



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0098715

(43) 공개일자 2015년08월31일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08B 3/16 (2006.01) C08B 1/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0019914
(22) 출원일자 2014년02월20일
심사청구일자 2014년02월24일

(71) 출원인
한국기술교육대학교 산학협력단
충남 천안시 동남구 병천면 충절로 1600, 내 (한
국기술교육대학교)
(72) 발명자
이건휘
경기 광명시 시청로 139, 102동 403호 (철산동,
우성아파트)
최은진
충북 청원군 오송읍 오송생명1로 152, 804동 130
1호 (오송힐테스하임아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
조영현, 나승택

전체 청구항 수 : 총 6 항

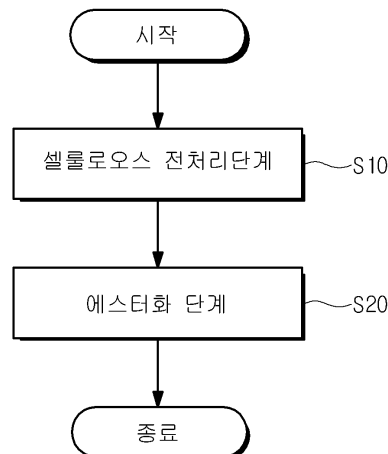
(54) 발명의 명칭 셀룰로오스 에스터화 방법 및 이에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터를 포함하는 투명필름

(57) 요약

[해결과제] 본 발명은 종래와 달리, 하이드록시기를 포함하는 세 종류의 전처리 용매를 순차로 첨가 및 각각 초음파를 조사하여, 셀룰로오스의 표면적을 넓히고, 분산력을 향상할 수 있는 셀룰로오스 전처리 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[해결수단] 상기 목적은 본 발명의 일 실시예에 따라, 셀룰로오스 및 물을 포함하는 분산액에 초음파를 조사하고, 상기 분산액에 알코올을 첨가하여 상기 초음파를 조사한 후, 상기 분산액에 지방산을 더 첨가하여 다시 상기 초음파를 조사하는 셀룰로오스 전처리단계 및 상기 셀룰로오스에 카복실산 및 아세트산 무수물을 첨가한 후 분쇄하여 에스터화반응을 진행하는 에스터화단계를 포함하는 셀룰로오스 에스터화 방법에 의해 달성된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이송이

전북 전주시 완산구 유기전2길 23, 101동 620호 (효자동1가, 대명까치맨션)

장종석

광주 북구 서하로 417, 103동 1207호 (문흥동, 중흥아파트)

박준서

충청북도 청원군 남이면 구미리 103-1

김해리

제주 서귀포시 대정읍 하모항구로 54,

남병욱

충남 아산시 배방읍 호서로 460, 125동 302호 (배방자이1차아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1345214022

부처명 교육부(P13)

연구관리전문기관 한국연구재단(ABX3869)

연구사업명 산학협력선도대학(LINC) 육성(0.5)(53139205005222002256300)

연구과제명 산학협력 선도대학(LINC) 육성사업

기 여 율 1/1

주관기관 한국기술교육대학교 LINC 사업단

연구기간 2013.03.01 ~ 2014.02.28

특허청구의 범위

청구항 1

셀룰로오스 및 물을 포함하는 분산액에 초음파를 조사하고, 상기 분산액에 알코올을 첨가하여 상기 초음파를 조사한 후, 상기 분산액에 지방산을 더 첨가하여 다시 상기 초음파를 조사하는 셀룰로오스 전처리단계; 및

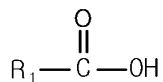
상기 셀룰로오스에 카복실산 및 아세트산 무수물을 첨가한 후 분쇄하여 에스터화반응을 진행하는 에스터화단계;를 포함하는 셀룰로오스 에스터화 방법

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 카복실산은 하기의 [화학식 1]로 표시되는 셀룰로오스 에스터화 방법

[화학식 1]



(상기 [화학식 1]에서 R₁은 탄소수 1 내지 10의 알킬기이다.)

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 에스터화단계의 상기 분쇄는 회전속도가 1000rpm 내지 20000rpm인 분쇄기에 의해 이루어지는 셀룰로오스 에스터화 방법

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 에스터화단계는 10분 내지 60분 동안 상기 에스터화반응이 수행되는 셀룰로오스 에스터화 방법

청구항 5

제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항의 셀룰로오스 에스터화 방법에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터

청구항 6

제 5항의 셀룰로오스 에스터를 포함하는 투명필름

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 셀룰로오스 에스터화 방법 및 이에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터를 포함하는 투명필름에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 종래와 달리 하이드록시기를 가진 세 종류의 전처리 용매를 순차적으로 첨가하고 각각 초음파를 조사하는 단계를 거침으로써, 셀룰로오스의 표면적 및 분산성을 증가시키고, 이를 이용하여 표면장력 및 응집력이 낮은 셀룰로오스 에스터를 제조하는 방법 및 성형성, 투명성이 우수한 투명필름에 관한 것이다.

[0002] 또한 본 발명은 기계화학적 분쇄과정을 거침으로써, 다량의 셀룰로오스 에스터를 제조할 수 있으며, 별도의 반응물 제조단계 고정액 생략되어 공정과정을 단순화 할 수 있고, 제조비용을 절감시킬 수 있는 셀룰로오스 에스터화 방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 셀룰로오스는 지구상에서 가장 다량으로 생산되는 바이오매스로서, 환경 중에서 생분해가 가능하며 우수한 물리적 특성을 가지는 천연고분자이다. 그러나, 셀룰로오스는 단량체인 글루코오스 내 수산기에 의해 분자쇄간 강력한 수소결합으로 결정성이 매우 높아 일반적인 유기용매나 물에 전혀 용해되지 않는 특성을 가진다.
- [0004] 이러한 이유로 셀룰로오스는 가공성을 높이기 위해 셀룰로오스의 수산기를 치환기에 의해 봉쇄하여 수소결합을 약화시켜 결정성을 저하시킨 셀룰로오스 유도체를 사용하는데, 현재 상업적으로 이용되어 있는 셀룰로오스 에스테르의 대표적인 예로서는, 셀룰로오스 아세테이트를 기반으로 셀룰로오스 아세테이트 프로피오네이트, 셀룰로오스 아세테이트 부틸레이트, 셀룰로오스 프탈레이트 등이 있으며, 섬유, 플라스틱, 필러, 도료 등 폭넓은 분야에 이용되고 있다.
- [0005] 그러나, 이들 셀룰로오스 유도체들은 열가소성이 충분치 않고, 그대로 가열 응용시키면서 연화하기 전에 분해 또는 착색을 일으키는 문제점을 안고 있다. 이러한 문제로 인해 셀룰로오스 유도체의 열성형성을 높이기 위해 가소제의 적용이나 셀룰로오스 유도체에 잔류하는 수산기에 지방족 폴리에스테르를 그래프트하는 기술이 제안되어 왔다.
- [0006] 상기의 제조방법에 따르면, 셀룰로오스 유도체들은 셀룰로오스 아세테이트를 기본으로 그래프트 반응을 행한 것으로, 열가소성 셀룰로오스를 제조하기 위해서는 전구체에 해당하는 셀룰로오스 아세테이트의 제조가 선행된다. 전통적으로 셀룰로오스 아세테이트는 불균일계에서 염산이나 황산 등의 촉매 하에서 과량의 무수 아세트산을 투입하여 합성되는데, 이 반응은 환경유해 공정이며, 치환도의 조절이 불가능한 문제점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0007] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제 10-2014-0010789 호
(특허문헌 0002) 한국공개특허 제 10-2011-0075223 호
(특허문헌 0003) 한국 공개특허 특 1992-0007988 호

발명의 내용

해결하려는 과제

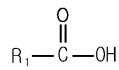
- [0008] 본 발명은 종래와 달리, 하이드록시기를 포함하는 세 종류의 전처리 용매를 순차로 첨가 및 각각 초음파를 조사하여, 셀룰로오스의 표면적을 넓히고, 분산력을 향상할 수 있는 셀룰로오스 전처리 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0009] 또한, 탄소수가 상이한 두 종류의 알킬기로 치환된 무수물을 이용하여 셀룰로오스의 하이드록시기를 에스터기로 치환하여, 수소결합이 낮고, 그로 인해 응집력 및 표면장력이 감소하여 열가소성을 띄며, 성형성이 우수한 셀룰로오스 에스터화 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0010] 아울러, 기계화학적 분쇄과정을 통해, 별도의 반응물 제조과정 없이도 다량의 셀룰로오스를 한 번에 에스터화 반응을 진행하여 공정시간이 단축되고, 제조비용이 절감된 셀룰로오스 에스터화 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0011] 또한, 종래와 달리 셀룰로오스를 용해하기 위해 유기용매를 사용하지 않아 투명성이 향상된 셀룰로오스 에스터를 포함하는 투명필름을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기 목적은 본 발명의 일 실시예에 따라, 셀룰로오스 및 물을 포함하는 분산액에 초음파를 조사하고, 상기 분산액에 알코올을 첨가하여 상기 초음파를 조사한 후, 상기 분산액에 지방산을 더 첨가하여 다시 상기 초음파를 조사하는 셀룰로오스 전처리단계 및 상기 셀룰로오스에 카복실산 및 아세트산 무수물을 첨가한 후 분쇄하여 에스터화반응을 진행하는 에스터화단계를 포함하는 셀룰로오스 에스터화 방법에 의해 달성된다.

[0013] 이때, 상기 카복실산은 하기의 [화학식 1]로 표시되는 에스터화 방법일 수 있다.

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] (상기 [화학식 1]에서 R₁은 탄소수 1 내지 10의 알킬기이다.)

[0017] 상기 에스터화 단계의 상기 분쇄는 회전속도가 1000rpm 내지 20000rpm인 분쇄기에 의해 이루어질 수 있다.

[0018] 또한, 상기 에스터화 단계는 10분 내지 60분 동안 상기 에스터화반응이 수행될 수 있다.

[0019] 아울러, 상기의 목적은 본 발명의 일 실시예에 따라, 셀룰로오스 에스터화 방법에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터 및 그를 포함하는 투명필름에 의해 달성된다.

발명의 효과

[0020] 본 발명에 따르면, 셀룰로오스에 물, 에탄올 및 지방산을 순차로 첨가한 후 각각 초음파를 처리함으로써, 셀룰로오스의 하이드록시기와 상기 용매간 수소결합을 형성하여, 셀룰로오스의 표면적이 넓어지고, 분산력이 향상되는 장점이 있다.

[0021] 또한, 탄소수가 상이한 두 종류의 알킬기로 치환된 무수물을 이용하여 셀룰로오스의 하이드록시기를 에스터기로 치환함으로써, 수소결합력이 낮고, 그로 인해 응집력 및 표면장력이 감소하여 열가소성을 띄는 장점이 있다.

[0022] 아울러, 기계화학적 분쇄과정을 거침으로써, 별도의 반응물 제조공정이 필요 없으며, 다량의 셀룰로오스를 한번에 에스터화 반응을 진행할 수 있어, 공정시간을 단축하고 제조비용을 절감시킬 수 있는 장점이 있다.

[0023] 또한, 셀룰로오스를 용해하기 위해 유기용매를 사용하지 않음으로써, 백색을 띄며 투명성이 향상된 투명필름을 제공할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 셀룰로오스 에스터화 방법을 나타낸 순서도이고,

도 2는 셀룰로오스 표면을 나타낸 SEM 사진이고,

도 3은 실시예 1에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터의 표면을 나타낸 SEM 사진이고,

도 4는 실시예 1 및 비교예 1의 IR-스펙트럼을 나타낸 그래프이고,

도 5는 비교예 1 내지 비교예 2 및 실시예 1 내지 실시예 3의 IR-스펙트럼을 나타낸 그래프이고,

도 6은 도 5 그래프를 확대한 그래프이고,

도 7은 실시예 1, 실시예 4 내지 실시예 6의 IR-스펙트럼을 나타낸 그래프이고,

도 8은 비교예 1 내지 비교예 2 및 실시예 6 내지 실시예 8의 IR-스펙트럼을 나타낸 그래프이고,

도 9 및 도 10은 도 8의 그래프를 확대한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하, 열가소성 셀룰로오스 에스테르 제조방법에 대하여 본 발명의 바람직한 하나의 실시 형태를 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명한다.

[0026] 본 발명의 이점 및 특성, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부된 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라, 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

- [0027] 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성 요소를 지칭한다.
- [0028] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지는 않는다.
- [0029] 먼저, 본 발명의 일 실시예에 따른 셀룰로오스 에스터화 방법에 대하여 상세하게 설명한다.
- [0030] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 셀룰로오스 에스터화 방법을 나타낸 순서도이다.
- [0031] 도 1을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 셀룰로오스 에스터화 방법은 셀룰로오스 전처리단계(S10) 및 에스터화단계(S20)를 포함한다.
- [0032] 셀룰로오스 전처리단계(S10)은 셀룰로오스와 수소결합 형성이 가능한 크기가 다른 용매를 순차로 첨가한 후 각각 초음파를 조사하는 단계로, 셀룰로오스의 반응성 및 분산력을 높이기 위한 단계이다.
- [0033] 상세하게, 상기 셀룰로오스 전처리 단계는 제 1초음파조사단계, 제 2초음파조사단계 및 제 3초음파조사단계를 포함할 수 있다.
- [0034] 제 1초음파 조사단계는 셀룰로오스를 물에 분산시켜 분산액을 제조한 후, 초음파를 조사하는 단계로, 셀룰로오스-셀룰로오스 수소결합을 셀룰로오스-물의 수소결합으로 바꾸어 셀룰로오스의 표면적을 증가시키는 단계이다.
- [0035] 제 1초음파 조사단계는 셀룰로오스를 물에 첨가한 후 교반시켜, 물에 셀룰로오스가 분산된 분산액을 제조하고, 상기 교반을 셀룰로오스가 물에 균일하게 혼합될 때까지 진행하고, 바람직하게는 3분 내지 30분 동안 교반하고, 더 바람직하게는 5분 내지 10분 동안 교반한다.
- [0036] 이때, 물 분자가 셀룰로오스의 당상 구조 사이에 침투하면서, 셀룰로오스의 하이드록시기(-OH)간의 수소결합을 끊고 대신 물 분자와 수소결합을 형성한다.
- [0037] 상기 물 분자와 수소결합을 형성한 셀룰로오스에 초음파를 조사하게 되면, 표면적이 증가된 셀룰로오스의 형태를 고정시킬 수 있다.
- [0038] 이때 초음파는 1분 내지 1시간 동안 조사하고, 바람직하게는 5분 내지 30분 동안 조사하고, 더 바람직하게는 10분 동안 조사한다.
- [0039] 초음파 조사시간이 1분 미만인 경우, 물과 수소결합을 이루고 있는 셀룰로오스의 형태를 유지하기 힘들며, 1시간을 초과하는 경우 셀룰로오스의 물성이 변하고, 공정 시간이 증가하는 문제가 발생하기 때문이다.
- [0040] 제 2초음파 조사단계는 셀룰로오스 및 물을 포함하는 분산액에 에탄올을 첨가한 후 초음파를 조사하는 단계로, 셀룰로오스-셀룰로오스 수소결합 또는 셀룰로오스-물 사이의 수소결합을 셀룰로오스-에탄올 사이의 수소결합으로 바꿈으로써, 셀룰로오스의 표면적을 더 증가시키는 단계이다.
- [0041] 제 2초음파 조사단계는 물에 셀룰로오스가 분산된 분산액에 에탄올을 첨가한 후 교반하며, 상기 교반을 셀룰로오스, 물 및 에탄올이 균일하게 혼합될 때까지 진행하고, 바람직하게는 3분 내지 30분 동안 교반하고, 더 바람직하게는 5분 내지 10분 동안 교반한다.
- [0042] 상기 에탄올 분자와 수소결합을 형성하는 셀룰로오스에 초음파를 조사하고, 이때 초음파는 1분 내지 1시간 동안 조사하고, 바람직하게는 5분 내지 30분 동안 조사하고, 더 바람직하게는 10분 동안 조사하며, 초음파 조사시간이 1분 미만인 경우, 에탄올과 수소결합을 이루고 있는 셀룰로오스의 형태를 유지하기 힘들며, 1시간을 초과하는 경우 셀룰로오스의 물성이 변하고, 공정시간이 증가하는 문제가 발생한다.
- [0043] 제 3초음파 조사단계는 셀룰로오스-에탄올 간 수소결합을 형성하는 분산액에 지방산을 더 첨가한 후 다시 초음파를 조사하는 단계로, 셀룰로오스-에탄올, 셀룰로오스-물 또는 셀룰로오스-셀룰로오스 사이의 수소결합을 셀룰로오스-지방산 사이의 수소결합으로 바꿈으로써, 셀룰로오스의 표면적을 극대화시키는 단계이다.
- [0044] 제 3초음파 조사단계는 셀룰로오스, 물 및 에탄올을 포함하는 분산액에 지방산을 첨가한 후 교반하며, 상기 교반을 셀룰로오스, 물, 에탄올 및 지방산이 균일하게 혼합될 때까지 진행하고, 바람직하게는 3분 내지 30분 동안 교반하고, 더 바람직하게는 5분 내지 10분 동안 교반한다.
- [0045] 상기 지방산 분자와 수소결합이 형성된 셀룰로오스에 초음파를 조사하여 셀룰로오스의 형태를 고정하고, 이때

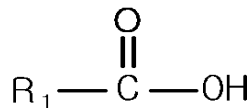
초음파는 1분 내지 1시간 동안 조사하고, 바람직하게는 5분 내지 30분 동안 조사하고, 더 바람직하게는 10분 동안 조사한다. 초음파 조사시간이 1분 미만인 경우, 지방산과 수소결합을 형성하여 표면적이 증대된 셀룰로오스의 형태를 고정할 수 없으며, 1시간을 초과하는 경우 셀룰로오스의 물성 변화 및 제조시간 증가로 인해 제조비용이 증가하는 문제가 발생한다.

[0046] 상기 제 1초음파 조사단계, 제 2초음파 조사단계 또는 제 3초음파 조사단계는 교반 시간이 3분 미만인 경우 균일하게 혼합되지 않는 문제가 있고, 30분을 초과하는 경우 공정시간이 길어짐에 따라 제조비용이 증가하는 문제가 발생하기 때문이다.

[0047] 에스터화단계(S20)는 전처리된 셀룰로오스에 카복실산 및 아세트산 무수물을 첨가한 후 분쇄하여 에스터화 반응을 진행하는 단계로, 종래 사용되던 유색의 유기용매를 사용하지 않고 에스터화 반응을 진행하는 단계이다.

[0048] 이때, 이때, 상기 카복실산은 하기의 [화학식 1]로 표시되는 화합물이며, [화학식 1]에서 R₁은 탄소수 1 내지 10의 알킬기기를 포함하는 카복실산이고, 바람직하게는 아세트산(acetic acid), 부탄산(Butanoic acid), 헥사노익산(Hexanoic acid) 또는 옥타노익산(Octanoic acid)이다.

[0049] [화학식 1]



[0050]

[0051] 에스터화단계(S20)는 촉매를 더 포함할 수 있으며, 상기 촉매는 과염소산(HClO₄)일 수 있다.

[0052] 또한, 에스터화단계(S20)의 상기 분쇄는 회전속도가 1000rpm 내지 20000rpm이고, 바람직하게는 4000rpm 내지 15000rpm이고, 더 바람직하게는 10000rpm인 분쇄기에 의해 진행될 수 있으며, 회전 속도가 1000rpm 미만인 경우 공정시간이 증가하는 문제가 있으며, 20000rpm을 초과하는 경우 제조공정의 위험성이 증가하는 문제가 있기 때문이다.

[0053] 상기와 같이 전처리된 셀룰로오스, 카복실산 및 아세트산 무수물을 혼합하여 분쇄하는 경우 종래와 다르게 카복실산과 아세트산 무수물을 반응시켜 탄소수가 상이한 무수물을 제조하는 별도의 공정이 필요하지 않아 제조과정 단순화로 인해 제조비용이 절감되는 효과가 있다

[0054] 또한, 분쇄기에 의해 기계화학적 방법으로 셀룰로오스 에스터화를 진행하므로, 종래 화학적 방법에 비해 4배 이상의 셀룰로오스를 한 번의 제조공정으로 에스터화 반응을 진행할 수 있는 효과가 있다.

[0055] 이때, 상기 에스터화단계(S20)의 반응시간은 10분 내지 60분이다.

[0056] 에스터화반응에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터를 얻기 위해, 상기 에스터화단계(S20)를 거친 용액을 여과시킨 후 50% 에탄올 400ml로 세척하였으며, 이 과정을 3번 반복하였다. 에탄올로 세척된 셀룰로오스 에스터를 물 400ml로 3번 세척한 후 105℃에서 완전히 건조하는 단계를 추가로 실시할 수 있다.

[0057] 본 발명의 일 실시예에 따른 셀룰로오스 에스터화 방법에 의해 제조된 셀룰로오스 에스터 및 이를 포함하는 투명필름을 제조할 수 있다.

[0058] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 들어 설명한다. 다만, 이는 단지 몇 개의 실시예에 불과할 뿐, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

[0059] 실시예 1

[0060] 600ml에 셀룰로오스 40g을 20분간 분산시킨 후, 10분 동안 초음파를 조사시켜 분산액을 제조하였다. 그 후 상기 분산액에 에탄올 600ml를 첨가한 후 20분 동안 혼합한 후, 10분 동안 초음파를 조사시켰다. 그 후 지방산 600ml를 더 첨가하여 20분 동안 혼합시킨 후 10분 동안 초음파를 조사시켜 셀룰로오스 표면을 전처리하였다. 상기 용액을 여과하여 전처리된 셀룰로오스를 얻고, 이 전처리된 셀룰로오스 40g에 옥타노익산(Octanoic acid) 1.6당량, 아세트산 무수물 1.6당량 및 과염소산(HClO₄) 0.03당량을 혼합하여, 회전속도가 10000rpm인 분쇄기로 60분 동안 분쇄하였다. 이렇게 에스터화반응이 진행되어 제조된 셀룰로오스 에스터 용액을 여과시킨 후 50% 에탄올

400ml로 세척하였으며 이 과정을 3번 반복하였다. 에탄올로 세척된 셀룰로오스 에스터를 물 400ml로 3번 세척한 후 105℃에서 완전히 건조시켜 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0061] 실시예 2

[0062] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 분쇄 속도가 10000rpm인 분쇄기 대신 8000rpm인 분쇄기를 사용하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0063] 실시예 3

[0064] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 분쇄 속도가 10000rpm인 분쇄기 대신 400rpm인 분쇄기를 사용하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0065] 실시예 4

[0066] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 분쇄 반응을 60분 대신 45분 동안 수행하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0067] 실시예 5

[0068] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 분쇄 반응을 60분 대신 30분 동안 수행하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0069] 실시예 6

[0070] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 분쇄 반응을 60분 대신 15분 동안 수행하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0071] 실시예 7

[0072] 상기 실시예 6과 같이 실시하되, 옥타노익산(Octanoic acid) 1.6당량 대신 2당량 사용하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0073] 실시예 8

[0074] 상기 실시예 1과 같이 실시하되, 옥타노익산(Octanoic acid) 1.6당량 대신 2.5당량 사용하여 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0075] 비교예 1

[0076] 전처리하지 않은 셀룰로오스 10g에 농도가 90wt/wt인 디메틸아세트아마이드(DMAc)/염화리튬(LiCl)을 500ml 첨가하여 90℃ 온도에서 30분 동안 혼합하여 혼합액을 제조하였다.

[0077] 또한, 아세트산($C_2H_4O_2$) 2당량, 아세트산무수물 2당량 및 염소산(HC_1O_4) 0.0003당량을 90℃ 온도에서 1시간 동안 혼합하여 반응물을 제조하였다.

[0078] 상기 혼합액과 반응물을 130℃ 온도에서 4시간 동안 반응시켜 셀룰로오스의 에스터화 반응을 진행하였다. 에스터화된 셀룰로오스 용액을 여과시킨 후 50% 에탄올 400ml로 세척하였으며, 이 과정을 3번 반복하였다. 에탄올로 세척된 셀룰로오스 에스터를 물 400ml로 3번 세척한 후 105℃에서 완전히 건조시켜 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

[0079] 비교예 2

[0080] 물 150ml에 셀룰로오스 10g을 5분간 분산시킨 후, 10분 동안 초음파를 조사시켜 제 1초음파조사단계를 진행하여 분산액을 제조하였다. 그 후 상기 분산액에 에탄올 150ml를 첨가한 후 5분 동안 혼합한 후, 10분 동안 초음파를 조사시켜 제 2초음파조사단계를 진행한 후, 지방산을 150ml 더 첨가하여 5분 동안 혼합시킨 후 10분 동안 초음파를 조사시켜 제 3초음파조사단계를 진행하여 셀룰로오스 표면을 전처리하였다. 상기 용액을 여과하여 전처리된 셀룰로오스를 제조하고, 이 전처리된 셀룰로오스 10g에 농도가 9wt/wt인 디메틸아세트아마이드(DMAc)/염화리튬(LiCl)을 500ml 첨가하여 90℃ 온도에서 30분 동안 혼합하여 혼합액을 제조하였다.

[0081] 아세트산(acetic acid) 2당량, 아세트산 무수물 2당량 및 염소산(HC_1O_4) 0.0003당량을 90℃ 온도에서 1시간 동안

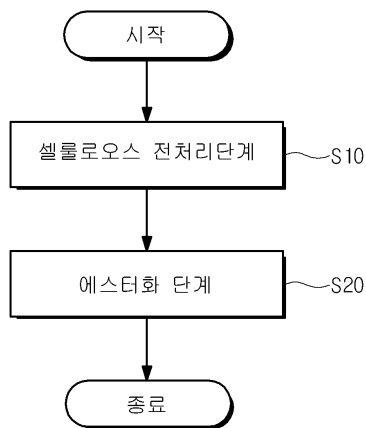
안 혼합하여 반응물을 제조하였다.

[0082] 상기 혼합액과 반응물을 130℃ 온도에서 4시간 동안 반응시켜 셀룰로오스의 에스터화 반응을 진행하였다. 에스터화된 셀룰로오스 용액을 여과시킨 후 50% 에탄올 400ml로 세척하였으며 이 과정을 3번 반복하였다. 에탄올로 세척된 셀룰로오스 에스터를 물 400ml로 3번 세척한 후 105℃에서 완전히 건조시켜 셀룰로오스 에스터를 제조하였다.

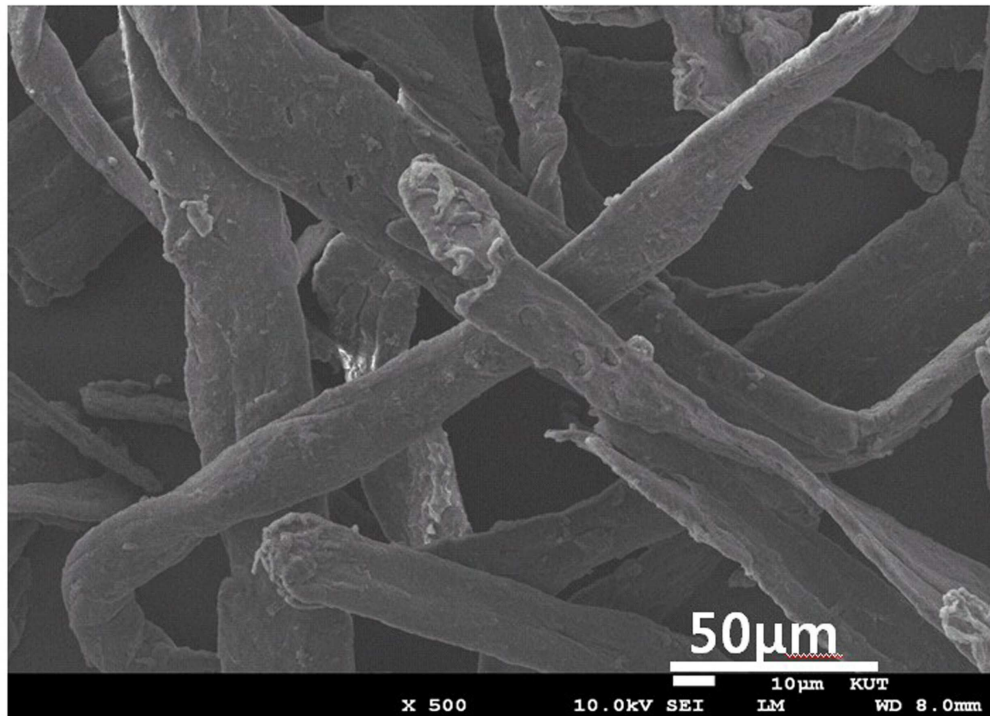
[0083] 이상 본 발명의 바람직한 실시예에 대해서 설명하였지만, 본 발명의 권리범위는 상술한 실시예에 한정되는 것이 아니라, 첨부된 특허청구범위 내에서 다양한 형태의 실시예로 구현될 수 있다. 특허청구범위에서 청구하는 본 발명의 요지를 벗어남이 없이 당해 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가지는 자라면 누구든지 변형 가능한 다양한 범위까지 본 발명의 청구범위 기재의 범위 내에 있는 것으로 본다.

도면

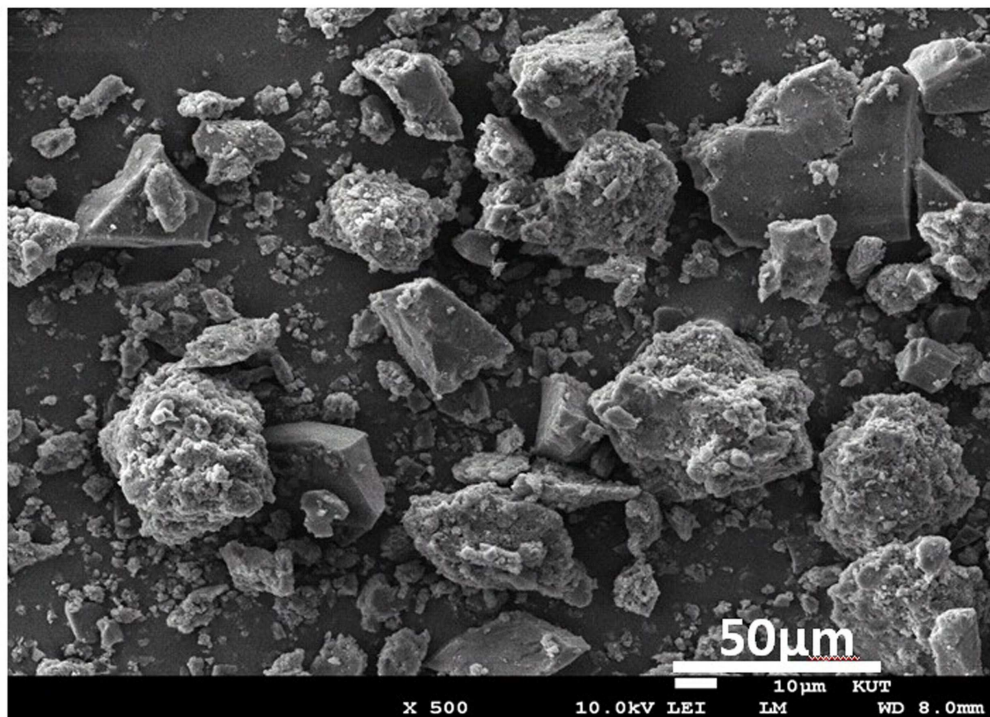
도면1



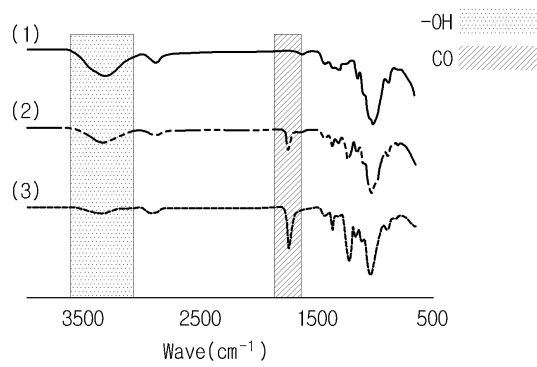
도면2



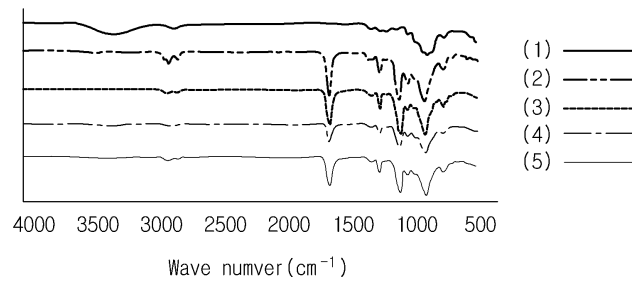
도면3



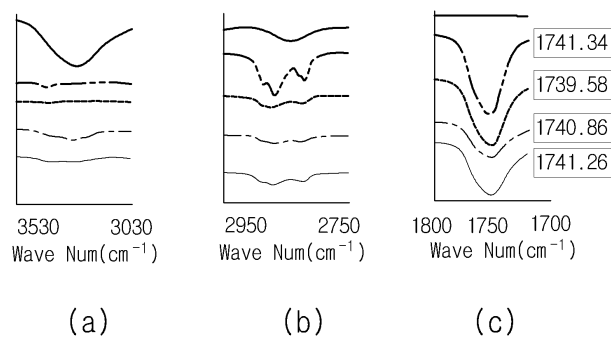
도면4



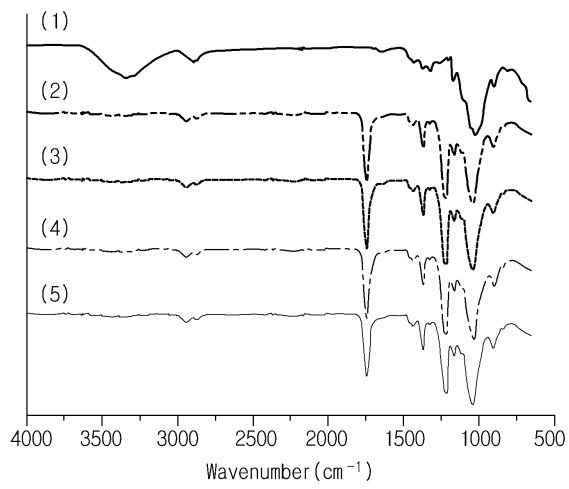
도면5



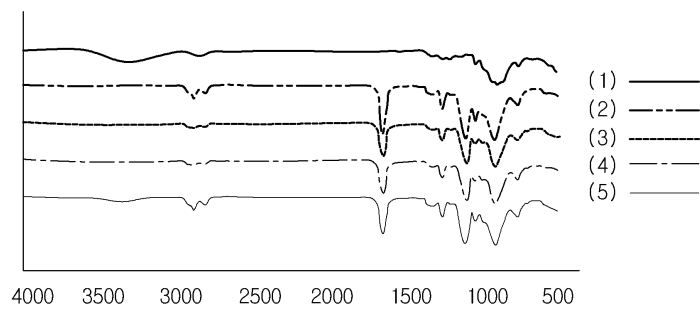
도면6



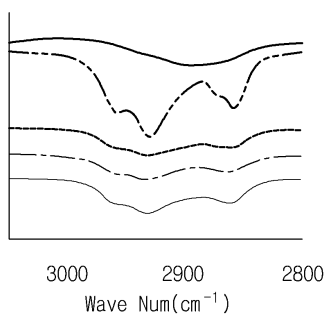
도면7



도면8



도면9



도면10

