

광촉매 박막증착 비드의 연속식 반응기에서의 광반응성

박재현*, 이승용*, 하진욱**

*한국에너지기술연구원 화석에너지환경연구부

**순천향대학교 신소재화학공학부

e-mail:jhpark@kier.re.kr

Photocatalytic Reactivity of Titania Deposited Beads in Continuous Reactor

Jaehyeon Park*, Seung Yong Lee*, Jin-Wook Ha**

*Korea Institute of Energy Research (KIER)

**Division of Material and Chemical Engineering,
Soonchunhyang Univeristy

요 약

본 논문에서는 유동층 화학기상증착법(FB CVD; Fluidized Bed Chemical Vapor Deposition)으로 광촉매가 박막증착된 비드를 제조하였고 제조된 광촉매코팅비드의 광반응성을 연속식 반응기에서 아세트알데히드의 분해능력을 측정하여 분석하였다. 광촉매가 박막증착된 비드의 FE-SEM 분석 결과 글라스 비드 위의 티타니아는 비교적 매끄럽게 증착되었고, 실리카 위의 티타니아는 입자의 형태로 증착되었으며 알루미늄 위의 티타니아는 결정상을 이루며 증착됨을 확인 할 수 있었다. Acetaldehyde 기체의 광촉매에 의한 분해 실험을 진행하기 위해 연속식 반응기를 설계 제작하였고, 이 반응기를 사용하여 제조된 광촉매 코팅입자의 광반응성을 살펴보았다. 반응기는 가스 주입구와 출구를 갖고 있으며, 중심부에 UV램프가 설치되었다. 반응기는 내열유리(pyrex)로 제작하였으며, 체적은 100 ml이다. 반응기 내부의 중심부에 UV 램프가 설치되고 UV 램프와 반응기 외부사이에 유동층 화학기상증착법에 의해 티타니아가 박막증착된 광촉매입자가 위치하여 광반응성을 평가하였다. 유량변화에 따른 광반응성을 측정하였으며, 알루미늄에 광촉매를 증착시킨 제품의 경우 가스유량 100cc/min에서는 acetaldehyde 가 100% 분해되고, 가스유량 500cc/min에서는 50%정도 분해되는 것을 알 수 있었다.

1. 서론

현재까지 광촉매는 화염반응기(flame reactor)를 사용하는 기상제조나 졸-겔법과 같은 액상법을 사용하고 있으며 대부분이 분말 상태로 사용되고 있어 취급이 매우 곤란하다. 대기환경오염물질을 제거하는 데에는 바람 등 외부의 영향을 많이 받고, 수질 환경오염물질을 처리하는 데에는 광촉매를 분리, 수거하기가 어렵다. 이런 여러 가지 불편함 때문에 이들 광촉매를 박막 결정화하여 지지체에 고정화(fixation)시키는 방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 광촉매를 고정화시키는 데에는 분말혼합법, 졸-겔법, 물리기상증착(Physical Vapor Deposition; PVD)법, 화학기상증착(Cheical Vapor Deposition; CVD)법 등이 있으며, 이 중 화학기상증착법이 불순물이 없고, 막이 균일하며, 결정의 결함이 적고, 조

성을 효과적으로 조절할 수 있어 관심을 모으고 있다. 하지만 반도체산업에서 많이 사용되는 일반적인 화학기상증착법은 판(plate)과 같은 고정체에는 박막을 코팅할 수 있으나 화학공정 등 산업현장에서 널리 쓰이는 입자에는 균일하게 코팅할 수 없다는 결정적인 단점이 있다.

유동층 화학기상증착법은 이러한 문제점을 해결할 수 있는 기술로 수 마이크론에서 수 mm 크기의 분말이나 입자의 표면에 금속이나 세라믹을 나노 스케일(1~100 nm)로 균일하게 코팅할 수 있다. 이 기술은 재료공정분야의 새로운 기술로 합금이나 합성물을 제조하기 위한 기존의 밀링과 혼합, 용융원자화, 그리고 분사건조와 같은 공정을 없애고, 합성물에 대한 거의 원자수준의 미세구조 물질설계 및 조절, 순도, 구조를 제공한다. 이러한 기술의 또 다른 장점

으로는 모재(substrate) 및 코팅제의 사용가능 물질 범위가 넓어 추가제품개발 가능성이 높다는 점이다.

따라서 이 기술을 사용하는 경우 실리카나 알루미늄과 같이 비표면적이 넓은 모재에 Pt, Pd와 같은 촉매활성물질을 박막증착한 산업용 나노스케일 코팅 에너지환경촉매를 개발하고, 유리비드에 촉광물질을 코팅하여 도로의 라인마크(line mark)에 사용하며, 은을 박막증착하여 항균물질을 개발, 생산하는 것이 가능할 것으로 판단된다.

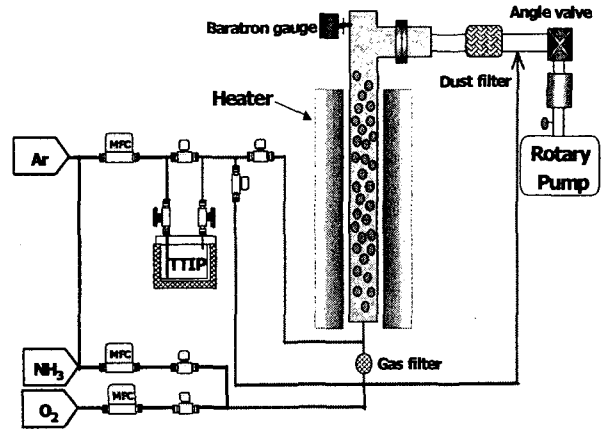
2. 실험

[그림 1]에는 본 연구에서 광촉매를 제조하기 위해 사용된 유동층 기상화학증착 장치의 개략도를 나타내고 있다.

실험 장치는 조작부와 장치부로 나누어지며, 장치부는 스테인리스 재질의 유동층 반응기로 상부에는 유동층 내부의 압력과 온도를 측정할 수 있는 진공게이지(vacuum gauge)와 열전대(thermocouple)가 설치되어있고, 하부에는 가스 주입구와 전구체 주입구 그리고 하부압력과 온도를 측정할 수 있는 진공게이지와 열전대가 설치되어 있다. 히터는 유동층 장치내부의 온도를 상온에서 1000℃까지 제어할 수 있게 제작되었다.

유동층 반응기는 외부가열형의 히터 내에 관형의 수직형태로 설치되었고, 전구체를 기화시키는 발포기에 내부의 압력과 온도를 측정할 수 있게 진공게이지와 열전대를, 그리고 온도를 상온에서 250℃까지 조절할 수 있는 히터를 설치하여 제작되었다. 진공펌프는 유동층 장치내부의 압력을 1~20 torr까지 제어할 수 있는 용량의 진공펌프가 설치되었고, 유동층 반응기 내부로 들어가는 가스를 제어하기위해 가스 배관의 중요부분에는 on/off 밸브가 설치되었다.

유동층 화학기상증착 공정의 조업과정을 살펴보면, 광촉매의 전구체로 금속 알콕사이드인 TTIP (Titanium tetraisopropoxide ($Ti(OC_3H_7)_4$, Aldrich)를 발포기에 충전하고 반응기의 내부 조건은 저압, 고온상태로 유지하면서 유동화 가스(Ar)를 사용하여 모재(substrate)를 유동화 시킨다. 아르곤 가스를 사용하여 발포기(bubbler)에 충전된 전구체를 포기하고 반응기에 공급한다. 유동층 반응기에 공급된 전구체와 산화제 O_2 가 만나서 유동층 반응기 내부의 온도와 압력 조건에 의해 비드 표면에 티타니아가 코팅된다.



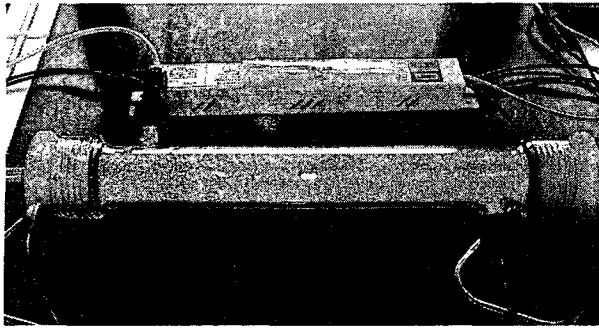
[그림 1] 유동층 화학기상증착 장치의 개략도

3. 결과 및 논의

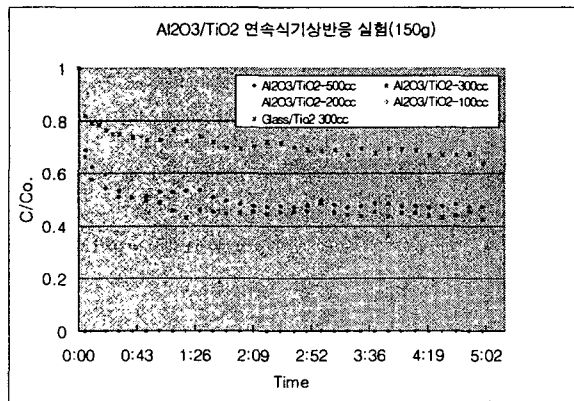
본 연구에서는 또한 제품을 상업적 공정에 사용하기 위하여 연속식 반응기를 제작하였고, 이 반응기를 사용하여 제조된 광촉매 코팅입자의 광반응성을 살펴 보았다. Acetaldehyde 기체의 광촉매에 의한 분해 실험을 진행하기 위해 [그림 2]와 같은 연속식 반응기를 설계 제작하였다. 반응기는 가스 주입구와 출구를 갖고 있으며, 중심부에 UV램프가 설치되었다. 반응기는 내열유리(pyrex)로 제작하였으며, 체적은 100 ml이다. 반응기 내부의 중심부에 UV 램프가 설치되고 UV 램프와 반응기 외부사이에 순환유동층 화학기상증착법에 의해 티타니아가 박막증착된 광촉매입자가 위치하여 광반응성을 평가하였다.

연속식 기상 광촉매 반응기는 gas flow meter를 통하여 acetaldehyde가 포함된 기체가 투입되어 연속식 기상 광촉매 반응장치내부의 비드와 반응하도록 하였고, 반응 후 acetaldehyde 농도 감소를 GC로 측정하였다.

[그림 3]은 연속식 기상광반응장치를 이용하여 Acetaldehyde 기체의 광촉매에 의한 분해 실험한 결과이다. 알루미늄 비드에 티타니아가 박막증착한 시료가 유리비드에 박막증착한 시료보다 반응성이 우수한 것을 알 수 있었으며, 이는 회분식 반응기에서와 같은 경향성을 보여주었다. 또한 유량변화에 따른 광반응성을 측정하였으며, 그림에서 보는바와 같이 가스유량 100cc/min에서는 acetaldehyde가 100% 분해되고, 가스유량 500cc/min에서는 50%정도 분해되는 것을 알 수 있었다.



[그림 2] 연속식 기상광반응장치



[그림 3] 연속식 기상광반응 실험결과

참고문헌

- [1] Wargocki, P., Bako-Biro, Z., Clausen, G., Fanger, P.O., "Air quality in a simulated office environment as a result of reducing pollution sources and increasing ventilation.", *Energy Build.* 34, 775-783. 2002.
- [2] Taizo Sano, Nobuaki Negishi, Koji Takeuchi, Sadao Matsuzawa, "Degradation of toluene and acetaldehyde with Pt-loaded TiO₂ catalyst and parabolic trough concentrator", *Solar Energy.* 77, 543, 2004.
- [3] Racciatti, E., Vecchiet, J., Ceccomancini, A., Ricci, F., Pizzigallo, E., "Chronic fatigue syndrome following a toxic exposure.", *Sci. Total Environ.* 270, 27-31, 2001.