

일반강연 I -9

Liquid displacement method에 의한 막의 기공 크기 특성화

백창근, 박현채*, 민병렬, 원종옥*, 강용수*

연세대학교 화학공학과,

한국과학기술연구원 고분자하이브리드연구센터*

Characterization of membrane pore size based on the liquid displacement method

Chang Geun Baek, Hyun Chae Park*, Byung Ruel Min

Jongok Won*, Yong Soo Kang*

Dept. of Chemical Engineering, Yonsei University

* Polymer Hybrid Research Center, KIST

1. 서론 및 이론적 배경

분리막 기술은 다양한 산업분야에서 광범위하게 사용되어 지고 있는데 대부분 비대칭형 구조를 지닌 다공막이다. 이 경우 막의 표면에 존재하는 기공의 크기 및 크기 분포가 분리막의 성능을 결정하게 된다. 따라서 이러한 인자들을 측정 및 분석하려는 연구가 많이 진행되어 왔다[1]. 분리막 표면의 active pore 크기 및 크기분포를 측정하기 위하여 liquid displacement 방법이 많이 사용되고 있다 [2,3]. 이 방법은 capillary force에 의해 막의 기공내에 채워져 있는 용액을 외부의 힘을 통해서 제거하는 원리를 이용하고 있다. 이 때 가해진 압력과 기공 크기의 관계는 다음과 같이 Kelvin 식을 통해 주어질 수 있다.

$$\Delta P = \frac{2\sigma \cos \phi}{r}$$

여기서, σ 는 두 용액간의 상호 장력이며 ϕ 는 기공 내 용액의 기공 표면과의 접촉각을 말한다. 또한 막의 기공이 원통형이고 일직선으로 되었 있다고 가정한다면 막에서 나온 투과 용액을 아래와 같은 Hagen-poiseille 식을 이용하여 기공 숫자 및 분포를 계산해 낼 수 있다[2,4].

$$V = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8\mu L}$$

이 때, μ 는 투과 용액의 점도이고 L 은 막의 두께를 말한다.

2. 실험

기공 크기 측정 실험에 쓰여진 방법과 장치의 신빙성을 확인하기 위해 비교적 기공 크기 분포가 일정한 상업용 $0.02 \mu\text{m}$ Anodisc ceramic 막이 사용되었다. 순수한 물과 Iso-butanol을 섞어서 서로 완전히 포화된 두용액을 만들었다. 위 두 포화된 용액은 서로 섞이지 않으며 막은 Iso-butanol이 포화된 물에 담가 적셨다. 적셔진 막은 장치에 끼워졌으며 기공의 크기를 측정하기 전에 막이 완전히 적셔졌는지를 확인하기 위해 Iso-butanol이 포화된 물을 막에 투과 시켜 압력에 대해 유체 투과량을 측정하였다. 투과도가 일정한지를 확인하고 일정하면 막의 한쪽에 물이 포화된 iso - butanol을 채워 압력을 점차적으로 가하며 막을 통해 유체가 투과되는지를 확인하였다. 각 압력에 대한 투과량을 측정하고 압력에 상응하는 기공의 크기와 수는 위에서 언급한 Kelvin 식과 Hagen - poiseille식을 통해 구했다[5].

3. 결과

$0.02 \mu\text{m}$ Anodisc막을 통한 수포화 iso-butanol의 투과량 측정결과를 Fig.1에 나타내고, 이로부터 계산한 기공크기 및 크기분포를 Fig.2에 나타내었다. 계산된 기공의 크기는 $0.02 \mu\text{m}$ 내외로서 Anodisc 막의 제조회사에 의해 주어진 기공 크기와 잘 일치하였으며 크기분포 곡선 또한 상호간에 비슷한 형태를 보였다. 하지만 기공의 개수, 즉 기공도는 실험간에 많은 차이를 보였다.

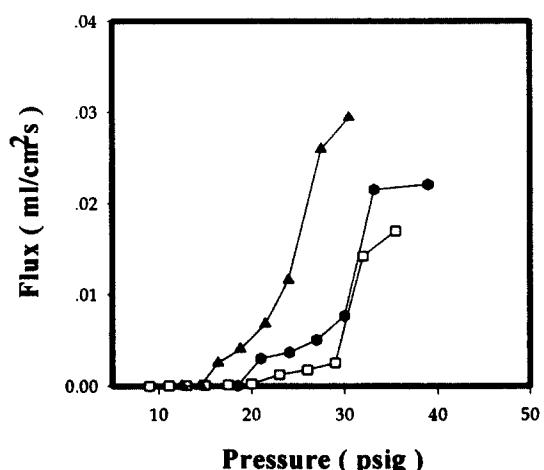


Fig.1. Flux - pressure curve for $0.02 \mu\text{m}$ Anodisc measured with the butanol - water system

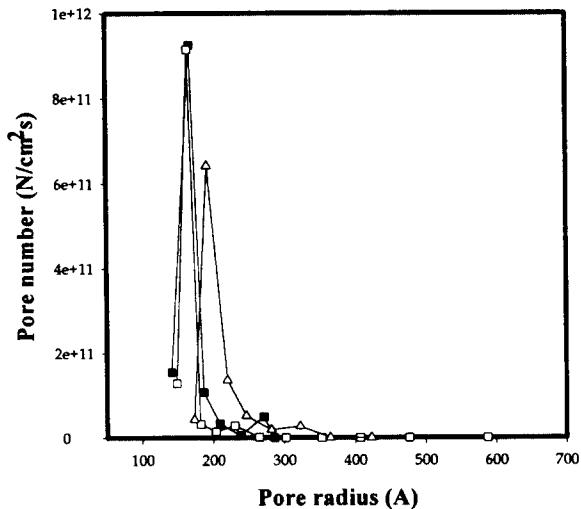


Fig.2. pore number – radius curve calculated with Fig.1.

4. 결론

Liquid displacement method를 이용하여 분리막 표면의 active기공을 특성화 할 경우 기공의 크기는 실제 크기와 유사한 비교적 정확한 값을 얻을 수 있었으나, 기공도의 경우는 실험간의 오차가 커서 얻은 값의 신뢰성에 문제가 있는 것으로 사려된다.

5. 참고 문헌

- [1] F.P.Cuperus "characterization of ultrafiltration membrane ; pore structure & top layer thickness", Ph.D Thesis, U. of Twente, the Netherlands, 1990.
- [2] Egbert Jakobs, Ceramic membrane characterization via the bubble point technique, W.J.Koros, J. Membr. Sci., 124 (1997) 149-159
- [3] A. Hernandez, J.I.Calvo, P.Pradanos, F.Tejerina, Pore size distribution in microporous membranes. A critical analysis of the bubble point extended method, J. Membr. Sci., 112 (1996) 1-12
- [4] Y.Lee, J.Jeong, I.J.Youn, W.H.Lee, Modified liquid displacement method for determination of pore size distribution in porous membranes, J. Membr. Sci., 130 (1997) 149-156
- [5] Shin-ichi Nakao, Determination of pore size and pore size distribution 3. Filtration membranes, J. Membr. Sci., 96 (1994) 131-165