



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년03월24일  
(11) 등록번호 10-0816084  
(24) 등록일자 2008년03월17일

(51) Int. Cl.

*C01B 33/14* (2006.01) *C01B 33/143* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0046672

(22) 출원일자 2007년05월14일

심사청구일자 2007년05월14일

(56) 선행기술조사문헌

JP2006082990 A

KR1020060133831 A

KR1020070022029 A

US6440381 B1

(73) 특허권자

연세대학교 산학협력단

서울 서대문구 신촌동 134 연세대학교

(72) 발명자

현상훈

서울 영등포구 당산동5가 7-2번지 유원제일2차아파트 203-1102

김대윤

서울 서대문구 홍제1동 344-13

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

백남훈, 이학수

전체 청구항 수 : 총 7 항

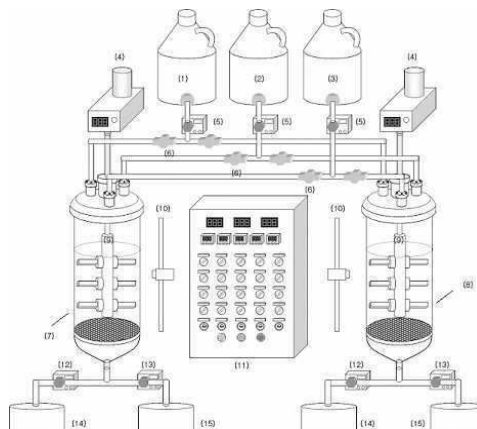
심사관 : 장기완

(54) 이온교환수지를 이용한 연속공정으로 실리카 졸을 제조하는방법

### (57) 요약

본 발명은 이온교환수지가 함유된 유동층 구조의 이온교환수지탑에 물유리( $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ ) 수용액을 투입한 후, 탑 내부의 교반기를 이용하여 상기 이온교환수지와 물유리 수용액을 함께 일정 속도 범위로 교반하면서 이온교환수지 최대이온교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환을 수행하여 실리카 졸을 제조하고, 상기 이온교환된 이온교환수지는 산(acid)을 투입하여 재생하고 세척하는 공정을, 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하여 실리카 졸에 함유된  $\text{Na}^+$  이온의 제거율을 향상시키면서 동시에 반응원료인 물유리로부터 실리카의 손실량이 최소화된 실리카 졸을 제조하는 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도9



(72) 발명자

**황성우**

대전 대덕구 비래동 123-26

**정해현**

서울 양천구 목6동 목동아파트 606-504

---

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

물유리 수용액을 이온교환수지가 함유된 유동층 구조의 이온교환수지탑에 투입한 후, 탑 내의 교반기를 이용하여 250 ~ 800 rpm 교반속도로 30 ~ 120 분 동안 이온교환을 수행하되, 이온교환수지 최대이온 교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환하여 실리카 졸을 제조하여 배출하는 1 단계와,

상기 이온교환된 이온교환수지탑에, 1 ~ 2 몰의 산을 200 ~ 500 ml/분 유속으로 투입하여 이온교환수지를 재생 및 세척하는 2 단계

를 포함하여 이루어진 공정으로, 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하는 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조방법.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 물유리 수용액은 물유리와 증류수가 1 : 2 ~ 6.5 부피비로 혼합된 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조방법.

### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 물유리 수용액은 이온교환수지에 대하여 1 : 1 ~ 2 부피비로 투입하는 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조방법.

### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 이온교환수지는 20 ~ 75 부피% 범위로 이온교환수지탑 내에 함유된 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조방법.

### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 세척은 증류수를 이용하여 10 ~ 15분 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조방법.

### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 산(acid)은 염산, 질산 및 황산 중에서 선택된 1 종 또는 2 종 이상의 혼합물인 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조 방법.

### 청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중에서 선택된 어느 한 항에 있어서,

실리카 손실량이 5 ~ 10 중량%이고,  $\text{Na}^+$  잔류량이 최대 15 ppm 이하이며, pH가 2.3 ~ 3.0 범위인 것을 특징으로 하는 실리카 졸의 제조 방법.

## 명 세 서

### 발명의 상세한 설명

#### 발명의 목적

### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <20> 본 발명은 이온교환수지가 함유된 유동층 구조의 이온교환수지탑에 물유리( $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ ) 수용액을 투입한 후, 탑 내부의 교반기를 이용하여 상기 이온교환수지와 물유리 수용액을 함께 일정 속도 범위로 교반하면서 이온교환수지 최대이온교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환을 수행하여 실리카 졸을 제조하고, 상기 이온교환된 이온교환수지는 산(acid)을 투입하여 재생하고 세척하는 공정을, 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하여 실리카 졸에 함유된  $\text{Na}^+$  이온의 제거율을 향상시키면서 동시에 반응원료인 물유리로부터 실리카의 손실량이 최소화된 실리카 졸을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- <21> 기존의 실리카 졸은 고가의 트리메톡시실란(Trymethoxysilane : TMOS), 테트라에톡시실란(Tetraethoxysilane : TEOS) 등의 금속 알콕사이드를 이소소프로판올(iso-propanol : IPA) 또는 tert부탄올(tert-butanol : TBA) 같은 용매 내에 분산시킨 후, 금속 알콕사이드에 대한 가수분해 및 중합 반응을 통해 제조하였다. 상기과 같은 제조 방법은 출발물질이 고가일 뿐 아니라 대량으로 생산하기에 어려운 점이 존재하고, 유기용매를 사용하기 때문에 수계를 필요로 하는 공정에는 적용하는데 문제점이 있다. 뿐만 아니라, 금속 알콕사이드나 유기용매 등은 인체에 악영향을 줄 수 있어 위험성도 뒤따른다.
- <22> 이러한 문제점을 해결해 줄 수 있도록 물유리 수용액을 출발물질로 하여 수용액 내에 존재하는  $\text{Na}^+$  이온을 제거하여 실리카 졸을 제조하는 방법이 제시 되어 있으며, 그 중 물유리 수용액에 산을 첨가하여 젤형태로 만든 후 분쇄하고 세척하여서 졸 형태를 만드는 수화젤 해교 방법이 있다. 그러나 상기 수화젤 해교 방법의 문제점은 물유리 수용액 내의  $\text{Na}^+$  이온 제거가 용이하지 않으며, 실리카 입자의 크기가 크고 그 분포가 넓어서 연마제로 사용할 시에는 큰 문제가 없으나 코팅제나 정밀한 제품생산에 사용하는 데는 문제점이 발생한다.
- <23> 또한 이온교환수지와 물유리를 반응기 내에 채워 넣고 반응시켜 실리카 졸을 만드는 공정을 1 회 실시하여 일정량의 실리카 졸을 얻어내는 배치타입(batch type)이 있으나 실리카 졸의 대량생산이 어려우며, 실리카 졸을 1 회 생산한 이온교환수지는 미세기공을 가지고 있어서 공기 중에 한번 노출되면 미세기공 내에 증기압이 증가하여 수분의 증발 속도가 증가되고 그로 인하여 실리카 졸이 쉽게 젤화가 이루어지며, 실리카 졸이 미세기공 내에 겔이 되면 재생 시에 산의  $\text{H}^+$  이온과 이온교환수지와와의 접촉면을 막아서 재생을 방해하기 때문에, 재사용 시 이온교환수지의  $\text{Na}^+$  이온 흡착 능력이 감소하게 되고 결국 이온교환 수지의 사용이 불가능한 문제점이 발생 한다.

### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <24> 이에, 본 발명자들은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 연구 노력한 결과, 유동층 구조의 이온교환수지탑에 물유리 수용액을 투입한 후 탑 내부 교반기를 이용하여 물유리 수용액과 이온교환수지를 교반하면서 최대이온교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환을 수행하여 실리카 졸을 제조하고, 사용된 이온교환수지를 재생 하여 세척하는 공정을 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하여 실리카 졸에 함유된  $\text{Na}^+$  이온의 제거율을 향상시킨다는 것을 알게 되어 본 발명을 완성하였다.
- <25> 따라서 본 발명은 실리카 졸에 함유된  $\text{Na}^+$  이온의 제거율이 향상되고 실리카의 손실량을 최소화 시킨 실리카 졸의 제조 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

### 발명의 구성 및 작용

- <26> 본 발명은, 물유리 수용액을 이온교환수지가 함유된 유동층 구조의 이온교환수지탑에 투입한 후, 탑 내부의 교반기를 이용하여 250 ~ 800 rpm 교반속도로 30 ~ 120분 동안 이온교환을 수행하되, 이온교환수지 최대이온 교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환하여 실리카 졸을 제조하여 배출하는 1 단계와, 상기 이온교환된 이온교환수지탑에, 1 ~ 2 몰의 산(acid)을 200 ~ 500 ml/분 유속으로 투입하여 이온교환수지를 재생 및 세척하는 2 단계를 포함하여 이루어진 공정으로, 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하는 실리카 졸의 제조 방법에 특징이 있다.
- <27> 이와 같은 본 발명을 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다.
- <28> 본 발명은 유동층 구조의 이온교환수지탑에 물유리 수용액을 투입한 후 탑 내부 교반기를 이용하여 물유리 수용액과 이온교환수지를 교반하면서 최대이온교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온교환을 수행하여 물유리 수용액에서

$\text{Na}^+$  이온을 제거하고(도1), 사용된 이온교환수지를 재생 하여 세척하는 공정을 2 개 이상의 서로 다른 이온교환수지탑을 이용하여 연속적으로 수행하여 실리카 손실을 줄인 실리카 졸의 대량 생산이 가능하며, 실리카 졸 생산 비용을 극소화 할 수 있는 실리카 졸 제조방법에 관한 것이다.

<29> 본 발명의 이온교환수지의  $\text{Na}^+$  이온의 흡착은 아래 도 2에 도시한 바와 같이,  $\text{Na}^+$  이온 흡착과  $\text{H}^+$  이온의 탈착은 이온교환수지의 표면에서 뿐만 아니라 미세기공에서도 일어나서, 이온교환 수지가 물유리 수용액에 노출되어 있는 표면과 그 기공까지 모두 이온교환에 참여한다.

<30> 도 9는 본 발명의 실리카 졸 제조 방법을 위한 제조 장치를 간략히 설명하면 다음과 같다. 먼저 물유리 수용액 탱크(1), 염산 탱크(2), 증류수 탱크(3)가 있으며 각각의 탱크는 정량적으로 압송하기 위한 펌프(5)가 설치되어 있다. 탱크에서 나온 용액들을 양쪽 이온교환수지탑(7),(8)으로 선택적으로 보낼 수 있는 솔레노이드 밸브(6)가 있으며, 이온교환수지탑(7),(8)과 이온교환수지와 물유리 또는 염산과 교반시켜주는 교반기(4)와 교반봉(9)이 있다. 수용액을 원하는 만큼 이온교환수지탑에 들어갈 수 있도록 용액의 양을 조절하는 높이 감지기(10)가 설치되어 있으며, 이온교환되어 생산된 실리카 졸을 보관하는 탱크(14)와 재생 시 버려지는 폐염산용액과 폐증류수를 수거하는 탱크(15)가 있으며, 이온교환수지탑(7),(8)을 동적 상태로 유지하기 위해 들어오고 나가는 용액을 정량적으로 압송하기 위한 펌프(12),(13)가 있고, 실리카 졸 제조 장치를 조절 하는 컨트롤 박스가 있다.

<31> 이러한 본 발명의 실리카 졸의 제조 방법에 대하여 보다 구체적으로 설명하면 다음과 같다.

<32> 먼저 본 발명의 첫 번째 단계는 물유리 수용액을 이온교환수지가 함유된 유동층 구조의 이온교환수지탑에 투입한 후, 탑 내의 교반기를 이용하여 250 ~ 800 rpm 교반속도로 30 ~ 120 분 동안 이온교환을 수행하되, 이온교환수지 최대이온 교환량의 30 ~ 70 % 범위로 이온 교환하여 실리카 졸을 제조하는 단계이다. 상기 물유리 수용액( $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ , n은 2 ~ 4의 정수를 나타낸다)은 물유리와 증류수를 1 : 2 ~ 6.5 부피비로 혼합한 것을 사용하며, 본 발명에서는 Na 함량 2.5 ~ 7.5 %,  $\text{SiO}_2$  함량 4 ~ 12%인 물유리를 사용하며 상기 실리카 함량이 벗어난 경우 제품의 경제성에 문제점이 발생하거나 실리카 졸 제조 시 젤화될 문제점이 발생한다.

<33> 본 발명에서 사용하는 이온교환수지탑은 유동층 구조 되어 있으며, 유동층이라 함은 이온교환 수지와 수용액이 잘 혼합되어 교반 시에 액체와 같이 쉽게 움직일 수 있는 상태가 됨을 말한다. 또한 상기 이온교환수지탑 내부에 있는 이온교환수지는 20 ~ 75 부피% 범위로 이온교환수지탑 내에 함유되어 있으며, 상기 이온교환수지탑 내부의 이온교환수지의 함유량이 20 부피% 미만 시 교반하는 효과를 얻을 수가 없으며, 75 부피% 초과 시 교반 시에 용액이 상단부의 물유리, 증류수, 염산의 파이프로 넘쳐 들어갈 수 있는 문제점이 발생하므로 상기 범위를 유지하는 것이 보다 효과적이다. 본 발명에서 사용하는 이온교환수지는 양이온교환수지로서 당 분야에서 사용하는 것으로 그 특성이나 성분을 특별히 한정하지 않는다.

<34> 상기 물유리와 증류수의 혼합비가 1 : 2 미만 시 실리카 함량이 적어 경제적이지 못하고, 1 : 6.5 초과 시 제품을 생산 시에 겔이 되어 파이프가 막히는 문제점이 발생하므로 상기 범위를 유지하는 것이 효과적이며, 물유리 수용액과 이온교환수지를 교반 하여 실리카가 이온교환 수지에 잘 흡착되지 않도록 함으로 실리카의 함량 손실을 최소한으로 줄이고 잔류  $\text{Na}^+$  이온양을 줄여 고품질의 실리카졸을 생산할 수 있다. 상기 실리카 졸 상기 탑내의 교반속도가 250 rpm 미만 시 교반의 효과를 기대하기 힘들고, 800 rpm 초과 시 유동층의 급격한 운동에 의해 용액이 공급파이프로 역류하는 문제점이 발생하며, 30 분 미만으로 교반 시 충분한 양의 제품을 생산하지 못하고, 120 분 초과 시 물유리 수용액의 나트륨 이온 제거가 용이하지 못한 문제점이 발생 한다. 또한 본 단계에서는 이온교환수지의 이온 교환량을 30 ~ 70 %, 바람직하기로는 40 ~ 60 %, 보다 바람직하기로는 50 % 범위로 이온교환을 진행하며 상기 최대 이온 교환량이 30 % 미만 시 이온교환과 재생의 과정을 자주 변경하여야 하여 경제적으로 실리카 졸 생산량이 미약하고, 70 % 초과 시 재생에 있어서 재생제의 양이 수지의 양의 10 배가 필요해 재생제가 과다하게 필요한 문제점이 발생한다. 상기 물유리 수용액을 이온교환수지탑 내에 있는 이온교환수지에 대하여 1 : ~ 2 부피비로 투입하며 1 : 1 미만 시 이온교환 수지의 최대 흡착량의 30 % 미만으로 사용하여 경제성이 저하되고, 1 : 2 초과 시 물유리 수용액의 나트륨 이온이 제거가 용이하지 않은 문제점이 발생한다.

<35> 본 발명에서 사용하는 교반기는 당 분야에서 사용하는 교반기로 그 특성을 특별히 한정하지 않는다.

<36> 실리카 졸을 배출하는데 있어서 70 ml/분 이상의 배출 속도로 실리카 졸을 배출 하며, 실리카 졸 배출 단계에서의 온도 등의 조건은 당 분야에서 사용하는 조건들도 특별히 한정하지 않으며 다만 실리카 졸의 실리카 함량이

높으며 나트륨 이온제거가 용이한 이유로 70 ml/분 이상의 속도로 실리카 졸을 배출하는 것이 좋다. 상기 배출 속도가 70 ml/분 미만 시 10 % 이상의 실리카 손실이 발생하며, 나트륨 제거율도 감소하게 되는 문제점이 있다.

<37> 다음으로 상기 이온교환된 이온교환수지탑에 1 ~ 2 몰 범위의 산(acid)을 200 ~ 500 ml/분 이상의 유속으로 투입하여 이온교환수지를 재생 및 세척하는 2 단계가 있다.

<38> 본 2 단계에서 사용되는 산(acid)은 염산, 질산 및 황산 등 중에서 선택된 산 용액을 사용하며, 상기 산의 농도가 1 몰 미만 시 재생시간이 오래 걸릴 뿐 아니라 99% 이상의 재생이 되지 않고, 2 몰 초과 시 폐수 처리에 대한 문제점이 발생하며, 상기 유속이 200 ml/분 미만 시 재생 시간이 오래 걸리고 재생율이 떨어지고, 500 ml/분 초과 시 재생율이 떨어지는 문제점이 발생한다. 상기 이온교환수지와 산(acid)의 비가 1 : 4 부피비 미만 시 재생이 잘 되지 않고, 1 : 10 초과 시 재생제의 양이 초과되어 과다하게 들어가는 문제점이 발생하므로 상기 부피비를 유지하는 것이 효과적이며, 이온교환수지의 재생 시간은 10 ~ 30 분 범위로 진행하는 것이 효과적인바, 10 분 미만 시 재생률이 90 % 이하로 떨어지고, 30 분 초과 시 더 이상 재생이 이루어지지 않으며, 재생 시 회전속도는 250 ~ 800 rpm 범위인 것이 효과적이며, 250 rpm 미만 시 재생률이 감소하고, 800 rpm 초과 시 용액이 역류하는 문제점이 발생하므로 상기 범위를 준수하는 것이 좋다.

<39> 또한 재생 시 200 ~ 500 ml/분 범위의 유속으로 폐염산을 배출하는 단계를 포함한다. 본 단계는 상기에서 염산을 주입하여 이온교환한 후의 폐염산을 이온교환수지탑 하부로 배출하는 단계이며 상기에서 유속이 200 ml/분 미만 시 재생시간이 증가하고 500 ml/분 초과 시 재생제가 수지를 재생하기 전에 배출되는 문제점이 발생한다.

<40> 이온교환수지탑의 세척 시 증류수를 이온교환수지탑에 500 ml/분 이상의 유속으로 투입하여 10 ~ 15 분 동안 세척을 진행한다. 상기 유속이 500 ml/분 미만 시 세척시간이 길어지고, 상기 세척시간이 벗어나는 경우 재생 시에 사용한 산용액이 잔류하는 문제점이 발생한다. 그 후 상기에서 사용된 폐증류수는 500 ml/분 이상의 속도로 탱크로 이송된다.

<41> 그리하여 본 발명의 제조방법으로 제조한 실리카 졸은 실리카 손실량이 5 ~ 10 %,  $\text{Na}^+$  잔류량이 15 ppm 이하, pH가 2.3 ~ 3.0인 특성을 가진다.

<42> 본 발명의 실리카 졸의 제조 방법은 이온교환수지탑을 2 개 이상 서로 다른 이온교환수지탑을 사용하여 이온교환, 재생을 연속적으로 진행하여 정량적인 측면에서도 대량으로 실리카 졸을 생산할 수 있다.

<43> 이하, 본 발명을 다음의 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하겠는바 본 발명이 실시예에 한정되는 것은 아니다

#### <44> 실시예 1

<45> 물유리( $\text{Na}$  함량 3.8 ~ 3.9 %,  $\text{SiO}_2$  함량 6.2 ~ 6.3 %)와 증류수를 1 : 3.8 부피비로 혼합하여 제조한 물유리 수 용액을 정량펌프를 통해 유동층 이온교환수지탑에 투입하여 이온교환수지와 1 : 1.5 부피비로 300 rpm 교반속도로 교반 후 6 l /시간의 속도로 실리카 졸을 생성하였고, 아래 시험방법에 의한 시험 후 결과를 표 1 에 나타내었다.

#### <46> 실시예 2

<47> 실시예 1 진행 후 이온교환수지탑에 2 몰의 염산을 200 ml/분 유속으로 투입하여 30 분 동안 교반하여 이온교환수지를 재생한 것을 사용한 것을 제외하고 실시예 1 과 동일하게 실시하여 실리카 졸을 생성하였고, 아래 시험방법에 의한 시험 후 결과를 표 1 에 나타내었다.

#### <48> 실시예 3

<49> 실시예 2 진행 후 이온교환수지탑에 2 몰의 염산을 200 ml/분 유속으로 투입하여 30 분동안 교반하여 이온교환수지를 재생한 것을 사용한 것을 제외하고 실시예 1 과 동일하게 실시하여 실리카 졸을 생성하였고, 아래 시험방법에 의한 시험 후 결과를 표 1 에 나타내었다.

표 1

구분	물유리		제조된 실리카졸		
	Na	SiO <sub>2</sub>	실리카 함량(중량%)	pH 농도	잔존 Na <sup>+</sup> 이온 (mg/ℓ)
실시예1	3.9	6.25	5.59	2.42	0.707
실시예2	3.9	6.25	5.40	2.41	0.838
실시예3	3.9	6.25	6.07	2.48	3.589

#### 실시예 4

물유리(Na 함량 3.8 ~ 3.9 %, SiO<sub>2</sub> 함량 6.2 ~ 6.3%)와 증류수를 1 : 3.8 부피비로 혼합한 물유리 수용액을 이온교환수지에 1 : 1 부피비로 교반시켜 실리카 졸을 생성한 것을 50 회 반복하였고, 아래 시험 방법에 의한 시험 후 결과를 아래 도 10 ~ 12 에 나타내었다.

#### <시험 방법>

1. 실리카 함량 : 감열감량법에 의하여 실리카 손실율을 구하였다. 실리카 손실율이 15 % 초과한 경우 불합격 처리 하였다.
2. pH 농도 : pH meter (691 pH meter, Metrohm Co. Switzerland)에 의하여었다. pH 농도가 2.3 ~ 2.5 인 경우 합격 처리하였다.
3. 실리카 졸 내에 있는 Na<sup>+</sup> 이온 : Na<sup>+</sup> ion detector (pNa 205-1000-S7 106375, WTW ,Germany)에 의하여었다. Na<sup>+</sup> 이온이 5 mg/ℓ 미만인 경우 합격 처리 하였다.

#### 실시예 5

물유리(Na 함량 3.8 ~ 3.9 %, SiO<sub>2</sub> 함량 6.2 ~ 6.3%)와 증류수를 1 : 3.8 부피비로 혼합하여 제조한 물유리 수용액을 12 ml/분 속도로 유동층 이온교환수지탑(A)에 투입하고, 250 rpm 교반속도로 30 분 동안 이온교환하며 이온교환수지 (Amberlite IR 120H, Rohm and Haas)를 이용하여 최대 교환량의 50 % 범위로 이온교환을 진행 하였다. 이온교환수지탑 하단부에 있는 펌프속도가 12 ml/분이 되도록 가동하고, 실리카 졸을 30 분 동안 제조(실리카 함량 5.3 ~ 5.6 %)하였으며, 이온교환수지탑(A)에 있는 이온교환수지를 재생하기 위해 2 M 염산을 200 ml/분 넣어주고, 15 분간 재생하였으며, 다시 15 분간 증류수로 세척하는 단계를 거친다. 그리고 이온교환수지탑(B)는 이온교환수지탑(A) 보다 30분 느리게 공정을 진행 하여 실리카 졸을 제조 하였으며 상기 시험 방법에 의한 시험 후 결과를 표 2 에 나타내었다.

표 2

구분		이온교환 (초기)	1회재생	2회재생	3회재생	4회재생
이온교환수지 탑A	실리카 함량(중량%)	4.87	5.58	5.49	5.38	5.21
	pH 농도	2.54	2.40	2.40	2.38	2.40
	실리카졸 잔존 Na <sup>+</sup> 이온 (mg/ℓ)	3.21	2.82	2.39	1.46	1.53
이온교환수지 탑B	실리카 함량(중량%)	4.97	5.35	5.41	5.42	5.42
	pH 농도	2.51	2.47	2.41	2.40	2.43
	실리카졸 잔존 Na <sup>+</sup> 이온 (mg/ℓ)	3.01	6.52	1.93	1.81	1.26

#### 비교예

고정층 이온교환수지탑을 사용한 것을 제외하고, 실시예 5 와 동일하게 실시하였으며 상기 시험 방법에 의한 시험 후 결과를 표 3 에 나타내었다.

표 3

구분		이온교환 (초기)	1회 재생	2회 재생	3회 재생	4회 재생
이온교환수지 타입A	실리카 함량(중량%)	4.21	4.36	4.32	생산 불가능	
	pH 농도	2.42	2.38	2.54		
	실리카졸 잔존 $\text{Na}^+$ 이온 (mg/ℓ)	5.33	4.98	4.79		
이온교환수지 타입B	실리카 함량(중량%)	4.17	4.28	4.76		
	pH 농도	2.37	2.40	2.51		
	실리카졸 잔존 $\text{Na}^+$ 이온 (mg/ℓ)	3.79	4.03	4.79		

<62>

<63>

$\text{Na}^+$  이온 흡착량을 아래 도 3에 도시한 바와 같이 랭무어 흡착을 하며 이온교환수지 1 g 당 30 mg 의  $\text{Na}^+$  이온을 교환하며, 아래 도 4 에 도시한 바와 같이  $\text{Na}^+$  이온의 흡착은 온도가 높을수록 흡착속도가 약간 증가하지만 온도에 따라 흡착되는 양은 이온교환수지 1 g 당 1 ~ 2 mg 으로, 온도에 따라 속도의 차이가 크지 않으며, 결과적으로 시간에 따라 반응 분율을 볼 때 모든 온도에서 흡착 시작 후 30 초 이내에  $\text{Na}^+$  이온을 전부 흡착한 것으로 확인할 수 있으며, 본 발명에서는, 이온교환수지의 이온흡착 선호도는  $\text{H}^+$  이온 보다  $\text{Na}^+$  이온을 선호하기 때문에 확산원리를 이용하여 이온교환수지에 흡착된  $\text{Na}^+$  이온을  $\text{H}^+$  이온으로 치환시켜 재생을 실시하였다. 아래 도시된 도 5 는 이온교환수지 1 g 당 15.2 mg 의  $\text{Na}^+$  을 흡착시킨 수지는 수지의 4 배의 2 M 염산으로 재생시켰을 때 99 % 이상의 재생율을 보였으며 30 mg 의  $\text{Na}^+$  을 흡착시킨 수지는 10 배 정도의 염산으로 재생 시에 99 % 이상의 재생율을 보이며, 도 6 에서는 30 mg 의  $\text{Na}^+$  을 흡착시킨 이온교환수지를 10 배의 염산으로 재생할 때 20 분이 경과되면 완전히 재생 한 것으로 확인할 수 있다. 도 7 에 도시한 바와 같이 고정된 이온교환수지 탭에 통과시킨 실리카 졸은 이온교환 수지와 물유리를 교반시켜 제조한 실리카 졸에 비해 실리카 손실이 크며, 잔류  $\text{Na}^+$  이온양도 높게 나타났다. 도 8 에 도시한 바와 같이 실리카 졸의 제조 속도가 너무 느릴 경우 1 중량% 정도의 실리카 손실을 가져오며 70 ml/분 이상의 속도로 제조 시에는 실리카 손실이 적어지는 것으로 나타났다.

<64>

도 10 은 본 발명의 실리카 졸의 제조 방법에 의해 제조된 실리카 졸의 실리카 손실율이 극소화 된 것을 보이며, pH 농도가 2.3 ~ 3.0로 일정하고, 잔류  $\text{Na}^+$  이온이 최대 15 mg/ℓ 이하인 고품질의 실리카 졸이 생산된 것으로 보이며, 도 11 에서는 실리카 졸의 실리카 함량은 5.0 ~ 5.7 중량% 일정하고 통계적인 분석을 했을 시에 정규분포를 이루는 것을 확인하여 일정한 값을 유지함을 알 수 있었고, 도 12 에서는 실리카 졸의 pH가 2.3 ~ 3.0 으로 통계적 분석 시에 정규분포를 이루는 균일한 제품이 생산되는 것으로 보인다.

<65>

종합하면, 본 발명에 따른 실리카 졸의 제조 방법을 살펴보면, 실시예가 비교예 보다 실리카 손실을 최소로 하고, pH 농도가 2.3 ~ 3.0 으로 일정하며, 실리카 졸 내에 있는  $\text{Na}^+$  이온이 최대 15 mg/ℓ 이하의 양질의 우수한 실리카 졸을 대량 생산할 수 있다.

### 발명의 효과

<66>

상기에서 상술한 바와 같이 본 발명에 따르면, 교반기로 이온교환수지를 회전하여 실리카 손실을 최소화 하고, pH가 2.3 ~ 3.0으로 일정하며, 실리카 졸에 잔존하는  $\text{Na}^+$  이온이 15 mg/ℓ 이하의 우수한 실리카졸을 이온교환과 재생 공정을 이용한 연속식 공정으로 인하여 대량으로 생산할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

<1>

도 1은 물유리를 이온교환 하는 이온교환 수지의 구조도를 나타낸 것이다.

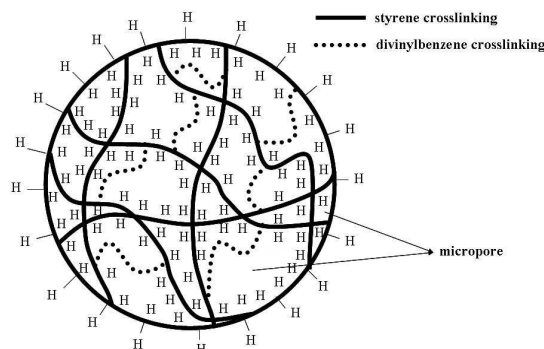
<2>

도 2는 이온교환 수지에서의  $\text{Na}^+$  이온의 흡착 메카니즘을 나타낸 것이다.

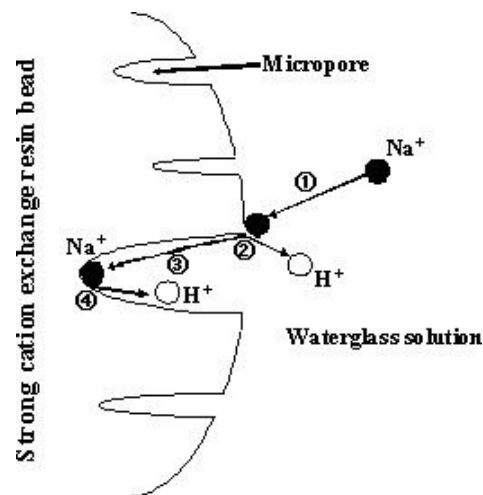
- <3> 도 3은 물유리에서  $\text{Na}^+$  이온을 제거하는 데에 사용되는 이온교환 수지의 온도별  $\text{Na}^+$  이온의 최대 흡착량 데이터를 나타낸 것이다.
- <4> 도 4는 물유리에서  $\text{Na}^+$  이온을 제거하는 데에 사용되는 이온교환 수지의  $\text{Na}^+$  이온의 흡착 속도 데이터를 나타낸 것이다.
- <5> 도 5는 물유리에서  $\text{Na}^+$  을 흡착한 이온교환 수지를 재사용할 수 있도록 염산용액으로 재생하는데 필요한 염산의 양을 측정한 데이터를 나타낸 것이다.
- <6> 도 6은 이온교환 수지를 염산으로 재생하는데 필요한 시간을 측정한 재생 속도 데이터를 나타낸 것이다.
- <7> 도 7은 이온교환 시에 교반기로 교반한 경우와 교반하지 않은 경우에 대해 실리카 농도와 잔류  $\text{Na}^+$  이온 농도를 비교한 것이다.
- <8> 도 8은 실리카 졸 생산 시에 생산속도에 따른 실리카 농도와 잔류  $\text{Na}^+$  이온 농도를 비교한 데이터를 나타낸 것이다.
- <9> 도 9은 이온교환-재생 실리카 졸 제조장치를 나타낸 것이다.
- <10> 도 10은 이온교환-재생 실리카 졸 제조장치에 의해 생산된 실리카 졸의 물성을 나타낸 것이다.
- <11> 도 11은 이온교환-재생 실리카 졸 제조장치를 통해 생산한 실리카 졸의 실리카 함량에 대해 나타낸 것이다.
- <12> 도 12는 이온교환-재생 실리카 졸 제조장치를 통해 생산한 실리카 졸의 pH에 대해 나타낸 것이다.
- <13> <도면의 주요 부분에 대한 설명>
- <14> 1: 물유리 수용액 탱크      2: 염산탱크
- <15> 3: 증류수 탱크              4: 교반기
- <16> 5, 12, 13: 펌프              6: 솔레노이드 밸브
- <17> 7, 8: 이온교환수지탑      9: 교반봉
- <18> 10: 감지기                    11: 컨트롤 박스
- <19> 14: 생산된 실리카 졸 보관 탱크 15: 폐수 보관 탱크

## 도면

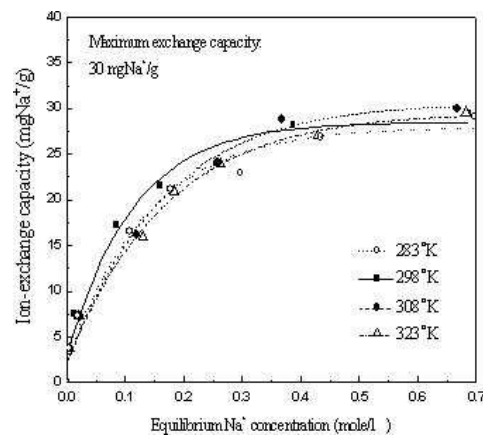
### 도면1



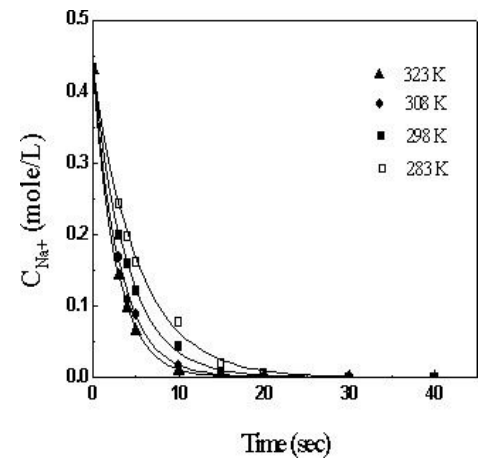
도면2



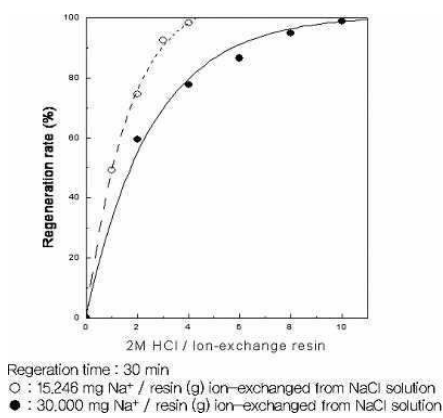
도면3



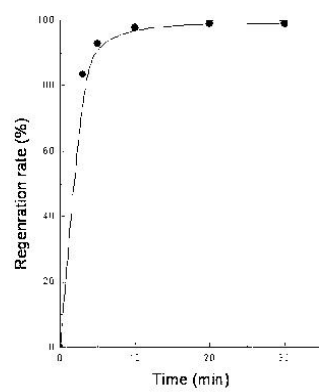
도면4



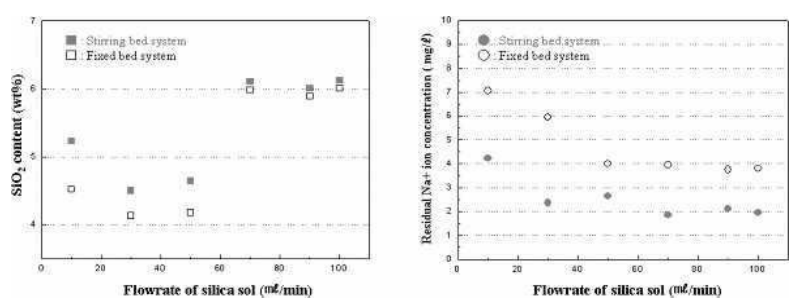
도면5



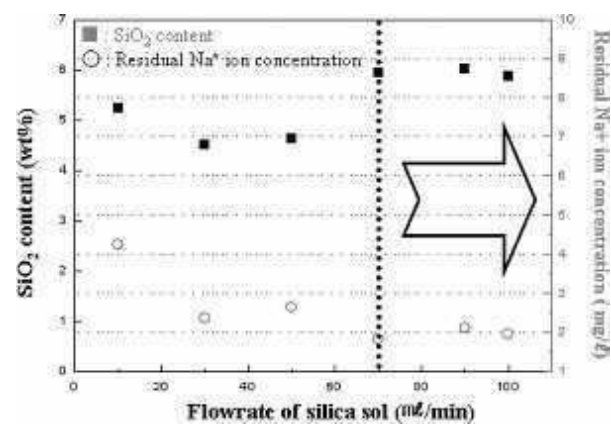
도면6



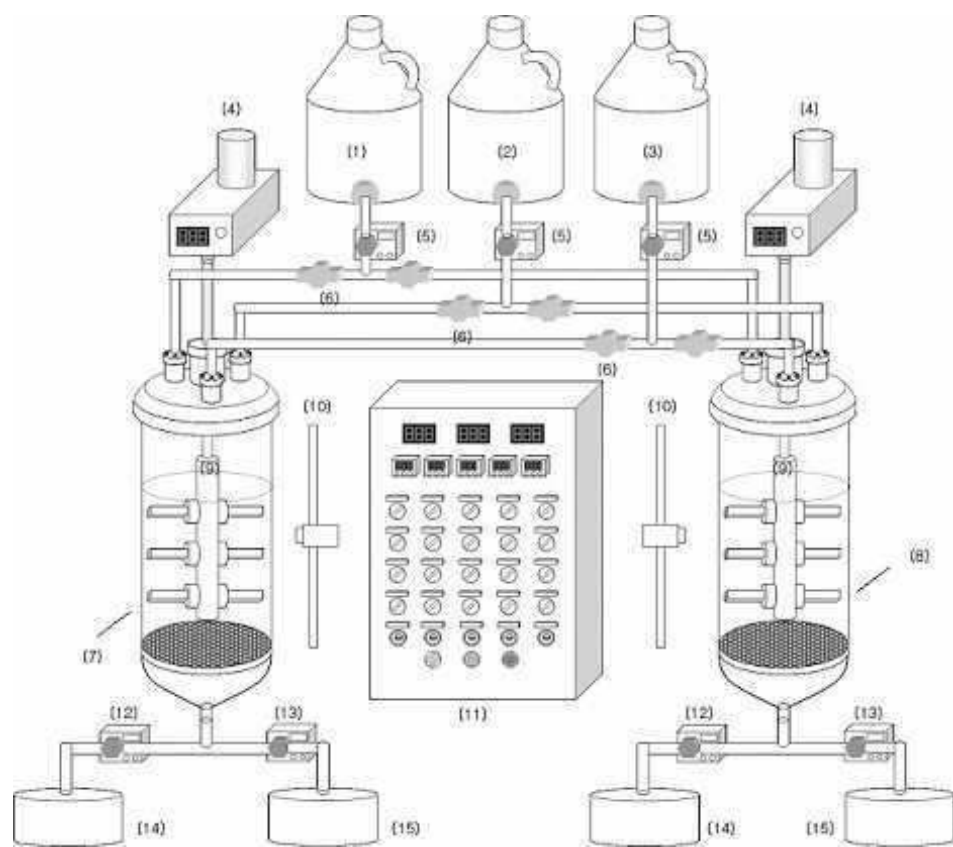
도면7



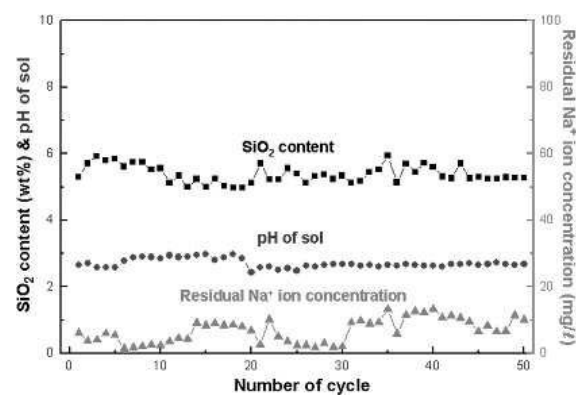
도면8



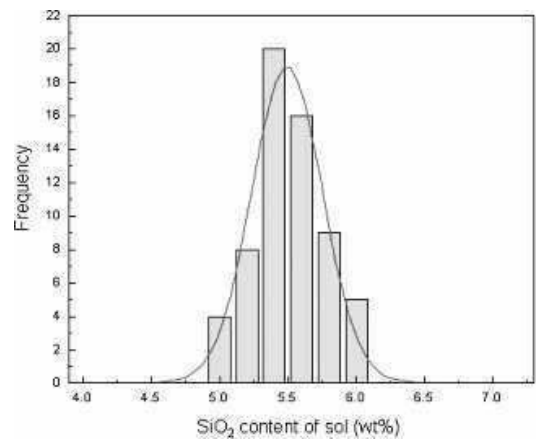
도면9



도면10



도면11



도면12

