

자동차 배기가스 제거용 촉매의 구조 평가

박경수, 임중현, 송호건, 이제학, 윤석열, 박찬호*, 박상철*, 임상번*
삼성종합기술원 분석연구실, (*)전기화학연구소

1. 서론

현재 지구상에는 약 6 억대의 자동차가 사용되고 있어, 자동차 배기가스가 지구환경 오염에 미치는 영향은 매우 심각하다. 특히, 이들 자동차 배기가스에 의한 지구 오존층 파괴가 현실 문제로 나타나면서 국내에서도 자동차 배기가스와 연비에 관한 규제가 한층 강화되고 있다. 이러한 문제에 효과적으로 대응하기 위해서는 고성능 자동차 배기가스 제거용 촉매 개발이 매우 중요하다.

지금까지 개발되어 사용되고 있는 자동차 배기가스 제거용 촉매는 대개 나노미터 크기의 귀금속, 조촉매, 담체로 이루어져 있고, 자동차에 탑재하여 상온부터 900도를 넘는 온도 범위에서 사용된다. 일반적으로 촉매의 사용 온도가 고온일수록 귀금속과 조촉매의 입자 성장, 담체의 비표면적 저하 현상등이 발생하여 촉매의 기능은 떨어지는 것으로 알려져 있다.

여기서는 각종 자동차 배기가스 제거용 촉매내에 귀금속, 조촉매, 담체 미립자의 분포형상 및 구조를 ultramicrotome법으로 촉매 박막단면을 제작하여 투과전자현미경(TEM)으로 분석하였기에 그 결과를 발표한다.

2. 실험 방법

성분과 제조방법을 달리하여 합성한 자동차 배기가스 제거용 촉매 입자들을 아크릴계 수지로 포매한 후, ultramicrotome법으로 55-60 nm 두께의 촉매입자 단면을 제작하였다. 제작된 단면은 비교적 단면내 관찰위치를 구분하기 쉬운 카본막 지지의 단공 mesh 그리드와 고분해능 관찰용 보통 그리드로 sampling 하였다. 특히, 고분해능 관찰용 시료는 sampling 후에 클로로포름 용액내에 담그어 아크릴계 수지만을 제거하였다. 투과전자현미경 관찰에는 JEM-ARM 1250(가속전압: 1250kV, 일본 Tohoku 대학)과 H-9000A(가속전압: 300kV)를 이용하였다.

3. 결과

그림 1은 ZrO_2 미립자 내에 소량의 Ag, Mn 산화물, Co 산화물 입자들이 혼재하여 있는 자동차 배기가스 제거용 촉매입자의 저배율 단면 image를 나타낸다. 단면내에 절삭된 수지와 촉매입자를 보여주고 있다. 이를 하나의 촉매 단면에 대해 표면 부위를 확대한 것이 그림 2이다. 그림에서 화살표로 나타낸 바와 같이 단면내 20-30 nm 크기의 Ag 입자는 쉽게 분별할 수 있으나, 그 외의 입자는 15 nm 크기 이하로 서로 혼재되어 구분하기 힘들다. 이와같이 서로 혼재되어 있는 ZrO_2 , Mn 산화물, Co 산화물 미립자를 구분하기 위해 그림 3의 초고압·고분해능 전자현미경 image를 촬영하여 각 미립자의 lattice 간격을 측정하고 Fourier 변환시킨 diffractogram을 해석한 결과, 각 미립자의 크기 및 형상을 정확히 분석할 수 있었다.

40 μm

Fig. 1. Low magnification image of the thin sections of automobile exhaust catalysts sliced with ultramicrotomy.

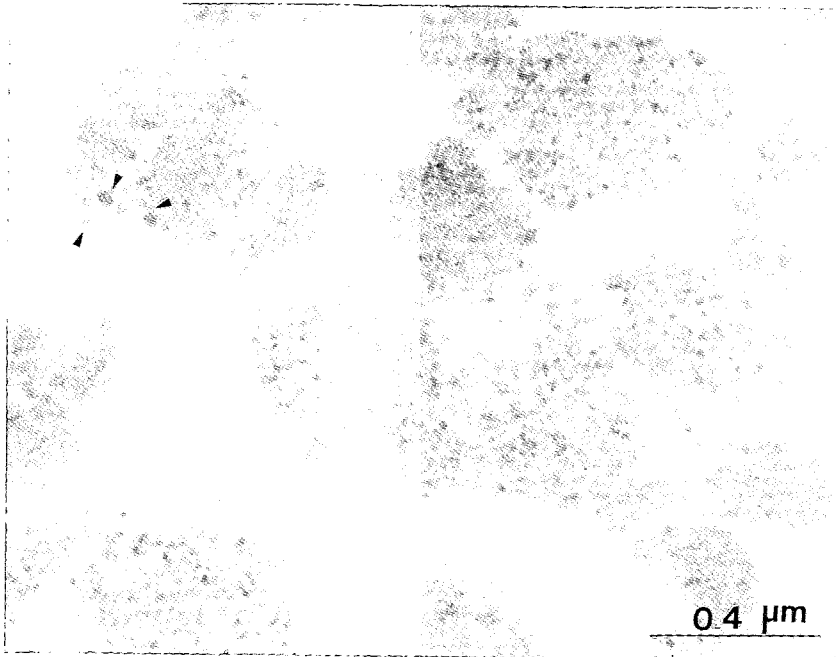


Fig. 2. Enlarged thin section around the surface of an automobile exhaust catalyst.

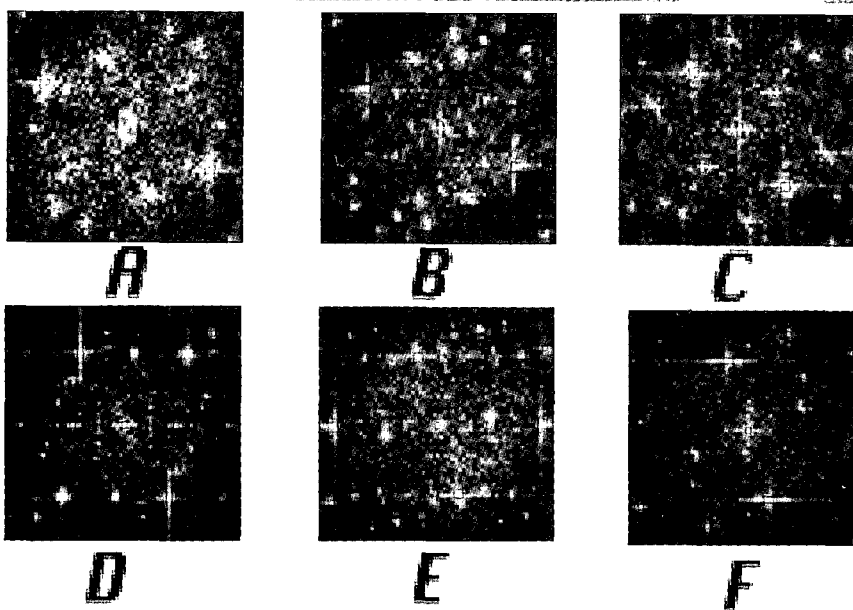
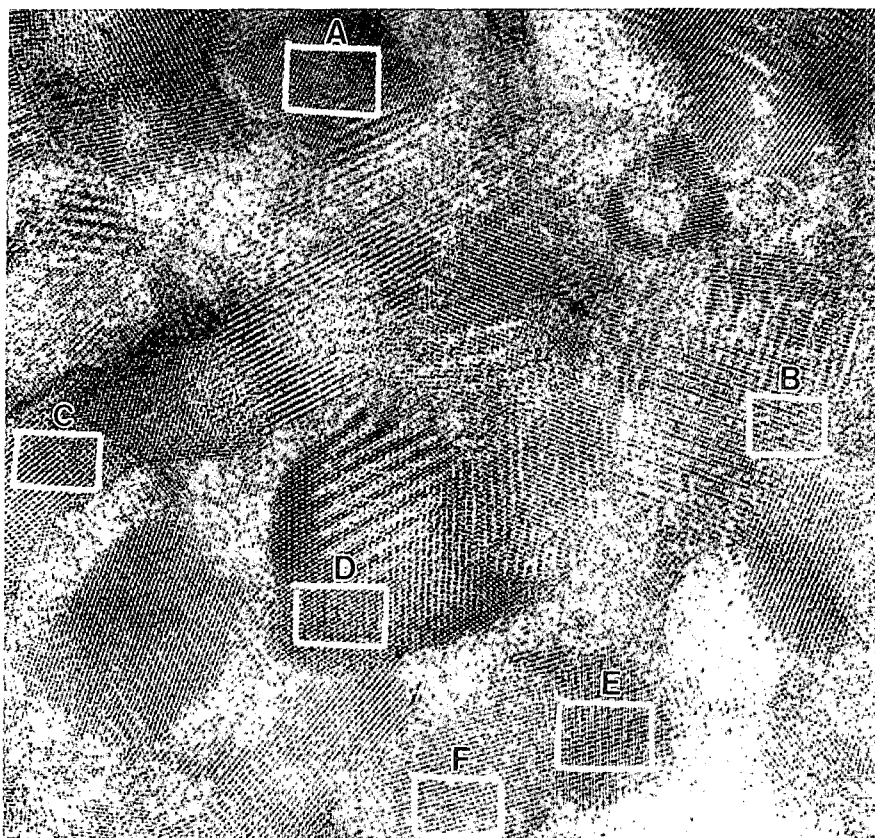


Fig. 3. High-voltage, high-resolution electron microscope image of the thin section of an automobile exhaust catalyst and its Fourier diffractogram.