

실리카 충진 PDMS 복합막의 제조 및 특성화

김해숙, 김성수

경희대학교 환경응용화학대학

Preparation and characterization of silica-filled PDMS composite membrane

Hae Sook Kim, Sung Soo Kim

College of Environmental and Applied Chemistry, Kyung Hee University

1. 서론

석유화학 공정에서 발생하는 off gas 중에 포함된 각종 유기물질의 대부분은 대기중으로 방출되거나 연소시켜 처리되고 있다. 이로 인해 대기오염 뿐만 아니라 경제적으로 막대한 에너지 낭비를 하고 있으며, 이를 회수하여 재활용 하기 위해 분리막 공정이 개발되어 사용되고 있다. 일반적으로 PDMS membrane은 자유부피가 크고 탄화수소계 증기에 대한 친화성이 높아 휘발성 유기 화합물의 제거 및 기체분리용으로 많이 사용되고 있다. 본 연구에서는 기존의 PDMS membrane의 성능 향상을 목적으로 nanoscale의 silica particle를 충진시켜 membrane을 제조하였다. Silica는 대표적인 reinforcing filler로서 비표면적이 크며 Si 계열의 화합물들은 유기물질에 대한 친화도가 크다고 알려져 있다. Silica를 polymer matrix 내로 분산시켜 membrane을 제조함으로써 투과도와 선택도를 증가시키고 membrane의 기계적 특성을 향상시키고자 하였다. 이 때, silica의 PDMS 와의 상용성을 증가시키고 PDMS matrix 내로 균일하게 분산시키기 위해 silica coupling agent를 사용하여 silane treatment를 하였다. Silica particle의 함량을 달리하여 복합막을 제조함으로써 분리막에 미치는 영향을 알아보고, 막의 선택도와 투과도, 제거율 등의 특성 변화를 통하여 분리막에 대한 성능 평가를 하였다.

2. 실험

2.1 PDMS coated membrane의 제조

PDMS coated membrane은 polysulfone support 위에 PDMS solution을 coating 시켜 제조하였다. PDMS solution은 PDMS prepolymer, cross-linking agent, solvent(*n*-hexane)의 일정비로 혼합되어 상온에서 일정시간 교반한 후, 60°정도로 기울인 membrane 위에 제조된 용액을 흘리는 방법으로 coating 시켜 주었다.

2.2 Silane treatment of silica particles

Silane coupling agent로 3-methacaptopropyltrimethoxysilane(MPTMS)을 사용하여 silica를 silane treatment 하였다. 일정한 농도의 MPTMS solution에 silica를 첨가하여 상온에서 일정시간 교반시켜 반응시킨 후, ethanol로 washing 해줌으로써 미 반응된 silane을 제거한다. 이렇게 silane 처리된 functionalized silica를 PDMS solution에 첨가하여 membrane을 제조하였다.

2.3 Silica-filled PDMS composite membrane의 제조

Silane 처리된 silica를 PDMS solution에 첨가하여 상온에서 일정시간 교반시켜 silica가 PDMS solution에 완전히 분산되도록 하였다. 이 용액을 PDMS coated membrane과 동일한 방법으로 PSf 위에 coating 시켰다.

2.4 Membrane의 성능 평가

Propylene/Nitrogen 혼합가스를 feed gas로 하여 membrane의 투과도와 선택도를 측정하였다. GC를 사용하여 propylene의 membrane 투과 전, 후의 농도변화를 측정하였다. 성능 테스트는 0°C에서 100sccm의 flow rate로 실시되었으며, 분리막의 하단에는 진공을 걸어주고 분리막의 상단에는 일정 압력을 주어 양단의 압력차에 의한 분리막의 투과 특성을 측정하였다.

3. 결과 및 토론

PDMS coated membrane의 경우, PDMS prepolymer의 함량이 증가됨에 따라 PDMS solution의 점도가 증가하고 코팅층이 두꺼워지게 되므로 membrane을 통해 투과되는 투과도는 떨어지게 된다. 그러나 silicone rubber 계열의 PDMS의 유기물질에 대한 친화력이 크므로 선택도는 증가

하는 경향을 나타내었다(Fig.1)

Silane 처리된 silica를 사용하여 제조한 silica-filled PDMS composite membrane의 경우 silica와 PDMS의 상용성이 좋아지고, silica가 PDMS matrix내로 균일하게 분산되어 있는 것을 SEM 사진을 통해 확인할 수 있었다(Fig.2).

Silica의 함량이 증가함에 따라 투과도와 선택도가 증가하여 분리막의 성능이 향상됨을 확인하였다. silica의 PDMS matrix 내로의 분산은 PDMS의 코팅층을 두껍게 하지만, membrane의 surface area와 roughness를 증가시켜 투과도를 증가시킨다. 그러나 어느 일정량 이상의 silica를 포함하게 되면 투과 물질의 확산 저항을 증가시켜 오히려 투과도가 감소하게 된다.

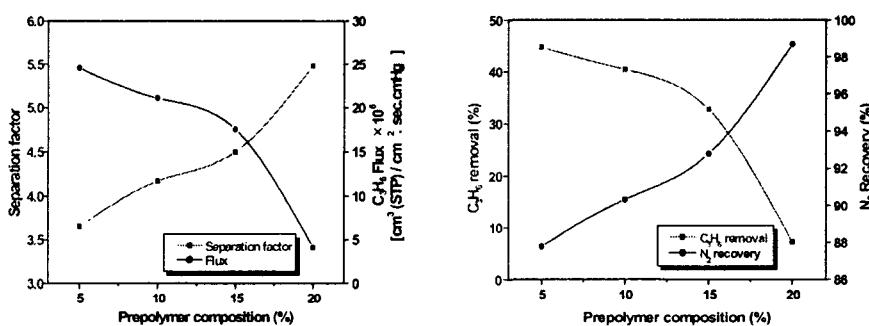


Fig. 1 Effect of prepolymer composition on PDMS coated membrane

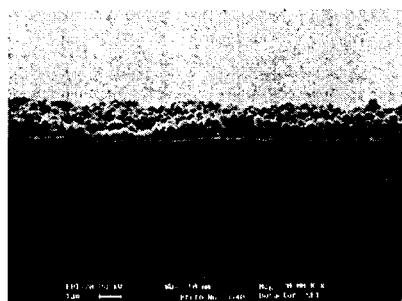


Fig. 2 SEM image of silica-filled PDMS composite membrane

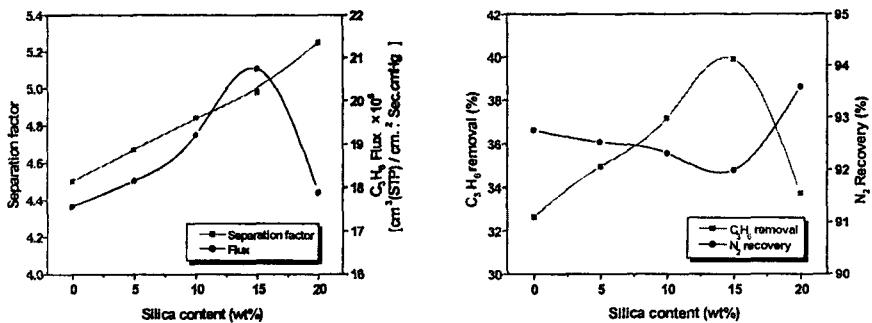


Fig. 3 Effect of silica content on silica-filled PDMS composite membrane

5. 참고문헌

1. M. Mulder, "Basic Principles of Membrane Technology", *Kluwer Academic Publishers*, 325~339, (1996)
2. P. Wu, R. W. Field, R. England, and B. J. Brisdon, "A fundamental study of organofunctionalized PDMS membranes for the pervaporative recovery of phenolic compounds from aqueous streams", *J. Membr. Sci.*, **190**, 147 (2001)
3. C. K. Yeom, S. H. Lee, H. Y. Song, J. M. Lee, "A characterization of concentration polarization in a boundary layer in the permeation of VOCs/N₂ mixtures through PDMS membrane", *J. Membr. Sci.*, **205**, 155 (2002)
4. P. Sae-oui, U. Thepsuwan, K. Hatthapanit, "Effect of curing system on reinforcing efficiency of silane coupling agent", *Polym. Testing*, **23**, 397 (2004)
5. M. Hu, S. Noda, T. Okubo, Y. Yamaguchi, H. Komiyama, "Structure and morphology of self-assembled 3-mercaptopropyltrimethoxysilane layers on silicon oxide", *Appl. Surf. Sci.*, **181**, 307 (2001)