

Rutile sand로부터 $K_2Ti_8O_{17}$ whisker의 합성

고두완, 이진식, 오치훈, 이철태
단국대학교 공과대학 화학공학과

The synthesis of $K_2Ti_8O_{17}$ whisker from rutile sand

Ko Du Wan, Lee Jin Sik, Oh Chi Hoon, Lee Chul Tae
Dept. of Chem. Eng., College of Eng., Dankook Univ.

서론

화학적 조성식이 $M_nO_y \cdot nTiO_2$ 로 표현되는 titanate 가운데 M이 K인 potassium titanate는 인공광물로서 많은 용도가 기대된다[1~2]. 이 가운데 n이 2와 4인 $K_2Ti_2O_5$ 와 $K_2Ti_4O_9$ 은 층상구조로 무기이온교환제나 다른 titanate의 유도체를 합성하기 위한 중간물질로 매우 유용하다[3]. 그리고 n이 6과 8인 $K_2Ti_6O_{13}$ 과 $K_2Ti_8O_{17}$ 은 안정한 터널구조를 이루고 있어서 플라스틱과 금속의 보강재, 열저항 및 단열재 그리고 brake 마찰재의 용도로 이용된다[4]. 특히 이러한 특성 외에 8티탄산칼륨은 구조적으로 6티탄산칼륨에 비해 많은 공극이 발생되므로 이온전도성을 갖을 수 있어 더욱 새로운 용도가 기대되는 물질이다[5,6]. 이 8티탄산칼륨의 합성방법은 기존의 6티탄산칼륨의 제조법인 소성법이나 용제법 등 직접적인 원료물질로부터의 합성이 어려우며, 층상구조를 갖는 4티탄산칼륨등의 중간상으로부터 이를 산처리 및 열처리를 통해 그 합성이 가능하다. 그러나 어느 경우에서든 이의 공업적 생산에서는 원료물질이 차지하는 비중이 크므로 경제성있는 8티탄산칼륨의 제조공정을 위해서는 값싼 원료물질로 대체 사용해야 할 것이다. 따라서 본 연구에서는 TiO_2 원을 천연 rutile 광물로 대체 사용하여 경제성있는 8티탄산칼륨 섬유를 제조하고자 하였다.

이론

Fig. 1에서 볼 수 있듯이 2티탄산칼륨과 4티탄산칼륨은 층상구조를 이루고 있으며, 6티탄산칼륨은 TiO_6 의 8면체가 3개 공유된 터널구조를 이루고 있어서 물리화학적으로 안정한 구조를 이루고 있다. 또한 8티탄산칼륨은 TiO_6 의 8면체가 4개 공유하며 그 내부에 2개의 K이온이 존재하는 매우 안정한 터널구조를 갖고 있어서 6티탄산칼륨의 특성을 그대로 유지하고 있으며 6티탄산칼륨의 경우 TiO_6 의 팔면체가 3개인데 비해 8티탄산칼륨은 TiO_6 의 팔면체가 4개 존재함에 따른 이온전도성의 특성을 나타내게 된다[7]. 이러한 8티탄산칼륨은 일반적인 합성방

법으로는 합성이 어려우며, 산처리 등에 의한 이온 교환과 열처리 등을 통한 구조변환을 통해서 합성해야 한다. 즉 중간상인 $K_2Ti_4O_9$ 의 산처리를 통해 K^+ 와 H^+ 이온을 1/2만큼 치환하여 $2KHTi_4O_9 \cdot nH_2O$ 를 제조하고 이를 열처리하여 H_2O 를 제거시킴으로 $K_2Ti_8O_{17}$ 의 섬유상을 얻을 수 있다.

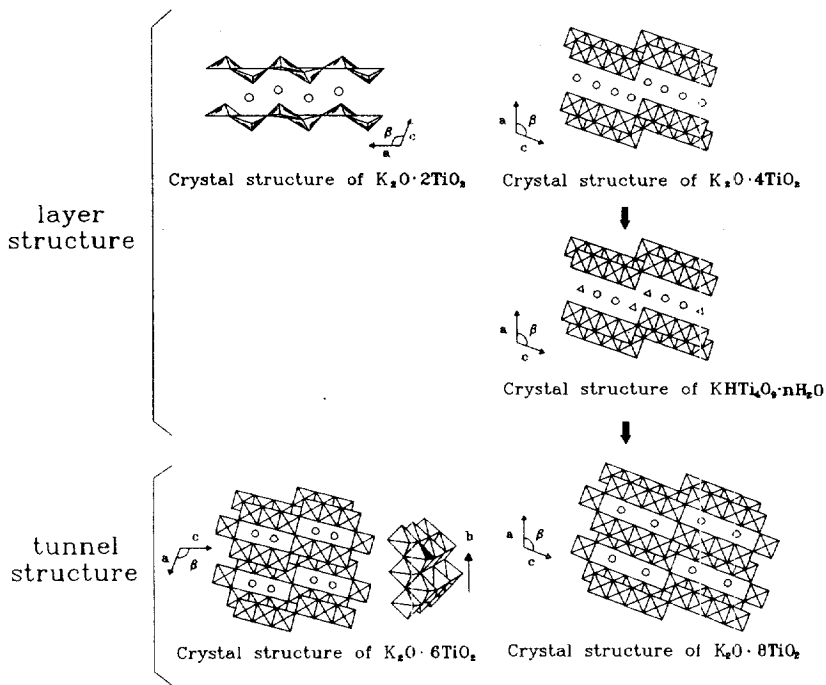
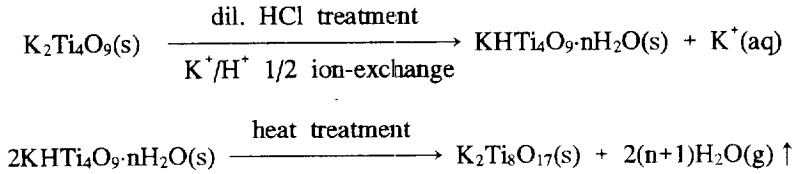


Fig. 1. Crystalline structure of the principal potassium titanates.

실험

본실험의 출발원료는 오스트리아산 95.31%의 rutile sand와 95%의 공업용 K_2CO_3 를 사용하였다. 그리고 합성된 시료는 XRD, EDS, ICP, SEM 등을 통해 확인하였다.

결과 및 토론

8티탄산칼륨을 합성하기 위해서는 중간상인 4티탄산칼륨을 합성해야 한다.

Fig. 2는 4티탄산칼륨을 합성하기 위한 반응물의 mole ratio의 변화와 비등수 처리 효과를 나타낸 것이다. 그림에서 볼 수 있듯이 4티탄산칼륨은 K_2CO_3 에 대한 TiO_2 의 반응 mole비 2.0에서 소성법으로 얻어진 초생상을 비등수 처리하여 얻을 수 있음을 알 수 있다. 또한 최종상은 적절한 산농도에서 산처리하여 $KHTi_4O_9 \cdot nH_2O$ 을 얻고 이를 열처리하여 8티탄산칼륨을 합성하였다.

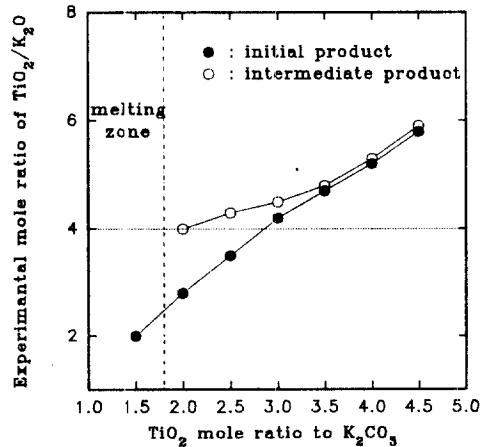


Fig. 2. Effect of mole ratio for the synthesis of potassium tetratitanate. (Fixed cond. : rxn. temp.:1000°C, rxn. time:3hrs, boiling water treatment:10 hrs)

Fig. 3은 합성된 중간상인 4티탄산칼륨과 8티탄산칼륨의 X선 분석결과다. 그림에서 볼 수 있듯이 시약으로 합성한 경우보다 다소 intensity는 낮으나 4와 8티탄산칼륨의 회절선이 잘 나타나 있음을 볼 수 있다.

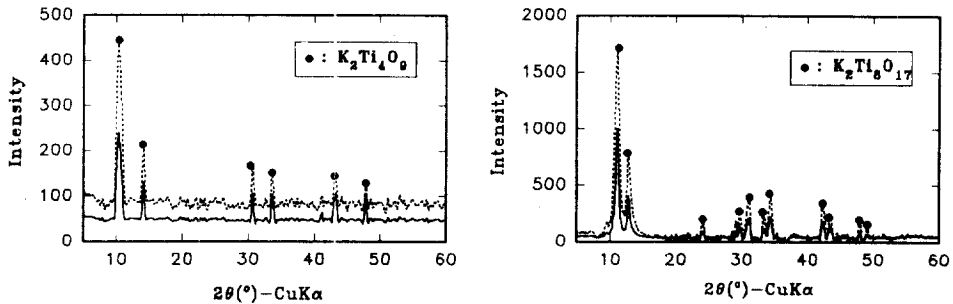


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of $K_2Ti_4O_9$ and $K_2Ti_8O_{17}$ synthesized by ion exchange reaction. [product synthesized by using reagent TiO_2 (—) and rutile sand (—)]

Fig. 4는 합성된 4와 8티탄산칼륨의 전자현미경사진이다. 그림에서 볼 수 있듯이 중간상인 4티탄산칼륨은 섬유상의 길이가 $40\mu\text{m}$ 이고 8티탄산칼륨은 섬유상의 길이가 $23\mu\text{m}$ 이다.

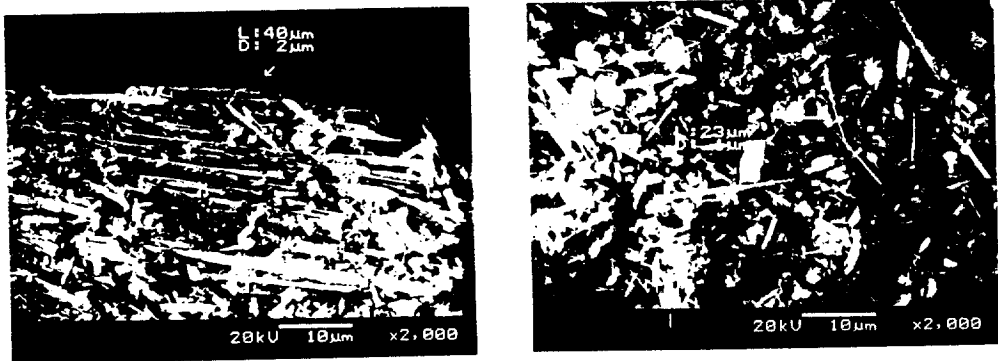


Fig. 4. Scanning electron micrographs of $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ and $\text{K}_2\text{Ti}_8\text{O}_{17}$ synthesized by ion exchange reaction.

참고문헌

1. Y. Fujiki, Y. Komatsu and Ohta, Chem. Lett., 1023(1980).
2. T. Sasaki, Y. Komatsu and Y. Fujiki, *ibid.*, 957(1981).
3. Y. Fujiki and Y. Komatsu, T. Sasaki, Yogyo-kyokai-shi, 94(3), 313(1986).
4. T. Sasaki and Y. Fujiki, 세라시트라ヌ, 27(5), 432(1992).
5. C. T. Lee, u.s.Choi and Y. M. Kim, J. Korean Ind. & Eng. Chem., 5(1), 160 (1994).
6. C. T. Lee et al, J. Korean Ind. & Eng. Chem., 5(3), 478(1994)
7. T. Sasaki et al, J. Solid State Chem., 92, 537(1991).