

비대칭 6FDA-p-TeMPD 폴리이미드 막 제조에 관한 연구

박노준, 최익창*, 남세종*

순천공업전문대 산업안전과, 인하대학교 화학공학과*

기체분리용 막에서 높은 투과성능을 얻기 위해서는 다공성 지지체 표면에 얇은 skin layer 를 갖는 막을 제조하는 것이 가장 중요하다. 이 skin layer는 결합이 없고 가능한 한 얇아야 고선택도를 유지하면서 투과도를 높일 수 있다. 이러한 skin layer를 갖는 비대칭막을 wet phase inversion method를 이용하여 제조하는 연구를 하였다.

본 연구에서는 wet phase inversion method를 이용하여 표면에 skin layer를 갖는 polyimide 비대칭 평막을 제조하는데 있어서 제막조건에 따른 막 구조 조정과 투과특성을 평가하고자 하였다.

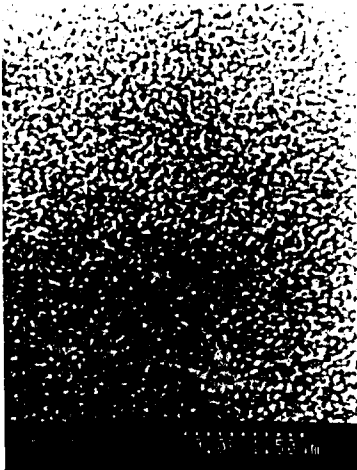
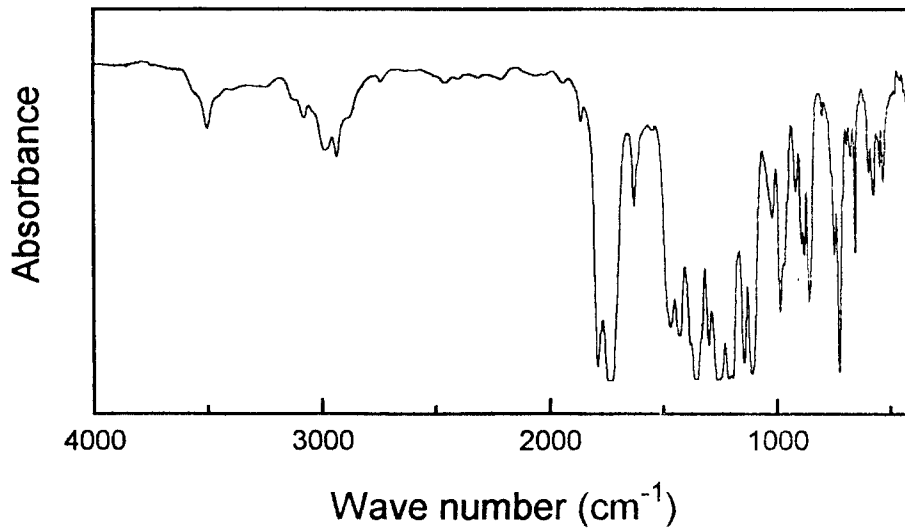
실험에서 polyimide는 6FDA와 p-TeMPD를 화학적 이미드화하여 합성한 것을 사용하였다. 진공하에서 충분히 건조된 6FDA와 p-TeMPD를 1:1 몰 비로 DMAc에 용해하여 4~12 시간 교반하여 polyamic acid 용액을 합성한 후 acetic anhydride와 triethylamine을 각각 4 몰 배가 되도록 첨가하여 상온과 50℃에서 연속 반응시켜 화학적이미드화 시켰다. 화학적 이미드화 된 것을 메탄올과 증류수에서 침전시키고 세척된 것을 감압건조하여 polyimide를 얻었다.

polyimide를 15wt-%, 17wt-%로 하고 DMAc와 NMP 등의 용매에 용해시켜 제조한 용액을 유리판 위에 균일한 두께로 유연시키고 일정시간 용매를 증발시킨 후 coagulation bath에 넣어 침지시킨다. 24시간이 경과된 후에 이를 감압 건조하여 막을 제조하였다.

상분리법에 의한 비대칭막의 제조에 있어서 skin layer와 이를 지지하는 다공성 부분의 발달에 영향을 끼치는 인자는 각 주조용액의 용매 종류, 고분자 농도, 온도와 습도, 용매증발시간, 침지 coagulant의 용액종류와 조성인 주요한 인자이다. 본 실험에서는 용매는 DMAc, NMP를 사용하였고 증발시간을 10초에서 60초까지 변화시켰으며 coagulation용액은 메틸알코올, 에틸알코올, 물과 이들 혼합물을 사용하였다. 또한 증발시 온도와 습도는 대기조절용 글로브박스에서 일정하게 조절하였다.

투과도와 선택도 측정은 O_2 , N_2 기체에 대해 고진공법에 의해 행했으며 표면 및 단면의 막 구조는 SEM을 사용하여 관찰하였다.

화학적 이미드화에 의해 합성한 6FDA-p-TeMPD polyimide의 IR spectra와 본 실험에서 여러 인자들의 변화에 따른 막의 표면 및 단면의 SEM 그림은 다음과 같다.



참고 문헌

1. P.van de Witte,P.J.Dijkstra, Phase sparation processes in polymer solutions in relation to membrane formation, J. Membrane Sci., 117 (1996)
2. Fung-Ching Lin, Da-Ming Wang, Juin-Yih Lai, Asymmetric membranes with high gas flux, J. Membrane Sci., 110 (1996)
3. Scott A. McKelvey, William J. Koros, Phase separation, vitrification, and the manifestation of macrovoids in polymeric membranes, J. Membrane Sci., 112 (1996)
4. Hisao Hachisuka, Tomomi Ohara, Kenichi Ikeda, New type asymmetric membranes having almost defect free hyper-thin skin layer and sponge-like porous matrix, J. Membrane Sci., 116 (1996)