

저온 회화법에 의한 무기물의 정량·정성분석

이종만·류정용·신종호[†]·송봉근·오세균·신채호^{*}

Quantitative and Qualitative Analysis of Inorganic Substances by Low Temperature Ashing

Jong-Man Lee, Jeong-Yong Ryu, Jong-Ho Shin[†], Bong-Keun Song, Say-Kyoun Ow and Chae-Ho Shin^{*}

ABSTRACT

A study on the thermal stability of commonly used six fillers, such as titanium dioxide, silica, ground calcium carbonate, zeolite, talc, and, clay, showed that most fillers except titanium dioxide were strongly effected by heat treatment. Therefore, the present methods for determination of ash in paper give weight loss due to thermal decomposition of fillers. It was found that a paper ashing method at a temperature of 400°C allows most fillers in their original and undecomposed form. Results presented in this paper also show that X-ray diffraction can be used for qualitative determination of mixed fillers and coating pigments in a paper sheet.

1. 서론

가장 일반적으로 사용되고 있는 제지용 충전물로서는 경질탄산칼슘(PCC), 중질탄산칼슘(GCC), 또는 초크(chalk)로 불리는 탄산칼슘(calcium carbonate, CaCO₃)을 들 수 있으며, 그외에도 탈크(talc), 무스코바이트(muscovite), 제올라이트(sodium aluminosilicate), 그리고 수산화 알루미늄(aluminium hydroxide) 등도 사용되고 있다. 이산화티탄(titanium dioxide, TiO₂)의 경우는 제지용 충전물로서 극히 우수한 물성을 지니고 있으나 고가

인 까닭에 사용에 제한을 받고 있다. 지난 10여년 동안 초지시 투입되는 충전물의 양은 급격히 증가하여 백상지의 경우 20-25%의 충전율은 일반화 되어 있으며 일부 슈퍼캘린더 처리된 지종에서는 30% 이상인 경우도 있다. 또한 이러한 충전물들은 단독으로 사용되기 보다는 와이어 마모 등과 같은 공정상의 문제나 원가절감의 차원에서 혼합 사용되고 있기 때문에 최종 지제품내에 보류되는 충전물들의 함량이나 비율을 측정하고 관리하는 것이 중요한 항목으로 인식되고 있다.

백색도나 인쇄적성 등을 향상시키기 위해 충전시키는 경우와는 달리, 최근 거의 전 지종에 고지 사용이 일반화됨에 따라 초지계 내에 의도하지 않

* 한국화학연구소 펄프제지연구센터 (Pulp and Paper Research Center (PPRC), Korea Research Institute of Chemical Technology (KRICT), P. O. Box 107, Yusung, Taejon 305-606, Korea).

^{*} 충북대학교 화학공학과 (Department of Chemical Engineering, Chungbuk National University, Chungju, Chungbuk 361-763, Korea).

[†] 주 저자 (corresponding author): e-mail: jhshin@pado.kRICT.re.kr

은 무기물들이 다량 존재함으로써 제조공정이나 제품의 물성에 영향을 미치는 경우를 흔히 접할 수 있다. 이는 초지계로 재투입되는 파지나 적절히 분류되지 않은 혼합고지로부터 유입되는 것으로서, 충전물을 전혀 투입하지 않음에도 불구하고 10-15%의 무기물 함량이 관측되는 testliner 제조공정이 좋은 예가 될 수 있다¹⁾. 이런 경우 불순물로서의 무기물이 제품의 물성에 미치는 영향을 파악하기 위해서는 종이내에 존재하는 무기물의 함량과 종류를 분석할 필요가 있다. 또한 초지공정에 있어서, 불순물에 의해 구멍이나 반점등이 종종 관측되고 이로 인해 지절이 발생하는 경우, 그 문제점을 추적하면 미세섬유나 무기물이 유기 고분자 물질에 의해 응집된 형태의 불순물인 경우가 많다. 체계적인 유기-무기 분석을 통해 이러한 불순물의 생성원인이나 발생원을 파악함으로써 문제점을 해결할 수 있는 바, 이를 위해서는 우선적으로 성분분석이 필수적이다.

전술한 바와 같이, 무기물은 종이의 원료로서 뿐만 아니라 각종 문제점을 유발시킬 수 있는 물질로서 신속하고 정확한 정성·정량분석의 필요성이 증대되고 있다. 종이내 무기물의 정량분석을 위한 기존의 공인된 회화온도들은 525-925℃의 범위에 한정되어 있으나²⁻⁹⁾, 이러한 고온에서의 회화는 몇가지 문제점을 내포하고 있다. 즉, 이산화티탄을 제외한 대부분의 제지용 충전물들은 회화시 고온에 의해 산화물의 형태로 변화되며, 특히 탄산칼슘이나 클레이는 약 450℃에서부터 분해하기 시작하므로 회화 후 측정된 질량을 종이내 무기물 함유율, 또는 충전율로서 그대로 사용할 수 없다. 따라서 이러한 작열감량을 보정하기 위해서는 Table 1에 계산한 바와 같이, 산화물의 무게를 원래 충전물의 중량으로 환산하는 보정상수¹⁰⁾를 적용해야만 하지만, 특정 무기물이 어떤 온도

에서 분해하기 시작하고 완전히 산화물의 형태로 변환되는 시간은 어느 정도인지 기존의 회화방법에서는 언급되어 있지 않기 때문에, Table 1의 보정상수를 적용한다고 해도 정확한 무기물의 함량을 측정하기는 어렵다.

따라서 본 연구에서는 내침용이나 코팅용 충전물로서 일반적으로 사용가능한 이산화티탄(titanium dioxide), 탈크(talc), 실리카(silica), 제올라이트(zeolite), 중질탄산칼슘(ground calcium carbonate, GCC), 그리고 클레이(clay)의 6종에 대한 열분해 거동을 검토하고 온도에 따른 구조변화를 분석함으로써 종이내 무기 충전물의 정량분석이 가능한 최적 회화온도를 설정하고자 하였으며, X-선 회절분석을 통해 정성분석을 시도하였다.

2. 재료 및 방법

열분해 특성을 검토하기 위해 사용된 충전물은 이산화티탄, 탈크, 실리카, 제올라이트, 탄산칼슘, 그리고 클레이의 6종이었으며, 이들은 모두 제지회사에서 사용중인 것들을 입수하여 전처리 없이 그대로 실험에 사용하였다. 또한 충전물이 분해되지 않는 회화시간과 온도를 선정하기 위해 6종의 충전물을 각각 충전시킨 종이를 70g/m²로 수초지하였으며, 이때 충전물의 보류를 위해 양이온성 폴리아크릴아마이드(DR-3000, Unico(주), 한국)를 보류항상제로 사용하였다.

충전물의 열분해 거동은 열중량분석기(Thermogravimetric analyzer, TGA, Model SDT 2960, DuPont, USA)를 사용하여 약 0.1g의 충전물 시료를 상온-1000℃까지의 범위에서 10℃/min의 승온속도로 질소 또는 공기분위기

Table 1. Conversion factors used in the calculation of filler contents in paper

Oxide	Conv. factor	Filler	Formula	F. W. *
% Al ₂ O ₃	× 2.53 =	% Kaolinite	2SiO ₂ · Al ₂ O ₃ · H ₂ O	258.17
% TiO ₂	× 1.00 =	% Anatase or Rutile	TiO ₂	79.90
% CaO	× 1.79 =	% Calcium Carbonate	CaCO ₃	100.09
% MgO	× 3.14 =	% Talc	Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	379.34
% K ₂ O	× 10.81 =	% Muscovite	KAl ₃ Si ₃ O ₁₀ (OH) ₂	398.32
% Na ₂ O	× 10.50 =	% Hydrex	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 4SiO ₂ · 4H ₂ O	476.36

* F. W. = Formular weight

하에서 분석하였다. 온도에 따른 충전물의 결정구조 변화를 확인하기 위해 상온, 400, 500, 600, 700, 800, 900℃에서 각각 48시간 동안 열처리된 6종의 충전물을 X-선 회절분석기(X-ray diffractometer, D/MAX-3B, Rigaku, Japan)를 사용하여 5-70° (2θ)의 범위에서 회절 스펙트럼을 얻었다.

3. 결과 및 고찰

3.1 충전물의 열 안정성

제지용 충전물로 사용가능한 무기물 6종의 열에 대한 안정성을 검토하기 위해 열중량 분석을 질소 분위기 하에서 실시하였으며, 그 결과를 Fig. 1에 도시하였다.

Fig. 1. (A)에 도시한 rutile 형태의 이산화티탄은 1000℃까지의 열처리에도 불구하고 중량감소를 전혀 관측할 수 없는 바, 열 안정성이 극히 우수한 충전물임을 알 수 있었다. 그러나 이산화티탄을 제외한 5종의 충전물은 모두 측정 온도범위 내에서 중량감소를 나타내고 있다.

실리카의 경우 (B), 초기의 중량 감소는 흡착된 수분이 열에 의해 증발함에 기인하는 것이고, 2단계에서의 완만한 중량감소는 강한 수소결합수의 이탈이며, 3단계는 클레이와 제올라이트의 경우에서와 같은 경우로 실라놀(silanol, 2SiOH) 형태의 분자구조가 siloxane기(Si-O-Si)로 변환되면서 결정수가 탈수되어 중량감소가 발생하는 것으로 볼 수 있다.

결합상태의 물을 함유하고 있는 Linde type A의 제올라이트($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Fig. 1. (C))는 특유의 공극 구조에 기인하는 다양한 물성을 갖기 때문에 최근 특수지의 내침 또는 코팅용 충전물로 사용되고 있어 제지용 충전물로서의 중요성이 부각되고 있다. 제올라이트의 열중량 분석결과를 살펴 보면, 클레이의 경우와는 달리 200℃ 이전까지의 1차 분해와 200-400℃ 범위의 2차 분해가 일어남을 알 수 있다. 하지만 400℃ 이후에도 미량이나마 지속적인 무게감소가 관찰되고 있다. 200℃ 이전에서의 1차 분해는 흡착제로 사용되고 있는 일반적인 제올라이트 특성상 다량으로 흡착된 수분의 증발에 의한 것이고,

200℃ 이상에서의 중량감소는 결정상 형태로 존재하고 있는 결정수가 증발하기 때문에 발생하는 것이다. 그러나 결정수가 완전히 탈수될 경우의 중량감소비는 이론적으로 21.1%이나 실험치는 약 19%정도로 이론치에 미치지 못하고 있다. 이는 400℃에서의 열처리 후에도 잔여분의 결정수가 미량이나마 존재함을 의미한다.

제지용 충전물로서 가장 많이 사용되는 탄산칼슘의 경우(Fig. 1. (D)), 약 550℃에서부터 분해를 시작하고 있다. 이는 탄산칼슘이 열에 의해 생석회(CaO)로 분해되어 이산화탄소(CO_2 gas)를 방출하는 것에 기인하며 이로 인한 중량감소, 즉 900-950℃에서 종료된다고 알려져 있는 탄산칼슘의 분해가 본 연구에서는 900℃ 이전에 거의 완료됨을 Fig. 1의 결과로부터 알 수 있다. 이는 열에 의한 무기물의 분해가 가열 분위기나 승온속도에 의해 영향을 받기 때문이며, 따라서 탄산칼슘의 분해를 고려하여 525℃²⁾나 575℃⁹⁾에서 회화시키도록 규정된 기존의 방법들로는 분해되지 않은 탄산칼슘의 함량을 측정하기 어렵다.

탄산칼슘과 함께 혼합 충전물로서 많이 사용되는 탈크는 마그네슘 실리케이트의 수화물인 $3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 의 형태로 존재한다. 탈크의 열분해 거동은 크게 2가지 분해요인으로 구성되어 있음을 Fig. 1. (E)에서 알 수 있는 바, 450-600℃에서의 1차 분해는 광물성 불순물과 결합수의 분해에 기인하는 것이며 600-1000℃까지 계속되는 2차 분해는 결정상 형태로 존재하고 있는 결정수가 탈수 및 분해되어 마그네슘 및 실리카의 산화물 형태로 변환된 것에 기인한 것이다.

흔히 클레이로 알려져 있는 kaolinite($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 또는 $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) (Fig. 1. (F))는 약 400-700℃의 범위에서 탈수되는데 이는 OH의 형태로 결정격자에 들어가 있는 결정수의 탈수에 의한 것이다. 2개의 물분자가 탈수됨에 따른 중량감소의 변화는 이론치인 14%와 잘 일치하고 있다. 클레이에 포함되어 있는 자유수 및 결합수가 탈수되어 중량감소가 발생하는 것과 결정상으로 존재하고 있던 결정수의 직접적인 탈수현상에 의한 중량감소의 변화는 구분되어지지 않는다.

이상과 같이 Fig. 1의 열중량 분석 결과, 6종의 충전물 모두에 있어서 수분의 증발을 제외하고 중량감소가 일어나지 않는 최고 가열온도는 400℃임을 알 수 있다.

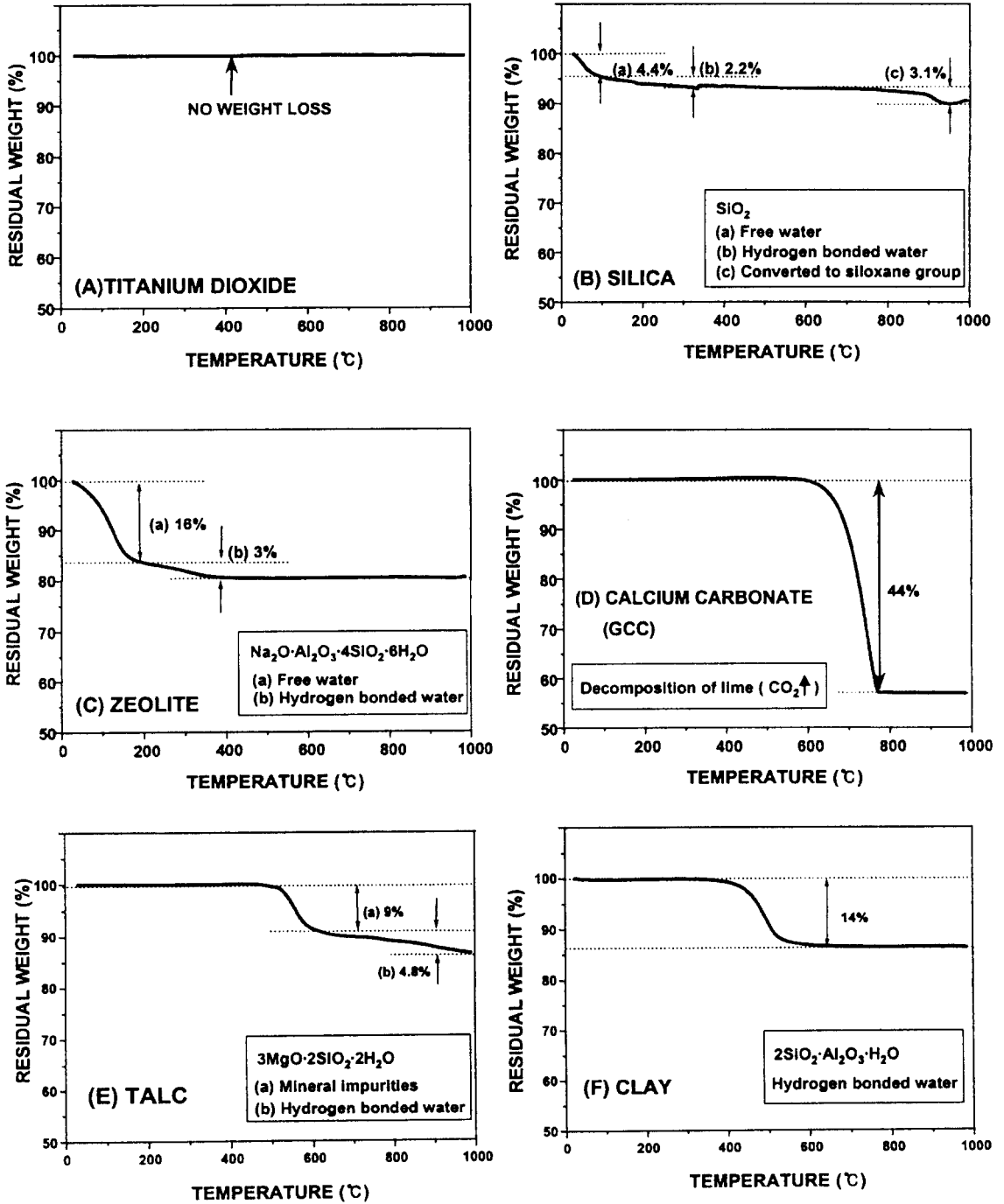


Fig. 1. TGA Thermograms of six fillers. (A) titanium dioxide, (B) silica, (C) zeolite, (D) ground calcium carbonate, (E) talc, and (F) clay. Heating rate; 10°C/min, N₂ atmosphere.

3.2 충전물의 구조분석

서론부에서 언급한 바와 같이, 종이내 충전물이나 공정컨트롤을 위한 무기물 분석은 최근 함량분석에만 국한되지 않고 무기물의 정성분석 또는 정량적인 혼합비율의 분석을 요구하고 있다. 정성 또는 정량분석을 위해서는 기본적으로 시료내에 존재하는 무기물이 회화 후에도 그 화학적·물리적 구조가 동일해야만 한다. 따라서 회화 전·후의 충전물 구조변화를 살펴보기 위해, 무기물이 충전된 종이를 400-900℃의 범위에서 100℃ 간격으로 48시간 회화시켰으며, X-선 회절법에 의해 회화된 시료의 결정구조를 분석하였고, 얻어진 회절 스펙트럼을 Fig. 2에 도시하였다. Fig. 2의 회절 스펙트럼 중 REF로 표기된 것은 회화시키지 않은 순수한 충전물의 스펙트럼을 비교를 위해 표시한 것이다.

Rutile 형태의 이산화티탄(Fig. 2. (A))은 열처리 전·후 결정구조의 변화가 전혀 관측되지 않으므로¹¹⁾ 열에 대한 안정성이 극히 우수함을 알 수 있다.

초기에 무정형으로 존재하는 실리카(B)는 800℃까지의 열처리 후에도 결정구조의 변화가 전혀 관측되지 않지만 900℃로 열처리한 경우는 고온에서 결정성을 가진 탈수된 SiO₂인 cristobalite 형상을 보여주고 있다¹²⁾.

Hydrated Linde type A의 제올라이트(C)는 Fig. 1의 열중량 분석 결과에서 400℃의 열처리에 의해 90%이상의 결정수가 증발함에도 불구하고 XRD 결과는 초기 구조를 간직하고 있다. 이는 잔여 결정수의 존재로 인하여 전체구조가 유지되고 있음을 보여주는 것이다. 700℃까지의 열처리에는 상당히 안정한 결정구조를 갖고 있으나 800℃ 이상의 온도에서는 탈수된 결정구조로 변화됨을 알 수 있다¹³⁾.

탄산칼슘의 소성온도에 의한 영향을 살펴보면(Fig. 2. (D)), 700℃까지 열처리한 시료는 초기의 rhombohedral 구조¹⁴⁾ (●로 표기)가 질소분위기하에서의 열처리로 이산화탄소가 방출되면서 cubic 구조의 CaO¹⁵⁾ (○로 표기)가 형성되기 시작한다. 800℃에서는 탄산칼슘과 CaO의 혼합물로 존재하며, 900℃로 열처리하게 되면 초기의 탄산칼슘으로부터 이산화탄소가 방출된 단일상 cubic 형태의 CaO만 존재하게 된다.

3MgO·2SiO₂·2H₂O의 hexagonal 구조¹⁶⁾ (●로 표기)를 갖는 탈크(Fig. 2. (E))의 경우 800℃미만의 온도에서는 구조의 변화를 관찰할 수는 없었으나 800℃ 이상으로 열처리를 하는 경우에는 결정수가 탈수·분해가 시작되어 enstatite(MgSiO₃ 또는 Mg·SiO₂) 구조로의(○로 표기) 변화가 시작되었으며 900℃에서는 완전히 변화된 것을 알 수 있다.

Fig. 2. (F)에 도시한 클레이의 결정구조는 Al₂Si₂O₅(OH)₄¹⁸⁾와 Al₂Si₄O₁₀(OH)₂¹⁷⁾의 혼합물로 존재한다. 400℃에서 열처리 후의 회절 스펙트럼은 전형적인 kaolinite의 결정구조를 나타내고 있으며 열처리 전의 REF와 동일하여 그 결정구조의 변화는 전혀 관측되지 않았다. 그러나 500℃ 이상의 열처리에서는 결정격자내의 결정수 탈수반응으로 인하여 결정구조가 붕괴되어 결정상이 비정질인 meta-kaolinite으로 변화됨을 알 수 있었다. 이 결과는 Fig. 1의 열중량분석 결과에서 알 수 있듯이 500℃ 이상의 열처리에서는 결정수의 탈수현상으로 kaolinite 구조가 붕괴되는 것으로 여겨진다.

전술한 바와 같이 열처리 온도가 충전물의 결정구조에 미치는 영향을 살펴보았다. Figs. 1과 2의 결과들로부터, 본 실험에 사용한 6종의 충전물이 동시에 함유된 종이시료를 회화시킨다고 가정하면, 충전물 6종의 결정구조들을 원형 그대로 보존시킬 수 있는 적정 온도는 400℃임을 알 수 있었다. 따라서 기존의 공인된 종이회화법들²⁻⁹⁾과는 달리 400℃에서 종이시료를 회화시키면 중량감소 없이 충전량을 측정할 수 있을 뿐만 아니라(Fig. 1), 각각의 충전물들이 그 결정구조들에 기인하는 독특한 X-ray 회절패턴을 갖고 있는 바(Fig. 2), 미지시료의 회절 스펙트럼을 충전물 표준샘플의 스펙트럼들과 비교함으로써 종이시료내에 혼합된 충전물의 성분들을 정확하게 분석할 수 있다.

3.3 회화온도 및 시간

Figs. 1과 2의 실험결과로 설정한 400℃의 회화온도는 충전물만을 대상으로 하여 얻어진 것들이다. 그러나 무기물이 충전된 종이시료나 공정내 불순물들의 경우는 셀룰로오스가 주성분인 섬유나 합성고분자 등을 포함하고 있기 때문에 전술한 400℃의 회화온도를 그대로 적용하기 어려울 뿐만

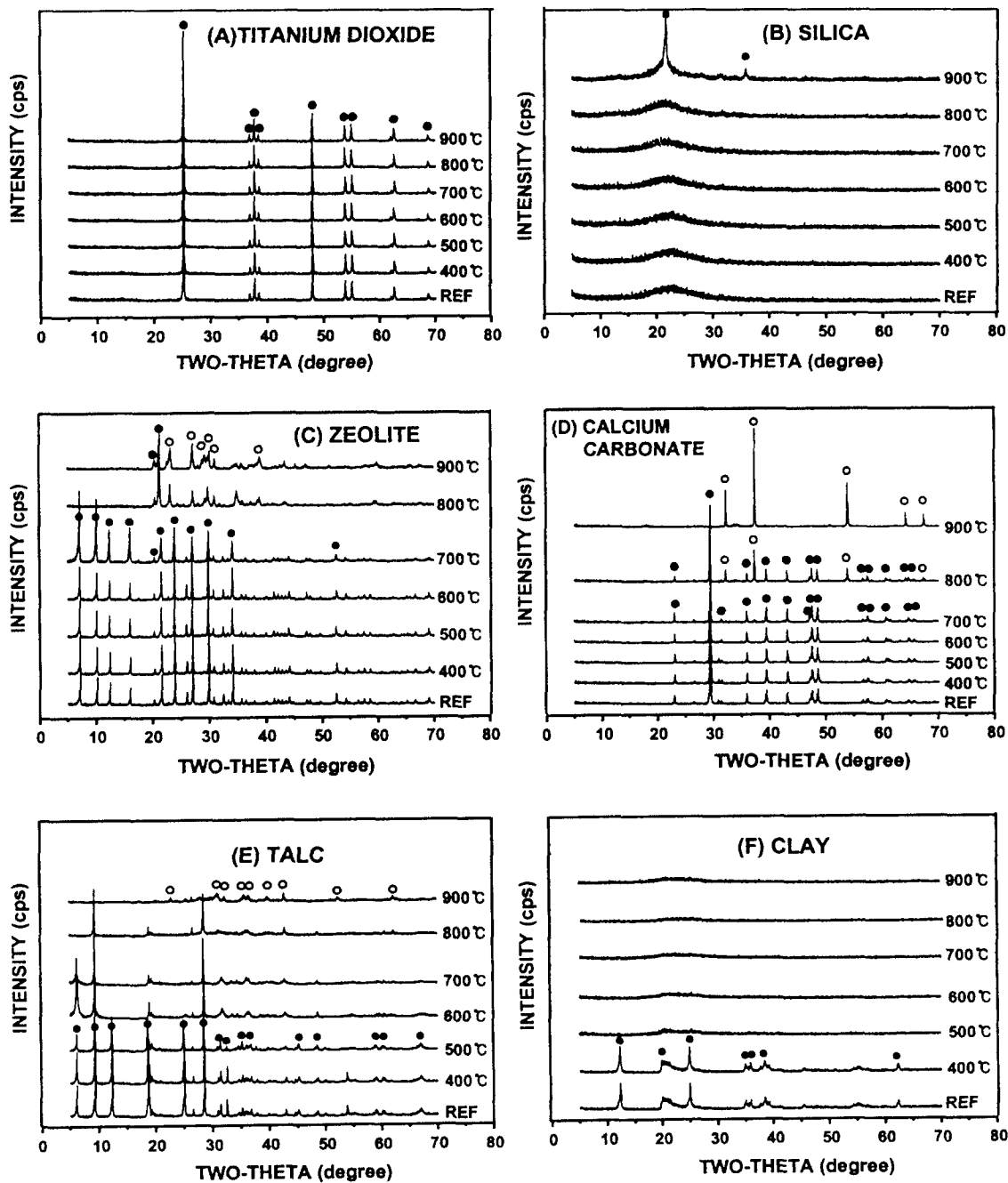


Fig. 2. X-Ray diffraction (XRD) patterns of six fillers in terms of heating temperature. (A), (B), (C), (D), (E), and (F) were the same as indicated in Fig. 1.

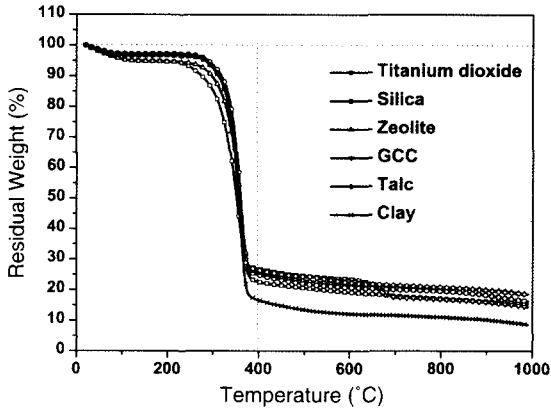


Fig. 3. TGA Thermograms of filler-loaded papers with six fillers. Thermal analysis conditions were the same as described in Fig. 1.

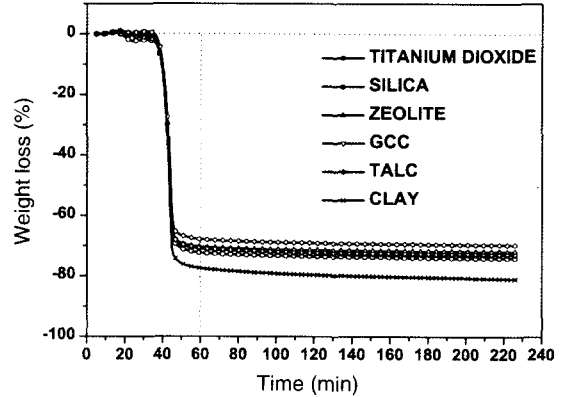


Fig. 4. Isothermal TGA thermograms of filler-loaded papers with six fillers as a function of heating times.

아니라, 어느 정도의 회화시간이 소요되는지 현재로서는 알 수 없다. 따라서 6종의 충전물들이 각각 30wt.% 함유된 지료조성에서 초지된 종이시료를 사용하여 상온-1000℃의 범위에서 열중량분석을 실시하였다. Fig. 3의 TGA thermogram에서 알 수 있는 바와 같이, 충전된 종이시료에 존재하는 유기물들은 400℃ 이전에 모두 분해되어 무기물만이 잔존하며 400℃ 이후의 중량감소 현상은 충전물만의 분해에 따른 감소현상(Fig. 1)과 동일함을 알 수 있다. 따라서, 본 연구결과 설정된 400℃의 회화온도는 무기물이 충전된 종이시료를 회화하는 경우에도 충전물의 함량분석 뿐만 아니라 정성분석에도 무리없이 적용할 수 있음을 알 수 있다.

기존의 공인된 고온 회화법들에서는 2시간²⁾ 또는 3시간¹⁹⁾ 이상 시료를 회화시키도록 규정하고 있으며, 이는 시료내에 함유된 유기물들이 완전히 분해되는 시간을 고려한 것이다. 그러나 회화온도를 400℃로 낮춘 조건에서는 완전회화에 필요한 시간이 어느 정도 소요되는지 알 수 없기 때문에 6종의 충전물이 함유된 종이시료의 회화온도를 400℃로 고정된 등온 열중량 분석(isothermal TGA)을 행하였다. 등온 열중량분석 그래프를 도시한 Fig. 4의 결과로부터, 시료 구성성분 중 모든 유기물은 60분 이내의 열처리에 의해 분해되고 무기물만이 잔존하게 됨을 알 수 있으며 잔존한 무기물들은 그 이상의 가열시간에도 400℃의 열에 대해 안정하여 유의할 만한 중량감소를 보이지 않

고 있다. 그러나 이러한 결과는 질소 또는 공기를 연속적으로 공급하는 분위기 하에서의 결과이며, 회화시 일반적으로 사용되는 머플로(muffle furnace)에서의 회화실험 결과 유기물의 완전연소에는 40시간이 소요되었다. 이는 머플로 내부의 분위기가 정체되어 연소에 장시간이 소요되기 때문으로 판단된다. 따라서 신속한 회화를 위해서는 분위기 로(atmosphere furnace)의 사용이 필요하다.

열분석 결과 6종의 무기물이 충전된 종이의 최종 잔류중량이 최고 30wt.%(탄산칼슘의 경우)에서 최저 18wt.%(클레이의 경우)로 약 10wt.% 이상의 차이가 관측되는 것은 회화방법의 문제가 아니며 충전물의 보류를 위해 본 실험에서 사용한 보류항상제(양이온성 폴리아크릴아마이드)의 보류효과가 각각의 충전물에 대해 다르기 때문이다. 예로서 클레이의 충전율이 18wt.%로서 가장 낮은 이유를 확인하기 위해 전술한 보류항상제를 사용하여 별도의 응집거동을 관찰한 결과 응집력이 극히 미약하여 보류도가 저하됨을 알 수 있었다.

3.4 정성분석

본 연구에서 제시한 충전물의 정성분석 방법, 즉 충전물이 혼합되어 있는 시료를 400℃에서 40시간 회화시킨 후 X-ray에 의해 분석할 경우 분석의 정확성을 검토하고자 하였으며, 그 결과를 Fig. 5에 도시하였다. 6종의 충전물 중 제올라이트

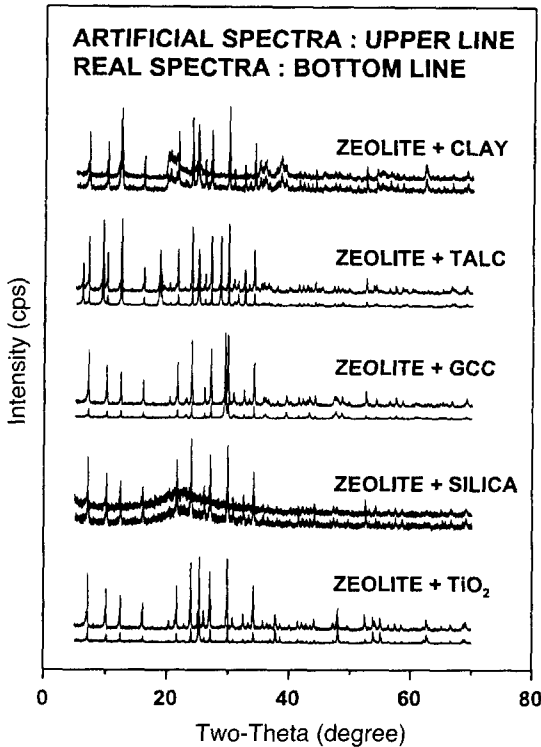


Figure 5. X-Ray diffraction (XRD) patterns of mixed fillers. Real spectra were obtained from mixed fillers heat-treated at 400°C, 40 hours. Artificial spectra were synthesized by adding the spectrum of each component filler.

트를 기준으로 하여 나머지 5종의 충전물과 50/50(w/w)으로 각각 혼합한 시료들을 회화시킨 후 X-ray 회절분석을 행하여 얻어진 2성분 혼합 충전물의 회절 스펙트럼(real spectrum)을 합성 스펙트럼(artificial spectrum)과 비교하였다. 2성분 혼합 충전물의 합성 스펙트럼들은 충전물 2종이 혼합되었을 경우 각각의 결정구조에 기인하는 특성 피크를 나타낼 수 있는 이론적인 회절패턴을 의미하는 것으로서, 다음 식에 표시한 방법에 따라 합성하였다. 식에서 I_A 와 I_B 는 각각 충전물 A와 B가 나타내는 real spectrum의 회절강도(intensity, cps)를 나타낸다. 따라서 실제로 얻어진 회절 스펙트럼과 합성 스펙트럼이 동일한 회절패턴을 나타낸다면 본 연구에서 제시된 방법에 의해 혼합된 충전물들을 정성적으로 정확히 분

석할 수 있음을 의미한다.

Artificial spectrum of mixed fillers A and B = $(I_A \times 0.5) + (I_B \times 0.5)$

Fig. 5의 결과로부터 알 수 있는 바와 같이, 제올라이트와 50:50으로 혼합된 5종의 충전물들이 각각 나타내는 회절 스펙트럼들은 충전물 각각의 고유한 특성피크들을 보유하고 있어 합성 스펙트럼들과 완벽하게 일치하고 있다. 이로서 미지의 종이시료를 400°C에서 40시간 회화시킨 후 X-ray 회절법에 의해 분석하면 종이내에 충전된 단독 또는 혼합 충전물을 정성적으로 분석할 수 있을 뿐만 아니라, 2성분 이상이 혼합된 다성분 충전물의 경우에도 충분히 분석가능할 것으로 판단된다.

4. 결론

종이내에 함유된 무기 충전물류나 백수 또는 공정에 불순물로 존재하는 무기물들의 정성 및 정량분석을 행하기 위해 이산화티탄, 탈크, 실리카, 제올라이트, 탄산칼슘, 그리고 클레이 등 6종의 무기물에 대한 열중량 분석을 행함으로써 새로운 회화조건을 설정하고자 하였으며, 설정된 조건에서의 X-선 회절분석을 시도하여 다음과 같은 결과를 얻을 수 있었다.

회화시 중량감소로 인해 보정상수를 적용해야 하는 기존의 방법과는 달리, 유기물은 전량 연소시키면서도 무기물의 중량감소는 전혀 발생하지 않는 직접중량법에 의해 무기물의 함량을 측정할 수 있는 회화조건은 400°C, 40시간이었다. 이때 일반적인 머플로 대신 분위기 로를 사용하면 회화시간을 2시간 이내로 단축시킬 수 있었다. 또한 상기 회화조건이 무기물들의 결정구조에 전혀 영향을 미치지 않는 것을 확인함으로써, X-선 회절분석에 의해 시료내의 다성분 혼합무기물들의 정성분석이 가능하였다.

사 사

본 연구는 차세대정밀회화사업(과제번호: KN-9825, 과학기술부)의 연구비 지원으로 수행되었음.

인용문헌

1. Ryu, J. -Y., Shin, J. -H., and Ow, S. -K., 1999 TAPPI Recycling Symp. Proceed., TAPPI PRESS, Atlanta, p. 177 (1999).
2. TAPPI Standard Method T211 om-93 (1993).
3. TAPPI Standard Method T413 om-93 (1985).
4. CPPA G.11 (1986).
5. APPITA P418s (1978).
6. ISO 2144 (1983).
7. SCAN C5:62 (1962).
8. APPITA P3m-69 (1969).
9. SCAN C6:62 (1962).
10. Kocman, V. and Bruno, P., Tappi J., 78 (4): 129 (1995).
11. JCPDS(Joint Committee on Powder Diffraction Standards) File 21-1276.
12. JCPDS File 27-605.
13. Treacy, M. M. J., Higgins, J. B., and von Ballmoos, R., Collection of Simulated XRD Powder Diffraction Patterns for Zeolites, 3rd Ed., p. 500, 502, Elsevier (1996).
14. JCPDS File 24-27.
15. JCPDS File 4-777.
16. JCPDS File 9-444.
17. JCPDS File 46-1308.
18. JCPDS File 29-1448.
19. JIS P-8204.