

## 6FDA-p-TeMPD막의 투과특성에 미치는 UV처리의 영향

임철수, 남세종

인하대학교 화학공학과

### 서론

Polyimide는 내열성과 기계적, 화학적 특성이 다른 고분자막에 비해 뛰어나며 선택도 또한 비교적 높기 때문에( $\alpha=3\sim7$ ) 최근 많은 연구의 대상이 되고 있다. 그러나 소위 trade-off현상으로 알려진 바와 같이 선택도가 높은 고분자 재료는 투과계수가 낮은 단점을 가지고 있어서( $P_{O_2}=0.1\sim122$ ) 실용적인 막으로 사용되기 위해서는 이를 개선하는 연구가 필요하다.

본 연구에서는 polyimide 중 투과계수가 가장 큰 것으로 보고된 6FDA-p-TeMPD막을 제조하여 여러 방법으로 UV처리를 하고 UV처리의 변수에 따른 막의 투과특성을 조사하여 가장 뛰어난 투과특성을 나타내는 최적조건을 찾고자 하였다.

### 실 험

본 실험에서는 polyamic acid용액을 합성한 후 imidization reagent를 이용하여 이미드화시키는 화학적 이미드화법을 사용하여 polyimide를 합성하였다. 먼저 p-TeMPD 단량체를 질소 분위기 하에서 극성용매인 DMAc에 완전히 용해한 다음 200℃ 감압하에서 완전히 건조시킨 6FDA의 등몰을 서서히 가하고 30℃에서 4~12시간 교반하여 PAA용액을 합성하였다. 그리고 acetic anhydride와 triethylamine을 각각 단량체의 4배의 몰 비로 첨가하여 상온과 50℃에서 1시간씩 반응시켜 화학적 이미드화시켰다. 생성된 polyimide용액을 methanol에 침전시키고 수회에 걸쳐 세척, 여과한 후 70℃ 감압하에 건조시켜 polyimide 분말을 얻었다.

건조시킨 polyimide 분말을 15wt%로 DMAc에 용해한 후 깨끗한 유리판에 도포하고 80℃ 감압하에서 용매를 증발시켜 증류수 bath에 담가 필름을 떼어냈다. 이를 다시 65℃에서 건조시킨 후 최종적으로 200℃ 감압하에서 20시간의 curing을 실시하여 막을 제조하였다.

투과계수는 기체투과셀의 저압측 측정압력 변화로부터 계산하는 고진공법을 이용한 막투과계수 측정장치로 측정하였다.

### 결과 및 고찰

막의 UV처리에는 Spectronics사의 XL-1000을 사용하였고 일정한 Intensity하에서 UV 조사 시간의 변화에 따른 산소와 질소의 투과계수를 측정하여 조사시간에 따른 투과계수와 선택도의 변화를 고찰하였다.

지금까지 보고된 바에 의하면 일반적으로 UV조사 시간의 증가는 선택도의 증가와 더불어 투과계수의 감소를 야기시키는 것으로 알려져 있다. BTDA-TMPD막의 UV조사 시간의 증가

에 따른 투과특성 변화에 대하여 Kita 등의 보고는 다음과 같다. Irradiation time을 0에서 10 분까지 증가시켰을 때 산소투과계수는 9.84(Barrer)에서 0.482까지 감소하였으며 질소에 대한 산소의 선택도는 5.5에서 14까지 증가하였다.

본 연구의 예비실험 결과는 위와는 판이하게 나타났다. 1mW/cm<sup>2</sup>의 Intensity하에서 UV조사 시간의 증가에 따른 선택도의 변화는 거의 보이지 않았으며 투과계수는 완만한 증가를 보이다가 100sec 이상에서 급격하게 증가하는 거동을 보였다.

| Irradiation time<br>(sec) | P×10 <sup>10</sup> [cm <sup>3</sup> (STP)-cm/cm <sup>2</sup> -sec-cmHg] |                | $\alpha_{O_2/N_2}$ |
|---------------------------|---|----------------|--------------------|
|                           | O <sub>2</sub>  | N <sub>2</sub> |                    |
| 0                         | 127.0   | 37.8           | 3.36               |
| 40                        | 132.2   | 40.1           | 3.30               |
| 200                       | 224.5   | 65.7           | 3.42               |
| 250                       | 237.4   | 67.2           | 3.53               |

#### 참고 문헌

- (1) J. G. Wirth and D. R. Heath, U. S. Pat, 3,787,364 (1974)
- (2) 日本化學工學會編, “人工膜의 性能評價法”, 喜多見書房, (1981)
- (3) H. Kita, T. Inada, K. Tanaka and K. Okamoto, J. Memb. Sci., 87, (1994) 139~147