

일반강연 1-1

NF막과 Diafiltration을 이용한 염료중간체의 정제공정

고상열, 변기수, 노수홍
연세대학교 환경과학과

1. 서론

정밀화학공업에서 고부가 제품을 생산하기 위해 다양한 정제공정을 사용하고 있다. 특히 염료, 안료 제조공정에서 사용되는 다량의 염을 정제공정에서 효과적으로 분리시키는 것은 중요하다. Diafiltration을 이용한 탈염공정에는 주로 UF막이 분자량이 큰 물질의 탈염에 사용되었다. 그러나 NF막의 개발에 따라 분자량이 작은 의약품, 염료등의 정제에 분리막을 이용한 Diafiltration이 적극 사용되고 있다. 본연구에서는 염료 중간체인 2-formylbenzene sulfonic acid, sodium salt(FBS)의 정제에 NF막의 적용가능성을 상업용 막을 이용하여 조사하였다.

2. 실험 및 방법

실험에 사용된 염료중간체는 2-formylbenzene sulfonic acid, sodium salt이고 증류수로 15% 용액을 제조하여 분리실험에 사용하였으며 UV spectrophotometer와 IC를 이용하여 농도분석을 하였다. NF막은 Filmtch(U.S.A)사의 NF-40, Membrane Products Kiryat Weizmann(Israel)사의 MPF-21, MPF-34막의 평막시료를 사용하였다.

평막실험장치를 이용하여 압력 30kg/cm², 온도 25 °C에서 막의 기초특성인 순수투과율 및 NaCl과 MgSO₄에 대한 염배제율을 측정하였다.

농축과 diafiltration 실험은 합성용액을 약 50%정도 농축시킨후 농축된 합성용액에 다시 희석수를 첨가하여 희석, 재농축실험을 하였다.

3. 결과 및 고찰

사용된 막의 순수투과율과 NaCl, MgSO₄의 배제율 실험결과를 표 1에 정리하였다.

표 1. 분리막의 기초분리특성

막 종류	순수투과율(lmh)	NaCl배제율 (%)	MgSO ₄ 배제율 (%)
NF-40	78.9	44.8	97.5
MPF-21	208.0	28.2	71.1
MPF-34	60.2	50.2	94.8

순수투과율은 MPF-21 이 208.0 lmh로 가장 컸으며 NaCl배제율은 MPF-34가 50.2%로 NF-40보다 크다. NF-40의 MgSO₄배제율이 MPF-34의 배제율 보다 높은 것은 NF-40의 막표면의 음전하량이 상대적으로 큰것이 한 원인이라 생각한다.

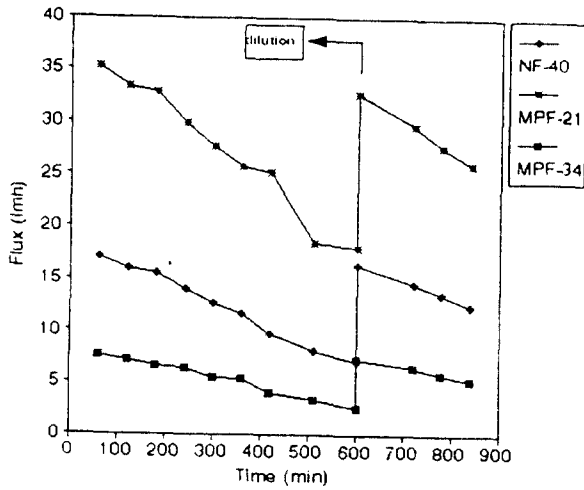


Fig 1. Flux variation during concentration and diafiltration

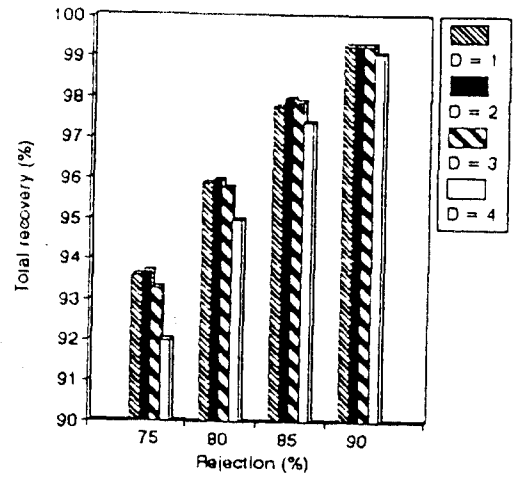


Fig 3. Effect of rejection and dilution ratio(D) on the total recovery

FBS의 농축 및 diafiltration에서 투과율의 변화를 <figure 1>에 나타내었다. MPF-21의 초기 투과율은 NF-40과 MPF-34보다 각각 2.1배, 4.9배 크지만 10시간 동안 농축이 진행되면서 투과율은 초기의 53 %로 현저히 감소되었다. MPF-34의 투과율은 완만한 감소를 보였다. 농축이 진행됨에 따라 삼투압 증가에 따른 유효압력차의 감소와 막의 fouling에 의한 투과율의 감소현상이라 볼 수 있다.

FBS의 배제율은 MPF-34가 76.2%로 가장 크며 MPF-21과 NF-40은 각각 56.6%, 53.6%로 비슷한 배제율을 보였으나 전기전도도 배제율은 NF-40이 13.6%로 가장크고 MPF-21과 MPF-34는 각각 7.4 %, 9.3 %이다.

농축과 diafiltration을 이용한 탈염공정에서 분리막의 배제율은 분리공정의 경제성을 결정하는 중요한 설계인자이다. 본 연구에서 사용된 분리막중에서 MPF-34가 FBS 배제율이 76.2%로 가장 크나 정제공정에서 요구하는 순도 90% 이상과 회수율 99% 이상을 달성하기 위해서는 FBS의 배제율은 더 크고 NaCl의 배제율은 negative가 되는 분리막의 개발이 필요하다. <Figure 2>에 diafiltration과 NF막을 이용한 분리공정을 제시하였다. 희석수량과 feed량의 비(D : volume of dilution water/volume of feed)와 배제율에 따른 전체 회수율의 변화를 <figure 3>에 나타내었다. 99% 이상의 회수율을 얻기 위해서는 배제율이 90% 이상 되는 NF막이 필요하다.

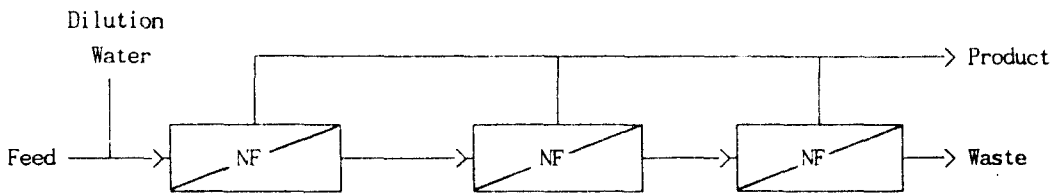


Fig 2. A process diagram for concentration and diafiltration