

## 점토광물로 부터 백카본, 실리카겔 및 황산반토 개발에 관한연구

박희찬 · 조원제\* · 최경남  
부산대학교 무기재료공학과  
\*부산대학교 고분자공학과  
(1987년 7월 10일 접수)

### Development of White Carbon, Silica Gel and Aluminum Sulfate from Clay Minerals

H. C. Park, W. J. Cho\* and K. N. Choi

Dept. of Inorganic Materials Eng., Pusan National University

\*Dept. of Polymer Science & Eng., Pusan National University

(Received July 10, 1987)

#### 요 약

우리 나라에 다량 매장되어 있는 국내산 점토 광물 및 제올라이트 광물을 이용하여 황산 반토, 백 카본 및 실리카 겔의 제조 가능성을 검토하였다.

황산 반토는 황산 처리법으로 제조하였고 백 카본 및 실리카 겔은 황산 반토 제조시 부산물로 얻어진 실리카 잔사분으로부터 조제하였다.

백 카본은 황산 수용액과 규산나트륨을 반응시켜 조제하였다. 여기서, 규산나트륨 용액은 오토크레이브 내에서 실리카와 수산화나트륨을 반응시켜 조제하였다. 카올린 및 제올라이트로부터 황산 반토 제조에 대한 적정 반응 조건은 황산 농도 10%, 반응 온도 80°C, 반응 시간 3시간 이었다. 적정 조건하에서 얻어진 황산 반토, 백 카본 및 실리카 겔의 순도는 각각 98.5%, 97.0% 및 97.0%였다.

#### ABSTRACT

In this study the attempts were made to investigate the possibilities of using domestic clay minerals and zeolite, which are available in almost unlimited quantities, for preparation of aluminum sulfate, white carbon and silica gel.

Aluminum sulfate was obtained by the method of sulfuric acid treatment. White carbon and silica gel were prepared by utilizing crystalline silica which was obtained as a by product during preparing the aluminum sulfate.

White carbon was obtained by reacting 5.0 weight percent sulfuric acid solution with water glass which was a reaction product of crystalline silica and sodium hydroxide in an autoclave, while silica gel was obtained by reaction 10.0 weight percent acetic acid solution with water glass.

The proper conditions for the aluminum sulfate from both kaolin and zeolite were 10.0 weight percent sulfuric acid solution, reaction temperature 80C and reaction time 3hrs.

The investigations of preparing the above products have shown that both kaolin and zeolite can be raw materials for obtaining aluminum sulfate, silica gel and white carbon.

The purity of aluminum sulfate, silica gel and white carbon was 98.5%, 97.0%, 97.0% and 97.0%, respectively.

## 1. 서론

하동 및 산청 지역에서 산출되는 할로이사이트질 카오린은 약 44% SiO<sub>2</sub>, 38% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 함유하고 있는 원료로서 주로 도자기, 내화물 원료 및 각종 충전제등으로 사용되고 있다. 영일, 갑포 및 구룡포 지역에 불석(Zeolite)이 약 250만톤, 갑포 지역에 벤토나이트질 점토 약 410만톤이 매장되어 있으며 이들은 평균 60% SiO<sub>2</sub>, 15% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 함유하고 있다.

제오라이트는 양 이온을 교환할 수 있는 성질을 가지고 있으므로 농약이나 비료 공업의 충전제 및 상하수도용으로 사용되고 있다. 그러나, 이들 광물에서 고무 보강제와 프라스틱 공업의 충전제로 많이 쓰이고 있는 백 카본이나 폐수 처리, 제지 싸이징에 많이 쓰이고 있는 황산 반토등 고가의 화학 약품을 제조하는 연구는 거의 보고되어 있지 않고 있다.

황산 반토의 제법은 보옥사이트광에 황산을 처리하여 제조되는 황산 처리법이 널리 알려져 있다. 그러나, 보옥사이트광은 세계적으로 특정 지역에 국한되어 있고 그 수급 상황이 날로 어려워지고 있다. 각국에서는 보옥사이트 이외의 광물로부터 황산 반토와 알루미늄 제조 연구를 활발히 진행하고 있다.<sup>1-4)</sup> 특히, 우리나라와 같이 보옥사이트가 산출되지 않는 나라에서는 국내산 함 알루미늄 광물을 이용한 황산 반토 제조법이 연구 개발되어야 할 것이다.

본 연구의 목적은 경남 산청산 카오린과 경북 영일산 제올라이트로부터 황산 반토, 실리카 겔 및 백 카본 제조법을 이용하여 황산 반토를 제조하고자 하였다. 또한, 황산 반토 제조 공정에서 부산물로 분리된 실리카로부터 규산소다 용액을 제조하고 이 용액에 초산과 황산으로 각각 축합과 분해 반응을시켜 실리카 겔과 백 카본을 제조하고자 하였다.

## 2. 실험

### 2.1 출발 물질

본 연구에서는 경남 산청 백색 카올린과 경북 영일 제오라이트를 원료로 사용하였다. 이들 원료를 일차 분

Table 1. Chemical Compositions of Natural Kaolin and Zeolite.

comp. samp.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	lg. loss
Kaolin	44.5	38.5	2.18	0.30	-	0.26	10.54
Zeolite	63.0	15.1	4.8	0.63	1.24	-	11.08

쇄한 후 볼 밀에서 습식 분쇄하여 표준체로 230 mesh 통과분율 건조시킨 후 산에 대한 용출을 높이기 위하여 830°C에서 하소시켰다.<sup>5)</sup> 사용된 천연 원료의 화학 조성은 Table 1과 같다. X-선 회절 분석 결과 카올린을 구성하는 주 광물은 할로이사이트와 석영으로 분석되었다. 그리고, 천연 제오라이트는 X-선 회절 시험 결과 주로 clinoptilolite와 실리카 질의 제오라이트임을 확인하였다.

### 2.2 실험방법

#### 2.2.1 황산 반토 제조

하소된 각각의 시료 6g에 황산 200 ml를 가하고 항온조에서 반응 처리하였다. 이것을 여과하여 주 성분이 황산 반토인 여과 용액과 주 성분이 SiO<sub>2</sub>인 불용성 잔사로 분리하였다. 이 여과 용액을 비중이 1.3 정도로 농축시킨 후 침윤의 에탄올을 농축액의 9배(부피)가하여 황산 반토 결정을 얻었다.

본 연구에서는 황산 농도, 반응 온도 및 반응 시간의 변화에 따른 황산 반토 생성 전화율을 조사하였다. 생성 전화율은 원료중에 함유된 전 산화 알루미늄이 황산 반토로 100% 반응하였다고 가정하고 이론 황산 반토량에 대하여 실제 반응된 황산 반토의 실험 측정량을 백분율로 표시하였다.

본 연구에서 제작된 반응 장치는 Fig. 1과 같다. 병각기와 온도계가 부착된 플라스크에 용액, 시료 및 교반기를 같이 넣어 항온조에서 가열되어 반응되도록 제작하였다.

#### 2.2.2 규산나트륨 용액 제조

황산 반토 제조 과정에서 산 처리 반응 종료 후 황산 반토와 불순물을 포함하는 여과 용액과 주 성분이 SiO<sub>2</sub>인 불용성 잔사로 분리하였다. 이와 같이 분리된

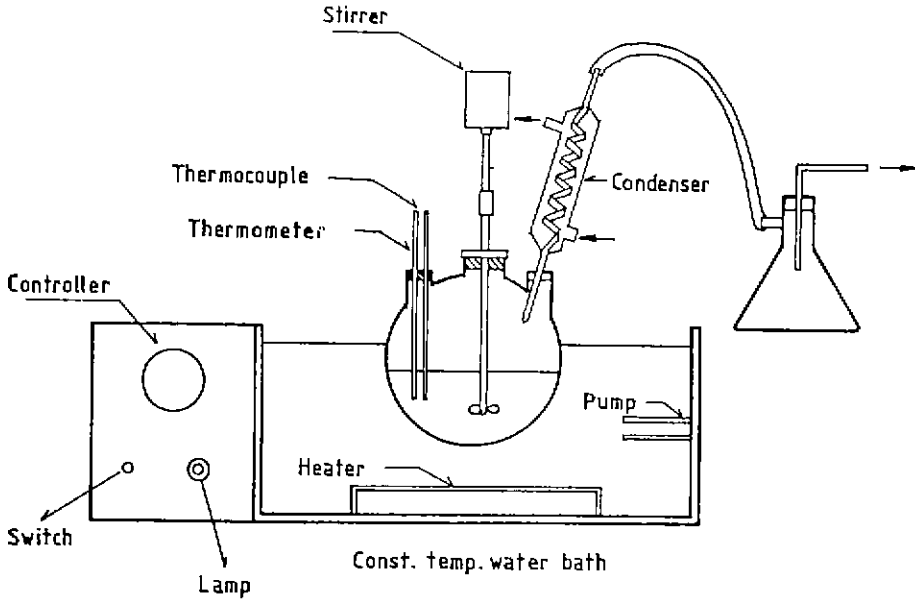


Fig. 1. Schematic diagram of experimental apparatus.

잔사에 수산화나트륨 용액을 가하고  $\text{Na}_2\text{O} \cdot x \text{SiO}_2$  의 물 비가 1 : 3.3 이 되도록 혼합하여 오토클레이브(autoclave) 내에서 반응시켜 물 유리 용액을 제조하였다.<sup>9~11)</sup>

본 연구에서 오토클레이브는 미국 AUTOCLAVE ENGINEERS, INC. 제로서 SERIAL NO. E 85 ~ 10251 ~ 1, Max 650 °F, 1 Liter 를 사용하였다.

### 2.2.3 실리카 겔 제조

제조된 규산나트륨 용액을 비중이 1.3 정도로 농축시킨 후 10%, 200 ml 아세트산에 pH가 4.65에 도달할때까지 서서히 주입하여 24시간 방치시킨 다음 gel 상태를 파괴시키면서 pH가 7에 도달할때 까지 반복 수세하고 200 °C에서 완전히 건조시켜 실리카 겔을 제조하였다.<sup>12~14)</sup>

### 2.2.4 백 카본 제조

규산나트륨 용액(비중 1.3 정도)에 (80 °C로 가열하면서) 5 vol. % 황산을 가하고 분해 반응시켜 백 카본을 제조하였다. 황산 주입은 알칼리성을 띠지 않는 pH 6 ~ 7에서 중단하고 망조( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )의 생성 방지를 위하여 반복 수세하고 고무 충전제 및 보강제로서의 적정 수분 함유량 9 ~ 10 wt. %가 되도록 105 °C에서 2시간 건조시켰다.

### 2.2.5 사용 기기

사용 기기로는 일본 Rigaku 사제의 열 중량 분석 기

기, 시차 열 분석 기기, X-선 회절 장치, 일본 JEOL 사제의 전자 현미경을 사용하였다. 열 중량 분석 기기와 시차 열 분석 기기의 가열 속도는 10 °C/min 으로 하였다.

X-선 회절 장치 사용 조건은 다음과 같다.

Cu - K $\alpha$  radiation (40 kV, 20 mA)

scannig speed : 2 °C/min

full scale : 1,000 cps

time constant : 1 sec

divergence slit : 1° - 0.6 mm - 1°

주사형 전자 현미경 사용에 있어 가속 전압은 20kV 로 하였으며 시료의 표면을 Au 로 증착하였다.

## 3. 실험 결과 및 고찰

### 3.1 황산 반토

#### 3.1.1 황산 농도에 따른 황산 반토 생성

황산 농도(wt. %)를 변화시키면서 80 °C에서 3시간 반응시켰다. 그 결과에 대한 황산 반토의 생성 전화율은 Fig. 2와 같다. 제올라이트에 비하여 카올린이 전 황산 농도 범위에서 걸쳐 황산 반토 생성 전화율이 큰것을 알수 있다. 또한, 카올린과 제올라이트 다 같이 황산 농도 10%일때 황산 반토 생성 전화율이 가장 높고 황산 농도가 10%이상으로 커지면서 황산 반토 생성 전화율이 감소함을 알 수 있다. 10% 황산으

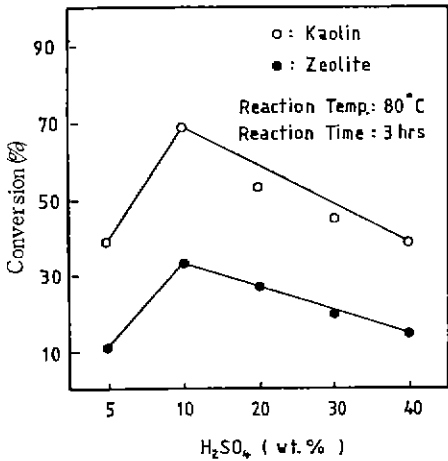


Fig. 2. Effect of sulfuric acid concentration on formation of aluminum sulfate from the kaolin and zeolite.

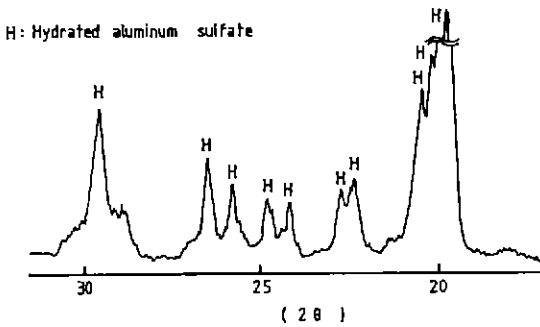


Fig. 3. X - ray diffraction pattern of aluminum sulfate obtained from chemically treated kaolin.

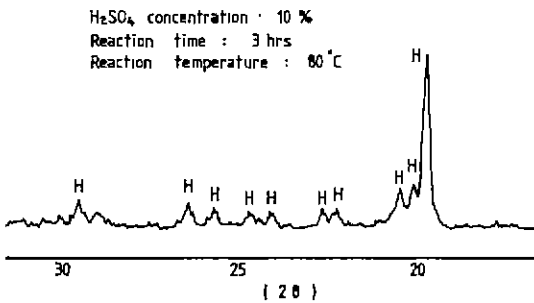
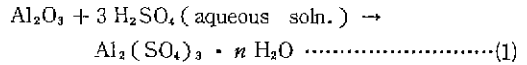


Fig. 4. X - ray diffraction pattern of aluminum sulfate obtained from chemically treated zeolite.

로 80 °C에서 3시간 동안 반응시켜 생성된 황산 만토의 X-선 회절도는 Fig. 3 과 Fig. 4 와 같다.

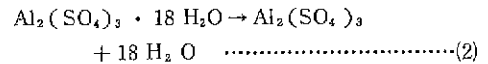
생성된 황산 만토는  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ 로 확인되었다. 원료중에 함유된 알루미늄 성분이 황산과 반응하여 황산 만토가 생성되는 주 반응은 다음과 같이 표시할 수 있을 것이다.



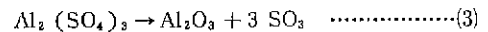
생성된 황산 만토의 순도는 98.5 %였고 불순물로는 미량의 칼슘염과 금속염으로 나타났다. 생성된 황산 만토의 확인 및 결정수를 측정하기 위하여 X-선 회절 시험의에 열 분석 시험을 하였다. 그 결과는 Fig. 5 와 같다.

열 분해 반응은 2 단계를 거쳐 일어남을 알 수 있다. 제 1 단계는 약 150 °C 부근에서 탈수 반응이고 제 2 단계는 약 750 °C 부근에서 황산 이온의 분해 반응이라 추정 하였으나 이를 확증하기 위하여 다음과 같은 검토를 하였다. 열 분해 과정의 화학 반응은 다음과 같이 단계별로 이루어진다고 가정하여 각 단계의 온도 범위에서 중량 감소량을 조사하였다.

즉, 제 1 단계 열 분해 반응



제 2 단계 열 분해 반응



상기 이론 반응식에 기본을 두고 각 단계에서 이론 값과 실험값을 비교하여 보았다.

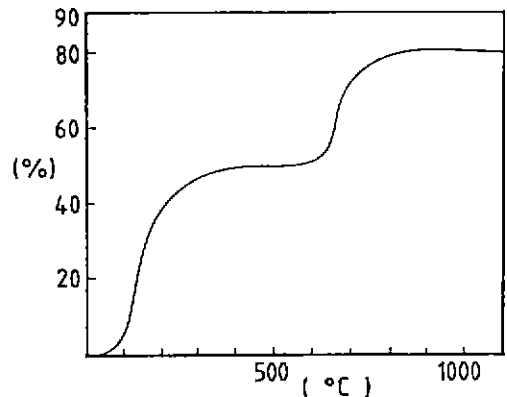


Fig. 5. TG curve of aluminum sulfate.

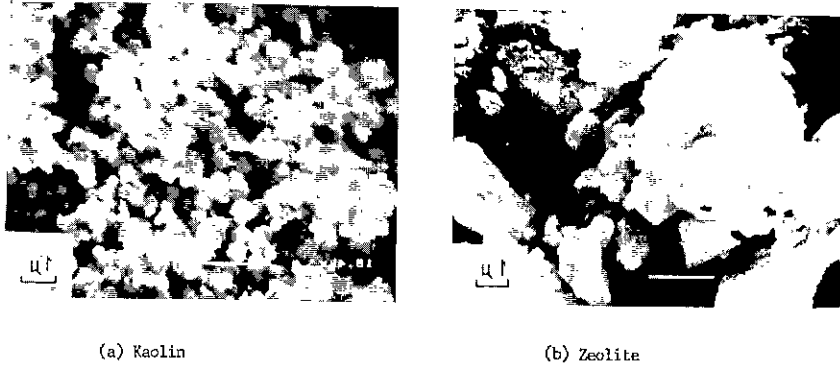


Fig. 6. SEM photographs of aluminum sulfate obtained from (a) kaolin and (b) zeolite.

1 단계에서 이온 분해율과 실측 분해율은 각각 48.64%와 48.96%였고 제 2 단계에서 이온 분해율과 실측 분해율은 각각 29.79%와 30.06%였다. 이와 같이 두 값은 거의 일치하고 있다. 따라서, 황산 처리에 의한 상거 반응조건으로 황산반토를 제조할 수 있음을 확인할 수 있었다. 카올린과 제올라이트에 각각 10% 황산, 반응 시간 3시간, 반응 온도 80°C 조건으로 제조된 황산 반토의 주사형 전자 현미경 사진은 Fig. 6과 같다. 이 사진에서 보는 바와 같이 카올린으로부터 얻어진 황산 반토 결정은 약 3.0 μm 이상으로, 제올라이트로부터 얻어진 황산 반토 결정에 비하여 큰 입径의 응집체를 보이고 있다.

### 3.1.2 산 처리 시간에 따른 황산 반토 생성

상기 실험 결과, 10% 산일때 황산 반토의 생성율이 68.62%(카올린), 33.0%(제올라이트)로 최대였다. 따라서, 황산 농도를 10%로 고정시키고 80°C에서 산처리 시간을 변화시킨 결과는 Fig. 7과 같다. 반응 시간이 길어짐에 따라 황산 반토의 생성율은 증가하고 있고 3시간 동안 반응시켰을때 최대량을 보이고 있으나 반응 시간이 3시간 이상이면 생성량이 감소하는 경향을 보이고 있다.

### 3.1.3 산 처리 온도에 따른 황산 반토 생성

상기 실험 결과와 같이 10% 황산에 3시간 반응 처리하였을때 황산 반토 생성율이 최대였으므로 10% 황

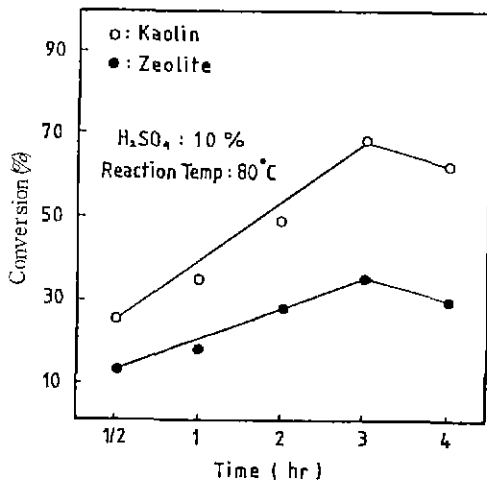


Fig. 7. Effect of reaction time on formation of aluminum sulfate from kaolin and zeolite.

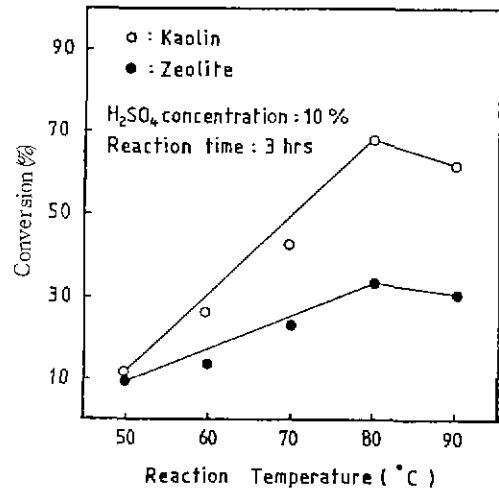


Fig. 8. Effect of reaction temperature on formation of aluminum sulfate from kaolin and zeolite.

산, 반응 시간 3시간으로 고정시키고 반응 온도에 따른 황산 반토 생성을 실험을 하였다. 이 실험 결과는 Fig. 8과 같다. 전체적인 황산 반토 생성율은 반응 온도가 높아짐에 따라 증가하고 있으나 80 °C이상에서는 감소하는 경향을 보이고 있다. 또한, 황산 반토의 생성율은 카올린이 제올라이트에 비하여 더 큰 값을 보이고 있다.

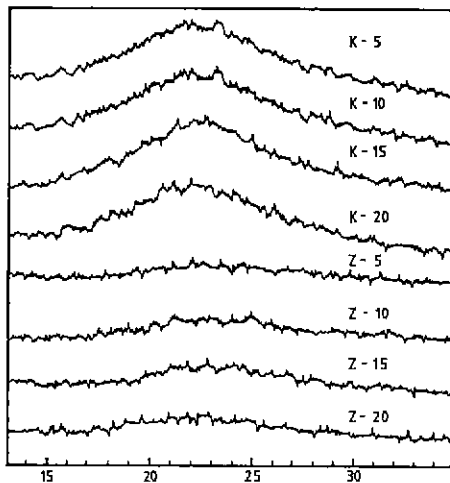
3.2 실리카 겔

3.2.1 실리카 겔의 생성 반응

황산 반토 제조 과정에서 얻어진 침출 잔사에 수산화나트륨을 가하고 오토클레이브(autoclave)에서 가압 반응시켜 규산나트륨 용액을 제조하고 이 용액에 아세트산을 처리하여 실리카 겔을 제조하였다. 카올린과 제올라이트로부터 얻어진 침출 잔사중 실리카의 함량은 Table 2과 같으며 실리카의 함량은 각각 79.8%와 82.5%였다. 규산나트륨 용액의 주 생성 반응은 다음과 같이 표시할 수 있다.

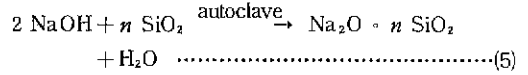
Table 2. Compositions of Leach Residue.

comp. samp.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ig. loss
Kaolin	79.8	11.55	8.54
Zeolite	82.5	10.54	6.01

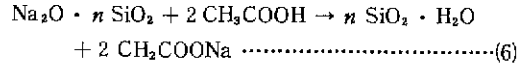


(2θ)

Fig. 9. X-ray diffraction patterns of silica gels obtained from kaolin and zeolite at various pressures. K : Kaolin Z : Zeolite K-5 denotes that silica gel is prepared at 5 kg f/cm<sup>2</sup> in pressure.



또한, 아세트산과 규산나트륨 용액이 반응하여 실리카 겔이 생성되는 주 반응은 다음과 같이 표시할 수 있다.

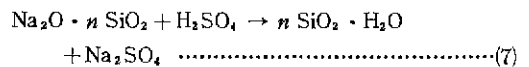


황산 혹은 염산에 불 유리 용액을 주입할 경우, 최대 buffer capacity 지점인 pH 4.65 부근에 도달하기 전에 acid neutralization 가 100% 발생하기 때문에 pH 조절이 어렵다.<sup>13)</sup> 따라서, 본 실험에서는 10% 아세트산 200 ml에 각각의 압력으로부터 제조된 규산나트륨 용액을 주입하여 실리카 겔을 제조하였다. 반응 시간을 2시간으로 고정하고 각각 액상-기상 평형 온도를 유지하면서 5, 10, 15, 20 kg f/cm<sup>2</sup> 압력하에서 제조된 규산나트륨 용액으로부터 생성된 실리카 겔의 생성율은 거의 일정함을 보였다. 각각의 다른 압력으로부터 제조된 X-선 회절도는 Fig. 9과 같다. 제올라이트로부터 제조된 실리카 겔이 카올린으로부터 제조된 것보다 비정질성임을 보이고 있다.

3.3 백 카본

3.3.1 백 카본의 생성 반응

황산 반토 제조 과정에서 얻어진 필터케이크(filter cake)에 수산화나트륨을 가하고 가압 반응시켜 규산나트륨 용액을 제조하고 이 규산나트륨 용액에 황산을 처리하여 백 카본을 제조하였다. 여기서, 황산 반토 제조 조건은 10% 황산, 반응 시간 3시간, 반응 온도 80 °C였다. 황산 반토 제조 과정에서 분리된 잔사중 실리카의 함량은 Table 2와 같다. 이 실리카를 표준 체 200 mesh 이하의 것을 백 카본 제조의 출발 물질로 하였다. 오토클레이브 내에서 가압법에 의한 규산나트륨 용액 제조 과정에서 반응 시간을 2시간으로 고정시키고 액상-기상 평형 온도를 유지시키면서 압력을 5, 10, 15, 20 kg f/cm<sup>2</sup>으로 변화시켜 보았다. 규산나트륨 용액과 황산으로부터 제조되는 백 카본 생성에 대한 이상적 주 반응식은 다음과 같이 표시할 수 있을 것이다.



규산나트륨 용액에 황산 처리시 pH 11 정도에서 응집 현상이 발생하면 1차 황산 주입을 중단하고 10분 정도 숙성시킨 후 pH 7 정도에 도달할때 까지 2차 황산 주입을 하였다. 각각의 압력에서 제조된 규산나트

를 용액으로부터 생성된 백 카본 생성율을 조사하여 보았다. 백 카본 생성율은 다음과 같이 표시하였다.

$$\text{백 카본 생성율}(\%) = \frac{B}{A} \times 100$$

여기서,

A ; 카올린 또는 제올라이트에 황산 처리 후 분리된 filter cake 중의 SiO<sub>2</sub> 함량.

B ; 규산나트륨 용액과 황산이 반응하여 생성된 백 카본의 양.

압력 변화에 따른 백 카본의 생성량은 Fig. 10와 같다. 압력이 증가함에 따라 백 카본의 생성량은 증가함을 알 수 있다. 제올라이트로부터 제조된 백 카본의 생성율은 카올린보다 높은 값을 보이고 있다. 제조된 백 카본의 X-선 회절도는 Fig. 11과 같이 무정형의

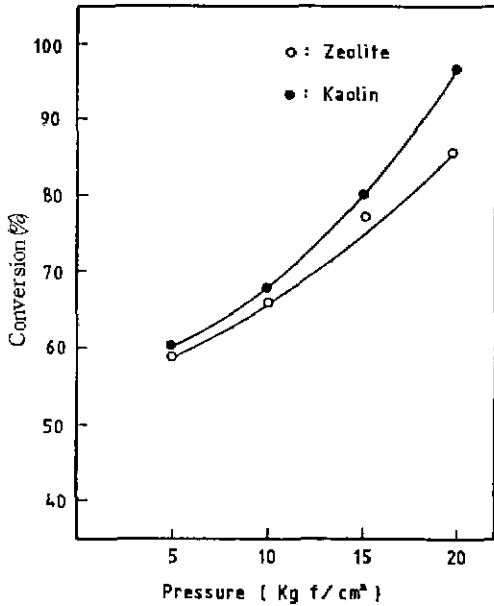


Fig. 10. Effect of pressure on formation of white carbon by reaction water glass with sulfuric acid. Water glass was prepared at different pressures.

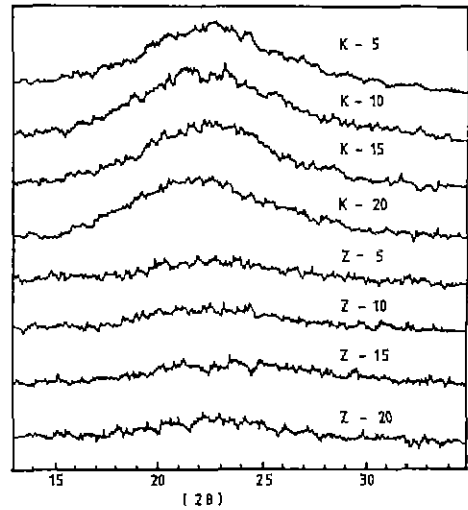
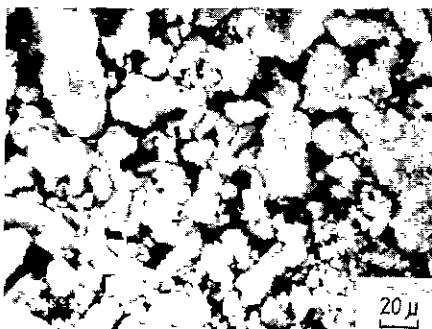
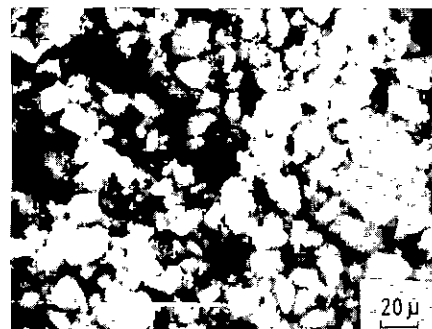


Fig. 11. X-ray diffraction patterns of white carbons obtained from kaolin and zeolite at various pressures. K : Kaolin Z : Zeolite K-5 denotes that white carbon is prepared at 5 kg f/cm<sup>2</sup> in pressure.



(a) Kaolin



(b) Zeolite

Fig. 12. SEM photographs of white carbon obtained from (a) kaolin and (b) zeolite.

로 잘 발달되어 있음을 알 수 있다. 압력  $15 \text{ kg f/cm}^2$  하에서 제조된 백 카본의 전자 현미경 사진은 Fig. 12와 같으며 평균 입자의 크기는  $10 \mu\text{m}$  정도였다. 압력  $15 \text{ kg f/cm}^2$  하에서 카올린과 제올라이트로부터 제조된 백 카본의 입도 분포는 Fig. 13와 같으며 입도 분포는  $20 \mu\text{m}$  이하로 구성되어 있음을 알 수 있다.

3.4 최종 생성물의 순도 및 제조 공정

카올린 또는 제올라이트에 10% 황산을 가하고(원료 1g에 대한 10% 황산의 첨가량은  $0.033 \text{ l}$ )  $80^\circ\text{C}$ 에서 3시간 반응시켰을때 황산 반토의 생성율이 높았다. 이 조건하에서 카올린으로부터 생성된 황산 반토( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{ H}_2\text{O}$ )의 순도는 98.50%였다. 이 제품중 불순물로는 복합염으로 확인되었다. 생성 가능한 불순물의 생성 반응은 다음식과 같이 표시할 수 있을 것이다.

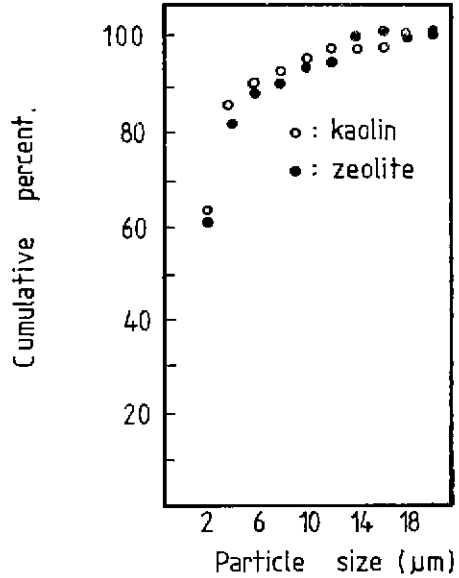
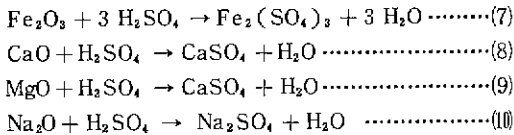


Fig. 13. Cumulative particle size analysis of white carbon obtained from kaolin and zeolite.

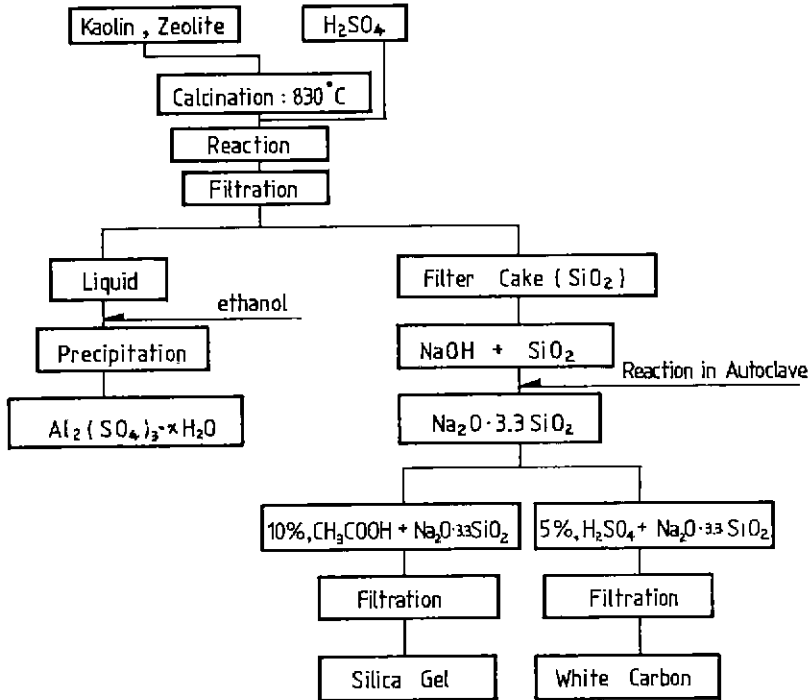


Fig. 14. Flow diagram for preparation of aluminum sulfate, silica gel and white carbon from kaolin and zeolite.



제품에 가장 악영향을 미치는 것으로 알려진 Fe 성분의 제거 방법이 널리 알려져 있다.<sup>2,17)</sup>

(1) ferric ferrocyanid(prussian blue)로 Fe 이온을 침전시키는 방법 (2) mercury cathode cell에서 전기분해에 의해 Fe 금속 형태로 제거하는 방법 (3) ozone과 manganese sulfate를 가하여 iron-manganese complex 형태로 제거하는 방법.

본 연구에서는  $Fe_2(SO_4)_3$ 의 용해도 차이를 이용하였다.  $Fe_2(SO_4)_3$ 는 ethanol 용액에 잘 용해되나  $Al_2(SO_4)_3$ 는 용해되지 않는 성질을 이용하였다. 원자 흡광 분석기에 의한 최적 조건으로 제조된 황산 반토의 Fe 함량은 0.550 ppm으로 나타났다. 본 연구에서, 실리카 겔 제조에 대한 최적 조건은 규산나트륨 용액 제조시 오토클레이브내의 압력  $15 \text{ kg f/cm}^2$ , 아세트산 농도 10% 규산나트륨 용액의 비중 1.3이었다. 제올라이트로부터 제조된 실리카 겔은 카올린으로부터 제조된 것보다 순도가 높았고 제올라이트로부터 생성된 실리카 겔의 순도는 97.00%였고 불순물로는 미량의 알칼리 염으로 나타났다. 백 카본에 대한 최적 생성 조건은 규산나트륨 용액 제조시 오토클레이브내 압력은  $15 \text{ kg f/cm}^2$ , 황산 농도 5%, 규산나트륨 용액 비중은 1.3이었다. 이 조건하에서 백 카본 생성물은 제올라이트를 출발 물질로 하였을때 카올린에 비하여 더 높았다. 또한, 상기 조건하에서 제올라이트로부터 생성된 백 카본의 순도는 97.00%였고 불순물로는 당초 성분이 약 2%였다. 카올린 및 제올라이트로부터 황산 반토, 실리카 겔 및 백 카본 제조 공정도는 Fig. 14과 같다. 원료의 주 성분인  $Al_2O_3$ 와  $SiO_2$ 를 모두 활용하여 상기 제품을 합리적으로 제조할 수 있음을 보이고 있다.

#### 4. 결 론

점토 광물로부터 황산 반토, 실리카 겔 및 백 카본 제조에 관한 연구 결과를 종합하면 다음과 같다.

1. 카올린과 제올라이트에 황산을 처리하여 황산 반토를 제조할 수 있다. 황산 반토 제조 과정에서, 잔사로서 분리된 실리카로부터 실리카 겔과 백 카본을 제조할 수 있다.

2. 황산 반토 제조에 대한 최적 조건은 원료 1.0g에 10% 황산 용액 0.033 l 비율로 혼합, 반응 온도  $80^\circ\text{C}$ , 반응 시간 3시간이다. 이 조건하에서 카올린으로부터 생성되는 황산 반토 생성율은 제올라이트보다 높았다.

3. 카올린 또는 제올라이트에 황산처리 후 분리된 실리카와 수산화나트륨을 오토클레이브내에서 가압 탄

응시켜 규산나트륨 용액을 제조한다. 이 규산나트륨 용액에 아세트산과 황산을 처리하여 각각 실리카 겔과 백 카본을 제조한다.

4. 실리카 겔 제조에 대한 최적 조건은, 규산나트륨 용액 제조 압력  $15 \text{ kg f/cm}^2$ , 규산나트륨 용액의 비중 1.3, 일정량의 아세트산에 규산나트륨 용액을 가하고 실리카 겔 생성이 완료되는 pH는 4.64이다.

5. 백 카본 제조에 대한 최적 조건은, 규산나트륨 용액 제조 압력  $15 \text{ kg f/cm}^2$ , 규산나트륨 용액 비중 1.3, 규산나트륨 용액 일정량에 5% 황산을 가하고 백 카본 생성이 완료되는 pH는 6~7이다. 제올라이트를 출발 물질로 하였을때 실리카 겔과 백 카본의 생성율은 카올린에 비하여 높다.

6. 최적 조건하에서 제조된 황산 반토, 실리카 겔 및 백 카본의 순도는 각각 98.50%, 97.00%, 97.00%이다.

( 후 기 )

본 연구는 1985년도 한국 과학 재단 연구비에 의해 수행된 것이며 이에 감사를 드리는 바입니다.

#### REFERENCES

1. R. W. Hyde, U.S. Pat. 3,586, 481 (1971).
2. 최 석진의 "국내산 고령토로부터 활성 알루미늄 제조", 전남대학교 축매연구소 연구보고, 1, 47~58 (1979).
3. 백 용혁외, "카올린으로부터  $Al_2O_3$  용출에 관한 연구", 요업학회지, 19 (2), 157~161 (1982).
4. 손 용문외, "고령토로부터 염산 침출에 의한 열화 알루미늄 제조에 관한 연구", 대한 금속 학회지, 24 (3), 31~36 (1986).
5. 맹 중재외, "규산염 알루미늄 광으로부터 알루미늄 추출에 관한 연구", 요업학회지, 18, 182~186 (1981).
6. 맹 중재외, "고령토로부터 알루미늄 추출에 관한 연구", 요업학회지, 17, 35~41 (1980).
7. E. Kato, et al, "Thermal Decomposition of Two Aluminum Sulfates", *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 436~439 (1981)
8. 변 수일의, "국내 명반석과 황산염으로부터 고순도의 미세한 알루미늄의 제조 및 특성에 관한 연구", 요업학회지, 16 (1), 13~18 (1979).
9. W. D. Kingery, Introduction to Ceramics,

- p.140, John Wiley & Sons, Inc., New York (1960).
10. P. Debye, et al, "A Light Scattering Study of the Aggregation of Acidified Sodium Silicate Solution", *J. Phys. Chem.*, **65**, 10-12 (1960).
  11. P. Richet, et al, "Heat Capacity of Sodium Silicate Liquids", *Comm. Am. Ceram. Soc.*, C-6 (1984).
  - 12 이 회수외, "활성 Silica Gel 의 국산화에 관한 연구", *요업학회지*, **9**(2), 61 ~ 69 (1972).
  13. J. D. Madeley, et al, "Surface Properties of Silica Gels", *J. Appl. Chem.*, **12**, November (1962).
  14. L. Gozalez, et al, "Fibrous Silica Gel obtained from Sepiolite by HCl", *Clay Minerals*, **19**, 93-98 (1984).
  15. J. Ross, "Kinetics of Acid Dissolution of an Orthochlorite minerals", *Canadian J. Chem.*, **45**, 3031-34 (1967).
  16. J. H. Sharp, et al, "Numerical Data for some Commonly Used Solid State Reaction Equation", *J. Am. Ceram. Soc.*, **47**(7), 379-382 (1966).
  17. 김 대수외, "고령토로부터 열화 알루미늄 제조에 관한 연구", 한국 동력 자원 연구소 조사 연구 보고 제 14 호, 265 ~ 298 (1982).