

## Surface coating and characterizations of non-swelling property mica

Ra-Young Park<sup>†</sup>, Jeong-Won Seok, Sun-Min Park\* and Pan-Chae Kim

Department of Gemological Engineering, Dongshin University, Naju 520-714, Korea

\*Processing Tech. Lab., KICET, Seoul 153-801, Korea

(Received May 26, 2008)

(Accepted June 13, 2008)

**Abstract** This study is to establish the coating technique for synthetic mica and to prepare synthetic mica with the non-aqueous property. The surface coating of synthetic mica is prepared with stearic acid using the high speed stirrer. The characterizations for mica powders coated the stearic acid are carried out by the deposition test, XRD and SEM. The results of research could be coated the stearic acid on the mica by 1600 rpm/min at 70°C for 10 min. From the observation of SEM was found that the non-aqueous property mica could obtained by mixture ratios for stearic acid and mica, the inner temperature and rotation speed of the stirrer but treated time be unrelated.

**Key words** Non-swelling property mica, Stearic acid coated mica, Hydrothermal method

## 비팽윤성 운모의 표면코팅 및 특성평가

박라영<sup>†</sup>, 석정원, 박선민\*, 김판채

동신대학교 보석공학과, 나주, 520-714

\*요업기술원 공정기술팀, 서울, 153-801

(2008년 5월 26일 접수)

(2008년 6월 13일 심사완료)

**요약** 본 연구에서는 합성운모에 대한 코팅기술을 확립한 뒤, 비수성을 나타내는 합성운모를 제조하였다. 합성운모의 표면코팅은 고속교반기를 사용하여 행하였으며, 스테아린산으로 코팅된 합성운모의 특성은 침적실험, XRD 및 SEM을 이용하여 분석하였다. 본 연구 결과, 교반기의 내부온도는 70°C를 유지하고, 10분 동안 1600 rpm/min 을 행함으로써 운모 표면에 스테아린산의 코팅이 가능하였다. 또한 SEM 관찰결과로부터, 스테아린산과 운모의 혼합비율, 교반기 내부온도, 회전 속도에 의해 특성이 변화하는 반면 코팅처리시간과는 무관함을 알 수 있었다.

### 1. 서 론

합성운모는 불화규산칼륨, 알루미늄 및 실리카 분말 등을 1400°C 이상의 고온에서 용융시킨 후 서서히 냉각시켜 만든 불소금운모(Fluor-phlogopite,  $\text{KMg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}_2$ )이며, 분쇄-분급과정을 통해 제조된다. 그러나 용융법을 이용할 경우 고온에서 제조해야 하며, 분쇄-분급과정이 필수적이다[1-3]. 따라서 본 연구에서는 운모의 합성을 위해 분쇄 및 분급공정을 행하지 않고, 저온영역에서도 합성이 가능한 수열법에 의해 비팽윤성 합성운모를 제조하고자 하였다. 또한 점토광물이 갖고 있는 응집성을 고

려하여 종래의 수직형의 반응용기를 사용한 수열법에서 탈피하여, 인위적인 이온의 확산을 유도할 수 있는 수평형 수열장치를 사용하였다[4]. 또한 합성한 운모를 사용하여 기능성을 갖는 원료를 개발하기 위해 표면코팅에 의한 비수성 특성을 갖는 운모를 제조하고자 하였다. 운모는 주로 캡셀화, 고에너지 및 침전반응 등에 의한 표면개질법이 사용되고 있으며[5-7], 본 연구에서는 수열합성된 운모의 표면에 스테아린산을 사용하여 코팅실험을 행하고자 하였다. 지방산의 일종인 스테아린산은 주로 로션의 유허제, 경도를 높이기 위한 비누의 첨가제, 고무나 플라스틱의 분산제, 타이어의 탄력증강제 등으로 사용된다[8]. 본 연구에서는 화장품 원료, 충전제 및 안료 등으로 사용되고 있는 운모를 합성하여, 스테아린산을 합성운모의 표면에 코팅함으로써 물성개선 및 기능성을 부여하고자 하였으며, 합성운모의 고부가가치화와 활용

<sup>†</sup>Corresponding author

Tel: +82-61-330-3241

Fax: +82-61-330-3251

E-mail: mahachohan@hanmail.net

도를 제고시키고자 하였다.

## 2. 실험 방법

본 연구에서는 비팽윤성 운모의 합성을 위해 인위적으로 이온의 확산을 유도할 수 있는 수평형의 회전식 수열 합성장치를 사용하였다. 수열 반응용기는 SUS 303 재질을 사용하였으며, 원료의 충전율은 반응용기 용적의 50%로 하였고, 0.7 mm 크기의 지르콘 비드와 합성을 위한 원료를 반응용기에 넣고 25 rpm/min을 유지하여 충분한 원료의 분산 및 이온확산을 유도하고자 하였다. 운모의 수열합성은 260°C에서 72시간 동안 행하였으며, 합성한 분말은 X선 회절분석 장치(XRD, Rigaku D/MAX-IIIC)를 사용하여 결정상을 분석하였으며, 백색도는 색차계(Choice 45%)를 사용하여 Hunter 방식으로 측정하였다. 또한 합성한 운모는 충전제로서 사용할 수 있는 일반적인 크기의 입도를 갖게 하기 위해 375mesh sieve를 통과시켜 제조하였다.

합성한 운모의 표면코팅 실험은 에스테르계 고분자물질 중에서 탐색하였으며, 본 연구에서는 ACROS사의 스테아린산을 사용하였다. 코팅장치는 고속교반기를 사용하였으며, 합성한 운모는 100 g으로 고정시키고 스테아린산의 양을 0.5 wt%에서 4 wt%까지 증가시키면서 표면코팅 실험을 행하였으며, 코팅처리시간은 10~30분 동안 행하여 코팅처리 된 운모를 제조하였다. 또한 코팅처리 된 운모는 물에서의 침적실험을 행하여 비수성을 관찰하였으며, XRD 분석 및 주사전자현미경(SEM, Hitachi U-7100)을 사용하여 운모 표면의 코팅상태를 확인하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 운모의 수열합성 및 특성분석

운모 합성에 사용한 수평형 회전식 수열장치를 Fig. 1에 나타내었다. 수열장치는 반응용기가 수평으로 장착되어, 회전될 수 있도록 설계 제작하였다. 운모의 수열합성 실험에 있어서, 반응용기 안에 출발원료, 수열 용매 및 지르콘 비드를 동시에 충전시킨 후 회전시키면서 출발원료가 응집되지 않고 대류 및 이온확산에 의해 비팽윤성 운모가 합성될 수 있도록 하였다. 출발원료는  $K_2O$ ,  $Al(OH)_3$ ,  $SiO_2$ 를 사용하였고, 수열용매로 8 m KOH 용액을 사용하여 실험을 행하였다. 수열합성의 최적조건은 온도: 270°C, 유지시간: 72시간, 회전속도: 25 rpm/min이었다. 본 연구에서 합성한 분말의 XRD 분석 결과를 Fig. 2에 나타내었으며, JCPDS 데이터와 비교한 결과

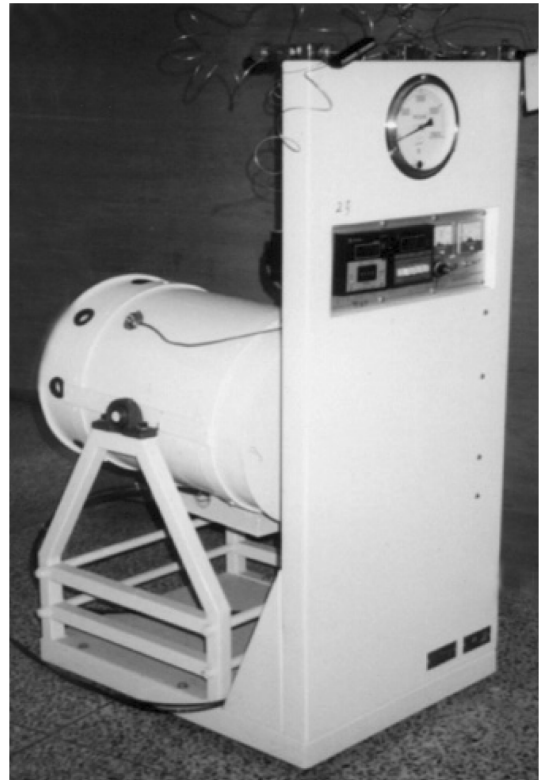


Fig. 1. Photograph of apparatus used for hydrothermal synthesis of mica

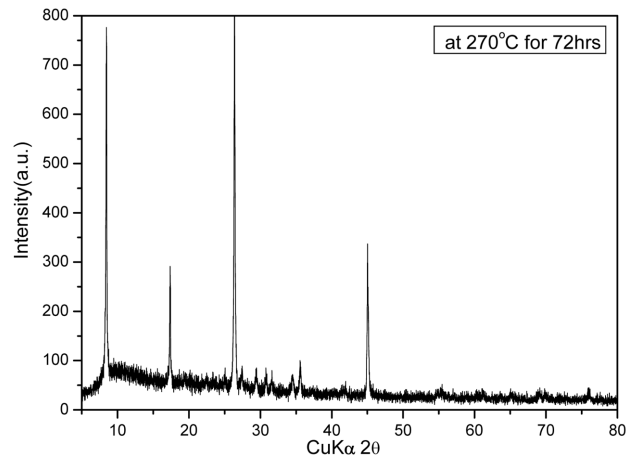


Fig. 2. XRD pattern of the mica synthesized at 270°C for 72 hrs in 8 m KOH solution

전형적인 백운모의 결정상임을 확인할 수 있었다. 또한 백색도를 측정 한 결과 97%의 높은 백색도를 나타냄을 확인할 수 있었다.

### 3.2. 운모의 표면코팅 및 특성분석

합성된 운모의 표면코팅을 위해 고속교반기를 사용하였으며, 이것을 Fig. 3에 나타내었다. 운모의 표면에 스



Fig. 3. Photograph of the stirrer used for surface coating of synthetic mica

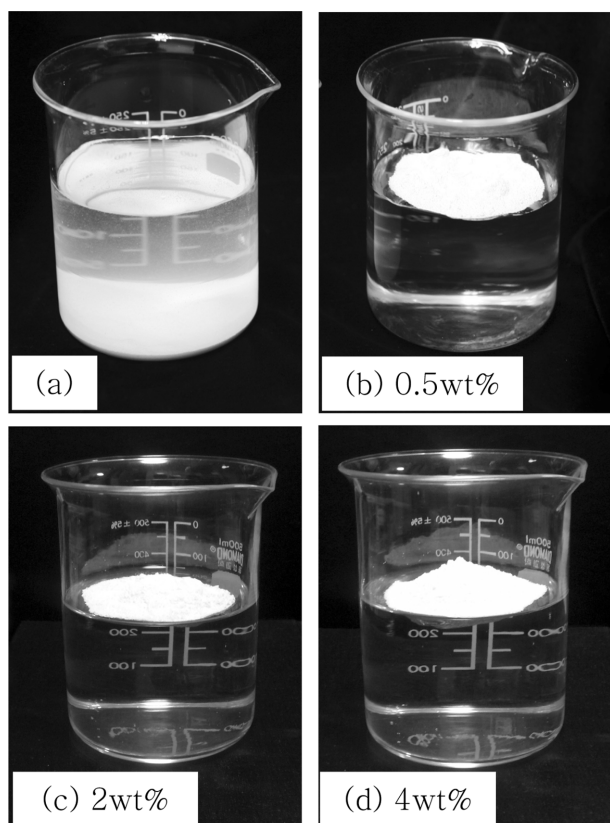


Fig. 4. Photographs for results of deposition test; (a) Non-coated synthetic mica, (b~d) synthetic mica coated stearic acid

테아린산을 코팅함으로써 비수성을 나타내도록 제조하고자 하였으며, 최적의 조건을 탐색하기 위해 스테아린산의 양과 코팅 처리시간을 변화시켜 실험을 행하였다. 또한 고속교반기 내부의 온도를  $70^{\circ}\text{C}$ 로 일정하게 유지하고, 회전속도를  $1600\text{ rpm/min}$ 으로 행함으로써 스테아린산이 운모의 표면에 코팅될 수 있도록 하였다. 스테아린산을  $0.5\text{ wt\%}$ ,  $2\text{ wt\%}$ ,  $4\text{ wt\%}$ 로 변화시키고, 코팅 처리시간을 각각 10분, 30분으로 행한 후 침적실험을 행한 결과, 모든 샘플이 물 표면에 떠있는 상태를 유지하였으나, 스테아린산의 비율이  $4\text{ wt\%}$ 까지 증가된 경우에는 과도한 양으로 인해 운모분말이 서로 덩어리 상태를 이루고 있음을 육안으로 관찰할 수 있었다. 이것은 과도한 양의 스테아린산 분말로 인해 운모표면이 서로 엉겨 붙어 나타난 것으로 판단된다. 각각의 침적실험 결과를 Fig. 4에 나타내었으며, Fig. 4에서 보는 바와 같이, 표면 코팅하지 않은 운모(a)는 모두 침강되어 있으나, 표면 코팅 한 합성운모(b~d)는 가라앉지 않고 표면에 떠 있음을 확인할 수 있다. 침적실험에 의해 수면위에 운모가 떠 있을수록, 합성운모 표면에 스테아린산이 잘 코팅되어 비수성을 나타냄을 의미한다. 따라서 운모입자가 스테아린산에 의한 표면 코팅처리에 의해 비수성 분말로 제조되었음을 확인할 수 있었다.

코팅처리 된 운모의 XRD 분석결과를 Fig. 5에 나타내었으며, 스테아린산의 양이 증가할수록  $21.6^{\circ}$ 에서 스테아린산에 의한 주된 피크가 증가하고 있음을 확인할 수 있었다. 또한 코팅된 운모의 표면을 SEM으로 관찰한 결과를 Fig. 6에 나타내었으며, 스테아린산의 양이  $0.5\text{ wt\%}$

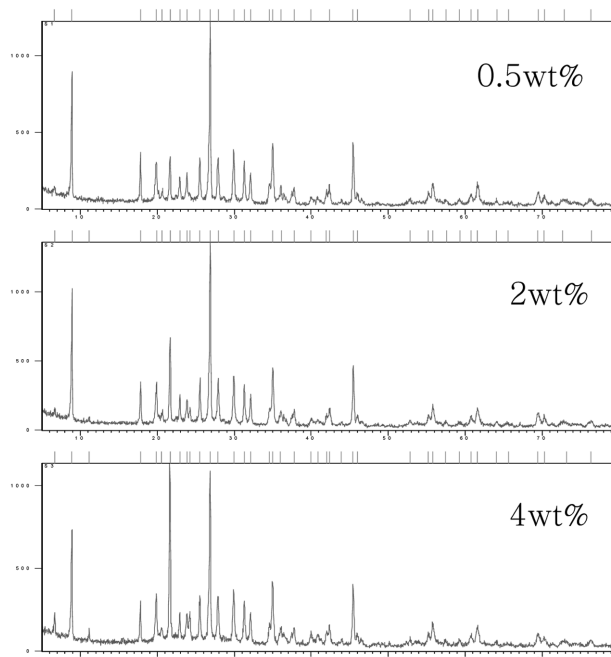


Fig. 5. XRD patterns of the synthetic mica coated stearic acid

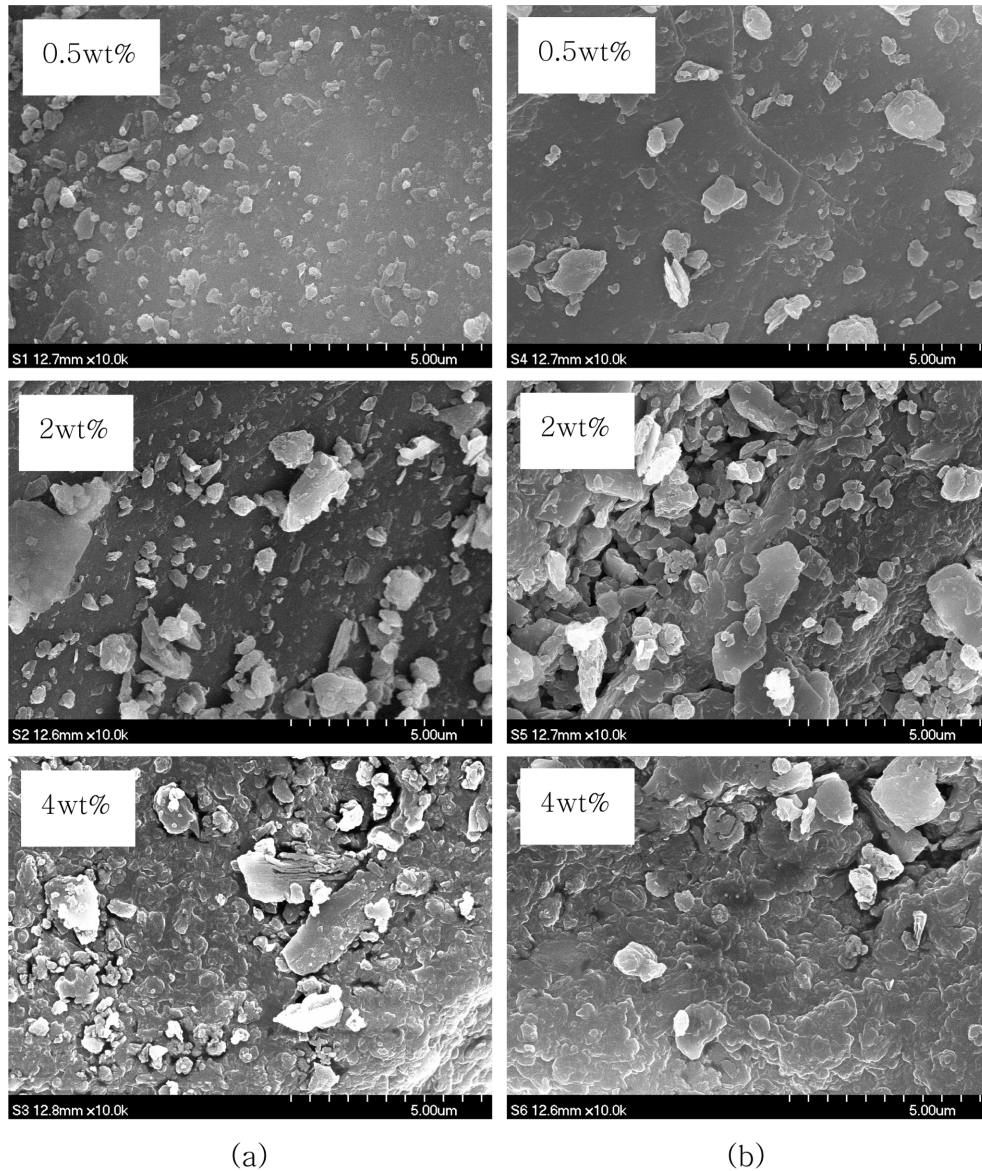


Fig. 6. SEM images of the synthetic mica coated for (a) 10 and (b) 30 minutes with stearic acid

에서 4 wt%로 증가할수록 운모 표면에 다량의 스테아린산이 코팅되어 덩어리상태를 이루고 있음을 확인할 수 있었으며, 이는 XRD분석 결과와 잘 일치함을 알 수 있었다. 그러나 코팅처리시간에 따른 스테아린산의 코팅 특성의 변화는 Fig. 6의 (a)와 (b)를 비교한 결과, 코팅처리 시간을 달리하여도 운모표면의 특성이 동일하게 나타나고 있음을 볼 수 있었다. 이상의 결과로부터, 운모의 표면에 코팅처리 조건은 고속교반기 내부의 온도와 회전속도 그리고 스테아린산의 최적량에 의해 결정되는 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

비팽윤성 운모를 수열합성하여 출발원료로 사용하였으

며, 수평형 회전식 수열장치에 의해 270°C에서 72시간 동안 25 rpm/min을 유지함으로써 운모의 합성이 가능하였다. 합성운모의 표면코팅 실험은 고속교반장치를 사용하여 행하였으며, XRD 분석 및 SEM관찰 결과로부터, 내부온도 70°C, 회전속도 1600rpm/min, 코팅처리시간 10분, 스테아린산 0.5 wt%의 조건에서 처리함으로써 비수성의 합성운모를 제조할 수 있었다. 또한 스테아린산을 0.5 wt%, 2 wt%, 4 wt%로 변화시키고, 코팅 처리시간을 각각 10분과 30분으로 행한 결과, 코팅처리 시간과는 무관하며, 0.5 wt%의 스테아린산으로도 비수성을 나타내는 운모의 제조가 가능함을 확인할 수 있었다. 또한 합성운모는 점토광물의 일종으로 응집되는 경향이 있으나, 운모의 표면에 스테아린산을 코팅함으로써 분산특성이 개선되었으며, 또한 물에 젖지 않는 비수성을 나타내

므로 고급제지 및 안료의 충전제로 사용이 가능하다.

## 감사의 글

본 연구는 에너지관리공단 에너지·자원기술 개발과제 “점토광물을 이용한 ET 및 NT 산업용 고기능성 소재 제조기술 개발” 사업의 일환으로 수행되었으며, 이에 감사 드립니다.

## 참 고 문 헌

- [ 1 ] H.J. Massonne and Z. Slpurka “Thermodynamic properties of white micas on the basis of high-pressure experiments in the systems  $K_2O$ - $MgO$ - $Al_2O_3$ - $SiO_2$ - $H_2O$  and  $K_2O$ - $FeO$ - $Al_2O_3$ - $SiO_2$ - $H_2O$ ”, *Lithos* 41 (1997) 229.
- [ 2 ] K.R. Franklin and E. Lee, “Synthesis and ion-exchange properties of Na-4-mica”, *Journal of Materials Chemistry* 6(1) (1996) 109.
- [ 3 ] R. Ravella and S. Komarneni, “Synthesis of swelling micas with stoichiometric amount of fluorine, characterization and ion exchange studies”, *Applied Clay Science* 39 (2008) 180.
- [ 4 ] J.W. Seok, R.Y. Pakr and P.C. Kim “Characterization and hydrothermal surface modification of non-swelling property mica using nano-silver”, *J. Korean Crystal Growth and Crystal Technology* 17(4) (2007) 172.
- [ 5 ] P.J. Lyoo and J.I. Yang, “Surface modification and characterization of sericite particles by using suspension polymerization method”, *J. of Mineral and Energy Resources* 35(3) (1998) 229.
- [ 6 ] S.B. Joeng, S.Y. Yang, Y.B. Chae and P.R. Yoon, “Determination of the surface properties calcite treated with stearic acid by inverse gas chromatography”, *J. of Mineral and Energy Resources* 36(5) (1999) 345.
- [ 7 ] B. Gangulya, N. Djoureloub, T. Suzukib and S. Kundua, “Surface modification of mica due to titanium sputtering as studied by positron annihilation”, *Applied Radiation and Isotopes* 64 (2006) 651.
- [ 8 ] D. Desai, S. Kothari and M. Huang, “Solid-state interaction of stearic acid with povidone and its effect on dissolution stability of capsules”, *International Journal of Pharmaceutics* 354 (2008) 77.