

RA-2

기체 분리용 무기막의 개발
조윤경(학), 한 건우(학), 이 건홍(정)
포항공과대학, 화학 공학과
The development of ceramic membranes for gas separation
YoonKyoung Cho, KunWoo Han, and Kun-Hong Lee
Dept. of Chemical Engineering, POSTECH

1. 서론

분리막을 이용한 분리 기술은 에너지 소모가 적고 공정이 간단하다는 장점이 있다. 현재까지는 고분자막이 대부분이었으나, 무기막의 열적, 기계적, 화학적 안정성 등의 장점으로 인해 이의 개발 및 응용에 관해 많은 연구가 시도되고 있다. 본 연구에서는 졸겔법에 의한 γ - Al_2O_3 막의 제조 과정 중 여러 변수에 따른 졸의 입자 크기, 막의 구조, 막의 코팅 특성 및 기체 투과 특성에 관하여 연구하였다.

2. 실험

$\text{Al}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_3$ 로부터 졸겔법에 의하여 AlCOOH 졸을 만들어 튜브형 α - Al_2O_3 (외경: 10mm, 내경: 8mm, 평균 기공 크기: $1.4\mu\text{m}$) 지지체에 코팅하였다. 가수 분해 시간, HCl/Al 몰비에 따른 졸의 입자 분포와 Aging에 따른 입자 크기 변화를 DLS로 측정하고 TEM으로 관찰하였다. 졸을 petri dish에 담아 건조, 하소 시킨 후 비지지막을 만들고 졸의 합성 조건 및 막의 하소 조건에 따른 기공 분포를 측정하고 입자 크기를 BET 및 XRD에 의해 구하였다.

dipping 방법, vacuum coating 방법, 액체 펌프를 이용한 내벽 코팅 등의 방법으로 막을 제조하였다. 코팅 후 상온에서 하루 동안 건조 시킨 다음 550°C 에서 1시간 동안 하소시키는 과정을 반복한 후 SEM에 의해 막의 두께 및 미세 구조를 관찰하였다.

기체 투과 실험은 He , N_2 , CO_2 를 사용하여 온도 25°C - 400°C 범위에서 하였으며 측정하고자 하는 이외의 부분은 glass powder (NaO_2 - B_2O_3 - SiO_2)를 이용하여 완전히 sealing하였다.

3. 결과 및 고찰

졸의 입자 크기가 작고 균일할수록 작은 기공과 좁은 기공 분포를 갖는 막의 제조가 가능하다. 평균 입자 크기는 HCl/Al 몰비 0.07에서 최소로 50nm 정도였고 30일 이상 안정하였다. 질소 흡착법으로 측정한 비지지막의 세공 분포는 2nm 미만이었다. 졸의 농도가 중요한 코팅 공정 변수라고 생각되며 0.8M이 최적이었다. 코팅 방법, 침적시간 및 코팅 횟수, 하소 조건 등의 변수에 따라 pin-hole이 없는 두께 2~5 μ m의 막을 재현성 있게 만들 수 있었다. 기체 투과도는 Pressure difference에 대해서는 거의 일정하였으므로 Knudsen diffusion이 주된 gas diffusion mechanism으로 생각되며, 온도가 증가할수록 기체 투과도는 감소하는 경향을 보였다. 앞으로는 선택성 향상을 위해 surface modified membrane을 이용한 기체 분리 실험과 혼합 기체의 분리 실험을 할 것이다.

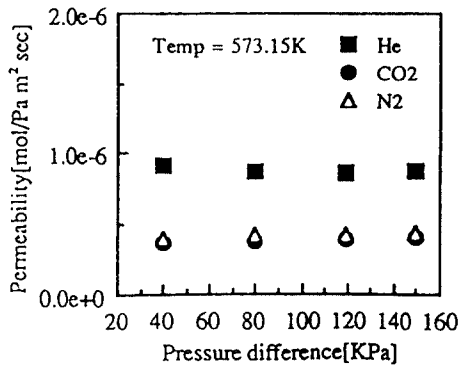


Fig 1. The permeability of He, N₂ and CO₂ v.s. pressure difference at 573.15K

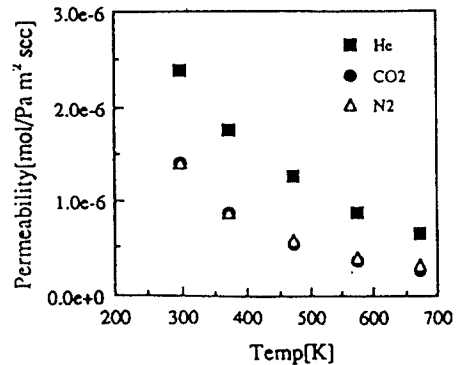


Fig 2. Dependences of permeability of He, N₂ and CO₂ on temperature

4. 참고 문헌

1) K. Keiser, R.J.R. Uhlhorn, R.J. Van Vuren and A.J. Burggraaf, " Gas separation mechanism in microporous modified γ -Al₂O₃ Membranes", J. of Membrane Science, 39 (1988) 285-300

2) Tatsuya Okubo, Keitoshi Haruta, Katsuki Kusakabe, and Shigeharu Morooka, Hiroshi Anzai and Shigeo Akiyama " Preparation of a sol-gel derived thin membrane on a porous ceramic hollow fiber by the filtration technique" J. of Membrane Science, 59(1991) 73-80