

Al_2O_3 -불수강판형담체에서 린산에 의한 Al_2O_3 층의 부착세기개선

최영길, 리종과, 리선일

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《에너지와 철강재, 화학제품, 식량문제를 비롯하여 현시기 경제강국건설에서 관건적의의를 가지는 문제들을 과학기술적으로 해결하는데 주되는 힘을 넣어야 합니다.》

(《조선로동당 제7차대회에서 한 중앙위원회사업총화보고》 단행본 41페이지)

Al_2O_3 -불수강담체촉매는 발전계통의 안전운영에 널리 리용되는 촉매이다. 금속재료를 지지체로 쓰려면 금속표면에 촉매물질이나 담체물질을 견고히 부착시켜야 하는데 우리는 γ - Al_2O_3 을 해교하여 불수강판에 피복하는 방법으로 Al_2O_3 -불수강판형담체를 제조하였다.[1] 강철판에 입힌 알루미늄나층을 린산알루미늄으로 처리하여 부착세기를 높일수 있다.[3]

론문에서는 선행연구[1]의 방법으로 만든 담체를 린산으로 처리하여 Al_2O_3 층의 부착세기를 더 높이기 위한 방도에 대하여 서술하였다.

실험 방법

Al_2O_3 -불수강판형담체시편은 선행연구[1]의 방법으로 만들었다. 촉매기판(두께 0.3mm)인 불수강판을 비누물, 30% 질산과 메타놀로 세척하여 기름기와 기타 오염물들을 제거한 다음 연마지 또는 연마석으로 연마하여 표면을 거칠게 하고 500°C에서 공기중에서 3h동안 가열하는 방법으로 표면을 처리하였다. 한편 비표면적이 280m²/g인 γ - Al_2O_3 을 행성식물밀에서 메타놀매질속에서 분쇄하고 건조하여 립도 1 μ m이하의 γ - Al_2O_3 분말을 얻은 다음 $\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3=2\text{mmol/g}$, $\text{H}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3=2$ (질량비)의 매질에서 16h동안 세계 교반하여 해교하는 방법으로 γ - Al_2O_3 졸을 만들었다. 얻어진 γ - Al_2O_3 졸을 표면처리한 불수강판에 바르고 수직으로 세워 흘러내린 부분을 제거한 다음 110°C에서 3h 건조하고 500°C에서 3h 소성하였다.

얻어진 Al_2O_3 -불수강판형담체시편의 린산처리는 해당한 농도의 린산수용액으로 시편을 적시고 110°C에서 1h 건조한 다음 해당한 온도에서 3h 소성하는 방법으로 진행하였다.

불수강표면에 입혀진 γ - Al_2O_3 의량은 천평에서 0.1mg의 정확도로 평량하여 결정하였으며 입혀진 γ - Al_2O_3 층의 두께는 선행연구결과[2]에 근거하여 그 밀도를 1g/cm³로 보고 계산의 방법으로 결정하였다.

불수강표면에 입혀진 Al_2O_3 층의 부착세기는 시편을 물매질에서 주파수 40kHz, 출력 100W의 초음파로 10min동안 처리하고 떨어져나가지 않은 γ - Al_2O_3 의량을 비교하는 방법으로 상대적으로 평가하였다.

알루미나-린산혼합물의 소성때 반응진행 및 새상의 형성여부를 열무게분석기(《TGA-50H》), 시차열분석기(《DTA-50》), X선회절분석기(《Rigaku SmartLab》)와 푸리에변환적외선분광기(《NICOLET 6700》)로 관찰하였다.

실험결과 및 해석

γ -Al₂O₃층의 부착세기에 미치는 린산처리조건의 영향 선행연구[1]의 방법대로 우에서 적절한 조건에서 만든 Al₂O₃-불수강관형담체시편들에서 알루미나층의 두께는 17 μ m 정도였으며 부착세기는 우의 방법대로 초음파처리하고 남은 양이 85%로서 그리 센편이 아니었다.

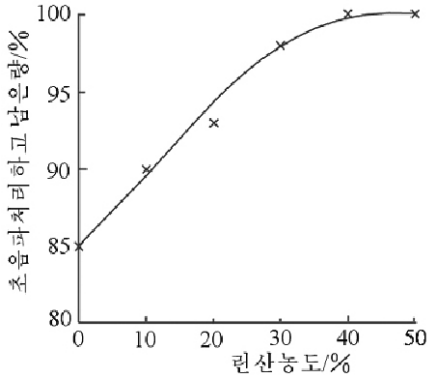


그림 1. 린산농도와 알루미나층의 부착세기와 관계
소성온도 500℃

이 시편들을 각이한 농도의 린산수용액으로 적시고 110℃에서 1h 건조하고 500℃에서 3h 소성하는 방법으로 린산처리를 진행한 다음 부착세기를 측정하였다. 그 결과 린산의 농도와 부착세기와는 그림 1과 같은 관계에 있었다.

그림 1에서 보는바와 같이 린산으로 처리하면 알루미나층의 부착세기가 올라가며 린산농도가 40%이면 최대가 된다는것을 알수 있다.

다음 시편을 린산으로 적시고 건조한 후의 합리적인 소성온도를 알기 위하여 부착세기와 소성온도와의 관계를 보았다.(그림 2) 린산의 농도는 40%로 하였다.

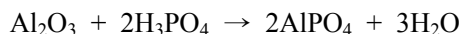
그림 2에서 보는바와 같이 소성온도 200℃이상에서

서부터 부착세기가 높아지고 소성온도 300℃이상에서는 온도에 따르는 변화가 거의 없었다.

이상을 종합해보면 Al₂O₃-불수강관형담체를 40%의 린산수용액으로 적시고 110℃에서 1h 건조한 다음 300℃에서 3h 소성하는 방법으로 린산처리를 하면 알루미나층의 부착세기가 훨씬 높아진다는것을 알수 있다. 현상적으로는 이 방법으로 부착세기가 보강된 Al₂O₃-불수강관형담체는 칼로 세계 굽어도 부착층이 떨어지지 않을 정도로 부착세기가 보장된다는것을 알수 있다. 결국 불수강관표면의 알루미나층에서 린산 알루미나층은 결합제로 작용하여 부착세기를 높여준다고 볼수 있다.

린산의 작용원리 불수강관표면에서의 알루미나층의 부착세기를 높이는 경우 린산의 역할을 보기 위하여 알루미나와 린산의 질량비가 1 : 0.5가 되도록 알루미나분말에 40% 린산수용액을 두고 사기절구에서 혼합하고 얻어진 반죽상태의 혼합물을 상온에서 건조한 다음 열무게분석(TG, DTG)과 시차열분석(DTA)을 진행하였다.(그림 3)

그림 3에서 보는바와 같이 100~110℃에서의 질량감소는 혼합물에서의 물의 증발과 관련된것이고 그 이후부터 190℃까지에서의 질량감소는 반응



에 의한 탈수와 관련된것이라고 볼수 있다. 그 이후부터 500℃까지에서는 변화가 거의 없다.

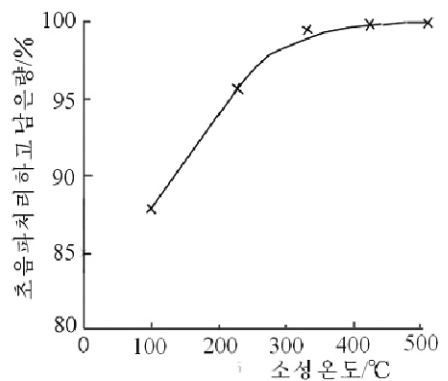


그림 2. 린산으로 적신 후의 소성온도와 알루미나층의 부착세기와 관계
린산농도 40%

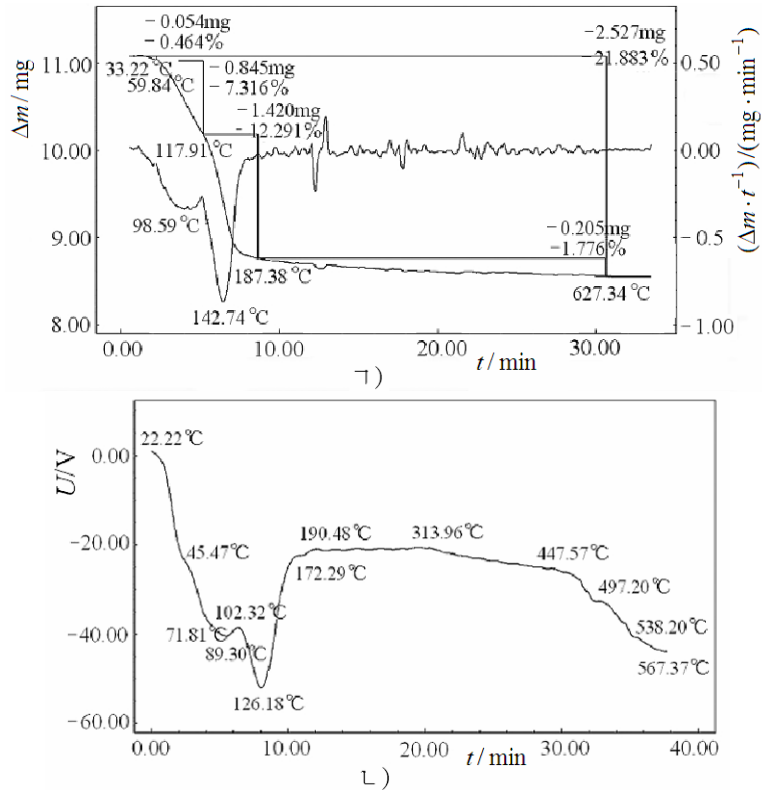


그림 3. 알루미늄-린산혼합물의 열무게분석(㉠)과 시차열분석(㉡)결과

시차열분석(DTA)자료에서도 과정은 190°C이전에 다 끝나고 그 이후부터 500°C까지에서는 뚜렷한 변화가 없다는것을 보여준다.

이것은 소성온도와 부착세기와의 관계를 보여준 그림 2의 자료를 잘 설명해준다.

한편 Al_2O_3 -불수강판형담체를 40% 린산수용액으로 적시고 110°C에서 1h동안 건조한 시편과 이것을 다시 500°C에서 3h동안 소성한 시편의 XRD도형과 적외선흡수스펙트르를 측정하였다.(그림 4, 5)

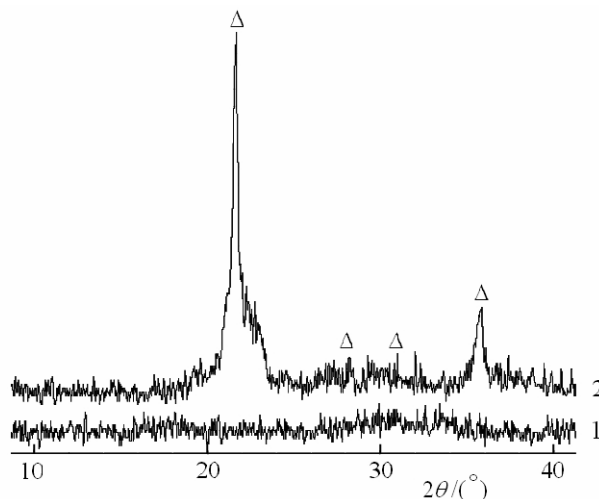


그림 4. Al_2O_3 -불수강판형담체를 린산처리한 시편의 XRD도형
1-110°C에서 건조한것, 2-500°C에서 소성한것, Δ - $AlPO_4$ 에 해당하는 봉우리

그림 4에서 보는바와 같이 110°C에서 건조한 시편에서는 아무런 변화도 없이 γ -알루미나의 무정형상태가 그대로 있다. IR흡수스펙트럼에서는 1 118cm⁻¹의 린산기에 해당하는 흡수와 3 409cm⁻¹부근의 OH에 해당하는 넓은 흡수가 나타났다. 이 흡수는 린산의 OH와 γ -알루미나의 표면 OH에 의한 흡수이다.

500°C에서 소성하면 XRD에서 보는것처럼 린산알루미늄이 본격적으로 생기며 그에 따라 IR흡수스펙트럼의 OH에 의한 흡수도 훨씬 줄어들었다. 일부 남아있는 흡수는 γ -알루미나의 표면 OH에 의한 흡수라고 볼수 있다.

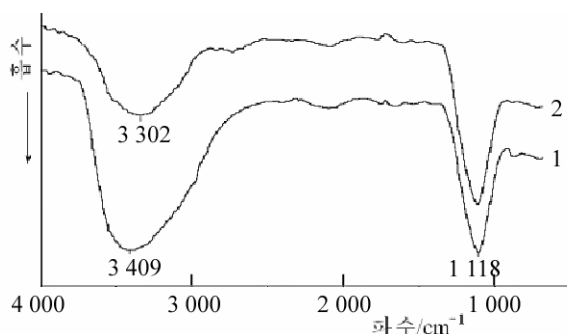


그림 5. Al₂O₃-불수강판형담체를 린산처리한 시편의 IR흡수스펙트럼

1-110°C에서 건조한것, 2-500°C에서 소성한것

이상의 실험결과는 Al₂O₃-불수강판형담체를 린산으로 처리할 때 다가산인 린산이 서로 린접한 알루미나립자의 표면들과 반응하여 린산알루미늄을 생성하면서 린자들을 결합시켜 그물구조를 이루고 일부 린산기들은 불수강판표면과 알루미나립자들을 결합시켜 견고한 피막을 형성하는 물립새로 부착세기를 높여준다는것을 보여준다.

맺는 말

Al₂O₃-불수강판형담체를 40% 린산수용액으로 적시고 110°C에서 1h동안 건조한 다음 300°C에서 3h동안 소성하면 알루미나층의 부착세기가 훨씬 높아진다.

다가산인 린산이 서로 린접한 알루미나립자들의 표면과 반응하여 린산알루미늄을 생성하면서 린자들을 결합시켜 그물구조를 이루고 일부 린산기들은 불수강판표면과 알루미나립자들을 결합시켜 견고한 피막을 형성한다.

참고 문헌

- [1] 리종과 등; 화학과 화학공학, 2, 25, 주체107(2018).
- [2] 황수림 등; 화학과 화학공학, 4, 40, 주체106(2017).
- [3] H. M. Hawthorne; Surf. Coat. Tech., 176, 243, 2004.

주체107(2018)년 7월 5일 원고접수

Improvement of Bond Strength of Al_2O_3 Layer on Al_2O_3 - Stainless Steel Plate Support by Phosphoric Acid

Choe Yong Gil, Ri Jong Gwa and Ri Son Il

The bond strength of alumina layer is remarkably improved when Al_2O_3 -stainless steel plate support is soaked by 40% phosphoric acid, dried at 110°C for 1h and calcined at 300°C for 3h.

Key words: alumina, stainless steel, plate support, phosphoric acid