(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년01월25일
(11) 등록번호 10-2206991
(24) 등록일자 2021년01월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D06M 15/11 (2006.01) *D06M 11/00* (2020.01)
D06M 13/184 (2006.01) *D06M 23/08* (2020.01)
D06M 101/04 (2006.01)
(52) CPC특허분류
D06M 15/11 (2013.01)
D06M 11/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0100069
(22) 출원일자 2020년08월10일
심사청구일자 2020년08월10일
(56) 선행기술조사문헌
KR101592965 B1*
KR101592967 B1*
KR1020040022101 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
창원대학교 산학협력단
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동)
(72) 발명자
송정일
경상남도 창원시 성산구 창원대로1209번길 22
무추코타 나렌드라 프라바카
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20, 53(사림동, 창원대학교)
이동우
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20, 53-105(사림동, 창원대학교)
(74) 대리인
특허법인남촌

전체 청구항 수 : 총 10 항 심사관 : 박혜준

(54) 발명의 명칭 **친환경 소재를 이용한 바이오 복합재 및 그 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 천연소재로 이루어진 열가소성 전분과 저독성 난연제를 이용하여 친환경적이면서도 물성 및 결합력이 우수한 바이오 복합재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

본 발명의 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재 및 그 제조 방법은 식물로부터 추출된 전분을 포함하는 열가소성 전분과 나노화된 분말 상태의 난연제를 혼합한 혼합물을 천연 섬유의 표면에 도포한 후 압축 성형을 통해 만들어지는 것을 특징으로 한다.

이와 같은 본 발명에 의하면, 본 발명은 인장 강도 및 탄성률이 우수하면서도 화염 등에 강한 복합재를 제조할 수 있다는 장점이 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
D06M 13/184 (2013.01)
D06M 23/08 (2013.01)
D06M 2101/04 (2013.01)
D06M 2200/30 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1345315504
과제번호 2018R1A6A1A03024509
부처명 교육부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 이공분야 대학중점연구소 지원사업(이공공학학술연구기반구축(R&D))
연구과제명 친환경 난연 하이브리드 복합재 기술 개발
기 여 율 1/2
과제수행기관명 창원대학교
연구기간 2020.03.01 ~ 2021.02.28
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711112362
과제번호 2019R1A2B5B03004980
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 중견후속연구(개인기초연구(과기정통부)(R&D))
연구과제명 천연섬유와 코어-쉘 섬유를 보강한 고기능 자가회복 복합재 개발
기 여 율 1/2
과제수행기관명 창원대학교
연구기간 2020.03.01 ~ 2021.02.28

명 세 서

청구범위

청구항 1

식물로부터 추출된 전분을 포함하는 열가소성 전분과 나노화된 분말 상태의 난연제를 혼합한 혼합물을 알콕시실레인 처리에 의해 표면이 보강된 천연 섬유의 표면에 도포한 후 압축 성형을 통해 만들어지는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 열가소성 전분은,

식물로부터 추출된 전분에 글리세롤과 증류수가 10:3:2(v/v)의 비율로 혼합되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 난연제는,

4.5~5.5g의 달걀 껍데기 또는 패각류와 380~420ml의 아세트산이 혼합되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재.

청구항 4

전분과 글리세롤 및 증류수를 10:3:2(v/v)의 비율로 혼합한 후 55~65℃의 온도 범위로 가열하여 열가소성 전분을 제조하는 열가소성 전분 제조 단계와;

달걀 껍데기 또는 패각류를 4.5~5.5g, 아세트산을 380~420ml 혼합한 후 초음파 처리하여 나노화된 분말 상태의 난연제를 제조하는 난연제 제조 단계와;

천연섬유의 표면에 알콕시실레인처리를 하여 천연섬유와 열가소성 전분의 결합도가 높아지도록 하는 천연섬유 표면 보강 단계와;

상기 표면 보강 단계에서 알콕시실레인 처리된 천연섬유에 상기 열가소성 전분과 난연제를 혼합하여 도포한 후 압축 성형하는 도포 및 압축 성형 단계;가 수행되어 이루어짐을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서, 상기 열가소성 전분 제조 단계는,

식물로부터 추출된 전분과 글리세롤 및 증류수를 혼합한 후 300rpm의 속도에서 13~17분간 교반하는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

청구항 6

제 4 항에 있어서, 상기 난연제 제조 단계는,

달걀 껍데기 또는 패각류를 세척하여 이물질을 제거하는 세척 단계와,

상기 세척 단계에서 세척한 달걀 껍데기 또는 패각류를 분쇄하는 분쇄단계와,

상기 분쇄 단계에서 분쇄된 달걀 껍데기 또는 패각류의 분말에 아세트산을 첨가한 후 초음파 처리를 통해 나노 분말을 제조하는 나노 분말 제조 단계와,

상기 나노 분말 제조 단계에서 제조된 나노 크기의 분말이 균질화를 이루도록 폴리아크릴산나트륨(Sodium Polyacrylate)을 첨가하여 응집된 분말을 분리시키는 분리 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서, 상기 분쇄 단계는,

달걀 껍데기 또는 패각류를 믹서(mixer)를 이용하여 20~40㎛ 크기로 분쇄하는 1차 분쇄단계와,

상기 1차 분쇄단계에서 분쇄되어 제조된 분말을 볼밀 공정을 통해 분쇄하는 2차 분쇄단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법

청구항 8

제 4 항에 있어서, 상기 알콕시실레인 처리는,

천연섬유를 2%의 수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH) 수용액에 25~35분간 담근 후 중화 및 건조시키는 알칼리 처리 단계와,

상기 알칼리 처리 단계에서 알칼리 처리된 천연섬유를 5%의 실레인(silane) 수용액에 25~35분간 담근 후 중화 및 건조시키는 실레인 처리 단계가 수행되는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 알칼리 처리 단계와 실레인 처리 단계에서 각각의 수용액에 천연섬유를 담근 후 중화시킬 때, 천연섬유의 pH가 7이 되도록 세척 및 중화시키는 것을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서, 상기 도포 및 압축 성형 단계에서는,

상기 천연섬유에 상기 열가소성 전분과 난연제를 혼합한 혼합물을 도포한 후 130~150℃의 온도에서 5MPa 이상의 압력으로 10분간 가압한 후, 110~130℃의 온도에서 5MPa 이상의 압력으로 30분간 재차 가압함으로써 수행됨을 특징으로 하는 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 바이오 복합재에 관련된 것으로서, 더욱 상세하게는 천연소재로 이루어진 열가소성 전분과 저독성 난연제를 이용하여 친환경적이면서도 물성 및 결합력이 우수한 바이오 복합재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 일반적으로, 화재로 인한 인명 사고 등에서 보여지듯, 다양한 화재의 위험에 대한 개인 안전의 중요도가 점차 높아지고 있으며, 이로써 각종 의류나 침장류에 적용되는 난연성 복합재의 개발도 증가하고 있는 추세이다.

[0003] 특히, 소방장구의 경우는 화염의 위험으로부터 인체를 안전하게 보호할 수 있도록 난연성 복합섬유로 이루어져야만 하는 것이 필수이다.

[0004] 난연성을 가지는 복합섬유와 관련된 종래 기술에는 한국 등록특허 제10-0867196호, 한국 등록특허 제10-1425999호 등 다양하게 개시된 바와 같다.

[0005] 그러나, 전술된 종래기술에 적용된 폴리에스테르는 할로겐과 비할로겐 화합물로부터 난연성을 부여하며, 여기서 상기 할로겐 화합물의 경우 인체에 유해하고 대기오염을 유발하는 문제점을 가질뿐만 아니라 생분해성이 낮기 때문에 친환경적이지 못하다는 문제점이 있다.

[0006] 이에 따라, 최근에는 물리적 및 화학적으로 더욱 견고하면서도 친환경적인 난연성의 복합섬유에 대한 요구가 커지고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국 등록특허 제10-0867196호

(특허문헌 0002) 한국 등록특허 제10-1425999호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 따라서, 본 발명의 목적은 상기한 바와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 친환경 소재로 이루어진 열가소성 전분과 저독성 난연제를 이용하여 친환경적이면서도 물성 및 결합력이 우수한 바이오 복합재를 제조하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 바와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명의 특징에 따르면, 본 발명에 의한 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재 및 그 제조 방법은, 식물로부터 추출된 전분을 포함하는 열가소성 전분과 나노화된 분말 상태의 난연제를 혼합한 혼합물을 천연 섬유의 표면에 도포한 후 압축 성형을 통해 만들어지는 것을 특징으로 한다.

[0010] 상기 열가소성 전분은, 식물로부터 추출된 전분에 글리세롤과 증류수가 혼합되어 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0011] 상기 난연제는, 달걀 껍데기 또는 패각류, 아세트산이 혼합되어 이루어진 것을 특징으로 한다.

[0012] 전분과 글리세롤 및 증류수를 10:3:2(v/v)의 비율로 혼합한 후 55~65℃의 온도 범위로 가열하여 열가소성 전분을 제조하는 열가소성 전분 제조 단계와; 달걀 껍데기 또는 패각류를 4.5~5.5g, 아세트산을 380~420ml 혼합한 후 초음파 처리하여 나노화된 분말 상태의 난연제를 제조하는 난연제 제조 단계와; 천연섬유의 표면에 알콕시실레인처리를 하여 천연섬유와 열가소성 전분의 결합도가 높아지도록 하는 천연섬유 표면 보강 단계와; 상기 표면 보강 단계에서 알콕시실레인 처리된 천연섬유에 상기 열가소성 전분과 난연제를 혼합하여 도포한 후 압축 성형하는 도포 및 압축 성형 단계;가 수행되어 이루어짐을 특징으로 한다.

[0013] 상기 열가소성 전분 제조 단계는, 식물로부터 추출된 전분과 글리세롤 및 증류수를 혼합한 후 300rpm의 속도에서 13~17분간 교반하는 것을 특징으로 한다.

[0014] 상기 난연제 제조 단계는, 달걀 껍데기 또는 패각류를 세척하여 이물질을 제거하는 세척 단계와, 상기 세척 단계에서 세척한 달걀 껍데기 또는 패각류를 분쇄하는 분쇄단계와, 상기 분쇄 단계에서 분쇄된 달걀 껍데기 또는 패각류의 분말에 아세트산을 첨가한 후 초음파 처리를 통해 나노 분말을 제조하는 나노 분말 제조 단계와, 상기 나노 분말 제조 단계에서 제조된 나노 크기의 분말이 균질화를 이루도록 폴리아크릴산나트륨(Sodium Polyacrylate)을 첨가하여 응집된 분말을 분리시키는 분리 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0015] 상기 분쇄 단계는, 달걀 껍데기 또는 패각류를 믹서(mixer)를 이용하여 20~40㎛ 크기로 분쇄하는 1차 분쇄단계와, 상기 1차 분쇄단계에서 분쇄되어 제조된 분말을 볼밀 공정을 통해 분쇄하는 2차 분쇄단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0016] 상기 알콕시실레인 처리는, 천연섬유를 2%의 수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH) 수용액에 25~35분간 담근 후 중화 및 건조시키는 알칼리 처리 단계와, 상기 알칼리 처리 단계에서 알칼리 처리된 천연섬유를 5%의 실레인(silane) 수용액에 25~35분간 담근 후 중화 및 건조시키는 실레인 처리 단계가 수행되는 것을 특징으로 한다.

[0017] 상기 알칼리 처리 단계와 실레인 처리 단계에서 각각의 수용액에 천연섬유를 담근 후 중화시킬 때, 천연섬유의 pH가 7이 되도록 세척 및 중화시키는 것을 특징으로 한다.

[0018] 상기 도포 및 압축 성형 단계에서는, 상기 천연섬유에 상기 열가소성 전분과 난연제를 혼합한 혼합물을 도포한 후 130~150℃의 온도에서 5Mpa 이상의 압력으로 10분간 가압한 후, 110~130℃의 온도에서 5Mpa 이상의 압력으로 30분간 재차 가압함으로써 수행됨을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0019] 본 발명에 의한 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재 및 그 제조방법은 다음과 같은 효과가 있다.

[0020] 첫째, 본 발명의 바이오 복합재 및 그 제조 방법은 열가소성 전분과 난연제를 아마섬유, 황마섬유 등과 같은 천연섬유에 도포 및 성형한다. 따라서, 가소성과 난연성이 부여된 천연섬유를 제조할 수 있다.

[0021] 둘째, 상기 열가소성 전분을 제조시에는 식물로부터 추출되어 얻어진 옥수수 전분이 주성분으로 하여 열가소성 전분을 취득하고, 상기 난연제를 제조시에는 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 주성분으로 하여 난연제를 취득한다. 상기 옥수수 전분과 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기의 경우는 주변에서 쉽게 구할 수 있을뿐만 아니라 가격이 저렴하다. 따라서, 낮은 제조 단가로 우수한 성능의 복합재를 제조할 수 있다는 효과가 있다.

[0022] 셋째, 본 발명의 바이오 복합재 및 그 제조 방법은 천연섬유의 표면에 수산화나트륨과 실레인을 처리하는 알콕시실레인 처리를 수행한다. 따라서, 천연섬유의 표면에 도포 및 성형되는 열가소성 전분 및 난연제가 더욱 우수한 결합도를 가지며 결합하게 되고, 인장 강도 및 탄성률이 우수하면서도 화염 등에 강한 복합재를 제조할 수 있다는 장점이 있다.

[0023] 넷째, 본 발명은 난연제를 제조시 폐자원인 달걀 껍데기 또는 패각류(바람직하게는 굴 껍데기)를 이용하여 제조한다. 여기서, 패각류의 경우 해안야적, 매립 등 비처리되어 버려지게 되는데 이로 인해 많은 환경 문제가 야기되고 있다. 따라서, 이처럼 버려지는 패각류를 이용하여 난연제 제조에 사용하면 유효자원의 이용에 따른 환경문제가 해소된다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재를 제조하는 방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 난연제를 제조하는 방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 열가소성 전분 제조 과정을 분자 구조로 나타낸 상태도.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 난연제 제조 과정을 분자 구조로 나타낸 상태도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 이하 본 발명에 의한 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재 및 그 제조 방법을 첨부된 도면을 참고하여 상세하게 설명한다.

[0026] 첨부된 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재를 제조하는 방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도이고, 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 난연제를 제조하는 방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도이며, 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 열가소성 전분 제조 과정을 분자 구조로 나타낸 상태도이고, 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 난연제 제조 과정을 분자 구조로 나타낸 상태도이다.

[0027] 이들 도면에 도시된 바와 같이 본 발명의 친환경 소재를 이용한 바이오 복합재는 식물로부터 추출된 전분(Starch)을 이용하여 제조된 열가소성 전분(Thermoplastic Starch, TPS)과 달걀 껍데기 또는 패각류(바람직하게는 굴 껍데기)를 이용하여 제조된 난연제를 혼합한 후 천연섬유에 도포하여 압축 성형 공정을 통해 제조되는 것을 특징으로 한다.

[0028] 첨부된 도 1에 도시된 바와 같이 본 발명의 바이오 복합재 제조 방법은 크게 열가소성 전분 제조 단계(S10)와, 난연제 제조 단계(S20)와, 천연섬유 표면 보강 단계(S30)와, 상기 열가소성 전분과 난연제를 혼합하는 혼합 단계(S40)와, 상기 혼합 단계(S40)에서 혼합된 혼합물을 천연섬유에 도포 및 압축 성형하는 단계(S50)를 포함하여 진행됨을 제시한다.

[0029] 이러한 각 단계를 통해 바이오 복합재를 제조하는 과정에 대하여 상기 각 단계별로 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0030] 먼저, 상기 열가소성 전분 제조 단계(S10)를 통해 열가소성 전분(Thermoplastic Starch, TPS)을 제조한다.

[0031] 이와 같은 열가소성 전분 제조 단계(S10)는 식물로부터 추출된 분말 상태의 전분에 글리세롤(glycerol) 및 물(water, 바람직하게는 증류수)을 첨가하여 열가소성 전분을 제조한다.

[0032] 여기서, 식물로부터 추출된 전분은 옥수수, 곡물, 감자 등과 같은 식물로부터 복합 탄수화물을 추출한 것을 말

하며, 본 발명에 적용된 전분은 옥수수 전분(corn starch)이다.

[0033] 상기 옥수수 전분은 100% 재생이 가능하면서도 완벽한 생분해성을 가지는 물질이고, 물리적 및 화학적으로 쉽게 변화가 가능하며, 가격이 저렴하고 쉽게 구할 수 있다는 장점이 있다.

[0034] 뿐만 아니라, 상기 옥수수 전분은 안정성이 좋고 접착력이 강하면서 미립자 상태로의 형성이 가능하기 때문에 물(water)과 같은 수산기 그룹과의 수소결합을 통한 복합재 성형이 가능하다는 장점이 있다.

[0035] 본 발명의 열가소성 전분은 상기와 같은 옥수수 전분에 글리세롤(glycerol) 및 물(바람직하게는 증류수)을 10 : 3 : 2(v/v)의 비율로 첨가한다.

[0036] 이때, 상기한 글리세롤은 단순히 물에 옥수수 전분을 혼합하게 될 경우 상기 옥수수 전분의 용융이 이루어지지 않기 때문에 이러한 옥수수 전분이 상기 물에 쉽게 용융되도록 하기 위해 제공된다.

[0037] 또한, 상기 글리세롤은 옥수수 전분에 가소성을 부여함에 따라 가소제의 역할을 동시에 하게 된다.

[0038] 상기 옥수수 전분에 글리세롤 및 물을 첨가한 후 교반기를 이용하여 55~65℃의 온도 범위에서 300rpm의 속도로 대략 13~17분(바람직하게는 15분)동안 교반한다.

[0039] 그리고, 교반된 혼합물을 필터링 및 건조시킴으로써 분말 형태의 열가소성 전분을 제조하며, 볼밀(ball mill) 공정을 통해 혼합 및 분쇄하여 더욱 균일하고 미세한 분말 형태의 열가소성 전분을 취득한다.

[0040] 상기와 같은 제조 방법에 따라 제조된 열가소성 전분은 첨부된 도 3에 도시된 분자 구조처럼 사슬 형상으로 결합을 이루게 된다.

[0041] 그 다음, 상기 난연제 제조 단계(S20)를 통해 난연제를 제조한다.

[0042] 이러한 난연제 제조 단계(S20)는 상기 열가소성 전분 제조 단계(S10)와는 별도로 수행된다.

[0043] 이와 같은 난연제 제조 단계(S20)는 달걀 껍데기 혹은 패각류, 바람직하게는 굴 껍데기를 분말 상태로 첨가하여 난연제를 제조한다.

[0044] 여기서, 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기는 탄산칼슘(calcium carbonate)이 주성분으로 이루어져 있으며, 이러한 탄산칼슘은 고온에서 자체 분해함으로써 소석회(CaO)와 탄산가스(CO_2)로 분해된다.

[0045] 여기서 나오는 탄산가스가 바로 플라스틱 연소를 억제함으로써 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기와 같은 패각류가 고온에 노출될 시 쉽게 타지 않도록 하는 것이다.

[0046] 본 발명의 난연제 제조 단계(S20)는 이러한 달걀 껍데기 혹은 패각류를 이용하여 첨부된 도 2에 도시된 것처럼 크게 세척 단계(S201)와, 1차 분쇄 단계(S202)와, 2차 분쇄 단계(S203)와, 나노 분말 제조 단계(S204)와, 응집된 분말 분리 단계(S205)를 포함하여 진행됨을 제시한다.

[0047] 이러한 각 단계를 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0048] 우선, 상기 세척 단계(S201)에서는 난연제를 제조하기 위해 사용할 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 세척한다.

[0049] 이때, 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기의 표면에 붙은 불순물이나 이물질 등을 깨끗히 제거한다.

[0050] 그리고, 상기 세척 단계(S201)에서 세척한 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 분쇄하는 상기 1차 분쇄 단계(S202)를 수행한다.

[0051] 상기 1차 분쇄 단계(S202)에서는 먼저 분쇄하고자 하는 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 대략 6시간 동안 98~102℃의 온도 범위 내에서 가열한다.

[0052] 그리고, 가열된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 건조시킨 후 믹서(mixer)를 이용하여 대략 10분간 20~40㎛ 크기로 분쇄한다.

[0053] 그 다음, 분쇄된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 탈 이온수(deionized water) 혹은 에탄올(ethanal)을 이용하여 세척하고, 상온에서 24시간 동안 다시 건조시켜 분말 형태의 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 취득한다.

[0054] 다음으로, 상기 1차 분쇄 단계(S202)에서 20~40㎛ 크기로 분쇄된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말을 재차 분쇄하는 상기 2차 분쇄 단계(S203)를 수행한다.

[0055] 상기 2차 분쇄 단계(S203)는 상기 1차 분쇄 단계(S202)에서 1차 분쇄된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말과 폴

리프로필렌글리콜(Polypropylene glycol, PPG)을 1 : 2의 비율로 혼합한다.

[0056] 그리고, 상기에서 혼합된 혼합물과 8개의 스틸 볼을 함께 용기에 넣은 후 대략 10시간 동안 볼밀(ball mill) 공정을 수행하여 20㎛ 이하의 크기를 가지는 분말을 제조한다.

[0057] 그 다음, 제조된 분말을 원심 분리기를 이용하여 에탄올로 세척한 후 15000rpm의 속도로 약 4분~6분 동안 4차례에 걸쳐 원심 분리를 한다.

[0058] 다음으로, 상기 2차 분쇄 단계(S203)에서 20㎛ 이하의 크기로 분쇄된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말을 초음파 처리를 통해 나노 크기로 제조하는 나노 분말 제조 단계(S204)를 수행한다.

[0059] 상기 나노 분말 제조 단계(S204)는 상기 2차 분쇄 단계(S203)에서 분쇄된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말 4.5~5.5g(바람직하게는 5g)에 아세트산을 380~420ml(바람직하게는 400ml) 범위 내로 첨가한 후 혼합한다.

[0060] 그리고, 교반기를 이용하여 대략 30분 동안 1200rpm의 속도로 지속적으로 교반한다.

[0061] 그 다음, 교반된 혼합물을 약 23~27℃의 온도에서 50% 진폭으로 초음파 처리를 수행하고, 원심 분리기를 이용하여 15000rpm의 속도로 24시간 동안 지속적으로 건조시키는 과정을 수행함으로써 나노 크기의 분말을 취득한다.

[0062] 다음으로, 상기 나노 분말 제조 단계(S204)에서 취득한 나노 크기의 분말이 균일한 크기를 가지도록 응집된 분말을 분리하는 단계(S205)를 수행한다.

[0063] 상기 응집된 분말 분리 단계(S205)는 상기 나노 분말 제조 단계(S204)에서 취득한 나노 크기의 분말을 탈 이온수와 혼합한 후 대략 1시간 동안 교반한다.

[0064] 이처럼 1시간 동안 교반하는 이유는 울트라소니케이션(ultrasonication) 즉, 초음파 처리를 수행하기 위해서이다.

[0065] 상기 나노 분말 제조 단계(S204)에서 취득한 나노 크기의 분말은 응집되는 특성이 있으며, 이를 풀어주기 위해서는 초음파 처리를 수행함이 바람직하다.

[0066] 초음파 처리는 교반된 혼합물의 분자 조직을 파괴하여 그 안에 함유되어 있는 효소들을 추출하는 특징이 있는데, 이러한 초음파 처리를 수행함으로써 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기에 함유된 성분들을 추출하기 위함이다.

[0067] 따라서, 1시간 동안 탈 이온수와 혼합되어 분자 조직이 파괴된 나노 크기의 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말을 약 58~62℃의 온도 범위에서 초음파 처리를 한다.

[0068] 그리고, 상기에서 초음파 처리된 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기 분말에 폴리아크릴산나트륨(Sodium Polyacrylate)을 첨가한다.

[0069] 여기서, 폴리아크릴산나트륨은 분자간 가교를 일으켜 우수한 물성을 가지도록 하며, 응집된 나노 분말을 분리시키는 특징을 가진다.

[0070] 이에 따라, 나노 분말이 균일한 크기를 가지도록 할 수 있다.

[0071] 이러한 폴리아크릴산나트륨을 분말의 8~10wt.%에 해당하는 양으로 첨가한 후 다시 초음파 처리를 수행한다.

[0072] 그 다음, 재차 초음파 처리된 혼합물을 상온에서 약 15분 가량 교반함으로써 달걀 껍데기 또는 굴 껍데기를 이용한 난연제를 취득할 수 있다.

[0073] 상기의 제조 방법에 따라 취득된 열가소성 전분과 난연제는 천연섬유(예컨데, 아마섬유, 황마섬유, 대나무섬유 등)의 표면에 도포 및 성형되어 가소성과 난연성을 동시에 제공하는 천연섬유 복합재를 제조할 수 있다.

[0074] 열가소성 전분과 난연제를 천연섬유의 표면에 도포 및 성형하기에 앞서, 우선적으로 천연섬유에 알콕시실레인(Alkoxy silane) 처리를 하는 천연섬유 표면 보강 단계(S30)를 수행한다.

[0075] 상기 천연섬유 표면 보강 단계(S30)는 천연섬유의 표면에 도포 및 성형될 열가소성 전분과 난연제가 보다 향상된 결합강도를 이루도록 알콕시실레인 처리를 하는 것이다.

[0076] 이러한 알콕시실레인 처리는 첨부된 도 4와 같이 알칼리 처리(Alkali treatment) 후 실레인 처리(Silane treatment)를 수행한다.

[0077] 우선, 식물로부터 추출된 섬유를 직조하거나 직조된 천연섬유를 준비한다.

[0078] 그리고, 준비된 천연섬유에 알칼리 처리를 수행한다.

[0079] 상기 알칼리 처리를 수행하는 방법은 다음과 같다.

[0080] 먼저 준비된 천연섬유를 2%의 수산화나트륨(sodium hydroxide, NaOH) 수용액에 담근 후 약 25~35분간(바람직하게는 30분) 유지한다.

[0081] 그리고, 흐르는 물 혹은 증류수에 충분히 세척하여 중화시킨 후 천연섬유를 상온에서 건조시킨다.

[0082] 여기서, 천연섬유를 세척하여 중화시킬 때 산도 측정기를 이용하여 천연섬유의 pH가 7이 되도록 세척 및 중화시키는 것이 바람직하다.

[0083] 그 다음, 알칼리 처리된 천연섬유에 실레인 처리를 수행한다.

[0084] 상기 실레인 처리를 수행하는 방법은 다음과 같다.

[0085] 알칼리 처리된 천연섬유를 5%의 실레인(silane) 수용액에 담근 후 약 25~35분간(바람직하게는 30분) 유지한다.

[0086] 그리고, 흐르는 물 혹은 증류수에 충분히 세척하여 중화시킨 후 천연섬유를 상온에서 건조시킨다.

[0087] 여기서, 천연섬유를 세척하여 중화시킬 때 상기와 마찬가지로 산도 측정기를 이용하여 천연섬유의 pH가 7이 되도록 세척 및 중화시키는 것이 바람직하다.

[0088] 이와 같은 방법으로 천연섬유에 알콕시실레인 처리를 수행하면, 천연섬유의 표면에 열가소성 전분과 난연제 혼합물을 도포 및 성형하기 위해 상기 단계에서 각각 제조된 열가소성 전분과 난연제를 혼합하는 혼합 단계(S40)를 수행한다.

[0089] 상기 혼합 단계(S40)에서는 상기 열가소성 전분 제조 단계(S10)에서 제조된 열가소성 전분과 상기 난연제 제조 단계(S20)에서 제조된 난연제를 혼합한다.

[0090] 그 다음, 상기 혼합 단계(S40)에서 혼합된 열가소성 전분과 난연제 혼합물을 상기 천연섬유 표면 보강 단계(S30)에서 표면 처리된 천연섬유의 표면에 도포한 후 성형하는 도포 및 압축 성형 단계(S50)를 수행한다.

[0091] 상기 도포 및 압축 성형 단계(S50)에서는 상기 천연섬유에 열가소성 전분과 난연제의 혼합물을 도포한 후 압축 금형에 얹는다.

[0092] 그리고, 130~150℃의 온도에서 5Mpa의 압력으로 10분간 가압한 후, 110~130℃의 온도에서 5Mpa의 압력으로 30분간 재차 가압한다.

[0093] 여기서, 상기 압축 성형의 온도 범위는 열가소성 전분과 난연제의 혼합물이 도포된 천연섬유가 타지 않도록 하면서도 상기 열가소성 전분과 난연제의 혼합물이 천연섬유에 균일하게 용융되면서 도포될 수 있도록 하기 위한 범위이다.

[0094] 이처럼 상기 도포 및 압축 성형 단계(S50)가 완료되면 압축 금형 기기를 실온에 이르기까지 냉각시킨 후 자연방치를 통해 최종 경화를 수행함으로써 본 발명의 실시예에 따른 가소성 및 난연성이 부여된 바이오 복합재가 완성된다.

[0095] 이러한 본 발명의 범위는 상기에서 예시한 실시예에 한정되지 않고, 상기와 같은 기술범위 안에서 당 업계의 통상의 기술자에게 있어서는 본 발명을 기초로 하는 다른 많은 변형이 가능할 것이다.

부호의 설명

[0096] S10.열가소성 전분 제조

S20.난연제 제조

S30.천연섬유 표면 보강

S40.열가소성 전분과 난연제 혼합

S50.혼합물 천연섬유에 도포 및 압축 성형

S201.달걀 껍데기 또는 패각류 세척

S202.1차 분쇄

S203.2차 분쇄

S204.나노 분말 제조

S205.응집된 분말 분리

도면

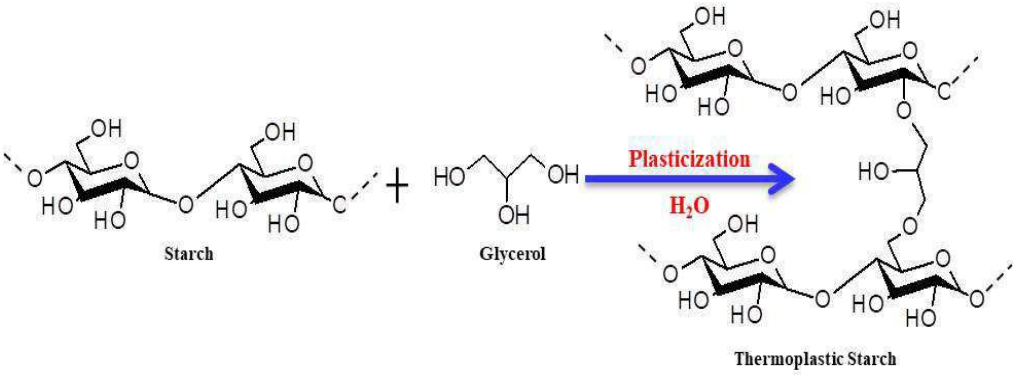
도면1



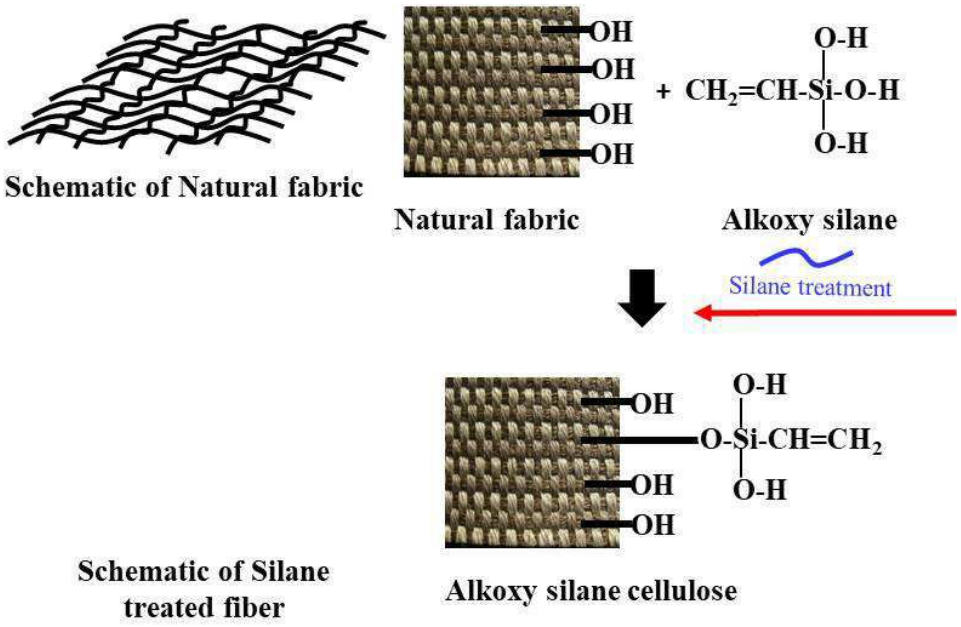
도면2



도면3



도면4



알콕시 실레인 처리