

MCFC격막에 적합한 립자크기를 가지는 알루미늄산리튬도포액의 제조

김지성, 리귀철, 김은철

경애하는 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《어느 단위에서나 다양한 에네르기자원을 적극 리용하여 한W의 전력이라도 더 생산하기 위한 투쟁을 힘있게 벌려야 합니다.》

현재 세계적으로 화석연료의 고갈과 화석연료에 인한 환경오염문제가 제기되고있는 조건에서 깨끗한 새 에네르기에 대한 연구가 활발히 진행되고있다. 새 세대 록색발전장치의 하나인 용융탄산염연료전지(MCFC)[3]는 여러장의 단전지를 적층하여 제작하는데 단전지는 전극부, 격막부, 분리판부, 집전체부로 구성되며 격막은 양극과 음극사이에 설치된다. MCFC격막재료는 알루미늄산리튬의 다공성사기재료이며 기공크기는 알루미늄산리튬의 립자크기에 의존한다.[1-3] MCFC격막은 도포성형방법으로 제조하는데 격막이 미세한 기공을 가지도록 도포액속에 분산된 알루미늄산리튬의 립자크기를 작게 하여야 한다.

우리는 불밀법으로 MCFC격막에 적합한 립자크기를 가지는 알루미늄산리튬도포액을 제조하기 위한 연구를 하였다.

실 험 방 법

알루미늄산리튬의 합성 99.5% 수산화리튬($\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$)과 γ -산화알루미늄을 2 : 1의 물질량비로 섞어 불밀에 넣고 에틸알콜매질에서 7h동안 균일하게 분쇄하였다. 이것을 건조시켜 알루미늄아도가니에 넣고 전기로(자체제작)에서 소성하였다. 이때 승온속도는 20~550°C에서 150°C/h로, 550~850°C에서 100°C/h로 보장하고 850°C에서 3h동안 유지하였다.

알루미늄산리튬도포액의 제조 알루미늄산리튬합성분말을 폴리비닐부티랄(PVB), 디부틸프탈라트(DBP), 에틸알콜, 초산부틸, 옥틸렌옥시드, 규소기름과 함께 불밀분쇄하여 알루미늄산리튬도포액을 제조하였다.

알루미늄산리튬합성분말을 PVB, DBP, 에틸알콜, 초산부틸, 옥틸렌옥시드, 규소기름과 함께 동시에 불밀분쇄하는 방법(1단불밀방법)과 알루미늄산리튬합성분말을 옥틸렌옥시드가 용해된 에틸알콜-초산부틸용액속에서 먼저 불밀분쇄하고 여기에 PVB, DBP, 규소기름을 첨가하여 다시 불밀혼합하는 방법(2단불밀방법)으로 각각 도포액을 제조하였다. 불밀분쇄는 150r/min의 일정한 회전속도에서 각이한 시간동안 진행하였다. 이때 도포액과 불의 량은 불밀체적의 절반이며 불의 직경은 약 10mm이다.

실험에서 리용한 도포액의 원료조성은 표와 같다.

표. 도포액의 원료조성

조성성분	알루미늄산리튬분말	PVB	DBP	에틸알콜	초산부틸	옥틸렌옥시드	규소기름
원료량/g	80	20.8	8.4	168	72	2.6	1.2

알루미늄산리튬립자의 크기측정 제조한 도포액을 칼날도포방식(그림 1)으로 이송수지(폴리에틸렌테레프탈라트수지)테프에 도포하고 건조시켜 알루미늄산리튬막을 얻었다.

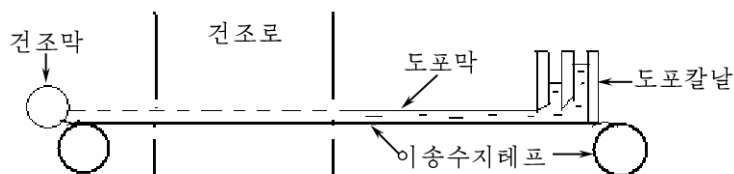


그림 1. 칼날도포방식의 원리도

주사전자현미경(《JSM-6610A》)으로 알루미늄산리튬막의 화상사진을 얻고 립도분포 측정프로그램으로 알루미늄산리튬립자의 크기분포와 평균립경을 측정하였다.

실험결과 및 고찰

알루미늄산리튬분말의 립자크기분석 알루미늄산리튬분말의 SEM사진은 그림 2와 같다.

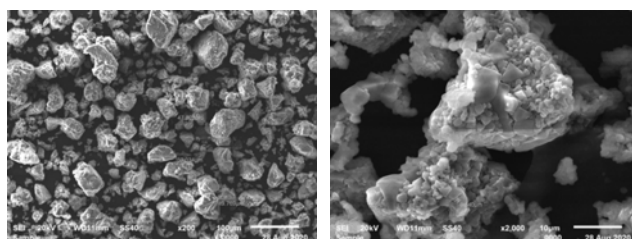


그림 2. 알루미늄산리튬분말의 SEM사진

1) 200배 확대, 2) 2 000배 확대

그림 2에서 보는바와 같이 알루미늄산리튬분말의 립자크기는 $50\mu\text{m}$ 이상이므로 매우 크며 거대한 알갱이속에 미세한 1차립자들이 응집되어있다. 이로부터 알루미늄산리튬분말은 미세한 1차립자들이 응집되어 거대한 응집립자를 이루고있다는것을 알수 있다.

도포액제조방법의 영향 1단불밀방법과 2단불밀방법으로 각각 도포액을 제조하고 칼날도포방식으로 알루미늄산리튬막을 얻었다. 알루미늄산리튬막의 SEM사진은 그림 3과 같다.

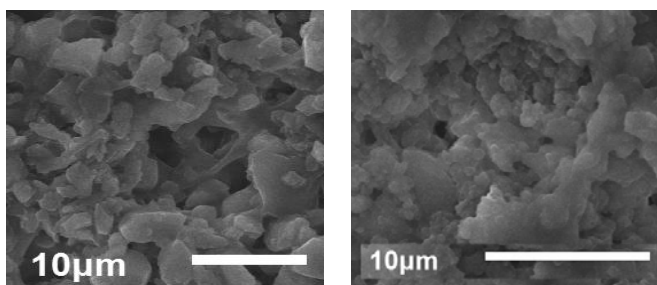


그림 3. 알루미늄산리튬막의 SEM사진

1) 1단불밀방법, 2) 2단불밀방법, 불밀회전속도 150r/min, 불밀분쇄시간 22h

그림 3에서 보는바와 같이 1단불밀방법으로 제조한 도포액으로부터 얻어진 알루미늄산리튬막은 2단불밀방법으로 제조한 막보다 립자크기가 크다. 즉 1단불밀방법으로 제조

한 도포액속에 분산된 알루미늄산리튬립자의 크기가 2단볼밀방법으로 제조한 도포액에서 보다 더 크다는것을 의미한다. 이것은 PVB수지에 의하여 도포액의 점도가 높아지고 알루미늄산리튬립자의 표면을 피복하여 분쇄능력이 약화되기때문이다. PVB수지를 첨가하지 않으면 알루미늄산리튬립자에 대한 분쇄효과가 커지기때문에 립자크기가 작아진다.

도포액속에 분산된 알루미늄산리튬의 립도분포는 그림 4와 같다.

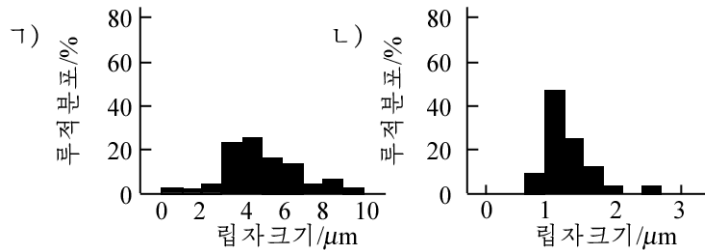


그림 4. 도포액속에 분산된 알루미늄산리튬의 립도분포

ㄱ) 1단볼밀방법, ㄴ) 2단볼밀방법

그림 4에서 보는바와 같이 1단볼밀방법으로 제조한 도포액에서 알루미늄산리튬의 립도분포는 1~10μm이며 평균립자크기는 4.91μm이다. 그러나 2단볼밀방법으로 제조한 도포액에서 알루미늄산리튬의 최대립자크기는 3μm이며 평균립자크기는 1.26μm이다.

MCFC격막제조에 리용하는 알루미늄산리튬립자의 크기가 3μm이하[3]이므로 150r/min의 회전속도에서 2단볼밀방법으로 볼밀분쇄하면 MCFC격막에 적합한 립자크기를 얻을수 있다. 따라서 2단볼밀방법으로 하는것이 효과적이다.

볼밀시간의 영향 2단볼밀방법으로 알루미늄산리튬분말을 제조할 때 볼밀분쇄시간에 따르는 립자크기변화는 그림 5와 같다.

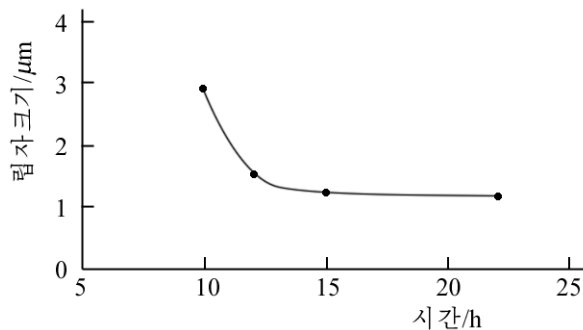


그림 5. 볼밀분쇄시간에 따르는 립자크기변화

그림 5에서 보는바와 같이 볼밀분쇄시간이 길어짐에 따라 알루미늄산리튬분말의 립자크기는 급격히 작아지다가 12h후에는 약 1μm로서 거의 변화가 없으며 MCFC격막재료의 기술적요구를 만족시킨다. 따라서 2단볼밀방법으로 도포액을 제조하는 경우 볼밀분쇄시간을 12h이상 보장하여야 한다.

맺 는 말

MCFC격막재료용 알루미늄산리튬도포액은 2단볼밀방법으로 제조하며 이때 볼밀회전속도는 150r/min이고 볼밀분쇄시간은 12h이상이다.

참 고 문 헌

- [1] P. J. Wang et al.; International Journal of Hydrogen Energy, **38**, 6503, 2013.
- [2] Jian Cheng et al.; Journal of Chemistry, **7**, ID 625893, 2014.
- [3] 程健 等; 中国电机工程学报, **33**, 148, 2013.

주체110(2021)년 1월 5일 원고접수

Preparation of Lithium Aluminate Slurry with the Particle Size Suited to MCFC Matrix

Kim Ji Song, Ri Kwi Chol and Kim Un Chol

The 2—step ball mill method was used to prepare the slurry for MCFC matrix. Here the rotation speed of ball mill is 150r/min and the ball mill grinding time is 12h or more.

Keywords: molten carbonate fuel cell(MCFC), lithium aluminate