

## 회분식 결정화기에서 반응성염료(RB8)의 결정성장속도

정형기, 한현각\*, 권칠선, 강혜진

순천향대학교

(chemhan@sch.ac.kr\*)

### Crystal Growth rate of Reactive Dye (RB8) in the Batch Crystallizer

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. 반응성 염료는 1950 년대에 처음으로 개발 되었고 이는 면과 같은 섬유 염색에 사용된다. 반응성 염료는 합성 후 염석결정화법으로 얻어진다. 염석결정화 공정은 고 순도의 정밀화학 제품 생산, 장치 및 조작이 용이한 장점이 있는 반면에 현상의 이론적 해석이 어렵고 결정이 만들어지는 중에 혼합 용액에 첨가되는 용매와 혼합하여 새로운 혼합용액이 되므로 이 용액의 특성변화에 대한 기초연구가 필요하다. 본 연구에서는 회분식 반응기에서 염석결정화 법을 이용하여 검은색을 띠는 반응성 염료인 Reactive Black 8(RB8) 염료 결정화 시에 반응기에서 염료의 결정 성장속도에 대하여 연구 하였다.

#### 2. 실험

##### 2.1 염료(RB-8) 파우더의 결정 성장

연구 방법은 2L Double Jacket 반응기에서 20wt% 용액에 염 15wt%를 주입하고 두께가 10mm 인 PVC 를 이용하여 내부 용량이 16ml 반응기를 제작하여 염료를 Glue 를 이용해

Wire 끝에 붙여서 무게를 측정한 다음에 염료가 붙은 부분만 16mm 반응기안에 염료결정을 넣고 2L 반응기와 연결하여 MICRO PUMP(EYEL 4)로 2.7ml/min 으로 모액을 흘려 보내었다. 이 결정성장 실험 장치는 그림 1에 나타내었다.

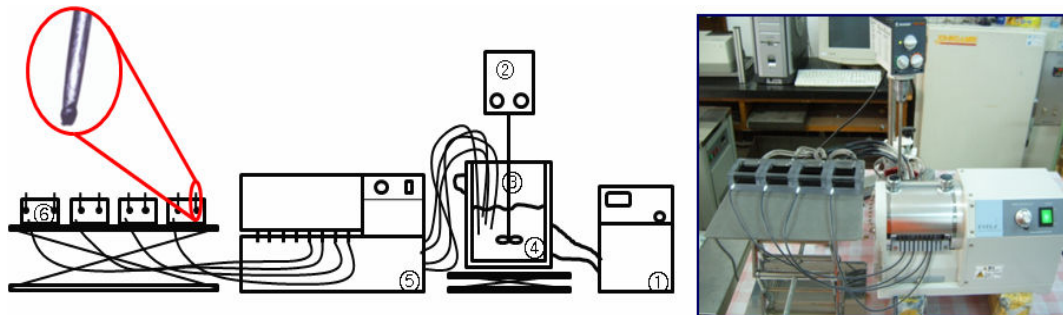


그림 1. 염료 결정 성장실험 장치

이때 온도는 25℃, 교반 속도는 70rpm으로 유지하면서 반응 시간은 6시간 동안 하였다. 매 30분마다 샘플링 하여 모액의 농도를 측정하였고 넣어둔 wire는 매 시간마다 한 개씩 빼내어 건조 후에 무게를 측정하였다. 여기서 측정한 무게와 염료의 밀도를 이용하여 반응 후 염료의 길이 변화를 계산하였고 그 길이 변화를 시간변화로 나누어 G 값을 계산 하였다. 반응 중에 30분마다 UV 측정하여 검량선을 이용하여 구한 농도와 염료 용해도 데이터로부터  $\Delta c$ 를 계산하였다. 여기서 구한 G 값과  $\Delta c$  값을 이용하여 kg 값과 g 값을 계산하였다

### 3. 결과 및 고찰

농도변화와 무게 변화로부터 계산한 G 값과 값을 이용하여 log-log plot 한 그래프는 그림 2-(a), (b), (c)에 나타난 것과 같고 이 그래프에서 Fit Curve 식을 구하고 이 식에서 기울기와 절편으로 kg 값과 g 값을 계산 하였다. 그 결과 실험 조건인 25℃에서 무기 염(KCl) 10wt% 투입 했을 때 kg:  $1.706 \times 10^{-5}$ , g: 0.9855, 무기 염(KCl) 15wt% 투입 했을 때 kg:  $9.005 \times 10^{-6}$ , g: 0.7972, 무기 염(KCl) 20wt% 투입 했을 때 kg:  $4.244 \times 10^{-6}$ , g: 0.7727 이고 무기 염은 15wt% 투입 하고 실험 온도가 25℃일 때 kg:  $9.005 \times 10^{-6}$ , g: 0.7972, 30℃일 때 kg:  $0.4937 \times 10^{-6}$ , g: 2.2062, 35℃일 때 kg:  $2.7428 \times 10^{-7}$ , g: 0.890 로 계산 되었다. 이와 같이 여러 조건 하에서 염료의 결정은 매우 느리게(약  $10^{-6}$ ) 성장 한다. 실험 전과 실험 시작 4시간 후의 염료 현미경 사진은 그림. 4에 나타내었다.

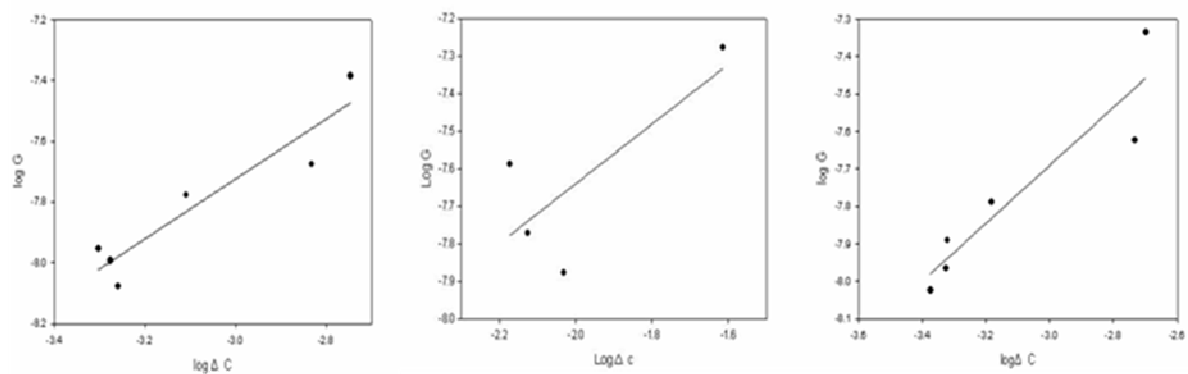


그림 2. G 와  $\Delta c$  의 log-log plot at 25°C (a) 무기염 10wt% (b) 무기염 15wt% (c) 무기염 20wt%

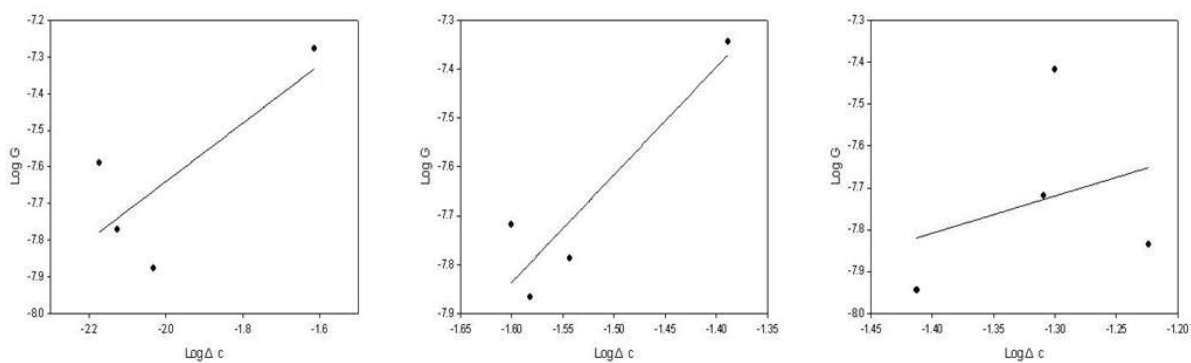
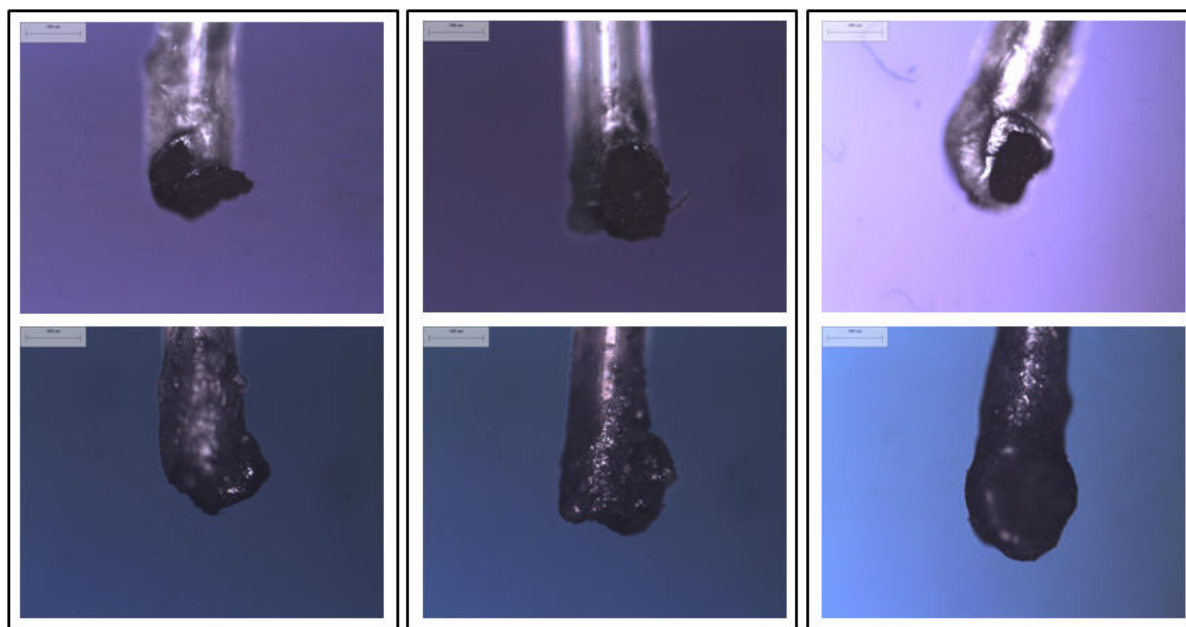


그림 3. G 와  $\Delta c$  의 log-log plot added 15wt% salt (a) 25°C (b) 30°C (c) 35°C



(a) (b) (c)

그림 4. 결정 성장 실험 전(위)과 4 시간 후(아래) 현미경 사진 ( $\times 100$ ) (a)25°C (b)30°C (c)35°C

#### 4. 참고문헌

- [1] Mullin, J.W. Crystallization. -3Rev. ed
- [2] Peter Wiseman. Industrial Organic Chemistry. 2ed
- [3] 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
- [4] R. Mohan, A. S. Myerson / *Chemical Engineering Science* 57 (2002) 4277 – 4285
- [5] S. Ouiazzane et al. / *Journal of Crystal Growth* 310 (2008) 798–803
- [6] Gulbahar Akkaya, Ilhan Uzan, Fuat Guzel. *Dyes and Pigments* 73 (2007) 168-177