

## 표면 작용기에 의한 실리카 입자의 분산 안정성 연구

이창훈, 박선희, 김종연, 김성현\*

고려대학교 화공생명공학과  
([kimsh@korea.ac.kr](mailto:kimsh@korea.ac.kr)\*)

### Study of dispersion stability of silica particle as surface's functional group

Chang Hun Lee, Sun Hee Park, Jung yeon Kim, Sung Hyun Kim\*  
Department of Chemical and Biological Engineering, Korea University  
([kimsh@korea.ac.kr](mailto:kimsh@korea.ac.kr)\*)

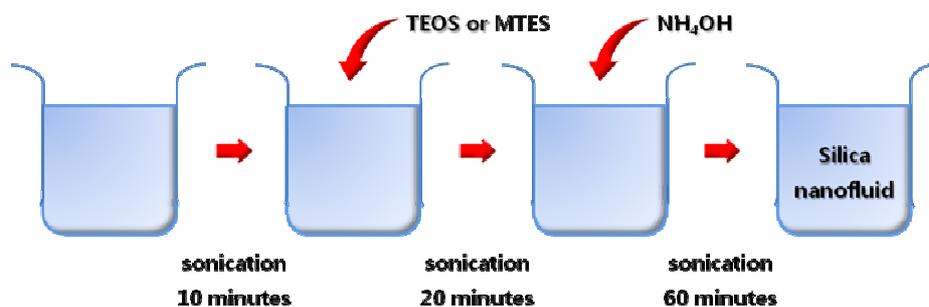
#### 서론

나노 입자 서스펜션(suspension)은 분산상인 나노 입자와 연속상인 용매로 이루어져 있는 시스템이다. 서스펜션을 이용함에 있어서 가장 중요한 점은 분산 안정성을 확보하는 것이다. 분산 안정성 확보를 위하여 영향을 주는 변수들에 대한 연구들이 활발하게 진행되고 있다. 기존 문헌에서 언급되고 있는 분산 안정성 변수로는 pH [1], 용매에 녹아있는 염(salt) [1]~[2], 입자의 크기 [3] 등이 있다.

이번 연구에서는 실리카를 대상으로 하여 표면 작용기가 다른 입자를 합성하여 입자의 극성과 용매의 극성에 따른 분산 안정성의 변화에 대해 측정해보았다.

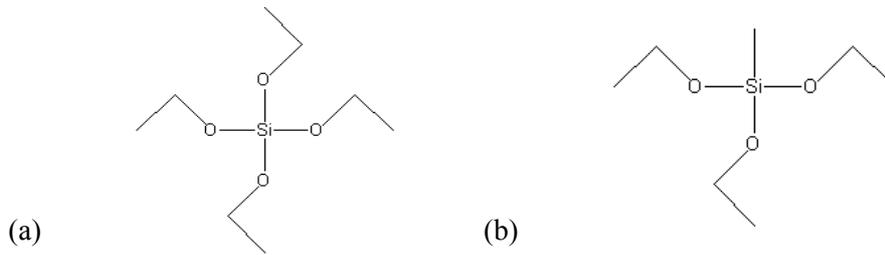
#### 실험

실리카 입자 합성은 졸-겔(Sol-Gel)법을 통해 합성한다 [4]. 졸-겔법은 증류수와 에탄올을 섞은 후 초음파 장치를 이용하여 혼합하고 TEOS(Tetraethyl orthosilicate)와 촉매가 되는 암모니아( $\text{NH}_4\text{OH}$ )를 넣은 뒤 1시간 동안 초음파를 가하는 과정이다 (Fig. 1). 이 과정 후 실리카 입자가 분산된 나노 유체가 형성되고, 감압 여과 장치를 이용해 파우더 형태의 실리카를 얻는다.



<Fig. 1 졸-겔법을 이용한 실리카 입자 합성 과정>

표면 작용기가 다른 실리카 입자 합성은 TEOS와 달리 메틸기를 갖고 있는 MTES(Methyltriethoxy silane)를 사용하여 수행하였다 [5]. TEOS와 MTES의 분자 구조는 Fig. 2와 같다.



&lt;Fig. 2 (a) TEOS (b) MTES의 분자 구조&gt;

이번 실리카 입자 합성 및 개질 실험에 사용된 시료량은 Table. 1에 정리하였다.

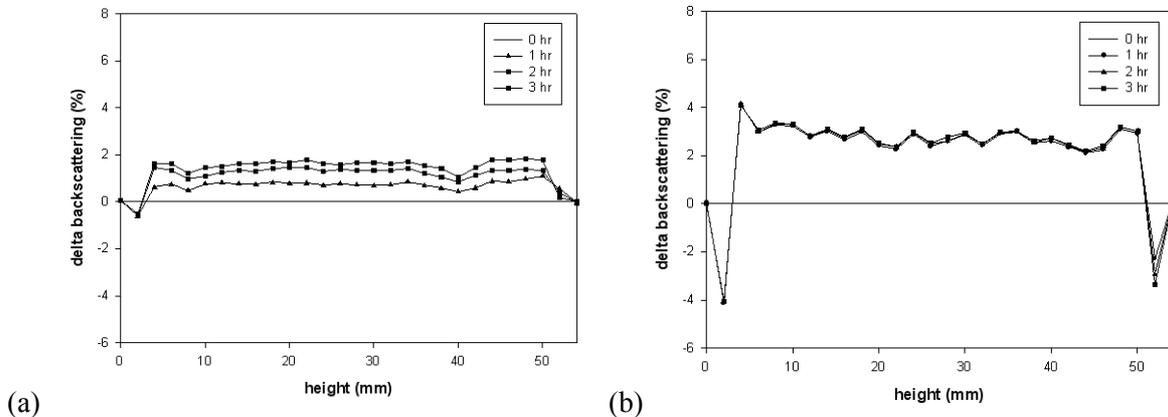
&lt;Table. 1 실리카 합성 과정에 사용된 시료량&gt;

시료 종류	증류수	에탄올	TEOS (MTES)	NH <sub>4</sub> OH
시료량	14 mol	8 mol	0.045 mol	0.84 mol

합성한 실리카 입자의 분산 안정성 변화 관찰은 세 가지로 경우로 진행되었고, 분산 안정성 측정은 Turbiscan을 이용하여 측정하였다. 실리카 분산 안정성 실험은 실리카 0.01 g을 50 ml의 톨루엔과 에탄올에 넣은 뒤 초음파를 가하여 분산시켜 수행하였다.

## 결과 및 토론

MTES와 TEOS를 이용해 합성한 실리카 입자의 톨루엔에 대한 분산 안정성 변화는 Fig. 3와 같다.

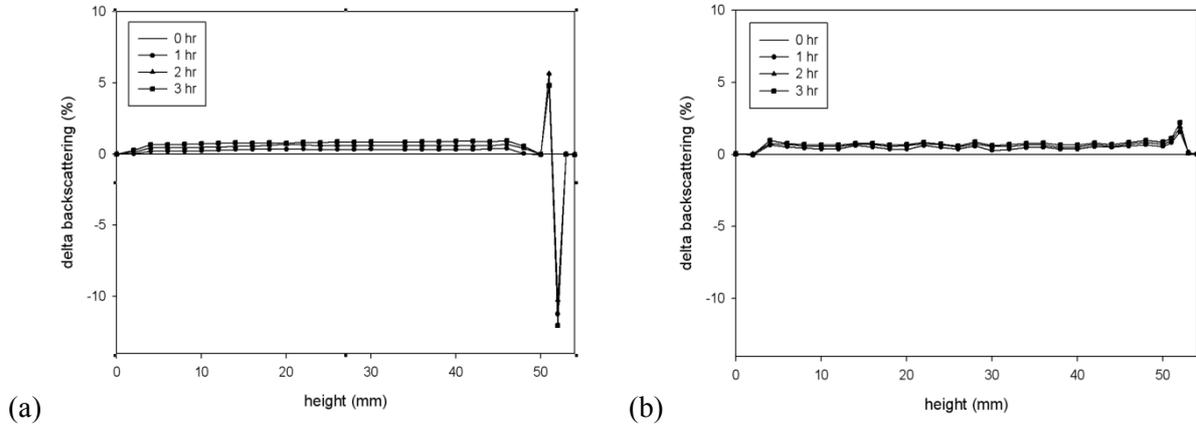


&lt;Fig. 3 실리카/톨루엔의 안정성 측정 결과; (a) MTES (b) TEOS&gt;

MTES 실리카의 경우 시간에 따른 시료 중간 부분에서의 delta backscattering 양이 증가를 하지만 시간이 지날수록 증가 폭이 감소하고 있고 시료 하단부의 측정값은 음의 값을 가짐을 확인할 수 있다. 이 결과는 톨루엔에 분산된 MTES 실리카 입자가 aggregation과 creaming 과정에 의해 불안정화되고 있음을 나타내주는 결과이다. TEOS 실리카의 결과를 보면 초기 1 hr 동안 시료 중간 부분에서 delta backscattering 값이 급격하게 증가하는 모습을 볼 수 있고, 시료 상단부와 하단부에서 급격한 감소를 확인할 수 있다. 시료 중간 부분의 급격한 증가는 TEOS 실리카의 aggregation을 설명해주는 부분이고 상단부와 하단부의 변화는 각각 sedimentation과 creaming을 설명해주는 결과이다. 실리카 입자를 톨루엔에 분산시킨 시료의 두 결과를 비교해보면 MTES가 TEOS보다 훨씬 안정하다는 결론은 얻을 수 없지만 비교적으

로 MTES를 이용해 합성한 실리카가 더욱 안정하다는 결론을 내릴 수 있다.

에탄올에 분산시킨 MTES와 TEOS를 원료로 합성한 실리카의 시간에 따른 분산 안정성 결과는 Fig. 4와 같다.



<Fig. 4 실리카/에탄올의 안정성 측정 결과 (a) MTES (b) TEOS>

MTES 실리카의 시간에 따른 에탄올에 대한 분산 안정성은 시료 중간 부분의 delta backscattering 증가와 시료 상단부의 급격한 증가와 감소로 나타난다. 시료 중간부의 측정값 증가는 aggregation의 결과로 나오는 결과이고, 시료 상단부의 급격한 변화 중 증가한 부분은 creaming, 감소한 부분은 sedimentation을 나타내는 결과이다. TEOS 실리카의 분산 안정성 변화 결과를 보면 시료 중간 부분과 시료 상단부의 측정값 증가를 확인할 수 있다. MTES의 경우와 같이 시료 중간부의 delta backscattering값의 증가는 입자가 시간이 지남에 따라서 aggregation되는 것을 설명해 주고, 상단부의 증가는 creaming을 나타내는 결과이다. 이 두 결과를 비교해보면 두 입자 모두 aggregation 과정이 진행됨을 확인할 수 있다. 그러나 측정값의 증가 추이를 보면 MTES의 경우는 증가폭이 일정한 반면, TEOS의 경우는 처음 1 hr 동안의 증가와는 달리 그 이후의 증가폭은 감소하고 있다. 그리고 시료 상단부의 delta backscattering의 증가는 MTES 실리카의 경우가 TEOS의 경우보다 급격하게 변화하고 있다. 따라서 MTES 실리카가 TEOS 실리카보다 에탄올에서의 분산성이 낮음을 이 결과로 확인할 수 있다.

MTES를 이용해 합성한 실리카의 톨루엔에 대한 분산 안정성은 TEOS를 이용해 합성한 실리카의 분산성에 비해 좋은 반면 에탄올에 대한 분산 안정성은 낮음을 확인하였다. 이는 표면에 극성을 띄는 -OH 기가 있는 TEOS 실리카와 표면에 -CH<sub>3</sub> 기가 있는 MTES 실리카의 극성 차이에서 기인한 것이다 [6]. 표면과 용매의 극성이 일치하는 경우 좋은 분산성을 보여주지만, 일치하지 않는 경우 낮은 분산 안정성을 갖는 결과가 이와 일치한다고 볼 수 있다.

## 결론

표면 작용기의 극성에 따른 분산 안정성을 평가하기 위하여 2가지 종류의 실리카 입자를 합성하였다. 실리카 합성은 졸-겔법을 통하여 합성하였고, 극성 실리카는 TEOS, 비극성 실리카는 MTES를 원료로 하여 합성하였다. 각 실리카의 극성과 용매의 극성에 따른 분산성 실험은 극성 용매인 에탄올과 비극성 용매인 톨루엔을 이용하여 수행되었다. 톨루엔에 실리카가 분산된 경우 TEOS 실리카는 MTES 실리카에 비해 aggregation과 creaming 현상이 많이 일어남을 확인할 수 있었다. 에탄올에 실리카 입자를 분산시킨 실험에서는 MTES를 이용해 합성한 실리카가 TEOS를 이용한 경우보다 creaming 현상이 급격하게 일어난 결과를 확인할 수 있었다. 이 결과를 통해 입자 표면의 극성과 용매의 극성이 일치하는 경우 더욱 좋은 분산

안정성을 확보할 수 있음을 확인하였다.

### 참고문헌

- [1] Min-Ho Oh, Jae-Hyun So, Jae-Dong Lee and Seung-Man Yang, Korean J. Chem. Eng., 16(4) 532-537 (1999)
- [2] Fumikatsu Tokiwa, Tetsuya Imamura, J. the American Oil Society, 46, 571-574 (1969)
- [3] Matthew L. Fisher, Miroslav Colic, Masa P. Rao, Fred F. Lange, J. Am. Ceram. Soc. 84(4) 713-718 (2001)
- [4] Kota Sreenivasa Rao, Khalil El-Hami, Tsutomu Kodaki, Kazumi Mastushige, Keisuke Makino, J. Colloid and Interface Sci., 289, 123-131 (2005)
- [5] Digambar Y. Nadargi, A. Venkateswara Rao, J. Alloys and Compounds, 467, 397-404 (2009)
- [6] Teofil Jesionowski, Andrej Krysztafkiewicz, Colloid and Interfaces A, 207, 49-58 (2002)