(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0077377
(43) 공개일자 2021년06월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 20/28 (2006.01) *B01J 20/02* (2006.01)
B01J 20/24 (2006.01) *B01J 20/26* (2006.01)
B01J 20/30 (2006.01) *G21F 9/12* (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01J 20/28047 (2013.01)
B01J 20/0225 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0168951
(22) 출원일자 2019년12월17일
심사청구일자 2019년12월17일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
한국원자력연구원
대전광역시 유성구 대덕대로989번길 111(덕진동)
(72) 발명자
이경진
대전광역시 유성구 어은로 57 한빛아파트 101-401
박규은
대전광역시 유성구 구즉로 16 한마을아파트 106-1202
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 플러스

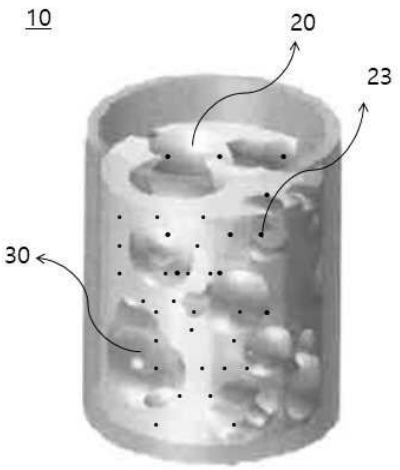
전체 청구항 수 : 총 19 항

(54) 발명의 명칭 **중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔, 이의 제조방법, 및 상기 다공성 하이드로겔을 이용한 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법**

(57) 요 약

일 구현예는 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔, 이의 제조방법 및 이를 이용한 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법을 제공한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B01J 20/24 (2013.01)
B01J 20/26 (2013.01)
B01J 20/28085 (2013.01)
B01J 20/3078 (2013.01)
B01J 20/3085 (2013.01)
G21F 9/12 (2013.01)

(72) 발명자
박찬우
경기도 의왕시 갈미로 32 반도보라빌리지2단지 208-1306
윤인호
대전광역시 대덕구 계족산로 136 선비마을5단지아파트 507-403
양희만
대전광역시 유성구 어은로 57 한빛아파트 138-508
김일국
대전광역시 유성구 죽동로 39 죽동칸타빌아파트 201-1504

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2017-1145-03
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	원자력기술개발사업
연구과제명	삼중수소 분리용 고분자 기반 매질 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	충남대학교
연구기간	2017.03.01 ~ 2019.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함하는, 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 수소결합이 가능한 관능기는 카르복실기, 히드록시기 및 아민기 중에서 선택되는 적어도 하나인 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 친수성 고분자 주쇄는 콜라젠, 젤라틴, 피브린, 알긴산, 히알루론산, 키토산, 폴리아크릴아미드계, 폴리아크릴산계, 폴리에틸렌옥사이드계, 폴리비닐알코올계 및 폴리포스파젠계로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나인 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 금속입자는 팔라듐, 백금, 니켈, 코발트, 이리튬, 로듐 및 루테늄 중에서 선택되는 적어도 하나인 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 금속입자는 하이드로겔의 중심에서 표면방향으로 농도 구배를 가지지 않는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 금속입자는 10nm 내지 1㎛의 입경을 가지는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 금속입자는 다공성 하이드로겔 고형분의 총중량에 대하여 0.4 내지 2.5중량% 포함되는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 다공성 하이드로겔의 팽윤도(Swelling ratio)는 0.5 내지 2인 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자를 포함하는 하이드로겔 스캐폴드; 및

거대기공;을 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 거대기공은 1 내지 20㎛의 크기를 가지는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자를 포함하는 입자를 포함하고,

상기 입자는 5 내지 25㎛의 평균 입경을 가지는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔.

청구항 12

수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하고,

상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는, 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 13

a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 수중유 에멀젼을 제조하는 단계;

b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및

c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 a)단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 2 내지 1 : 6의 부피비로 혼합되는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 15

제13항에 있어서,

상기 a)단계에서, 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체와 금속염은 100 : 0.5 내지 100 : 2의 중량비로 포함되는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 16

제13항에 있어서,

상기 a)단계에서, 상기 에멀젼에서 유상의 평균크기는 1 내지 20㎛인 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 17

a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 유중수 에멀젼을 제조하는 단계;

b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및

c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드

로겔의 제조 방법.

청구항 18

제17항에 있어서,

상기 a) 단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 15 내지 1 : 25의 부피비로 혼합되는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법.

청구항 19

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔에 경수소수와, 중수소수 및 삼중수소수를 혼합하여 반응시키는 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔, 이의 제조방법, 및 상기 다공성 하이드로겔을 이용한 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 냉각재로 중수를 사용하는 가압 중수로형 원자로에서 필연적으로 발생되는 삼중수소는 베타선을 내는 방사성 동위원소로서 이를 포함하는 삼중수소수는 방사능 물질이다. 삼중수소수가 공기 중으로 누출되면 증발되어 공기중의 일반 물(경수, H_2O) 증기와 쉽게 혼합되어 인체 호흡시 매우 유해하다. 따라서, 오염수에 포함된 중수소수 및 삼중수소수를 제거할 필요가 있다. 종래에는 오염수에 포함된 중수소수 및 삼중수소수를 제거하기 위해, 증류 공정, 전기분해 공정 등을 도입하였으나, 대형 플랜트 시설이 요구되어 효율이 떨어지는 문제가 있다.

[0003] 특허문헌 1은 수소결합을 하는 관능기를 포함하는 고분자용액을 겔화시켜서 흡착제를 제조하여 방사능 오염수에 포함된 중수소수 및 삼중수소수를 흡착함으로써 오염수를 정제하는 발명이나, 이러한 고분자용액이 겔화된 흡착제는 반응 초기에는 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 반응이 매우 빠르게 진행되나 일정 함량 흡착된 이후에는 흡착속도와 탈착속도가 동일해지기 때문에 더 이상 흡착이 진행되지 않는 평형상태에 도달하는 문제가 있다. 즉, 종래 고분자 용액의 겔 흡착제는 중수소수 및 삼중수소수의 분리능이 현저하게 떨어지므로 개선이 필요하다.

[0004] 특허문헌 2는 팔라듐 촉매등을 단독으로, 또는 카본, 알루미나, 실리카겔 등의 지지체(담체)에 담지하여 제조한 흡착제에 관한 것으로서, 중수소수 및 삼중수소수를 흡착하고 수소 가스 분위기하에서 중수소가스를 합성하는 발명이다. 한편, 팔라듐 금속은 자체 부피의 약 900배의 H_2, D_2 및 T_2 를 흡수하는 능력을 가지고 있으나, 본 발명과 같은 경수(H_2O), 중수(D_2O) 및 삼중수(T_2O)가 혼합된 오염수에 팔라듐 금속 촉매를 사용하는 경우, 중수소수 및 삼중수소수에 대한 특별한 선택성이 없어 경수까지 모두 흡착되는 문제와, 팔라듐 금속이 팽창함에 따른 촉매 내구성이 열화되는 문제가 있다. 따라서, 종래 팔라듐 금속 촉매 또는 담체에 담지된 금속 촉매의 경우에는 오염수를 선택적으로 흡착하는, 중수소수 및 삼중수소수의 분리능을 가지는 내구성 좋은 촉매를 기대하기는 어렵다.

[0005] 이와 같은 상황에서 방사능 오염수에서 중수소수 및 삼중수소수를 효과적으로 분리해낼 수 있는 흡착제의 개발이 필요한 실정이다.

[0006] 특허문헌 1: 한국 공개특허 10-2019-0095981

[0007] 특허문헌 2: 한국 공개특허 10-2007-0112138

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 일 구현예에 따르면 중수소수 및 삼중수소수의 분리능이 현저히 개선된 다공성 하이드로겔을 제공할 수 있고, 또한, 상기 다공성 하이드로겔의 구조 개질을 통해 분리능을 더욱 향상시킬 수 있다.

[0009] 다른 일 구현예는 상기 다공성 하이드로겔의 제조방법을 제공한다.

[0010] 또 다른 일 구현예는 상기 다공성 하이드로겔을 이용하여 오염수 내의 중수소수 및 삼중수소수를 분리하는 방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

[0011] 일 구현예는 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔을 제공한다.

[0012] 상기 수소결합이 가능한 관능기는 카르복실기, 히드록시기 및 아민기 중에서 선택되는 적어도 하나일 수 있다.

[0013] 상기 친수성 고분자 주쇄는 콜라젠, 젤라틴, 피브린, 알긴산, 히알루론산, 키토산, 폴리아크릴아미드계, 폴리아크릴산계, 폴리에틸렌옥사이드계, 폴리비닐알코올계 및 폴리포스파젠계로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나일 수 있다.

[0014] 상기 금속입자는 팔라듐, 백금, 니켈, 코발트, 이리튬, 로듐 및 루테늄 중에서 선택되는 적어도 하나일 수 있다.

[0015] 상기 금속입자는 하이드로겔의 중심에서 표면방향으로 농도 구배를 가지지 않는 것일 수 있다.

[0016] 상기 금속입자는 10nm 내지 1㎛의 입경을 가지는 것일 수 있다.

[0017] 상기 금속입자는 다공성 하이드로겔 고형분의 총중량에 대하여 0.4 내지 2.5중량% 포함되는 것일 수 있다.

[0018] 상기 다공성 하이드로겔의 팽윤도(Swelling ratio)는 0.5 내지 2일 수 있다.

[0019] 상기 다공성 하이드로겔은 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자를 포함하는 하이드로겔 스캐폴드; 및 거대기공;을 포함하는 것일 수 있다.

[0020] 상기 거대기공은 1 내지 20㎛의 크기를 가지는 것일 수 있다.

[0021] 상기 다공성 하이드로겔은 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자를 포함하는 입자를 포함하고, 상기 입자는 5 내지 25㎛의 평균 입경을 가지는 것일 수 있다.

[0022] 다른 일 구현예는 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하고, 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는, 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법을 제공한다.

[0023] 또 다른 일 구현예는 a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 수중유 에멀젼을 제조하는 단계; b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및 c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법을 제공한다.

[0024] 상기 a)단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 2 내지 1 : 6의 부피비로 혼합될 수 있다.

[0025] 상기 a)단계에서, 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체와 금속염은 100 : 0.5 내지 100 : 2의 중량비로 포함될 수 있다.

[0026] 상기 a)단계에서, 상기 에멀젼에서 유상의 평균크기는 1 내지 20㎛일 수 있다.

[0027] 또 다른 일 구현예는 a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 유중수 에멀젼을 제조하는 단계; b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및 c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔의 제조 방법을 제공한다.

[0028] 상기 a) 단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 15 내지 1 : 25의 부피비로 혼합되는 것일 수 있다.

[0029] 또 다른 일 구현예는 상기 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔에 경수소수와, 중수소수 및 삼중수소수를 혼합하여 반응시키는 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0030] 기존 대형 플랜트 시설 기반의 분리 공정이 아닌 재사용이 가능한 고분자 기반의 하이드로겔 매질을 도입함으로써 삼중수소수 및 중수소수의 분리 효율 문제를 해결할 수 있다.

[0031] 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 고분자 및 전이금속을 포함하는 다공성 하이드로겔을 제조함으로써, 방사능 오염수에 대하여 중수소수 및 삼중수소수에 대한 분리능이 향상된 흡착제를 제공한다.

[0032] 상기 다공성 하이드로겔의 기공을 조절함으로써 전이금속의 팽창에 따른 상기 흡착제의 내구성 저하 문제를 해결한다.

[0033] 상기 다공성 하이드로겔 내부에 전이금속이 균일하게 분산되도록 제조함으로써 상기 흡착제의 분리능을 더욱 향상시킬 수 있다.

[0034] 또한, 분리능을 가진 물질을 적용하여 다양한 형태의 고효율 공정을 설계할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0035] 도 1은 일 구현예에 따른 다공성 하이드로겔의 모식도,

도 2 내지 도 4는 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 5에 의해 제조된 다공성 하이드로겔 bulk, porous, 및 bead의 표면 SEM(Scanning Emission Microscopy) 이미지,

도 5A 및 5B는 실시예 1 및 비교예 3에서 제조된 다공성 하이드로 겔의 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0036] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 아래 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시를 위한 구체적인 내용을 상세히 설명한다. 도면에 관계없이 동일한 부재번호는 동일한 구성요소를 지칭하며, "및/또는"은 언급된 구성들의 각각 및 하나 이상의 모든 조합을 포함한다.

[0037] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소 외에 하나 이상의 다른 구성요소의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[0038] 본 명세서에서 다른 정의가 없다면 '수소 등'은 '수소, 중수소 및 삼중수소'를 의미한다.

[0039] 본 명세서에서 다른 정의가 없다면 '중수소수 등'은 '중수소수 및 삼중수소수'를 의미한다.

[0040] 본 명세서에서 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또한 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.

[0041] 이하, 본 발명의 일 구현예에 따른 다공성 하이드로겔을 설명한다.

[0042] 상기 다공성 하이드로겔은 중수소수 및 삼중수소수 흡착용도로 사용되며, 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함한다.

[0043] 상기 다공성 하이드로겔은 수화겔이라고도 하며, 수용성인 고분자가 수소결합, 반데르발스, 소수성 상호작용, 또는 고분자의 결정과 같은 물리적인 결합에 의하거나, 공유결합 등과 같은 화학적 결합에 의해 삼차원의 가교를 형성하고 있는 망상구조로서, 수상 환경에서 용해되지 않고 상당한 양의 물을 함유할 수 있는 물질을 말한다. 상기 하이드로겔은 가공이 용이하여 적용 용도에 따라 다양한 형태로 변형이 가능한 장점이 있으므로, 종래의 대형 플랜트 시설 기반의 분리 공정이 아닌, 재사용이 가능한 고분자 기반의 매질을 함유하는 다공성 하이드로겔을 도입함으로써 본 발명이 목적으로 하는 삼중수소수 및 중수소의 흡착, 및 분리를 효과적으로 달성할 수 있다.

[0044] 상기 다공성 하이드로겔은 방사능 오염수에 함유된 경수소수, 중수소수 및 삼중수소수를 잘 흡수할 수 있으며, 이중에서 중수소수 및 삼중수소수를 선택적으로 흡착하는 특성을 가진다. 즉, 본 발명의 다공성 하이드로겔은 방사능 물질인 중수소수와 삼중수소수를 제거하여 오염수를 효과적으로 정화시킬 수 있다.

[0045] 상기 친수성 고분자 주쇄는 특별히 제한되는 것은 아니나, 예를 들어 콜라젠, 젤라틴, 피브린, 알긴산, 히알루론산, 키토산, 폴리아크릴아미드계, 폴리아크릴산계, 폴리에틸렌옥사이드계, 폴리비닐알코올계 및 폴리포스파젠계로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 하나일 수 있고, 좋게는 아크릴계 고분자일 수 있고, 구체적으로 폴리아크릴산계, 또는 폴리아크릴아미드계일 수 있고, 더 좋게는 폴리아크릴산 또는 폴리아크릴아미드이면 바람직하다.

[0046] 상기 수소결합이 가능한 관능기는 특별히 제한되는 것은 아니나, 예를 들어 카르복실기(COOH-), 하이드록시기(OH-), 및 아민기(NH_2-) 중에서 선택되는 적어도 하나일 수 있고, 구체적으로 카르복실기인 경우 바람직하다.

상기 수소결합이 가능한 관능기는 경수소수에 비해 중수소수 및 삼중수소수와 더욱 강하게 수소결합을 할 수 있다. 즉, 중수소수 및 삼중수소수에 대한 선택적 흡착능이 매우 우수한 특징을 가진다. 또한, 상기 수소결합이 가능한 관능기는 다공성 하이드로겔 제조시 금속염의 환원에 관여함에 따라, 친수성 고분자의 단량체 중합반응과 금속염의 환원반응을 동시에 진행할 수 있는 장점이 있고, 이에 제조공정 간소화를 도모할 수 있으며, 다공성 하이드로겔 내부 및 표면에 금속입자를 균일하게 분포시킬 수 있다. 이에 따라, 상기 금속입자는 총 중량의 50 중량% 이상, 좋게는 60 중량% 이상, 더 좋게는 80 중량% 이상의 금속입자가 상기 수소결합이 가능한 관능기의 표면에 분포하는 것일 수 있다.

[0047] 일 구현예에 따라, 상기 고분자 주쇄의 제조는 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체를 광중합 또는 열중합하는 것일 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니며, 당업계에 공지된 중합방법을 사용할 수 있다. 또한, 상기 친수성 고분자는 고분자의 측쇄에 수소결합이 가능한 관능기가 치환된 형태를 포함할 수 있으며, 예컨대 친수성 고분자의 주쇄에서 가지(branch)로 뻗은 말단에 위치할 수 있다.

[0048] 일 구현예에 따른 상기 다공성 하이드로겔에 포함되는 금속입자는 팔라듐(Pd), 백금(Pt), 니켈(Ni), 코발트(Co), 이트륨(Y), 로듐(Rh) 및 루테늄(Ru) 중에서 선택되는 적어도 하나일 수 있으며, 좋게는 팔라듐 및 백금 중에서 선택되는 적어도 하나, 더 좋게는 팔라듐일 수 있다.

[0049] 상기 금속입자는 수소 등과 높은 상용성을 가진다. 예를 들어, 상기 팔라듐은 실온에서 입자 부피의 약 900배에 해당하는 수소, 중수소 및/또는 삼중수소를 흡수하여 부피가 약 10%까지 늘어날 정도로 수소 등과 상용성이 뛰어나다.

[0050] 한편, 금속입자를 포함하지 않는 다공성 하이드로겔을 사용하는 경우 중수소수 등이 일정 함량 흡착된 이후에는 평형상태에 도달함에 따라 분리능이 열화되는 문제가 있고, 반면에 다공성 하이드로겔 없이 금속입자, 예컨대 팔라듐 금속입자를 포함하는 촉매를 사용하면 경수소수와 중수소수 등에 대한 특별한 선택성이 없어 분리능이 좋지 않을 뿐만 아니라, 흡착이 진행될수록 금속입자가 급격히 팽창하므로 촉매의 내구성이 현저히 떨어지는 문제가 있다.

[0051] 본 발명의 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함하는 다공성 하이드로겔은, 상술한 바와 같이 친수성 고분자 주쇄의 수소결합이 가능한 관능기는 경수소수 대비 중수소수 및 삼중수소수 선택성이 좋고, 상기 금속입자, 예를 들어 팔라듐 금속은 수소, 중수소 및 삼중수소의 흡수능력이 현저하므로, 이러한 장점들을 모두 포함함에 따라 종래 기술 대비 중수소수 및 삼중수소수의 흡착능이 현저히 향상될 수 있다.

[0052] 상기 금속입자는 다공성 하이드로겔의 중심에서 표면방향으로 농도 구배를 가지지 않는 것일 수 있고, 다시 말해 다공성 하이드로겔 표면 및 내부에 균일하게 분포하는 것일 수 있으며, 좋게는 상기 금속입자의 총 중량의 50 중량% 이상, 좋게는 60 중량% 이상, 더 좋게는 80 중량% 이상의 금속입자가 상기 수소결합이 가능한 관능기의 표면에 고르게 분포하는 것일 수 있다.

[0053] 이에, 금속입자의 응집을 억제하고 입자의 평균 입경을 낮춤으로써 중수소수및 삼중수소수와 접촉하는 비표면적을 높일 수 있고, 분리능을 더욱 향상시킬 수 있다. 또한, 금속입자가 상기 다공성 하이드로겔에 균일하게 분포하는 경우 중수소수 및 삼중수소수의 흡착이 진행되면서 동시에 발생하는 금속입자의 팽창이 다공성 하이드로겔의 표면 및 내부에서 고르게 이루어질 수 있다.

[0054] 또한, 상기 수소결합이 가능한 관능기 표면에는 경수소수 대비 중수소수 및 삼중수소수의 점유율이 상대적으로

높아서, 금속입자가 경수소수 대비 더욱 많은 양의 중수소수 및 삼중수소수를 흡착하여 분리해낼 수 있으므로, 다공성 하이드로겔의 분리능이 더욱 향상될 수 있다.

[0055] 상기 금속입자는 10nm 내지 1㎛의 입경을 가질 수 있고, 예를 들어 10 내지 500nm, 좋게는 10 내지 100nm의 입경을 가질 수 있다. 금속입자의 입경이 상기 수치범위 내이면 다공성 하이드로겔의 형상 유지에 좋고, 금속입자가 하이드로겔 내에 응집되지 않고 균일하게 분산됨에 따라 중수소수 및 삼중수소수의 분리능 향상 및 다공성 하이드로 겔의 내구성 개선 측면에서 바람직하다.

[0056] 한편, 본 명세서에서 입경은 평균입경을 의미하는 것일 수 있고, 예컨대 평균입경이란 입도분포곡선에서 중량백분율의 50%에 해당하는 입경을 말하며, D50으로 표시될 수 있다. 구체적으로 상기 평균입경 D50은 입도분포곡선에서 누적중량의 50%가 통과하는 입자의 직경을 말하며, 전체에서 50%를 통과시킨 체(sieve)의 크기에 해당하는 입자의 직경과 동일한 의미일 수 있다.

[0057] 상기 금속입자는 다공성 하이드로겔의 고형분의 총중량에 대하여 0.4 내지 2.5 중량%, 좋게는 0.4 내지 2 중량%, 0.8 내지 2 중량%, 1 내지 2 중량%, 더 좋게는 1.5 내지 2 중량%로 포함될 수 있다. 상기 금속입자의 함량이 0.4 중량% 미만이면 중수소수 등의 분리능이 좋지 않고, 2.5 중량% 초과이면 환원시 금속입자 간 응집이 가속화되고, 다공성 하이드로겔의 내구성이 떨어져서 본 발명의 다공성 하이드로겔의 제조가 어려울 수 있다.

[0058] 상기 다공성 하이드로겔의 팽윤도(Swelling ratio)는 0.5 내지 2, 좋게는 1 내지 2, 더 좋게는 1 내지 1.5일 수 있다. 이에, 상기 다공성 하이드로겔은 많은 양의 물을 흡수하여 팽윤할 수 있는 장점이 있다. 따라서, 오염수 내에 존재하는 중수소수 및 삼중수소수를 상기 하이드로겔 및 금속입자와 넓은 표면적에서 오랜시간 접촉하여 반응시킬 수 있고, 하이드로겔 스캐폴드 표면뿐만 아니라 내부에 위치하는 금속입자 및/또는 수소결합이 가능한 관능기와도 흡착 분리가 매우 효과적으로 진행될 수 있으므로, 분리능을 더욱 효과적으로 높일 수 있다.

[0059] 한편, 다공성 하이드로겔의 팽윤도 측정방법은 다음과 같다. 다공성 하이드로겔의 건조중량을 측정한 후, 증류수 수조에 겔을 담근 채로 12시간 후 꺼내어 팽윤중량을 측정하고, 이어 하기 식 1을 이용하여 팽윤도를 계산할 수 있다.

[0060] [식 1]

[0061] 팽윤도(Swelling ratio) = (Ws-Wd)/(Wd)

[0062] 상기 식 1에서, Ws 및 Wd는 각각 다공성 하이드로겔의 팽윤중량과 건조중량이다.

[0063] 이하, 도 1을 참고하여 본 발명의 일 구현예에 의한 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔을 설명한다.

[0064] 도 1은 다공성 하이드로겔의 모식도로서, 도 1을 참고하면 상기 다공성 하이드로겔(10)은 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자(23)를 포함하는 하이드로겔 스캐폴드(20); 및 거대기공(30);을 포함한다.

[0065] 상기 다공성 하이드로겔(10)은, 상술한 바와 같이 거대기공(30)을 포함한다. 상기 거대기공(30)은 다공성 하이드로겔 내에 존재하는 폐쇄 채널(closed channel)로 존재하는 다수의 미세기공(1㎛ 이하)들을 연결하여 열린 채널(open channel)을 가지는 기공구조를 형성할 수 있다. 따라서 다공성 하이드로겔 내부, 즉 하이드로겔 스캐폴드(20)에서 오염수의 확산 속도를 증가시키고 다공성 하이드로겔의 분리능을 더욱 개선시킬 수 있다. 또한, 상기 거대기공(30)은 금속입자(23)가 중수소수 및 삼중수소수를 흡수하여 팽창될 때 이를 효과적으로 완충할 수 있으며, 다공성 하이드로겔의 내구성을 더욱 개선시킬 수 있다.

[0066] 상기 거대 기공(30)은 1 내지 20㎛의 크기를 가지는 다수의 기공을 포함할 수 있고, 예컨대 1 내지 15㎛, 5 내지 15㎛, 또는 7 내지 12㎛의 크기를 가지는 다수의 기공을 포함할 수 있다. 이에, 오염수와 접촉하는 다공성 하이드로겔의 비표면적을 더욱 높일 수 있다.

[0067] 본 발명의 일 구현예는 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 상기 금속입자를 포함하는 입자를 포함하고, 상기 입자는 5 내지 25㎛의 평균 입경을 가지는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔을 제공한다. 상기 입자들을 조밀하게 쌓을 수 있고, 이에 오염수와 접촉하는 다공성 하이드로겔의 비표면적을 더욱 높일 수 있다.

[0068] 이하, 다른 일 구현예에 따른 다공성 하이드로겔의 제1 제조방법을 설명한다.

[0069] 상기 다공성 하이드로겔의 제조방법은, 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하고, 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계를 포함한다.

[0070] 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계는 상기 혼합물을 2000 내지 3000 rpm으로 교반한 후, 이어서 30 내지 50℃의 오븐에서 2 내지 5 시간동안 반응시키는 것일 수 있다.

[0071] 상기 반응에서, 상기 금속염은 상기 고분자 주쇄에 함유된 수소결합이 가능한 관능기의 수소 및/또는 상기 수상의 물(water)로 인해 환원되고, 이에 의해 산화된 수소결합이 가능한 관능기의 수소 및 수상의 물은 재차 그들의 수소로 인해 환원되는 상호적인 산화환원 반응이 진행되는 것으로 분석된다.

[0072] 상기 단량체로는, 아크릴아미드(acrylamide, Am), 아크릴산(acrylic acid, AA), 알긴산(alginic acid), 펙틴(pectin), 캐라지난(carrageenan), 황산콘드로이친(chondroitin sulfate), 덱스트란설페이트(dextran sulfate), 키토산(chitosan), 폴리라이신(polylysine), 콜라겐(collagen), 카르복시에틸 키틴(carboxyethyl chitin), 피브린(fibrin), 텍스트란(dextran), 아가로스(agarose), 풀루란(pullulan), PEG-PLA-PEG, PEG-PLGA-PEG, PEG-PCLPEG, PLA-PEG-PLA, PHB, P(PEG/PBO) terephthalate, PEG-bis-(PLA-acrylate), PEG-g-P(AAm-co-Vamine), PAAm, P(NIPAAm-co-AAc), P(NIPAAm-co-EMA), PVAc/PVA, PNVP, P(MMA-co-HEMA), P(AN-co-ally sulfate), P(bisscrboxy-phenoxy-phosphazene), P(GEMA-sulfate), P(PEG-co-peptides), alginate-g-(PEO-PPO-PEO), P(PLGA-co-serine), collagen-acrylate, P(HPMA-g-peptide), P(HEMA/Materigel) 및 HA-g-NIPAAm 중에서 선택되는 적어도 하나일 수 있고, 좋게는 아크릴산 또는 아크릴아미드인 경우 바람직하다.

[0073] 상기 금속염으로는, 팔라듐, 백금, 니켈, 코발트, 이리튬, 로듐 및 루테늄 중에서 선택되는 적어도 하나의 아세틸아세토네이트 또는 염화물일 수 있다. 예를 들어, 팔라듐(Ⅱ)아세틸아세토네이트(palladium acetylacetonate) 또는 염화팔라듐($PdCl_2$)일 수 있다.

[0074] 상기 중합 개시제는, 열중합 개시제 또는 광중합 개시제를 사용할 수 있다. 열중합 개시제 및 광중합 개시제로는 일반적으로 사용되는 개시제를 사용할 수 있으며, 예를 들어 열중합 개시제로서 과황산암모늄(ammounium persulfate, APS)를 사용하고, 광중합 개시제로서 벤질(benzyl)을 사용하는 경우 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0075] 상기 가교제는, 글루타르알데하이드(glutaraldehyde), N,N'-메틸렌-비스-아크릴아미드(N,N'-metyhlene-bisacrylamide, BIS), N,N,N',N'-테트라메틸 에틸렌디아민(N,N,N',N'-tetramethyl ethylene diamine), 에틸렌 글리콜디메타크릴레이트(ethylene glycol dimethacrylate), 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트(Pentaerythritoltriacrylate)에서 선택되는 어느 하나를 사용할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0076] 이하, 또 다른 일 구현예에 따른 다공성 하이드로겔의 제2 제조방법을 설명한다.

[0077] 상기 제2 제조방법은 a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 수중유 에멀젼을 제조하는 단계; b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및 c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함한다.

[0078] 상기 a)단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 2 내지 1 : 6의 부피비로 혼합될 수 있고, 좋게는 1 : 3 내지 1 : 5의 부피비로 혼합될 수 있다. 상기 부피비로 혼합되는 경우 다공성 하이드로겔 제조시 거대 기공을 잘 형성할 수 있고, 이에, 비표면적을 높일 수 있는 장점이 있다.

[0079] 상기 a)단계에서, 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체와 금속염은 100 : 0.5 내지 100 : 2의 중량비로 포함될 수 있다.

[0080] 상기 a)단계에서, 상기 에멀젼에서 유상은 1 내지 20㎛의 크기를 가지는 다수의 유상일 수 있으며, 예컨대 1 내지 15㎛, 5 내지 15㎛, 또는 7 내지 12㎛의 크기를 가질 수 있다.

[0081] 계속해서, b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계는 상기 제1 제조방법과 동일하다.

[0082] 이어서, c) 상기 b)단계의 생성물을 세정하고 건조하여 다공성 하이드로겔을 제조한다.

[0083] 상기 세정에 사용되는 세정액은 특별히 제한되는 것은 아니나, 예를 들어 테트라하이드로퓨란(THF) 및/또는 아

세톤을 사용하는 경우 바람직하다. 구체적으로 상기 THF 및 아세톤을 적정량 사용하여 0.5 내지 1 시간동안 세정할 수 있고, 이러한 세정방법은 당 업계에 공지된 세정방법을 적용할 수 있다. 또한, 상기 건조공정은 10 내지 50℃, 30 내지 50℃의 오븐에서 5 내지 15시간, 좋게는 8 내지 15시간 동안 진행하는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니며 당 업계에 공지된 건조방법을 적용할 수 있다. 이에 따라, 잔류하는 물과 오일을 제거하고, 거대 기공을 잘 형성하여 다공성 하이드로겔의 비표면적을 증가시킬 수 있다.

[0084] 상기 c) 단계에서 제조된 다공성 하이드로겔은 본 발명의 일 구현예에 따른 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 친수성 고분자 주쇄 및 금속입자를 포함하는 하이드로겔 스캐폴드; 및 거대기공;을 포함하는 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔일 수 있다.

[0085] 또 다른 일 구현예는 다공성 하이드로겔의 제3 제조방법을 제공한다.

[0086] 상기 제3 제조방법은 a) 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 오일을 함유하는 유상을 혼합하여 유중수 에멀젼을 제조하는 단계; b) 상기 단량체를 중합하는 동시에 상기 금속염을 금속입자로 환원시키는 단계; 및 c) 상기 b)단계의 생성물을 세정 및 건조하는 단계;를 포함한다.

[0087] 상기 a)단계에서, 상기 수소결합이 가능한 관능기를 함유하는 단량체, 가교제, 중합 개시제, 금속염 및 물(water)을 혼합하여 제조한 수상, 및 상기 오일을 함유하는 유상은 상기 제2제조방법과 동일하다.

[0088] 상기 a) 단계에서, 상기 수상과 유상은 1 : 15 내지 1 : 25의 부피비로 혼합될 수 있다. 구체적으로 상기 수상과 유상은 좋게는 1 : 18 내지 1 : 22의 부피비로 혼합될 수 있으며, 상기 부피비로 혼합되는 경우 비드형태의 다공성 하이드로겔 제조시 입자의 평균 입경이 바람직한 입경 범위에서 균일하게 형성됨으로써, 이들을 조밀하게 쌓을 수 있고 비표면적을 높일 수 있으므로, 오염수와의 접촉효율을 증가시킬 수 있다.

[0089] 이어서, 상기 b)단계 및 c)단계는 상기 제2 제조방법과 동일하다.

[0090] 또 다른 일 구현예는 상기 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔에, 경수소수, 중수소수 및 삼중수소수를 혼합하여 반응시키는 중수소수 및 삼중수소수의 흡착 방법을 제공한다.

[0091] 상기 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔은 상술한 바와 동일하다.

[0092] 상기 경수소수 : 중수소수 및 삼중수소수의 합은 90:10 내지 50:50의 부피비일 수 있고, 바람직하게는 70:10 내지 50:50 부피비일 수 있다.

[0093] 상기 반응은 상기 경수소수, 중수소수 및 삼중수소수가 혼합된 용액과 상기 다공성 하이드로겔을 배치 반응기(Batch reactor), 또는 연속 교반식 반응기(CSTR, Continuous stirred tank reactor)에 주입한 후 혼합하여 2 내지 6시간, 좋게는 3 내지 5시간, 더 좋게는 약 4시간 동안 반응을 진행하는 것일 수 있다.

[0095] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에 있어서 자명할 것이다.

[0096] **실시예**

[0097] 실시예 1 내지 3, 및 비교예 1 내지 2: 하이드로겔(bulk)의 제조

[0098] vial병에 증류수 10mL에 가교제 BIS 0.1g, 아크릴산(Acryl acid)단량체 1g, APS 개시제 0.01g 및 팔라듐 아세틸아세토네이트(palladium acetylacetonate) 0g(비교예 1), 0.005g(실시예 1), 0.01g(실시예 2), 0.02g(실시예 3), 0.03g(비교예 2)을 혼합하여 완전히 녹여서 혼합용액을 제조하였다. 몰드에 제조된 혼합용액을 넣고, 40℃로 예열한 오븐에서 4시간 동안 반응시켰다. 반응 종료 후 실온에서 충분히 식힌 후 몰드에서 하이드로겔(bulk)를 탈착하여 수득하였다.

[0099] 실시예 4: 다공성 하이드로겔(porous)의 제조

[0100] vial병에 증류수 10mL에 가교제 BIS 0.1g, 아크릴산(Acryl acid)단량체 1g, APS 개시제 0.01g 및 팔라듐 아세틸아세토네이트(palladium acetylacetonate) 0.01g을 혼합하여 완전히 녹여서 혼합용액을 제조하였다. 몰드에 상기 혼합용액 1ml를 넣고, 파라핀 오일 4ml를 천천히 가했다. 고내상 에멀젼이 형성될 수 있도록 1500rpm으로 10분간 교반한 다음 40℃로 예열한 오븐에서 4시간 동안 반응시켰다. 반응 종료 후 실온에서 충분히 식힌 후 몰

드에서 하이드로겔를 탈착하여 수득하였다.

[0101] 이어서 테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran, THF)과 아세톤으로 세척하는 과정을 3~5회 반복하고, 40℃에서 12hr 건조하여, 남아 있는 용매와 오일이 제거하여 다공성 하이드로겔(porous)을 수득하였다.

[0102] 실시예 5: 다공성 하이드로겔 비드(bead)의 제조

[0103] 몰드에 파라핀 오일 57 ml를 넣고, 혼합용액 3 ml를 천천히 가한 것을 제외하고 실시예 4와 동일하게 진행하여 다공성 하이드로겔(bead)를 수득하였다.

[0105] **[실험예 1: 하이드로겔의 구조 확인]**

[0106] 실시예 2, 실시예 4 및 실시예 5에 따라 제조된 다공성 하이드로겔의 SEM 측정 이미지를 도 2 내지 도 4에 나타내었다. 도 2 내지 도 4는, 각각 벌크 형태, 다공성 형태(porous, 거대 기공), 및 비드 형태의 하이드로겔 SEM 이미지를 나타낸 것이다.

[0107] 도 3의 다공성 형태의 하이드로겔(porous)은, 내부에 1 내지 20㎛의 크기를 가지는 다수의 거대 기공이 형성됨을 확인할 수 있으며, 중수소수 및 삼중수소수 혼합용액과의 접촉 비표면적이 증가하고, 상호작용성이 향상되어 다공성 하이드로겔의 분리능이 향상될 것을 예측할 수 있다.

[0108] 도 4의 비드 형태의 하이드로겔은, 비드의 평균 입경이 5 내지 25㎛로 형성되었으며, 규격이 일정하여 조밀하게 쌓일 수 있어 오염수와의 접촉효율이 증가될 것을 예상할 수 있다.

[0110] **[실험예 2: 다공성 하이드로겔의 분리능 평가]**

[0111] 실시예 1 내지 실시예 5, 비교예 1, 및 비교예 2에 의해 제조된 다공성 하이드로겔과, 경수소수 및 중수소수가 각각 50 부피%로 혼합된 용액을 Batch 반응기에 넣고 혼합하여 4시간 동안 반응을 진행하였다. 이후 배치 반응기의 상등액 1ml를 채취하여 FT-IR 분석(perkin elmer社, Spectrum two)을 통해 경수소수의 함량을 측정하였고, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0112]

	다공성 하이드로겔 형태	금속입자 함량(중량%)	경수소수 함량(부피%)
비교예 1	Bulk	0	51.84
실시예 1	Bulk	0.45	53.15
실시예 2	Bulk	0.89	52.84
실시예 3	Bulk	1.77	54.7
비교예 2	Bulk	2.63	-
실시예 4	Porous	0.89	53.27
실시예 5	Bead	0.89	55.8

[0113] - 상기 표 1에서, 금속입자 함량은 다공성 하이드로겔 고형분 총중량에 대한 중량%이다.

[0114] 표 1을 참조하면, 실시예 1 내지 3에 따른 하이드로겔(bulk)은 팔라듐 금속을 본 발명의 함량 범위로 포함하여 제조한 것으로, 중수소수 등을 효과적으로 분리해낼 수 있었다. 반면에 팔라듐 금속을 포함하지 않는 비교예 1의 하이드로겔의 경우 중수소수의 분리 정도가 실시예 대비 좋지 않았고, 팔라듐을 과량 포함하는 비교예 2는 팔라듐 전구체가 하이드로겔 스캐폴드의 고분자의 단량체가 녹아있는 용액 상에 균질하게 용해되지 않았기에, 하이드로겔을 제조할 수 없었다.

[0115] 실시예 4 및 실시예 5는 porous 형태(거대 기공)의 다공성 하이드로겔 및 bead 형태의 다공성 하이드로겔을 제조한 것이다. 상기 표 1의 실시예 1, 4 및 5의 경수소수 함량 결과로부터, 동일한 함량의 팔라듐 금속을 포함함에도 불구하고, bead 형태, porous 형태(거대 기공) 및 bulk 형태 순으로 중수소수 등의 분리 효과가 우수한 것으로 나타났다. 이러한 결과는 하이드로겔이 내부에 거대 기공을 포함함에 따라 비표면적이 증가하고, 본 발명의 바람직한 평균입경 범위의 비드 형태로 제조됨에 따라 하이드로겔 표면의 비표면적이 더욱 증가하는 것을 알 수 있고, 실시예 중에서 가장 효과적으로 중수소수 등을 흡착 분리시킬 수 있다는 것을 알 수 있다.

[0117] **[실험예 3: 다공성 하이드로겔 내 금속입자의 분포 평가]**

[0118] 비교예 3: 하이드로겔 표면에 팔라듐 금속을 분산시킨 다공성 하이드로겔의 제조

[0119] 비교예 1에 따라 제조된 하이드로겔(팔라듐 금속 함량 0%)에 팔라듐 금속 0.005g을 혼합하고 30 내지 50℃에서 0.5 내지 4 시간동안 소성하여 다공성 하이드로겔을 제조하였다. 이때, 제조된 다공성 하이드로겔 고형분 총중량에 대하여 팔라듐 금속의 함량은 0.45 중량%였다.

[0121] 다공성 하이드로겔 내 금속입자의 분포를 평가하기 위하여 실시예 1 및 비교예 3에서 제조된 다공성 하이드로겔의 사진을 각각 도5A 및 5B에 나타내었다.

[0122] 도5A 및 5B를 참고하면, 비교예 3의 경우, 에멀젼 중합과 팔라듐 금속의 환원을 별도로 진행한 후 혼합하여 하이드로겔을 제조하기 때문에 팔라듐 금속이 하이드로겔의 표면에 다량 존재하는 것을 알 수 있으나(도 5B에서 검은색 영역), 실시예 1의 경우 에멀젼 중합과 팔라듐 금속의 환원을 동시에 진행함에 따라 팔라듐 금속이 하이드로겔 내부에 균일하게 분산되어 존재함을 확인할 수 있다.

[0123]

[0124] 이상 본 발명의 실시예들을 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 제조될 수 있으며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

부호의 설명

[0125] 10: 중수소수 및 삼중수소수 흡착용 다공성 하이드로겔

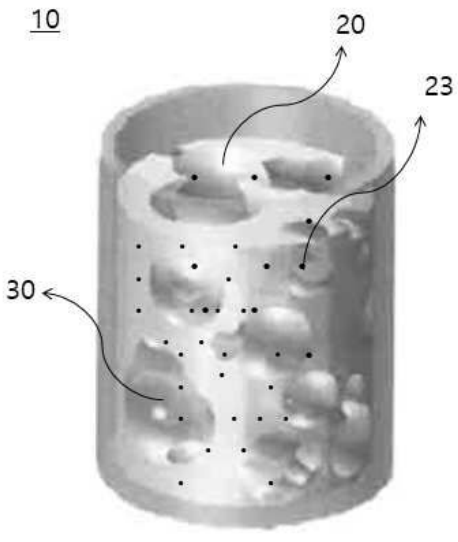
20: 하이드로겔 스캐폴드

23: 금속입자

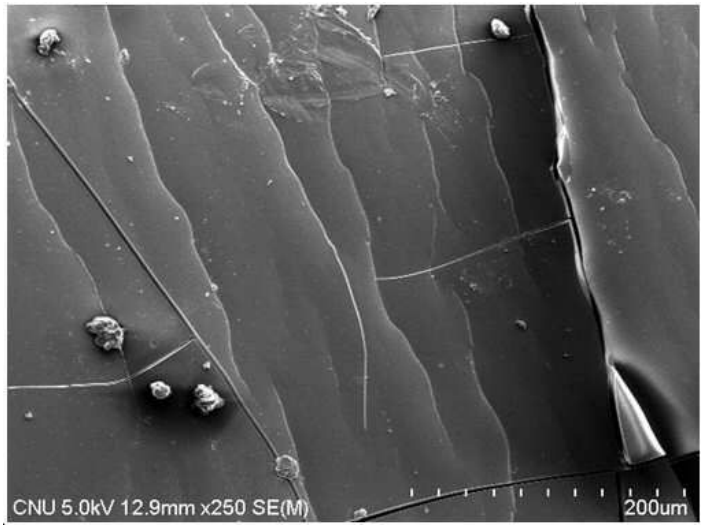
30: 거대 기공

도면

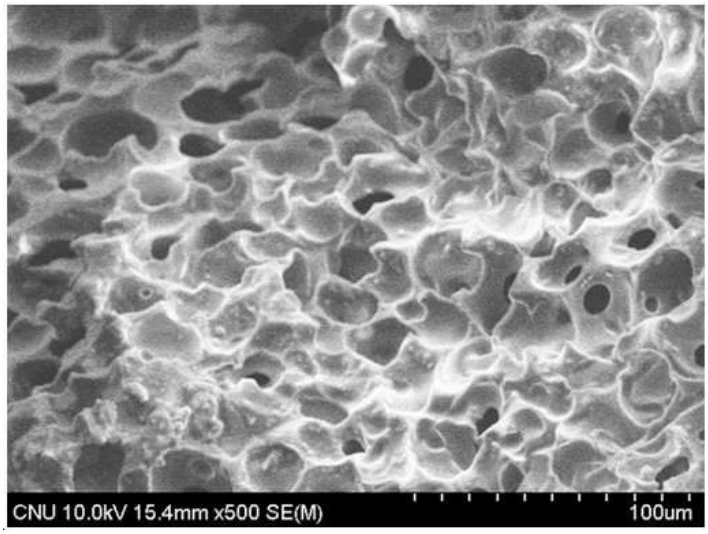
도면1



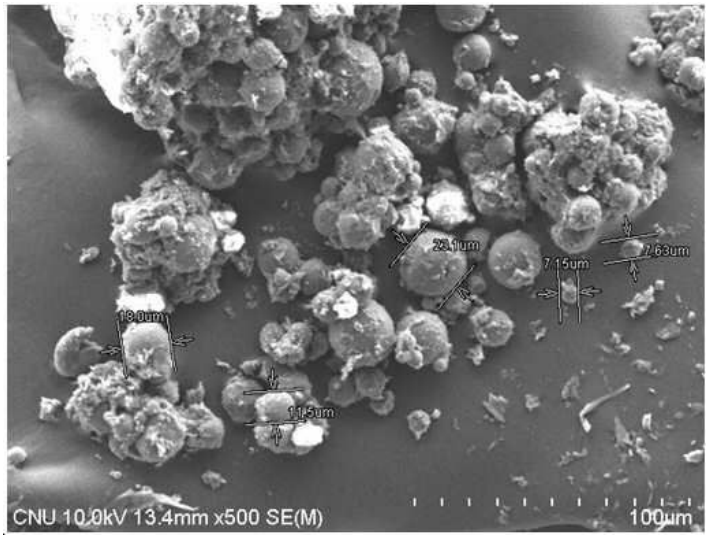
도면2



도면3



도면4



도면5a



도면5b

