

QCM을 이용한 초임계이산화탄소-질산 마이크로에멀전의 금속피막 제거 특성

주민수, 고문성, 박광현, 김홍두, 김학원

경희대학교 원자력공학과 청정제염연구실(NRL)

jhlov2@hanmail.net

원자력 분야에서 표면 제염에 사용하는 용매가 방사능에 오염이 되어 2차 방사성 오염물질을 발생시킨다. 특히 화학제염방법은 방사성 오염물질 자체나 산화막, 침전물 등을 용해시키기 위해 제염용액에 기기들을 담가 놓거나 혹은 배관이나 부품의 내부표면에 화학용액을 순환시키는 방법을 사용하는 데 이때 제염용액에 의해 제염 대상물의 부식이 발생한다. 따라서 용매를 재사용 할 수 있고, 산을 거의 사용하지 않는 새로운 표면제염법이 필요하다. 초임계 이산화탄소를 화학연마의 용매로 사용할 경우 연마공정 후 감압만으로 쉽게 용매와 가공품의 분리가 가능하고 이산화탄소는 회수하여 재사용할 수 있기 때문에 환경친화적인 공정이라 할 수 있다. 특히 초임계 이산화탄소는 액체와 같은 높은 밀도를 갖고 있고, 용해력이 큰 동시에 기체와 같은 낮은 점도와 높은 확산성을 가지고 있어 미세 기공에 대한 침투력이 매우 강하기 때문에 정밀부품의 표면처리에 적합한 장점을 가지고 있다.

본 연구에서는 초임계이산화탄소-질산 마이크로에멀전을 화학연마에 적용하고, 실시간으로 피막제거 특성 관찰이 가능한 QCM(Quartz Crystal Microbalance)을 이용하였다. QCM 한쪽 표면에 각각 Ni과 Cu 피막을 도금을 하여 피막을 만든 후 마이크로에멀전에 함유된 질산-계면활성제 양 및 종류를 다르게 하여 피막제거율을 구하였다. QCM을 이용하여 질산-초임계이산화탄소 마이크로에멀전내의 금속피막 제거 특성을 알아보기 위하여 고압 시스템을 제작하였다(그림 1). 고압 반응용기는 양쪽에 사파이어 윈도우를 설치하여 마이크로에멀전 형성을 in-situ 관찰할 수 있게 하였다. 또한 압력용기내에단자를 두어 QCM을 장착 할 수 있도록 제작하였으며(그림 2), Ch1 부분에 Bare QCM, Ch2 부분에 Ni 혹은 Cu 도금된 QCM을 설치하였다(33ml, 한울엔지니어링). 실험방법은 고압 반응용기 내에 계면활성제와 질산을 넣어주고 용기를 닫은 후 항온조내에 압력용기를 두어 실험 조건에 맞게 가온 하여준다. 온도는 일정하게 유지시키고 N₂ 가스를 3bar로 흘려주어QCM의 안정된 진동수를 측정한 뒤 가압정량펌프(ISCO Model 260D, Lincoln, NB, USA)로 반응용기에 이산화탄소를 공급하여준다. 마이크로에멀전을 형성하기 위하여 이산화탄소를 250bar로 가압하여주고, 교반기를 이용하여 연속적으로 교반을 해주며 일정시간 동안 도금된 QCM의 금속피막제거 특성을 관찰하였다.

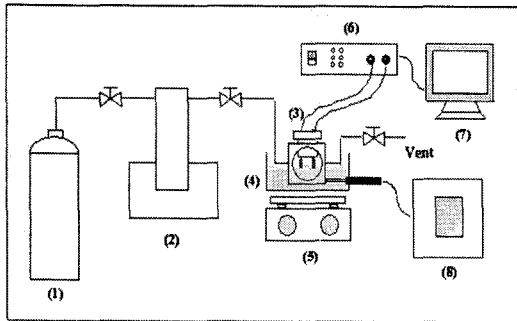


그림-1 실험에 사용된 장치도 ; (1) CO₂ 용기 (2) Syringe Pump (3) 반응용기 (4) 항온조 (5) 교반기 (6) RQCM (7) 모니터 (8) 온도조절기

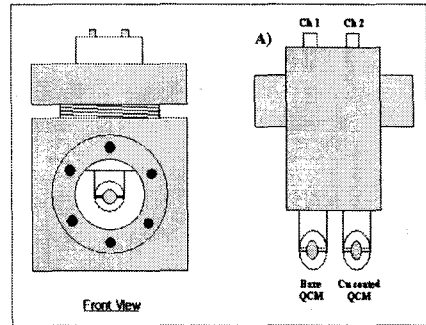


그림-2. 압력용기내에 설치된 QCM

Cu를 대상으로 F-AOT와 Proline surfactant-1을 사용했을 경우 피막제거율을 나타내는 기울기는 각각 259Hz/min 과 904Hz/min 으로 Proline surfactant-1 이 약 3.5배 빠른것을 알 수 있다. 이를 질량으로 환산하면 4.58 μ g/min 과 16 μ g/min이다. 하지만 NP-4를 사용했을 경우는 QCM 표면의 Cu 피막을 모두 제거하였으나, Cu 표면에서의 용해도 감소로 인하여 NP-4가 QCM 표면에 붙어 실제 피막제거율을 얻을 수 없었다. 또한 Ni을 대상으로는 F-AOT만을 사용하였으며, 조건에 따라 기울기는 최소 86Hz/min(1.5 μ g/min)에서 최대 267Hz/min(4.7 μ g/min)으로 평균기울기는 Cu와 비슷한 경향을 보이지만 초기의 피막제거율은 Cu 피막에 비해 약 1.5배 크게 나타난다. 그 이유는 초기에 Ni 피막에 함유되어 있는 광택성분이 먼저 제거 되기 때문이다.

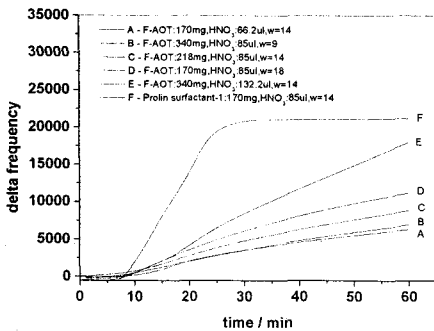


그림-3. Cu 피막제거 특성

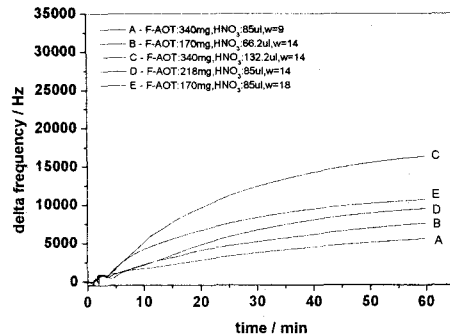


그림-4. Ni 피막제거 특성

감사의글

본 연구는 과학기술부의 국가지정연구실 사업(NRL) 및 산업자원부에서 시행한 전력산업 인프라 구축지원 사업으로 수행된 논문입니다.