(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0077886
(43) 공개일자 2018년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01D 71/28 (2006.01) *B01D 61/36* (2006.01)
B01D 63/02 (2006.01) *B01D 63/08* (2006.01)
B01D 63/10 (2006.01) *B01D 67/00* (2006.01)
B01D 69/06 (2006.01) *B01D 69/08* (2006.01)
B01D 69/10 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01D 71/28 (2013.01)
B01D 61/362 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0182712
(22) 출원일자 2016년12월29일
심사청구일자 2016년12월29일

(71) 출원인
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
남상용
경상남도 사천시 사남면 월성1길 89, 101동 1302호 (엘아이지 사천리가)
우승문
경상남도 창원시 마산회원구 석전서6길 138, 103호 (회성동, 덕천빌라맨션)
(74) 대리인
특허법인충현

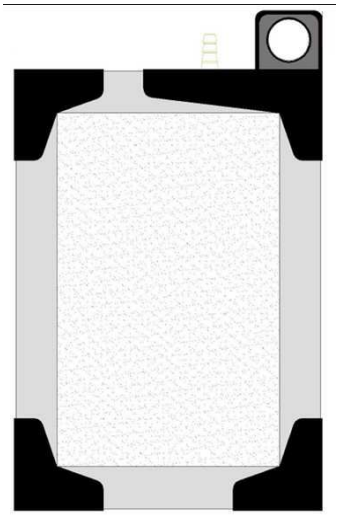
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **투과증발용 침지형 모듈 및 이를 포함하는 탈수 및 농축 시스템**

(57) 요 약

본 발명은 투과증발용 침지형 모듈 및 이를 포함하는 탈수 및 농축 시스템에 관한 것으로, 보다 상세하게는 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈을 제조하고, 이를 이용하여 피드 펌프와 모듈이 차지하는 공간을 절약함으로써, 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 제공하는 탈수 및 농축 시스템으로 응용할 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B01D 63/02 (2013.01)
B01D 63/08 (2013.01)
B01D 63/10 (2013.01)
B01D 67/0002 (2013.01)
B01D 69/06 (2013.01)
B01D 69/08 (2013.01)
B01D 69/10 (2013.01)
B01D 2315/06 (2013.01)
B01D 2325/20 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2016-E-0047-010109
부처명 교육부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 산학협력 선도대학(LINC) 육성사업
연구과제명 유기용매 회수용 투과증발 멤브레인 및 시스템 개발
기 여 율 1/1
주관기관 경상대학교 LINC사업단
연구기간 2016.06.01 ~ 2016.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 투과증발용 침지형 모듈은

폴리아크릴로니트릴 지지체; 및

상기 지지체 상에 코팅된 폴리비닐알코올 분리막;을 포함하는 것을 특징으로 하는 투과증발용 침지형 모듈.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 폴리비닐알코올 분리막은 상기 폴리비닐알코올이 글루타르알데히드에 의해 가교된 분리막인 것을 특징으로 하는 투과증발용 침지형 모듈.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 폴리비닐알코올의 검화도는 80 내지 100%인 것을 특징으로 하는 투과증발용 침지형 모듈.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 투과증발용 침지형 모듈은 이소프로판올 탈수 및 농축용인 것을 특징으로 하는 투과증발용 침지형 모듈.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 투과증발용 침지형 모듈을 포함하는 탈수 및 농축 시스템.

청구항 7

유기물-물 혼합용액에 투과증발용 침지형 모듈을 침지하는 단계; 및

물이 풍부한 투과 스트림을 제거하는 단계;를 포함하는 유기물 탈수 및 농축 방법.

청구항 8

제8항에 있어서,

상기 유기물은 이소프로판올인 것을 특징으로 하는 유기물 탈수 및 농축 방법.

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 유기물-물 혼합용액의 온도는 20 내지 50 ℃인 것을 특징으로 하는 유기물 탈수 및 농축 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 투과증발용 침지형 모듈 및 이를 포함하는 탈수 및 농축 시스템에 관한 것으로, 보다 상세하게는 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈을 제조하고, 이를 이용하여 피드 펌프와 모듈이 차지하는 공간을 절약함으로써, 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 제공하는 탈수 및 농축 시스템으로 응용하는 기술에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 최근 산업의 고도화 및 다변화로 인한 고순도, 고품위의 제품이 요구됨에 따라 분리막 공정은 대단히 중요한 공정으로 인식되고 있어 화학공업, 식품공업 등의 공업분야 뿐만 아니라 의료 및 환경 분야에 이르기까지 중요한 연구과제가 되고 있다. 특히 분리막을 이용한 분리 공정은 상변화가 없고 에너지 소모가 적은 장점 때문에 해수 담수화를 비롯한 수처리 분야에서 상업화된 이후, 분리막 소재의 개발에 의해 화학공업의 분리, 정제 등의 기체 분리 및 인공신장에 의한 혈액투석에 이르기까지 광범위하게 응용되고 있다.

[0003] 한편, 메탄올(MeOH), 에탄올(EtOH) 및 이소프로판올(IPA) 등의 알코올류는 화학 공업용 세정제, 용제 및 합성 원료로서 다량으로 사용되고 있다. 특히 반도체 공정에서는 세정 및 건조 등의 공정에 다량의 IPA가 사용되고 있다.

[0004] 반도체 칩이나 리드프레임을 세척하는 공정에서 물 세척을 이용할 경우 반도체 소자 표면에 수분이 남게 되면 다음 공정수행이 어렵거나 제품의 불량을 생성하게 된다. 이에 따라 건조공정은 수분 자국이 완벽하게 없어져야 하기 때문에 고순도의 IPA를 세척제로 사용하고 있다. 많은 양의 IPA가 반도체 공정에 사용되며, 연간 1,000 톤 이상의 폐 IPA-water 혼합물이 발생한다. 이러한 폐알코올 정제 방법으로서 증류법이 알려져 있으나, 증류법만을 사용하여 알코올을 높은 순도로 정제하고자 한다면, 대규모의 증류 장비와 비용과 면적이 필요로 하기 때문에 경제적인 면에서 바람직하지 않다.

[0005] 또한, 막을 통한 부분 증발에 의하여 액체 혼합물을 분리하는 투과증발(pervaporation) 공정을 통하여 알코올을 높은 순도로 정제하는 방법이 적용되고 있으나, 현재 투과증발 공정에서 사용되고 있는 투과증발 시스템 또한 장치가 비대하여 높은 운전비용이 들고, 큰 설치공간이 필요하기 때문에 이를 해결하기 위한 대책이 시급한 실정이다.

[0006] 따라서, 본 발명자는 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈을 제조할 수 있으면, 피드 펌프와 모듈이 차지하는 공간을 절약함으로써, 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 제공하는 탈수 및 농축 시스템으로 응용할 수 있음에 착안하여 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 특허문헌 1. 한국 등록특허 공보 제10-1487107호

(특허문헌 0002) 특허문헌 2. 한국 공개특허 공보 제10-2015-0020594호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 고려하여 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈 및 이를 포함하는 탈수 및 농축 시스템을 제공하고자 하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 바와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈을 제공한다.

[0010] 상기 투과증발용 침지형 모듈은 폴리아크릴로니트릴 지지체; 및 상기 지지체 상에 코팅된 폴리비닐알코올 분리막;을 포함할 수 있다.

[0011] 상기 폴리비닐알코올 분리막은 상기 폴리비닐알코올이 글루타르알데히드에 의해 가교된 분리막일 수 있다.

[0012] 상기 폴리비닐알코올의 검화도는 80 내지 100%일 수 있다.

[0013] 상기 투과증발용 침지형 모듈은 이소프로판올 탈수 및 농축용일 수 있다.

[0014] 또한 본 발명은, 본 발명에 따른 투과증발용 침지형 모듈을 포함하는 탈수 및 농축 시스템을 제공한다.

[0015] 또한 본 발명은, 유기물-물 혼합용액에 투과증발용 침지형 모듈을 침지하는 단계; 및 물이 풍부한 투과 스트림을 제거하는 단계;를 포함하는 유기물 탈수 및 농축 방법을 제공한다.

[0016] 상기 유기물은 이소프로판올일 수 있다.

[0017] 상기 유기물-물 혼합용액의 온도는 20 내지 50 ℃일 수 있다.

발명의 효과

[0018] 본 발명에 따르면, 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈을 제조하고, 이를 이용하여 피드 펌프와 모듈이 차지하는 공간을 절약함으로써, 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 갖는 탈수 및 농축 시스템을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 본 발명의 실시예 1로부터 제작된 투과증발용 침지형 모듈을 개략적으로 도시한 구성도이다.

도 2는 본 발명의 실시예 2로부터 제작된 탈수 및 농축 시스템을 개략적으로 도시한 구성도이다.

도 3은 본 발명의 실시예 2에 따른 탈수 및 농축 시스템의 시간에 따른 피드(feed)의 이소프로판올(IPA) 농축 결과를 나타낸 그래프이다[초기 feed 조성: IPA/물(90/10 중량%)].

도 4는 본 발명의 실시예 2에 따른 탈수 및 농축 시스템의 시간에 따른 피드탱크의 물 함량을 나타낸 그래프이다[초기 feed 조성: IPA/물(90/10 중량%)].

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 이하에서, 본 발명의 여러 측면 및 다양한 구현예에 대해 더욱 구체적으로 설명한다.

[0021] 본 발명은 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 침지되는 투과증발용 침지형 모듈에 관한 것이다. 모듈은 실제 투과증발 공정에 적용하기 위하여 만든 틀로써, 평막형, 나권형 및 중공사막형 중 선택된 어느 하나의 형태일 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0022] 종래의 침지형이 아닌 투과증발용 모듈을 사용하는 투과증발 시스템은 원료탱크에서 투과증발이 일어나는 막 모듈까지 원료를 이송하는 펌프 및 라인을 갖추어야 하며, 막 모듈을 구비할 수 있는 공간을 따로 포함해야 하는 비대한 시스템으로 구성되기 때문에, 높은 운전비용이 들고, 큰 설치공간이 필요하여 경제적인 면에서 바람직하지 못한 문제점이 존재하였다.

[0023] 본 발명에서는 유기물-물 혼합용액을 함유하는 원료탱크 내에 막 모듈을 직접 침지할 수 있는 투과증발용 침지형 모듈을 제조하고, 이를 이용하여 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 제공하는 탈수 및 농축 시스템을 제공하고자 한다.

[0024] 상기 투과증발용 침지형 모듈은 폴리아크릴로니트릴 지지체; 및 상기 지지체 상에 코팅된 폴리비닐알코올 분리막;을 포함할 수 있으며, 상기 지지체 및 분리막의 종류는 이에 한정되는 것은 아니다.

[0025] 상기 폴리비닐알코올 분리막은 상기 폴리비닐알코올이 글루타르알데히드에 의해 가교된 분리막일 수 있 수 있는데, 특히, 상기 폴리아크릴로니트릴 지지체 상에, 상기 글루타르알데히드에 의해 가교된 폴리비닐알코올 분리막을 포함하는 경우 분리막의 안정성이 부여될 뿐만 아니라, 현저히 우수한 선택도 및 생산성을 보임을 확인하였다.

[0026] 상기 폴리비닐알코올의 검화도는 80 내지 100%, 바람직하게는 95 내지 100%일 수 있다. 검화도는 분자 내 히드록시기를 갖는 정도를 의미하는데, 본 발명의 폴리비닐알코올의 검화도가 80% 미만일 경우에는 막의 결정성이 떨어지는 문제가 발생할 수 있다.

[0027] 상기 투과증발용 침지형 모듈은 이소프로판올 탈수 및 농축용인 것이 바람직하나, 이에 한정되지 않고, 유기용제/물의 탈수, 유기혼합물의 분리, 이성질체의 분리 및 폐수 중의 유기물의 분리 등으로 응용할 수 있다.

[0028] 또한 본 발명은, 본 발명에 따른 투과증발용 침지형 모듈을 포함하는 탈수 및 농축 시스템을 제공한다. 상기한 바와 같이 본 발명에 따른 투과증발용 침지형 모듈을 포함할 경우, 설치공간 및 운전비용이 큰 폭으로 절약되기 때문에 경제적인 면에서 큰 이점이 있다.

[0029] 구체적인 일 실시예로, 도 2에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 탈수 및 농축 시스템을 구성할 수 있다. 원료탱크(feed tank) 내부의 원료 용액에 침지된 막 모듈(membrane)로부터 바로 투과된 투과 스트림(수증기)은 응축기(cold trap)을 통과하면서 응축되고, 응축된 결과물의 농도를 유지하기 위하여 진공 상태를 유지하여야 하는 바, 진공펌프(vaccum pump)를 통하여 투과증발 시스템의 진공 상태를 유지할 수 있다. 또한, 상기 원료탱크 내에 가열기(heater)를 구비하여 원료 용액의 온도를 조절할 수 있다.

[0030] 또한 본 발명은, 유기물-물 혼합용액에 투과증발용 침지형 모듈을 침지하는 단계; 및 물이 풍부한 투과 스트림을 제거하는 단계;를 포함하는 유기물 탈수 및 농축 방법을 제공한다.

[0031] 종래의 유기물 탈수 및 농축 방법은 원료탱크의 원료를 펌프 및 라인을 이용하여 막 모듈까지 이송한 후에 투과증발이 수행될 뿐만 아니라, 유기물을 포함하는 농축 스트림을 따로 제거해야 하기 때문에, 긴 시간이 소요될 뿐만 아니라, 회수율이 낮아지는 문제점이 존재하였다. 이에 비하여 본 발명에 따른 유기물 탈수 및 농축 방법은 종래 사용되던 방법에 비하여 비교적 짧은 시간이 소요되고, 회수율이 높아지는 이점이 있다.

[0032] 상기 유기물은 이소프로판올인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0033] 또한, 상기 유기물-물 혼합용액의 온도는 20 내지 50 ℃, 바람직하게는 25 내지 35 ℃일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0034] 이하에서는 본 발명에 따른 제조예 및 실시예를 첨부된 도면과 함께 구체적으로 설명한다.

[0035] **실시예 1: 투과증발용 침지형 모듈의 제작**

[0036] 폴리아크릴로니트릴(PAN) 지지체를 유리판 위에 고정시킨 후, 검화도 95%인 폴리비닐알코올을 글루타르알데히드로 가교한 고분자 용액을 상기 지지체 위에 도포하고 캐스팅나이프를 이용하여 일정한 두께로 분리막을 제조하였다. 그 후, 상기 지지체 상에 코팅된 분리막을 포함하는 투과증발용 침지형 모듈을 제작하였다[도 1 참조].

[0037] **실시예 2: 탈수 및 농축 시스템의 제작**

[0038] 상기 실시예 1로부터 제작된 투과증발용 침지형 모듈을 포함하는 탈수 및 농축 시스템을 제작하였다[도 2 참조].

[0039] 도 3은 본 발명의 실시예 2에 따른 탈수 및 농축 시스템의 시간에 따른 피드(feed)의 이소프로판올(IPA) 농축 결과를 나타낸 그래프이고[초기 feed 조성: IPA/물(90/10 중량%)], 도 4는 본 발명의 실시예 2에 따른 탈수 및 농축 시스템의 시간에 따른 피드탱크의 물 함량을 나타낸 그래프이다[초기 feed 조성: IPA/물(90/10 중량%)].

[0040] IPA-물 혼합용액에서 물을 분리하기 위해 10 분간 상기 탈수 및 농축 시스템을 가동하였다. 상기 실시예 1로부터 제작된 투과증발용 침지형 모듈을 피드탱크의 IPA-물 혼합용액에 침지시켰으며, 이때 혼합용액의 온도는 30 ℃로 유지하였고, 투과된 혼합용액이 기체상태로 확산되는데, 냉각장치로 냉각함으로써 분리된 화합물을 다시

응축시켰다.

[0041] 투과된 용액을 이용하여 투과 플럭스(flux) 및 선택도(separation factor)를 하기 수학식 1 및 2에 의하여 각각 계산하였다.

[0042] [수학식 1]

[0043] $$J=\frac{Q}{A\times t}$$

[0044] [수학식 2]

[0045] $$\alpha_{i/j}=\frac{y_i/y_j}{x_i/x_j}$$

[0046] 상기 수학식 1에서 J는 투과 플럭스, Q는 투과된 양(g), A는 막의 유효면적(m^2) 및 t는 분리시간(hour)을 나타내고 있으며, 수학식 2에서는 i와 j는 물과 IPA를 나타내고, x는 공급 혼합용액의 조성, y는 투과성분의 조성을 나타내었으며, 분석기에 의해 분석하였다.

[0047] 하기 표 1에 투과된 결과를 나타내었다. 하기 표 1을 참조하면, 상기 실시예 2로부터 제작된 탈수 및 농축 시스템을 통하여, 종래의 침지형 모듈이 아닌 접촉식 모듈을 포함하는 경우와 비교하여 유사하거나 더 우수한 투과 플럭스 및 선택도를 나타냄을 확인할 수 있다.

표 1

[0048]

Feed 조성 (IPA:water)	Permeate 조성 (IPA:water)	분리시간 (min)	투과 플러스(flux) (g/m^2 hr)	Water/IPA 선택도(separation factor)
90:10	2:98	10	273	396
85:15	5:95	10	225	441

[0049] 상기의 조건과 같게 농축 실험을 진행하였다. 원료(feed) 의 용량을 18 L로 하고 용액의 조성은 아이소프로필알코올 90 중량%, 물 10 중량%로 하여 10 분씩 농축된 용액을 포집하였으며, 피드용액의 조성변화를 확인함으로써 피드용액에서 이소프로판올의 함량을 측정하였으며 그 결과는 도 3 및 4의 그래프를 통하여 확인할 수 있다. 또한, 측정된 수치를 이용하여 투과 플럭스(flux) 및 선택도(separation factor)를 상기 수학식 1 및 2에 의하여 각각 계산하고, 이를 하기 표 2에 정리하였다.

[0050] 하기 표 2를 통하여, 상기 실시예 2로부터 제작된 탈수 및 농축 시스템을 통하여 이소프로판올에 대하여 우수한 선택도 및 생산성을 나타냄을 확인할 수 있다.

[0051] 그러므로 본 발명에 따르면, 투과증발용 침지형 모듈을 제공할 수 있으며, 피드 펌프와 모듈이 차지하는 공간을 절약함으로써, 적은 설치공간에서 지속적인 운전을 통하여 농축액 및 투과액에 대한 우수한 선택도 및 생산성을 제공하는 탈수 및 농축 시스템으로 응용할 수 있다.

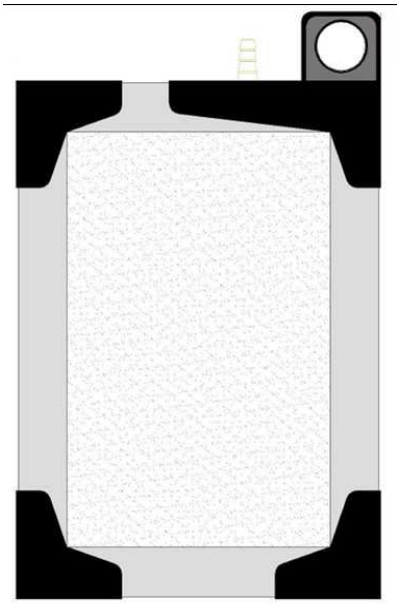
표 2

[0052]

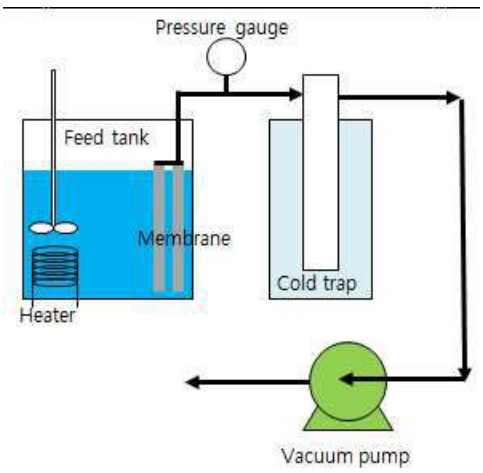
Feed 조성 (IPA:water)	Permeate 조성 (IPA:water)	분리시간 (min)	투과 플러스(flux) (g/m^2 hr)	Water/IPA 선택도(separation factor)
90 : 10	4 : 96	10	330	216
91 : 9	4 : 96	10	358	243
92 : 8	4 : 96	10	301	276
91 : 9	4 : 96	10	311	243
94 : 6	4 : 96	10	308	376
92 : 8	3 : 97	10	311	372
93 : 7	3 : 97	10	306	430
93 : 7	3 : 97	10	290	430
92 : 8	3 : 97	10	308	372
94 : 6	3 : 97	10	274	507
93 : 7	3 : 97	10	304	430
94 : 6	3 : 97	10	296	507
94 : 6	3 : 97	10	294	507
92 : 8	3 : 97	10	274	372
95 : 5	3 : 97	10	301	614
95 : 5	2 : 98	10	276	931
95 : 5	3 : 97	10	286	614
96 : 4	2 : 98	10	290	1,176
97 : 3	3 : 97	10	286	1,045
97 : 3	7 : 93	10	327	430
98 : 2	4 : 96	10	367	1,176
97 : 3	3 : 97	10	347	1,045
97 : 3	4 : 96	10	352	776
98 : 2	4 : 96	10	305	1,176
98 : 2	3 : 97	10	321	1,584
98 : 2	3 : 97	10	291	1,584
99 : 1	3 : 97	10	310	3,201

도면

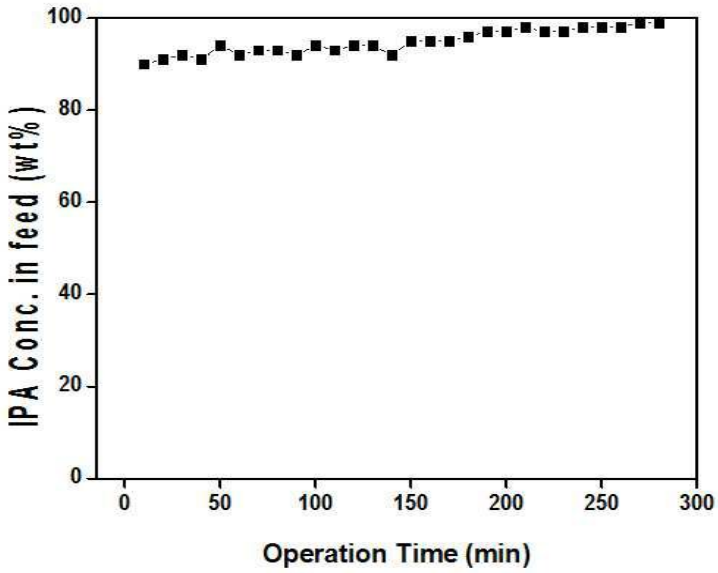
도면1



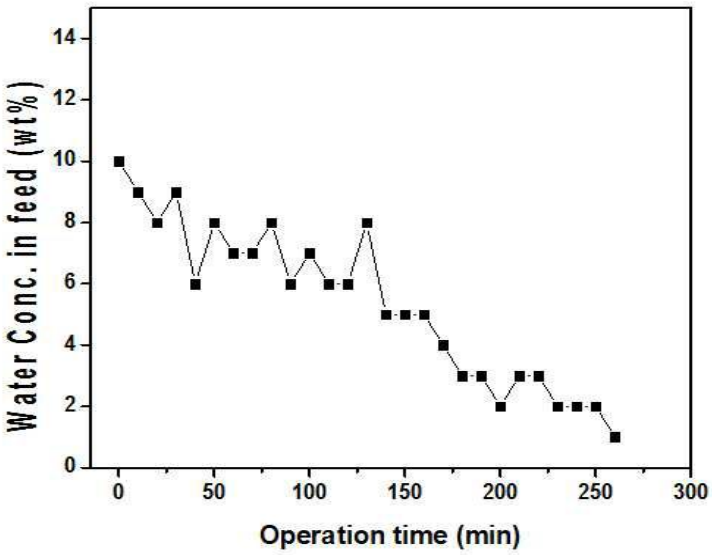
도면2


Pressure gauge
Feed tank
Membrane
Heater
Cold trap
Vacuum pump

도면3


IPA Conc. in feed (wt%)
Operation Time (min)
0
20
40
60
80
100
0
50
100
150
200
250
300

도면4


Water Conc. in feed (wt%)
0
2
4
6
8
10
12
14
0
50
100
150
200
250
300
Operation time (min)