

상전이법을 이용한 관형정밀여과막의 제조

신세중^a, 김석규^a, 나성순^a, 민병렬^a, 전재홍^b
연세대학교 화학공학과^a, (주)코레드 부설연구소^b

The preparation of tubular microfiltration membrane using phase inversion

Se-Jong Shin^a, Seok-Gyu Kim^a, Seong-Sun Na^a, Byung-Ryul Min^a,
Jae-Hong Jeon^b
Dept. of Chemical Engineering, Yonsei University^a, R&D Center,
KOReD Co., Ltd.^b

1. 서론

합성 고분자막은 한외여과, 정밀여과, 기체분리, 투석, 역삼투 등과 같이 다양하게 응용되고 있다. 비대칭 구조를 가진 고분자막 제조의 가장 일반적인 기술이 상전이법이다[1]. 또한 상전이법은 다시 크게 세가지로 분류한다. 첫째, 건식법은 대기중에서 휘발성용매의 증발이나, 공기중 수분으로부터 비용매로써 물의 흡착에 의한 방법이 있고, 둘째, 습식법은 비용매의 응집조 속으로 캐스팅한 고분자 용액을 침전시키는 방법이다. 셋째, 습식과 건식의 조합공정이 있다. 최근 습식법은 여러 연구자들에 의해 응집조내에서 기공이 형성되는 이유에 대해 여러 가지로 언급되고 있다. 특히 Smolder에 의하면 상전이 과정에서 delay time이 매우 짧은 경우를 제외하고는 delay demixing의 경우에 거대 기공은 형성되지 않고, instantaneous demixing으로 상전이가 진행되는 때는 거대 기공이 형성된다고 한다[2]. 최종 막구조와 특성은 고분자용액의 조성, 캐스팅 필름의 두께, 응집조의 온도, 습도 등의 실험변수에 영향을 받는다.

본 연구의 목적은 비대칭 PES (polyethersulfone)관형정밀여과막의 여러 실험변수에 따라 기공크기 및 기공도를 조절하는 것이다. PES막은 비용매인 물과 용매인 NMP (*N*-methyl-2-pyrrolidone), DMF (*N,N*-dimethyl formamide)와 기공형성제인 PEG (polyethyleneglycol)로부터 제조되었다.

2. 실험

-Materials

PES [Ultrason E 6020 P, weight-average molecular weight (Mw) = 58,000, weight-average molecular weight/number-average molecular weight (Mw/Mn)= 3.6, BASF]를 메탄올 세척 후, 12시간동안 진공하에서 150℃ 건조시켜서 사용하였다[3]. NMP [purity 99+%, Lancaster]와 DMF [HPLC grade, Sigma-Aldrich]는 전처리 없이 사용하였다. 기공형성체인 PEG [Fluka]는 분자량 600 ~ 100,000 범위에서 첨가되었다. 막제조에서 캐스팅 고분자용액은 delay time을 짧게하여 응집조에 침전시켰고, 침전시간은 막형성을 위해 약 2시간동안 진행시켰다. 제조된 막은 다시 75℃ 물에서 24시간 후처리를 했다.

-General measurements

전자현미경(JEOL, JSM-5010LV SEM)을 이용하여 막의 단면의 morphology를 확인하였고, 기공크기와 분포특성은 Perm-porometer(PMI, CFP-1200AEL)를 이용한 버블포인트법으로 얻었다. 그리고 순수투과 플럭스 테스트 실험을 통해 용매와 기공형성체의 조성, 분자량별에 따른 플럭스 변화를 확인하였다.

3. 결과 및 토의

- 관형정밀여과막의 morphology 고찰

Figure 1은 두가지 용매와 기공형성체의 조성변화에 따른 SEM 사진이다. DMF(A)와 NMP(B)를 비교했을 때 DMF를 사용했을 때 기공도가 더 많아짐을 알 수 있다. 또한 기공형성체의 같은 분자량내에서 조성을 변화시켰을 때 첨가제량을 증가시킬수록 기공이 더 많이 형성됨을 확인할 수 있었다.

- 순수투과 플럭스 테스트

Figure 2은 DMF와 NMP, PEG량 변화에 따른 플럭스 변화를 나타내고 있다. 용매를 NMP보다 DMF를 썼을 때 더 좋은 플럭스를 얻을 수 있었다. 그리고, PEG 조성이 많아질수록 플럭스가 증가함을 알 수 있었다.

4. 결론

상전이법을 이용한 관형정밀여과막의 제조실험을 통해 용매 선택에서 NMP보다 DMF를 취했을 때 플럭스가 향상됨을 알 수 있었고, 기공형성체인 PEG의 조성이 증가함에 따라 기공도가 증가하고, 플럭스도 증가함을

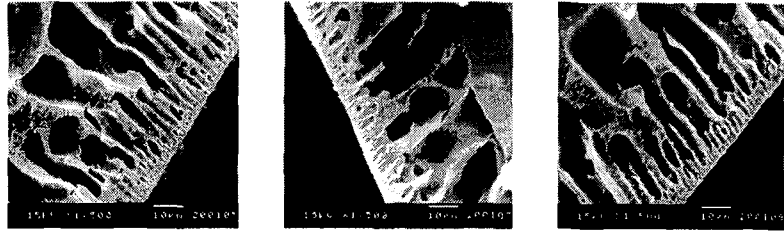
볼 수 있었다. DMF가 용매로써 좋지만, 다른 기공형성제에서는 gelation이 일어남으로 이런 면에서는 NMP가 더 나왔다.

5. 감사

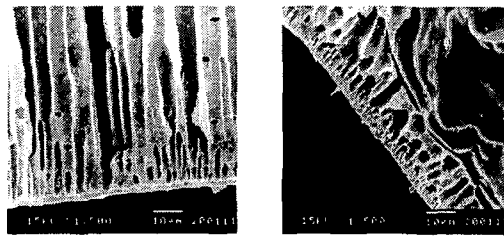
본 연구는 산업자원부 산업기반기술개발사업 지원으로 수행된 연구 결과의 일부로서 이에 감사드립니다.

6. 참고문헌

1. C. Barth, M.C. Goncalves, A.T.N. Pires, J. Roeder, B.A. Wolf. *J. Membrane. Sci.*, 169, 287(2000)
2. C.A. Smolder, A.J. Reuvers, R.M. Boom, I.M. Wienk. *J. Membrane. Sci.*, 73, 259(1992)
3. ZHANSHENG LI, CHENGZHANG JIANG. *J. Appl. Polym. Sci.*, 82, 283(2001)



(A) DMF(PEG5%) (B) NMP(PEG5%) (C) NMP(PEG10%)



(D) NMP(PEG15%) (E) NMP(PEG20%)

Figure 1. SEM photographs of membrane cross-section prepared from PES/PEG/DMF or NMP/water system.

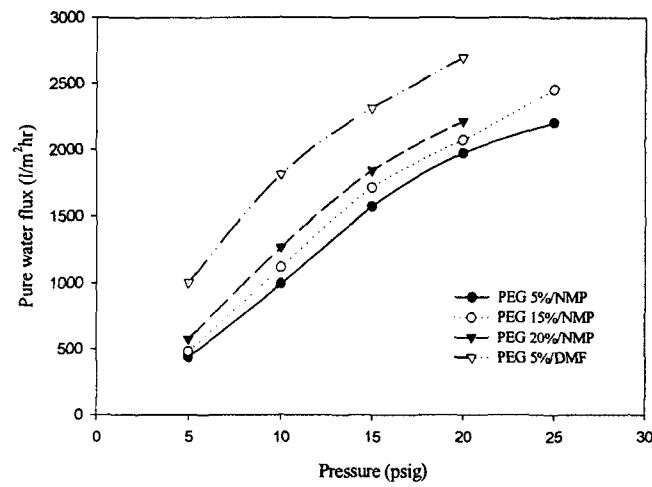


Figure 2. The pure water flux as a function of the applied pressure.