surface with the peak area ratio of 2 925, 2 980 cm^{-1} and the wavenumber shift of 960 cm^{-1} .

Key words : triethoxyoctylsilane-treated talc, FTIR reflection spectroscopy