



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0164096
(43) 공개일자 2022년12월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C04B 40/06 (2006.01) C04B 14/28 (2006.01)
C04B 22/00 (2006.01) C04B 22/06 (2006.01)
C04B 24/00 (2006.01) C04B 24/06 (2006.01)
C04B 24/08 (2006.01) C04B 41/00 (2006.01)
C04B 41/45 (2006.01) C04B 41/48 (2006.01)
C04B 41/50 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C04B 40/0675 (2013.01)
C04B 14/28 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0071914

(22) 출원일자 2021년06월03일

심사청구일자 2021년06월03일

(71) 출원인

고려대학교 산학협력단

서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)

(주)모든피씨산업

서울특별시 강서구 마곡중앙6로 21, 820호(마곡동, 이너매스마곡)

(72) 발명자

박우준

서울특별시 강남구 언주로 420, 101동 2105호 (역삼동, 역삼자이아파트)

손용준

서울특별시 성북구 고려대로13길 26, 204호 (안암동2가)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 남앤남

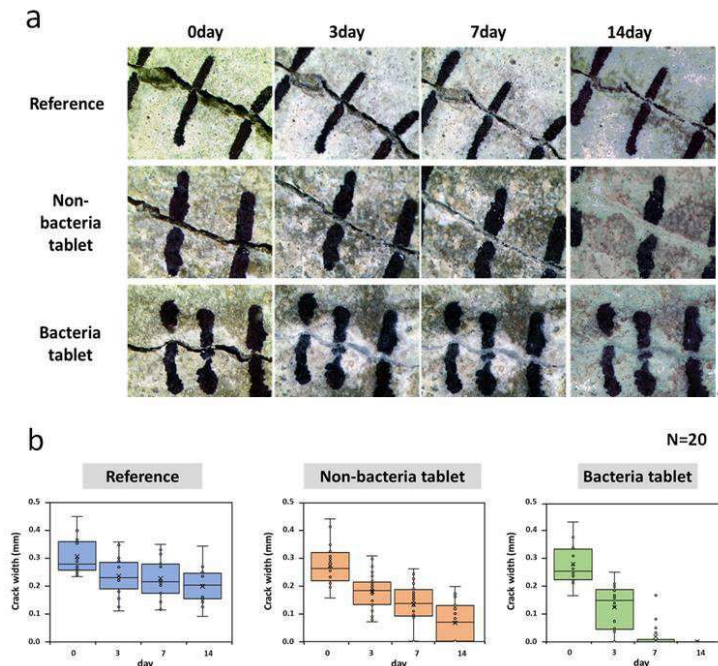
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 친환경 자기치유 성능을 갖는 태블릿 형태의 시멘트 또는 콘크리트용 조성물

(57) 요약

본 발명은 자기치유 성능을 갖는 태블릿 형태의 시멘트 또는 콘크리트용 조성물; 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물; 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물; 지반 강화용 조성물; 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법; 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법; 및 자기치유 (뒷면에 계속)

대표도 - 도8



성능을 갖는 태블릿 형태의 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물은 견고한 담체 내에 탄산칼슘 형성능을 갖는 박테리아를 혼입함으로써 박테리아가 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있으며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는바, 콘크리트 구조물의 보수 및 보강에 유용하게 사용될 있다. 특히, 본 발명의 조성물은 해양 폐기물과 농업 부산물을 이용함으로써, 자기치유 소재의 생산 단가를 낮추고 친환경적인 이점을 갖는다.

(52) CPC특허분류

C04B 22/0006 (2013.01)

C04B 22/06 (2013.01)

C04B 24/001 (2013.01)

C04B 24/085 (2013.01)

C04B 41/009 (2013.01)

C04B 41/4552 (2013.01)

C04B 41/4598 (2013.01)

C04B 41/4803 (2013.01)

C04B 41/5035 (2013.01)

우동현

경기도 화성시 동탄기흥로 479-12, 801동 2404호
(오산동, 동탄역 반도유보라 아이비파크6.0)

(72) 발명자

민지현

서울특별시 동대문구 약령사로 6, 302호 (제기동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1615011801

과제번호 158976

부처명 국토교통부

과제관리(전문)기관명 국토교통과학기술진흥원

연구사업명 건설기술연구(R&D)

연구과제명 자기치유형 친환경 콘크리트 기술 개발 2단계

기 여 율 1/1

과제수행기관명 성균관대학교산학협력단

연구기간 2021.01.01 ~ 2021.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 미생물은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물 또는 이의 배양물인 것을 특징으로 하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 조성물은 태블릿(tablet) 형태인 것을 특징으로 하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물.

청구항 4

미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물.

청구항 5

미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물.

청구항 6

미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 지반 강화용 조성물.

청구항 7

제1항의 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법.

청구항 8

제1항의 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법.

청구항 9

- a) 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 미생물을 배양하는 단계;
- b) 미생물의 배양액을 원심분리하여 미생물 및 대두박이 함유된 침전물을 수득하는 단계;
- c) 침전물을 건조시킨 후 분쇄하여 분말화시키는 단계; 및
- d) 침전물에 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 혼합한 후 압력을 가하여 타정하는 단계를 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 미생물은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물인 것을 특징으로 하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 조성물은 태블릿(tablet) 형태인 것을 특징으로 하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자기치유 성능을 갖는 태블릿 형태의 시멘트 또는 콘크리트용 조성물; 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물; 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물; 지반 강화용 조성물; 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법; 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법; 및 자기치유 성능을 갖는 태블릿 형태의 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 자기치유 콘크리트란 인간의 개입 없이도 매트릭스에 발생한 균열을 스스로 메울 수 있는 콘크리트를 말한다. 콘크리트는 시공성과 내구성, 강도가 우수하여 세계적으로 가장 많이 사용되는 건축 재료이지만, 높은 압축강도에 비해 상대적으로 취약한 인장강도를 갖는 특징 등으로 인해 콘크리트 내 미세한 균열은 필연적으로 발생하게 된다. 콘크리트 구조물에 균열이 발생하면 탄산염, 염화이온, 황산염과 같은 외부 오염물질이 침투하여 콘크리트의 열화 및 부식 과정을 촉진할 수 있다. 탄산염의 경우 주로 빗물에 용해된 채로 콘크리트 매트릭스 내부로 침투하게 되는데, 그 결과 수산화칼슘과 반응하여 탄산칼슘으로 침적된다. 이 과정은 중성화(neutralization)라고 하는데, 철근 부식이라는 후속 문제를 발생시킨다. 본래 경화된 콘크리트는 시멘트의 수화 산물인 수산화칼슘의 영향으로 pH 12~13의 강알칼리성을 나타내고, 이 높은 알칼리도는 내장된 철근 등 보강재를 부식으로부터 보호한다. 패시브 레이어(passive layer)라고도 하는, 철근 주위에 형성된 얇은 산화철 피막은 강철과 그 주변을 둘러싼 콘크리트 사이의 이온 이동성을 크게 감소시킴으로써 철근을 보호한다. 그러나 지속해서 중성화된 콘크리트는 결국 알칼리성을 상실하게 되고, 철근은 외부 오염물질, 특히 염화이온에 의해 부식될 위험이 커진다.

[0003] 자기치유 콘크리트 기술은 초기 균열의 확산을 방지함으로써 구조물의 내구성 하락을 방지할 수 있다. 또한, 공학적 관점에서뿐만 아니라 경제적 관점에서도 이점을 가질 수 있다. 콘크리트 구조물의 연간 유지 보수 및 수리에 소모되는 비용은 전체 건축 산업에 소비되는 비용의 30~50%를 차지하는데, 자기치유가 가능한 구조물은 균열의 탐지 및 보수에 소요되는 시간과 인건비를 절감시킬 수 있다. 이러한 자기치유 콘크리트의 기능은 특히 접근이 쉽지 않은 곳에 설치된 구조물(지하 전력구, 원자력 발전소 등)에 적용될 필요가 있다.

[0004] 박테리아를 활용한 자기치유 콘크리트(bacterial self-healing concrete)는 박테리아에 의한 생체광물형성(bio-mineralization) 작용을 이용하여 균열을 스스로 치유한다. 박테리아는 대사작용(호흡, 요소 가수분해 등)을 통해 세포 외부에 탄산칼슘을 침적시킬 수 있는데, 이러한 탄산칼슘 기반 균열 치유 작용은 시멘트 대체 재료(supplements cement materials), 결정 촉진제, 팽윤제, 팽창제 등의 무기계 혼합재료를 활용하는 콘크리트 자기치유 시스템과 비교하면 환경 친화적이며, 콘크리트 성분과의 호환성이 높다는 장점이 있다. 또한, 박테리아는 균열 보수 후에도 그 자리에 포자화되어 동면 상태로 위치할 수 있으며, 따라서 한 번 치유된 위치에 균열이 다시 발생하였을 때 발아하여 활동함으로써 균열 자기치유 효과를 보일 수 있다.

[0005] 한편, 박테리아가 콘크리트에 직접 혼입될 경우 생존율이 급격하게 하락되는데, 그 이유는 콘크리트 매트릭스가 지속적인 수화과정을 거치면서 내부구조가 조밀해지고, 결국 박테리아는 외부 압력에 의해 사멸된다. 구체적으로, 재령 28일 차 콘크리트 공극 크기는 1 μ m 미만이고, 반면 박테리아의 크기는 대부분 1~4 μ m에 이르기 때문이다. 또한, 유효성분으로 영양분과 칼슘원을 직접 혼입해야 하는데, 이들의 당 성분과 칼슘원은 시멘트 입자의 수화를 방해하여 응결 및 경화를 억제하고, 압축강도 발달을 저해할 가능성도 있으며, 워커빌리티

(workability)감소로 시공성과 작업성이 저해된다.

[0006] 이를 방지하기 위해 콘크리트 구조물 내 박테리아와 영양분을 혼입할 시 담체(carrier)에 고정된 후 콘크리트에 혼입한다. 담체란 박테리아가 콘크리트의 혼합 및 제조과정, 그리고 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주어 박테리아의 생존율을 증가시킨다. 또한, 워커빌리티를 증가시켜 콘크리트의 시공성과 작업성을 증가시켜준다. 이러한 담체는 콘크리트 자체의 물성에 부정적인 영향이 전혀 없으면서 충분한 수의 박테리아와 영양분을 고정시킬 수 있어야 한다. 그러나 아직 콘크리트의 압축강도 등에 부정적인 영향이 전혀 없으면서도 실용화가 가능할 만큼 충분히 경제적인 담체는 개발되지 않은 상황이다.

[0007] 본 발명자들은 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 크게 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 압축형 자기치유 소재를 개발하였으며, 상기 압축형 자기치유 소재를 실제 콘크리트 구조물에 적용하는 경우 균열 발생시 우수한 자기치유 활성을 보이는 것을 확인한 바, 이에 기초하여 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-2019-0105982호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 따라서 본 발명의 목적은 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은, 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물을 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 다른 목적은, 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물을 제공하는 것이다.

[0012] 본 발명의 또 다른 목적은, 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 자기치유 성능을 갖는 지반 강화용 조성물을 제공하는 것이다.

[0013] 본 발명의 또 다른 목적은, 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법을 제공하는 것이다.

[0014] 본 발명의 또 다른 목적은, 상기 조성물을 이용한 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법을 제공하는 것이다.

[0015] 본 발명의 또 다른 목적은, 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있도록 도움을 주며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는 태블릿 형태의 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기과 같은 본 발명의 목적을 달성하기 위해서,

[0017] 본 발명은 미생물, 대두박, 굴패각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젯산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물을 제공한다.

- [0018] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 미생물은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물 또는 이의 배양물일 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 조성물은 태블릿(tablet) 형태일 수 있다.
- [0020] 또한, 본 발명은 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물을 제공한다.
- [0021] 또한, 본 발명은 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물을 제공한다.
- [0022] 또한, 본 발명은 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 지반 강화용 조성물을 제공한다.
- [0023] 또한, 본 발명은 상기 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법을 제공한다.
- [0024] 또한, 본 발명은 상기 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법을 제공한다.
- [0025] 또한, 본 발명은 a) 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 미생물을 배양하는 단계; b) 미생물의 배양액을 원심분리하여 미생물 및 대두박이 함유된 침전물을 수득하는 단계; c) 침전물을 건조시킨 후 분쇄하여 분말화시키는 단계; 및 d) 침전물에 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 혼합한 후 압력을 가하여 타정하는 단계를 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법을 제공한다.
- [0026] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 미생물은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물 또는 이의 배양물일 수 있다.
- [0027] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 조성물은 태블릿(tablet) 형태일 수 있다.

발명의 효과

- [0028] 본 발명에 따른 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물은 견고한 담체 내에 탄산칼슘 형성능을 갖는 박테리아를 혼입함으로써 박테리아가 콘크리트 내부에서의 압력을 견딜 수 있으며, 이와 더불어 박테리아의 먹이원을 포함함으로써 박테리아의 생존율을 증가시킬 수 있는바, 콘크리트 구조물의 보수 및 보강에 유용하게 사용될 있다. 특히, 본 발명의 조성물은 해양 폐기물과 농업 부산물을 이용함으로써, 자기치유 소재의 생산 단가를 낮추고 친환경적인 이점을 갖는다.

도면의 간단한 설명

- [0029] 도 1은 본 발명의 압축형 자기치유 소재에 혼입되는 대두박 포함 균주 배양물의 건조 전·후 사진이다(a: 건조 전, b: 건조 후).
- 도 2는 단발 타정기를 이용하여 생산된 본 발명의 압축형 자기치유 소재 사진이다.
- 도 3은 본 발명의 압축형 자기치유 소재의 경도 및 밀도를 측정하여 그래프로 나타낸 것이다(a: 경도, b: 밀도).
- 도 4는 본 발명의 압축형 자기치유 소재 내 박테리아 포자의 양을 측정하여 그래프로 나타낸 것이다.
- 도 5는 본 발명의 압축형 자기치유 소재를 강알칼리 조건(pH 12로 맞춘 증류수)에서 12시간 경과에 따른 형상유지를 확인한 사진이다.
- 도 6은 본 발명의 압축형 자기치유 소재 내 박테리아 포자 존재 유무를 SEM/EDX 분석을 통해 확인한 결과이다.
- 도 7은 모르타르 시편 내 본 발명의 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 압축강도를 비교한 결과이다.
- 도 8은 모르타르 시편 내 본 발명의 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 균열 유도 후 시간경과별(0일, 3일, 7일, 14일) 균열폭 변화를 확인한 결과이다(a: 실체 현미경 사진, b: 균열폭을 측정하여 그래프로 나타

냄).

도 9는 본 발명의 압축형 자기치유 소재의 모르타르 내에서 형상 유지를 확인한 사진이다.

도 10은 모르타르 시편 내 본 발명의 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 균열 유도 후 시간경과별 투수 감소를 비교한 결과이다(a: referece, b: Non-bacteria tablet, c: Bacteria tablet).

도 11은 본 발명의 압축형 자기치유 소재 혼입하여 제조한 모르타르 시편에서 균열 내 발생한 탄산칼슘 석출능을 확인한 결과로, a,b 내지 c는 주사전자현미경 사진을 나타낸 것이고, d 및 e는 형성된 탄산칼슘 EDX 분석을 통해 확인한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0030] 본 발명은 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리стал린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물을 제공한다.
- [0031] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 미생물은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물 또는 이의 배양물일 수 있으며, 상기 배양물은 배양물의 농축물 및 배양물의 건조물을 모두 포함하는 개념이다.
- [0032] 본 발명의 일 구체예에서, 상기 미생물은 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물일 수 있다.
- [0033] 상기 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물은 라이시니바실러스 속, 바실러스 속 또는 이들의 혼합 균주일 수 있다.
- [0034] 자세하게는, 상기 라이시니바실러스 속 균주는 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11(*Lysinibacillus boronitolerans* YS11, KACC 81048BP)일 수 있으며, 상기 바실러스 속 균주는 바실러스 미스칸씨 AK13(*Bacillus miscalanthi* AK13, KACC 81070BP), 바실러스 리체니포르미스(*Bacillus licheniformis* ATCC 9789), 바실러스 스파에리쿠스 NZRM 4381(*Bacillus sphaericus* NZRM 4381)등을 예시할 수 있으나, 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물이라면 특별히 그 종류를 한정하는 것은 아니다.
- [0035] 본 발명의 다른 구체예에서, 상기 미생물은 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물로서 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11균주(기탁번호 KACC 81048BP) 및 바실러스 미스칸씨 AK13 균주(기탁번호 KACC 81070BP)의 혼합물 또는 두 균주의 혼합 배양물일 수 있다.
- [0036] 상기 미생물은 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 3 내지 10중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 3 내지 7중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 3 내지 5중량%로 포함될 수 있다.
- [0037] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 대두박은 담체 내 박테리아의 영양분으로 사용될 수 있다. 일반적으로 박테리아 배양 시 영양분으로 효모추출물을 사용하고 있으나, 본 발명에서는 효모추출물을 농업부산물인 대두박으로 대체하였다.
- [0038] 상기 대두박은 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 1 내지 5중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 2 내지 5중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 2 내지 3중량%로 포함될 수 있다.
- [0039] 농업부산물은 농산물 가공 과정에서 발생하는 부산물로, 가격이 저렴하여 기존 상업적 배지(commercial media)를 대체할 기질로 유용하게 사용될 수 있다. 따라서 농업부산물을 사용하면 자기치유 소재의 생산 비용을 상당히 절감시킬 수 있으며, 더 나아가 환경 문제 해결에 공헌할 수 있을 것으로 기대된다.
- [0040] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 굴폐각은 해양 폐기물로 버려지는 굴폐각을 깨끗하게 세척, 건조 후 분쇄한 굴폐각 분말로, 타정 시 발생하는 작은 공극을 채워 좀 더 견고한 타정 형성이 가능하게 한다. 일반적으로 타정 시 충전제로 실리콘 다이옥사이드를 사용하고 있으나, 본 발명에서는 실리콘 다이옥사이드의 일부를 굴폐각 분말로 대체하였다.
- [0041] 상기 굴폐각은 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 10 내지 25중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 15 내지 25중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 15 내지 20중량%로 포함될 수 있다.
- [0042] 한국의 남해안은 굴 양식에 적합한 환경이고, 매년 수십만 통의 굴이 생산된다. 그러나 굴 양식 산업의 부산물인 굴 폐각은 이용 가치가 작아 상당량이 버려지거나 방치되고, 악취를 유발하며 처리가 곤란한 등 환경 문제를 일으키고 있다. 따라서 해양 폐기물을 사용하면 자기치유 소재의 생산 비용을 상당히 절감시킬 수 있으며, 더

나아가 환경 문제 해결에 공헌할 수 있을 것으로 기대된다.

- [0043] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 마이크로크리스탈린 셀룰로오스(microcrystalline cellulose) 및 메틸셀룰로오스(methylcellulose)는 강알칼리 환경(pH 13~14)에서 쉽게 용해되지 않는 활성을 부여함과 동시에 타정 시 결합제 역할을 한다. 이들은 각 단량체 단위에 3개 이상의 수산기(hydroxyl)를 갖고 있어 타정 시 수산기와 산소간 수소 결합으로 인해 낮은 압력에도 우수한 압축성을 갖는 특징을 보인다. 또한 pH에 반응성을 띄어 염기성 환경에서 사슬 구조가 안정된 상태로 존재하지만, 중성환경에서 셀룰로스 구조가 반발, 팽창하는 특징을 갖고 있다. 따라서 콘크리트 구조물의 미세균열 발생시 중성화 환경에 형성되면 적절하게 콘크리트 매트릭스 내로 용출된다. 참고로, 콘크리트 매트릭스 내부는 pH 13~14로 매우 높은 강알칼리 환경이기 때문에, 타정 구성성분은 강알칼리 환경에서 쉽게 용해되지 않으면서, 중성 환경에서 용출되는 특징을 갖고 있어야 한다.
- [0044] 상기 마이크로크리스탈린 셀룰로오스는 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 30 내지 50중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 35 내지 45중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 40 내지 45중량%로 포함될 수 있다.
- [0045] 상기 메틸셀룰로오스는 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 1 내지 10중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 1 내지 5중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 3 내지 5중량%로 포함될 수 있다.
- [0046] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 마그네슘 스테아르산(Magnesium stearate)은 타정이 용이하도록 도움이 주는 윤활제 역할을 한다.
- [0047] 상기 마그네슘 스테아르산은 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 1 내지 10중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 1 내지 5중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 3 내지 5중량%로 포함될 수 있다.
- [0048] 참고로, 윤활제 역할을 하는 마그네슘 스테아르산의 함량은 일정 비율을 넘어서게 되면 정제의 강도에 악영향을 끼칠 수 있으므로 적절한 비율을 맞추어야 하는데, 본 발명에서는 여러 번의 제작 시도 후 마그네슘 스테아르산의 최적 범위로 3 내지 5중량%를 설정하였다.
- [0049] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 젖산 칼슘(Calcium lactate)은 미생물에 칼슘 이온을 공급하는 역할을 한다.
- [0050] 상기 젖산 칼슘은 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 1 내지 10중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 1 내지 5중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 3 내지 5중량%로 포함될 수 있다.
- [0051] 본 발명의 조성물에 있어서, 상기 실리콘 다이옥사이드(Silicon dioxide)는 타정 시 충전제 역할을 한다.
- [0052] 상기 실리콘 다이옥사이드는 본 발명의 조성물 100중량%를 기준으로 15 내지 30중량%로 포함될 수 있으며, 바람직하게는 15 내지 25중량%로 포함될 수 있고, 더욱 바람직하게는 15 내지 20중량%로 포함될 수 있다.
- [0053] 본 발명의 상기 조성물은 태블릿(tablet) 형태일 수 있다.
- [0054] 또한, 본 발명은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 충전용 조성물을 제공한다.
- [0055] 또한, 본 발명은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트 첨가용 조성물을 제공한다.
- [0056] 또한, 본 발명은 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물, 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 유효성분으로 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 지반 강화용 조성물을 제공한다.
- [0057] 또한, 본 발명은 상기 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 보수 방법을 제공한다.
- [0058] 또한, 본 발명은 상기 조성물을 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 균열 부위에 처리하는 단계를 포함하는, 시멘트 또는 콘크리트 구조물의 내구성 증진 방법을 제공한다.
- [0059] 또한, 본 발명은 a) 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 미생물을 배양하는 단계; b) 미생물의 배양액을 원심분리하여 미생물 및 대두박이 함유된 침전물을 수득하는 단계; c) 침전물을 건조시킨 후 분쇄하여 분말화시키는 단계; 및 d) 침전물에 대두박, 굴폐각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 혼합한 후 압력을 가하여 타정하는 단계를 포함하는, 자기치유 성능을 갖는 시멘

트 또는 콘크리트용 조성물의 제조방법을 제공한다.

- [0060] 본 발명의 상기 a) 단계는 미생물을 배양하는 단계로서, 자세하게는 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물을 배양하는 단계이다.
- [0061] 상기 탄산칼슘 형성능을 갖는 미생물은 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물로서, 라이시니바실러스 속, 바실러스 속 또는 이들의 혼합 균주 등을 예시할 수 있으나, 비요소분해 메커니즘으로 탄산칼슘을 형성하는 미생물이라면 그 종류를 제한하지 않는다.
- [0062] 본 발명의 일 구체예에서, 상기 미생물은 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11균주(기탁번호 KACC 81048BP) 및 바실러스 미스칸씨 AK13 균주(기탁번호 KACC 81070BP)의 혼합물을 사용하였다.
- [0063] 본 발명의 상기 b) 단계는 균주 배양물을 수득하는 단계로서, 자세하게는 상기 a) 단계를 통해 제조한 미생물의 배양액을 원심분리하여 미생물 및 대두박이 함유된 침전물을 수득하는 단계이다.
- [0064] 본 발명의 상기 c) 단계는 균주 배양물을 건조하는 단계로서, 자세하게는 상기 b) 단계를 통해 수득한 미생물 및 대두박이 함유된 침전물을 건조시킨 후 분쇄하여 분말화시키는 단계이다. 이렇게 제조된 분말화된 침전물은 본 명세서 상에서 ‘미생물 분말’로 명명하였다.
- [0065] 본 발명의 상기 d) 단계는 미생물 분말에 다양한 구성성분을 혼합한 후 압력을 가하여 타정하는 단계로서, 자세하게는 상기 c) 단계를 통해 미생물 분말에 대두박, 굴패각, 마이크로크리스탈린 셀룰로오스, 메틸셀룰로오스, 마그네슘 스테아르산, 젖산 칼슘 및 실리콘 다이옥사이드를 혼합한 후 압력을 가하여 타정하는 단계이다.
- [0066] 상기와 같은 방법으로 제조된 본 발명의 자기치유 성능을 갖는 시멘트 또는 콘크리트용 조성물은 태블릿(tablet) 형태일 수 있으며, 본 명세서 상에서 ‘압축형 자기치유 소재’로 명명하였다.
- [0068] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 하기 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[0070] <실시예 1>

[0071] 농업부산물 활용 배지를 사용하여 미생물 혼합배양

- [0072] 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11(*Lysinibacillus boronitolerans* YS11, KACC 81048BP) 균주와 바실러스 미스칸씨 AK13(*Bacillus miscanthi* AK13, KACC 81070BP) 균주를 값싸게 혼합 배양할 수 있는 경제적 배지를 만들기 위하여 대두로부터 기름을 짠 후 생기는 산물인 대두박(Local market (그린마트))을 증류수에 1%(w/v) 농도로 넣은 후 고압증기멸균기(autoclave)를 이용하여 20분간 121℃, 1.2기압에서 멸균시켰다. 대두박은 배지의 기질로 이용 전 200 μm 체를 이용하여 고운 가루만을 사용하여 입자의 크기를 균일하게 해주었다. 멸균된 대두박 배지는 알칼리성인 YS11 균주와 AK13균주가 생장이 가능하도록 탄산나트륨(sodium carbonate)를 이용하여 pH 10.5로 설정하였다.
- [0073] -80℃ 온도에서 글리세롤 800 μl, 균 배양액 800 μl의 형태로 보관되어 있던 YS11, AK13균주 각각을 접종침을 사용하여 묻힌 뒤 pH 8 LB(Luria-Bertani) 평판배지에 선상도말 후 37℃ 조건에서 24시간 동안 배양하였다. 그 후 자라난 YS11 균주의 군집(colony)과 AK13 균주의 군집을 접종침으로 일부 채취한 뒤 상기한 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 각각 접종하여 30℃, 220 rpm 조건에서 18시간 동안 배양하였다.
- [0074] 이후 대두박 배지에서의 한 균주만의 우점 성장을 막기 위하여 YS11, AK13 두 균주의 혼합배양을 위하여 세포의 양을 1×10^6 /ml 로 일정하게 맞춘 뒤 새로운 대두박 1%(w/v) 액체 배지에 균주 현탁액을 혼합 접종하였다.
- [0075] 참고로, 본 실험에서 사용한 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11 균주와 바실러스 미스칸씨 AK13 균주는 본 발명자가 서울시 성북천(37° 34'44.9"N 127° 01'28.8"E)의 물억새(*Miscanthus sacchariflorus*) 근권(rhizosphere)의 토양으로부터 직접 분리한 미생물이다. 상기 라이시니바실러스 보로니톨러란스 YS11 균주는 2017년 6월 13일자로 농촌진흥청 농업유전자원센터에 기탁하여 기탁번호 KACC 81048BP를 부여받고, 바실러스 미스칸씨 AK13 균주는 2018년 3월 28일자로 농촌진흥청 농업유전자원센터에 기탁하여 기탁번호 KACC 81070BP를 부여받았으며, 이들 균주 관련하여 본 발명과는 별도로 특허출원(출원번호 제10-2019-0021964호)을 진행한 상태이

다.

[0077] <실시예 2>

[0078] 본 발명의 미생물 분말 준비

[0079] 대두박 배지에서 성장한 YS11 균주와 AK13 균주를 본 발명의 압축형 자기치유 소재에 적용시키기 위하여 상기 <실시예 1>을 통해 준비된 배양액을 연속원심분리(12,000rpm)한 후 대두박과 YS11 균주와 AK13 균주가 뭉쳐진 고형물을 50℃ 드라이 오븐에서 24시간 동안 건조시켰다. 도 1a는 건조 전 대두박 및 YS11균주와 AK13의 고형물 형태이며, 도 1b는 고형물을 건조 후 믹서기를 사용하여 곱게 갈아준 뒤 담체의 치유 성분으로 사용하기 전 형태이다.

[0081] <실시예 3>

[0082] 대두박 분말 및 굴폐각 분말 준비

[0083] 본 발명의 압축형 자기치유 소재 제조에 앞서 구성성분에 해당하는 대두박 분말과 폐각 분말을 준비하였다. 먼저, 그린마트에서 구입한 대두박 분말은 200 μm 체를 이용하여 고운 가루만을 사용하여 입자의 크기를 균일하게 하여 사용하였다. 한편, 마켓(G-market)에서 구입한 굴폐각 분말은 200 μm의 체로 친 후의 고운 입자만을 사용하였다.

[0085] <실시예 4>

[0086] 본 발명의 압축형 자기치유 소재의 구성성분 확립 및 제작

[0087] 하기 표 1의 구성성분 및 배합비를 통해 본 발명의 압축형 자기치유 소재를 제조하였다.

[0088] 최종 배합은 구성성분 간의 결합력을 높여주고 정제의 밀도를 증가시켜주는 역할을 하는 마이크로크리스탈린 셀룰로오스의 비율을 가장 높게 설정하였다. 윤활제 역할을 하는 스테아린산 마그네슘의 함량은 일정 비율을 넘어서게 되면 정제의 강도에 악영향을 끼칠 수 있으므로 적절한 비율을 맞추어야만 한다. 따라서 여러 번의 제작 시도 후 확립된 전체 구성성분의 4중량% 마그네슘 스테아르산을 첨가하였다. 압축형 자기치유 소재의 경제적인 면을 고려하여 충전제의 역할을 하는 실리콘 다이옥사이드의 비율을 절반으로 줄이고 부산물인 굴 폐각 가루를 첨가하였다. 이 때 굴 폐각 가루는 200 μm의 체로 친 후의 고운 입자만을 사용하였다. 콘크리트 균열 발생 시 자기치유 소재 내 포자의 발아 후 미생물이 이용할 영양분은 배지의 기질로 사용되었던 대두박 분말로 첨가하였다.

[0089] 하기 표 1의 성분으로 구성된 자기치유 소재는 단발 타정기를 사용하여 1.5×10^{10} N/mm²의 압력을 가하는 압축 방식으로 제작되었다. 본 발명의 압축형 자기치유 소재의 모든 구성성분은 수분이 없는 건조된 상태로 사용되었다. 도 2는 단발 타정기를 사용하여 압축방식으로 제작된 자기치유 소재의 형태를 나타내며 평균 크기는 1 mm × 5 mm이다.

표 1

[0091] 본 발명의 압축형 자기치유 소재의 구성성분 및 배합비(중량%)

실시예	마이크로크리스탈린 셀룰로오스	메틸 셀룰로오스	이산화규소	굴 폐각	스테아린산마그네슘	미생물 분말	젖산칼슘	효모추출물	대두박	결과
<4-1>	80%	5%	5%	-	6%	3%	0.50%	0.50%	-	F
<4-2>	70%	10%	10%	-	6%	3%	0.50%	0.50%	-	F
<4-3>	42%	4%	20%	20%	4%	4%	4%	2%	-	P
<4-4>	42%	4%	20%	20%	4%	4%	4%	-	2%	P

<4-5>	40%	25%	25%	-	6%	3%	0.50%	0.50%	-	F
<4-6>	40%	40%	10%	-	6%	3%	0.50%	0.50%	-	F
<4-7>	40%	10%	40%	-	5%	4%	0.50%	0.50%	-	F
<4-8>	35%	35%	20%	-	5%	4%	0.50%	0.50%	-	F
F: fail_테블렛의 형상이 제대로 잡히지 않았거나 모양이 만들어졌음에도 쉽게 부서지는 상태										
P: pass_테블렛의 형상이 제대로 잡혀있고, 힘을 가하거나 모르타르 시편에 적용했을 때 깨지지 않는 상태										

<실시예 5>

본 발명의 압축형 자기치유 소재의 특징

상기 <실시예 2>를 통해 제조된 본 발명의 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(bacteria tablet)와 첨가하지 않은 자기치유 소재(Non-bacteria tablet)의 경도와 밀도를 비교해보았다.

그 결과 도 3 및 표 2-3에서 나타낸 바와 같이, 미생물 분말을 첨가한 경우의 경도는 평균 16.15N, 밀도는 2.58g/m³이고, 미생물 분말을 첨가하지 않은 경우의 경도는 평균 17.95N, 밀도는 2.4g/m³으로 미생물 분말을 첨가한 자기치유 소재와 첨가하지 않은 자기치유 소재에서 경도와 밀도에 물리적으로 미치는 미생물 분말의 영향은 적은 것으로 확인되었다.

표 2

신규 압축형 자기치유 소재의 경도(단위: N, n=20)

No	Non-bacteria tablet	Bacteria tablet
1	20	25
2	14	9
3	12	13
4	19	15
5	20	9
6	17	7
7	23	12
8	10	22
9	25	22
10	19	17
11	13	35
12	15	24
13	13	8
14	12	16
15	15	8
16	28	10
17	13	23
18	17	19
19	23	9
20	31	20
평균	17.95	16.15

표 3

신규 압축형 자기치유 소재의 밀도(단위: g/m³, n=6)

No	Non-bacteria tablet	Bacteria tablet
1	2.29	2.60
2	2.60	2.65

3	2.14	2.60
4	2.55	2.50
5	2.29	2.70
6	2.90	2.45
평균	2.46	2.58

[0102] 한편, 수분에 자주 노출될 가능성이 있고 강알칼리성 환경인 모르타르 내에서의 거동을 파악하기 위해 pH 7과 pH 12로 맞춘 증류수에 비교를 위한 상업적 정제(셀파 엔지니어링, LFA Firmapress)와 본 발명의 압축형 자기치유 소재를 넣어 24시간동안 관찰하였다. 사람이 섭취하는 알약의 성분인 상업적 정제는 물에 닿고 한 시간 내에 증류수에서 풀어진 반면(결과 미도시), 본 발명의 압축형 자기치유 소재는 원형의 형태를 유지하고 있는 것을 확인하였다(도 5 참조). 또한, SEM/EDX 분석을 통해 본 발명의 압축형 자기치유 소재 내 포자 존재 유무를 확인하였다(도 6 참조).

[0104] <실시예 6>

[0105] 본 발명의 압축형 자기치유 소재 내의 포자 형성 확인

[0106] 전체 구성성분의 4중량% 함량인 YS11 균주와 AK13 균주의 포자가 담체 내에 제대로 존재하고 있음을 확인하기 위하여 본 발명의 압축형 자기치유 소재를 증류수 1ml에 각각 담은 뒤 강하게 흔들어 부순 뒤 연속희석을 하였다. 희석된 각각의 용액은 미생물 세포를 제외하고 포자만을 얻기 위하여 80℃의 water bath에서 20분간 가열하였다. 이후 pH 8 LB(Luria-Bertani) 평판 플레이트에 도말 되어 CFU 측정법으로 포자량을 확인하였다. 이를 통해 본 발명의 압축형 자기치유 소재 한개 당 1×10^6 CFU/ea 포자 형성량을 확인할 수 있었다(도 4 및 표 4 참조).

표 4

[0108] 압축형 자기치유 소재 한개 당 포자 형성량

샘플	Log 평균	표준편차
Bacteria tablet	6.17	0.15

[0110] <실시예 7>

[0111] 본 발명의 압축형 자기치유 소재에 의한 모르타르 내 물성 변화 분석

[0112] 1종 보통 포틀랜드 시멘트와 ISO 표준 모래, 수돗물을 사용하여 모르타르를 제작하였다. 상기 실험에서 사용한 1종 보통 포틀랜드 시멘트 및 ISO 표준 모래는 Local market(신진공사철물점)에서 구입하였다.

[0113] 모르타르의 배합비는 하기 표 2에 자세히 나타내었다. 표 2에서 ‘압축형 자기치유 소재’란 상기 <실시예 4>에서 언급한 미생물 분말을 활용한 압축형 자기치유 소재이며, 1kg당 박테리아 포자가 약 3×10^{11} 개가 포함되어 있다.

[0114] 모르타르 시편은 총 3가지로 제조되었다; 첫째, 압축형 자기치유 소재가 포함되지 않은 모르타르 시편(Ref), 둘째, 미생물 분말을 첨가하지 않은 압축형 자기치유 소재(Non-bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편, 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(Bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편. 모르타르의 비빔은 수경성 시멘트의 반죽 및 모르타르의 기계적 혼합방법에 대한 국가표준 방법인 KS L5109 방법대로 수행하였다.

[0115] 모르타르 비빔 즉시(압축강도 측정용 시편의 경우) 가로 40mm, 세로 160mm, 높이 40mm의 주형(mold)에 타설하고 대기온도 23℃, 대기습도 50% 환경에서 1일간 양생한 후 탈형하였다. 탈형한 시편은 압축강도 측정 시까지 23℃에서 수중 양생하였다.

표 5

모르타르 시편의 배합비

종류	시멘트 (g)	모래 (g)	물 (g)	압축형 자기치유 소재 (g)
Ref	2.025	4.05	8.1	-
Non-bacteria tablet	2.025	3.98	8.1	0.07
Bacteria tablet	2.025	3.98	8.1	0.07

압축강도 측정은 양생 28일차에 시행되었다. 1회 측정 시 각 시편 종류 당 압축강도는 6번씩 측정되었다. 그 결과 도 7 및 표 6에서 나타난 바와 같이, 28일차 압축강도를 보면 미생물 분말을 첨가하지 않은 압축형 자기치유 소재(Non-bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편 및 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(Bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편은, 아무것도 포함되지 않는 모르타르 시편(Ref) 대비 약 75% 압축강도를 발현하는 것을 확인할 수 있었다.

표 6

모르타르 시편 내 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 압축강도(단위: Mpa, n=4)

No	Reference	Non-bacteria tablet	Bacteria tablet
1	55.75	47.84	46.10
2	61.09	42.66	39.97
3	63.89	40.68	46.02
4	59.18	48.95	39.85
평균	59.98	45.03	42.99

<실시예 8>

본 발명의 압축형 자기치유 소재에 의한 모르타르 균열 치유율 변화 분석

상기한 <실시예 7>에서 모르타르 시편을 제작할 때 압축강도 측정용 시편을 제작한 후, 남은 모르타르를 가로세로 40 mm, 높이 10 mm 크기의 주형에 타설 하여 균열 치유 실험을 위한 시편을 제작하였다. 상기 시편은 타설 1 일째에 탈형하였고, 이후 23℃에서 수중 양생하였다. 양생 28일차 시편에 0.3 mm 너비의 균열을 유도하였다. 모르타르 둘레는 파라필름(parafilm)으로 감아 고정하였다.

시편 종류는 상기한 <실시예 7>과 동일하게 제작되었다. 모르타르의 비빔은 KS L5109 방법대로 수행하였다. 치유 기간 동안 시편은 24시간 내 수돗물에 절반만 잠기게 두었다.

그 결과 도 8 및 표 7에서 나타난 바와 같이, 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(Bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편에서 균열이 가장 빠르게 치유되는 것을 알 수 있었다. 모든 시편에서 조금식이나마 탄산칼슘이 침적되었지만, 상기한 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재를 포함하는 모르타르 시편에서 가장 견고한 형태의 탄산칼슘이 형성되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 투수시험 시편 내 본 발명의 압축형 자기치유 소재는 원형의 형태를 유지하고 있는 것을 확인할 수 있었다(도 9 참조).

표 7

[0129] 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 시간경과별 균열폭 변화(단위: mm, n=20)

샘플	균열 유도 후 시간경과			
	0일	3일	7일	14일
Reference	0.31	0.24	0.23	0.20
Non-bacteria tablet	0.27	0.18	0.13	0.07
Bacteria tablet	0.28	0.13	0.02	0.00

[0131] <실시예 9>

[0132] **폐자원 활용 본 발명의 압축형 자기치유 소재에 의한 모르타르 균열 투수시험 분석**

[0133] 모르타르 비빔 즉시(투수 시험 시편의 경우) 모르타르를 지름 100 mm, 높이 50 mm 크기의 원통 주형에 타설하여 균열 치유 실험을 위한 모르타르 시편을 제작하였다. 모르타르의 배합비는 표 2에 자세히 나타내었다. 모르타르 시편은 타설 1일째에 탈형하였고, 이후 23℃에서 수중 양생하였다. 양생 28일 차 시편에 약 0.3-0.5 mm 너비의 균열을 유도하였다.

[0134] 시편 종류는 상기한 <실시예 7>과 동일하게 제작되었다. 모르타르의 비빔은 KS L5109 방법대로 수행하였다. 치유 기간 동안 시편은 24시간 내 수돗물에 절반만 잠기게 두었다.

[0135] 그 결과 도 10 및 표 8에서 나타난 바와 같이, 압축형 자기치유 소재가 포함되지 않은 모르타르 시편(Ref) 및 미생물 분말을 첨가하지 않은 압축형 자기치유 소재(Non-bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편에서 균열 유도 후 28일에 투수 감소율을 측정한 결과 투수감소율이 약 60-70% 정도로 나타나, 시간 경과에 따른 투수 감소율의 변화가 크지 않은 것을 확인할 수 있었다(도 10a 및 10b 참조). 반면에, 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(Bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편에서 균열 유도 후 28일 시편의 투수량 감소율이 약 95% 정도로 나타나, 다른 실험군 대비 상대적으로 높은 치유율 결과를 보여주었다(도 10c 참조).

[0136] 투수 감소율(Healing percentage(%)) = $(d_0 - d_t) / d_0 \times 100$

[0137] d_0 = 균열 초기 투수량

[0138] d_t = 시간에 따른 투수량

표 8

[0140] 압축형 자기치유 소재 혼입 여부에 따른 시간경과별 투수 감소율(단위: %, n=3)

샘플	No	균열폭 (mm)	균열 유도 후 시간경과			
			7일	14일	21일	28일
Reference	1	0.508	37%	63%	70%	88%
	2	0.398	42%	61%	51%	53%
	3	0.396	62%	73%	64%	63%
	평균		47%	66%	62%	68%
Non-bacteria tablet	1	0.430	0%	40%	66%	69%
	2	0.501	31%	68%	68%	70%
	3	0.374	82%	74%	43%	39%
	평균		37%	60%	59%	60%
Bacteria tablet	1	0.359	74%	84%	98%	97%
	2	0.344	58%	75%	92%	96%
	3	0.534	51%	68%	86%	91%
	평균		61%	76%	92%	95%

[0142] <실시예 10>

[0143] 폐자원 활용 본 발명의 압축형 자기치유 소재로 형성된 탄산칼슘 SEM, EDX 분석

[0144] SEM 촬영 및 EDX 분석을 진행하기 위해 투수시험에 사용한 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재 (Bacteria tablet)를 포함하는 모르타르 시편 균열에 형성된 탄산칼슘을 회수하여 사용하였다. 모르타르 시편 균열 내 형성된 탄산칼슘을 1.7ml 튜브에 회수하였고, 튜브에 100% 에탄올을 현탁함으로써 탈수하였다. 이로써 완성된 시료는 알루미늄 스테브(aluminum stub)에 올려 4시간 동안 건조하였다. SEM 촬영 직전에는 Pt 코팅을 5 분간 진행하였다.

[0145] 그 결과 도 11에서 나타낸 바와 같이, 미생물 분말을 첨가한 압축형 자기치유 소재(Bacteria tablet)에서 용출된 YS11, AK13균주가 탄산칼슘을 석출할 수 있음을 주사전자현미경 사진을 통해 확인할 수 있었다(도 11a 내지 11c 참조). 또한, 박테리아 활동에 의해 형성된 생물막을 확인할 수 있었다(도 11b 참조). 한편, 형성된 광물질이 칼슘 (Ca), 탄소 (C), 산소 (O)를 주성분으로 하는 탄산칼슘임을 EDX 분석을 통해 증명하였다(도 11d 및 11e 참조).

[0147] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 차이점은 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

수탁번호

[0148]

기탁기관명 : 농업생명공학연구원

수탁번호 : KACC81048BP

수탁일자 : 20170613

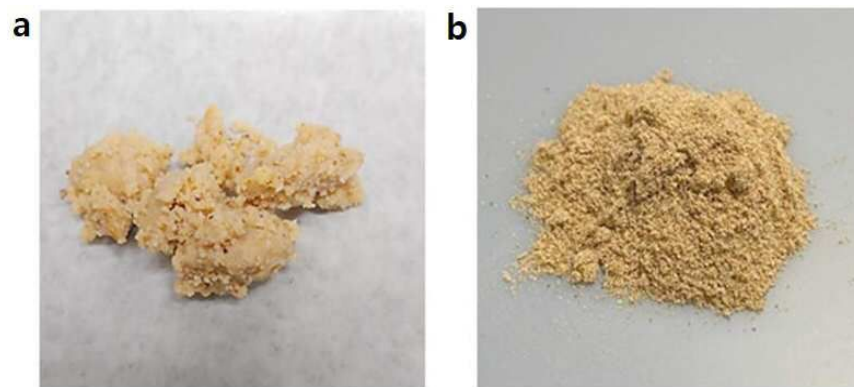
기탁기관명 : 농업생명공학연구원

수탁번호 : KACC81070BP

수탁일자 : 20180328

도면

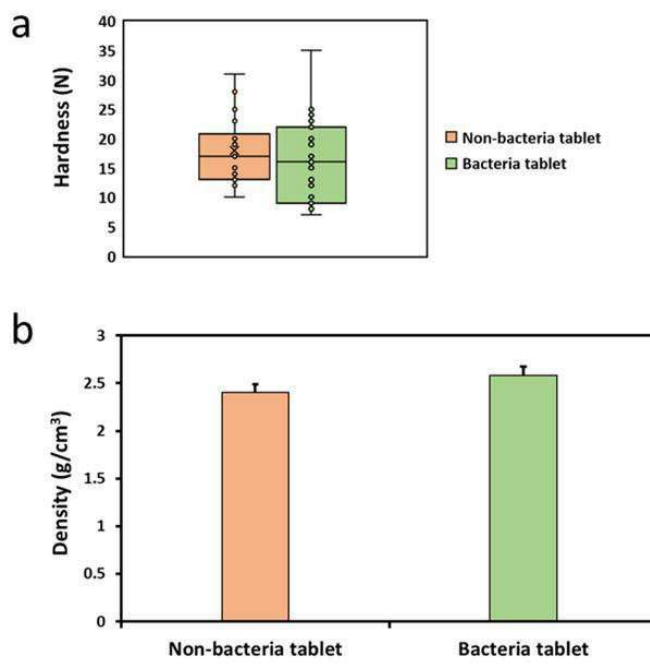
도면1



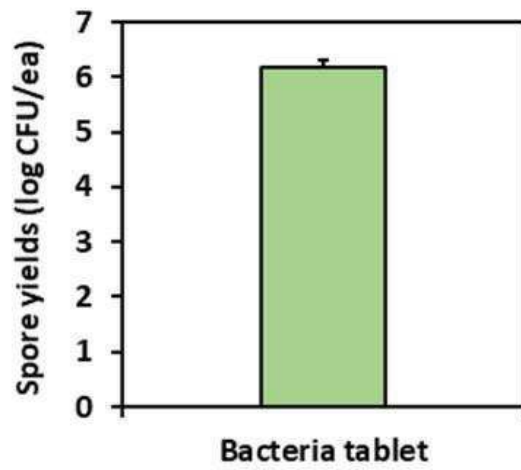
도면2



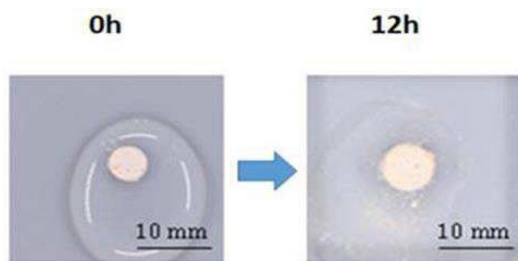
도면3



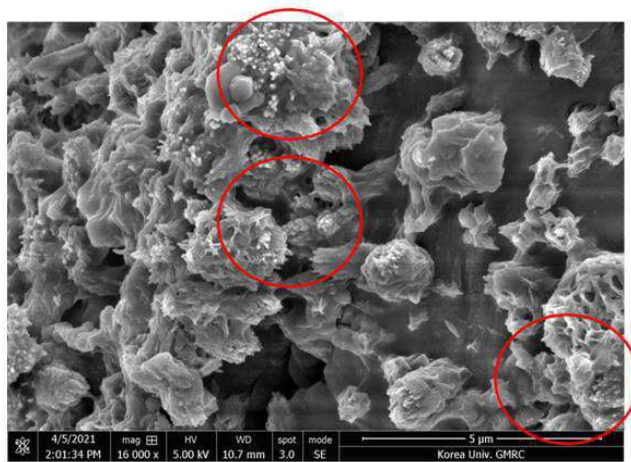
도면4



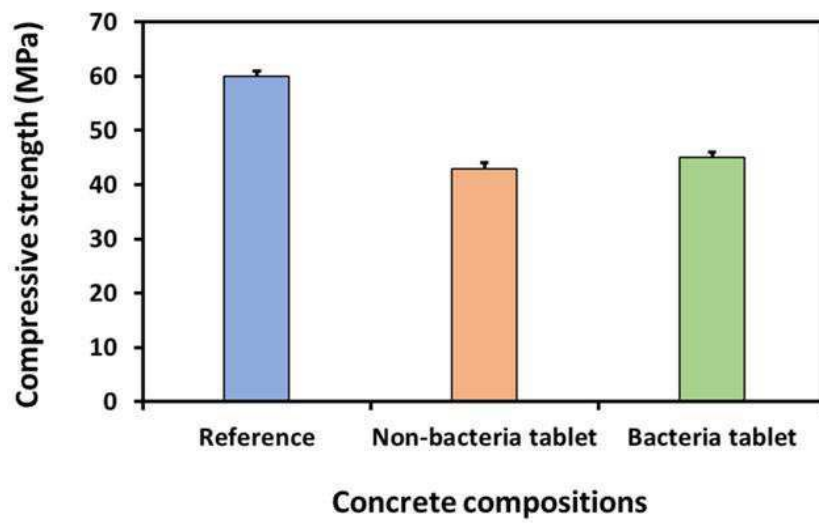
도면5



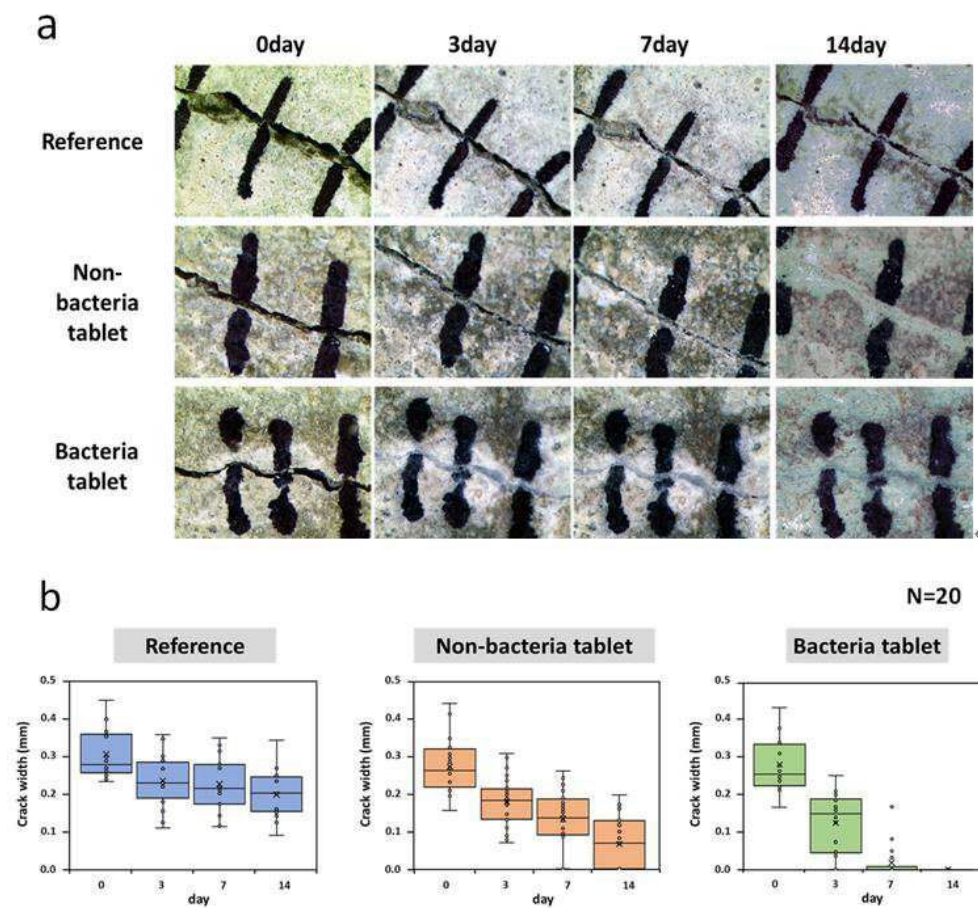
도면6



도면7



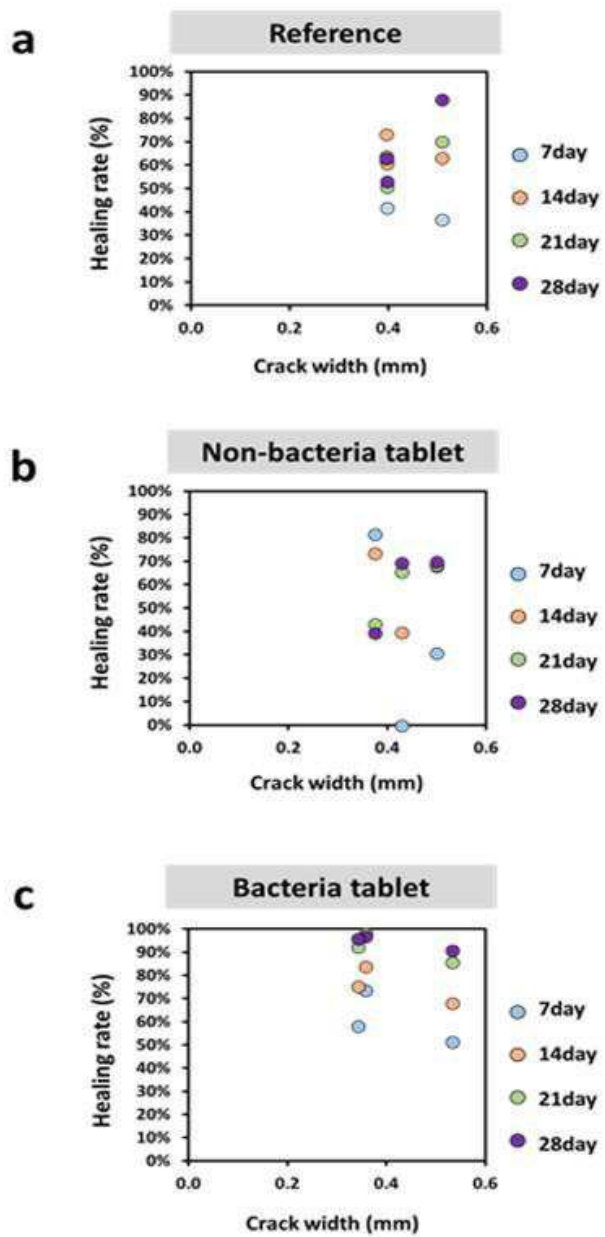
도면8



도면9



도면10



도면11

