

졸-겔법을 이용한 실리카 코팅된 아연분말 제조

장정국, 안우영¹, 정현석¹, 임준혁*

부경대학교 화학공학과

¹티엔씨 (주)

(jhlm@pknu.ac.kr*)

Preparation of Silica Coated Zinc Powder using Sol-Gel Process

JUNG-GOOG JANG, WOO-YEONG ANN¹, HUN-SEOK JUNG¹, JUN-HEOK LIM*

Department of chemical Engineering, Pukyong National University

¹TNC inc

(jhlm@pknu.ac.kr*)

서론

분체의 경우 생성 프로세스에 따라 정도의 차이는 있으나, 대부분 벌크상태의 고체보다 표면에너지가 큰 상태로 존재하게 되며, 이에 따라 표면의 활성도가 증가하면서 물질이 가지고 있는 기능이 증대되거나 새로운 물성이 나타나게 됨으로써 다양한 산업분야에 유용하게 적용될 수 있게 된다. 반면 산화, 흡착, 응집, 비산 등이 급속하게 일어나 핸들링이 어려워지는 단점을 가지고 있으므로 분체가 가지는 표면특성을 효율적으로 활용하기 위하여 여러 가지 표면처리 기술을 통해 기능적인 측면과 물성적인 측면을 개선하려는 연구가 활발하게 이루어지고 있다.

평균입도(average particle size) $10\mu\text{m}$ 이하의 아연분말은 현재 방청도료에 가장 많이 사용되고 있는 안료로 개발도상국의 발전과 조선분야의 산업성장으로 그 수요가 꾸준히 증가하고 있다. 그러나 최근 아연자원의 가격상승과 도료업계의 비용절감 노력에 따라, 아연의 방청성능을 극대화함으로써 아연소모량을 줄일 수 있는 기술개발 수요가 크게 높아지고 있다. 또한 아연은 비중이 7.14로 용제 및 수지와 혼합하였을 때 분산이 용이하지 않고 쉽게 가라앉아 굳어지게 되므로 작업성과 저장성 문제를 야기해 왔다. 뿐만 아니라 산업의 발달로 인하여 도장환경이 더욱 가혹한 조건으로 바뀌었고 표면처리를 실시하지 않은 미세 아연분말은 약품 및 부식인자의 접촉에 더욱 취약하게 되어 산화가 보다 빠르게 진행되게 된다.

본 연구에서는 TEOS(tetra ethyl ortho silicate)를 사용하여 졸-겔법[1,2]을 실시함으로써 서브마이크론에서부터 평균입도 $3\mu\text{m}$ 이하인 아연분말의 표면을 실리카로 코팅하는 방법을 개시제, 염, 반응시간 등의 변수에 따라 실시하고 입도분석기(particle size analyzer), 이미지분석기(Image analyzer), 전자주사현미경(SEM) 등을 통하여 아연분말의 표면 분석, 성분 분석을 통하여 물리적, 화학적 특성을 비교 하였다.

실험

아연 분말을 TEOS로 3시간 이상 wetting시키고 필터를 통하여 wetting된 분말을 분리한다. 그 후 다양한 농도의 암모니아수와 에탄올 혼합용액을 첨가하여 용액 상에서 15

분간 교반한 후 NaCl용액을 천천히 첨가하면서 30분간 교반하고 필터를 거쳐 80°C에서 건조시킨다.

결과 및 고찰

실험의 조건에 따른 결과를 알아보기 위하여 실험의 조건 값을 Table 1.에 나타내었다.

Table 1. Condition of experiment

Parameter	Condition	Reagent	Remark
NaCl (aq) concentration[wt%]	1	● raw zinc powder (average particle size:1~3 μ m, Taewon Non-ferrous Co.,Ltd.)	temperature : room temperature
	6		
	12		
	18		
NH ₃ (aq) concentration[mol]	0.125	● Ethyl alcohol (95%)	mixing speed: 50rpm
	0.25	● NaCl (99%, Samchun Chemicals)	
	0.5	● NH ₄ OH (28.0~30.0%,Junsei Chemical Co.)	
	1		
	2		

실험을 진행하는 동안 온도는 실온상태로 고정하였고, 교반속도는 50rpm으로 고정시켜서 진행하였다. NaCl의 농도조건에 따른 입자의 평균크기를 Fig 1.에 나타내었다. Fig 1.에서 볼 수 있듯이 평균입자의 크기는 NaCl의 농도가 증가함에 따라서 상대적으로 감소하는 경향을 나타냈다. 이는 염의 첨가로 인한 실리카의 겔화반응이 빨라졌기 때문이라고 판단할 수 있다. 실험에서 암모니아의 농도가 큰 경우에는 그러한 경향성의 크기가 더욱 큰 값을 가지는 것으로 나타냈다.

암모니아의 농도에 따른 입자의 평균크기와 용액의 pH값을 Fig 2.에서 나타내었다. NaCl의 농도를 12%로 고정했고 암모니아의 첨가량이 증가할수록 입자의 평균크기가 증가하는 것으로 나타났다.

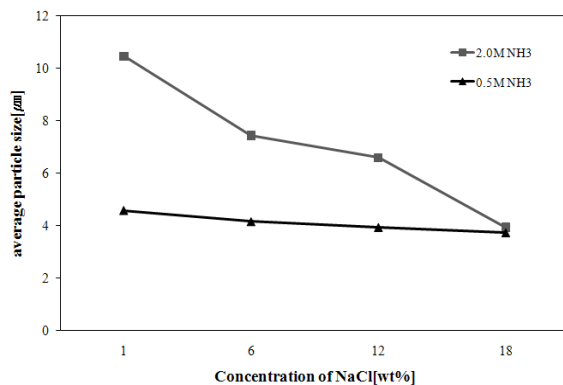


Fig 1. Particle growth with NaCl(aq) concentration(50rpm)

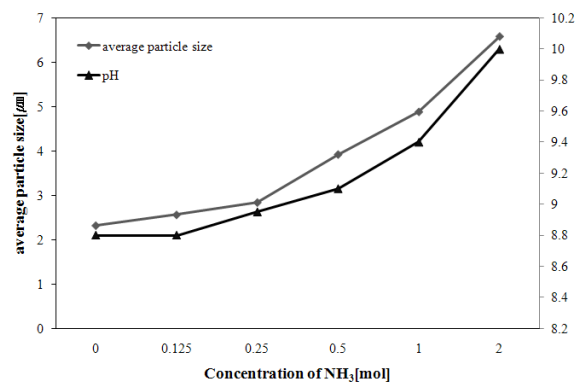


Fig 2. Particle growth and pH change with NH₃(aq) concentration(50rpm, 12wt% NaCl(aq))

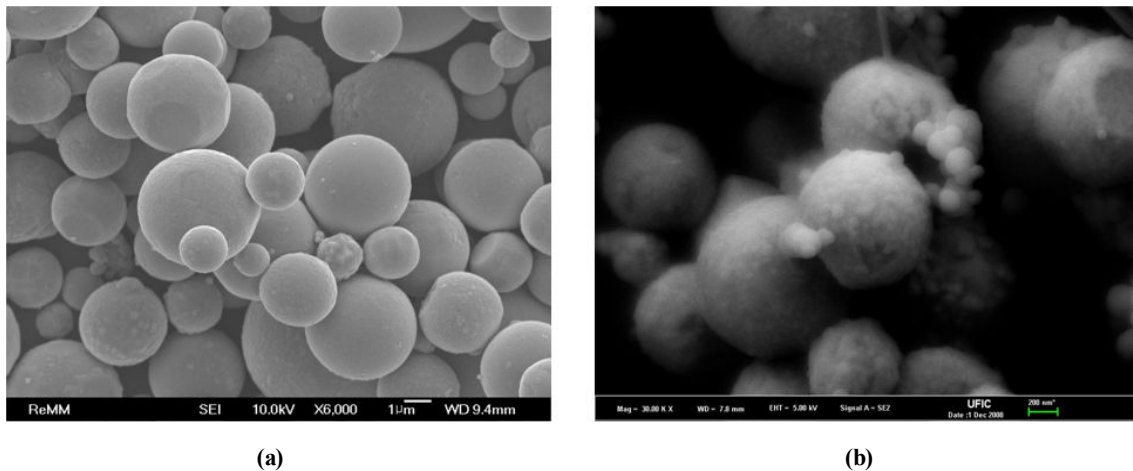


Fig 3. SEM data (50rpm, 2M $\text{NH}_3(\text{aq})$, 12wt% $\text{NaCl}(\text{aq})$) (a) zinc powder, (b) silica coated zinc powder

실험의 결과로 나온 입자의 표면특성을 알아보기 위하여 코팅 전의 아연 분말과 코팅 후의 입자의 SEM data을 Fig 3.에 나타내었다. 코팅전후의 입자의 형상에는 큰 변화는 없고 표면에 실리카가 코팅이 이루어졌음을 알 수 있다. 또한 코팅을 통해 입자의 비중이 달라짐을 Fig 5.에 나타내었다. 실험에서 측정된 아연분말의 비중은 6.598이다. 반면에 코팅된 입자의 밀도는 그보다 낮은 값을 가진다. 이는 분산성의 측면에서 코팅된 경우가 더 우수함을 나타낸다.

암모니아의 양에 따른 입자의 크기 분포를 다음의 Fig 4.에 나타내었다. 그림에서 보면 Zinc dust의 경우가 암모니아가 첨가된 경우에 비해 입도분포가 좁은 것으로 나타났고 암모니아의 농도가 증가함에 따라서 입도의 분포는 보다 높은 경향을 보였다. 또한 농도가 2M의 경우 20 μm 이상의 입도를 가진 입자를 확인할 수 있는데 이는 입자간의 응집이 일어난 것으로 판단된다.

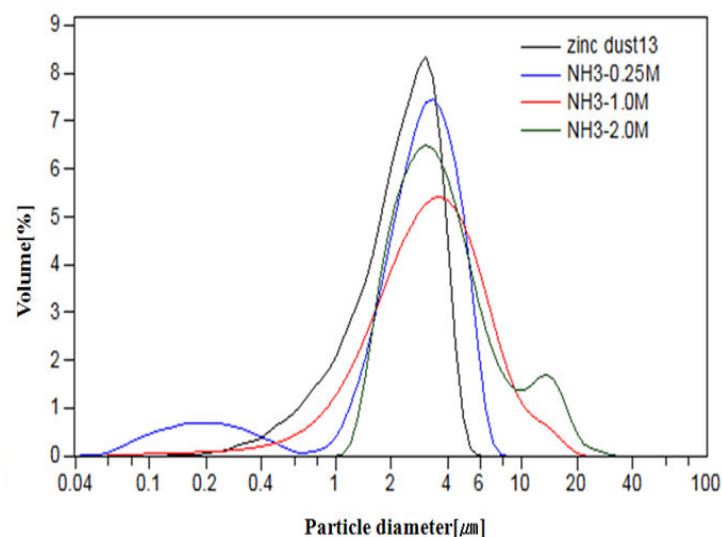


Fig 4. Comparison of particle size distribution with $\text{NH}_3(\text{aq})$ concentration (50rpm, 12wt% $\text{NaCl}(\text{aq})$)

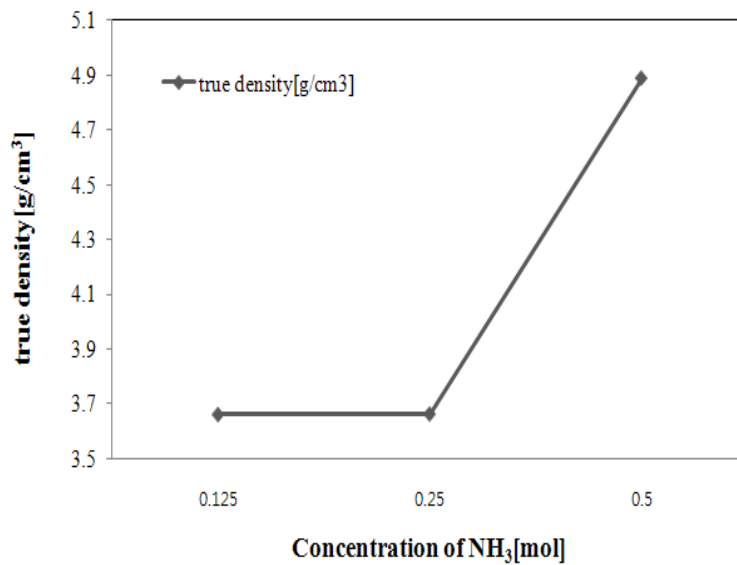


Fig 5. True density of the silica coated zinc powder on NH₃ concentration (50rpm, 12wt% NaCl (aq))

결론

NaCl의 농도가 12wt% 미만인 경우 입자간 응집이 발생하며, 농도가 높을수록 생성분말의 입자크기가 작아지는 것으로 나타났다. 암모니아의 경우 농도가 낮을수록 생성분말의 입자크기가 작아지며, 농도가 2M이상인 경우 일부 분말이 응집되는 현상이 발생하는 것으로 나타났다. 실험결과 비중의 감소로 분산성이 향상되는 것으로 알 수 있다.

참고문헌

1. Sang H. Hyun and Beom S. Kang, J. Am. Ceram Sci., 77, 1939 (1994)
2. Qunyin Xu and Marc A. Anderson, J. Am. Ceram Sci., 77, 1939 (1994)