

일반강연 II-6

## 중공사막 흐름장 흐름 분획법의 연속공정 개발 및 컬럼 개발에 관한 연구

전용한, 이경현, 정현주, 민병렬  
연세대학교 화학공학과

### Improvement in Particle Separation by Stopless Hollow-Fiber Flow Field-Flow Fractionation

Yong Han Jun, Kyung Hyun Lee, Hyun Joo Jung, Byoung Ryul Min  
Department of Chemical Engineering, Yonsei University

#### 1. 서론

기존의 분석방법들은 분석하고자 하는 시료크기에 어느정도 한계가 있었다. 즉 콜로이드나 거대분자, 분자량이 큰 고분자 등은 기존의 분석기계로 분석 또는 분리에 어려움이 있었다. 장 흐름 분획법(Field Flow Fractionation)은 이러한 분석한계를 극복하고자 하는 의도에서 출발하였다. 또 기존의 HPLC가 가지고 있었던 컬럼 내에서의 시료의 흡착이나 shear degradation을 최소화 하기 위한 것도 중요한 원인이 되었다. 1960년대 후반 Utah university의 J. Calvin. Giddings는 이러한 FFF의 이론을 정리하였고 지금까지 많은 연구들이 수행되어오고 있다.

본 연구의 목적은 중공사막 장 흐름 분획법의 새로운 channel 개발과 그에 따른 relaxation process의 제거에 의해 분리시간을 기존의 방식보다 향상시키는데 있다.

#### 2. 이론

기존의 HPLC와 FFF의 가장 큰 차이점은 FFF가 고정상을 가지고 있지 않다는 점이다. 즉 HPLC의 컬럼의 경우에는 충전물이 채워져 있지만 FFF는 컬럼내에 어떤 충전물도 존재하지 않는다. 그대신 컬럼내로 흐르는 유체의 흐름방향에 직각인 방향으로 장(field)를 줌으로써 시료가 분리되게

한다.

시료가 컬럼내로 주입되면 컬럼에 걸어주는 장(field)과 시료의 확산이 일정시간이 흐른 후 평형을 이루게 된다. 이 경우 크기가 상대적으로 큰 시료는 컬럼의 누적벽(accumulation wall)에 가까이 위치하게 되고 크기가 작은 시료는 좀더 누적벽에서 먼 위치에 놓이게 된다. 따라서 작은 시료는 유체의 parabolic profile에 의해 먼저 용출되게 되고 큰 시료는 나중에 용출된다. 이것이 장 흐름 분획법의 가장 기본적인 원리이다.

컬럼에 걸어주는 장(field)에 따라서 여러 가지 부수기술들로 분류할수 있는데 원심력을 이용한 침강장 흐름 분획법(Sedimentation FFF), 2차적인 유체흐름을 이용한 흐름장 흐름 분획법(Flow FFF), 온도차에 의한 열확산을 이용한 열장 흐름 분획법(Thermal FFF), 전기장을 이용한 전기장 흐름 분획법(Electrical FFF)등이 있다.

### 3. 실험

장치의 개략도를 fig. 1에 나타내었다.

본 실험에 사용된 채널은 분획분자량이 30,000, 내경이 0.8mm인 polysulfone hollow fiber membrane을 길이 30cm로 하여 teflon tube에 삽입 후 polypropylene tee를 사용하여 제작하였다. 그리고 분석효율을 높이기 위해 hollow fiber를 epoxy glue를 사용하여 두부분으로 하였다.

이 채널에 막벽에서 채널쪽으로 유체가 나갈수 있도록 압력을 주었다. 이 흐름의 유량은 채널에 연결된 metering valve를 이용하여 조절하였다.

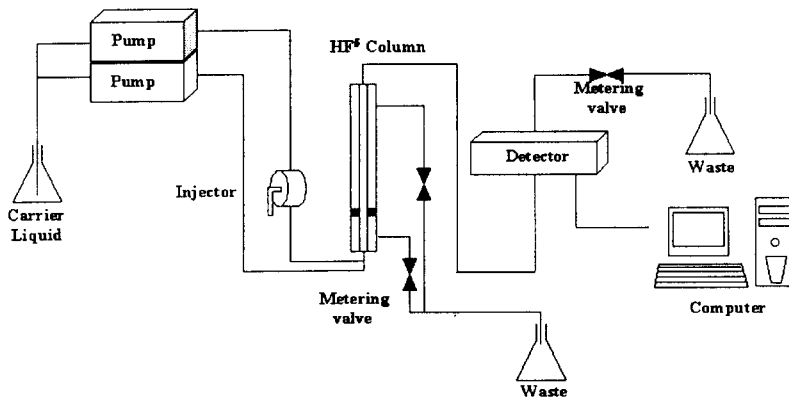


Fig. 1. Stopless HF의 장치 개략도

Hollow fiber membrane 안쪽에는 외경이 0.6mm인 stainless tube를 설치하여 membrane의 앞쪽에서 시료가 relaxation이 되도록 하였다.

사용된 시료는 polystyrene latex standard bead로 50nm, 96nm, 204nm이다.

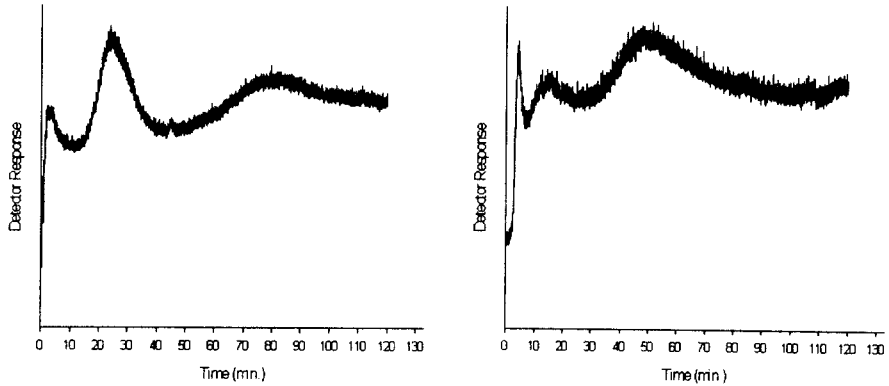


Fig. 2. Separation of polystyrene latex standard beads

#### 4. 참고문헌

1. K. G. Wahlund and J. C. Giddings, *Anal. Chem.*, 1987, 59, 1332.
2. A. Carlshaf and J. A. Jönsson, *J. Microcol. Sep.*, 1991, 3, 411.
3. A. Carlshaf and J. A. Jönsson, *Sep. Sci. Technol.*, 1993, 28, 1031
4. J. A. Jönsson and A. Carlshaf, *Anal. Chem.*, 1989, 61, 11.
5. J. C. Gidding, *Anal. Chem.*, 1981, 53, 1170A.

일정하게 유지시켰으며, 전처리 여과막은 정밀여과막을 사용하였다. 공급액의 유량과 투과압력은 압력조절밸브로 조절하여 투과압력은  $0 \sim 3.5 \text{ kg/cm}^2$ , 유량은  $0 \sim 4 \text{ l/min}$  범위에서 실험하였다. Si 함유폐수의 성상은 silicon 이외의 다른 불순물은 거의 없었으며, 폐수 중 Na 등의 금속성 이온물질의 농도는 ppb 수준이었고, TOC는 10ppb 이하였으며, 비저항은  $0.3 \text{ M}\Omega\text{cm}$  이하였다. 용액의 특성은 원자흡광광도계(AAS 6701, Shimadzu) 및 탁도계(Turbidimeter 965, Oberco) 입도계(Zetasizer 1000, Melburn)로 측정하였다.

### 3. 결과 및 토론

투과압력을 달리했을 때 운전시간에 따른 투과유속의 변화를 Fig. 1에 나타내었다. 폐수의 투과유속은 운전시간이 지속됨에 따라 운전시간 약 20분까지는 감소하다가 이후에는 감소량이 적은 현상을 나타냈다. 운전시간이 지속됨에 따라 투과유속이 감소이유는 배제된 용질입자들에 의해 투과저항이 증가되는 막오염에 기인하는 현상으로 해석할 수 있다. 또한, 투과압력이 높은 경우에 투과유속의 초기감소율이 투과압력이 낮을 때 보다 컸다. 이와 같은 현상은 분리막에 의해 배제된 용질 입자들이 막 표면에 누적되어 형성된 케익층의 압밀화에 의해 케익층의 다공성이 감소되었거나 또는 막표면의 기공입구나 내부에 Si입자 침투되어 투과경로를 감소시킨 기공의 차폐효과의 증가로 해석할 수 있다. 투과유속을 감소시킨 막오염 형태를 살펴보기 위하여 Hermia에 의해 제안된 투과저항의 시간에 대한 미분값을 운전시간에 대하여 Fig.2에 도시하였다. 투과저항의 시간변화율인  $dR/dt$ 의 기울기가 음(-)이면 막오염의 형태는 분리막에 의하여 배제된 용질입자들이 막표면에 누적되어 케익층을 형성하여 투과유속을 감소시키는 케익여과형태를 의미하고, 기울기가 양(+)의 값을 나타내면 기공막힘에 의한 저항이 지배적인 형태를 나타낸다. 투과압력 변화에 따른 막오염의 형태는 전체적으로 비슷한 양상을 보이지만 운전초기영역에서는 약간 다른 형태를 나타내었다. 운전시간 초기 5분 동안의 막오염형태는 약한 케익여과를 거친 후 기공막힘에 이어 다시 케익여과의 형태로 전이되는 특성을 나타내지만 그 정도에 있어서 투과압력이  $2\text{kg/cm}^2$ 의 경우에는 더 강하게 나타났다. 이와 같은 현상은 배제된 용질이 높은 투과압력에 의하여 표면에 누적됨