

Sol-Gel법에 의해 Alumina지지체 위에 형성된 Alumina막의 특성

박자룡, 김태환¹, 성재석¹, 송기창*

건양대학교 화학공학과,
한국에너지기술연구원 에너지시스템연구부¹
(songkc@konyang.ac.kr*)

Property of Alumina Membrane Prepared on Alumina Support Using Sol-Gel Method

Ja-Lyong Park, Tae-Hwan Kim¹, Jae-Suk Sung¹, Ki-Chang Song*

Department of Chemical Engineering, Konyang University,
Energy System Division, Korea Institute of Energy Research¹
(songkc@konyang.ac.kr*)

서론

물질분리 공업에서 중요한 위치를 점유하고 있는 분리막에 대한 연구는 대부분 셀룰로오스 아세테이트, 실리콘 고무막 등의 고분자 막에 집중되어 왔으나 고분자 막을 통한 분리는 흡착(또는 용해), 확산, 탈착 등의 복잡한 전달 기구를 통하여 이루어지므로 투과속도가 매우 낮고 열에 대한 안정성이 떨어지므로 이를 보완하기 위해 열적, 기계적, 화학적 안정성이 뛰어나며 투과 속도가 큰 세라믹 막에 대한 관심이 높아지고 있다[1-3].

Sol-Gel법은 제조 온도가 낮고 제조방법이 비교적 간단하며, 균일한 기공의 막을 제조할 수 있는 이점이 있어 세라믹 막의 제조방법으로 많은 연구가 진행되고 있다[4]. 또한 이 방법은 기공 크기가 2.5 nm에서 수십 nm의 범위로 기체분리도 가능한 한외여과용으로 적절히 이용될 수 있다. 특히 기공 반경이 1.5-3 nm 정도로 미세하고 열 안정성이 높은 alumina막의 경우 분리 선택성이 뛰어나며 기공율도 높아서 투과 속도가 크므로 수소를 비롯한 기체의 분리 목적으로 활발히 연구가 진행되어 왔다[5].

많은 연구자들이 Sol-Gel법을 이용한 alumina막의 제조에 관하여 보고하고 있다. 그러나 지지체 위에 nanoporous한 alumina막을 형성 시 제조된 막의 세공크기의 조절 및 코팅막의 두께에 미치는 코팅용액의 점도영향을 살펴보지 못하였다. 본 연구에서는 Sol-Gel법을 이용해 alumina sol을 합성한 후 이를 이용하여 지지체 위에 막을 형성 시 코팅막의 두께에 미치는 점도의 영향과 제조된 막의 특성에 대해 조사하였다.

실험

본 연구에서는 출발 물질로 aluminum isopropoxide (AIP, 98%, $\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$, Aldrich)를 사용하였으며 해교 시에는 염산(35.0%, HCl, Dongyang Chemical)을 사용하였다. 반응기 내에 적당량의 증류수($\text{H}_2\text{O}/\text{AIP}$ 의 몰비 100)를 첨가하고 heating mantle를 사용하여 온도(90°C)를 일정하게 유지시킨 후, 반응물인 AIP를 첨가하여 1 hr동안 교반 시켜 가수분해 반응을 진행시켰다. 이때 반응으로 생성된 휘발성 물질의 증발로 인한 손실을 막기 위하여 응축기를 부착시켰다. 그 후 알콕사이드에 대한 염산의 몰비를 조절하여 ($\text{HCl}/\text{AIP}=0.01$) 이 용액에 첨가한 후 90°C에서 24 hr동안 교반을 계속하여 졸의 해교가 완전히 일어나도록 하여 alumina졸을 제조하였다. 이렇게 제조된 졸을 80°C의 건조 오븐에서 30시간 건조시킨 후 상온에서 숙성을 시켜 점도를 변화시켜 코팅용 졸을 제조하였

다. 그 후 이 졸을 이용하여 α -alumina 지지체 위에 dip-coating하였다. Dip-coating 후 600°C에서 1 hr 동안 열처리를 실시하여 코팅막을 형성하였다. 이때 열처리 조건은 2°C/min의 속도로 승온하였으며, 5°C/min의 속도로 냉각하였다. 그 후 제조된 γ -alumina막의 특성을 Scanning electron microscopy (XL30SPEG, Philips)을 사용하여 관찰하였다.

결론

Fig. 1은 코팅용 용액의 점도에 따른 코팅막의 두께 변화를 나타낸 그림이다. Fig. 1에서 알 수 있듯이 코팅막의 두께는 코팅용액의 점도에 따라 증가하나 약 30 cp이상의 점도를 가지는 용액에서는 코팅막의 두께가 3.5 μ m에서 변화가 없음을 알 수 있다. Fig. 2는 alumina 졸의 점도를 변화시켜 여러 점도에서 코팅을 한 막의 미세구조이다. 졸의 점도가 11.5 cp에서는 막의 두께는 약 0.8 μ m이나 막의 두께가 불규칙하다. 점도가 18.2 cp 정도 되는 용액을 이용하여 코팅을 실시한 Fig. 2. (b)의 경우는 막의 두께가 2 μ m정도 되며 막의 두께가 일정하였으며 핀홀이 발견되지 않았다. Fig. 2에서 용액의 점도가 약 30 cp가 넘어가면 3.5 μ m정도로 코팅막의 두께가 일정하게 된다. Fig. 3은 11.5 cp의 점도의 졸로 각각 1회와 2회 dip-coating을 실시한 지지체의 단면 사진이다. 이 그림에서 코팅을 하는 횟수만큼 코팅 두께는 두꺼워 짐을 알 수 있다. Fig. 4는 11.5 cp의 점도를 가지는 졸을 이용하여 dip-coating을 실시한 막의 표면구조이며, 균일하게 코팅막이 입혀진 것을 알 수 있다.

이상의 결과로서 dip-coating시 졸의 점도를 변화시켜 코팅막의 두께를 1-3.5 μ m정도까지 조절할 수 있으며, 또한 다회 코팅을 함으로써 코팅막을 두껍게 할 수 있음을 알 수 있다.

감사의 글

이 연구는 과학기술부 지원으로 수행하는 21세기 프론티어 사업(이산화탄소 저감 및 처리 기술개발)의 일환으로 수행되었습니다.

참고문헌

1. Pierson, H. O., "World-Wide Applications and Market Overview of Sol-Gel", Presented at Assessing and Quantifying the Market Impact Sol-Gel Production of High Performance Ceramics and Glasses, December 10-12, Micro Island, Florida(1989).
2. Uhlhorn, R. J. R., Huis In't Veld, M. H. B. J., Keizer, K. and Burggraaf, A. J., "Gas and Surface Diffusion in Modified γ -Alumina System", *J. Member. Sci.*, **46**(2/3), 225-241(1989).
3. Hsieh, H. P., Bhave, R. R. and Fleming, H. L., "Microporous Alumina Membrane", *J. Membr. Sci.*, **39**(3), 221-241(1988).
4. Park, S. E., Kim, D. S. and Hwang, Y. K., "Nanofabrication of Materials via Microwave", *Prospectives of Industrial Chemistry*, **4**(6), 10-17(2001).
5. Uhlhorn, R. J. R., Huis In't Veld, M. H. B. J., Keizer, K. and Burggraaf, A. J., "Gas and Surface Diffusion in Modified γ -Alumina System", *J. Member. Sci.*, **46**(2/3), 225-241(1989).

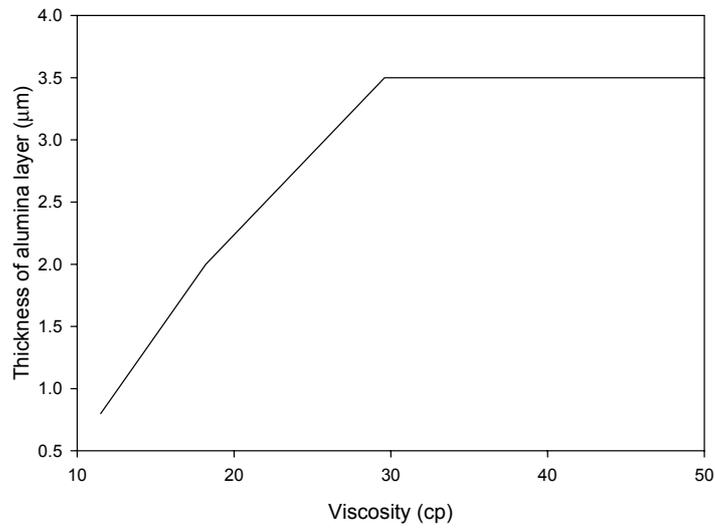


Fig. 1. Membrane thickness as a function of viscosity of alumina sol.

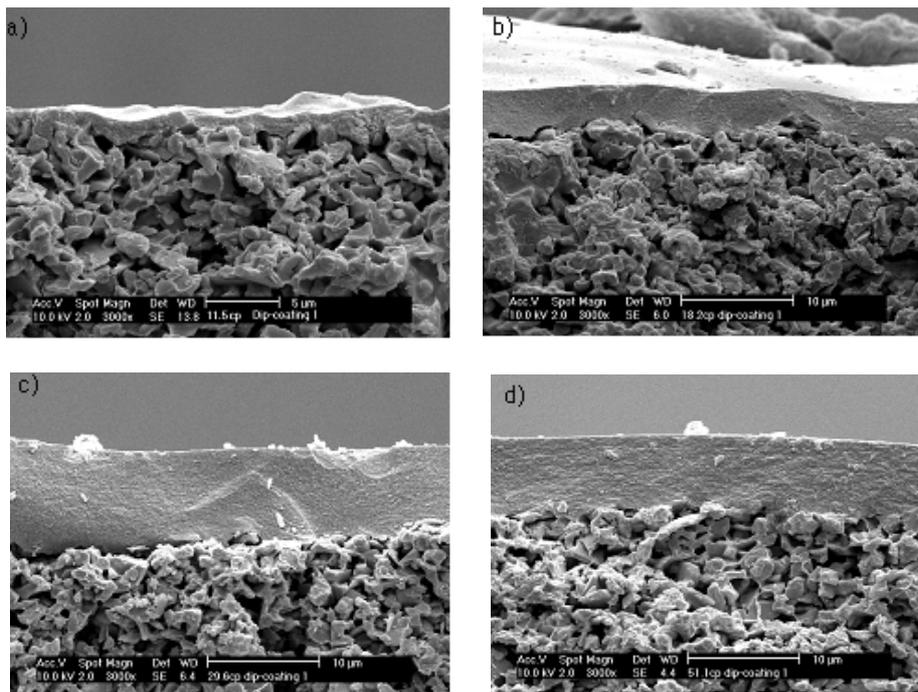


Fig. 2. SEM photomicrographs of alumina sols dip-coated on alumina support.
 (a) 11.5 cp, (b) 18.2 cp, (c) 29.6 cp, (d) 51.1 cp

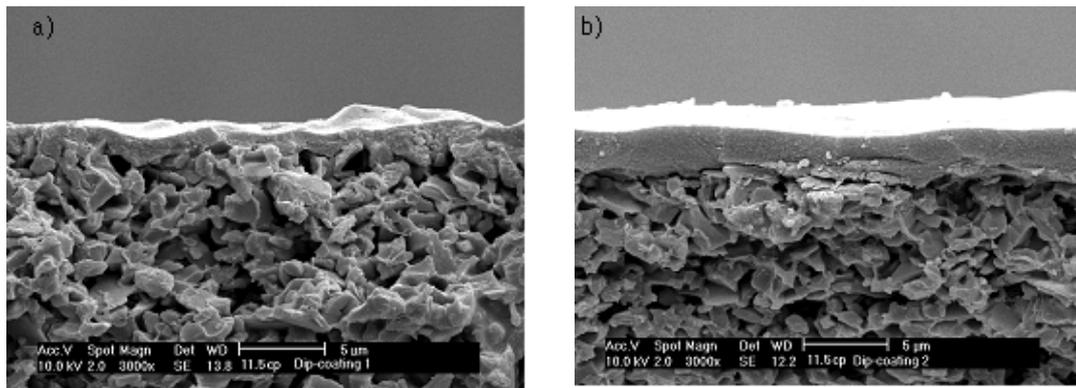


Fig. 3. SEM photomicrographs of alumina membranes dip-coated for (a) 1 time and (b) 2 times at 11.5 cp

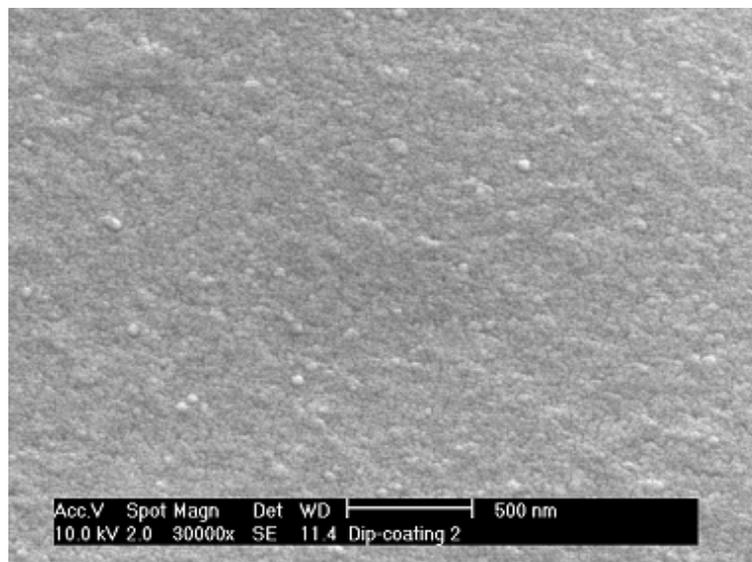


Fig. 4. SEM photomicrograph of alumina surface layer dip-coated for 2 times on alumina support at 11.5 cp.