(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0055401
(43) 공개일자 2021년05월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B09B 3/00 (2006.01) *B01J 20/16* (2006.01)
(52) CPC특허분류
B09B 3/0083 (2013.01)
B01J 20/16 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0141798
(22) 출원일자 2019년11월07일
심사청구일자 2021년04월09일

(71) 출원인
서강대학교산학협력단
서울특별시 마포구 백범로 35 (신수동, 서강대학교)
(72) 발명자
이승엽
서울시 서초구 방배중앙로21길 55, 303동 1203호
박은애
경남 거제시 수양로 146-2
서한복
서울특별시 강북구 삼양로27길 19 (삼각산동, 삼성래미안트리베라2차아파트 202동) 303호
(74) 대리인
김현진

전체 청구항 수 : 총 7 항

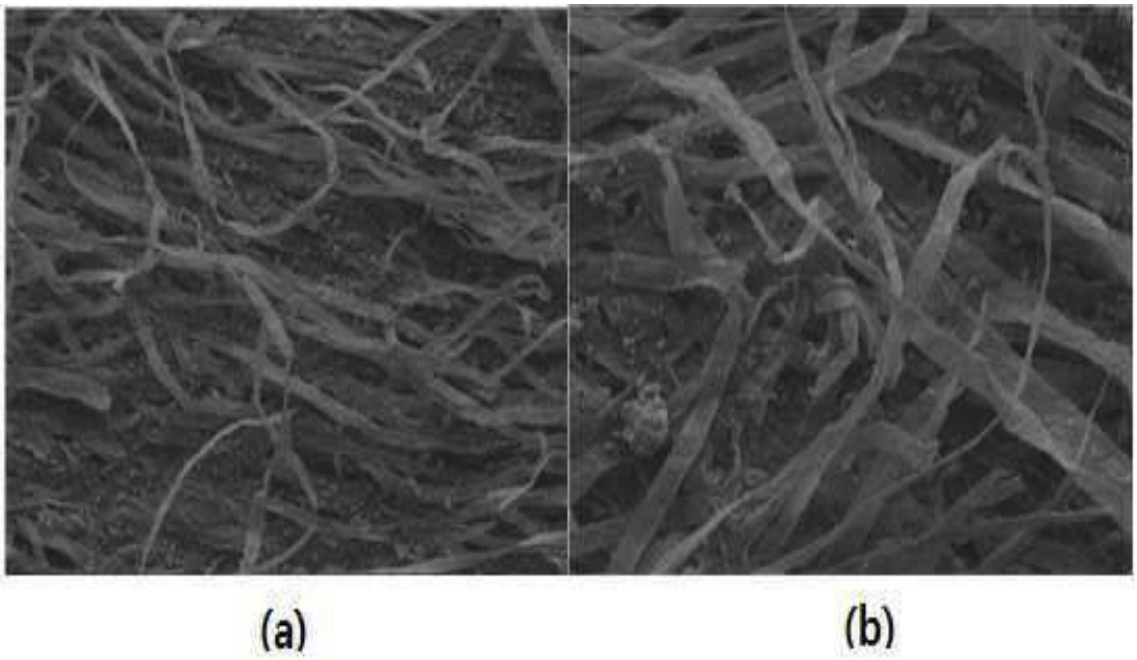
(54) 발명의 명칭 **제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법**

(57) 요 약

본 발명은 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 대한 것으로, 더욱 상세하게는 제올라이트 복합체의 제올라이트에 흡착된 방사성 원소(세슘 등)가 휘발되지 않는 온도에서 연소를 통해 제올라이트 복합체의 셀룰로오스 막의 부피를 감소시킬 수 있으며, 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 전처리하여

(뒷면에 계속)

대 표 도 - 도1



연소 과정에서 셀룰로오스 막으로부터 제올라이트가 탈착되는 것을 방지하고 발화점을 낮추어 셀룰로오스 막의 부피 감소를 더욱 촉진할 수 있고, 연소 과정에서 제올라이트 공극이 막히거나 녹지 않으며 제올라이트는 pH에 따라 흡착한 방사성 원소 탈착을 조절할 수 있으므로 제올라이트의 재사용이 가능하며, 순차적으로 친수성 처리 및 산 처리된 셀룰로오스 막을 제올라이트와 혼합한 후 염기 처리를 수행하여 제올라이트를 셀룰로오스 막에 부착시켜 간단하게 제올라이트 복합체를 형성할 수 있는 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 대한 것이다.

(52) CPC특허분류
B09B 3/0058 (2013.01)
G21F 9/12 (2013.01)
Y02W 30/20 (2020.08)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 NRF-2018M2B2A9065873
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 원자력연구기반확충사업(R&D)
연구과제명 친환경 천연 섬유-제올라이트 막을 이용한 방사성 물질 흡착 및 감용 기술
기 여 율 0.5/0.5
과제수행기관명 서강대학교 산학협력단
연구기간 2019.01.01 ~ 2019.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 NRF-2018M2A8A4083766
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 원자력기술개발사업(R&D)
연구과제명 원전 해체 작업용 방사선 차폐 소재 최적화 기술 개발
기 여 율 0.5/0.5
과제수행기관명 서강대학교 산학협력단
연구기간 2019.05.01 ~ 2019.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

제올라이트 복합체를 이용하여 방사성 폐수를 처리하는 폐수처리단계와; 방사성 폐수가 처리된 제올라이트 복합체를 건조하는 건조단계와; 건조된 제올라이트 복합체를 무기산으로 처리하는 무기산처리단계와; 상기 무기산처리단계 후 제올라이트 복합체를 연소시키는 연소단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 무기산처리단계는

건조된 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 처리하는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 연소단계는

상기 무기산처리단계 후 방사성 원소가 휘발되지 않는 온도에서 제올라이트 복합체를 연소하는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 4

제1항에 잇어서, 상기 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법은

셀룰로오스 막에 제올라이트가 부착된 제올라이트 복합체는 형성하는 복합체형성단계를 추가로 포함하는 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 복합체형성단계는

셀룰로오스 섬유의 오일 성분을 제거하여 셀룰로오스 섬유을 친수성 처리하는 친수처리단계와, 상기 친수처리단계에서 친수성 처리된 셀룰로오스 섬유를 산처리하는 산처리단계와, 상기 산처리단계에서 산처리된 셀룰로오스 섬유와 제올라이트 혼합하는 혼합단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 복합체형성단계는

상기 혼합단계에서 제올라이트와 혼합된 셀룰로오스 섬유를 염기처리하는 염기처리단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

청구항 7

제6항에 잇어서, 상기 셀룰로오스 섬유는

케이폭이 사용되는 것을 특징으로 하는 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 대한 것으로, 더욱 상세하게는 제올라이트 복합체의 제올라이트에 흡착된 방사성 원소(세슘 등)가 휘발되지 않는 온도에서 연소를 통해 제올라이트 복합체의 셀룰로오스 막의 부피를 감소시킬 수 있으며, 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 전처리하

여 연소 과정에서 셀룰로오스 막으로부터 제올라이트가 탈착되는 것을 방지하고 발화점을 낮추어 셀룰로오스 막의 부피 감소를 더욱 촉진할 수 있고, 연소 과정에서 제올라이트 공극이 막히거나 녹지 않으며 제올라이트는 pH에 따라 흡착한 방사성 원소 탈착을 조절할 수 있으므로 제올라이트의 재사용이 가능하며, 순차적으로 친수성 처리 및 산 처리된 셀룰로오스 막을 제올라이트와 혼합한 후 염기 처리를 수행하여 제올라이트를 셀룰로오스 막에 부착시켜 간단하게 제올라이트 복합체를 형성할 수 있는 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 대한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 제올라이트는 미세 다공성 알루미늄 규산염 광물로, 방사능 양이온(예컨대, Cs 등)의 흡착 능력이 뛰어난 특성을 가진다. 하지만, 제올라이트를 방사능 폐수에 넣어서 해당 이온을 흡착시켜도 회수가 어려운 문제가 있어, 방사능 양이온이 흡착된 제올라이트를 방사능 폐수에서 용이하게 회수하기 위한 기술이 널리 개발되고 있다. 상기 제올라이트를 폐수에서 회수하기 위한 대표적인 기술로써, 하기의 특허문헌들처럼 화학적 작용기들을 막과 제올라이트에 부착하여 형성된 제올라이트 막, 화학적 접착제를 사용하거나 섬유에 제올라이트를 형성한 섬유-제올라이트의 복합체 등을 이용하는 기술을 들 수 있다.

[0003] <특허문헌>

[0004] 특허 1 : 제10-0452557호(2004. 00. 19. 등록) "천연섬유와 제올라이트 분말을 이용한 부착포 및 그 제조방법"

[0005] 특허 2 : 제10-2015-0125183호(2015. 11. 09. 공개) "카폭-제올라이트 복합체의 합성방법"

[0006] 하지만, 종래의 섬유-제올라이트 복합체를 형성하는 방법이 복잡하고, 방사성 폐수를 처리한 섬유-제올라이트 복합체는 부피 저감을 위해 압착한 후 보관되지만 감소되는 부피가 제한되는 문제가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로,

[0008] 본 발명은 제올라이트 복합체의 제올라이트에 흡착된 방사성 원소(세슘 등)가 휘발되지 않는 온도에서 연소를 통해 제올라이트 복합체의 셀룰로오스 막의 부피를 효과적으로 감소시킬 수 있는 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

[0009] 또한, 본 발명은 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 전처리하여 연소 과정에서 셀룰로오스 막으로부터 제올라이트가 탈착되는 것을 방지하고 발화점을 낮추어 셀룰로오스 막의 부피 감소를 더욱 촉진할 수 있는 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

[0010] 또한, 본 발명은 연소 과정에서 제올라이트 공극이 막히거나 녹지 않으며, 제올라이트는 pH에 따라 흡착한 방사성 원소 탈착을 조절할 수 있으므로, 제올라이트의 재사용이 가능한 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

[0011] 또한, 본 발명은 순차적으로 친수성 처리 및 산 처리된 셀룰로오스 막을 제올라이트와 혼합한 후 염기 처리를 수행하여 제올라이트를 셀룰로오스 막에 부착시켜, 간단하게 제올라이트 복합체를 형성할 수 있는 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명은 앞서 본 목적을 달성하기 위해서 다음과 같은 구성을 가진 실시예에 의해서 구현된다.

[0013] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법은 제올라이트 복합체를 이용하여 방사성 폐수를 처리하는 폐수처리단계와; 방사성 폐수가 처리된 제올라이트 복합체를 건조하는 건조단계와; 건조된 제올라이트 복합체를 무기산으로 처리하는 무기산처리단계와; 상기 무기산처리단계 후 제올라이트 복합체를 연소시키는 연소단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0014] 본 발명의 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 있어서 상기 무기산처리단계는 건조된 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 처리하는 것을 특징으로 한다.

[0015] 본 발명의 또 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 있어서 상기 연소단계

는 상기 무기산처리단계 후 방사성 원소가 휘발되지 않는 온도에서 제올라이트 복합체를 연소하는 것을 특징으로 한다.

[0016] 본 발명의 또 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법은 셀룰로오스 막에 제올라이트가 부착된 제올라이트 복합체는 형성하는 복합체형성단계를 추가로 포함하는 특징으로 한다.

[0017] 본 발명의 또 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 있어서 상기 복합체형성단계는 셀룰로오스 섬유의 오일 성분을 제거하여 셀룰로오스 섬유을 친수성 처리하는 친수처리단계와, 상기 친수처리단계에서 친수성 처리된 셀룰로오스 섬유를 산처리하는 산처리단계와, 상기 산처리단계에서 산처리된 셀룰로오스 섬유와 제올라이트 혼합하는 혼합단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 본 발명의 또 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 있어서 상기 복합체형성단계는 상기 혼합단계에서 제올라이트와 혼합된 셀룰로오스 섬유를 염기처리하는 염기처리단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0019] 본 발명의 또 다른 실시예에 따르면, 본 발명에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 있어서 상기 셀룰로오스 섬유는 케이폭이 사용되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명은 앞서 본 실시예와 하기에 설명할 구성과 결합, 사용관계에 의해 다음과 같은 효과를 얻을 수 있다.

[0021] 본 발명은 제올라이트 복합체의 제올라이트에 흡착된 방사성 원소(세슘 등)가 휘발되지 않는 온도에서 연소를 통해 제올라이트 복합체의 셀룰로오스 막의 부피를 효과적으로 감소시킬 수 있는 효과가 있다.

[0022] 또한, 본 발명은 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 전처리하여 연소 과정에서 셀룰로오스 막으로부터 제올라이트가 탈착되는 것을 방지하고 발화점을 낮추어 셀룰로오스 막의 부피 감소를 더욱 촉진할 수 있는 효과가 있다.

[0023] 또한, 본 발명은 연소 과정에서 제올라이트 공극이 막히거나 녹지 않으며, 제올라이트는 pH에 따라 흡착한 방사성 원소 탈착을 조절할 수 있으므로, 제올라이트의 재사용이 가능한 효과가 있다.

[0024] 또한, 본 발명은 순차적으로 친수성 처리 및 산 처리된 셀룰로오스 막을 제올라이트와 혼합한 후 염기 처리를 수행하여 제올라이트를 셀룰로오스 막에 부착시켜, 간단하게 제올라이트 복합체를 형성할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법에 사용되는 제올라이트 복합체의 SEM 이미지.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] 이하에서는 본 발명에 따른 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법을 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명한다. 도면들 중 동일한 구성요소들은 가능한 한 어느 곳에서든지 동일한 부호들로 나타내고 있음에 유의해야 한다. 또한, 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 상세한 설명은 생략한다. 특별한 정의가 없는 한 본 명세서의 모든 용어는 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 기술자가 이해하는 당해 용어의 일반적 의미와 동일하고, 만약 본 명세서에 사용된 용어의 의미와 충돌하는 경우에는 본 명세서에 사용된 정의에 따른다.

[0028] 본 발명의 일 실시예에 따른 제올라이트 복합체를 이용한 방사능 흡착 폐기물의 감용 방법은 셀룰로오스 막에 제올라이트가 부착된 제올라이트 복합체는 형성하는 복합체형성단계와, 상기 제올라이트 복합체를 이용하여 방사성 폐수를 처리하는 폐수처리단계와, 상기 방사성 폐수가 처리된 제올라이트 복합체를 건조하는 건조단계와, 건조된 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 처리하는 무기산처리단계와, 상기 무기산처리단계 후 방사성 원소가 휘발되지 않는 온도에서 제올라이트 복합체를 연소시키는 연소단계를 등을 포함한다.

[0030] 상기 복합체형성단계는 셀룰로오스 막에 제올라이트가 부착된 제올라이트 복합체는 형성하는 단계로, 셀룰로오

스 섬유의 오일 성분을 제거하여 셀룰로오스 섬유을 친수성 처리하는 친수처리단계와, 상기 친수처리단계에서 친수성 처리된 셀룰로오스 섬유를 산처리하는 산처리단계와, 상기 산처리단계에서 산처리된 셀룰로오스 섬유와 제올라이트 혼합하는 혼합단계와, 상기 혼합단계에서 제올라이트와 혼합된 셀룰로오스 섬유를 염기처리하는 염기처리단계 등을 포함한다. 상기 셀룰로오스 섬유는 예컨데 케이폭이 사용되며, 상기 셀룰로오스 섬유는 천연섬유로 불에 태웠을 때 불순물 없이 연소되며, 상기 제올라이트는 방사능 양이온 흡착능력이 뛰어나므로, 셀룰로오스 섬유(상기 셀룰로오스 섬유는 복합체 형성 후 막의 형태를 가짐)에 제올라이트가 부착된 복합체는 방사능 폐수를 처리하기 위해 사용될 수 있으며, 폐수 처리한 복합체를 소각하여 폐기물의 양을 줄일 수 있게 된다. 따라서, 본원발명은 셀룰로오스 섬유와 제올라이트를 화학적 접착제 없이 간단한 방식으로 결합시켜, 방사능 폐수 처리시 폐기물의 양을 최소화할 수 있고 복합체의 제조 과정에서 경제성을 향상시킬 수 있다.

[0031] 상기 친수처리단계는 셀룰로오스 섬유의 오일 성분을 제거하여 셀룰로오스 섬유를 친수성 처리하는 단계로, 오일 제거용 수용액(예컨대, 아염소산나트륨($NaClO_2$), 아세트산(acetic acid) 및 증류수 등을 포함한 수용액)에 셀룰로오스 섬유를 담가 일정 시간 반응시킨 후 셀룰로오스 섬유를 증류수로 세척하여 수행되게 된다. 상기 친수처리단계를 거친 셀룰로오스 섬유는 오일 성분이 제거되어, 최종적으로 제조된 복합체가 폐수에서 효과적으로 오염물 흡착할 수 있도록 하며, 상기 산처리단계에서 산처리 효율을 높여 셀룰로오스 섬유와 제올라이트의 부착력을 더욱 향상시킬 수 있게 된다.

[0032] 상기 산처리단계는 상기 친수처리단계에서 친수성 처리된 셀룰로오스 섬유를 산처리하는 단계로, 친수성 처리된 셀룰로오스 섬유에 산성 수용액(예컨대, 염산 또는 황산 등이 포함된 수용액)을 도포하고 일정 시간 반응시킨 후 셀룰로오스 섬유를 증류수로 세척하여 수행되게 된다. 상기 셀룰로오스 섬유를 산처리함으로써, 셀룰로오스 섬유의 셀룰로오즈는 팽윤되어 글리코시드결합이 가수분해되어 성질이 변화하게 된다.

[0033] 상기 혼합단계는 상기 산처리단계에서 산처리된 셀룰로오스 섬유와 제올라이트 혼합하는 단계로, 산처리된 셀룰로오스 섬유에 제올라이트 수용액(예컨대, 제올라이트 분말이 증류수에 분산되어 형성)을 적신 후 넓게 막 형태로 펴 수행되게 된다.

[0034] 상기 염기처리단계는 상기 혼합단계에서 제올라이트와 혼합된 셀룰로오스 섬유를 염기처리하는 단계로, 제올라이트와 혼합된 셀룰로오스 섬유에 염기성 수용액(예컨대, 수산화나트륨 등이 포함된 수용액)을 도포하고 일정 시간 반응시켜 수행되게 된다. 상기 셀룰로오스 섬유를 염기처리함으로써, 산처리시 생성된 셀룰로오즈의 hydroxy group(-OH)을 원래의 에테르기(-O-)로 변환시키고, 셀룰로오스 섬유를의 중공 구조를 없애고 납작하게 하여 형태 변화가 이루어지도록 할 수 있다.

[0036] 상기 폐수처리단계는 상기 제올라이트 복합체를 이용하여 방사성 폐수를 처리하는 단계로, 예컨대 상기 제올라이트 복합체를 이용하여 방사성 폐수를 여과하는 경우 제올라이트에 방사성 원소(예컨대, Cs 등)가 흡착하게 된다.

[0038] 상기 건조단계는 상기 방사성 폐수가 처리된 제올라이트 복합체를 건조하는 단계이다.

[0040] 상기 무기산처리단계는 건조된 제올라이트 복합체를 증기 형태의 무기산으로 처리하는 단계로, 제올라이트 복합체를 무기산으로 전처리하여 연소 과정에서 셀룰로오스 막으로부터 제올라이트가 탈착되는 것을 효과적으로 방지하고, 발화점을 낮추어 셀룰로오스 막의 부피 감소를 더욱 촉진할 수 있으며, 무기산을 증기 형태로 처리하여 연소 시간을 줄일 수 있게 된다.

[0042] 상기 연소단계는 상기 무기산처리단계 후 방사성 원가 휘발되지 않는 온도에서 제올라이트 복합체를 연소시키는 단계이다. 상기 연소단계를 발사성 원소가 휘발되거나 제올라이트가 물리적 성질이 변하지 않아면서 셀룰로오스 막이 연소되어 제올라이트 복합체에 방사성 원소가 흡착된 방사능 흡착 폐기물의 양을 현저하게 줄일 수 있게 된다.

[0044] 이하, 실시예를 통해서 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다. 하지만, 이들은 본 발명을 보다 상세하게 설명

하기 위한 것일 뿐, 본 발명의 권리범위가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0046] <실시예 1> 제올라이트 복합체의 제조

[0047] 1. 증류수 1.5L, $NaClO_2$ 10g 및 acetic acid 2mL를 혼합하여 $NaClO_2$ 수용액 제조하고 상기 $NaClO_2$ 수용액의 온도가 70~80℃로 유지되도록 한 상태에서, 상기 $NaClO_2$ 수용액에 케이폭(ALEX사의 스위트 드림 케이폭 솜이 사용됨) 25g을 넣어 한 시간을 유지하고 이후 1시간 마다 $NaClO_2$ 10g 및 acetic acid 2mL를 추가로 넣어주었다. 이후, 케이폭을 처음 넣은 시점에서 5시간이 지난 후 상기 케이폭을 $NaClO_2$ 수용액에서 꺼낸 후 증류수로 1차 세척하였다.

[0048] 2. 1차 세척된 케이폭을 0.5% HCl 수용액에 담가 1시간 동안 처리하고(케이폭 0.1g 당 0.5% HCl 수용액 50mL 사용), 이후 케이폭을 증류수로 2차 세척하였다.

[0049] 3. 증류수 3mL당 0.5g의 제올라이트(Zeocorps사의 mesh 수가 325인 천연 제올라이트가 사용됨)를 혼합해 제올라이트 수용액을 제조한 후, 2차 세척된 케이폭에 제올라이트 수용액을 적신 후(케이폭과 제올라이트는 1:1의 중량비로 사용됨, 즉 케이폭 0.5g당 0.5g/3mL 제올라이트 수용액이 사용됨), 넓게 막 형태로 펴 주었다.

[0050] 4. 이후, 넓게 막 형태로 펴진 케이폭에 1% NaOH 수용액을 적셔(케이폭 0.5g당 1% NaOH 수용액 20mL가 사용되는데, 1% NaOH 수용액 4mL씩 1시간 간격으로 처리), 셀룰로오스 막에 제올라이트가 분산 부착된 제올라이트 복합체를 제조하였다.

[0052] <실시예 2 내지 6>

[0053] 1. 실시예 2

[0054] 실시에 1의 1의 과정을 실시하지 않은 것을 제외하고는, 다른 조건을 실시예 1과 동일하게 하여 제올라이트 복합체를 제조하였다(1차 세척된 케이폭 대신 아무 처리되지 않은 케이폭을 이용하여 실시예 1의 2의 과정 실시).

[0055] 2. 실시예 3

[0056] 실시예 1의 2의 과정을 실시하지 않은 것을 제외하고는 다른 조건을 실시예 1과 동일하게 하여 제올라이트 복합체를 제조하였다(2차 세척된 케이폭 대신 1차 세척된 케이폭을 이용하여 실시예 1의 3의 과정 실시).

[0057] 3. 실시예 4

[0058] 실시예 1의 4의 과정을 실시하지 않은 것을 제외하고는 다른 조건을 실시예 1과 동일하게 하여 제올라이트 복합체를 제조하였다(실시예 1의 1 내지 3의 과정만 실시).

[0059] 4. 실시예 5

[0060] 실시예 1의 1 내지 4의 과정을 1, 2, 4 및 3의 순서대로 실시한 것을 제외하고는 다른 조건을 실시예 1과 동일하게 하여 제올라이트 복합체를 제조하였다(넓게 막 형태로 펴진 케이폭 대신에 2차 세척된 케이폭을 이용하여 실시예 1의 4의 과정을 실시하고 이때 얻은 케이폭을 2차 세척된 케이폭 대신 이용하여 실시예 1의 3의 과정 실시).

[0061] 5. 실시예 6

[0062] 실시예 1의 1 내지 4의 과정을 2, 1, 3 및 4의 순서대로 실시한 것을 제외하고는 다른 조건을 실시예 1과 동일하게 하여 제올라이트 복합체를 제조하였다(1차 세척된 케이폭 대신에 미처리된 케이폭을 이용하여 실시예 1의 2의 과정을 실시하고, 이때 얻은 케이폭을 미처리된 케이폭 대신 이용하여 실시예 1의 1의 과정을 실시하고, 이때 얻은 케이폭을 2차 세척된 케이폭 대신 이용하여 실시예 1의 3의 과정 실시함).

[0064] <실험예 1> 제올라이트 복합체에서 제올라이트의 부착력 확인

[0065] 1. 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를 초음파 진동자가 설치된 수조에 담고 20분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후, 상기 복합체를 6일 동안 물에 담근 후 꺼내 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 이미지를

얻어 도 1에 나타내었다(도 1의 (a)는 200 배율의 이미지이고, 도 1의 (b)는 400 배율의 이미지임).

[0066] 2. 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체(1.18g)를 초음파 진동자가 설치된 수조에 담근 후 5분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후 상기 복합체를 수조에서 꺼내 1차 건조 중량을 측정하고, 1차 건조 중량이 측정된 상기 복합체를 다시 수조에 넣어 5분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후 상기 복합체를 수조에서 꺼내 2차 건조 중량을 측정하고, 2차 건조 중량이 측정된 상기 복합체를 다시 수조에 넣어 5분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후 상기 복합체를 수조에서 꺼내 3차 건조 중량을 측정하고, 3차 건조 중량이 측정된 상기 복합체를 다시 수조에 넣어 5분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후 상기 복합체를 수조에서 꺼내 4차 건조 중량을 측정하여, 그 결과를 표 1에 나타내었다.

표 1

[0067]

초음파 가진 횟수	1	2	3	4
가진 전 건조중량(g)	1.18	0.81	0.73	0.67
가진 후 건조중량(g)	0.81	0.73	0.67	0.63
제거량(g)	0.37	0.09	0.06	0.04

[0068] 3. 실시예 1 내지 6에서 제조된 제올라이트 복합체(1.18g) 각각을 초음파 진동자가 설치된 수조에 담근 후 5분 동안 40KHz로 초음파 진동자를 가진시킨 후 상기 복합체를 수조에서 꺼내 건조 중량을 측정하여 그 결과를 표 2에 나타내었다.

표 2

[0069]

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6
가진 전 건조중량(g)	1.18	1.18	1.18	1.18	1.18	1.18
가진 후 건조중량(g)	0.81	0.70	0.61	0.64	0.62	0.68
제거량(g)	0.37	0.48	0.57	0.54	0.56	0.50

[0070] 4. 도 1을 보면 실시예 1에 따라 제조된 제올라이트 복합체에서 케이폭에 다수의 제올라이트가 부착되어 있는 것을 확인할 수 있고, 표 1을 보면 실시예 1에 따라 제조된 제올라이트 복합체에 대해 초음파 가진을 반복할수록 케이폭에서 제거되는 제올라이트의 양이 현저하게 줄어듬을 알 수 있고, 표 2를 보면 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체가 실시예 2 내지 6에서 제조된 제올라이트 복합체에 비해 제올라이트 제거량이 작은 것을 확인할 수 있어, 소수성 처리, 산 처리, 혼합 처리, 염기 처리를 순차적으로 수행하는 경우 케이폭과 제올라이트의 부착력을 향상시킬 수 있음을 알 수 있다.

[0072] <실험예 2> 제올라이트 복합체의 연소를 통한 감용 확인

[0073] 1. 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를, TGA(TA Instrument, Q50) 및 furnace(SIC box furnace, AJ-SB3)를 이용하여, N_2 분위기에서 250℃(승온속도 5℃/min)에서 30분간 연소처리하였다.

[0074] 2. 밀폐된 2L 부피 공간에서 1%(w/v) HCl 용액 100mL을 증발시켜 증기를 형성하고 상기 HCl 증기 속에 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를 3일 동안 넣어두고 건조한 후, TGA(TA Instrument, Q50) 및 furnace(SIC box furnace, AJ-SB3)를 이용하여, N_2 분위기에서 250℃(승온속도 5℃/min)에서 30분간 연소처리하였다.

[0075] 3. 1%(w/v) NaOH 용액 100mL에 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를 3일 동안 넣어두고 건조한 후, TGA(TA Instrument, Q50) 및 furnace(SIC box furnace, AJ-SB3)를 이용하여, N_2 분위기에서 250℃(승온속도 5℃/min)에서 30분간 연소처리하였다.

[0076] 4. 250℃ 대신 300℃에서 연소시킨 것을 제외하는 다른 조건을 실험예 2의 2와 동일하게 실험하였다.

[0077] 5. 1%(w/v) HCl 용액 100mL에 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를 3일 동안 넣어두고 건조한 후, TGA(TA Instrument, Q50) 및 furnace(SIC box furnace, AJ-SB3)를 이용하여, N_2 분위기에서 300℃(승온속도 5℃/min)에서 2시간 연소처리하였다.

[0078] 6. 밀폐된 2L 부피 공간에서 1%(w/v) NaOH 용액 100mL을 증발시켜 증기를 형성하고 상기 NaOH 증기 속에 실시예 1에서 제조된 제올라이트 복합체를 3일 동안 넣어두고 건조한 후, TGA(TA Instrument, Q50) 및 furnace(SIC box furnace, AJ-SB3)를 이용하여, N_2 분위기에서 300℃(승온속도 5℃/min)에서 30분간 연소처리하였다.

[0079] 7. 실험예 2의 1 내지 6의 실험 결과를 하기 표 3에 나타내었으며, 표 3을 보면 세슘이 휘발되지 않는 온도인 300℃에서 연소시키는 경우 부피 감소율이 크고, NaOH에 비해 HCl로 처리하는 경우 부피 감소율이 크고, HCL 용액이 아니라 증기로 처리하는 경우 연소 시간을 현저히 감소시킬 수 있음을 알 수 있다.

표 3

[0080]

	연소전 건조무게(g)	연소후 건조무게(g)	부피감소율(%)	연소온도℃)	연소시간(h)
실험예 2의 1	0.59	0.52	12	250	0.5
실험예 2의 2	0.58	0.46	21	250	0.5
실험예 2의 3	0.92	0.45	50	250	0.5
실험예 2의 4	0.34	0.06	82	300	0.5
실험예 2의 5	0.34	0.06	82	300	2
실험예 2의 6	0.92	0.55	40	300	0.5

[0082] 이상에서, 출원인은 본 발명의 다양한 실시예들을 설명하였지만, 이와 같은 실시예들은 본 발명의 기술적 사상을 구현하는 일 실시예일 뿐이며, 본 발명의 기술적 사상을 구현하는 한 어떠한 변경예 또는 수정예도 본 발명의 범위에 속하는 것으로 해석되어야 한다.

도면

도면1

