

온도 조건에 따른 추진제급 과산화수소의 진공 증류

정승미* · 안성용** · 권세진***

Vacuum Distillation of Rocket Grade Hydrogen Peroxide with Temperature

Seungmi Chung* · Sungyong An** · Sejin Kwon***

ABSTRACT

Because many research using concentrated hydrogen peroxide as propellant is studied, research for distillation method for domestic production of rocket grade hydrogen peroxide is needed. To distill hydrogen peroxide, vacuum distillation will be used because of heat decomposition of hydrogen peroxide. Distillation pressure is 30 torr which is determined by Raoult's law to distill under 40 °C. Variable of distillation experiment is distillation temperature. And the comparison of distillation results was done by yield and operation time. In the result, generally, yield was lower and the water in receiver had higher concentration with shorter distillation time. And with similar time, when distillation temperature was higher, yield was lower and hydrogen peroxide became higher concentration.

초 록

고농도 과산화수소를 추진제로 이용하는 연구가 활발해짐에 따라서 고농도 과산화수소의 국내 생산을 위한 과산화수소 증류에 관한 연구가 필요하게 되었다. 과산화수소의 열분해를 막기 위하여 진공 증류법을 이용하였으며, 증류 압력은 Raoult's law를 이용하여 40 °C 이하에서 증류가 이루어 질 수 있도록 30 torr로 선정하였다. 실험을 위한 변수로는 증류 온도를 선정하였으며, 증류에 걸린 시간과 증류 후에 계산한 수득율을 성능 평가 대상으로 선정하였다. 실험 결과, 대체로 증류에 소요된 시간이 짧을수록 수득율이 낮으며, 리시버 내의 물의 과산화수소 농도도 더 높은 것을 확인하였다. 또한 비슷한 시간 동안 증류를 수행하였을 경우, 증류 온도가 높을수록 더 높은 농도에 도달하며, 수득율이 낮은 경향을 보였다.

Key Words: Hydrogen Peroxide(과산화수소), Vacuum distillation(진공 증류), Distillation Condition (증류 조건), Temperature(온도)

* 학생회원, KAIST 항공우주공학과
 ** 종신회원, KAIST 항공우주공학과
 연락처, E-mail: trumpet@kaist.ac.kr

최근 친환경적인 면과 비용이 중시되면서 추진제 영역에서 과산화수소의 비중이 높아지고 있다. 미국과 유럽의 선진국들 뿐만 아니라 국내에서도 과산화수소를 이용한 일원 추진제 로켓, 이원 추진제 로켓, 가스발생기 등에 대한 연구가 수행되고 있다. 일반적으로 85 wt% 이상의 농도를 가지는 과산화수소를 HTP (High Test Peroxide) 라고 하여 추진제 용도로 사용하지만 현재 국내에서는 생산되고 있지 않아 추진제용 과산화수소의 공급은 전적으로 수입에 의존하고 있다[1-3]. 하지만 이는 수입 시 농도 저하의 문제와, 수입 비용이 높다는 단점 뿐 아니라 수입이 원활하게 이루어지지 않을 때 연구 자체에 영향을 받을 수 있다는 단점도 가지고 있다. 그렇기 때문에 고농도 과산화수소의 국내 자체 조달을 위한 과산화수소 증류를 위한 연구가 필요하다. 하지만 일반 공업용 과산화수소를 통한 증류를 실시할 경우 불순물이 다량 포함되어 있기 때문에 반도체용으로 사용되는 고순도 과산화수소를 대상으로 증류를 실시하여 추진제 급의 고농도 과산화수소 증류에 관한 연구를 수행하였다.

2. 실험 조건 및 장치

2.1 증류 실험 조건의 선정

증류 조건은 Raoult's law에 의해 결정하였다.

$$p = P_A^* x_A + P_B^* x_B + \dots \quad (1)$$

Equation 1을 이용하여 증기압을 구하기 위해서는 과산화수소와 물의 증기압과 농도에 따른 몰분율이 요구된다[4]. 연구 계획을 세울 당시 과산화수소의 열분해를 막기 위하여 40 ~ 60 °C 이하의 온도에서 증류를 수행하고자 하였기 때문에 각각의 조건에서의 증기압을 구하였다. 목표 농도인 90 wt%에서 각각 60 °C와 40 °C에서의 증기압은 36.755 torr와 14.325 torr로 나타났다기 때문에 이를 위해 30 torr를 증류 수행 압력으로 선정하였다[5].

Raoult's law를 역으로 적용시켜 30 torr를 증기압으로 가지는 온도를 구하면 30 wt% 경우 32 °C 근처이므로 과산화수소가 급작스럽게 끓는 것을 방지하기 위해 20 °C부터 증류를 시작하도록 한다.

2.2 실험 장치

실험 장치는 증발이 이루어지는 플라스크와 distillation head, 기화된 물질을 다시 응축시켜 주는 응축기와 리시버 부분, 증발이 이루어질 수 있도록 열을 가해주는 가열 장치와 응축기를 냉각시켜주는 냉각 시스템 부분으로 이루어져 있으며, 여기에 진공 시스템을 구현하기 위한 진공 펌프와 진공 게이지가 달려있는 챔버, 그리고 진공 트랩이 추가된다. 실험 장치는 아래의 Fig.1 과 같다.



Fig. 1. Vacuum Distillation Equipment of Hydrogen Peroxide

3. 진공 증류 실험 방법 및 결과

3.1 실험 방법

증류가 이루어지는 온도를 변화시키면서 증류를 수행한다. 20 °C에서 증류를 시작하며, 증류 수행 중에 온도를 변화시킬 때 발생할 수 있는 오차를 줄이기 위하여 약 2 °C 내의 오차를 가지는 한 가지 온도에서 증류를 수행하였다. 현재 과산화수소 추력기 연구 시 많이 사용되고 있는 농도인 90 wt%를 증류 목표 농도로 선정하였으나, 실제로 증류를 수행하게 되면, 남아있는 과산화수소의 양으로 증류 정도를 확인할 수 밖에 없다. 250 ml의 30 wt% 농도의 과산화수소를 증류할 때 이론상으로 50 ml의 90 wt% 농도의 과산화수소가 생성되기 때문에 증류 수행 중에 남은 양이 50 ml 이하로 줄어든 것으로 확인되었을 때 증류를 중단하였다. 이러한 방식으로 실험 수행시 정확한 목표 농도를 맞출 수 없기 때문에, 목표 농도는 90 wt%로 하되 실제 추진제용으로 사용되는 80 wt% 농도 이상으로 증류가 된 경우에는 모두 증류에 성공한 것으로 보고 그 결과를 비교하기로 하였다.

증류 결과는 수득율과 증류 시간을 비교하여 평가하였다. 수득율은 증류 전 30 wt% 농도의 과산화수소에 들어있는 순수 과산화수소의 양과 증류 후의 과산화수소에 들어있는 순수 과산화수소의 양을 부피비로 비교하여 Vol%로 나타내며, 증류 시작 시각과 종료 시각을 확인하여 증류가 수행된 소요 시간을 비교하였다.

3.2 실험 결과

실험 결과, 증류에 소요된 시간이 짧을수록 대체로 수득율이 낮으며, 리시버 내의 물의 과산화수소 농도도 더 높은 것을 확인하였다. 과산화수소의 증류가 더 빠른 시간에 일어난다는 것은 그 조건이 다른 조건에 비해 가혹한 조건이었다는 것을 의미한다. 가혹한 조건 하에서는 저농도의 과산화수소 수용액에서 물과 과산화수소가 함께 증발되는 양이 증가하였다. 증류 시간은 Case 2 > Case 1 > Case 3 > Case 4, 5 의 순서로 짧았으며, 수득율은 Case 1 > Case 2 > Case 4 > Case 3 > Case 5 의 순서로 낮게 나타났다. Case 3과 4, 5의 증류 시간이 30 분으로 큰 차이

가 없는 것을 감안한다면 증류가 짧은 시간에 완료될수록 낮은 수득율을 보인다고 할 수 있다. 리시버의 물의 농도 또한 Case 3가 예외이긴 하나 12 시간 동안 증류가 수행된 Case 4, 5에 비해 Case 2의 농도가 더 높은 것을 확인 할 수 있다. 그리고 비슷한 시간 동안 증류를 수행하였을 경우, 증류 온도가 높을수록 더 높은 농도에 빠르게 도달하며, 수득율이 낮은 경향을 보였다. 25 °C에서 증류가 수행된 Case 5는 12 시간 동안 증류가 수행되었음에도 불구하고 81.66 wt% 농도의 과산화수소를 얻었지만 26 ~ 29 °C 사이에서 증류가 수행된 Case 2 ~ 4의 경우에는 85 ~ 88 wt% 정도로 Case 5에 비해 높은 농도를 보였다. 그리고 28 ~ 30 °C로 가장 높은 온도에서 증류가 수행되었던 Case 1의 경우는 90.57 wt%의 높은 농도인 과산화수소를 얻을 수 있었다. 수득율은 이와 반대로 Case 5의 경우에는 73.29%라는 높은 수득율을 보였지만 Case 2 ~ 4는 거의 60% 중반의 수득율을, Case 1의 경우에는 61.03%의 수득율을 보였다.

또한, 확인한 경향성에서 벗어나는 결과들은 공기 중의 습도가 증류 효율에 영향을 미친 것으로 생각된다. 진공 증류로 증류를 수행하기는 하나, 어느 정도의 공기는 증류 장치 내에 남아있으며, 진공 펌프를 통해서 실험 장치 외부의 공기와 연결되어 있어, 완벽히 차단되어 있는 것이 아니기 때문에 공기 중의 습도에 의한 영향을 무시할 수 없었던 것으로 생각된다.

Table 1. Distillation Result with Temperature

Case	Distillation temperature (°C)	Final Concentration (wt%)	Yield (%)	Time (hr)	Concentration of water of receiver
1	28-30	90.57	61.03	10.5	
2	26-28	87.73	62.72	9	36.5
3	26-29	85.93	67.51	11.5	23
4	26-28	88.15	65.26	12	32.7
5	25	81.66	73.29	12	31.5

4. 결 론

추진제 급의 고농도 과산화수소를 얻기 위한 조건을 수립하기 위하여 과산화수소 진공 증류 실험을 수행하였다.

대체적으로 가혹한 조건에서 증류가 수행될수록 얻어지는 과산화수소의 농도는 증가하지만 수득율이 감소하고, 물과 함께 증발되어 손실되는 과산화수소의 양도 증가하였다. 하지만 수득율을 높이기 위해 낮은 온도에서 증류를 수행하게 되면 얻어지는 과산화수소의 농도가 감소하게 된다. 농도를 높이기 위해 증류 시간을 증가시킨다면 증류 온도가 낮기 때문에 시간당 손실되는 과산화수소의 양은 적지만 손실이 생기는 시간이 증가하기 때문에 이 또한 수득율이 감소할 것으로 보인다. 따라서 과산화수소를 증류하여 고농도 과산화수소를 만들기 위한 적합한 온도 조건과 시간 조건을 수립하기 위해서는 추가적으로 다양한 온도 조건에서의 실험이 요구된다. 또한 한 가지 온도에서 뿐 아니라 실험 중에 증류 온도를 변화시켜가면서 적합한 증류 조건을 찾아내는 실험 또한 필요하다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 국제협력연구사업 (F01-2007-000-10136-0) 지원으로 수행되었음.

참 고 문 헌

1. Mark Ventura, Dr. Eric Wernimont and Jim Dillard, "Hydrogen Peroxide-Optimal for Turbomachinery and Power Applications," AIAA-2007-5537, 43th AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference & Exhibit, Cincinnati, OH, 2007.
2. Hydrogen Peroxide Handbook, Air Force Rocket Propulsion Laboratory, AFRPL-TR-67-144, 1967.
3. 안성용, 이정섭, 이재원, 조승환, 권세진, "반응기 설계인자에 따른 과산화수소 단일추진제 추력기의 응답속도 및 압력특성," 한국추진공학회 2009년도 춘계 학술대회, pp.49-52.
4. R. J. Hengstebeck, Distillation; Principles and Design Procedure, Robert E. Krieger Publishint CO., INC, 1976
5. 정승미, 안성용, 권세진, "추진제 급 과산화수소 증류를 위한 기초 연구," 한국추진공학회 2009년도 춘계 학술대회, pp.67-70.