



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0100805
(43) 공개일자 2010년09월15일

(51) Int. Cl.

C02F 1/28 (2006.01) *C02F 1/58* (2006.01)
C02F 1/52 (2006.01) *C08L 39/06* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7010865

(22) 출원일자(국제출원일자) 2008년10월01일
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2010년05월18일

(86) 국제출원번호 PCT/US2008/078390

(87) 국제공개번호 WO 2009/051958

국제공개일자 2009년04월23일

(30) 우선권주장

11/975,417 2007년10월19일 미국(US)

(71) 출원인

이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니

미합중국 데라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시
마아캣트 스트리트 1007

(72) 발명자

이, 규-승

미국 23113-1364 버지니아주 미들로티안 랜스다운
코트 10941

(74) 대리인

양영준, 양영환, 김영

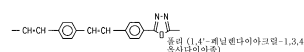
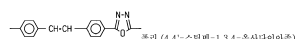
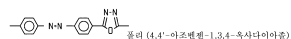
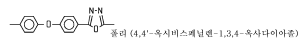
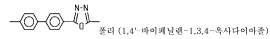
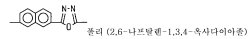
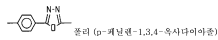
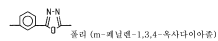
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 하이드라진 화합물을 제거하는 방법

(57) 요약

용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법이 개시되어 있다. 하이드라진 화합물을 포함하는 용액을 가교 결합된 폴리비닐피롤리돈과 접촉시킨다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 약 10,000 ppm 미만의 하이드라진 화합물을 포함하는 용액과 접촉시키는 단계를 포함하는, 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 용액으로부터 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 제거하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 여과, 원심분리, 침강 또는 이들의 임의의 조합에 의해 제거하는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 용액은 물 및 하이드라진 화합물을 포함하는 방법.

청구항 5

제3항에 있어서, 용액은 물, 하이드라진 화합물 및 중합체를 포함하는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 하이드라진 화합물은 하이드라진, 모노메틸하이드라진, 및 1,1-다이메틸하이드라진 중 하나 이상을 포함하는 방법.

청구항 7

제5항에 있어서, 중합체는 라텍스 형태인 방법.

청구항 8

제5항에 있어서, 중합체는 폴리옥사디아자졸, 폴리(m-페닐렌-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(p-페닐렌-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(2,6-나프탈렌-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(1,4'-바이페닐렌-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(4,4'-옥시비스페닐렌-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(4,4'-아조벤젠-1,3,4-옥사디아자졸), 폴리(4,4'-스틸벤-1,3,4-옥사디아자졸) 및 폴리(1,4-페닐렌다이아크릴-1,3,4-옥사디아자졸) 중 하나 이상을 포함하는 방법.

청구항 9

제3항에 있어서, 용액은 적어도 약 25℃ 내지 최대 약 120℃로 가열되는 방법.

청구항 10

제3항에 있어서, 용액은 교반되는 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 용액은 공정 흐름 내에 있는 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 공정 흐름으로부터 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 제거하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 여과, 원심분리, 침강 또는 이들의 임의의 조합에 의해 제거하는 방법.

청구항 14

제11항에 있어서, 공정 흐름을 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 포함하는 충전 층(packed bed)에 통과시킴으로써 용액이 가교결합된 폴리비닐피롤리돈과 접촉되게 하는 방법.

청구항 15

제12항에 있어서, 용액은 물 및 하이드라진을 포함하는 방법.

청구항 16

제12항에 있어서, 용액은 물, 하이드라진 및 중합체를 포함하는 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 하이드라진 화합물은 하이드라진, 모노메틸하이드라진 및 1,1-다이메틸하이드라진 중 하나 이상을 포함하는 방법.

청구항 18

제16항에 있어서, 중합체는 라텍스 형태인 방법.

청구항 19

제16항에 있어서, 중합체는 폴리옥사다이하졸, 폴리(m-페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(p-페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(2,6-나프탈렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(1,4'-바이페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-옥시비스페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-아조벤젠-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-스틸벤-1,3,4-옥사다이하졸) 및 폴리(1,4-페닐렌다이아크릴-1,3,4-옥사다이하졸) 중 하나 이상을 포함하는 방법.

청구항 20

제12항에 있어서, 용액이 적어도 약 25℃ 내지 최대 약 120℃로 가열되는 방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명의 분야는 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법을 포함한다. 본 발명의 분야는 또한 용액을 가교결합된 폴리비닐피롤리돈과 접촉시키는 것을 포함한다.

배경 기술

[0002] 하이드라진 화합물은, 반응성이고 이작용성이기 때문에 중합체 합성에 유용하다. 하이드라진 화합물은 또한 로켓 연료에, 그리고 강력한 환원제로 작용하는 다른 많은 화학적 응용에 유용하다. 하이드라진 화합물은 또한 환경에 그리고 인간 건강에 매우 유해하다. 하이드라진 화합물은 자극, 기관 및 조직 손상, 및 사망을 야기할 수 있다. 하이드라진 화합물은 또한 발암물질이다.

[0003] 특정 중합체, 예컨대 폴리옥사다이하졸의 제조 및 가공 중에, 하이드라진 화합물은 공급 용액, 세척 용액, 폐기물 용액, 생성물 용액, 및 부산물 용액과 같은 용액 중에 존재할 수 있다. 이들 용액은 회분식으로 또는 공정 흐름 내에서 연속적으로 생성될 수 있다. 하이드라진 화합물의 공지된 유해성으로 인해, 이들 용액으로부터 하이드라진을 제거하는 것이 요망될 수 있다.

[0004] 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 공지된 방법은 하이드라진 화합물을 불활성으로 만들기 위해 차아염소산염 또는 오존과 같은 추가 물질을 첨가하는 것에 의존할 수 있다. 그러나, 이러한 추가 물질은 또한 용액 내에서 필요하지 않을 수 있거나 또는 반응성일 수 있다. 예를 들어, 이들 추가 물질은 원하지 않는 반응을 야기할 수 있거나 또는 원하는 중합체 생성물에 해를 끼칠 수 있다. 하이드라진 화합물을 분해하는 다른 방법은 원하지 않는 질소 가스를 생성할 수 있다.

[0005] 따라서, 용액 중에 임의의 새로운 화합물을 용해시키거나 용액 중에 추가의 화학적 반응을 야기하지 않으면서,

용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거할 필요가 있게 된다.

발명의 내용

- [0006] 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법이 본 명세서에 기재되어 있다. 폴리비닐피롤리돈 ("PVP")은 다양한 산업적 용도를 갖는 수용성 중합체이다. PVP는, 인간 소비에 안전하고 공지된 독성학적 효과도 없기 때문에, 제약 및 식품 음료 산업에 특히 유용하다. 가교결합된 PVP ("PVPP")는 중합체 사슬이 화학 결합에 의해 상호 연결되어 있는 PVP의 형태이다.
- [0007] PVPP의 일 태양은 그것이 고체로 남아서 물에 재용해되지 않는다는 것이다. 예를 들어, 음료 산업에서, PVPP는 원하지 않는 불순물의 응집(coagulation)을 촉진시키기 위해 용액에 첨가될 수 있다. 이어서, PVPP 및 불순물을 포함하는 고체 물질은 여과와 같은 방법에 의해 액상으로부터 제거될 수 있다. PVPP는 공정 전반에 걸쳐 고체로 남아 있기 때문에, 어떠한 새로운 화학물질도 용액 내로 도입되지 않는다.
- [0008] 따라서, 본 발명의 일 태양은 약 10,000 ppm 미만의 하이드라진 화합물을 포함하는 용액을 PVPP와 접촉시키는 방법을 제공한다. 그 결과, 용액 중 하이드라진 화합물의 농도는 감소한다. PVPP는 용액 중에서 불용성이고, 따라서 어떠한 새로운 물질도 용액에 용해되지 않는다.
- [0009] 본 발명의 추가 태양은, 예를 들어 여과, 원심분리 또는 침강에 의해 PVPP를 용액으로부터 제거하는 방법을 제공한다. 그 결과, 이어서 원래의 용액에는 PVPP가 없고, 하이드라진 화합물은 PVPP와 함께 운반 제거된다.
- [0010] 본 발명은 물 및 하이드라진 화합물뿐만 아니라 원하는 중합체 화합물을 함유하는 용액에 효과적이다. PVPP는 불활성이기 때문에, 하이드라진 화합물은 원하는 중합체 화합물을 변경시키지 않고도 본 발명의 방법에 의해 제거된다.
- [0011] 본 발명은 추가 태양은 PVPP를 사용하여 공정 흐름 내에 있는 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법을 제공한다. 이와 관련하여, 용액으로부터의 PVPP의 분리는 용액을 함유하는 공정 흐름을 PVPP를 함유하는 충전층(packed bed)을 통과하게 함으로써 또한 수행될 수 있다. 따라서, 본 발명의 방법은 회분식, 반회분식 또는 연속식으로 사용될 수 있다.
- [0012] 일반적인 설명 및 하기의 상세한 설명은 단지 예시적이고 설명적인 것으로, 첨부된 특허청구범위에 기재된 바와 같은 본 발명을 제한하는 것이 아니다. 본 발명의 다른 태양은 본 명세서에 규정된 바와 같은 발명의 상세한 설명을 고려하면 당업자에게 자명할 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0013] 하기의 상세한 설명뿐만 아니라 개요는 첨부된 도면과 함께 읽혀질 때 더 이해된다. 본 발명을 설명하기 위해, 발명의 예시적인 실시 형태를 도면에 도시하였지만, 개시된 특정 방법, 조성물, 및 장치로 본 발명이 제한되지 않는다. 또한, 도면은 반드시 축적에 따라 도시된 것은 아니다. 도면에서:

<도 1>

도 1은 본 발명의 용액 중에 존재할 수 있는 다수의 중합체를 도시하고 있다.

<도 2>

도 2는 PVPP의 첨가 후 50℃에서 시간 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다.

<도 3>

도 3은 50℃ 및 80℃ 둘 모두에서 PVPP의 첨가시 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다.

<도 4>

도 4는 용액 중 하이드라진의 농도를 검출하기 위해 사용된, 트라이니트로벤젠 설펜산과 하이드라진 사이의 헥사니트로벤젠 형성 반응을 도시하고 있다.

<도 5>

도 5는 PVPP의 첨가 후 80℃에서 시간 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 본 발명은, 본 명세서의 일부를 형성하는 첨부 도면 및 실시예와 함께 하기의 상세한 설명을 참조함으로써 더 용이하게 이해될 것이다. 본 발명은 본 명세서에 기술되고/되거나 도시된 특정 장치, 방법, 응용, 조건 또는 파라미터에 한정되지 않으며, 본 명세서에서 사용되는 용어는 단지 예로서 특정 실시 형태를 설명하기 위한 것이고 청구된 발명을 한정하고자 하는 것은 아님을 이해하여야 한다. 또한, 첨부된 특허청구범위를 포함하는 명세서에서 사용될 때, 문맥에서 명백히 달리 기술되지 않는다면, 단수형은 복수형을 포함하며, 특정 수치 값에 대한 언급은 적어도 그 특정 값을 포함한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "복수"는 하나보다 많은 것을 의미한다. 수치의 범위로 표현되어 있을 때, 또 다른 실시 형태는 하나의 특정 값으로부터 및/또는 다른 특정 값까지를 포함한다. 이와 유사하게, 앞에 "약"을 사용하여 값을 근사치로 표현할 때, 특정 값이 다른 실시 형태를 형성한다는 것이 이해될 것이다. 모든 범위는 포괄적이고 조합가능하다.
- [0015] 명확히 하기 위해 본 명세서에서 별개의 실시 형태의 맥락에서 기재된 본 발명의 소정의 특징은 또한 단일 실시 형태 내에 조합되어 제공될 수 있음을 알아야 한다. 역으로, 간결히 하기 위해 단일 실시 형태의 맥락으로 기재된 본 발명의 다양한 특징은 개별적으로 또는 임의의 하위 조합 형태로 또한 제공될 수 있다. 또한, 범위로 기재된 값에 대한 언급은 그 범위 내의 각각의 모든 값을 포함한다.
- [0016] 용액으로부터 하이드라진 화합물을 제거하는 방법이 제공된다. 이러한 제거는 PVPP를 약 10,000 ppm 미만의 한 가지 이상의 하이드라진 화합물을 함유하는 용액과 접촉시킴으로써 수행될 수 있다. PVPP가 물에 노출되었을 때 고체로 남아 있기 때문에, 본 발명에서 PVPP는 PVP보다 바람직하다. 이러한 특성은 가교결합 과정의 결과이다.
- [0017] 가교결합은 중합화 동안 다수의 가교결합제 분자를 PVP에 첨가함으로써 달성될 수 있다. 가교결합제 분자는 일반적으로 각각 적어도 2개의 반응성기를 갖는다. 효과적인 가교결합제 분자의 한 부류는 다작용성 아크릴레이트 분자이다. 아크릴레이트 가교결합제의 여러 하위 부류는 헥사다이올다이아크릴레이트 또는 헥사다이올다이메타크릴레이트와 같은 이작용성 아크릴레이트, 트라이메탄올프로판 트리아크릴레이트와 같은 삼작용성 아크릴레이트, 사작용성 아크릴레이트, 및 오작용성 아크릴레이트이다. 가교결합제 분자의 추가 부류는 이작용성 비닐 에테르 화합물이다. 가교결합제 분자의 또 다른 부류는 이작용성 메르캅탄 화합물이다. 가교결합제 분자의 또 다른 부류는 이작용성 아크릴아미드 분자이다.
- [0018] 일단 PVPP가 용액과 접촉하면, 용액 중 유리(free) 하이드라진 화합물의 양이 감소된다. 이어서, PVPP는 용액으로부터 제거되어, 실질적으로 PVPP를 함유하지 않고 감소된 양의 용해된 하이드라진 화합물을 갖는 용액을 남길 수 있다.
- [0019] 이들 방법의 용액과 같은 용액으로부터 PVPP와 같은 고체의 제거는 수많은 방식으로 수행될 수 있다. PVPP는, 예를 들어 여과, 원심분리, 침강 또는 이들의 임의의 조합에 의해 제거될 수 있다.
- [0020] 이들 방법의 용액은 하이드라진 화합물 외에 다양한 화합물을 함유할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 방법은 물 중 하이드라진 용액에 적용될 때 효과적이다. 본 발명의 방법은 또한 물 중 중합체 및 하이드라진 화합물의 용액에 적용될 때 효과적이다. 본 발명의 방법은 또한 물 중 중합체, 단량체 및 하이드라진 화합물의 용액에 적용될 때 효과적이다. 본 발명의 일부 실시 형태에서, 용액 중 중합체는 라텍스 형태이다.
- [0021] 본 발명의 일부 실시 형태에서, 하이드라진 화합물은 하이드라진 (N_2H_4), 또는 하이드라진 설페이트와 같은 하이드라진 염이다. 다른 실시 형태에서, 하이드라진 화합물은 모노메틸하이드라진, 또는 1,1-다이메틸하이드라진이다. 또 다른 실시 형태에서, 하이드라진 화합물은 적어도 하나의 하이드라진기를 갖는 임의의 화합물이다.
- [0022] 본 발명의 일부 실시 형태에서, 하이드라진 화합물을 함유하는 용액은 또한 중합체 화합물을 함유할 수 있다. 이는 중합체의 제조 또는 가공 동안에 발생할 수 있다. 이러한 상황에서, 본 발명의 방법은 중합체에 해를 끼치거나 또는 용액을 달리 손상시키지 않으면서도 하이드라진 화합물을 제거할 수 있다. 용액 중에 존재할 수 있는 중합체의 일부 예시적인 예는 폴리옥사다이아졸, 폴리(m-페닐렌-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(p-페닐렌-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(2,6-나프탈렌-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(1,4'-바이페닐렌-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(4,4'-옥시비스페닐렌-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(4,4'-아조벤젠-1,3,4-옥사다이아졸), 폴리(4,4'-스틸렌-1,3,4-옥사다이아졸) 및 폴리(1,4-페닐렌다이아크릴-1,3,4-옥사다이아졸)이다. 도 1은 본 발명의 용액 중에 존재할 수 있는 다수의 중합체를 도시하고 있다.
- [0023] 본 발명의 추가 방법은 하이드라진 화합물을 제거하는 공정 전에, 도중에, 또는 그 후에 용액의 온도를 변경시키는 것을 포함한다. 이것의 일 예는 용액을 적어도 약 25℃ 내지 최대 약 120℃로 가열하는 것이다. 이러한 넓은 범위 내에 드는 다양한 온도 범위는 용액, 하이드라진 화합물, 중합체, 및 다른 영향력 있는 조건에 따라

서 특정 이점을 제공할 수 있다.

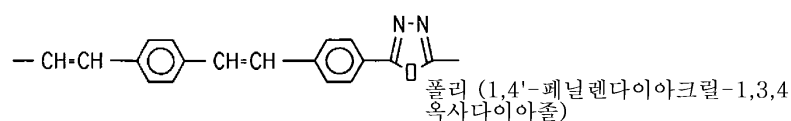
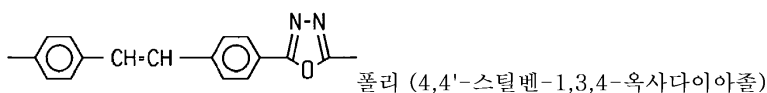
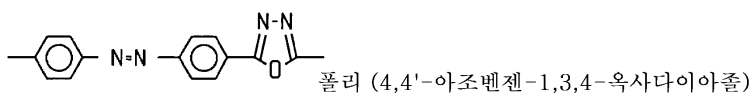
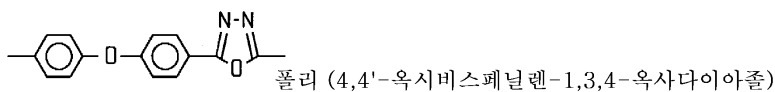
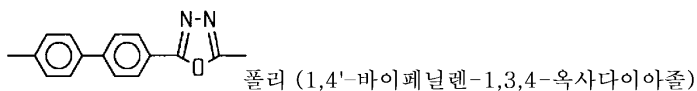
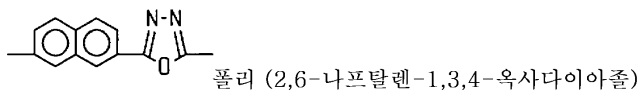
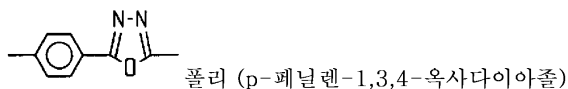
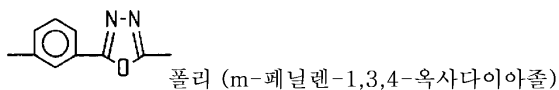
- [0024] 본 발명의 또 다른 방법은 하이드라진 화합물을 제거하는 공정 전에, 도중에, 또는 그 후에 용액을 교반하는 것이다.
- [0025] 이들 방법의 용액은 또한 공정 흐름 내에 존재할 수 있다. 적합한 공정 흐름은 단량체, 중합체, 또는 기타 관심 화합물을 제조하는 것과 같은 연속 공정의 일부일 수 있다. 공정 흐름은 또한 회분식 또는 반회분식 공정 중 하나 이상의 부분 동안에 단지 일시적으로만 존재할 수 있다. 용액에 대해 실시될 수 있는 본 발명의 방법은 일반적으로 공정 흐름 내 용액에 대해 또한 실시될 수 있다.
- [0026] 예를 들어, 용액으로부터 PVPP를 제거하는 것을 포함하는 본 발명의 방법에서, 이러한 제거는 용액이 공정 흐름 내에 있는 경우에 달성될 수 있다. 제거는 여과, 침강, 또는 이들의 임의의 조합에 의해 달성될 수 있다. 더욱이, 이 제거는 공정 흐름을 PVPP를 포함하는 충전 층을 통과시킴으로써 또한 달성될 수 있다.
- [0027] 용액이 공정 흐름 내에 있는 실시 형태에서, 용액은 또한 하이드라진 화합물 외의 다양한 화합물을 포함할 수 있다. 이는 물 중 하이드라진 용액, 물 중 중합체 및 하이드라진 화합물의 용액, 및 물 중 중합체, 단량체 및 하이드라진 화합물의 용액과 같은 상기에 언급된 모든 예를 포함한다. 이는 또한 용액 중 중합체가 라텍스 형태인 실시 형태를 포함한다.
- [0028] 공정 흐름 내 용액은 하이드라진, 하이드라진 염, 모노메틸하이드라진, 또는 1,1-다이메틸하이드라진, 또는 적어도 하나의 하이드라진 기를 갖는 임의의 화합물과 같은 전술한 임의의 하이드라진 화합물을 함유할 수 있다.
- [0029] 중합체를 함유하는 공정 흐름 내 용액은 폴리옥사다이하졸, 폴리(m-페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(p-페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(2,6-나프탈렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(1,4'-바이페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-옥시비스페닐렌-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-아조벤젠-1,3,4-옥사다이하졸), 폴리(4,4'-스틸렌-1,3,4-옥사다이하졸) 및 폴리(1,4-페닐렌다이아크릴-1,3,4-옥사다이하졸)과 같은 이미 언급한 임의의 중합체를 함유할 수 있다.
- [0030] 용액에 있어 일반적인 것과 같이, 용액을 포함하는 공정 흐름도 또한 가열될 수 있다. 따라서, 본 발명의 추가 방법은 하이드라진 화합물을 제거하는 공정 전에, 도중에, 또는 그 후에 공정 흐름 내의 용액의 온도를 변경시키는 것을 포함한다. 이것의 일 예는 공정 흐름을 적어도 약 25℃ 내지 최대 약 120℃로 가열하는 것이다. 이러한 넓은 범위 내에 드는 다양한 온도 범위는 용액, 하이드라진 화합물, 중합체, 및 다른 영향력 있는 조건에 따라서 특정 이점을 제공할 수 있다.
- [0031] 본 발명의 또 다른 방법은 하이드라진 화합물을 제거하는 공정 전에, 도중에 또는 그 후에 공정 흐름 내 용액을 교반하는 것이다.
- [0032] [실시에 및 다른 예시적인 실시 형태]
- [0033] 일 실시예에서, 50℃에서 용액 중 하이드라진 농도가 5 ppm에서 0.2 ppm으로 감소되는 것이 입증되었다. 0.0203 g의 고체 하이드라진 설페이트를 1000 g의 탈이온수에 첨가함으로써 하이드라진 설페이트의 5 ppm 원액을 제조하였다. 하이드라진 설페이트를 완전히 용해될 때까지 혼합하였다. 이러한 5 ppm 원액에, 2 g의 폴리클라르(등록상표) 슈퍼 R (POLYCLAR® Super R)을 50℃에서 첨가 및 혼합하였다. 폴리클라르 슈퍼 R은 미국 07470 뉴저지주 웨인 알프스 로드 1361 소재의 아이에스피 베버리지(ISP (International Speciality Products) Beverage)에 의해 시판되는 일 형태의 PVPP의 상표명이다. 특정 시점에서, 이와 같이 처리된 용액으로부터 용액의 분취물을 취하고 이를 여과시켜 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 제거하였다. 이어서, 이 용액을 하이드라진 함량에 대해 분석하였다. 하이드라진 분석은 문헌[T.A. LaRue of the National Research Council of Canada, Prairie Regional Laboratory, Saskatoon, Saskatchewan, Canada]에 교시되어 있는 비색 분석 절차를 사용하여 수행하였다. 이러한 분석을 위한 화학이론, 시약 및 절차는 논문["Selective spot test for hydrazine" Talanta, 1967, Vol. 14, pp. 1344 to 1346, Pergamon Press Ltd.]에 약술되어 있다. 이 논문은 또한 N.R.C. No. 9756으로 발행되어 있다. 이러한 분석 시험을 위한 검출 한계는 0.25 ppm이다.
- [0034] 도 2는 PVPP의 첨가 후 50℃에서 시간 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다. 도 3은 또한 PVPP의 첨가 후 50℃에서 시간의 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다. 도 4는 용액 중 하이드라진의 농도를 검출하기 위해 사용된, 트라이니트로벤젠 설펜산과 하이드라진 사이의 핵사니트로벤젠 형성 반응을 도시하고 있다.

[0035] 제2 실시예에서, 80℃에서 용액 중 하이드라진 농도가 5 ppm에서 검출가능 한계 미만으로 감소되는 것이 입증되었다. 0.0203 g의 고체 하이드라진 설페이트를 1000 g의 탈이온수에 첨가함으로써 하이드라진 설페이트의 5 ppm 원액을 제조하였다. 하이드라진 설페이트를 완전히 용해될 때까지 혼합하였다. 이러한 5 ppm 원액에, 2 g의 폴리클라르(등록상표) 슈퍼 R을 80℃에서 첨가 및 혼합하였다. 폴리클라르 슈퍼 R은 미국 07470 뉴저지주 웨인 알프스 로드 1361 소재의 아이에스피 베버리지에 의해 시판되는 일 형태의 PVPP의 상표명이다. 특정 시점에서, 이와 같이 처리된 용액으로부터 용액의 분취물을 취하고 이를 여과시켜 가교결합된 폴리비닐피롤리돈을 제거하였다. 이어서, 이 용액을 하이드라진 함량에 대해 분석하였다. 하이드라진 분석은 문헌[T.A. LaRue of the National Research Council of Canada, Prairie Regional Laboratory, Saskatoon, Saskatchewan, Canada]에 교시되어 있는 비색 분석 절차를 사용하여 수행하였다. 이러한 분석을 위한 화학이론, 시약 및 절차는 논문["Selective spot test for hydrazine" Talanta, 1967, Vol. 14, pp. 1344 to 1346, Pergamon Press Ltd.]에 약술되어 있다. 이 논문은 또한 N.R.C. No. 9756으로 발행되어 있다. 이러한 분석 시험을 위한 검출 한계는 0.25 ppm이다.

[0036] 도 5는 PVPP의 첨가 후 80℃에서 시간 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다. 도 3은 또한 PVPP의 첨가 후 80℃에서 시간의 경과에 따른 용액 중 하이드라진 농도의 감소를 나타내고 있다.

도면

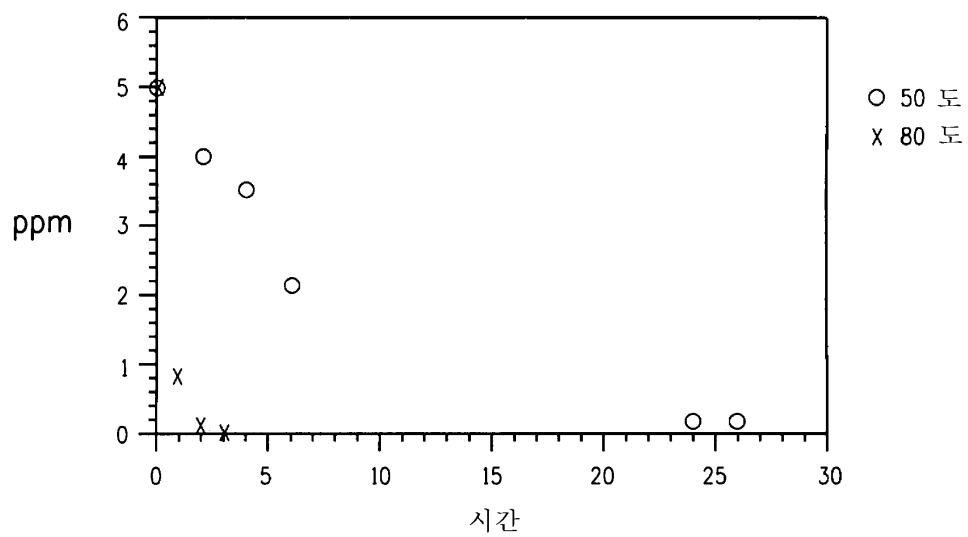
도면1



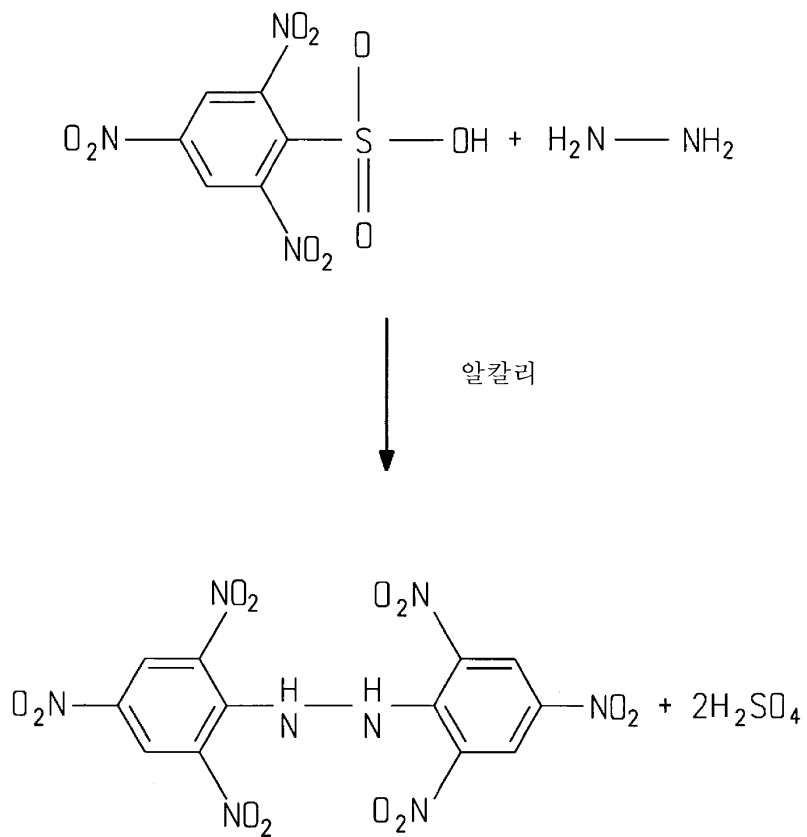
도면2

50°C에서의 시간 (시간)	하이드라진 농도 (ppm)	(% 감소)
0	5	0
2	4	20
4	3.5	30
6	2.1	58
24	0.2	96
26	0.2	96

도면3



도면4



도면5

80°C에서의 시간 (시간)	하이드라진 농도 (ppm)	(% 감소)
0	5	0
1	0.8	84
2	0.1	98
3	0	100