

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 (43) 공개일자	10-2011-0069450 2011년06월23일
(51)	Int. Cl.	(71)	출원인
	<i>B01D 71/00</i> (2006.01) <i>B01D 69/10</i> (2006.01) <i>B01D 61/02</i> (2006.01)		충남대학교산학협력단 대전 유성구 궁동 220 충남대학교
(21)	출원번호 10-2009-0126191	(72)	발명자
(22)	출원일자 2009년12월17일 심사청구일자 2009년12월17일		이용택 대전광역시 유성구 어은동 한빛아파트 123-1301
			염인아 대전광역시 서구 괴정동 87-43번지
			(뒷면에 계속)
		(74)	대리인 박창희, 김종관, 권오식

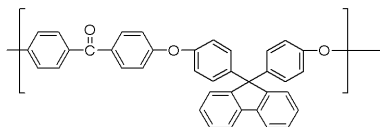
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)을 이용한 역삼투막 및 이의 제조방법

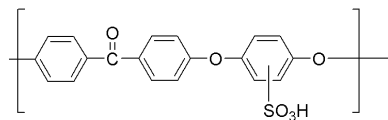
(57) 요약

본 발명은 다공성 지지체의 표면에 하기 화학식 1 및 화학식 2의 단위를 함유하는 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)이 코팅된 역삼투막에 관한 것이다.

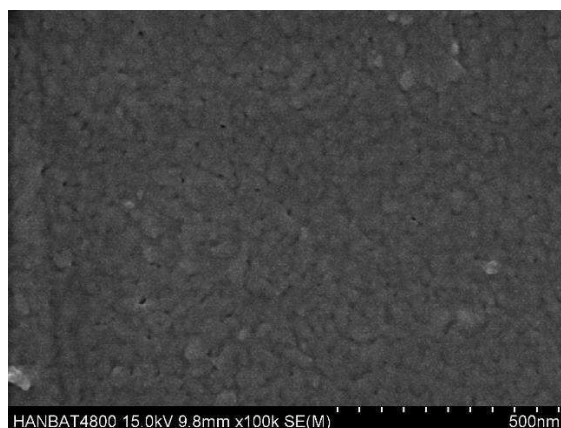
[화학식 1]



[화학식 2]



대표도 - 도1



(72) 발명자

정동재

충청남도 공주시 의당면 청룡리 811-6번지

오정식

대전광역시 대덕구 오정동 265-19번지

공창인

인천광역시 계양구 병방동 109-12번지 102호

조문희

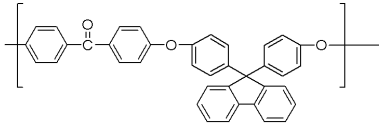
충청남도 당진군 당진읍 원당리 주공그린빌 310동
1305호

특허청구의 범위

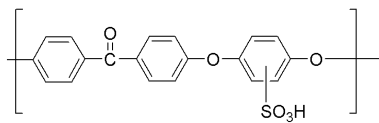
청구항 1

다공성 지지체의 표면에 하기 화학식 1 및 화학식 2의 단위를 함유하는 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)이 코팅된 역삼투막.

[화학식 1]



[화학식 2]



청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)이 0.1 ~ 3 중량% 함량으로 코팅된 역삼투막.

청구항 3

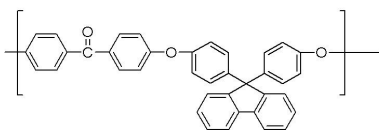
제 2항에 있어서,

상기 다공성 지지체는 폴리술폰, 폴리에테르, 폴리이미드, 폴리아마이드, 폴리프로필렌, 폴리비닐리덴 플로라이드에서 선택되는 어느 하나인 역삼투막.

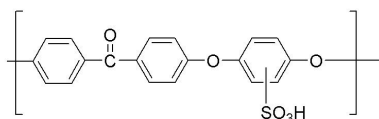
청구항 4

a) 하기 화학식 1 및 화학식 2의 단위를 함유하는 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤) 분말을 포름산용매에 용해하여 코팅용액을 제조하는 단계;

[화학식 1]



[화학식 2]



청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 b)단계 후, NaOH용액에 담가 전처리하는 단계;를 더 포함하는 역삼투막의 제조방법.

청구항 6

제 4항에 있어서,

상기 코팅용액 중 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)의 함량이 0.1 ~ 3 중량%인 역삼투막의 제조방법.

청구항 7

제 4항에 있어서,

상기 다공성 지지체는 폴리술폰, 폴리에테르, 폴리이미드, 폴리아마이드, 폴리프로필렌, 폴리비닐리덴 플로라이드에서 선택되는 어느 하나인 역삼투막의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 염수나 해수 등의 물을 염제거를 통하여 산업용수, 농업용수, 가정용수 등에 사용되는 새로운 역삼투막의 제조방법에 관한 것으로서, 특히 열안정성, 내화화성, 기계적 물성 및 내용제성을 지닌 역삼투막 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 액체내의 존재하는 여러 가지 성분들은 한외여과 또는 역삼투 등의 효과적인 많은 공정 또는 기술로 분리될 수 있다. 특히, 역삼투막은 액체-액체시스템에서 물에 대한 투과도는 높고 미생물, 콜로이드입자, 물에 녹아 있는 염 및 유기물을 투과시키지 않아 이들을 제거할 수 있고, 10Å 이내의 용질분리에 적용되는 것으로, 음료용 또는 기타의 목적에 사용될 물이 해수, 오염수 또는 염수로부터 얻어지는 경우의 탈염공정에 역삼투분리가 효과적이며, 물의 탈염은 대량의 음료수, 공업용수, 농업용수 및 가정용수를 제공하기 위하여 반드시 필요한 공정이다. 즉, 역삼투막을 통해 물을 통과시키면 정제수는 막을 통하여 통과 회수되는 반면, 오염물이나 염은 막을 통과하지 않으므로 막에 의하여 거부되고 잔류물로 회수되어 물의 탈염이 가능해진다. 그러나, 역삼투막은 매우 높은 염배제율(salt rejection coefficient)를 가져야 하며, 내염소성이 강하여야 하고, 높은 투과수량(flux) 특성을 가져야 한다. 즉, 역삼투막은 비교적 낮은 압력하에서 막을 통하여 많은 양의 물을 투과시킬 수 있어야 한다. 역삼투막이 상기의 바람직한 특성들을 갖는다면 탈염공정의 적용을 상업적으로 수행하는 것이 가능해질 것이다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

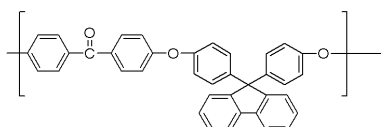
[0003] 본 발명은 열안정성, 내화화성, 기계적물성 및 내용제성이 우수한 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)을 표면에 코팅시킨 역삼투막 및 이의 제조방법을 제공하고자 하는 것이다.

[0004] 또한 본 발명은 우수한 투과율 및 염배제율을 갖는 역삼투막 및 이의 제조방법을 제공하고자 한다.

과제 해결수단

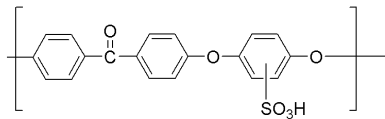
[0005] 본 발명은 다공성 지지체의 표면에 하기 화학식 1 및 화학식 2의 단위를 함유하는 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)이 코팅된 역삼투막에 관한 것이다.

[0006] [화학식 1]



[0007]

[0008] [화학식 2]



[0009]

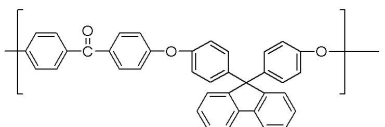
[0010] 보다 구체적으로 상기 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)은 중량평균분자량이 80,000 ~ 190,000인 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0011] 본 발명에서 상기 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)은 0.1 ~ 3 중량% 함량으로 포함되는 것이 코팅성이 유리하며, 우수한 열안정성, 내화학적, 기계적물성 및 내용제성을 가지므로 바람직하다.

[0012] 상기 다공성 지지체는 폴리스폰, 폴리에테르, 폴리이미드, 폴리아마이드, 폴리프로필렌, 폴리비닐리덴 플로라이드에서 선택되는 어느 하나를 사용할 수 있다.

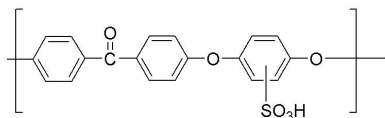
[0013] 다음으로 본 발명의 역삼투막을 제조하는 방법에 대하여 구체적으로 설명하면, a) 하기 화학식 1 및 화학식 2의 단위를 함유하는 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤) 분말을 포름산용매에 용해하여 코팅용액을 제조하는 단계;

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] [화학식 2]



[0017]

[0018] b) 상기 코팅용액을 다공성 지지체에 코팅하는 단계;

[0019] 를 포함한다.

[0020] 상기 a)단계에서 포름산용매는 85 중량%로 시판되는 것을 사용할 수 있다.

[0021] 이때 상기 코팅용액 중 상기 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)의 함량이 0.1 ~ 3 중량%인 것이 바람직하다. 0.1 중량% 미만인 경우는 그 효과가 미미하고, 0.1 ~ 3 중량% 함량으로 포함되는 것이 코팅성이 유리하며, 우수한 열안정성, 내화학적, 기계적물성 및 내용제성을 가지므로 바람직하다.

[0022] 다음으로 상기 코팅용액을 다공성 지지체상에 캐스팅 또는 침지하여 코팅하며, 이때 코팅두께는 150 ~ 170 μm 인 것이 바람직하다. 상기 코팅 후 상온에서 건조한다.

[0023] 상기 다공성 지지체는 폴리스폰, 폴리에테르, 폴리이미드, 폴리아마이드, 폴리프로필렌, 폴리비닐리덴 플로라이드에서 선택되는 어느 하나를 사용할 수 있다.

[0024] 다음으로 염분 제거 공정에 사용되기 위해서는 NaOH용액에 담가 전처리하는 단계;를 더 포함하는 것이 더욱 조밀한 표면층을 제조할 수 있으므로 바람직하다. 전처리 시 플럭스 및 염제거율이 더욱 향상될 수 있다. NaOH용액의 농도는 0.1 ~ 1N인 것이 바람직하며, 침지시간은 2 ~ 4시간인 것이 바람직하다.

효 과

[0025] 본 발명에 따른 역삼투막은 열안정성, 내화학적, 기계적 물성 및 내용제성이 우수한 역삼투막을 제공할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하는 본 발명의 구체적인 설명을 위하여 일예를 들어 설명하는 바, 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0027] 1) 플럭스 및 염배제율 측정방법
- [0028] 제조된 멤브레인을 직경 49mm의 크기로 잘라 멤브레인 셀에서 플럭스와 염분제거율을 측정하였다. 압력은 고압의 질소가스를 사용하였으며, 압력조절장치를 이용하여 대기압에서 56.2atm까지 측정하였다. 멤브레인 셀의 상부에 소금물로 채운 후 투과된 플럭스 및 염분 제거를 측정하였다. NaCl은 2000mg/L를 사용하였다.
- [0029] 정상상태에 도달한 후 일정시간 투과한 샘플을 모았으며, NaCl의 농도는 전기 전도도 미터(Model CON-11, Futech Instrument)를 사용하였다.
- [0030] [실시예 1]
- [0031] 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)분말(LG화학, sPAEK, 중량평균분자량: 150,000) 0.5 중량%를 85%의 포름산(formic acid, 삼천화학)용매에 80℃에서 30분간 용해시켰다. 이때 상기 sPAEK 분말의 함량은 하기 표 1과 같이 사용하였다.
- [0032] 상기 제조된 용액을 닥터블레이드(Model JP/YBA-3, Yoshimitsu)를 이용하여 폴리술폰 울트라필트레이션 멤브레인(웅진코웨이 사 한외 여과막)에 코팅하였다. 이때 지지체로 사용된 상기 폴리술폰 울트라필트레이션 멤브레인 은 2분간 85%의 포름산에 담가 사용하였다.
- [0033] sPAEK이 코팅된 멤브레인은 24시간 실온에서 건조하고, 염분제거 실험에 사용되기 전까지 증류수에 담가 저장하였다.
- [0034] sPAEK이 코팅된 멤브레인의 전처리 는 0.5N NaOH용액에 3시간동안 담가 처리하였다.
- [0035] 막 표면의 조직은 전자주사현미경(SEM, JSM-7000F, JEOL)으로 측정하였으며, 도 1에 나타내었다. 막 표면의 거칠기는 AFM(atomic force microscope, AUTO PROBE UP, Park Scientific Instrument)로 관찰하였으며, 도 2에 나타내었다.
- [0036] 또한, 플럭스와 염분제거율을 측정하였으며, 그 결과는 하기 표 1에 나타내었다.
- [0037] [실시예 2]
- [0038] 상기 실시예 1에서 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)분말(LG화학, sPAEK)을 1 중량%를 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 멤브레인을 제조하였다.
- [0039] 막 표면의 조직은 전자주사현미경(SEM, JSM-7000F, JEOL)으로 측정하였으며, 도 3에 나타내었다. 막 표면의 거칠기는 AFM(atomic force microscope, AUTO PROBE UP, Park Scientific Instrument)로 관찰하였으며, 도 4에 나타내었다.
- [0040] 또한, 플럭스와 염분제거율을 측정하였으며, 그 결과는 하기 표 1에 나타내었다.
- [0041] [실시예 3]
- [0042] 상기 실시예 1에서 술폰화폴리(아릴렌에테르케톤)분말(LG화학, sPAEK)을 3 중량%를 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 멤브레인을 제조하였다.
- [0043] 막 표면의 조직은 전자주사현미경(SEM, JSM-7000F, JEOL)으로 측정하였으며, 도 5에 나타내었다. 막 표면의 거칠기는 AFM(atomic force microscope, AUTO PROBE UP, Park Scientific Instrument)로 관찰하였으며, 도 6에 나타내었다.

[0044] 또한, 플럭스와 염분제거율을 측정하였으며, 그 결과는 하기 표 1에 나타내었다.

[0045] [실시예 4]

[0046] 상기 실시예 1에서 전처리 시 0.5N NaOH용액에 2시간동안 담가 처리하한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 멤브레인을 제조하였다.

[0047] [실시예 5]

[0048] 상기 실시예 1에서 전처리 시 0.5N NaOH용액에 4시간동안 담가 처리하한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 멤브레인을 제조하였다.

[0049] [표 1]

	플럭스($\text{m}^3/\text{m}^2\cdot\text{h}$)			염제거율(%)		
	28.1atm	42.1atm	56.2atm	28.1atm	42.1atm	56.2atm
실시예 1	25.8	38.7	48.1	24	10	0
실시예 2	17.7	25.8	35.5	51	21	12
실시예 3	24.2	36.8	51.6	42.5	7.5	25
실시예 4	25.2	38.1	54.2	38	16	22
실시예 5	17.7	27.4	37.4	58	56.7	49

[0050]

도면의 간단한 설명

[0051] 도 1은 실시예 1에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 전자주사현미경 사진이다.(sPAEK 함량 0.5 중량%)

[0052] 도 2는 실시예 1에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 AFM 사진이다.(sPAEK 함량 0.5 중량%)

[0053] 도 3은 실시예 2에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 전자주사현미경 사진이다.(sPAEK 함량 1 중량%)

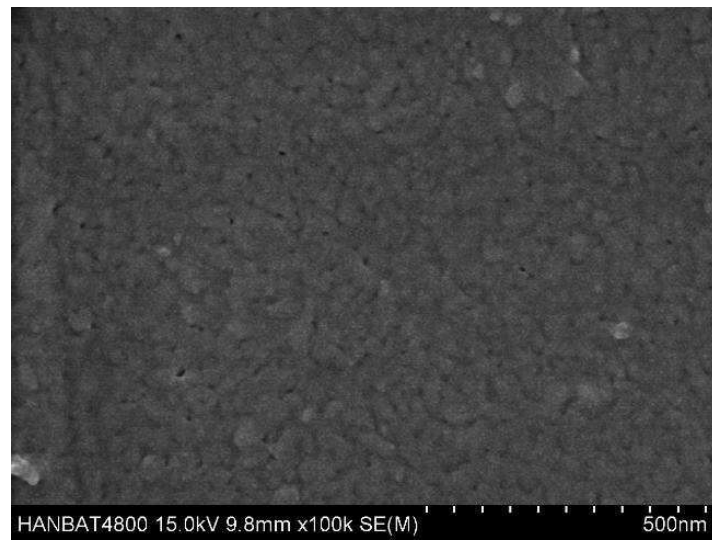
[0054] 도 4는 실시예 2에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 AFM 사진이다.(sPAEK 함량 1 중량%)

[0055] 도 5는 실시예 3에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 전자주사현미경 사진이다.(sPAEK 함량 3 중량%)

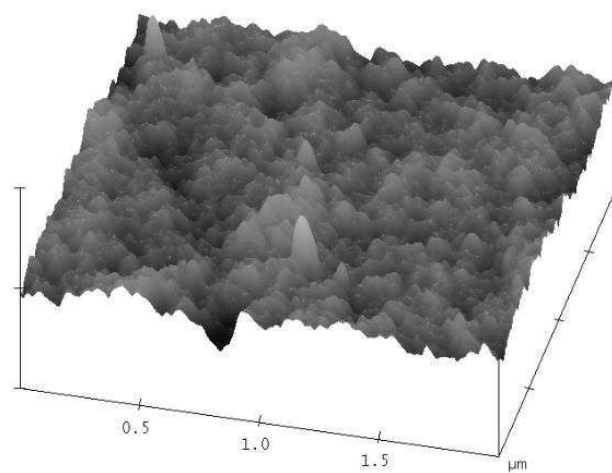
[0056] 도 6은 실시예 3에 따른 sPAEK이 코팅된 멤브레인의 AFM 사진이다.(sPAEK 함량 3 중량%)

도면

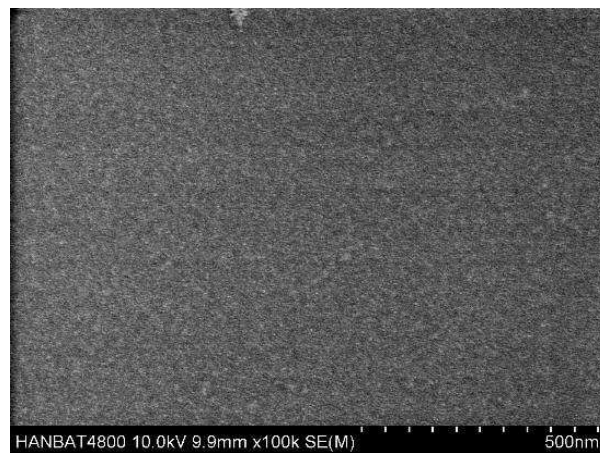
도면1



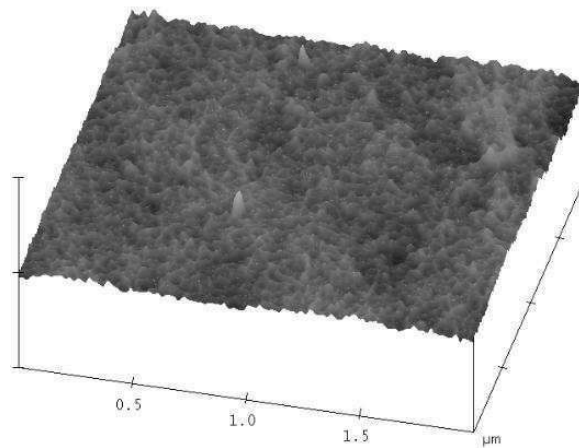
도면2



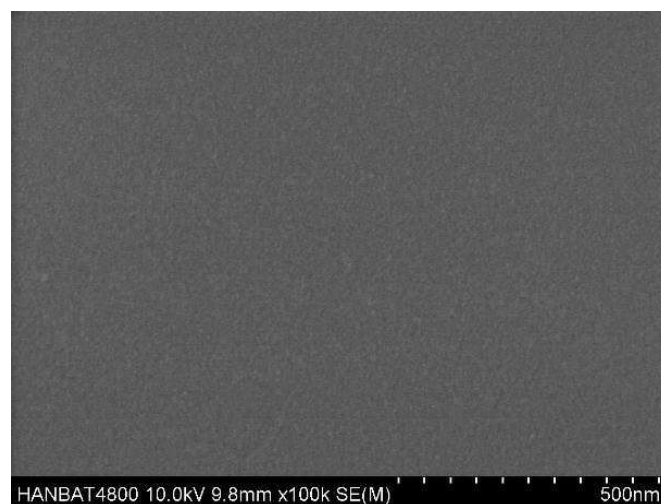
도면3



도면4



도면5



도면6

