

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0050360 (43) 공개일자 2012년05월18일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08J 7/06 (2006.01) C08J 5/18 (2006.01) C08L 1/02 (2006.01) C08K 3/22 (2006.01) (21) 출원번호 10-2010-0111811 (22) 출원일자 2010년11월10일 심사청구일자 없음	(71) 출원인 인하대학교 산학협력단 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동) (72) 발명자 김재환 인천광역시 연수구 원인제로 81, 101동 101호 (동춘동, 럭키아파트) (74) 대리인 특허법인세신

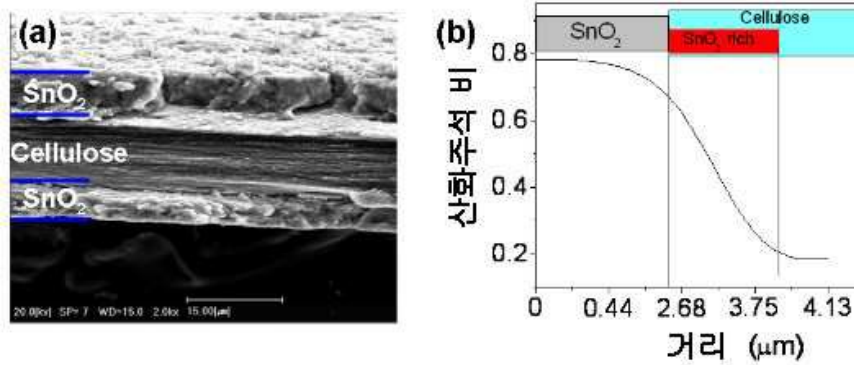
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 산화주석-셀룰로오스 나노복합재 및 이의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 재생 셀룰로오스 필름 표면에 산화주석을 생성하여 생분해성, 생적합성, 유연성, 높은 전기전도도의 기능성 산화주석-셀룰로오스 하이브리드 나노복합재 및 이의 제조기술을 포함한다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

재생 셀룰로오스 필름; 및

상기 재생 셀룰로오스 필름상에 형성되고 산화주석 나노입자로 이루어지는 산화주석 코팅층을 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석-셀룰로오스 나노복합재.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 산화주석 코팅층 연속적으로 상기 재생 셀룰로오스 필름의 표면과 표피속에 형성되는 것을 특징으로 하는 산화주석-셀룰로오스 나노복합재.

청구항 3

재생 셀룰로오스 필름을 제공하는 단계; 및

상기 재생 셀룰로오스 필름상에 산화주석 나노입자로 이루어지는 산화주석 코팅층을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화주석-셀룰로오스 나노복합재의 제조 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 산화주석 코팅층을 형성하는 단계는 불소화주석 (SnF_2)을 증류수와 90°C 에 1-15mm 사이의 농도로 섞은 후 재생셀룰로오스 필름을 넣고 3 내지 24시간동안 교반하는 것을 포함하는 산화주석-셀룰로오스 나노복합재의 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 산화주석 코팅층 연속적으로 상기 재생 셀룰로오스 필름의 표면과 표피속에 형성되는 것을 특징으로 하는 산화주석-셀룰로오스 나노복합재의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 산화주석-셀룰로오스 나노복합재 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 유기물과 무기물로 이루어진 하이브리드(hybrid) 나노복합재는 새로운 개념의 기능성 나노복합재로서 유기물과 유기물의 특성을 모두 살림으로서 광학적 특성을 향상시키거나 열적특성, 기계적 특성을 개선할 수 있어서 유연 바이오센서, 식품감지센서, 온습도센서, 유연디스플레이, 염료감응 태양광 등 그 응용분야가 매우 넓다. 이러한 유기물-무기물 하이브리드 나노복합재는 유연하고 경량이며 가격이 저렴하고 충격에 부서지지 않는 특징이 있다.

[0003] 최근에는 무기물 나노입자나 나노파이버가 첨가된 고분자 복합재료가 개발되고 있다. 그러나 이러한 나노입자나 나노파이버를 복합재료 필름이나 종이로 만들려면 나노파이버를 직조하거나 나노입자를 다시 필름 형태로 제조해야 하는데 이렇게 하는 과정에서 재료의 성질이 변할 수 있으며 제조비용도 비싸다.

[0004] 하지만, 상기한 바와 같이 지금까지 연구된 유기물-무기물 하이브리드 나노복합재는 가격이 비싸고 제조방법이 어려우며 생분해성이 없으므로 산업폐기물이 발생하는 단점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명은 상술한 유기물-무기물 하이브리드 나노복합재가 갖고 있는 문제점을 해결하기 위한 것으로 재생셀룰

로오스의 생분해성, 생적합성, 저가격, 제조용이성, 유연성을 살리면서 산화주석을 첨가하여 전기전도도, 광학적 특성을 향상하고 가격이 저렴한 하이브리드 나노복합재 및 이의 제조 방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0006] 본 발명의 일 측면에 따른 산화주석-셀룰로오스 나노복합재는
- [0007] 재생 셀룰로오스 필름; 및
- [0008] 상기 재생 셀룰로오스 필름상에 형성되고 산화주석 나노입자로 이루어지는 산화주석 코팅층을 포함한다.
- [0009] 바람직하게는, 상기 산화주석 코팅층 연속적으로 상기 재생 셀룰로오스 필름의 표면과 표피속에 형성된다.
- [0010] 본 발명의 다른 측면에 따른 산화주석-셀룰로오스 나노복합재는
- [0011] 재생 셀룰로오스 필름을 제공하는 단계; 및
- [0012] 상기 재생 셀룰로오스 필름상에 산화주석 나노입자로 이루어지는 산화주석 코팅층을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0013] 바람직하게는, 상기 산화주석 코팅층을 형성하는 단계는 불소산화주석 (SnF_2)을 증류수와 90°C 에 1-15mM 사이의 농도로 섞은 후 재생셀룰로오스 필름을 넣고 3 내지 24시간동안 교반하는 것을 포함한다.
- [0014] 바람직하게는, 상기 산화주석 코팅층은 연속적으로 상기 재생 셀룰로오스 필름의 표면과 표피속에 형성된다.

발명의 효과

- [0015] 지금까지 유기물-무기물 하이브리드 나노복합재는 가격이 비싸며 특히 생분해성이 없으므로 산업폐기물이 발생하는 단점이 있다. 본 발명은 이러한 단점을 보완하게 되므로 더욱 다양한 분야에 사용될 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 재생 셀룰로오스에 산화주석을 생성하는 과정을 나타낸다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 산화주석-셀룰로오스 하이브리드 나노복합재 단면의 주사현미경 사진 (a) 및 산화주석 층 분석 그래프 (b)를 나타낸다
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 산화주석-셀룰로오스 하이브리드 나노복합재의 산화주석 생성시간에 따른 열무게분석(Thermogravimetric Analysis)의 결과를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 재생 셀룰로오스는 생분해성, 생적합성, 유연성, 광학적 투명성 그리고 저가격의 특성이 있다. 한편, 산화주석은 광학적으로 투명한 전기전도체로서 밴드갭(band gap)이 상온에서 3.6eV 로 넓어서 가스센서, 광학장치, 리튬 건전지 등에 많이 쓰인다. 따라서 재생셀룰로오스 필름과 산화주석의 하이브리드 나노복합재는 재생 셀룰로오스 필름의 장점과 산화주석의 전기적 특성 및 기능성을 함께 살리는 새로운 재료로서 제조방법이 용이하다.
- [0018] 본 발명은 재생셀룰로오스에 산화주석나노입자를 코팅하여 생분해성, 생적합성, 저가격, 제조용이성, 유연성을 가지는 기능성 하이브리드 나노복합재 및 이의 제조 방법에 대한 것이다.
- [0019] 자연의 나무나 식물에 존재하는 파이버는 셀룰로오스, 리그닌, 헤미셀룰로오스로 구성되어 있다. 셀룰로오스는 자연에서 매년 약 1500억 톤이 생산되고 있으며 자연계에 존재하는 가장 풍부한 유기물 질이다. 셀룰로오스는 일반적인 용매에 녹지 않는 특성이 있어 수산화나트륨, 황산, N,N'-dimethylacetamide (DMAc), N-methylmorpholine-N-oxide (NMMO) 등의 용매를 사용하여 셀룰로오스를 녹여 가공을 하고 있다. 재생셀룰로오스는 셀룰로오스 펄프를 LiCl과 섞은 후 약 110°C 로 한 시간 가량 가열하고, LiCl을 DMAc에 녹인 용액을 위에서 처리된 셀룰로오스 펄프와 같이 섞은 후 155°C 로 가열 후 40°C 로 두 시간 정도 냉각한다. 이렇게 만든 투명한 셀룰로오스 용액을 테이프 캐스팅한 후 증류수와 아이소프로필 알코올을 섞은 용액에 담가서 DMAc와 LiCl 용매를 빼냄으로서 재생 셀룰로오스 필름을 만든다.
- [0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 재생 셀룰로오스 표면에서 산화주석의 생성과정을 나타낸다.
- [0021] 불소산화주석 (SnF_2)를 증류수와 90°C 에 1-15mM 사이의 농도로 섞은 후 재생셀룰로오스 필름을 넣고 3내지 24시간동안 교반한다. 이 때 용액은 6시간 간격으로 새로운 용액으로 교체한다. 이 과정 속에서 산화주석은 연속적

으로 재생셀룰로오스의 표면과 표피속에서 생성되게 된다. 산화주석이 코팅된 재생 셀룰로오스 필름은 증류수로 씻은 후 상온에서 건조한다.

[0022] 용액 속에서 산화주석(SnO_2)이 생성되는 과정은 먼저 용액속에 있는 SnF_2 가 $\text{SnF}(\text{OH})$ 로 재생셀룰로오스 표면에서 먼저 생성되고 이것이 $\text{Sn}(\text{II})$ hydroxide로 변형된 후 열가수분해(thermal hydrolysis)에 의해서 산화주석으로 바뀐다.

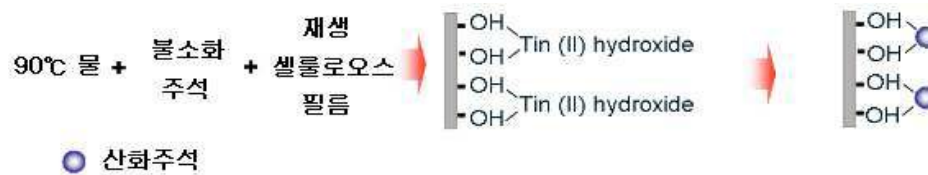
[0023] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 산화주석-셀룰로오스 나노복합재 단면의 전자현미경 사진의 일례를 나타낸다. 산화주석층이 균일하게 재생셀룰로오스 필름 상에 생성된 것을 볼 수 있다.

[0024] X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)에 의하면 약 2.6mm까지는 산화주석층이 일정하게 생성되어 있고 약 4.0mm까지 점진적으로 변화하는 것을 알 수 있다. 즉, 산화주석은 재생셀룰로오스 표면에서 층을 이루고 셀룰로오스 표피층 아래에 어느 정도 침투하여 생성되는 것을 알 수 있다.

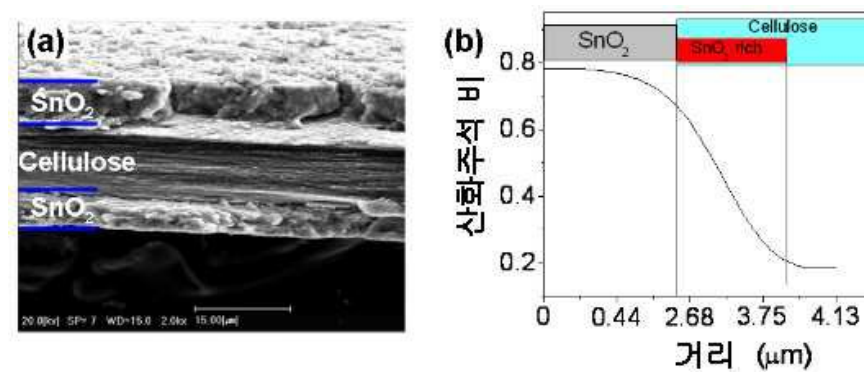
[0025] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 산화주석-셀룰로오스 하이브리드 나노복합재의 산화주석 생성시간에 따른 열무게분석(Thermogravimetric Analysis)의 결과를 나타낸다. 본 발명의 나노복합재는 약 310°C 이상까지 잘 견딜 수 있음을 알 수 있다. 한편 전기전도도를 측정한 결과 최대 0.5 S/m 가 나온다. 이는 충분한 산화주석층이 형성되었기 때문이다. 또한 본 발명의 나노복합재는 유연하고 생분해성과 생적합성이 있다.

도면

도면1



도면2



도면3

