

쌀겨로부터 추출한 실리카를 이용한 메조포어 실리카 제조

안나영*, 김현정*, 이지윤*, 장현태*

*한서대학교 화학공학과

e-mail:ahn-ny@hanmail.net

Synthesis of Mesoporous Silica using Ricehull ash

Na-Young Ahn*, Hyeon-Jeong Kim*, Ji Yun Lee*
and *Hyun Tae Jang*

*Dept. of Chemical Engineering, Hanseo University

요 약

본 합성법으로 제조된 메조포러스 실리카는 X-선 회절패턴, TEM, FT-IR, BET 측정 결과 MCM-41의 특성과 동일하게 나타났다. 연구 결과 PH조절에 따른 MCM의 특성을 표면적, 기공분포, XRD회절분석, SEM, TEM의 결과를 이용하여 파악하였으며, 쌀겨로부터 규소원을 MCM-41의 합성이 가능함을 알 수 있었다. PH조절에 황산과 아세트산 두 가지의 산을 사용하였다. 그 결과 황산보다는 아세트산을 사용하였을 때 수율과 주기공 크기가 증가하는것을 알수있었다. 아세트산을 이용한 경우 팽윤효과를 나타내어 주기공 크기가 커진 것이다.

1. 서론

빠르게 변화하는 정보화시대에 맞춰 성장하는 우리의 산업은 삶을 보다 이롭고 편리하게 만들었다. 이렇게 영위할 수 있었던 이유는 화석연료의 사용덕에 아무런 문제 없이 몇십년간 살아 왔기 때문이다. 초창기 화석연료는 획기적이며 산업혁명에 많은 도움을 주었으나 이에 발생하는 결과는 생각하지 않은 채 무분별하게 사용되어져 왔다. 그러나 현재까지도 화석연료의 사용은 전세계의 98%로 가장 높은 사용률을 가지며, 화석연료의 사용으로 배출된 CO₂의 양은 매년 9.7%로 증가하고 있고 앞으로도 계속 증가할 것이라고 본다. 이렇게 계속 증가하다가 보면 지금 현재 발생하고 있는 지구 온난화 현상의 폐해보다 더 큰 문제를 일으킬 수 있다. 심지어 지구의 종말을 맞볼 지도 모르겠다.

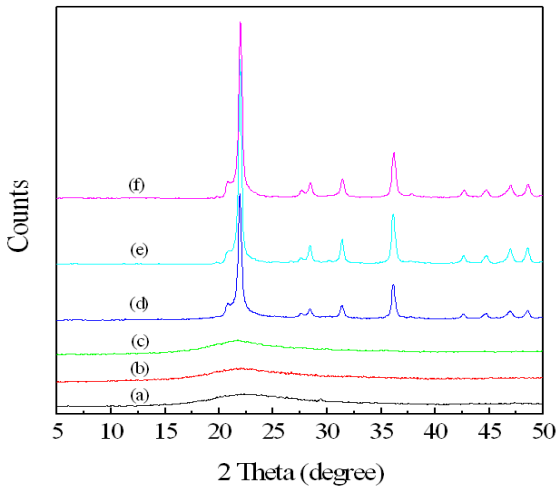
우리가 해야 할 가장 시급한 문제는 이러한 지구 온난화 현상의 원인인 CO₂를 분리 제거하는것이다. 최근에 CO₂의 연구는 활발히 이용되고 있으며, 뿐만 아니라 CO₂의 이용성도 좋기 때문에 각광받는 물질이기도 하다.

CO₂를 분리하는 방법에는 흡수법, 흡착법, 막분리법 등이 있는데 혼합가스에서 CO₂를 분리하기 위해 현재 상업적으로 이용 되고 있는 공정은 아민 흡수법(Amine absorption)이지만, 아민 흡수 법은 시설 투자비가 많이 들고, 에너지 소비가 크며, 열화된 흡수 액의 보충, 폐액처리, 재료부식, 제거 효율의 한계성을 가지고 있다. 따라서 이에대한 새로운 대체 공정으로 막 분리법과 흡착법이 개발되고 있는데 막 분리법은 선택성은 뛰어나나 분리 속도와 내구성 및 생산 규모에 있어 또 다를 개선 점이 부각되고 있는 실정이다.

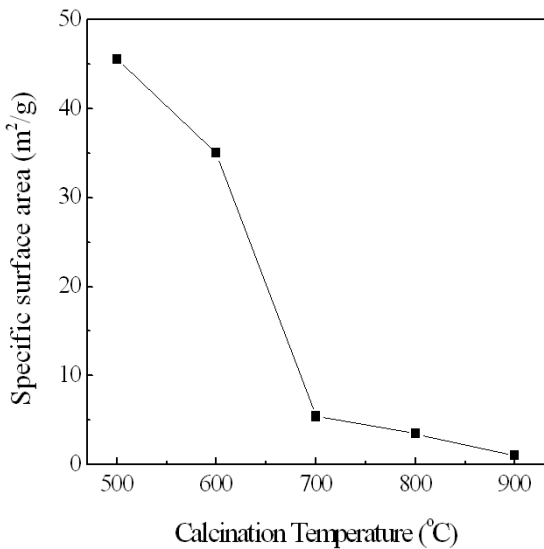
1992년 Mobil사에서 처음 합성하여 발표한 실리카계 메조 포어(meso pore) 분자체M41계의 물질은 제올라이트와 같은 결정형 알루미늄 실리케이트에 비하여 세공이 훨씬 큰 20~30Å의 세공들로 구성되어 있으며, 정밀화학에서 중요한 큰 유기분자의 흡착제 및 촉매로서 전 세계적으로 연구가 활발히 진행되고 있다. 1990년대 초 이후에 많은 종류의 메조 포어(meso pore) 분자체 합성방법들이 출현하였으나, 위

의 내용을 바탕으로 쌀겨를 원료로 하여 MCM-41을 제조해 보았다.

이 실험에서 사용된 쌀겨는 그 조성에 있어서 탄소 성분이 약30~40%이고, SiO₂ 함량이 20~30%로서 SiO₂ 성분을 이용하여 고품질의 원료로 전환시키기 위한 많은 연구가 수행되어 왔다. 본 연구에서 쌀겨 회재에 93%이상 함유된 실리카를 NaOH를 이용하여 Sodium Silcate로 만든 후 이를 이용하여 메조포러스 실리카를 수열합성 하여 MCM-41을 만들었다. 본 합성법으로 제조된 메조 포러스 물질은 X-선 회절 패턴, TEM, FT-IR, BET 등을 측정하였다. 합성 변수에 따른 메조 포러스 실리카의 안정성, 결정화도 등 특성을 이용하여 최적합성법을 도출하였다.



<그림1> 쌀겨 탄화온도에 따른 XRD.



<그림2> 연소온도에 따른 회재의 표면적변화

<표 1> 쌀겨의 화학조성

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	Ignition loss
93.2	0.13	0.07	1.23	0.25	0.78	0.08	0.006	0.33	0.15	3.66

2. 실험방법

600°C오븐에서 탄화시킨 쌀겨에 NaOH 2mol 용액을 넣고 100°C에서 끓여 이용액을 Filtration 하여 silica 용액을 추출한다. 85°C에서 silica 용액에 CTABrdmf 넣고 Mixing 한다 교반중 eatyl acetate를 빠르게 첨가한 후 10분 뒤 상온냉각 한다. 조제한 Surfactant solution에 silicate solution을 dropping 한다. (이때 교반하면 Milky soli가된다)

반응기를 100°C, Convection Oven내에 넣고 24시간 반응시킨 후 꺼내어 상온까지 냉각시킨후 반응물의 pH를 7~12로 조정한다. 반응기를 다시 100°C오븐내에 넣고 추가로 24시간 반응시킨다. 그후 반응기를 꺼내어 상온으로 냉각한 후거품이 나오지 않을때까지 충분히 세척한다. 60°C에서 하루 건조후 550°C에서 4시간동안 소성한다.

3. 결과 및 고찰

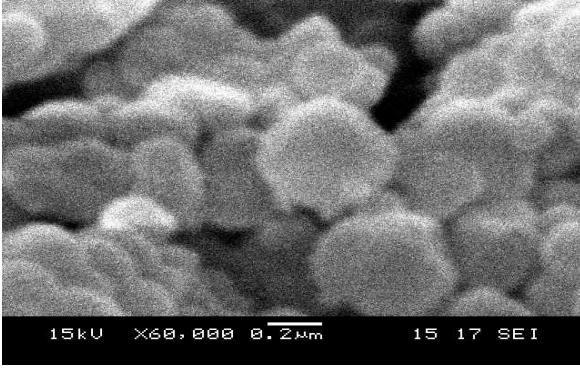
본 합성법으로 제조된 메조포러스 실리카는 X-선 회절패턴, TEM, FT-IR, BET 측정 결과 MCM-41의 특성과 동일하게 나타났다.

연구 결과 PH조절에 따른 MCM의 특성을 표면적, 기공분포, XRD회절분석, SEM, TEM의 결과를 이용하여 파악하였으며, 쌀겨로부터 규소원을 MCM-41의 합성이 가능함을 알 수 있었다.

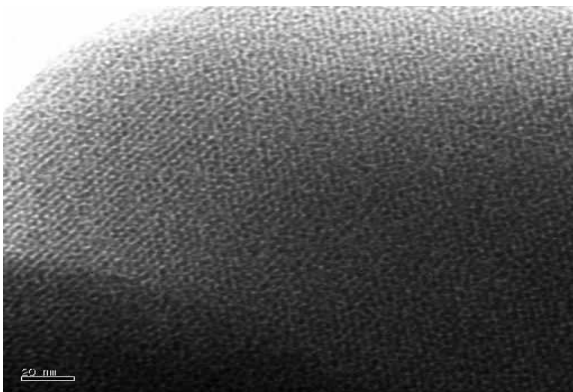
PH조절에 황산과 아세트산 두 가지의 산을 사용하였다. 그 결과<그림7> <그림8>을 보면 황산보다는 아세트산을 사용하였을 때<그림9><그림10>을보면 수율과 주기공 크기가 증가하는것을 알수있었다.

아세트산을 이용한 경우 팽윤효과를 나타내어 주기공 크기가 커진 것이다.

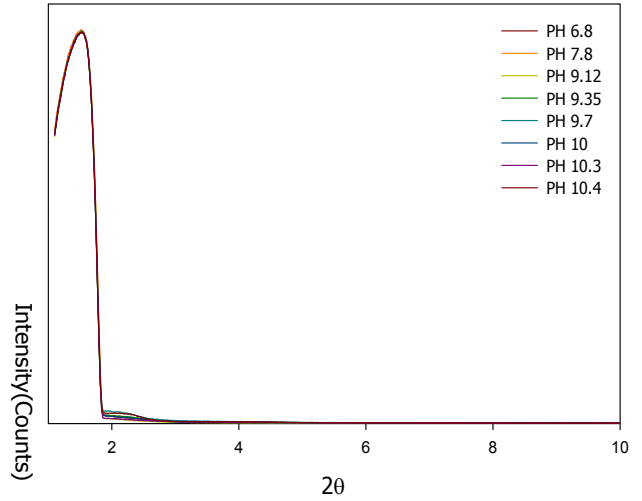
또한 <그림2>에서와 같이 쌀겨의 규소 용출은 소성온도가 낮을수록 증가한다



<그림3> 제조된 실리카의 SEM



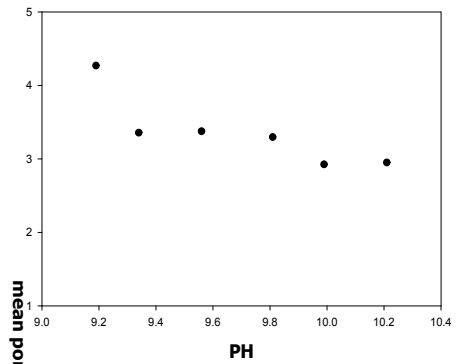
<그림4> 제조된 실리카의 TEM



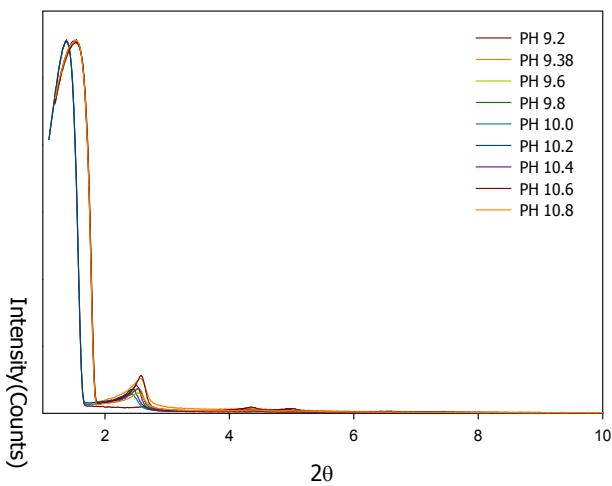
HMCM-41 rice hull (acetic acid)

<그림6> pH에 따른 x-선 회절분석

acetic acid

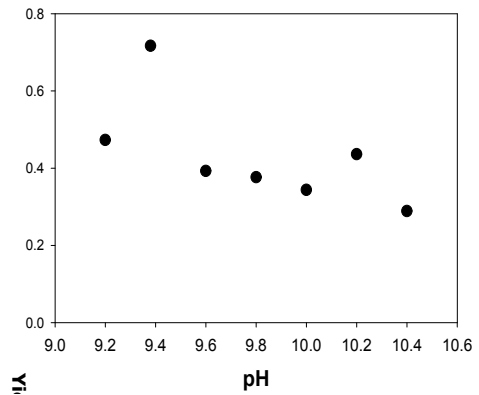


<그림7> pH에 따른 평균 기공크기

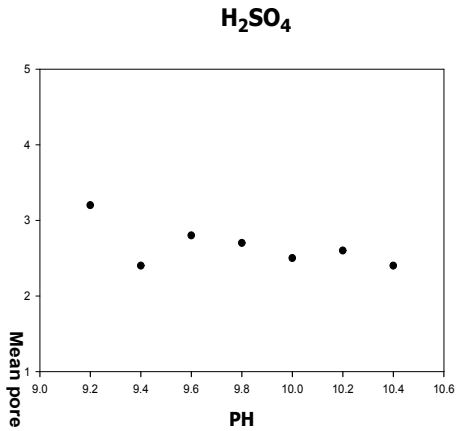


HMCM-41 rice hull (5.25N H₂SO₄)

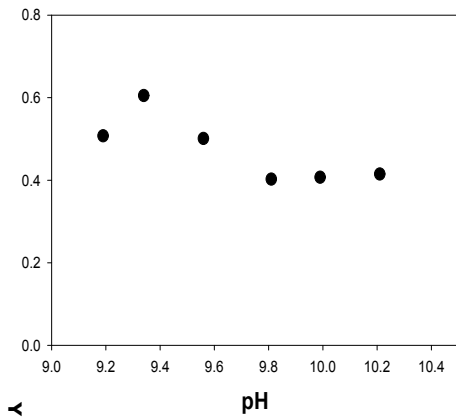
<그림5> pH에 따른 x-선 회절분석



<그림8> pH에 따른 평균 기공크기



<그림9> pH에 따른 수득률



<그림10> pH에 따른 수득률

참고문헌

- [1] Effect of hydrothermal treatment on the structure, stability and acidity of Al containing MCM-41 and MCM-48 synthesised at room temperature
- [2] Immobilized copper(II) complexes on montmorillonite and MCM-41 as selective catalysts for epoxidation of alkenes heterogenization on MCM-41/MCM-48 and application in olefin epoxidation catalysis
- [3] Influence of pH on the sorption behaviour of uranyl ions in mesoporous MCM-41 and MCM-48 molecular sieves
- [4] A chiral menthyl cyclopentadienyl molybdenum tricarbonyl chloro complex: Synthesis,