



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년08월18일
(11) 등록번호 10-2568572
(24) 등록일자 2023년08월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 33/00 (2006.01) G01N 1/40 (2006.01)
G01N 30/02 (2006.01) G01N 30/06 (2006.01)
G01N 30/86 (2006.01) G01N 30/88 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 33/00 (2021.01)
G01N 30/8631 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0097593(분할)
(22) 출원일자 2022년08월04일
심사청구일자 2022년09월01일
(65) 공개번호 10-2022-0114518
(43) 공개일자 2022년08월17일
(62) 원출원 특허 10-2020-0094803
원출원일자 2020년07월29일
심사청구일자 2020년07월29일
(56) 선행기술조사문헌
Chu et al., 'Comparison of Adsorption/Desorption of Volatile Organic Compounds(VOCs) on Electrospun Nanofibers with Tenax TA for Potential Application in Sampling', PLOS ONE, 2016, pp. 1-14.

(73) 특허권자
연세대학교 원주산학협력단
강원도 원주시 흥업면 연세대길 1
(72) 발명자
조수행
서울특별시 송파구 잠실로 88, 102동 2101호
이윤석
강원도 원주시 만대로 89, 203동 403호(무실동, 무실 이편한세상)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김보정

전체 청구항 수 : 총 1 항

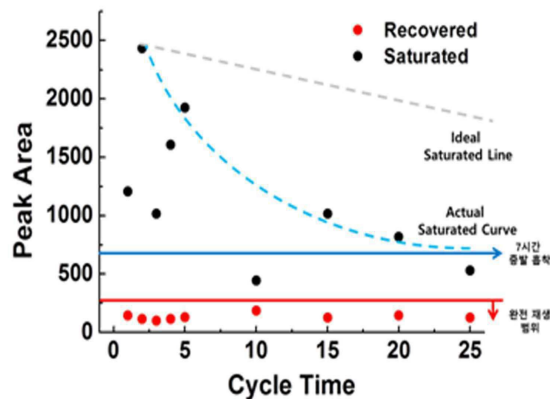
심사관 : 김정락

(54) 발명의 명칭 흡착제 내의 휘발성 유기화합물을 정량 분석하는 방법

(57) 요약

본 발명은 흡착제 내의 휘발성 유기화합물을 정량 분석하는 방법에 관한 것으로, 구체적으로 제올라이트 흡착제에 흡착된 휘발성 유기화합물을 추출용매를 가하여 추출하고, 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석함으로써 제올라이트 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 흡착량을 확인하였으므로, 본 발명에 따른 방법을 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 흡착 및 탈착 정도의 정량 분석 및 흡착제의 수명 예측 방법으로 이용할 수 있다.

대표도 - 도5



(52) CPC특허분류

G01N 2001/4061 (2013.01)

G01N 2030/025 (2013.01)

G01N 2030/062 (2013.01)

G01N 2030/884 (2013.01)

(72) 발명자

남기용

서울특별시 광진구 아차산로69길 19, 902동 403호

홍민기

경기도 수원시 장안구 대평로39번길 8, 232동 203호

임창진

서울특별시 동대문구 이문로38길 34-6

명세서

청구범위

청구항 1

- a) 휘발성 유기화합물의 필터로 사용된 후 VOC 물질이 흡착된 제올라이트 흡착제 시료에 휘발성 유기화합물을 흡착하는 단계;
 - b) 제올라이트 흡착제 시료에 추출용매로 에탄올을 가하여 휘발성 유기화합물을 추출하는 단계;
 - c) 상기 단계 b)에서 휘발성 유기화합물을 추출한 후 잔여 부유물을 제거하기 위하여 여과하는 단계;
 - d) 제올라이트 흡착제 시료의 휘발성 유기화합물 추출 용액을 제조하는 단계;
 - e) 상기 단계 d)에서 수득한 제올라이트 흡착제 시료의 휘발성 유기화합물 추출 용액으로 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적을 측정하는 단계; 및
 - f) 상기 단계 e)에서 수득한 제올라이트 흡착제 시료의 휘발성 유기화합물 추출 용액으로 측정한 피크 면적 결과로부터 제올라이트 흡착제의 잔류 수명을 정량적으로 예측하는 단계;를 포함하고,
- 상기 단계 f)에서 측정한 피크 면적 결과는 제올라이트 흡착제에서 휘발성 유기화합물이 흡착 및 탈착을 반복한 후 획득한 피크 면적 값과 비교하는 것이고,
- 여기에서, 피크 면적 값은 제올라이트 흡착제 시료에 휘발성 유기화합물의 흡착 및 탈착을 반복하고, 흡착 및 탈착 1회 반복마다 흡착된 제올라이트 흡착제 시료 및 재생된 제올라이트 흡착제 시료를 획득하여 각각에 추출용매로 에탄올을 가하여 휘발성 유기화합물을 추출하며, 휘발성 유기화합물을 추출한 후 잔여 부유 물을 제거하여 추출 용액을 제조하고, 추출 용액으로 기체크로마토그래피 분석을 수행하여 얻어진 피크 면적 값이며,
- 잔류 수명은 단계 f)의 피크 면적 결과의 지수적 감쇠에 의해 계산되는 것인, 휘발성 유기화합물의 필터로 사용된 제올라이트 흡착제의 잔류 수명 확인 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 흡착제 내의 휘발성 유기화합물을 정량 분석하는 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 흡착제에 흡착된 휘발성 유기화합물을 추출하는 단계 및 기체크로마토그래피로 분석하는 단계를 포함하는 흡착제 내의 휘발성 유기화합물을 정량 분석하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 현재 반도체 제조 시 발생하는 휘발성 유기화합물(Volatile organic compound: VOC)은 냄새를 유발하여 인체의 감각능력에 영향 또는 일시적인 최면효과를 주거나, 발암성과 유전 독성을 내포하고 있어 인체에 유해하다. 특히 LCD, OLED 디스플레이 제조 공정과 C/R(Clean Room) 공정 시 발생하여 관련 업종 인력과 인근 주민들의 건강에 악영향을 미친다. 예를 들어, 중국의 경우 세계 최대의 생산 국가로써, 최근 LCD 및 OLED 디스플레이 생산 규모의 증가에 따른 생산 공법에서 발생하는 다량의 VOC 배출 문제는 심각한 상태이다. 이와 마찬가지로 새롭게 지어진 아파트나 건물에서 발생하는 VOC 및 화재사건이나, 학교 및 공공 연구기관에서 연구과정 중에 발생하는 VOC 또한 무시 못 할 수준임이 이미 알려져 있다. VOC에 대한 유해성이 알려지면서, VOC 처리 효율을 극대화한 저감 장치의 필요성이 대두 되고 있다.

[0004] 최근 VOC 저감 장치와 관련된 연구가 시작되면서, 저감 장치에 필수적인 필터로 제올라이트가 제안되고 있다. 효과적인 VOC 흡착제인 제올라이트로 만들어진 제올라이트 필터를 이용하여 VOC를 제거하고 필터의 재활용을 위해 제올라이트에서 VOC를 강제로 제거하는 재생 과정에 대한 연구 및 그 필터의 수명을 파악하고자 하는 연구가 진행되고 있다. 현재 제올라이트 필터를 재활용하기 위해서는 열화가 불가피하여 빈번한 교체가 필요하고, 필터의 교체 주기를 정확하게 파악하기 어려워 불필요한 필터 교체 비용이 요구되는 문제가 있다. 이러한 이유로 기

존의 표면 및 성분 분석장비인 SEM(Scanning Electron Microscope), EDS(Energy Dispersive x-ray Spectroscopy) 및 XRD(X-Ray Diffraction) 등의 분석 방법을 이용하여 제올라이트 필터 내의 VOC 흡탈착량을 정량적으로 분석하려는 시도가 이루어졌으나 큰 효과를 보지 못하고 있다.

[0006] 이에 본 발명자들은 제올라이트 필터 내의 VOC 흡착량을 정량 분석하고 필터의 수명을 예측할 수 있는 방법을 개발하기 위해 노력한 결과, 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔을 추출용매를 가하여 추출하고, 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석함으로써 제올라이트 흡착제 내의 톨루엔의 흡착량을 확인하여, 본 발명에 따른 방법을 흡착제 내 VOC의 정량 분석 및 흡착제의 수명 예측 방법으로 이용할 수 있음을 밝힘으로써, 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2001-0038072호
(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허 제767,996호
(특허문헌 0003) 대한민국 등록특허 제1,583,542호
(특허문헌 0004) 대한민국 공개특허 제10-2009-0093077호
(특허문헌 0005) 국제특허 제PCT/CN2012/000980호

비특허문헌

[0009] (비특허문헌 0001) Dae-Seok Park et al., Journal of the Korea Academia-Industrial cooperation Society, Vol. 15, No. 7, pp. 4675-4681, 2014.
(비특허문헌 0002) Sung-Ok Baek et al., Journal of Korean Society for Atmospheric Environment, Vol. 15, No. 2, pp. 121-138, 1999.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 흡착제 내의 휘발성 유기화합물(Volatile organic compound: VOC)의 정량 분석 방법을 제공하는 것이다.
[0011] 본 발명의 다른 목적은 재생된 흡착제의 잔류 수명 확인 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명의 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은
[0014] 1) 흡착제에 추출용매를 가하여 휘발성 유기화합물(Volatile organic compound: VOC)을 추출하는 단계; 및
[0015] 2) 상기 단계 1)의 추출된 휘발성 유기화합물을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석하는 단계를 포함하는, 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 정량 분석 방법을 제공한다.
[0016] 또한, 본 발명은
[0017] a) 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료에 휘발성 유기화합물을 흡착하는 단계;
[0018] b) 상기 단계 a)의 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료 각각에 추출용매를 가하여 휘발성 유기화합물을 추출하는 단계; 및
[0019] c) 상기 단계 b)의 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료에서 추출된 휘발성 유기화합물 각각을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석하고 비교하는 단계를 포함하는, 재생된 흡착제의 잔류 수명 확인 방법을 제공

한다.

발명의 효과

- [0021] 본 발명은 제올라이트 흡착제에 추출용매로 에탄올을 가하여 흡착된 휘발성 유기화합물(Volatile organic compound: VOC)을 추출하고, 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석함으로써 제올라이트 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 흡착량을 확인하였으므로, 본 발명에 따른 방법을 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 흡착 및 탈착 정도의 정량 분석 방법으로 사용할 수 있다.
- [0022] 또한, 반복 사용 시 흡착 효율이 낮아진다는 점을 밝혔고, 이를 통해 필터 등 흡착제의 수명 예측 방법으로 이용할 수 있다.
- [0023] 본 발명에 따른 정량 분석 방법을 사용하는 경우, 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 흡착 및 탈착 정도를 정량 분석할 수 있을 뿐만 아니라, 휘발성 유기화합물을 제거함으로써 흡착제의 재사용이 가능하게 한다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔(toluene) 추출 용액을 제조하는 방법을 모식화한 도이다.
- 도 2는 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액에 대한 기체크로마토그래피 분석으로 확인한 에탄올 및 톨루엔의 크로마토그램을 나타낸 도이다.
- 도 3은 톨루엔 농도를 달리한 톨루엔 표준 용액에 대한 기체크로마토그래피 분석으로 톨루엔의 크로마토그램의 표준 피크 면적(peak area) 값을 확인하고, 상기 크로마토그램의 표준 피크 면적 값을 톨루엔 농도에 따라 박스 플롯 그래프로 나타낸 도이다.
- 도 4는 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated) 및 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered)의 톨루엔 추출 용액에 대한 기체크로마토그래피 분석으로 확인한 톨루엔의 크로마토그램의 피크 면적 값을 나타낸 도이다.
- 도 5는 흡착 및 탈착을 반복하는 횟수에 따라 흡착된 또는 재생된 제올라이트 흡착제 시료의 톨루엔 추출 용액에 대한 기체크로마토그래피 분석으로 확인한 톨루엔의 크로마토그램의 피크 면적 값을 나타낸 도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.
- [0028] 본 발명은
- [0029] 1) 흡착제에 추출용매를 가하여 휘발성 유기화합물(Volatile organic compound: VOC)을 추출하는 단계; 및
- [0030] 2) 상기 단계 1)의 추출된 휘발성 유기화합물을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석하는 단계를 포함하는, 흡착제 내의 휘발성 유기화합물의 정량 분석 방법을 제공한다.
- [0031] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 단계 1)에서 추출용매는 C₁ 내지 C₄ 저급 알코올 또는 이들의 혼합 용매로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 용매인 것이 바람직하고, 보다 구체적으로 메탄올, 에탄올, 에틸 아세테이트(ethyl acetate), 디클로로메탄(dichloromethane), 클로로포름(chloroform), 벤젠 및 이들의 혼합 용매로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 용매인 것이 바람직하며, 보다 더 구체적으로 에탄올인 것이 가장 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0033] 상기 추출용매로 에탄올을 이용할 경우 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석 시 휘발성 유기화합물과 에탄올의 크로마토그램의 피크 시간이 상이하여 분석의 정확도를 높일 수 있다.
- [0034] 또한, 상기 단계 1)에서 휘발성 유기화합물을 추출한 후 잔여 부유물을 제거하기 위하여 여과하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0035] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 단계 2)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량은 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적으로부터 산출할 수 있다.
- [0036] 보다 구체적으로, 상기 단계 2)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량은 하기 방법으로 산출할 수 있다:

- [0037] (1) 휘발성 유기화합물 표준시료에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 표준 피크 면적을 측정하는 단계; 및
- [0038] (2) 상기 단계 (1)에서 측정한 표준 피크 면적 및 상기 단계 2)에서 추출된 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적 결과를 비교하여 상기 단계 2)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량을 산출하는 단계.
- [0039] 상기 휘발성 유기화합물 표준시료는 HPLC용 수용액으로 희석하여 제작할 수 있다. 상기 HPLC용 수용액을 이용할 경우 HPLC용 수용액에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크가 나타나지 않아 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적의 확인이 용이하다.
- [0041] 본 발명에서, 상기 "흡착제"는 기체나 용액의 분자들이 달라붙을 수 있도록 하는 물질 또는 필터로서, 불순물을 제거하여 물질을 정제, 탈색, 습기의 제거, 냄새 제거, 물질의 분리를 목적으로 이용되며, 예를 들어 공업 분야에서 각종 화학 약품을 사용하는 반도체 및 다양한 물질의 제조 공정에서 발생하거나, 신축된 건축물에 사용되는 자재 및 생활 대기 속에 존재하는 유독물질인 휘발성 유기화합물을 제거하기 위한 목적으로 이용될 수 있다.
- [0042] 또한, 상기 공업 분야에서 이용되는 흡착제는 예를 들어 활성탄, 규조토, 제올라이트, 실리카겔, 녹말, 벤토나이트 또는 알루미늄아일 수 있고, 보다 구체적으로 제올라이트 흡착제 또는 제올라이트 필터일 수 있다.
- [0043] 본 발명에서, 상기 휘발성 유기화합물은 예를 들어 에틸렌(ethylene), 초산에틸(ethyl acetate), 아세틸렌(acetylene), 프로판(propane), 프로펜(propene), n-부탄(n-butane), i-부탄(i-butane), 1-부탄(1-butene), 시스-2-부텐(cis-2-butene), 트랜스-2-부텐(trans-2-butene), n-펜탄(n-pentane), i-펜탄(i-pentane), 시스-2-펜탄(cis-2-pentane), 트랜스-2-펜탄(trans-2-pentane), 이소펜텐(isoprene), n-헥산(n-hexane), 2-메틸펜탄(2-methylpentane), 3-메틸펜탄(3-methylpentane), n-헵탄(n-heptane), 벤젠(benzene), 톨루엔(toluene), 에틸벤젠(ethyl benzene), o-자일렌(o-xylene), m-자일렌(m-xylene), 1,2,4-트리메틸벤젠(1,2,4-trimethylbenzene), 1,3,5-트리메틸벤젠(1,3,5-trimethylbenzene) 또는 이들의 혼합일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0045] 본 발명의 구체적인 실시예에서, 본 발명자들은 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔을 정량하기 위하여, 톨루엔이 흡착된 제올라이트 흡착제 시료를 에탄올 용액에 담귀 톨루엔을 추출하고 필터링하여 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액을 획득하였다. 그 다음, 상기 톨루엔 추출 용액을 기체크로마토그래프를 이용하여 기체크로마토그래피 분석을 수행하여, 에탄올과 명확히 구분되는 톨루엔의 크로마토그램 피크를 확인하였다.
- [0046] 또한, 본 발명자들은 톨루엔 농도가 상이한 톨루엔 표준 용액을 제작하고, 상기 톨루엔 표준 용액을 기체크로마토그래프를 이용해 기체크로마토그래피 분석을 수행하여, 톨루엔 표준 용액의 농도에 따라 크로마토그램의 피크 면적이 증가하는 것을 확인하였다.
- [0047] 따라서 본 발명자들은 제올라이트 흡착제에 에탄올을 가하여 톨루엔 추출 용액을 제조하고, 상기 톨루엔 추출 용액을 기체크로마토그래피 분석한 후, 이로부터 획득한 크로마토그램의 피크 면적 값을 산출한 후 톨루엔 표준 용액에 대한 표준 피크 면적 값과 비교하여 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 흡착량을 정량적으로 측정할 수 있음을 확인하였으므로, 본 발명에 따른 방법을 흡착제 내 휘발성 유기화합물의 흡착 및 탈착 정도의 정량 분석 방법으로 이용할 수 있다.
- [0049] 또한, 본 발명은
- [0050] a) 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료에 휘발성 유기화합물을 흡착하는 단계;
- [0051] b) 상기 단계 a)의 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료 각각에 추출용매를 가하여 휘발성 유기화합물을 추출하는 단계; 및
- [0052] c) 상기 단계 b)의 대조군 흡착제 시료 및 재생된 흡착제 시료에서 추출된 휘발성 유기화합물 각각을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석하고 비교하는 단계를 포함하는, 재생된 흡착제의 잔류 수명 확인 방법을 제공한다.
- [0053] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 단계 c)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량은 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적으로부터 산출할 수 있다.
- [0054] 보다 구체적으로, 상기 단계 c)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량은 하기 방법으로 산출할 수 있다:
- [0055] (1) 휘발성 유기화합물 표준시료에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 표준 피크 면적을 측정하는

단계; 및

- [0056] (2) 상기 단계 (1)에서 측정된 표준 피크 면적 및 상기 단계 2)에서 추출된 휘발성 유기화합물에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 피크 면적 결과를 비교하여 상기 단계 c)에서 추출된 휘발성 유기화합물의 함량을 산출하는 단계.
- [0057] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 "재생된 흡착제"는 재사용을 위하여 재생 과정을 거친 흡착제 또는 필터로서, 상기 재생 방법은 예를 들어, 고온의 불활성 기체를 가하는 방법, 수세 탈착 방법, 감압 탈착 방법, 가열 공기를 주입하는 방법, 가열 수증기를 주입하는 방법이 있다. 상기 재생된 흡착제는 재생된 제올라이트 흡착제 또는 재생된 제올라이트 필터인 것이 바람직하나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0058] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 휘발성 유기화합물은 에틸렌(ethylene), 초산에틸(ethyl acetate), 아세틸렌(acetylene), 프로판(propane), 프로펜(propene), n-부탄(n-butane), i-부탄(i-butane), 1-부탄(1-butene), 시스-2-부텐(cis-2-butene), 트랜스-2-부텐(trans-2-butene), n-펜탄(n-pentane), i-펜탄(i-pentane), 시스-2-펜탄(cis-2-pentane), 트랜스-2-펜탄(trans-2-pentane), 이소프렌(isoprene), n-헥산(n-hexane), 2-메틸펜탄(2-methylpentane), 3-메틸펜탄(3-methylpentane), n-헵탄(n-heptane), 벤젠(benzene), 톨루엔(toluene), 에틸벤젠(ethyl benzene), o-자일렌(o-xylene), m-자일렌(m-xylene), 1,2,4-트리메틸벤젠(1,2,4-trimethylbenzene), 1,3,5-트리메틸벤젠(1,3,5-trimethylbenzene) 또는 이들의 혼합일 수 있고, 보다 구체적으로 톨루엔일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0060] 본 발명의 구체적인 실시예에서, 본 발명자들은 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔을 정량하기 위하여, 톨루엔의 흡착 및 탈착을 반복하여 재생된 제올라이트 흡착제 시료를 에탄올 용액에 담궈 톨루엔을 추출하고 필터링하여, 흡착 및 탈착을 반복하는 횟수에 따라 재생된 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액을 획득하였다. 그 다음, 상기 톨루엔 추출 용액을 기체크로마토그래프를 이용하여 기체크로마토그래피 분석을 수행하여, 흡착 및 탈착을 반복하는 횟수에 따라 흡착된 제올라이트 흡착제 시료의 경우 톨루엔 추출 용액의 크로마토그램의 피크 면적 값이 지속적으로 감소하는 것을 확인하였다.
- [0061] 따라서 본 발명자들은 반복 사용한 제올라이트 흡착제에 에탄올을 가하여 톨루엔 추출 용액을 제조하고, 상기 톨루엔 추출 용액을 기체크로마토그래피 분석한 후, 이로부터 획득한 크로마토그램의 피크 면적 값을 산출하여 제올라이트 흡착제의 수명을 정량적으로 예측할 수 있음을 확인하였으므로, 본 발명에 따른 방법을 재생된 흡착제의 잔류 수명 확인 방법으로 이용할 수 있다.
- [0063] 이하 본 발명을 실시예에 의해 상세히 설명한다.
- [0064] 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0066] <실시예 1> 제올라이트(Zeolite) 흡착제에 흡착된 휘발성 유기화합물(Volatile Organic Compound: VOC) 분석
- [0067] <1-1> 제올라이트 흡착제에 흡착된 VOC 추출 용액의 제조
- [0068] 제올라이트(Zeolite) 흡착제에 흡착된 휘발성 유기화합물(Volatile Organic Compound: VOC)을 정량하기 위하여, VOC 물질로 톨루엔(Toluene)이 흡착된 제올라이트 흡착제 시료에 추출용매를 가하여 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔을 추출하였다.
- [0069] 구체적으로, 도 1의 모식도와 같이 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액을 제조하기 위하여, 제올라이트를 가로 4 cm × 세로 2 cm의 일정한 크기로 잘라 제올라이트 흡착제 시료를 제작하고, 상기 시료에 VOC 물질로 톨루엔 25 ppm을 분무기를 이용하여 뿌려주어 흡착시킨 후 1시간 정도 건조하여 톨루엔이 흡착된 제올라이트 흡착제 시료를 제작하였다. 상기 시료에서 톨루엔을 추출하기 위해 추출용매로 에탄올 용액 5g이 포함된 시험관에 상기 시료를 넣고 1 내지 2분 동안 voltex로 회전한 후 1시간 동안 실온에서 부유물을 침전시켰다. 그 다음, 잔여 부유물을 제거하기 위해 상기 부유물을 침전시킨 용액을 0.2 μ m 실린지 필터(SP-VG-25-02, 동일시마즈스펙크롬)를 이용하여 필터링하여 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액을 획득하였다.
- [0071] <1-2> 제올라이트 흡착제에 흡착된 VOC 추출 용액의 VOC 정량 분석
- [0072] 상기 실시예 <1-1>에서 제작한 제올라이트 흡착제 시료에 흡착된 톨루엔을 정량하기 위하여, 기체크로마토그래피 분석을 수행하였다.
- [0073] 구체적으로, 상기 실시예 <1-1>에서 획득한 제올라이트 흡착제에 흡착된 톨루엔 추출 용액을 기체크로마토그래프(gas chromatograph: GC)에 2 μ l을 주입하였다. 톨루엔의 정량 분석을 위하여 Agilent Technology사 (Santa

Clara, CA, USA)의 Agilent 6890 GC를 사용하였다. 상기 톨루엔 추출 용액은 10F-GT 10 μ l 실린지를 사용하여 GC에 주입하였다. 분리관은 DB-WAX Ultra Inert (122-7032UI, 길이 30 m, 내경 0.25 mm I.D., 0.25 μ m film thickness)를 사용하였으며, 휘발용 온도 프로그래밍은 초기온도 30℃에서 250℃까지 4℃/분으로 55분 동안 상승시키고 2분간 유지시켜 시료를 분석하였다. 주입량은 2 μ l이고, 순도 99.999%의 수소 가스를 67.8 mL/분의 흐름속도로 흘려주었으며 스플릿 모드 (ratio 55 : 1)로 설정하였다. GC에서 가장 널리 사용되는 검출 방법(flame ionization detector, FID 모드)을 이용하였다. GC 작동 조건을 표 1에 정리하였다.

표 1

파라미터	조건		
분리관	DB-WAX Ultra Inert (122-7032UI, 길이 30 m, 내경 0.25 mm I.D., 0.25 μ m film thickness)		
운반기체	수소 가스, 67.8 mL/분 흐름속도		
입구 모드	스플릿 모드 (ratio 55 : 1)		
주입량	2 μ l		
Acquisition Mode	FID		
eticnt)용매 지연 시간	5.0분		
총 시간	9.50분		
온도프로그래밍	초기 30℃		
#	승온속도(℃/분)	온도(℃)	시간(분)
1	4	30	55

그 결과, 도 2에 나타난 바와 같이, 톨루엔의 크로마토그램의 피크가 머무름 시간 11.158분에서 관찰되었다. 또한, 에탄올의 크로마토그램의 피크와 톨루엔의 크로마토그램의 피크가 명확히 구분됨을 확인하였다.

<실시예 2> 제올라이트 흡착제의 VOC 흡착 및 탈착에 따른 VOC 추출 용액의 VOC 정량 분석을 위한 표준 크로마토그램의 피크 면적(peak area) 측정

제올라이트 흡착제 시료에 흡착된 VOC 물질을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석할 수 있는지 알아보기 위하여, 톨루엔 농도를 달리한 톨루엔 표준 용액을 제작하고 이를 기체크로마토그래피 분석을 수행하여 크로마토그램의 표준 피크 면적(peak area) 값을 측정하였다.

구체적으로, 톨루엔 용액에 대한 기체크로마토그래피의 크로마토그램의 표준 피크 면적(peak area) 값을 얻기 위하여 농도가 1%인 10,000 ppm 톨루엔 용액을 HPLC용 수용액으로 희석하여 톨루엔이 각각 5, 10, 25, 50 및 100 ppm의 농도로 혼합된 톨루엔 표준 용액을 제작하였다. 그 다음, 상기 톨루엔 농도가 상이한 톨루엔 표준 용액 각각을 이용하여 상기 실시예 <1-2>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 기체크로마토그래피 분석을 수행하여 크로마토그램의 피크 면적 값을 측정하고, 톨루엔 농도에 따른 박스 플롯 그래프로 나타내었다.

그 결과, 도 3에 나타난 바와 같이, 톨루엔 표준 용액에 포함된 톨루엔 농도가 높을수록 크로마토그램의 표준 피크 면적 값도 증가하는 것을 확인하였다. 따라서 상기 결과를 통해 VOC 추출 용액을 기체크로마토그래피 분석하고, 이로부터 획득한 크로마토그램의 피크 면적 값을 산출한 후 VOC 표준 용액에 대한 표준 피크 면적 값과 비교하여 제올라이트 흡착제에 흡착된 VOC 흡착량을 정량적으로 측정할 수 있음을 확인하였다.

<실시예 3> 제올라이트 흡착제의 VOC 흡착 및 탈착에 따른 VOC 추출 용액의 VOC 정량 분석

*제올라이트 흡착제 시료에 흡착된 VOC 물질을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석할 수 있는지 알아보기 위하여, 제올라이트 흡착제에서 톨루엔을 흡착 및 탈착한 후 획득한 톨루엔 추출 용액을 이용하여 기체크로마토그래피 분석을 수행하였다.

구체적으로, 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제를 1시간 동안 건조시킨 후 일정한 크기(가로 4 cm 세로 2 cm)로 잘라 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated)를 제작한 후, 상기 실시예 <1-1>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 에탄올 용액을 이용하여 상기 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated)로부터 톨루엔 추출 용액을 제작하였다.

또한, 상기에 기재된 방법과 동일한 방법으로 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제를 노(Furnace)에서 200℃의 온도로 1시간 동안 열처리하여 톨루엔을 탈착한 다음, 일정한 크기(가로 4 cm × 세로 2 cm)로 잘라 재생된 제올라이트 흡착제 시료(recovered)를 제작한 후 상기 실시예 <1-1>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 에

탄을 용액을 이용하여 상기 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered)로부터 톨루엔 추출 용액을 제작하였다.

[0087] 그 다음, 상기 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated)의 톨루엔 추출 용액 및 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered)의 톨루엔 추출 용액 각각을 이용하여 상기 실시예 <1-2>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 기체크로마토그래피 분석을 수행하여 크로마토그램의 피크 면적 값을 측정하였다.

[0088] 그 결과, 도 4에 나타난 바와 같이, 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated)의 톨루엔 추출 용액의 경우 피크 면적 값은 약 1200인 반면, 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered)의 톨루엔 추출 용액의 경우 피크 면적 값이 약 150으로 낮게 나타나므로, 제올라이트 흡착제의 VOC 흡착 및 탈착 상태를 명확히 구분할 수 있음을 확인하였다.

[0090] <실시예 4> 제올라이트 흡착제의 VOC 흡착 및 재생 반복에 따른 VOC 추출 용액의 VOC 정량 분석

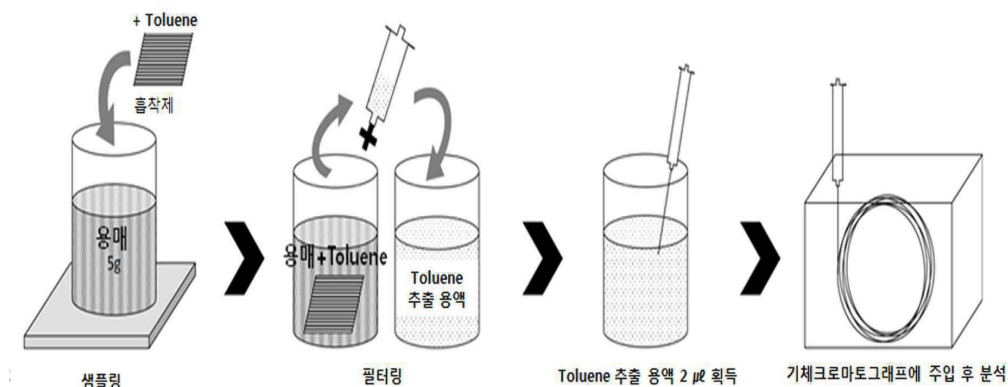
[0091] 제올라이트 흡착제 시료에 흡착된 VOC 물질을 기체크로마토그래피를 이용하여 정량 분석할 수 있는지 알아보기 위하여, 제올라이트 흡착제에서 톨루엔의 흡착 및 탈착을 반복한 후 획득한 톨루엔 추출 용액을 이용하여 기체크로마토그래피 분석을 수행하였다.

[0092] 구체적으로, 상기 <실시예 4>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 톨루엔이 충분히 흡착된 제올라이트 흡착제에 톨루엔을 흡착 및 탈착을 25회 반복하였다. 이 때, 흡착 및 탈착을 1회 반복할 때마다 상기 흡착제를 일정한 크기(가로 4 cm × 세로 2 cm)로 잘라 순환 횟수에 따라 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated) 및 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered) 각각을 획득하고, 상기 실시예 <1-1>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 에탄올 용액으로 추출하여 톨루엔 추출 용액을 제작하였다. 그 다음, 상기 순환 횟수에 따라 흡착된 제올라이트 흡착제 시료(Saturated) 및 재생된 제올라이트 흡착제 시료(Recovered)의 톨루엔 추출 용액 각각을 이용하여 상기 실시예 <1-2>에 기재된 방법과 동일한 방법으로 기체크로마토그래피 분석을 수행하여 크로마토그램의 피크 면적 값을 측정하였다.

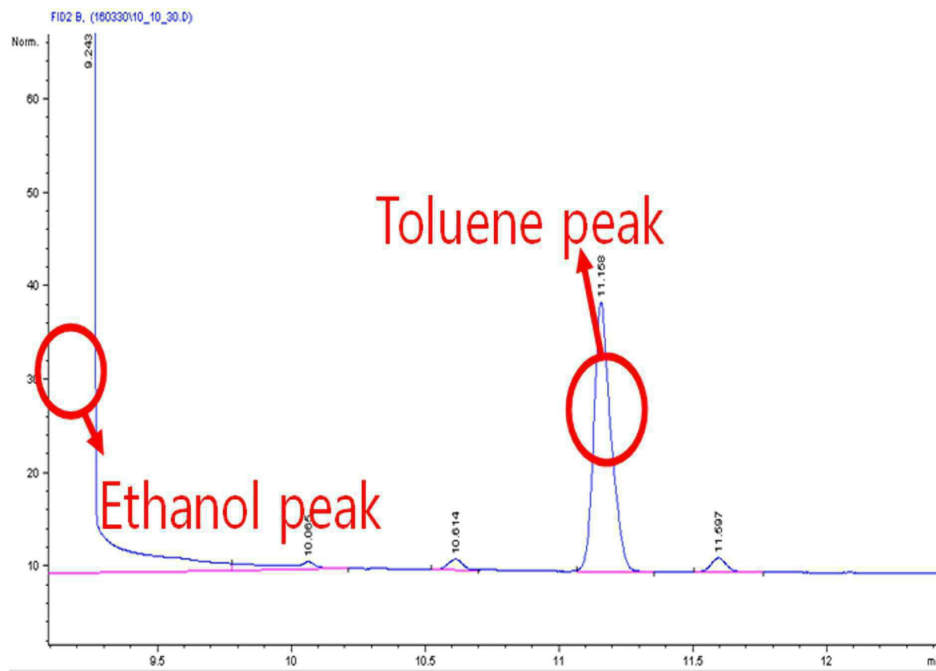
[0093] 그 결과, 도 5에 나타난 바와 같이, 흡착 및 탈착을 반복하는 횟수에 따라 재생된 제올라이트 흡착제 시료의 경우 톨루엔 추출 용액의 크로마토그램의 피크 면적 값이 완전 재생 범위 이하로 나타나 확실한 재생 상태를 보이는 반면, 흡착 및 탈착을 반복하는 횟수에 따라 흡착된 제올라이트 흡착제 시료의 경우 톨루엔 추출 용액의 크로마토그램의 피크 면적 값이 지속적으로 감소하는 것으로 나타남을 확인하였다. 따라서 상기 결과를 반복 사용한 제올라이트 흡착제에서 추출한 VOC 추출 용액을 기체크로마토그래피 분석하고, 이로부터 획득한 크로마토그램의 피크 면적 값을 산출하여 제올라이트 흡착제의 수명을 정량적으로 예측할 수 있음을 확인하였다.

도면

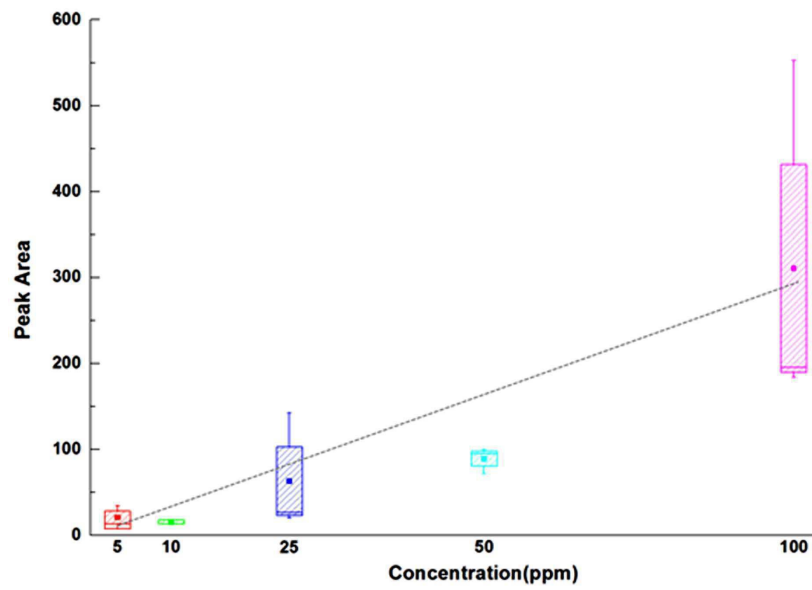
도면1



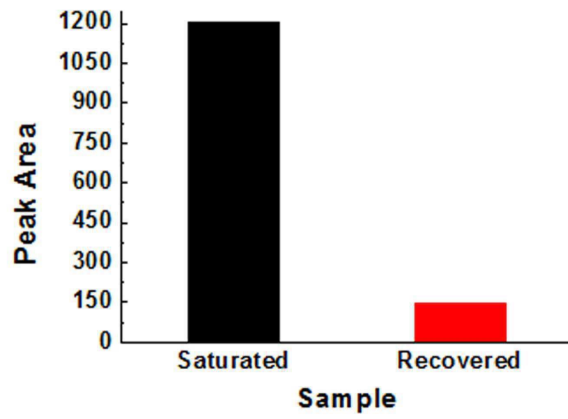
도면2



도면3



도면4



도면5

