

미크로파분해에 의한 페데트론섬유에서 테레프탈산의 회수

송창진, 정철종

데트론섬유는 폴리에틸렌테레프탈라트계섬유로서 세계섬유생산량의 많은 몫을 차지하며 그로 인하여 폐섬유량도 많다. 현재 이런 폐섬유를 분해하여 테레프탈산을 얻어내기 위한 연구가 심화되고있다.[1-3]

우리는 미크로파분해장치를 리용하여 페데트론섬유를 분해하여 섬유속의 분산물감을 제거하고 테레프탈산을 얻기 위한 연구를 하였다.

실 험 방 법

시약으로는 가성소다(공업순), 탄산나트륨(공업순), 에틸알콜(99.5%), 류산(98%), 소금(공업용), 페데트론섬유(청색)를, 기구로는 전자천평(《LIBROR AEL-40SM》), 미크로파분해장치(《MICHEM》), 시차열분석기(《DTA-50》), 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》), 건조로를 리용하였다.

물, 탄산나트륨용액, 가성소다용액, 에틸알콜용액, 가성소다+에틸알콜혼합용액, 카바이드재+소금혼합용액을 분해제로 선택하였다.

분해제와 일정한 비율로 섞은 페데트론섬유와 분해제를 각각 미크로파분해장치에 설치한 다음 분해시간과 분해온도를 설정하고 분해시켰다.

페데트론섬유의 분해률은 섬유를 일정한 조건에서 분해시킨 후 남아있는 섬유의 질량과 초기시료의 질량의 비로 결정하였다.

실험결과 및 고찰

용매의 영향 페데트론섬유량 1g, 고액비 1 : 3의 조건에서 용매에 따르는 데트론섬유의 분해률변화는 표 1과 같다.

표 1. 용매에 따르는 데트론섬유의 분해률변화

분해제	분해제 농도/%	분해 온도/℃	분해 시간/min	분해률/%
물	—	150	15	0.1
탄산나트륨	10	150	15	1.1
가성소다	10	150	15	7.8
에틸알콜	10	150	15	3.2
가성소다+에틸알콜혼액	10+10	150	15	12.1
카바이드재+소금혼액	포화	150	15	0.7

표 1에서 보는바와 같이 가성소다+에틸알콜혼액에서 데트론섬유를 분해시킬 때 분해률이 제일 높다. 그러나 유기용매를 분해제로 리용하는것은 비경제적이므로 우리는 가성소다만을 리용하였다.

가성소다농도에 따르는 데트론섬유의 분해률변화는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 가성소다농도가 짙을수록 데트론섬유의 분해률은 계속 증가하였다. 우리는 가성소다농도를 데트론분해에 충분한 리론량인 10%로 설정하였다.

고액비의 영향 고액비에 따르는 데트론섬유의 분해률변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 고액비가 커질수록 데트론섬유의 분해률은 증가하다가 1 : 6이상에서는 변화가 거의 없다. 따라서 고액비를 1 : 6으로 설정하였다.

분해온도의 영향 데트론섬유의 합리적인 분해온도를 설정하기 위하여 데트론섬유의 열분해특성을 시차열분석기로 고찰하였다.(그림 2)

표 2. 가성소다농도에 따르는 데트론섬유의 분해률변화

가성소다농도/%	분해률/%
5	4.2
10	7.8
15	10.4
20	13.6

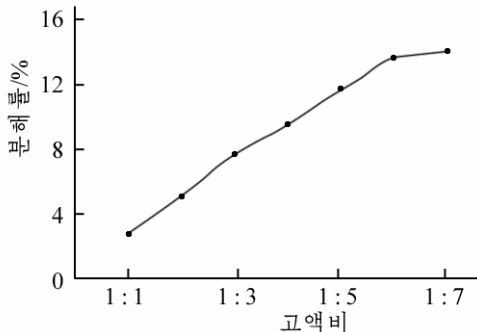


그림 1. 고액비에 따르는 데트론섬유의 분해률변화

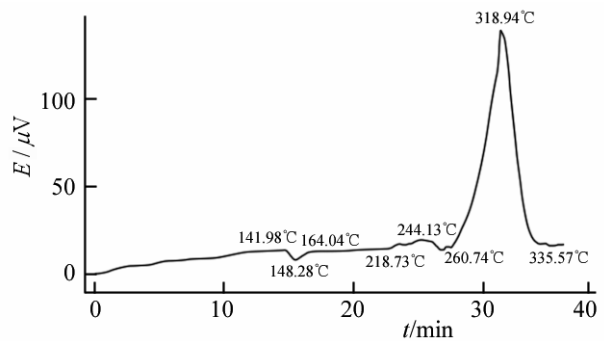


그림 2. 데트론섬유의 열분해특성

그림 2에서 보는바와 같이 140°C근방에서의 흡열봉우리는 섬유의 유리화에 의한것이고 218~260°C에서의 작은 발열봉우리는 물감분자들의 분해에 의한것이며 260°C근방에서의 작은 흡열봉우리는 섬유의 녹음에 의한것이다. 또한 318°C근방에서의 급격한 발열봉우리는 섬유의 기본분해에 의한것이다.

섬유의 열분해특성으로부터 우리는 100~200°C에서 데트론섬유의 분해률을 고찰하였다.(표 3)

표 3에서 보는바와 같이 200°C에서 데트론섬유의 분해률이 제일 크다. 따라서 분해온도를 200°C로 정하였다.

분해시간의 영향 200°C에서 분해시간에 따르는 데트론섬유의 분해률변화는 표 4와 같다.

표 3. 분해온도에 따르는 데트론섬유의 분해률변화

분해온도/°C	분해률/%
100	8.7
120	10.4
150	13.8
170	19.5
200	24.3

표 4. 분해시간에 따르는 데트론섬유의 분해률변화

분해시간/min	분해률/%
3	5.1
6	11.6
9	19.2
12	22.7
15	24.3

표 4에서 보는바와 같이 200℃에서 15min동안 분해시켰을 때 분해률은 24.3%이다.

미크로파분해장치의 설정시간이 15min이므로 200℃에서 섬유를 다시 15min동안 분해시킬 때 분해률은 39.4%이며 3회 반복(45min)할 때 분해률은 52.3%이다.

물감의 분리 테레프탈산은 물에 대한 용해도가 70℃에서 0.01%로서 매우 작으므로 용액에서 흰색의 앙금으로 된다. 이것을 리용하여 우리는 pH조절법으로 약간의 테레프탈산을 생성하여 물감분자를 앙금에 흡착시키는 방법으로 물감을 분리하였다.

표 5. pH에 따르는 물감분자의 분리정도

분해액의 pH	분해액의 색깔	TPA의 손실/%
7.0	검은 누런색	4.7
6.0	약간 검은 누런색	7.6
5.0	누런색	12.3
4.0	약간 누런색	16.4

pH에 따르는 물감의 분리정도는 표 5와 같다.

표 5에서 보는바와 같이 이 방법으로 물감을 완전히 제거할수 없다는것을 알 수 있다.

따라서 우리는 활성탄흡착탑을 리용하여 물감을 분리하였다. 활성탄흡착탑을 통

과시킨 분해액은 맑은 용액이었다. 즉 물감이 전부 분리되었다.

분해액으로부터 테레프탈산의 생성 분해액에 류산을 적하하여 용액의 pH를 2~3정도로 맞추고 24h동안 방치한 다음 침전물과 모액을 분리하였다. 침전물을 건조로에서 건조시켜 IR흡수스펙트르를 측정한 결과 표준시료와 일치하였다.(그림 3)

IR흡수스펙트르에서 기초선이 약간 편차되는것은 분리한 테레프탈산으로부터 수분을 완전히 제거하지 못하였기때문이다.

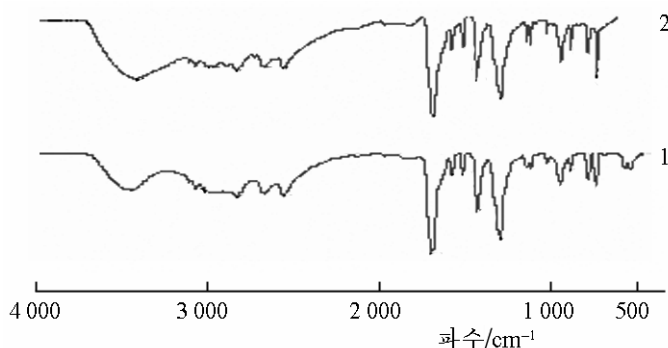


그림 3. 생성물의 IR흡수스펙트르
1-표준시료, 2-생성물

맺 는 말

페테르론섬유에서 테레프탈산을 분리하기 위한 적합한 미크로파분해조건은 다음과 같다. 반응용매 10% 가성소다용액, 고액비 1 : 6, 반응온도 200℃, 반응시간 45min.

이때 페테르론섬유의 분해률은 50%이상이다.

참 고 문 헌

- [1] S. H. Mansour et al.; Polymer Testing, 21, 497, 2002.
- [2] Brunelle Daniel Joseph et al.; EP0798336, 1997.
- [3] A. M. Alabdulrahman et al.; USP 20120223270, 2012.

Recovery of Terephthalic Acid from the Waste Tetron Fiber by Microwave Decomposition

Song Chang Jin, Jong Chol Jong

The suitable conditions of microwave decomposition for separating terephthalic acid from the waste tetron fiber are as follows: the reactive dissolvent is 10% caustic soda, the ratio of solid and liquor is 1 : 6, the reaction temperature is 200°C and the reaction time is 45min.

Under these conditions, the decomposition rate of tetron fiber is up to 50%.

Key words: waste tetron fiber, terephthalic acid, microwave decomposition