

## 변압기유정제용흡착제의 제조

주혜련, 박우성

대형고압변압기들에 들어있는 변압기유속에는 여러가지 유기산들, 수분, 그밖의 산화생성물과 금속이온들이 존재한다. 이것들은 변압기의 절연특성에 부정적영향을 미치며 이러한 영향은 오래 사용한 변압기들에서 보다 우심하게 나타난다. 이로부터 세계적으로 오래된 변압기유를 재생리용하기 위한 연구[2-4]가 광범히 진행되고있으며 그중에서 흡착법에 대한 연구가 많은 비중을 차지하고있다.

변압기유의 정제에 리용되는 흡착제들로는 합성제올라이트(A형, X형)와 실리카겔, 활성백토를 들수 있는데 A형제올라이트와 X형제올라이트들은 수분과 수용성산에 대한 선택흡착성이 강하지만 유기산일반에 대한 흡착성은 약하다. 활성백토는 겔면에 일정한 범위의 세기를 가진 고체산점들이 수많이 존재하므로 변압기유속에 들어있는 유기산과 수분을 비롯한 여러가지 극성물질들을 효과적으로 흡착제거한다.

우리는 우리 나라에 많이 매장되어있는 ○승지구 평운토를 류산으로 활성화하고 활성화조건이 변압기유속의 유기산을 흡착제거하는데 미치는 영향을 고찰하였다.

### 실험 방법

○승지구 평운토를 수과분리하고 주어진 농도의  $H_2SO_4$  용액에 넣어 일정한 시간동안 100r/min으로 교반하면서 끓는 온도에서 처리하였다. 산처리된 시료를 증류수로  $SO_4^{2-}$  이 검출되지 않을 때까지 세척하였다. 소성로(150~450℃)에서 일정한 시간 열처리한 다음 100μm 이하로 분쇄하여 시료로 리용하였다.

산활성화처리전과 처리후에 흡착제에서 나타난 구조적변화를 X선회절분석기(《Rigaku Miniflex》)를 리용하여 고찰하였다. 흡착제의 특성은 정제하지 않은 변압기유와 정제한 변압기유에서 유기산함량(산가)을 결정하는 방법으로 평가하였다.

흡착실험은 산가가 0.14인 변압기유에 5질량%의 흡착제를 넣고 30℃에서 5h동안 200r/min의 속도로 교반한 다음 흡착제를 분리하고 산가를 측정하는 방법으로 진행하였다.

산가결정방법은 다음과 같다. 약 10g의 기름시료를 평량하고 60℃로 가열한 에타놀에 넣어 계속 가열하면서 3min동안 흔들어준다. 여기에 산염기지지시약(니트라진황)을 4방울 떨구고 0.05mol/L의 알콜성KOH용액을 적하한다. 적정종점은 용액의 색깔이 청색을 띠는 순간으로 평가하였다. 종점에서 적정용액의 소비체적으로부터 다음의 식을 리용하여 산가를 계산한다.

$$\text{산가} = \frac{\text{적정체적(mL)} \times \text{적정농도(mol/L)} \times \text{KOH의 물질량(g/mol)}}{\text{기름시료의 질량(g)}}$$

산가측정결과는 변압기유속에 들어있는 휘발성 및 비휘발성, 수용성 및 비수용성유기산들의 총함량을 반영한다.

## 실험결과 및 해석

흡착제 제조과정에 산농도와 시간, 소성온도와 시간에 따라 흡착제의 유기산흡착특성이 변화된다. 따라서 이 인자들을 변화시키면서 흡착제의 제조특성을 고찰하였다.

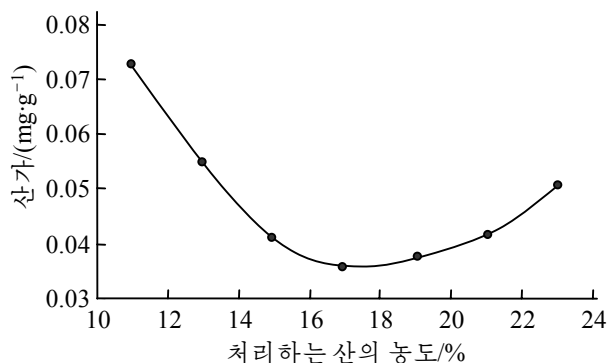


그림 1. 산농도에 따르는 흡착제의 유기산흡착특성

산농도의 영향 흡착제의 특성에 대한 산농도의 영향을 고찰하기 위하여 산처리시간을 2h, 소성온도 200℃, 소성시간을 3h로 고정시키고 산농도를 11~23질량%까지 2질량% 간격으로 변화시키면서 흡착제를 제조하고 그것의 유기산흡착특성을 고찰하였다.(그림 1)

그림 1에서 보는바와 같이 산가는 산농도가 증가함에 따라 점차 감소하다가 17질량%에서 최소로 되었으며 그 이상에서 다시 증가하였다.

이것은 산농도가 커짐에 따라 몬모릴론석안에 미소기공들이 많이 생기고 이미 있던 미소기공은 중간기공으로 커지면서 흡착제의 비결면적이 커지다가 일정한 농도이상에서는 중간기공들이 거대기공으로 넘어가면서 오히려 비결면적이 작아지기때문이다.[1]

산처리시간의 영향 산처리시간의 영향을 고찰하기 위해 산농도를 17질량%, 소성온도를 200℃, 소성시간을 3h로 고정시키고 산처리시간에 따르는 산가변화를 고찰하였다.(그림 2)

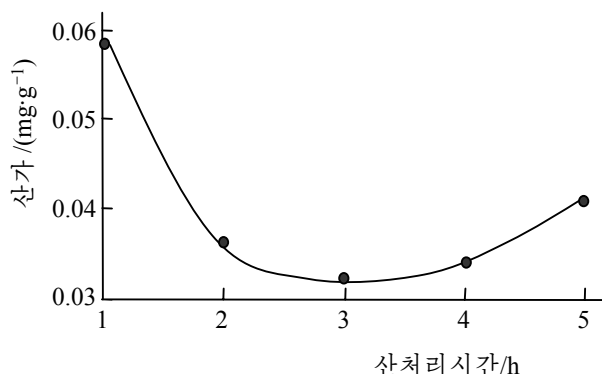


그림 2. 산처리시간에 따르는 흡착제의 유기산흡착특성

그림 2에서 보는바와 같이 산가는 산처리시간이 지남에 따라 급격히 감소하다가 3h후에는 서서히 감소하였다. 이것은 산농도가 산가변화에 주는 영향과 같은 경향성을 가지고 설명할수 있다.

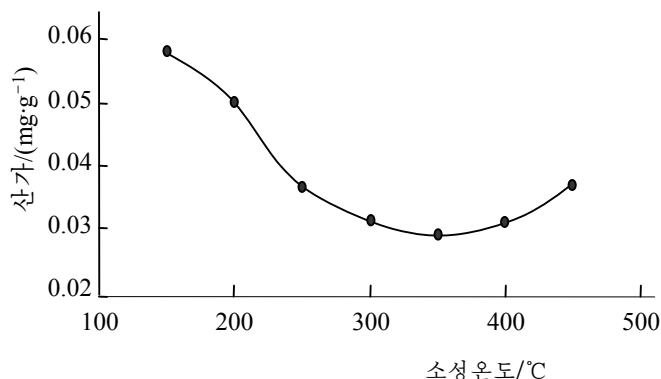


그림 3. 소성온도에 따르는 흡착제의 유기산흡착특성

소성온도의 영향 소성온도의 영향을 고찰하기 위해 산농도를 17질량%, 산처리시간 3h, 소성시간 3h로 고정시키고 소성온도를 변화시키면서 산가변화를 고찰하였다.(그림 3)

그림 3에서 보는바와 같이 소성온도가 올라감에 따라 산가가 점차 감소하다가 다시 증가하는 경향성을 나타낸다. 그림 3으로부터 소성온도가 350℃일 때 흡착제의 유기산흡착특성

이 가장 좋다는것을 알수 있다. 이것은 350℃에서 소성했을 때 흡착제겔면에 유기산흡착에 유리한 산세기와 산량이 조성되기때문이다.[4]

소성시간의 영향 소성시간의 영향을 고찰하기 위해 산농도 17질량%, 산처리시간 3h, 소성온도 350℃로 고정시키고 소성시간을 변화시키면서 산가변화를 고찰하였다.(그림 4)

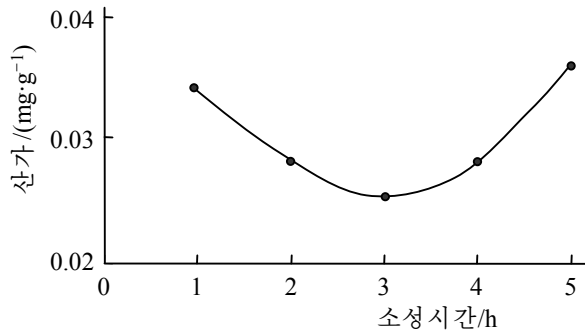


그림 4. 소성시간에 따르는 흡착제의 유기산흡착특성

그림 4에서 보는바와 같이 산가는 시간에 따라 서서히 감소하다가 3h후부터는 조금씩 높아졌다. 이것은 이때 흡착제겔면의 루이스산세기와 산량이 유기산흡착에 가장 적합하기 때문이다.

흡착제의 구조적변화 활성화처리전과 후의 흡착제의 XRD분석결과는 그림 5와 같다.

그림 5에서 보는바와 같이 활성화처리전에 층간에 존재하던 여러가지 교환성양이온들을 비롯한 불순물들의 특성봉우리들이 제거되고 층간거리(001면)가 위에서 언급된 소성조건으로 하여 약 0.1nm로 감소되어 유기산의 물리적흡착에도 유리한 조건이 주어졌다는것을 알수 있다.

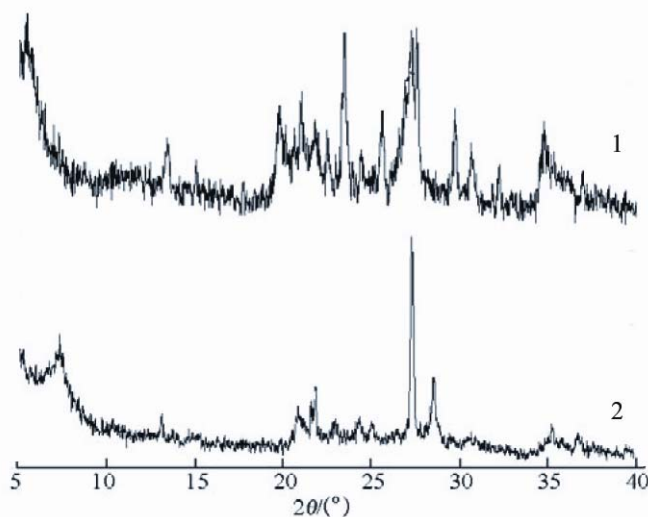


그림 5. 활성화처리전(1)과 후(2)의 흡착제의 XRD분석결과

## 맺 는 말

몬모릴론석을  $\text{H}_2\text{SO}_4$  수용액(17질량%)으로 3h 동안 처리하고  $350^\circ\text{C}$ 에서 3h 소성하여 얻은 흡착제로 로화된 변압기유를 정제하였다. 정제결과 변압기유의 산가가 0.14로부터 0.025로 감소하였다.

## 참 고 문 헌

- [1] Huseyin Topallar; JAOCS, **75**, 531, 1998.
- [2] Arpan Kumar Pradhan et al.; Science, Measurement & Technology, **11**, 2, 204, 2017.
- [3] A. Raymon et al.; Dielectrics and Electrical Insulation, **22**, 1, 8, 2015.
- [4] 王晋华 等; 变压器, **39**, 7, 26, 2002.

주체108(2019)년 4월 5일 원고접수

## Preparation of Adsorbent for Refining of Transformer Oil

*Ju Hye Ryon, Pak U Song*

We refined the aged transformer oil with the adsorbent prepared by treating montmorillonite in sulfuric acid solution for 3h and calcinating at  $350^\circ\text{C}$  for 3h. As the refining result, the acid number of the transformer oil was reduced from 0.14 to 0.025.

Key words: transformer oil, activated clay, organic acid removal