

## 계면활성제를 이용한 구형의 메조다공성 실리카 모폴로지 제어 및 합성공정 연구

지선경, 김종윤, 최용석, 박용준, 송규석, 이범재\*  
 한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 1045  
 \*충남대학교, 대전광역시 유성구 대학로 79  
[kjy@kaeri.re.kr](mailto:kjy@kaeri.re.kr)

## 1. 서론

실리카( $\text{SiO}_2$ )는 지구 지표의 약 60% 정도를 차지하고 있고, 주변에서 흔히 볼 수 있는 대표적 물질로서 산업적 활용 측면에서 매우 중요한 물질이다. 따라서, 현재까지 다양한 크기, 구조 및 물성을 가지는 실리카 물질을 인공적으로 합성하는 많은 기술들이 널리 알려져 있다. 또한, 실리카는 인체 독성이 없는 것으로 알려져 있기 때문에 그동안 치약 등 생활용품에서부터 식품,약품, 화장품 등의 첨가제로 사용되어 왔다.

계면활성제는 하나의 분자 내에 친수성기와 소수성기를 동시에 가지고 있어 두 상의 계면에 선택적으로 흡착하는 성질을 가지고 있는 분자이다. 전통적으로 계면활성제는 주로 고체표면을 깨끗이 하기 위한 세정제로 이용되거나 에멀션, 거품, 현탁액을 안정화시키기 위해 활용되어 왔다. 또한, 계면활성제의 자기조립(self-assembly)의 가장 기본적 단위체인 마이셀(micelle) 뿐만 아니라 육방(hexagonal) 상, 입방(cubic) 상 등 순수히 계면활성제 자체로만 이루어진 고차 구조에 대한 연구도 이미 많이 보고되었다.

1990년대 초, 미국 모빌(Mobil)사의 연구진들에 의해 계면활성제를 이용한 메조다공성 실리카 입자 합성에 관한 연구가 발표된 이래, 계면활성제를 이용한 주형합성법(template synthesis)은 계면활성제의 자기조립 특성을 활용한 첨단 나노기술의 첨병 역할을 하며, 이후 관련 연구를 비약적으로 증가시켰다. 다양한 종류의 계면활성제의 서로 다른 자기조립 특성을 이용함으로써 다공성 실리카 입자의 내부 기공 모폴로지를 제어할 수 있는 연구가 발표되었다. 하지만, 주형합성법을 이용하여 합성한 메조다공성 실리카 입자의 형태는 대부분 불규칙한 경우가 많다. 구형의 메조다공성 실리카 입자는 다양한 측면에서 유리한 점이 많지만, 계면활성제를 이용한 구형의 메조다공성 실리카 입자합성에 관한 연구는 많지 않고, 1마이크로미터 이하의 나노입자에 관한 합성이 대부분이

다. 마이크로미터 수준의 입자합성은 더욱 제한적이었고, 10 마이크로미터 이상 크기의 대형 메조다공성 실리카 마이크로스피어 합성에 관한 연구는 거의 없다. 본 연구에서는 대형 메조다공성 실리카 마이크로스피어 합성과 계면활성제의 종류, 반응물 조성, 혼합 방법 등 다양한 합성조건을 변화시키기에 따라 다공성 실리카 모폴로지를 제어할 수 있는 연구를 수행하였다. 또한, 산업적 활용을 위한 선행연구로서 대량 합성 공정에 의해 합성한 입자를 대한 연구를 하였다. 본 연구에서 합성한 대형 크기의 다공성 실리카 나노구조체는 방사성 물질 분리, 방사성 폐기물 처분 등 다양한 분야에 활용도가 높을 것으로 기대된다.

## 2. 본론

## 2.1 메조 다공성 실리카 마이크로스피어 합성

실리카 전구체로서 테트라에톡시실란(tetraethyl orthosilicate: TEOS)을 사용하였고, 주형물질로서 계면활성제인 도데실아민(dodecylamine)을 사용하고, 보조계면활성제로서 bis(2-ethylhexyl)-phosphate 외에 다양한 계면활성제를 도입하여 산촉매하에서 반응시키고, 필터 여과, 오픈 건조 후, 550°C의 퍼니스에서 5시간 소성시켜 다공성 실리카 입자를 제조하였다. Fig. 1에 나타낸 바와 같이 구형의 균일한 다공성 실리카 입자가 성공적으로 합성되었다.

반응물의 조성에 따라 실리카의 입자 및 기공 모폴로지에 큰 영향을 미칠 수 있기 때문에 본 연구에서는 실리카 전구체인 TEOS와 산촉매로 사용한 염산의 상대적 양의 변화에 따른 영향성을 평가하였고, 입자 강도에 미치는 효과를 조사하였다. 그리고, 반응시간에 따른 입자 수율과 입자 강도에 미치는 영향도 조사하였다. 또한, 교반기의 종류를 자석젓개(magnetic stirrer)와 카프라모형(Caframo-type)의 혼합기를 사용하여 실험하였다. 자석젓개의 경우에는 교반속도를 100 ~ 300rpm 범위에서 변화시키면서 실험하였고, 카프

라모형의 혼합기는 200~400rpm 범위에서 실험하였다.

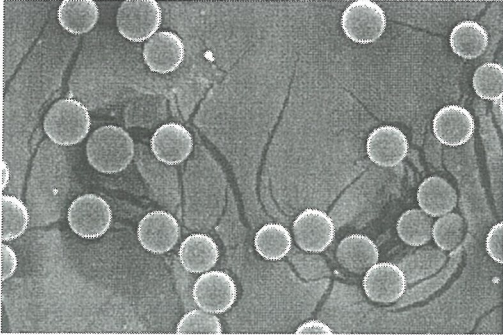


Fig. 1. A representative scanning electron microscopy Mesoporous silica microspheres prepared by using a surfactant-templated synthesis method.

## 2.2 실리카 대량합성

대량합성을 위해 20L 대형 폴리프로필렌 용기에 카프라모형의 혼합기를 설치하여 합성하였다. 170rpm의 속도에서 합성하였고 후처리 방법은 소형 반응기에서의 실험방법과 같은 조건에서 처리하였다.

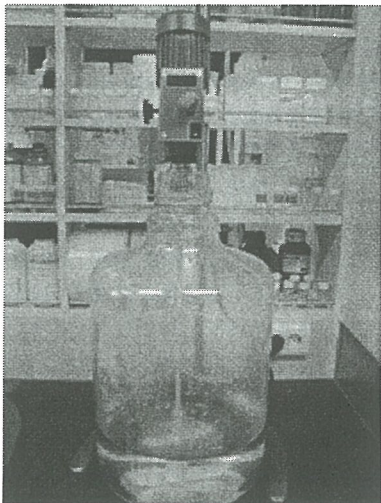


Fig. 2. Scale-up synthesis of mesoporous silica microspheres by using a 20L reactor.

## 3. 결론

본 연구에서 입자 합성 조건에 따라 평균입자 크기가 수십 마이크로미터에서 수백 마이크로미터 크기의 범위를 가지는 메조다공성 실리카 마이크로스피어를 제조하였다. 메조기공의 크기는 평균 4nm 정도였고, 균일한 기공크기분포를 가지는 다공성 실리카를 제조하였다. 산축매의 농도, TEOS의 농도, 20L 반응기를 이용한 스케일업 실험 결과, 동일조건 하에서 소형 비이커에서 합성한 실리카 입자와 비교하여 입자형태와 기공구조가 차이가 거의 없이 성공적으로 합성되었다. 하지만, 스케일업에서도 여전히 응집 현상이 발견되었고, 초음파 처리 등 외부의 기계적 에너지를 도입하는 경우에는 입자간 결집이 파괴되면서 입자 표면에 흠집을 내게 되고, 결국 균일한 입자를 제조하기 어렵기 때문에 보다 균일한 고품질의 입자를 요구하는 응용분야에 활용하기 위해서는 다양한 노력이 필요할 것이다.

## 4. 감사의 글

본 연구는 과학기술부의 원자력기술개발사업과 방사선기술개발사업의 일환으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

## 5. 참고문헌

- [1] The Colloid Chemistry of Silica and Silicates, R.K. Iler, Cornell University Press, Ithaca, New York, 1955.
- [2] American Chemical Society, Vol.13, pp. 2476-2482. 2001.
- [3] American Chemical Society, Vol.15, pp. 3184-3189. 2003.
- [4] American Chemical Society, Vol. 16, pp. 4181-4186. 2004.
- [5] Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol. 7, pp. 3862-3866. 2007.
- [6] Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol. 8, pp. 5261-5265. 2008.