

## 아세톤합성용 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ 계촉매의 제조

김 현 일

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학연구기관들과 과학자, 기술자들은 우리 나라의 실정에 맞고 나라의 경제발전에 이바지할수 있는 과학기술적문제를 더 많이 풀어야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제13권 173페이지)

우리는 유기화학공업의 중요한 기초원료, 용매로 널리 리용되고있는 아세톤합성촉매인 산화철-탄산칼시움( $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ )계촉매를 제조하기 위한 연구를 하였다.

현재 세계적으로 아세톤은 쿠물법에 의한 페놀생산공정에서 페놀과 함께 생산되고있으며 피셔-트롭슈합성공정에서 부생성물로 얻어지는것으로 되어있다.[1-3]

우리는 에타놀을 출발원료로 하는 아세톤합성에서 높은 촉매적활성을 나타내는  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ 계촉매의 합리적인 제조조건을 고찰하였다.

### 실 험 방 법

시약으로는 초산칼시움( $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , 분석순), 초산(분석순), 에타놀(분석순), 쇠밥을, 기구로는 고정충흐름식반응기, 자동온도조절계, 크로멜-알루멜열전대, 구관랭각기, 사관랭각기, 분액깔때기를 리용하였다.

촉매는 산화철을 제조하고 여기에 초산칼시움용액을 침지시킨 다음 고정충흐름식반응기에서 소성하는 방법으로 제조하였다.

우선 산화철을 제조하기 위하여 쇠밥(길이 5mm, 너비 5mm, 두께 0.4mm정도)을 준비하고 10% 초산용액에 넣었다가 1h 지나서 과잉의 산을 갈라낸 다음 쇠밥을 유리관우에 퍼서 몇시간동안 놓아둔다. 이 과정을 3번 반복하면 쇠밥이 산화철층으로 덮이게 된다. 다음 고액비가 10 : 1정도 되게 쇠밥에 초산칼시움용액을 침지시키고 끓는 물욕에서 완전히 마를 때까지 가열한다. 이와 같이 만든 촉매를 고정충흐름식반응기에 채워넣고 공기를 통과시키면서 4h동안  $500^\circ\text{C}$ 에서 소성하여  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ 계촉매를 제조하였다.

$\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ 계촉매에 의한 아세톤합성반응은 고정충흐름식반응기에서 진행하였다. 반응조건은 에틸알콜의 농도 20%, 반응온도는  $500^\circ\text{C}$ , 공속은  $1.0\text{h}^{-1}$ 으로 하였다.

생성물에 대한 분석은 기체크로마토그래프(《GC-14B》)(PEG-20M, FID, 온도  $200^\circ\text{C}$ , 탭 길이 2.5m, 압력 80kPa)로 진행하였다.

### 실험결과 및 고찰

아세톤합성용  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ 계촉매제조조건의 영향을  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비, 소성온도, 소성시간에 대하여 고찰하였다.

$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (물질량비)의 영향  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비를 변화시키면서  $400^\circ\text{C}$ 에서 3h동안 소성하여  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매를 제조하고 아세톤합성에 리용하여 아세톤의 거둠률과 미반응에타놀의 함량변화를 고찰한 결과는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비가 커짐에 따라 아세톤의 거둠률은 증가하다가 7:3이상에서는 감소하였고 미반응에타놀의 함량은 증가하였다.

이로부터 아세톤합성촉매제조에 적합한  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비를 7:3으로 하였다.

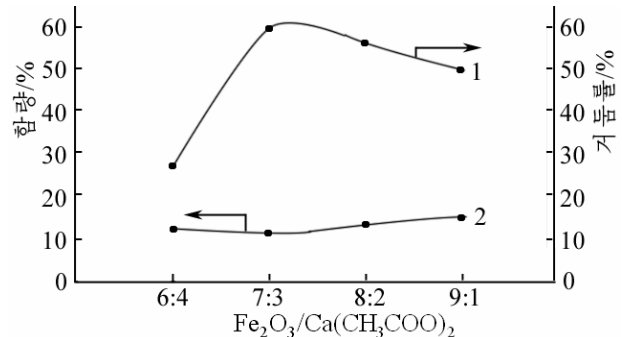


그림 1.  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (물질량비)의 영향  
1-아세톤거둠률, 2-미반응에타놀의 함량

소성온도의 영향  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비를 7:3으로 하여 초산칼시움을 침지시키고 소성시간을 3h로 고정하고 소성온도를 변화시키면서 제조한  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매를 아세톤합성에 리용한 결과 미반응에타놀의 함량과 아세톤거둠률변화는 그림 2와 같다.

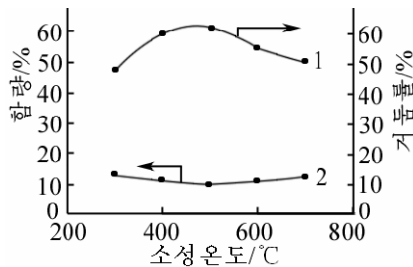


그림 2. 소성온도의 영향  
수자설명은 그림 1과 같음

그림 2에서 보는바와 같이 아세톤의 거둠률은 소성온도가 높아짐에 따라 증가하다가  $500^\circ\text{C}$ 이상에서는 감소하였으며 미반응에타놀의 함량도 이 온도에서 최소로 되었다. 그러므로 아세톤합성촉매인  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매 제조에 가장 적합한 소성온도는  $500^\circ\text{C}$ 이다.

소성시간의 영향  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 과  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 의 물질량비를 7:3으로 하여 초산칼시움을 침지시키고 소성온도  $500^\circ\text{C}$ 에서 소성시간을 변화시키면서  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매

를 제조하여 아세톤을 합성하였을 때 아세톤의 거둠률과 미반응에타놀의 함량변화를 고찰한 결과는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 소성시간 4h에서 아세톤의 거둠률이 제일 높아졌으며 그 이상에서는 아세톤의 거둠률과 미반응에타놀의 함량변화가 거의 없었다. 이로부터 아세톤합성용  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매제조에 가장 적합한 소성시간을 4h로 선정하였다.

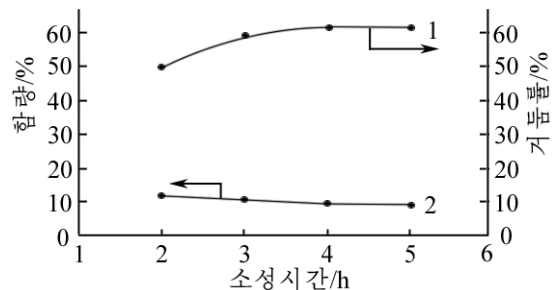


그림 3. 소성시간의 영향  
수자설명은 그림 1과 같음

## 맺는 말

우리는  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매가 아세톤합성에 미치는 영향을 고찰하여 아세톤합성에 가장 적합한  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{CaCO}_3$ 계 촉매제조조건을 확립하였다. 적합한 제조조건은  $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 = 7:3$ (물질량비), 소성 온도  $500^\circ\text{C}$ , 소성 시간 4h이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 吴流芳 等; 燃料化学学报, **4**, 36, 478, 2008.
- [2] 尤世平; 广东化工, **5**, 41, 137, 2014.
- [3] 徐敏华; 东船舶工业学院学报, **4**, 17, 64, 2003.

주체107(2018)년 1월 5일 원고접수

## Preparation of $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$ Catalyst for Synthesis of Acetone

*Kim Hyon Il*

We established the preparing conditions of  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$  catalyst for synthesis of acetone.

The suitable preparing conditions are  $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 = 7 : 3$ (molar ratio), the calcination temperature  $500^\circ\text{C}$  and the calcination time 4h.

Key words:  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  catalyst, acetone, ethanol