

## 반응성 염료(Reactive Black-8)의 물리적 성질

정형기, 한현각\*, 권철선, 강혜진  
순천향대학교  
(chemhan@sch.ac.kr\*)

### Physical Property of Reactive Dye (Reactive Black-8)

Hyongki Jung, Hyunkak Han\*, Chilsun Kwun, Hyejin Kang  
Soonchunhyang University  
(chemhan@sch.ac.kr\*)

#### 1. 서론

결정화란 용액 상에 녹아 있는 용질을 고체상으로 석출해 내는 과정을 말한다. 이는 용질을 고체상으로 석출해 내는 추진력을 형성해 주는 방법에 따라 냉각법, 증발법, 반응법, 염석법 등으로 분류 할 수 있다. 이 중 염석 결정화는 어떠한 수용액에 염(전해질)을 첨가하여 수용액에 녹아있는 물질을 석출하는 방법으로서, 수용액에서 유기용질(물질)의 용해도는 KCl 또는 NaCl 과 같은 무기물에 의해 변할 수 있다. 염료 산업에 있어서 다양한 결정화 방법들이 적용되는데 결정이 만들어지는 중에 혼합 용액에 첨가되는 용매와 혼합하여 새로운 혼합용액이 되므로 이 용액의 특성변화에 대한 기초연구가 필요하고, 효율적 결정화 공정을 위해서는 반응물 및 생성물에 대한 정확한 열역학적 자료가 필요 하다.

#### 2. 실험

##### 1) 염료(RB-8) 파우더의 밀도

25ml 비중병을 준비하여 무게를 측정한 다음 비중병에 헥산을 채워 넣고 무게를 측정한다. 그 후 비중병에 헥산을 빼고 염료를 어느 정도 넣고 무게를 측정한다. 염료가 들어있는 상태에서 비중병의 나머지 공간에 헥산을 채워 넣고 무게를 잰다. 염료는 수용성이기 때문에 증류수 대신 염료가 녹지 않는 헥산을 사용하였다. 이렇게 측정한 무게와 헥산의 밀도(0.664 g/cm<sup>3</sup>)를 이용하여 염료파우더의 밀도를 구한다.

### 2) 염료(RB-8) 파우더의 용해도

500 ml 비커에 100 ml 증류수를 준비하고 과량(약 45 ~ 50 g)의 염료파우더를 넣는다. 그 후 온도 조절이 가능한 Shaking Incubator(HANBAEK, HB-201SF)에 넣고 온도를 10 °C로 유지하여 최소 두 시간 이상 교반 한다. 충분한 시간이 지난 후 여과 장치와 마이크로 필터 (0.45  $\mu\text{m}$ )를 이용하여 녹지 않은 염료를 분리하여 건조기에 넣어 24 시간 건조시킨 후 무게를 재어 용해도를 측정한다. 같은 방법으로 20, 30, 40, 50, 60, 70 °C에서도 실행한다. 염료의 합성 중에 온도가 10 °C ~ 70 °C까지 변화가 있기 때문에 그 사이 온도에서의 용해도를 알아보기 위해 실험 하였다.

### 3) 20wt% 염료용액의 밀도

염료 파우더와 증류수를 이용하여 20wt% 염료용액을 만든다. 만든 염료 용액을 100 ml 메스실린더에 넣고 비중계를 이용하여 밀도를 측정한다. 온도의 영향을 보기 위해 10 °C부터 70 °C까지 각 10 °C 마다 측정한다. 염료 합성 시 염색 결정화하여 생산하기 전 염료용액의 농도가 약 20wt% 정도 이기 때문에 20wt% 용액을 만들어 실험하였다.

### 4) 무기 염(KCl) 첨가에 따른 20wt% 염료용액의 용해도.

150 ml 삼각 플라스크에 20wt% 염료 용액 40 ml 씩 넣고 각 플라스크에 무기 염(KCl) 5, 7, 10, 12, 15, 17, 20wt%씩을 넣고 Shaking Incubator(HANBAEK, HB-201SF)에서 온도는 35 °C 교반 속도는 150 rpm 으로 하여 24 시간 동안 교반 한다. 24 시간 후 마이크로 필터 (0.45  $\mu\text{m}$ )로 여과하여 석출된 결정을 분리한다. 분리한 결정은 건조기에 넣어 24 시간 동안 건조한 후 무게를 측정하여 석출된 양을 측정한다. 여러 농도의 염료 용액을 만들어 UV/VIS 를 이용하여 보정곡선을 만들고 이를 이용하여 여과된 여액의 농도를 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 1) 염료(RB-8) 파우더의 밀도

염료의 구조식과 모양은 그림 1. 과 같다. 염료파우더의 밀도는 25 ml 의 비중병을 이용하여 여러 번 수행하여 평균값을 내었다. 그 결과 측정한 염료 파우더의 밀도는 약 1.918  $\text{g}/\text{cm}^3$  이다. 그리고 염료는 물에 잘 녹기 때문에 증류수 대신 밀도가 0.664  $\text{g}/\text{cm}^3$  인 헥산을 사용하였다. 염료 파우더의 입자가 워낙 작아 헥산에 넣었을 때에도 녹은 것처럼 보이지만 원심분리기로 분리해본 결과 녹지 않았음을 알 수 있다.

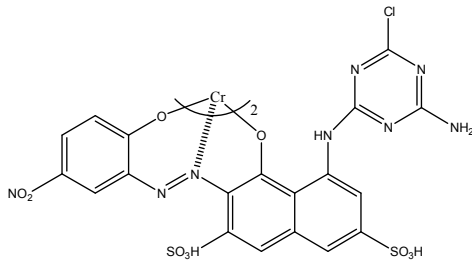


그림 1. Reactive Black-8 구조식

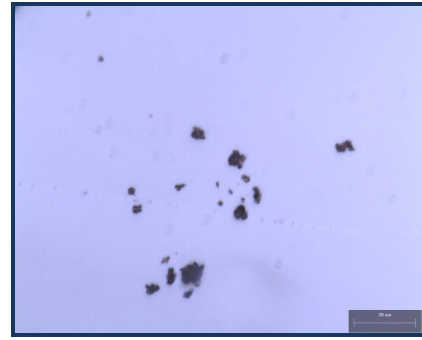


그림 2. Reactive Black-8 현미경 사진(X1000)

### 2) 염료(RB-8) 파우더의 용해도, 20wt% 염료용액의 밀도

염료 파우더의 용해도를 10 °C ~ 70 °C 사이에서 측정한 결과 다음 그림 3. 과 같이 나타났다. 그림 3. 에서 나타나는 바와 같이 10 °C와 20 °C 사이에서 용해되는 양이 급격히 증가하고 30 °C 이상에서는 증류수 100 ml 에 약 35 g 정도만 용해 된다. 즉 30 °C 이상의 온도에서는 염료 파우더의 용해도에 영향이 거의 없다. 그리고 20wt% 염료용액의 밀도는 그림 4. 에서 나타났다. 이는 20wt% 염료용액을 10 °C 부터 70 °C 까지 온도를 변화하면 각 10 °C마다 측정하였다. 그 결과 20 wt% 염료 용액의 밀도는 10 일 때 약 1.120 g/cm<sup>3</sup> 이고 70 °C 에서는 약 1.095 g/cm<sup>3</sup> 이고 그림에서와 같이 온도가 올라감에 따라 20 wt%용액의 밀도는 작아진다.

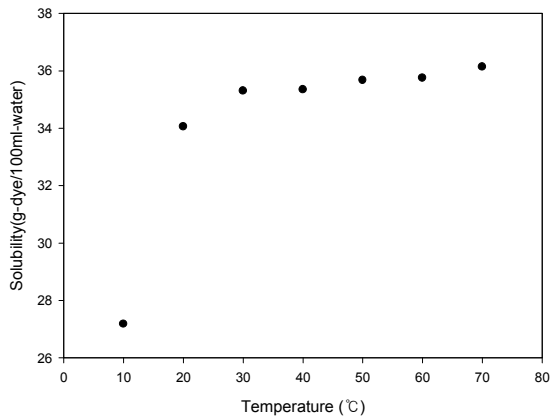


그림 3. 온도변화에 따른 염료(RB-8)의 용해도

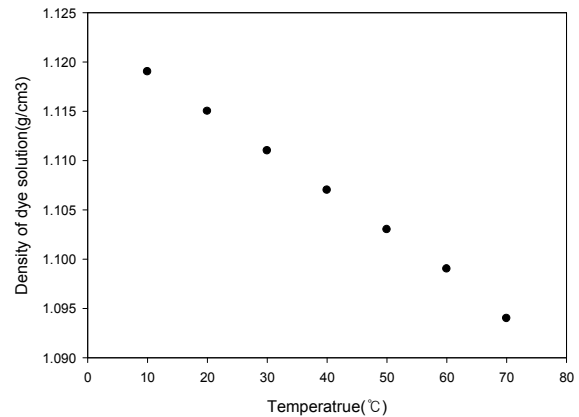


그림 4. 온도변화에 따른 20wt% 염료의 밀도

### 3) 무기 염(KCl) 첨가에 따른 20wt% 염료용액의 용해도

결정화 시에 추가된 염의 농도가 증가될수록 석출된 염료의 양이 많아 짐을 아래의 그림 5, 6. 에서 볼 수 있고, 온도의 영향을 보면 35 °C 의 경우 30 °C 일 때 보다 약 18% 정도 석출량이 많음이 확인 된다.

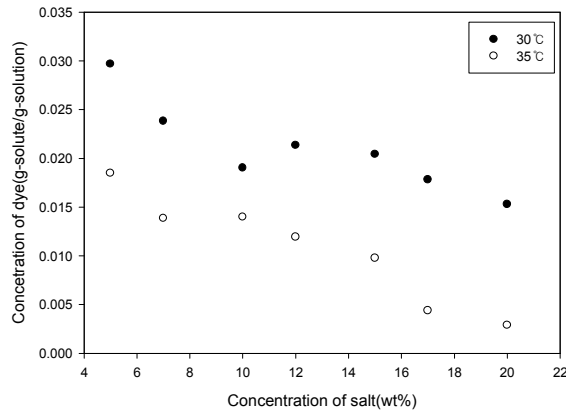


그림 5. 염 농도에 따른 결정화 후 여액 농도

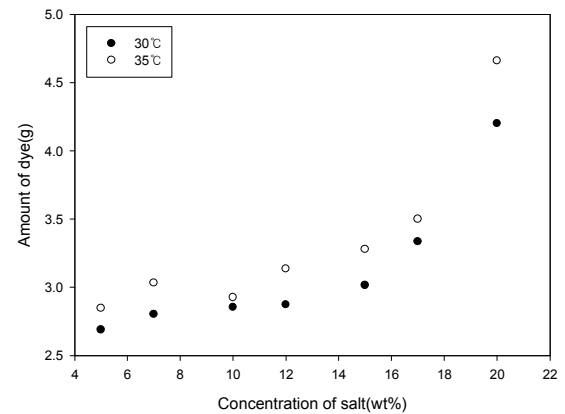


그림 6. 염 농도에 따른 석출량

#### 4. 참고문헌

- [1] Braun, I., schulz-Ekloff, G., Bockstette, M., & Wohrle, D. (1997). Microwave-assisted crystallization inclusion of coumarin and azo dyes in AIPO4-5 molecular sieves. *Zeolites*, 19(2-3), 128-132.
- [2] Mullin, J.W. Crystallization. -3Rev. ed
- [3] J.Nyvt, Batch salting-out crystallization, *Chem. Eng. Process.* 31 (1992) 39-42
- [4] Biddlecombe, R. A., & Pleasance, S. (1999). Automated protein precipitation by filtration in the 96-well format. *Journal of Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications*, 734(2), 257-265.
- [5] Kalra, A., Tugcu, N., Cramer, S. M., & Garde, S. (2001). Salting-in and salting-out of hydrophobic solutes in aqueous salt solutions. *Journal of Physical Chemistry B*, 105(27), 6380-6386.