
分離膜의 JIS化 및 標準化

Dr. Toshiyuki Kanamori

(National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Japan)

分離膜의 JIS化 및 標準化

Toshiyuki KANAMORI

Institute for Materials and Chemical Process,
National Institute of Advanced Industrial Science and Technology,
1-1-1 Higashi, Tsukuba, Ibaraki 305-8565, JAPAN

1. 일본에서의 분리막 표준화에 대하여

1.1 분리막공업의 발전

막은 차세대고기능재료로서 에이스적인 존재라고도 말하여 진다. 각 산업분야에서 여러 가지로 용도개발이 진행되고 있다. 이미 인공적으로 제조되어 실용화되고 있는 분리막으로는 역침투막, 한외여과막, 정밀여과막, 이온교환막, 투석막 등이 있고, 食鹽製造·食鹽電解·電着塗裝·폐수처리 등의 분야에서 이미 실용화가 행해지고 있는데, 현재에는 반도체를 중심으로 하는 전자공업 및 원자력산업에서 소비되는 초순수제조용 막이 시장의 과반수를 차지하고 있고, 반도체집적도 향상에 따라 고품질 막의 개발이 급속도로 진행되고 있다. 또, 제약공업, 발효공업, 화학공업 등 각 방면의 영역에서 소비되는 초순수 등 막을 사용하는 시장도 계속해서 새롭게 형성되고 있다. 이와 같이, 先端기술이라고 할 수 있는 고기능성 막에 대해서 개발이 계속해서 진행되어, 현재와 미래의 「분리막공업」으로서의 위치를 계속해서 굳혀나갈 것으로 생각되어진다.

한편, 막의 잠재되어 있는 무한의 가능성을 개발하고, 새로운 적용분야를 찾으려는 노력이 많은 정부기관에서 행해지고 있다. 즉, 농림수산성에서는 소화56년부터 식품이용연구조합을 발족시켜, 여러 가지 식품제조 분야에 있어서 막 이용의 가능성을 탐구하고, 이미 어느 정도는 신제품이 생산되고 있다.

후생성에서는, 소화58년부터 투석막을 신부전치료의 의료보험 대상으로 했다. 또, 소화57년에는 고분자분리막기술진흥협회를 발족시켜서 주사용수 제조에 대한 막이용 연구가 진행되어서 제11개정일본약국편에 그것이 채용되었다.

대장성에서는, 소화24년부터 이온교환막을 이용한 전기투석법에 의한 해수농축에 대한 연구개발에 착수해서 소화49년이래 지배했던 염전법으로부터 완전히 전환해서 연간 약 120만톤의 식염을 국민에게 공급하고 있다.

또, 요즈음의 물부족에 대처하기 위해, 지방자치체의 지도에 의해서, 새롭게 건설되는 대형 빌딩에서는 세균, 바이러스 등 병원미생물을 완전히 제거할 수 있는 막법을 이용한 중수도가 도입되어, 물의 순환이용이 그려질 수 있게 되었다.

한편, 선박쪽을 보면, 많은 선박용 침투법 해수담수화장치와 막법에 의한 폐수처리장치가 장비될 수 있게 되었다.

더욱이, 통상산업성에서는, 소화48년에 (財)造水促進센타를 설립해서 막법에 의한 해수담수화기술의 개발연구를 진행해오고 있고, 이에 의해 5~6만m³/일의 거대한 해수담수화 plant를 사우디아라비아에 건설 중에 있으며 이미 완성을 바라보고 있다.

또 원자력발전분야에 있어서도 용수에 있는 방사능 축적 등의 문제를 예방하기 위해서 특히 전기전도도와 중금속 이온(Fe, Co 등)에 대한 함유기준이 엄격하게 되어 있고 방사성 폐액여과장치와 중수여과장치로서 막 이용화가 진행되고 있다.

이 외에, 수소회수용의 수소분리막과 의료용산소부화장치에 산소부화막등 가스분리막, 共沸에탄올로부터의 무수알코올 제조용 침투기화막 등의 새로운 막과 고도의 폐수처리 등에서의 새로운 막이용법의 연구개발등, 차세대 산업기반기술로서의 고효율 분리막의 출현이 기대되고 있다.

1.2 순수제조용 막의 JIS화의 경위

이상에서 기술한 것 같이 막 기술의 발전은 산업에 큰 충격을 주고 있지만, 올해에 있어서 순수제조 시스템의 진보는 그 중에서도 주목해야할 것인 것 같다.

초순수시장에 대해서는, 예를 들면 반도체 제조공정에서는 6in. wafer 1매당 초순수 사용량이 1.2톤이라고 한다.

소화58년의 통산성공업 총계에 의하면 반도체공업에서의 냉각수소비량은 1일 100만톤이고, 日立製作所の 전문가에 의하면 초순수와 냉각수의 비율은 1:2이며 초순수량 약 33만톤/일, 이것에 연간 가동일수 360일을 고려해서 계산하면, 1억 1880만톤이라는 초순수 생산량의 수치가 얻어진다. 소화62년이 되면 1일 150만톤으로 상승하고, 연간 초순수 생산량은 따라서 1억8천만톤이라는 거대한 수치가 된다. 이것은 노무라 종합기술연구소가 수년 전에 예측한 반도체 쪽의 초순수량이 1990년에 약 1억 3천만톤일 것이라는 그 수치를 돌파한 것이 된다.

또 의료, 제약공업분야에서도 세정수 등의 용도로 한외여과막과 역침투막을 사용한 초순수가 5백만톤 정도이고 한외여과막을 사용한 멸균 level의 것을 포함시킨다면 1천만톤 이상의 막여과수를 이 분야에서 사용하고 있는 것이라고 추정된다. 또, 원자력발전분야에서는, 중수계 등의 대용량 여과장치가 소화60년부터 가동하고 순환시스템의 막처리량도 소화60년 실적에서 1천만톤을 초과하고 1990년에는 1억톤에 도달할 것이다. 이와 같이 순수제조에 있어서 여과막 및 그러한 것들의 막장치가 중요한 역할을 하고 있다.

표 1 반도체공업에서의 용수소비량

歷年	반도체·집적회로제조용수 (m ³ /日)
昭和 50년	81,537
昭和 51년	104,221
昭和 52년	145,392
昭和 53년	275,914
昭和 54년	533,597
昭和 55년	642,760
昭和 56년	788,425
昭和 57년	981,835
昭和 58년	1,022,594
昭和 59년	1,214,404
昭和 60년	1,321,331
昭和 61년	1,514,497
昭和 62년	1,498,871

출처 : 통상성공업통계 - 용도별공업용수량표, 산업세분류별통계표
단, 제품처리용수 및 세정용수, 냉각용수, 濫調용수의 합계치(답수)

이상과 같은 막기술의 발전과 순수제조 시스템의 진보에 의한 순수 사용량의 현저한 증가는 행정당국에 새로운 과제를 제시하게 되었다. 소화60년 7월의 정보, 바이오, 신소재 등 선단분야의 표준화추진 대거 건의, 소화61년 3월의 biotechnology 표준화체계조사(분리막이 JIS화 대상에 포함), 소화61년 6월, 통상산업성공업기술원은 순수에 관한 규격화의 일환으로서 순수제조용 정밀여과막등 3건의 JIS원안 작성을 (財)일본규격협회에 위탁했다. 또, 같은해 7월 순수제조용 막 용어의 신규 JIS 원안조사에 관해서도 같은 형태로 위탁되었다. 이러한 표준화의 목적은 성능평가방법, 성능표시 등에 통일화가 되어 있지 않기 때문에 그 대책으로서 제조업체와 사용자 측 공통의 의견일치에 의한 투명성이 있는 JIS화를 추진함에 의해서 생산·유통의 합리화와 시장의 확대를 기대하는데 있다.

(財)일본규격협회는, 産官學의 전문가에 의해 순수제조용막 JIS원안조사작성위원회를 설치해서, 먼저 골자안의 검토, ASTM 규격을 중심으로 하는 외국규격의 조사, 앙케이트에 의한 막 제조업체 제품의 치수·구조 조사 등을 실시한 후, 소화62년 3월 순수제조용막의 최초의 실험방법원안으로서 '정밀여과막의 미생물 포착성 시험방법(안)', '순수제조용 한외여과모듈의 투수성능측정방법(안)' 및 '역침투막 엘리먼트 및 모듈의 염화나트륨 탈염 성능시험방법(안)'을 작성했다. 동시에 순수제조용막 용어의 공업표준신규원안조사결과도 취합했다. 소화62년 6월 통상산업성공업기술원은 당협회에 순수제조용막의 시험방법 및 용어를 중심으로 함께 14건의 JIS원안작성을 위탁했다. 당협회에서는, 동경대학 木村 尙史 교수를 위원장으로 하는 순수제조용막 JIS원안조사작성위원회에서 시장동향 및 관련규격·기준 조사에 입각하여 작업을 진행하고 평년 2년도 후반에 있어서 순수제조용막 JIS 15건의 제정·발행을 목표로 했다. 한편, bioindustry 협회에서 심의가 진행되고 있는 가스막 영역의 2건을 포함하면 17건이 된다. 표2에 심사중의 원안을 포함한 막 JIS 항목(biotechnology 및 초순수관련 JIS 포함)을 나타내었다.

표 2 biotechnology · 초순수 · 분리막관련 JIS 규격 (심사중인 JIS 원안 포함)

규격번호	규격명
JIS K 0550:1994	Testing methods for detection and estimation of micro-biological contaminants in highly purified water
JIS K 0551:1994	Testing methods for total organic carbon in highly purified water
JIS K 0552:1994	Testing methods for electric conductivity in highly purified water
JIS K 0553:1995	Testing methods for determination of metallic elements in highly purified water
JIS K 0554:1995	Testing methods for concentration of fine particles in highly purified water
JIS K 0555:1995	Testing methods for determination of silica in highly purified water
JIS K 0556:1995	Testing methods for determination of anions in highly purified water
JIS K 0601:1995	Determination of lipolytic activity of lipase for industrial use
JIS K 0701:1995	Glucose analyzer
JIS K 0950:1988	Sterilized plastic petri dishes
JIS K 0970:1989	Piston operated micro-volumetric apparatus
JIS K 3600:2000	Biotechnology -- Vocabulary
JIS K 3601:1995	Lactate analyzers
JIS K 3602:1990	Apparatus for the estimation of biochemical oxygen demand (BODs) with microbial sensor
JIS K 3603:1990	Plastic vials for frozen storage and ultra low-temperature preservation
JIS K 3604:1990	Medium for tissue culture (minimum essential medium)
JIS K 3801:2000	Test method of HEPA filters for microbiological use
JIS K 3802:1995	Technical terms for membranes and membrane processes
JIS K 3803:1990	Testing methods for determining aerosol retention of depthfilter for air sterilization
JIS K 3804:1990	Size of membrane filter elements
JIS K 3805:1990	Testing methods for solute rejection and water flux of reverse osmosis membrane element and module using aqueous solution of various solutes
JIS K 38xx	역침투막의 평막성능 시험방법
JIS K 38xx	역침투막의 평막, 엘리먼트 및 모듈의 내산·내알칼리 성능시험방법
JIS K 3821:1990	Testing methods for pure water permeability flow of ultrafiltration modules
JIS K 3822:1990	Testing methods for specific resistivity recovery characteristic of water filtered by ultrafiltration modules
JIS K 3823:1990	Testing methods for determining bacterial rejection of ultrafiltration modules
JIS K 3824:1990	Testing methods for endotoxin rejection of ultrafiltration modules
JIS K 3831:1990	Testing methods for initial flow rate of membrane filters
JIS K 3832:1990	Testing methods for bubble point of membrane filters
JIS K 3833:1990	Testing methods for diffusive flow through membrane filters
JIS K 3834:1990	Testing methods for specific resistivity recovery characteristic of water filtered by membranes
JIS K 3835:1990	Testing methods for determining bacterial retention membrane filters
JIS K 38xx	정밀여과막 엘리먼트 및 모듈의 내열성 시험방법
JIS K 7001	Amylase for industrial use
JIS K 7002	Glucose isomerase for industrial use

1.3 규격작성 방법

JIS 원안 작성작업을 개시함에 있어서, 우선 체계조사를 실시했다. 순수 제조법에는 증류법이 있는데 이것은 표준화될 필요성이 적다. 이온교환수지는 별도로 JIS화할 예정이고, 분리막의 종류는 정밀여과, 한외여과막, 역침투막 외에 투석막도 고려되었는데, 투석막은, 농도차에 의한 분리와 전기투석이 있고, 전자는 혈청, 혈장의 분리, 인공신장, 화학품의 정제 등에 이용되고, 또 후자는 가성소다의 제조, 식염, 해수담수화의 프로세스에 이용되고 있다. 그러나, 순수, 초순수의 용도에는 아직 사용되고 있지 않고, 그래서 JIS화의 검토는 시기상조라고 고려되어지며, 결국 본 위원회에서는 정밀여과막, 한외여과막, 역침투막의 3종의 막이 JIS화의 대상이 되었다.

조사단계에서 나온 의견으로는, 이러한 JIS의 작성은 (1)막의 성능평가와 안전성 향상에의 기대, (2)성능평가기준을 위한 시험방법 표준화의 필요성, (3)구조·치수 등의 호환성 추구에의 시도의 필요성, (4)용어에서의 혼란이 보인다, (5)수질과 분석방법 표준화와 관련을 짓는다, (6)日進月步의 분야이기 때문에 자유로운 개발연구를 저해하지 않도록 한다, 등의 의견일치가 보여졌지만, 전반적으로 이러한 JIS는 시의적절하다는 점에서 의의는 크다고 판단되었다.

JIS원안작성의 작업을 진행함에 있어서, 사용자측, 생산자측, 중립자측의 위원수를 알맞게 조정함과 동시에 제품의 유통상황에 있는 外資系제조업체도 초청되었다. 또 동시기에 순수의 규격화를 진행하려고 한 (社)일본공업용수협회와 제휴했다. 생산자측의 각 group에 여러 회사를 정함과 동시에, 제조업자와 최종 사용자의 중간에 위치한다고 생각되어지는 수처리 엔지니어링 회사에서는 ASTM을 중심으로 관련규격 data를 조사했다. 용어의 책정에 있어서는 츠쿠바의 NIMC, AIST(花枝研, 纖維高研, 製科研)에서 수많은 검토를 한 후 진행했다.

1.4 (생략)

1.5 이후의 과제

초순수용도의 막규격의 제정은 끝난 것은 아니며, 아직 작업을 계속해야 할 문제가 남아 있다. 그것은 계속중인 테마 외에 일본에 있는 data의 미정비에 의해 손쓸 방도가 없는 문제와 제조업체와 사용자 사이에 착수의 합의가 이뤄지지 않는 문제도 있다. 그것이 전술의 막 JIS 과제 수와 제정 수의 대강의 차이이다(과제수는 통합화로 당초보다 적다.). 그러나 이것은 현재 진행중인 해외에 있어서의 표준화의 동향이 이후 일본에 자격을 줄 것이라고 생각된다. 또, 표4에서 막 JIS원안의 이후의 작업예정을 나타내었다.

표 4 분리막 JIS 원안의 이후의 작업예정

① 역침투막의 용존염소·과산화수소 내구성 시험방법
② 역침투막 endotoxin 저지성능 시험방법
③ 역침투막 세균 저지성능 시험방법
④ 한외여과막의 분획분자량 시험방법 (실험단계)
⑤ 역침투막의 spiral 치수 규격 (조사단계)
⑥ 정밀여과막의 공경 치수 측정방법 (조사단계)

동경대학 木村尙史교수에 의하면 막기술이 응용되고 있는 분야는 순수의 분야에 한정되지 않고 많은 분야에 걸쳐있다. 이와 같은 분야로는 다음과 같은 것이 있다.

- 1) 해수의 담수화, 하수의 재이용 등의 담수화
- 2) biotechnology와 식품공업에 있어서의 분리, 농축
- 3) 희박알코올 수용액의 분리, 농축
- 4) 막에 의한 가스 분리 프로세스
- 5) 비수용액의 분리

이러한 분야의 막에 관해서도 JIS화의 의논이 가까운 장래에 구체화될 것이다. 따라서 순수제조용 막표준화의 방향에 관해서 표5에 나타내었다.

표 5 순수제조용막 표준화의 방향

1. 제품의 검사방법의 표준화
2. 용어의 표준화가 중요
3. 시장조사 및 막의 검사에 의한 data의 축적
4. 국제적 협조의 촉진
5. 표준화 프로세스로 사용자로부터의 요망을 충분히 흡수한다.
6. 막의 표준화와 서로 전후해서 순수 micro 분석법의 표준화를 추진한다.
7. 순수이외의 분야에서의 표준화를 진행한다. → 막 모듈의 호환성을 확립해서 시장확대를 기대한다.

2. 역침투막 관련 일본공업규격(JIS)에 대하여

2.1 서론

물의 고도 처리에 역침투막이 본격적으로 사용된지 벌써 10수년이 넘었다. 당초에는 셀룰로오스아세테이트 막이 주를 이뤘는데, 그 후, 각종의 합성막이 첨가되어, 高溶質控除率膜, 低壓膜, 低溶出모듈, 耐熱모듈 등, 막·모듈의 개발이 진행되어 용도에 맞는 제품이 입수할 수 있게 되었다. 이러한 신제품의 출현과 제품의 다양화에 따라 성능표시, 제품규격 등의 통일이 시급한 문제가 되어, 표준화에 착수하게 되었다.

이러한 때, 그에 대한 첫걸음으로서, “역침투 엘리먼트 및 모듈 시험방법”의 JIS가 제정되었는데, 이에 의해 이후 공통의 시험방법으로 성능시험이 실시될 수 있게 되었다. 또, 이러한 규격화의 주체는 순수제조용에 있는데, 확대시켜 일반 역침투 엘리먼트 및 모듈의 시험방법에도 이용할 수 있도록 배려하고 있다.

여기서는 JIS에 따라서 성능시험을 실시할 때 주의할 점에 관해서 기술할 것이다.

2.2 JIS K 3805 역침투 엘리먼트 및 모듈의 시험방법에 관하여

2.2.1 적용범위

본규격에서는 염화나트륨, 유산마그네슘 및 이소프로필알코올의 2종류의 용액을 사용해서 역침투 엘리먼트 및 모듈(이하, RO라고 칭함)을 평가하는 것으로 한다. 시판 RO의 성능표시로는, 염화나트륨 수용액이 많이 사용되고 있고 저압막의 일부로 유산마그네슘 수용액에서의 성능표시가 있다. RO에 기대하는 성능으로는 탈염·용존유기물제거이다. 탈염성능 표시에는 염화나트륨, 염화마그네슘, 유산나트륨, 유산마그네슘 등이 비교적 용이하게 입수될 수 있고 가용염으로서 사용된다. 또, 유기물의 경우에는, 알코올류, 유기물, 아민류 등이 사용되고 있다. 그러나, 합성막의 대부분은 음양중 하나로 하전한 것이 많고 염화마그네슘, 유산나트륨 등 이온価수가 다른 염, 유기물 및 아민류는 막의 하전 영향에서 특이한 거동을 보이는 것으로 알려져 있어서 여기에 염화나트륨은 1가의 양이온·음이온의 대표염으로서 채용하고, 이소프로필알코올은 비이온성의 유기물의 대표로서 채용했다.

2.2.2 시험조건

본규격화의 주는 시험방법의 통일화이며, 그래서 시험조건을 규정하지 않고 “제조업자의 취급설명서에 기록되어 있는 수치”로 했다. RO의 성능수치에 끼치는 영향이 크기 때문에 시험조건과 차이가 많이 나는 것은 충분히 주의할 필요가 있다.

(1) 농도 및 조작압력

RO는 그 조작압력에 따라서 고압형, 중압형, 저압형, 초저압형으로 분류한다.

고압형 : 주로 해수담수화를 목적으로 개발된 RO이며 성능평가에는 35000mg/l의 염

화나트륨 수용액에 56kgf/cm²(800psi)의 조작압력이 일반적이다. 그러나, 해수와의 성분차가 염제거성, 투과수량에 영향을 미치기 때문에, 염화나트륨 농도를 해수의 침투압에 상당하는 농도 32000mg/l로 하고, 해수를 이용하는 등에 의해 이 차를 보정하려는 노력이 행해지고 있고 제조업체에 따라 차이가 있다. 해수는 규정이 곤란하기 때문에 JIS에서는 채용하지 않는다.

중압형 : 1500mg/l의 염화나트륨에서 30kgf/cm²의 조작압력이 일반적인데, 제조업체에 따라 다소 차이가 있다.

저압형 : 1500mg/l의 염화나트륨에서 15kgf/cm²의 조작압력이 일반적이다. 2000mg/l의 염화나트륨을 사용하는 제조업체도 있다. 막의 고성능화가 진행되어 10kgf/cm²의 조작압력으로 평가하면 보다 실용조건에 가깝다고 여겨지는 성능의 RO가 많이 있다.

초저압 : 조작압력이 5kgf/cm² 전후로 낮은 것이 특징이다. 동시에 염화나트륨의 제거성이 낮기 때문에 염제거율 시험에서는 1000~2000mg/l의 유산마그네슘 수용액을 시험에 대신 사용하거나 또는 병용하는 경우가 많다. 염화나트륨의 제거율로는 제조사의 결점에 의한 수%의 누출도 검출될 수 없기 때문에, 제거율이 높은 유산마그네슘의 평가는 결점검사라는 점에서 유효하다. 그러나, 유산 마그네슘의 제거율이 너무 높기 때문에 이것만으로는 막의 특성을 포착하기란 어렵고 따라서 목적의 용질에서의 평가와 병용하는 것이 좋다.

농도 : 해수를 처리할 경우를 제외하면, 국내의 일반 물의 염농도는 1000~2000mg/l 정도로 높지 않고, 따라서 염류의 농도를 더 낮게 하는 편이 실용조건에 가깝게 되지만, 이 이상 낮게 하면 투과수의 염농도가 낮게 되어 수질분석(통상전기전도도)의 오차가 크게 되거나, 이외의 다른 평가수단이 필요하게 되어 간편하지 않게 된다. 또, 농도가 변하면 제거율이 변하기 때문에 지정농도의 ±5%범위 내로 할 필요가 있다.

압력 : 투과수량은 유효압력에 비례하기 때문에 고압으로 하면 RO의 투과수량은 증가하고, 또 제거율도 높게 된다. 실용 level과 너무 차이가 나지 않도록 수치를 설정할 필요가 있다.

(2) 온도

온도는 제거율 및 투과수량에 직접 영향을 미치는 요소이다. 1℃의 온도 상승은 투과수량을 약 3% 증가시켜, 제거율을 다소 저하시킨다. 투과수량의 온도보정은 비교적 간단하지만, 제거율의 경우에는 간단하지 않기 때문에, 되도록 목적하는 온도내로 하는 것이 좋다.

(3) pH

합성복합막의 경우, 막소재의 하전상태가 피처리수의 pH에 의해 변화해서 염의 제거율이 변화하는 현상이 일어나기 때문에 pH의 선정에는 충분한 주의가 필요하다. 또 pH의 영향은 투과수의 염농도를 전기전도도에 의해 측정하기 때문에 발생하는 오차인 것도 많고 게다가 pH조제에는 수산화나트륨, 염산을 사용하는데, 유산마그네슘 수용액을 측정

할 때에는 pH조제에 이러한 산, 알칼리들을 너무 많이 사용하면, 투과수 중의 식염농도가 증가하고, 겔보기 염제거율이 저하하기 때문에 충분한 주의가 필요하다.

(4) 농축수량 또는 회수율

RO의 성능은 유속 및 회수율에 의해 변화하는데, 이미 압력 등의 변수를 결정하고 있기 때문에 양자를 일정하게 하는 것은 불가능하다. 통상 회수율이 비교적 낮은 상태로 사용하고 그 영향이 적은 “엘리먼트”의 평가는 농축수량을 일정하게 해서 성능을 시험하고 회수율이 높은 상태에서 사용되는 “모듈”의 평가는 회수율을 일정하게 해서 성능을 시험하는 경우가 많다.

2.2.3 장치 및 기구

RO의 평가장치는 특수한 기구를 사용하는 것이 아니고, 특별히 보충해서 첨가할 것도 없다. 굳이 주의한다면, 농축수와 투과수가 충분히 혼합되지 않도록 하고 수온의 변동이 가능한한 적게 되도록 배려해 두는 정도일 것이다.

2.2.4 준비조작

품종이 다른 RO를 평가할 때에는 장치의 세정, filter의 교환 등, 오염에 대한 주의가 필요하다. 계면활성제·살균제를 사용한 후에는 특히 주의가 필요하다. 이온 교환수지의 순수를 사용할 경우에는 수지가 새것이면 수량저하를 일으키기 때문에 충분히 세정한 후에 사용해야 한다.

2.2.5 조작

조작 순서에 따라서 진행하면 좋은 결과를 얻을 수 있다. 측정은 “성능이 안정하게 된 후”가 철칙이고, 이를 위해서는 3~4회 측정하고, 성능변화가 없는 것을 확인한 후에 시험을 마치는 마음가짐이 중요하다.

2.2.6 계산

측정치는 “JIS text 8항 및 부속서 1·2의 표준화방법”에서 정한 방법으로 계산해서 표준화할 필요가 있는데, 측정 후 즉시 data처리해서 예정대로 시험이 진행되고 있는 지를 확인하는 것이 좋다.

2.3 이후의 동향

본 JIS의 제정에 의해 기본이 되는 성능시험법이 정해졌다. 이것을 기본으로 막의 내구성시험법의 규격화, 거기에 또 제품의 규격화를 순차적으로 진행하도록 할 것이다.

3. 한외여과모듈 관련 일본공업규격(JIS)에 대하여

1990년 9월, 한외여과모듈에 관한 JIS 규격 5건이 발행되었다. 이번에 발행된 JIS 규격서의 명칭은 이하와 같다.

- 1) 한외여과모듈의 순수 투수성능 시험방법 - JIS K 3821
- 2) 한외여과모듈의 비저항회복특성 시험방법 = JIS K 3822
- 3) 한외여과모듈의 세균 저지성능 시험방법 ⇒ JIS K 3823
- 4) 한외여과모듈의 endotoxin 저지성능 시험방법 ⇒ JIS K 3824

또, 한외여과모듈, 역침투막모듈, 정밀여과엘리먼트, 초작법 등에 관한 용어의 규정하고 있다.

- 5) 막용어 ⇒ JIS K 3802

도 1989년도에 발간되었다.

이번에, 발행된 JIS 규격의 설정 계기는 통산성공업기술원의 '선단기술 분야에 있어서 특히 많이 사용되고 있는 고도로 정제된 물(즉 초순수)의 제조 프로세스에 사용되는 막의 품질평가 및 각종 시험법을 확립한다'라는 요청에 의거한다. 현재에 초순수를 사용하고 있는 분야는 반도체제조, 의약품제조 및 보일러 공급수 분야와 한외여과모듈의 응용분야 중에서도 중요한 부분을 차지하고 있는데, 그 외의 응용분야도 상당부분 존재한다. 이러한 것들의 그 외 기타 응용분야에 사용하는 한외여과모듈에 관해서도 무시할 수 없기 때문에, 규격원안의 작성에 있어서는 초순수이외의 용도로 사용되는 한외여과모듈의 것도 가능한한 고려해 넣어서, 가능한 규격과 그 사상을 그 외 용도쪽의 모듈에도 채용할 수 있도록 노력했다.

현재 각 제조업체가 카탈로그와 기술자료에 기재하고 있는 규격과 성능 표시는 모두 각 회사 독자적인 측정법과 규격수치에 의한 것이다. 그 때문에 각 회사의 카탈로그 수치의 상호비교와 소비자 선택시의 비교시험의 결과와의 사이에 모순이 보여지는 것도 많이 있다. JIS 규격의 작성은 시험법의 규격, 성능규격, 외형치수규격의 순으로 진행되는 데, 여기서는 전술한 것과 같은 업계의 상태에 의해서 먼저 시험법의 규격에 치중했다.

한외여과모듈에 관해서, 참고될 것 같은 선행 규격서 같은 종류는 알려져 있지 않다. 여기서 발간된 JIS는 전부 original인 것이다.

JIS 시험법은 이론과 재현성과 측정정도 또는 경제성 등의 면에서 제조업체와 사용자의 양쪽에서 납득할 수 있는 것이어야 한다.

즉, 규격을 작성하기 위해서는 시험법의 기술이 완성될 필요가 있다. 현재시점에서 시험법의 기술이 완성된 항목에 관한 JIS 규격은 전술한 것 같이 정해졌다. JIS 규격으로서 정해져야 하는데, 아직 측정기술이 완성되지 못한 항목으로서 이하의 항목이 의논 대상으로 올랐다.

- (1) 분획분자량 측정법
- (2) 모듈의 수명 측정법
- (3) 모듈 내열성 측정법
- (4) 모듈 내압성 측정법 등

장래에, 규격화를 위해서 충분한 근거가 주어지면 검토해야할 주제들이다.

규격 작성시에, 비교적 간단한 ‘투수성능 시험방법’과 ‘비저항 회복특성 시험방법’에 관해서는 규격원안작성 담당자가 소속 회사의 방법을 참고하여 모순없이 일반화하도록 노력했다. 복잡한 ‘세균저지성능’과 ‘endotoxin 저지성능’은 1988년 고시의 ‘제11改正日本藥局方追補’의 주사용수제조방법에 종래법인 증류법에 첨가해서 막법이 채용되었을 때의 실증실험으로서 행해진 세균저지성능시험 및 endotoxin 저지성능 시험의 방법에서 근거를 찾았다.

개개의 규격서에 관한 상세는 규격서 및 해설서를 참조하는 것으로 하고, 여기서는 이것에 추가로 설명을 더할 것이다.

3.1 한외여과모듈의 순수 투수성능 시험방법 - JIS K 3821

3.1.1 순수 투수성능에 관하여

순수 투수성능이라는 것은 막 상에 막을 투과하는 물을 저지할 수 있는 것(예를 들면, 막오염물질)은 아무 것도 축적하지 않은 상태에서의 투수성능이다. 모듈의 성능표시로서는 가장 중요한 항목이다. 이 성능은 신제품 모듈이나 또는 축적물을 완전히 세정 제거한 상태에서 측정·표시된다. 성능 표시는 ‘수량/시간/압력차’이며 임의의 유량에서의 막차압과도 관련이 있다. 여기에서, 이전부터 일부 문헌에 사용되어 왔던 ‘막 면적당의 수량’으로 표시되지 않는다. 이 이유는 막면적의 정의에는 아직 애매함 점이 남아있고 또 모듈 당의 표현만으로도 실용적인 면에서는 충분하다는 판단에 의한다. 현실의 실용적인 여과를 행할 경우의 투수성능은 이 규격에 의해서 얻어진 data보다도 더 낮은 수치를 나타낸다.

3.1.2 모듈 형식에 관한 적용범위의 지정

여기에서 열거된 중공사형, spiral형, pleat형 이외에도 실용에 사용되고 있는 tubular형, multitubular형, 평막형 등의 모듈형식이 있는데, 그러한 것들은 사용조건이 꽤 차이가 나기 때문에 이러한 것들을 포함하면 규격서에 애매한 표현이 더해지고 또, 이러 형식의 모듈들은 초순수의 제조에는 사용되지 않기 때문에 제외시켰다.

3.1.3 투수성능 시험방법의 개요

투수성능의 측정은 모듈에 관해서 행해진다면 특히 어려운 것은 아니다. 측정 시점에서 시험되는 모듈에 오염이 없도록 주의할 것, 그리고 투수성능을 표시하기 위해서 표시방법의 규정 작성에 가중치를 두었다. 전자에 관해서는 시험모듈 자체를 측정 전에 충분

히 세정할 것, 시험에 공급하는 물이 충분히 깨끗할 것, 그리고 장치의 세정이 사전에 충분히 행해질 것이 필요하다. 각각을 개별적으로 확인하는 것도 경우에 따라서는 필요할 것이다. 후자에 관해서는 지정된 측정조건의 범위라면, 여과성능은 압력 및 온도의 영향을 받는데 각각에 대해서는 보정 가능하고, 보정하기 위해 압력 및 온도를 필요한 정도로 측정해 두는 것이 중요하다.

3.2 한외여과모듈의 비저항회복특성 시험방법 - JIS K 3822

3.2.1 비저항회복특성시험방법에 관하여

막에 의해 제조된 초순수의 비저항은 특히 반도체제조공업에 있어서 문제가 되고 있다. 이전에는 모듈로부터의 용출물이 공급수의 순도(즉 비저항)를 저하시키는 것은 아닌가하고 우려하는 쪽이었는데, 현재는 그와 같은 걱정이 없어졌다. 그러나 동시에 초순수의 비저항의 요구수준이 이론순수의 그것에 있는데도, 무엇인가의 사정으로 그 level이 저하한 경우의 회복방법으로는 장치를 세정하는 방법 이외에는 없다. 그 처치는 특히 긴 시간을 필요로 한다. 이 동안에, 초순수제조장치가 규격 이외의 초순수를 계속 제조하는 손실 이외에, 그 초순수를 사용하는 프로세스 전체를 정지시키는 손실이 발생한다. 여기에는, 한외여과모듈만을 세정의 대상으로 해서 그 세정을 행할 때에 한외여과모듈에의 공급수의 비저항치에 한외여과모듈로부터 유출하는 여과수의 비저항이 점점 가까워지는 것을 관측하는 방법과 그 비저항치가 공급수 비저항치로 실질적으로 같지 않다고 판단하는 방법을 규정하고 있다.

비저항치를 측정하는 방법에는 이미 JIS 규격이 규정되어 있는데, 측정범위에 관해서 이 기준서가 요구하는 범위와의 사이에서 차이가 있어 양쪽의 시급한 조정이 필요하다.

3.2.2 비저항회복특성 시험방법의 개요

초순수제조장치를 예측한 장치와 조건에 의해서 시험모듈을 세정하고 비저항치가 $5M\Omega \cdot cm$ 부터 공급수의 비저항치- $5M\Omega \cdot cm$ 의 수치가 될 때까지의 시간으로 비저항회복특성을 정의하고 있다.

모듈의 회복특성에는 두 가지의 의미가 있다. 오염된 모듈을 세정한 경우의 세정회복특성과 단순히 본래 청정한 모듈을 새로운 장치에 장착시킨 경우의 비저항회복특성이다. 전자의 경우는 오염물질의 종류와 오염 정도의 표준화를 하지 않으면 특성시험을 할 수 없다. 여기에서는 시험대상으로서 후자의 상태밖에 고려되지 않는다.

측정장치에서 초순수공급장치는 단순히 tank가 아니고 초순수를 연속적으로 제조해서 공급하는 장치이다. bypass line을 사용해서 모듈 주변 배관계를 충분히 세정하고 배관부만을 통해서 오는 물의 비저항이 지정된 $18M\Omega$ 이상인 것을 확인한 후에 valve를 사용해서 모듈에 급수하고 비저항계에 접속되어 있는 pipe로부터 물을 흘려 보내서 비저항계의 눈금이 상승하는 것을 기다린다. 비저항의 시간곡선을 기록장치에 그리도록 해서 그

chart로부터 비저항회복특성 data를 얻는다.

3.3 한외여과모듈의 세균저지성능 시험방법 - JIS K 3823

3.3.1 세균저지성능 시험방법에 관하여

세균저지성능 시험방법은 endotoxin저지성능시험방법과 함께 한외여과모듈의 분획특성의 측정방법 내에 실용적인 특수 case에 속하는 것이다.

제약공업에서는 ‘무균상태’ 또는 ‘무균으로 하는 것’이 특히 중요한 개념이며, 이 분야에 사용되는 막의 경우는 그 공칭(평균) 공경 이외에 세균을 통과시킬 수 있을 것 같은 $0.2\mu\text{m}$ 이상의 거대한 공극과 bypass가 존재하는지 어떤지가 그 모듈을 사용할 수 있는지 어떤지 판단하는데 중요한 문제가 된다. 반도체용 초순수의 경우에도 초순수의 배관 중에 세균이 침입하면 여기에 증식해서 반도체 제조상 문제를 일으킨다. 이러한 경우에는 한외여과모듈의 투과수 측의 멸균을 완전하게 행하는 것이 중요한데, 동시에 막의 세균투과성에 관해서도 제약의 경우와 같이 주의할 필요가 있다. 시험방법은 세균을 많이 포함하는 시험액을 여과시켜봐서 공급수 중의 균수와 투과수 중의 균수와 비교해서 그것의 상용대수(log) 수치를 세균저지성능으로 한다. 단, 투과수 중의 세균이 0인 경우는 이것을 1로 해서 계산한다.

유사 규격으로 정밀여과막의 세균포착성시험법(JIS K 3835)이 있는데, 한외여과모듈 경우의 여과방법은 cross flow 법이고, 정밀여과막 경우의 dead end 여과방법과는 차이가 있기 때문에 단순히 ‘저지성능’과 ‘포착성능’의 용어의 차이이외에 성능의 정의와 그 표시방법에서 차이가 있기 때문에 혼동하지 않기 바란다.

3.3.2 세균저지성능 시험방법의 개요

세균저지성능은 소정의 Pseudomonas · Diminuta균의 배양액을 만들어 희석해서 소정의 균농도범위의 균수를 포함하는 시험액을 만들고 이것을 공급수로서 실용적인 조건에서 여과를 행한다. 공급수와 여과수 각각의 내에 균농도를 비교해서 그 농도비의 지수치(log)를 구해서(여과수의 균농도가 -인 경우는 1로 해서 계산한다) 표시한다.

이 시험방법은 통과한 세균을 공급수의 경우에는 寒天培地법, 투과수의 경우에는 MF 법으로 배양한 후에, 수를 세는 방법을 사용하기 때문에 판단정도는 높다. 그러나 동시에 일반적으로는 한외여과모듈에서의 세균통과는 없기 때문에, 투과수 중의 균수가 0으로 무한에 가까운 영역에서의 균수를 측정하게 되고 물의 sampling, 정밀여과막 상에 세균을 포착하는 조작 또는 배양 조작에 있어서 공기중 등으로부터의 contamination에 주의할 필요가 있다. 만약 투과수 중에 세균이 발견된 경우는 반드시 그 세균이 막을 통과한 세균인지를 확인할 필요가 있다.

시험을 하기 전에 통상의 장치 세정뿐만 아니라 투과수 중에 세균을 오염시키지 않기 위해서 특히 모듈의 투과수 측 및 투과수에 접촉하는 배관류를 완전히 멸균시켜줄 필요

가 있다. 그와 같은 의미에서 장치는 멸균하기 쉬운 것을 사용해야만 할 것이다.
생물을 시험재료로 사용하는 경우이기 때문에 미생물 취급의 기술도 필요하다.

3.4 한외여과모듈의 endotoxin 저지성능 시험방법 - JIS K 3824

3.4.1 endotoxin 저지성능 시험방법에 관하여

endotoxin 저지성능 시험방법은 세균저지성능 시험방법과 함께 한외여과모듈의 분획 특성의 측정방법 중에 실용적인 특수 case에 속하는 것이다.

제약공업에서는 endotoxin을 약품용액 또는 정제수와 주사용수 등으로부터 제거하기 위해 한외여과모듈을 많이 사용하고 있고, endotoxin 농도 측정 精度가 높아짐에 따라 그 여과액 중의 endotoxin의 농도 level을 낮게 하는 요구는 높아지고 있다. 반도체초순수의 경우에는 endotoxin의 구성원자에 인이 함유되어 있기 때문에 endotoxin입자가 wafer의 표면에 침착한 경우 그 장소에 고농도의 인 분위기를 남길 가능성이 있는 것이 주목되어 제약의 경우와 같이 한외여과모듈의 endotoxin제거성능도 문제가 되고 있다.

한외여과모듈의 endotoxin 저지성능은 그 절대적인 분획특성에 의해 endotoxin을 저지하기 때문에 충분한 저지성능을 갖는 모듈이면 저지성능이 흡착에 의한 endotoxin 저지의 경우 등에 의해서 시간적으로 변화하는 것들은 있을 수 없다. 그러나 동시에, 한외여과막에 있어서도 분획분자량이 큰 막에서는 endotoxin 저지성능이 낮은 경우도 있을 수 있다.

3.4.2 endotoxin 저지성능 시험방법의 개요

막을 통과시킬 목적의 endotoxin으로서는 정제된 endotoxin을 사용하지 않고 대장균의 일종을 배양해서 생산된 양성물질을 endotoxin으로서 사용하고 있다. 그 물질은 강력한 발열성을 가지고 있는 것으로 알려져 있고 endotoxin을 대표물질로서 채용하는 것이 일반적으로 받아들여지고 있다.

시험법은 이 endotoxin의 조정방법과 그것을 사용한 막의 저지성능 측정방법을 규정한다. 판정방법은 시험액 중에 endotoxin 농도와 여과액 중의 endotoxin 농도의 비의 대수(log)에 의해 표시하는 방법을 사용하고 있다. 이 방법론의 사고방식은 세균저지성능 시험법(JIS K 3823)에 채용된 것과 동일하다.

endotoxin의 檢出感度は 최근 급속도로 상승하고 있어 원안작성시점의 level보다도 현격히 잘 되고 있다.

장치 및 시험용 모듈은 사전에 충분히 세정하는 것이 필요한데, 그 외에, 만약 시험 모듈이나 또는 투과수 측이 endotoxin으로 오염된다면 시험을 행할 때에 검출되는 endotoxin이 당초부터 있던 것인지 아니면 모듈을 통과한 것인지 판단할 수 없게 된다. 장치, 특히 투과수 측을 완전히 endotoxin free의 상태까지 세정해 둘 필요가 있다. endotoxin을 세정한 후에 확인하기 위해서 투과수측으로부터 물 sample을 취한 경우에는

시험시의 투과수 유량보다도 낮은 유량에서 여과를 계속 행하며 sample을 취하는 것이 필요하다. 만약 여과수 유량이 많으면, pipe 벽 등에 부착한 endotoxin이 서서히 박리해서 유출하는 경우에 투과수에 의해 희석되어 보여 endotoxin free의 판정을 해 버릴 것이 걱정된다. 가능하다면 세정종료후 여과를 일단 종료하고 투과수 측의 물을 잠시동안 정체시킨 후에 sample을 취하는 등의 방법이 좋다.

3.5 막용어 - JIS K 3802

이 규격은 분리막 전체 용어에 관해서 규정하는데, 그 중에 한외여과모듈에 관해서도 막 및 막특성에 관한 용어, plant 및 모듈에 관한 용어, 운전조작조건에 관한 용어, 전처리·후처리 및 막투과현상에 관한 용어에 관해서 용어의 의미와 대응하는 영어의 표현을 제시하고 있다.