



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0042892
(43) 공개일자 2020년04월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B07C 5/344 (2006.01) B07B 13/04 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B07C 5/344 (2013.01)
B07B 13/04 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0045945(분할)
(22) 출원일자 2020년04월16일
심사청구일자 없음
(62) 원출원 특허 10-2017-0182033
원출원일자 2017년12월28일
심사청구일자 2017년12월28일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
심봉섭
인천광역시 연수구 컨벤시아대로42번길 96 더샵
엑스포 6단지 601동 603호
허재은
인천광역시 연수구 경원대로119번길 21 풍림2차아
파트 108동 601호
허경아
울산광역시 중구 중가로 142 우정혁신LH2단지 20
2동 1205호
(74) 대리인
특허법인 공간

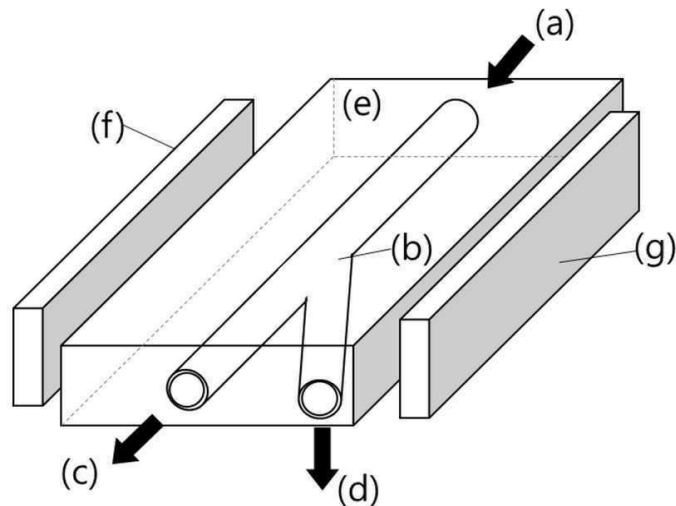
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 결정성 나노셀룰로오스의 길이별 분리장치

(57) 요약

본 발명에 따른 결정성 나노 셀룰로오스의 크기분리장치에는, 결정성 나노 셀룰로오스를 포함하는 용액이 유입되는 입구; 결정성 나노 셀룰로오스를 포함한 유체용액의 흐름 및 외력장을 따라 형태적으로 분리되어 나노물질 용액의 이동경로를 제공하는 마이크로 채널; 마이크로 채널이 구비된 챔버; 및 전기/자기장 중 하나 또는 하나 이상의 장을 외부에서 인가하여 챔버 내에 물질이 분리되게 하는 외력장(external force fields) 인가부로 구성된다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10067368

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 산업핵심기술개발사업

연구과제명 식품 및 의약품 포장재용 산소투과도 0.5/수분투과도 1.0이하급 고차단성 셀룰로오스나노
파이버 기반 친환경 투명 복합필름 개발(2차년도)

기 여 율 1/1

주관기관 울촌화학주식회사

연구기간 2017.03.01 ~ 2018.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

결정성 나노 셀룰로오스를 크기별로 분리하기 위한 분리장치에 있어서,

상기 분리장치는 나노 셀룰로오스 용액이 유입되는 입구;

상기 나노셀룰로오스가 크기별로 분리되며 출구로 이동할 수 있는 이동경로를 제공하는 마이크로 채널;

상기 나노 셀룰로오스가 크기별로 분리될 수 있도록 마이크로 채널에 전기장 및/또는 자기장을 인가하는 외력장 (external force fields) 인가부; 및

상기 분리된 나노 셀룰로오스가 유출되는 출구

를 포함하는 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 마이크로 채널은 y자형태를 가지며, 상기 결정성 나노 셀룰로오스의 출구는 상기 나노 셀룰로오스 용액이 유입되는 입구와 동축선상에 위치하는 출구와 상기 입구와 동축선상에서 벗어나 가지친 채널의 단부에 위치한 출구를 포함하는 것인 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 결정성 나노 셀룰로오스는 결정성이 70 % 이상으로 형태 안정성이 높은 고 결정성 나노 셀룰로오스로서, 나노 또는 마이크로 길이 범위를 가지는 섬유와 휘스커, 막대(rod) 형태를 포함하는 것인 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 4

제 3항에 있어서, 상기 나노 셀룰로오스는 목재, 목화, 해조류, 미생물 중에서 선택된 하나 이상을 물리적, 화학적 처리를 통해 형태적으로 나노 및 마이크로 구조화된 결정성 물질인 것임을 특징으로 하는 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 5

제 2항에 있어서, y자형 마이크로 채널은 그 직경이 0.1 ~ 10 μ m, 길이가 0.1 ~ 3cm이며, 입구와 동축선 상에 있지 않은 옆으로 가지친 채널과 동축선에 위치한 채널과의 각도는 10 ~ 45° 인 것인 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 6

제 1항에 있어서, 마이크로 채널(b) 내부에서 흐르는 용액 유동 방향과 외력장 인가부에서 전기/자기장을 가해 발생하는 전하의 흐름은 서로 0 - 180 도 내외의 각을 형성하는 것을 특징으로 하는 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 7

제 1항에 있어서, 상기 외력장 인가부는 외력장 조절 장치에 의해 장(fields)의 세기를 조절하는 것을 특징으로 하는 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

청구항 8

제 7항에 있어서, 외력장 조절장치에 의해 조절되는 전기장의 크기는 1 V - 100 KV, 자기장의 크기는 0 - 10 T 의 범위인 것을 특징으로 하는 결정성 나노 셀룰로오스의 길이별 분리 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 전기장 및/또는 자기장을 이용해 결정성 나노 셀룰로오스를 길이별로 분리하는 공정 개발에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 다양한 길이를 가진 결정성 나노 셀룰로오스를 포함하는 용액에서 외부에서 전기장 및/또는 자기장을 가하여 용액의 흐름방향과 외력장에 의한 물질의 이동방향이 상이한 원리를 이용하여 결정성 나노 셀룰로오스를 길이 별로 분리하는 기술, 공정 개발에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 나노과학과 나노기술이 출현한 이래, 나노크기의 입자들을 크기별로 분리하는 기술의 중요성이 크게 대두되었다. 특히, 나노입자를 검출하고 분리하는 기술은 대중의 건강 및 안전 등과 같은 분야에서 매우 중요하다. 특히 물질의 특성이 크기별로 달라진다면 이러한 분리 과정은 더욱 필수적이라 하겠다.

[0003] 이러한 나노 물질의 분리에서는 유체의 흐름, 원심력, 전기장 등을 이용하거나, 멤브레인이나 크로마토그래피 등의 물리적인 구멍이나 장벽을 이용하는 여과법 등이 주로 사용된다.

[0004] 유체의 흐름을 이용한 물질의 크기분리에서는 물질의 무게에 따른 유체 내 이동속도의 차이를 이용하여 분리하는 것으로서 크기의 단순분산 정도가 떨어지며, 비교적 무거운 물질이 분산계 내부에 축적되어 유체의 흐름을 방해할 수 있어 결과적으로 분산의 성능을 더 떨어뜨리게 된다. 이와 같은 단점으로 인해, 유체의 흐름은 단독으로 쓰이기보다는 전기장과 같은 외부력과 함께 분산에 쓰이고 있다.

[0005] 전기장을 통해 입자를 분리하는 방법으로는 겔 전기영동법 (Gel electrophoresis; GE)이 알려져 있다. 이는 전기장 내에서 성공적으로 사이즈 및 크기 분리가 된 사례가 많아 그 효과가 증명된 방식이다. 하지만, 전기영동 공정의 소모시간이 길며, 전기영동과정에서 점성을 띠는 겔이 입자의 이동도에 영향 주기 때문에 분리 분해능에 제한이 있다는 단점이 있으며, 분리에 필요한 염료가 인체에 유해하다는 것과, 분획 후 겔과 염료를 제거해야 하는 추가 공정이 필요하다는 단점이 존재한다. (비특허 문헌 1)

[0006] 원심분리를 이용한 물질의 분리 역시 분리에서 사용되는 대표적인 방식인데, 이는 물질의 크기에 따라 액체계 내부에서 원심력이 가해졌을 때 발생하는 속도나 밀도 차이를 그 원리로 두고 있다. 액체계 내에서 물질의 크기에 따른 수력학적인 행동을 이용한 대표적인 예로는 수성 다상계(aqueous multiphase system)를 통한 원심분리가 있는데, 이 방식에서는 밀도가 다른 액체를 단계 별로 원심분리 튜브 속에 레이어링(Layering)한 후 나노물질을 원심분리하여, 크기에 따른 밀도 차이를 통해 나노물질을 분리한다. 이는 분리 후 안정성이 높고 10분 이내의 비교적 적은 시간 내에 처리할 수 있다는 이점이 있지만, 해당 물질에 적절한 다상계를 찾아야하는 복잡함과 원심분리라는 방식에 의해 대용량 처리를 하기에는 어려움이 있다. (비특허 문헌 2)

[0007] 물질 크기 분리의 또 다른 방식인 여과법의 대표적인 예는 멤브레인과 크로마토그래피가 있다. 크로마토그래피는 내부에 충전되어 있는 다공성 물질과 입자간의 상호작용에 의해 물질의 분리가 가능한 방법이다. 이는 대체로 분리된 물질의 회수보다는 특정물질의 분석에 그 목적을 두며, 해당 방식을 통한 물질의 크기 별 분리는 대량생산을 위해 사용되기에는 부적절할 것으로 보인다.(비특허 문헌 1)

[0008] 이외에도 상기의 입자 크기별 분리 공정은 구형형태의 입자나 종횡비가 매우 짧은 로드나 휘스커 형태의 입자만을 분리하는 데에 초점을 맞추고 있어, 크기 분리 입자 형태에 대한 제한이 있다는 단점도 있었다(특허문헌1 및 특허문헌2).

[0009] 한편, 셀룰로오스는 지구상에서 가장 풍부하게 존재하는 고분자 물질로, 목재, 목화, 해조류, 미생물 등의 자연 물질에서 쉽게 추출할 수 있다. 이러한 원료 물질의 손쉬운 접근성과 함께, 셀룰로오스는 저밀도, 고강도, 친환경, 생체 친화성 등의 강점도 가지고 있다.

[0010] 셀룰로오스는 화학적 및/또는 물리적 처리를 통해 나노화되어 나노물질의 거동(비등방 형태안정성 및 직진성)을 보이며, 결정성이 매우 높아 액정성을 가지게 된다. 이는 특히 셀룰로오스 결정성 입자, 섬유, 로드 등에서 이러한 특징들이 두드러진다. 나노 셀룰로오스는 약 2 ~ 20nm의 직경을 가지며, 추출된 원료 물질과 나노화 처리 방법에 따라 다양한 길이와 결정화도를 가지게 된다. 결정성 측정 방법(peak-height)에 따라, 상기 나노 셀룰로오스는 최소 70% 이상의 결정성을 가지며, 90% 이상의 결정성을 가지는 경우도 있다.

[0011] 나노 셀룰로오스의 섬유 가닥의 종횡비와 결정화도에 따라 물성에서 큰 차이를 보이게 되는데, 고종횡비, 고결

정성의 나노 셀룰로오스 섬유일수록 높은 기계적 강도, 열치수 안정성, 기체 및 수분 차단성의 특성을 가진다는 것이 많은 연구 결과에 의해 증명되고 있다. 또한, 상기된 특성으로 인하여, 범용 플라스틱류를 대체할만한 후보 물질로서 거론될 뿐만 아니라, 산업적인 용도(고기능 포장재, 디스플레이, 전지, 전자소재, 구조소재 등)로서도 주목 받고 있다.

[0012] 이와 같이 나노 셀룰로오스는 그 길이 혹은 직경의 크기에 따른 단순분산 정도에 따라 물질의 성질이 달라지므로 셀룰로오스를 길이와 직경별로 분리하고자 하는 연구가 있어 왔다. 그러나 현재까지는 셀룰로오스를 길이 별로 분리하는 효율적인 기술에 대하여는 제시되어 있지 않았다.

[0013] 이와 같이 잠재적 가치가 높은 셀룰로오스를 고기능성 소재로 만들기 위해, 본 발명에서는 전기장/자기장을 인가하여 나노 셀룰로오스를 그 크기(길이)에 따라 선택적으로 분리하는 기술을 개발하고자 한다.

[0014] 이러한 결정성 나노 셀룰로오스는 전기장 및 자기장을 이용하여 분리하는 DNA, 단백질과는 크기, 성질, 구조 등에서 크게 차이가 나고 무기나노물질, 탄소성 나노물질에 비해 현저히 낮은 반응 인력을 갖기 때문에, 기존의 분리 기술을 적용하기 어렵다. 반면, 셀룰로오스의 액정 현상 하에서, 아주 낮은 반응 인력이 부분적으로 작용하여 정렬이 가능해 지고, 이를 유체흐름(수력장)에 위치시키게 될 때, 연속적인 분리기능으로 나타나게 된다. 따라서, 본 발명에서는 결정성 나노 셀룰로오스의 액정성을 갖는 성질을 이용하여 셀룰로오스 결정물질의 분리 에 전기장, 자기장을 이용한 기술을 신규로 제시하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0015] (특허문헌 0001) 대한민국 특허등록 제10-0597443호

(특허문헌 0002) 대한민국 특허등록 제10-1807256호

비특허문헌

[0016] (비특허문헌 0001) KONA Powder and Particle Journal, No.32,102-114 (2015)

(비특허문헌 0002) Nano Lett., 12, 40604064, (2012)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0017] 본 발명은 광범위한 길이 분포를 가진 결정성 나노 셀룰로오스를 포함하는 용액에서 그 길이에 따라 선택적으로 분리하는 기술을 개발하는 것에 관한 것이다.

[0018] 또한 본 발명은 기존의 발명이 가지는 구형 입자로 제한되는 분리 시료의 한계성 개선 및 겔 선택과 농도 조절의 방법이 아닌, 빠르고 연속적인 분리 공정 방식을 통하여 다량의 물질을 분리할 수 있고, 유동적인 외력장 세기의 조절로 분리되는 물질 길이를 조절 가능한 간편성의 이점을 모두 보유하는 전기장 및/또는 자기장을 이용하여 결정성 나노 셀룰로오스를 길이 별로 분리하는 공정 개발에 관한 것이다.

과제의 해결 수단

[0019] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명의 일 형태에 따른 결정성 나노 셀룰로오스 분리 장치는 나노 셀룰로오스 용액이 유입되는 입구; 상기 나노셀룰로오스가 크기별로 분리되며 출구로 이동할 수 있는 이동경로를 제공하는 마이크로 채널; 상기 나노 셀룰로오스가 크기별로 분리될 수 있도록 마이크로 채널에 전기장 및/또는 자기장을 인가하는 외력장(external force fields) 인가부; 및 상기 분리된 나노 셀룰로오스가 유출되는 출구를 포함한다.

[0020] 본 발명의 일 형태에 따르면, 상기 마이크로 채널은 y자형태를 가지며, 상기 결정성 나노 셀룰로오스의 출구는 상기 나노 셀룰로오스 용액이 유입되는 입구와 동축선상에 위치하는 출구와 상기 입구와 동축선상에서 벗어나

가지친 채널의 단부에 위치한 출구를 포함한다.

- [0021] 본 발명의 일 형태에 있어서, 상기 결정성 나노 셀룰로오스는 결정성이 70 % 이상으로 형태 안정성이 높은 고 결정성 나노 셀룰로오스로서, 나노 또는 마이크로 길이 범위를 가지는 섬유와 휘스커, 막대(rod) 형태를 포함하는 것인 결정성 나노 셀룰로오스이다.
- [0022] 본 발명의 일 형태에 있어서 상기 나노 셀룰로오스는 목재, 목화, 해조류, 미생물 중에서 선택된 하나 이상을 물리적, 화학적 처리를 통해 형태적으로 나노 및 마이크로 구조화된 결정성 물질인 것임을 특징으로 한다.
- [0023] 본 발명의 일 형태에 있어서 y자형 마이크로 채널은 그 직경이 0.1 ~ 10 μ m, 길이가 0.1 ~ 3cm이며, 입구와 동축 선 상에 있지 않은 옆으로 가지친 채널과 동축선에 위치한 채널과의 각도는 10 ~ 45° 인 것을 특징으로 한다.
- [0024] 본 발명의 일 형태에 있어서 마이크로 채널(b) 내부에서 흐르는 용액 유동 방향과 외력장 인가부에서 전기/자기장을 가해 발생하는 전하의 흐름은 서로 0 - 180 도 내외의 각을 형성하는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 본 발명의 일 형태에 있어서 상기 외력장 인가부는 외력장 조절 장치에 의해 장(fields)의 세기를 조절하는 것을 특징으로 한다.
- [0026] 본 발명의 일 형태에 있어서 외력장 조절장치에 의해 조절되는 전기장의 크기는 1 V ~ 100 KV, 자기장의 크기는 0 ~ 10T의 범위인 것을 특징으로 한다.
- [0027] 또한, 본 발명의 일 형태에 있어서, 상기 용액 유입부에는 실린지 펌프를 연결하여 연속적이고 안정한 용액의 공급을 가능하게 할 수 있다.
- [0028] 본 발명의 일 형태에 따르면, y자 형태의 마이크로 채널은 유체흐름의 분리를 통해, 외력장의 영향에 따른 나노 셀룰로오스의 길이별 분리를 가능하게 하며, 다중연결을 통해 나노 셀룰로오스의 길이별 분리능을 더욱 높일 수 있다.
- [0029] 본 발명의 일 형태에 따르면, 상기 결정성 나노 셀룰로오스의 직경 또는 길이(종횡비)에 따른 전기/자기장에서 의 이동도의 차이에 의해, 용액 내에서 물질의 배열이 달라짐을 이용해 분리 이동되도록 구성할 수 있다.

발명의 효과

- [0030] 본 발명에서는, y자형 마이크로 채널 외부에서 유체의 흐름 방향과 직교, 평행 혹은 0 - 180 도 내외의 각으로 외력장(field)을 인가하여 물질의 이동도 차이에 따라 결정성 나노 셀룰로오스를 길이 별로 분리할 수 있다. 또한, 외부에서 인가하는 전기장 및/또는 자기장의 세기를 유동적으로 조절할 수 있어 다양한 길이의 나노 셀룰로오스를 간편하고 빠르게 분리할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0031] 도 1은 본 발명의 구상에 따른 물질 분리 장치의 구상도이다.
- 도 2는 도 1의 물질 분리 장치의 위 방향에서 바라본 평면도이다.
- 도 3은 도 2의 물질 분리 장치의 용액 유출부에 추가적인 동일 장치 연결을 통한 공정의 연속성을 나타내는 도식이다.
- 도 4는 본 실험에서 사용하는 외력장의 구성과 유체의 유입방향에 평행한 축에 대해 설치 가능한 각의 범위를 나타낸 도식이다.
- 도 5은 본 발명의 구상에 따른 분리 결과 예상 그래프이다.
- 도 6은 본 발명에서 분리될 수 있는 다양한 크기의 셀룰로오스를 나타낸 TEM 사진이다. a)는 길이가 긴, b)는 길이가 짧은 셀룰로오스를 나타낸다.
- 도 7는 본 발명에서 분리될 수 있는 다양한 크기의 셀룰로오스를 나타낸 SEM 사진이다. a)는 길이가 긴, b)는 길이가 짧은 셀룰로오스를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0032] 이하, 필요한 경우에 첨부하는 도면을 참조하면서 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.

- [0033] 본 발명의 각 도면에 있어서, 구조물들의 사이즈나 치수는 본 발명의 명확성을 기하기 위하여 실제보다 확대하거나 축소하여 도시한 것이고, 특징적 구성이 드러나도록 공지된 구성들은 생략하여 도시하였으므로 도면으로 한정하지는 아니한다.
- [0034] 본 발명의 바람직한 실시예에 대한 원리를 상세하게 설명함에 있어 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략한다.
- [0035] 또한, 본 명세서에 기재된 실시예와 도면에 도시된 구성은 본 발명의 가장 바람직한 일 실시예에 불과할 뿐이고 본 발명의 기술적 사상을 모두 대변하는 것은 아니므로, 본 출원시점에 있어서 이들을 대체할 수 있는 다양한 균등물과 변형 예들이 있을 수 있음을 이해하여야 한다.
- [0036] 도 1은 본 발명의 실시예 따른 물질 분리 장치의 구성도이고 도 2는 도 1의 물질 분리 장치의 위 방향에서 바라본 평면도이다.
- [0037] 도 1과 도 2를 참조하면, 본 발명의 물질 분리 장치는 y자 형태를 가지는 마이크로 채널(b)이 포함된 챔버(e)와 용액 유입부(a), 용액 배출부(c, d) 와 외력장 인가부(f, g)로 구성할 수 있다.
- [0038] 본 발명에서, y자형 채널을 통해 외력장을 통과하는 유체의 흐름을 분리하여 분리 효율을 더욱 높일 수 있다. y자형 마이크로 채널은 그 직경이 0.1 ~ 10 μ m, 길이가 0.1 ~ 3cm정도일 수 있다. 입구와 동축선 상에 있지 않은 옆으로 벌어진 채널은 동축선에 위치한 채널과의 각도 γ 는 10 ~ 45°가 될 수 있으며 그 이상이나 그 이하의 경우, 기존 흐름 대비 급격한 흐름 변화가 발생하므로 흐름의 저항에 의해 분리효율을 떨어뜨릴 수 있다. 하지만, 상기의 채널 치수는 사용자의 필요에 따라 변경 가능한 조건이다.
- [0039] 또한 도 3에서와 같이 상기 y자형 마이크로 채널은 상기 채널의 출구에 각각 다른 y자형 마이크로 채널을 더함으로써 분리 효율을 더 높일 수 있다. 이 때 각 h, i, j, k 출구별로 각각 크기(길이)가 다른 나노 셀룰로오스를 얻을 수 있게 된다. 또한, 각 h, i, j, k 출구에 y자형 마이크로 채널을 더 붙일 수 있으며, 이와 같이 2단, 3단, 4단으로 진행할수록 분리 효율을 더 증가한다.
- [0040] 용액 유입부에서 들어오는 용액은 유체의 흐름방향과 외력장의 영향을 제외한 제 3의 영향요소를 제거하기 위해 유체의 유동 과정에서 교차흐름이나 소용돌이(eddy)가 생기는 것을 피해야 한다. 이를 위해, 유체는 층류 흐름으로 진행되어야 하며, 주어진 챔버와 용액의 조건에서 무차원군인 레이놀드 수(Reynolds number; Re)가 2100 이하가 되도록 유체의 유속을 유지해야 한다.
- $$Re = \frac{D \bar{V} \rho}{\mu}$$
- [0041] (D= 튜브의 지름, V(bar)=용액의 평균 유속, ρ = 용액의 점도, μ = 용액의 밀도)
- [0042] 용액 유입부(a)에는 일정한 유량으로 용액을 공급하기 위해 실린지 펌프를 연결할 수 있다.
- [0043] 상기의 실린지 펌프는 기존의 대량생산을 위한 공정 시, 단위 시간당 일정량을 송출하는 연동펌프로 대체할 수 있다.
- [0044] 여기서, 마이크로 채널(b) 내부에서 흐르는 용액 유동 방향과 외력장 인가부(f, g)에서 전기장 및/또는 자기장을 가해 발생하는 전하의 흐름은 도 4에 도시된 바와 같이, 0 - 180 도 내외의 각을 형성한다. 외력장의 인가각도를 조절함으로써, 분리하고자 하는 길이의 셀룰로오스 나노 파이버 용액의 흐름 방향을 변화시킬 수 있으며, 분리 효율을 조절할 수 있다.
- [0045] 외력장 인가부(f,g)는 유체의 흐름 내부 혹은 외부에 위치할 수 있으며, 유체에 전기장 및/또는 자기장을 인가하는 역할을 한다.
- [0046] 전기장을 형성하는 양전극, 음전극의 형태는 점형, 선형, 면형을 형태를 가질 수 있다. 또한 마찬가지로 자기장을 형성하는 N극, S극의 형태는 점형, 선형, 면형의 형태를 가질 수 있다.
- [0047] 외력장 인가부(f,g)는 외력장(field) 세기 조절 장치를 통해 전기/자기장의 세기를 유동적으로 조절할 수 있다. 그리고, 이러한 전기/자기장의 조절은 결정성 나노 셀룰로오스의 직경 또는 길이(중량비)에 따른 전기/자기장에서의 이동도를 다르게 하며 길이 별 분리를 가능하게 한다.
- [0048] 이 때, 전기장의 적정범위는 1 V - 100 KV, 자기장의 범위는 0 ~ 10T 범위가 될 수 있다.

- [0050] 본 발명에서 분리하고자 하는 결정성 나노 셀룰로오스 섬유는 나노 또는 마이크로의 길이 범위를 가지며, 길이와 전하량에 따른 전기/자기장에서의 이동도의 차이를 나타낸다.
- [0051] 셀룰로오스 섬유는 천연물을 처리하여 얻어질 수 있는데, 예를 들어, 목재, 목화, 해조류, 미생물 등을 화학적/물리적으로 처리하여 얻어질 수 있다.
- [0052] 상기 화학적 처리에 의한 방법에서 화학적 처리제에 따라 최종 얻어진 셀룰로오스 섬유의 성질이 달라질 수 있는데, 황산을 통해 생성된 셀룰로오스는 물을 제외하고도 N, N - dimethyl formaldehyde, Dimethyl sulfoxide, N-methyl pyrrolidone, Formic acid, M-cresol의 용매에서도 분산 가능한 반면, 염산을 처리를 통해 생성된 셀룰로오스는 황산으로 처리한 셀룰로오스와는 달리 Formic acid, M-cresol의 용매에서만 분산될 수 있다. 따라서, 황산 처리 나노 셀룰로오스의 경우, 물, N, N - dimethyl formaldehyde, Dimethyl sulfoxide, N-methyl pyrrolidone, Formic acid, M-cresol, 염산 처리 나노 셀룰로오스의 경우, Formic acid, M-cresol 등을 본 발명의 물질 분리를 위한 용매로 선택하여야 한다.
- [0053] 셀룰로오스 섬유에 전기장을 인가하면 전기장 방향으로 배열이 되고, 자기장을 인가하면 자기장 방향과 직각으로 배열이 되는데, 이는 셀룰로오스의 유전 성질(dielectric properties), 반자성 성질(diamagnetic properties)에 의한 것이며, 이러한 성질은 셀룰로오스의 직경 또는 길이(종횡비)에 따라 그 정도에 차이를 보이는데, 이러한 정도의 차이에 의하여 물질의 길이 별 분리가 가능하게 된다.
- [0054] 상기 외력장 인가부에서 인가되는 장이 전기장일 경우, 전기장 내에서 분리되는 물질의 종횡비 차이에 따른 전하 밀도의 차이에 따라 전기장 내에서 반응하는 정도(전기 영동 이동도)가 달라지게 되고, 이에 따른 분리가 가능하게 된다.
- [0055] 또한, 상기 외력장 인가부에서 인가되는 장이 자기장일 경우, 자기장 내에서 분리되는 물질의 종횡비 차이에 따라 배열이 이루어지는 자기장의 세기가 달라지게 되고, 이 차이에 따라 특정 크기의 자기장에서 물질의 길이 별 분리를 가능하게 한다.
- [0056] 본 발명에서 셀룰로오스의 길이 및 종횡비 별 분리 효율을 계산하기 위해 다음과 같은 방법을 사용할 수 있다.
- [0057] 셀룰로오스의 길이 및 종횡비 별 분리는 고분자 사슬을 분자량에 의해 구분하는 것과 개념적으로 유사하다.
- [0058] 고분자의 분자량 분포는 수 평균 분자량(M_n)과 중량 평균 분자량(M_w)으로 정의되며, 두 분자량의 비는 다분산지수(Polydispersity index; PDI)이다.

수학식 1

$$M_n = \frac{\sum M_i N_i}{\sum N_i}$$

[0059]

수학식 2

$$M_w = \frac{\sum M_i^2 N_i}{\sum M_i N_i}$$

[0060]

수학식 3

$$PDI = \frac{M_w}{M_n}$$

[0061]

[0062] (N_i : 분자량 M_i 을 가지는 고분자 사슬의 수)

[0063] 모든 분자들이 같은 분자량을 가지게 된다면, $M_n=M_w$ 가 될 것이다. 이를 통해 다분산지수가 1에 가까워질수록 분

자량의 분포가 좁아져 단순분산(Monodisperse)이 됨을 알 수 있다.

[0064] 고분자 사슬과 나노 셀룰로오스간의 개념적 유사성으로 인해, 고분자 사슬의 분자량(고분자 중합도)은 나노 셀룰로오스의 길이나 중형비로 대체될 수 있을 것이다.

수학식 4

$$R_n = \frac{\sum R_i N_i}{\sum N_i}$$

[0065]

수학식 5

$$R_w = \frac{\sum R_i^2 N_i}{\sum R_i N_i}$$

[0066]

수학식 6

$$PDI = \frac{MR_w}{MR_n}$$

[0067]

[0068] (Ni: 중형비 Ri을 가지는 나노 셀룰로오스의 수, 중형비 Ri=셀룰로오스 섬유의 길이/직경)

[0069] 추가적으로, 다분산지수는 외력장에 의해 분리된 각각의 샘플의 SEM 이미지를 분석함으로써 계산 가능하다.

[0070] <실시 예>

[0071] 본 발명에 따른 결정성 나노 셀룰로오스 분리 효과와 효율을 간접적으로 측정하기 위하여 다음과 같이 실험을 구성하였다.

[0072] (a) 결정성 나노 셀룰로오스의 준비

[0073] 천연 셀룰로오스 용액을 만들기 위해, 먼저 표백과정을 거친 멧게(tunicate, Halocynthia roretzi)를 55 vol% 황산에 혼합 후, 60℃의 온도, 스테어링 조건에서 1시간 동안 반응시켜 셀룰로오스 섬유를 추출하였다. 산 처리 후 염 제거가 끝난 결과물을 증류수에 희석한 후, 초음파진동기를 사용해 분산하여 나노 셀룰로오스 섬유가 분산된 용액을 제조하였다.

[0074] (b) 결정성 나노 셀룰로오스 분리 장치를 통한 길이 별 분리

[0075] 다음으로, 상기 나노 셀룰로오스 용액을 본 발명의 물질 분리 장치의 용액 유입부에 투입한다. 이 때, 직경 5 μm, 길이 3 cm의 크기를 가지는 마이크로 채널을 사용하였다. 외력장 인가 장치를 통해 자기장을 유체의 흐름과 직교하는 방향으로 7 T로 인가하여 분리되는 셀룰로오스 섬유 길이의 범위를 조절하였다. 이 때, 인가된 7 T는 일반적으로 액상의 나노셀룰로오스의 배향을 성공적으로 가능하게 하는 자기장 세기이다.

[0076] 분리된 물질이 배출되는 용액 배출부로 구성된 y자 형태의 마이크로 채널에서 각각의 분리된 용액을 획득하였으며, 상기 y자 형태의 각도 γ는 20°였다.

[0077] (c) 분리 결과 확인을 위한 단순분산(Monodisperse) 계산법.

[0078] 상기 제조된 실시 예와 비교 예에서 제조된 셀룰로오스 나노 섬유 분리 정도를 간접적으로 비교하기 위하여 다음과 같은 실험을 실시하였다.

[0079] 해당 셀룰로오스 용액은 SEM 측정 시, 섬유 간의 겹침(Overlap)을 최소화하기 위해 Layer by Layer 방법을 이용하여 유리 기판 위에 코팅을 진행한다. 유리 기판 위 섬유의 코팅성을 높이기 위해 유리 기판을 1 vol% PEI 용액에 10분간 침지 후 꺼내어 증류수로 세척한다. PEI 코팅이 완료된 유리 기판을 약 0.5 ~ 1wt%의 셀룰로오스

용액에 다시 침지한다. 그 후 동일하게 세척과정을 거치고 건조하여 측정을 위한 샘플을 완성한다.

[0080] 이 후, SEM 이미지를 통하여 셀룰로오스 나노 섬유 중형비를 측정하고, 측정된 중형비와 측정된 섬유의 개수를 상기 수학적 식 6에 대입하여 셀룰로오스 섬유의 PDI값을 계산한다.

[0081] PDI 계산값이 1에 가까울수록 더욱 균질한 분리가 되고 높은 분리율을 나타내는 것으로 판단할 수 있다.

[0082] <비교 예>

[0083] 외력장, 예를 들어, 자기장의 유무에 따른 셀룰로오스 나노 섬유 분리 거동의 차이를 확인하기 위하여, 자기장을 인가하지 않고(0 T) 실시예의 (a), (b)를 진행한다. 결과 확인을 위하여 y자 관에서 유출되는 각각의 유체를 수집하고 실시예의 (c)를 진행하였다.

[0084] 실시 예에서 각각의 출구 관에서 나오는 용액을 얻어 단순 분산 계산법을 통해 분리 효율을 계산한 결과, 동축선 상의 관은 0.7, 가지관은 0.8의 결과값을 나타낸 반면 비교 예에서는 동축선 관은 0.3, 가지관은 0.3 정도의 PDI 값을 보였다. 실시예와 비교예의 PDI 값을 비교하면, 실시예의 PDI가 비교예의 PDI의 약 2.3배 이상으로서 실시예의 PDI가 훨씬 1에 가까운 것을 확인 할 수 있다.

[0085] 이는 길이가 긴 나노 셀룰로오스 섬유는 길이가 짧은 섬유에 비하여 인가된 자기장의 영향을 크게 받기 때문에 흐름 방향을 유지하지 않고 y자 관의 꺾인 부분으로 흐르게 되어 결국 길이가 짧은 나노 셀룰로오스 섬유와 분리된 것으로 보여진다.

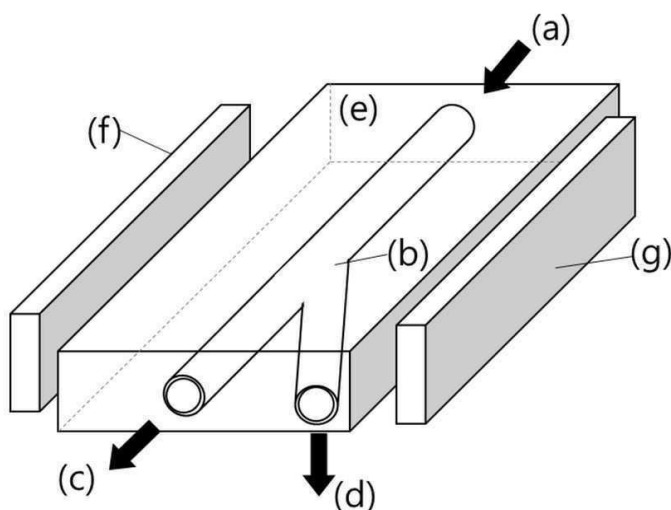
[0086] 상기 분리 효율 및 PDI 값은 물질 분리 장치가 다중 연결됨에 따라 높아질 것이며, 마이크로 분리장치의 길이나 직경, 인가된 외력장에 의해 변화될 수 있을 것이다.

[0087] 본 발명은 도 3과 같이 본 발명의 실시 형태의 물질 분리 장치는 하나의 시스템으로 국한되지 아니하고, 본 장치의 용액 유출부에 추가적으로 동일 장치를 연결함으로써 분리되는 결정성 나노 셀룰로오스의 크기 범위를 좁힐 수 있다.

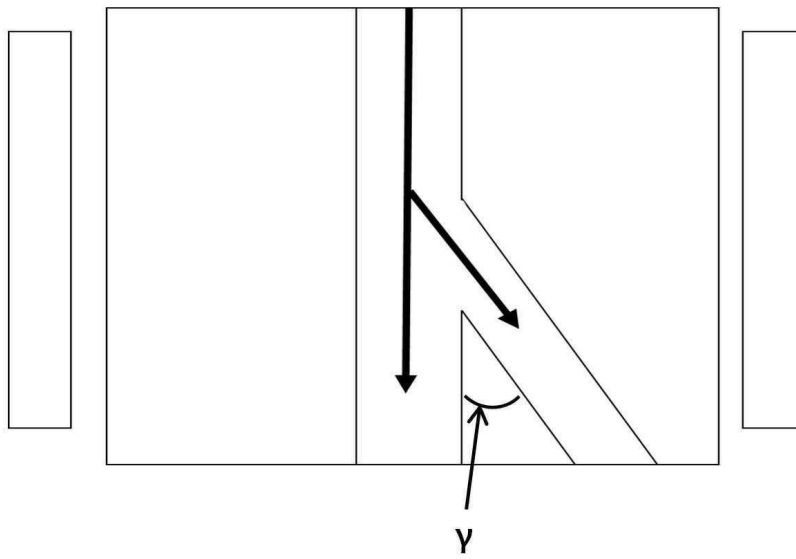
[0088] 앞에서 설명된 본 발명의 일 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 한정하는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 보호범위는 청구범위에 기재된 사항에 의하여만 제한되고, 본 발명의 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상을 다양한 형태로 개량 변경하는 것이 가능하다. 따라서 이러한 개량 및 변경은 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것인 한 본 발명의 보호범위에 속하게 될 것이다.

도면

도면1

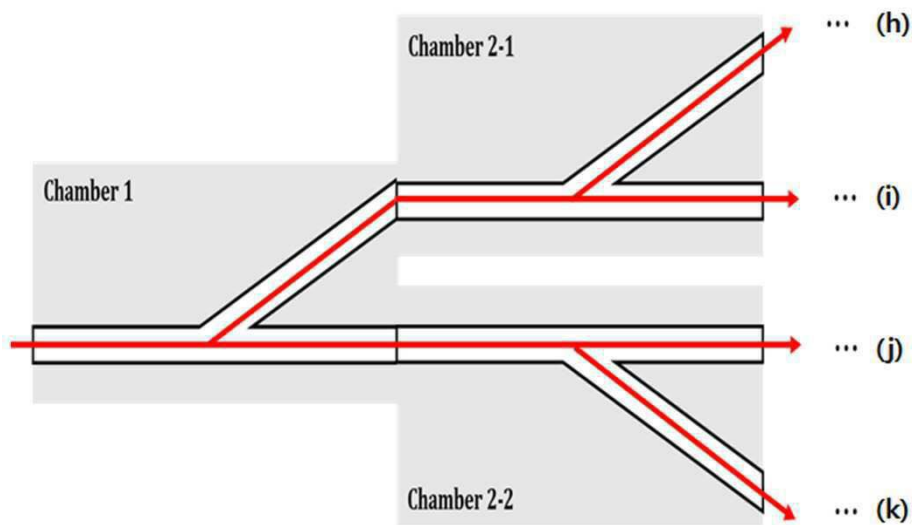


도면2

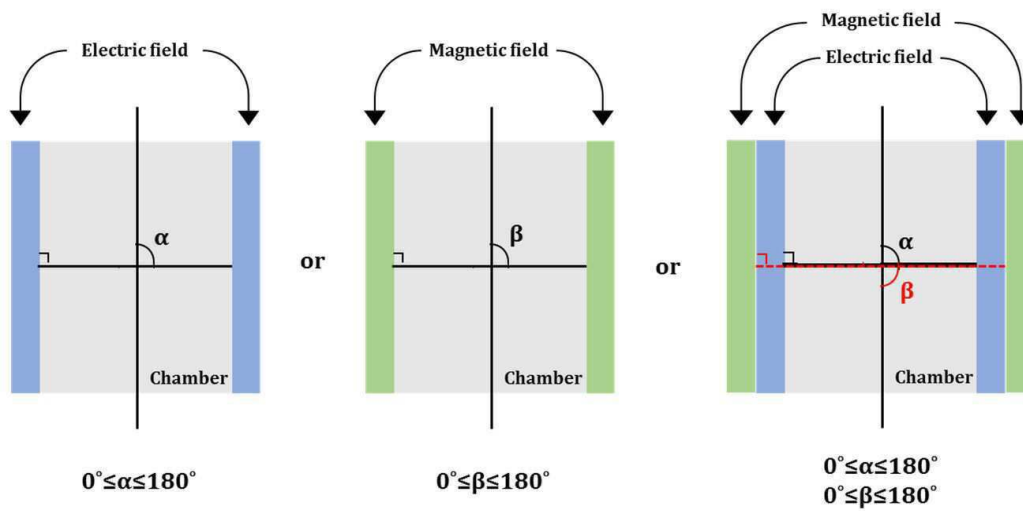


도면3

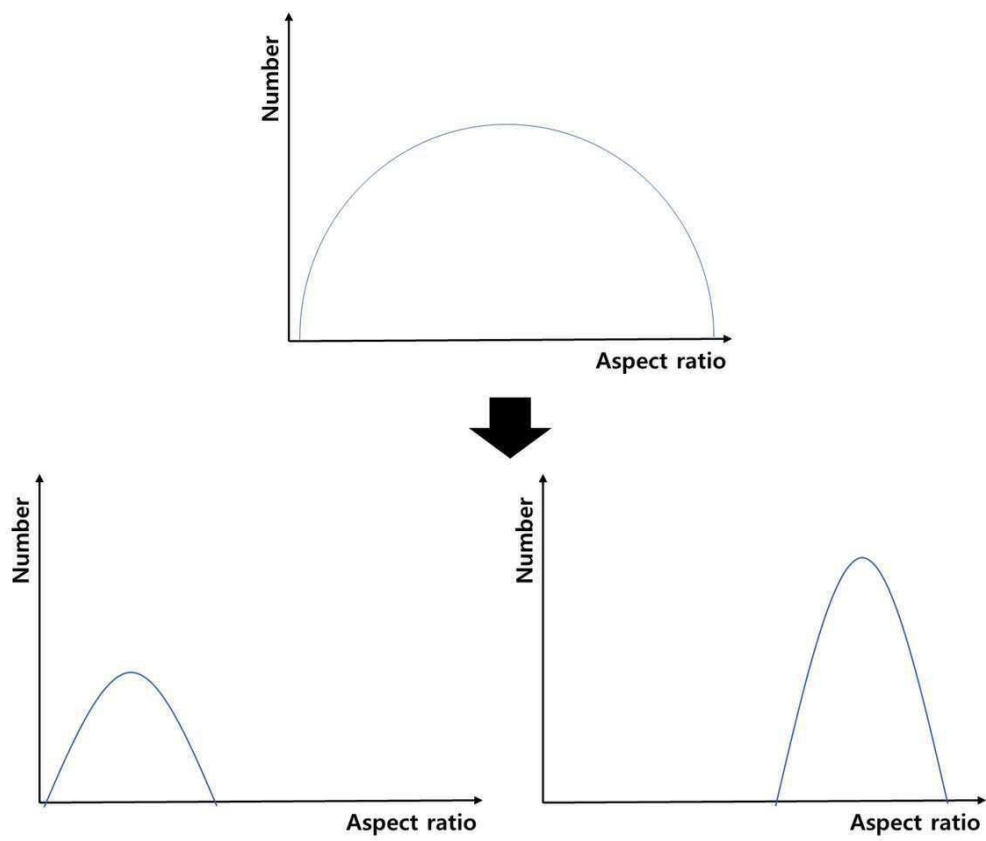
Top view



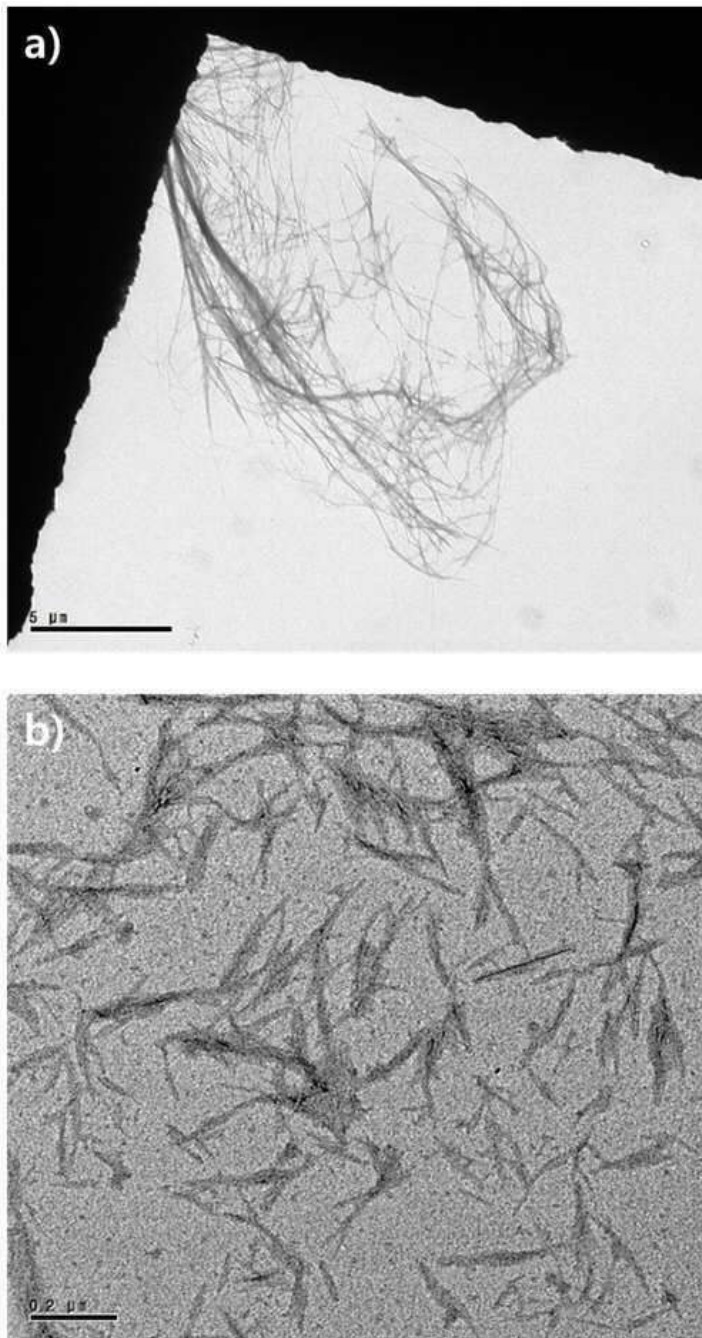
도면4



도면5



도면6



도면7

