

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2024-0145668
(43) 공개일자 2024년10월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D21H 11/14 (2006.01) D21H 15/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
D21H 11/14 (2013.01)
D21H 15/08 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0040405
(22) 출원일자 2023년03월28일
심사청구일자 2023년03월28일

(71) 출원인
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
이지영
경상남도 진주시 금산면 중장로154번길 49, 113동 303호 (진주금산두산위브아파트)
이수현
울산광역시 중구 동천4길 31, 101동 904호 (서동, 두강팔레스맨션)
(74) 대리인
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 5 항

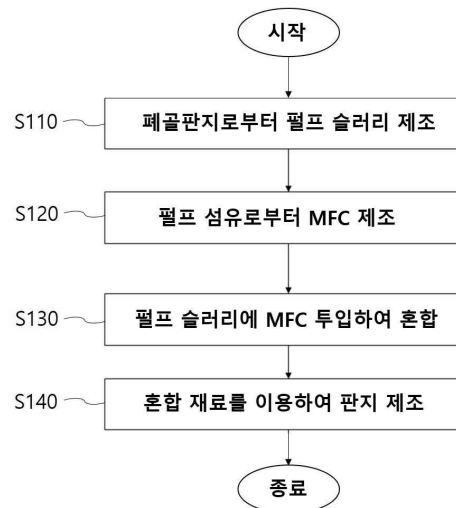
(54) 발명의 명칭 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 있어서, 폐골판지를 이용하여 판지용 지표인 펄프 슬러리를 제조하는 단계; 펄프섬유를 이용하여 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 단계; 상기 펄프 슬러리에 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 투입 후 서로 혼합하는 단계; 및 상기 혼합한 재료를 이용하여 판지를 제조하는 단계를 포함한다.

본 발명에 따르면, 폐골판지로 제조된 판지용 지표에 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 투입하여 판지를 제조함으로써 판지의 두께 하락없이 판지의 강도를 향상시킬 수 있고, MFC의 최적 투입 조건을 제시함으로써 고강도 판지 제조공정에서 벌크를 유지하면서 건조 에너지 소비를 최소화할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345356213
과제번호	LINC3.0-2022-11
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	1차년도 LINC 3.0 사업단 산학공동기술개발과제
연구과제명	패각 부산물 유래 탄산칼슘 적용에 따른 판지의 원료 및 건조에너지 절감 기술 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	경상국립대학교 LINC 3.0 사업단
연구기간	2022.09.19 ~ 2023.01.31

명세서

청구범위

청구항 1

마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 있어서,
폐골판지를 이용하여 판지용 지료인 펄프 슬러리를 제조하는 단계;
펄프섬유를 이용하여 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 단계;
상기 펄프 슬러리에 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 투입 후 서로 혼합하는 단계; 및
상기 혼합한 재료를 이용하여 판지를 제조하는 단계를 포함하는 고강도 판지 제조 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,
상기 혼합하는 단계는,
설정 농도로 희석된 마이크로 피브릴화 셀룰로오스 슬러리를 상기 펄프 슬러리에 투입 후 서로 혼합하는 고강도 판지 제조 방법.

청구항 3

청구항 2에 있어서,
상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스 슬러리는 0.5%의 농도를 가지는 고강도 판지 제조 방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,
상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스는,
상기 펄프섬유의 전건 무게 대비 0.1 내지 0.3%의 질량으로 투입되는 고강도 판지 제조 방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서,
상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 단계는,
상기 펄프 섬유를 고해한 후 마이크로 그라인더를 통해 마이크로 그라인딩하여 상기 펄프 섬유로부터 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 고강도 판지 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 적용하여 고강도 판지를 제조할 수 있는 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 마이크로 피브릴화 셀룰로오스는 다양한 분야에서 경량 고강도 제품을 제조할 때 활용될 수 있는 소재이다. 일반적으로 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 펄프 슬러리에 투입하면 섬유 간의 결합력과 결합면적을 강화하여 판지의 강도를 향상시킬 수 있다.

- [0003] 판지 제조를 위해서 펄프 슬러리에 지력증강제를 투입하게 되면 판지의 강도는 상승하지만 판지의 두께(벌크)가 감소하게 된다. 하지만 판지의 두께는 판지의 스티프니스에 직접적인 영향을 주기 때문에, 강도 상황에 따른 두께 하락을 방지하는 것이 매우 중요하다.
- [0004] 즉, 기존의 지력증강제는(예: 양성전분, 양이온성 PAM)은 섬유에 비해 매우 작기 때문에, 섬유와 섬유 사이의 거리를 감소시켜 섬유 간 결합을 유도하며, 이는 곧 판지의 벌크 하락을 야기한다.
- [0005] 따라서, 섬유간 거리를 유지한 상태에서 섬유 간 결합을 상승시킴에 따라 판지의 두께 하락없이 판지의 강도를 향상시킬 수 있는 기법이 요구된다.
- [0006] 본 발명의 배경이 되는 기술은 한국공개특허 제10-2021-0045343호(2021.04.26 공개)에 개시되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명은 폐골판지로 제조된 판지용 지료에 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 투입하여 판지를 제조함으로써 고강도 판지 제조공정에서 벌크를 유지하면서 강도를 향상시킬 수 있는 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법을 제공하는데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

- [0008] 본 발명은, 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 있어서, 폐골판지를 이용하여 판지용 지료인 펄프 슬러리를 제조하는 단계; 펄프섬유를 이용하여 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 단계; 상기 펄프 슬러리에 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 투입 후 서로 혼합하는 단계; 및 상기 혼합한 재료를 이용하여 판지를 제조하는 단계를 포함하는 고강도 판지 제조 방법을 제공한다.
- [0009] 또한, 상기 혼합하는 단계는, 설정 농도로 희석된 마이크로 피브릴화 셀룰로오스 슬러리를 상기 펄프 슬러리에 투입 후 서로 혼합할 수 있다.
- [0010] 또한, 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스 슬러리는 0.5%의 농도를 가질 수 있다.
- [0011] 또한, 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스는, 상기 펄프섬유의 전건 무게 대비 0.1 내지 0.3%의 질량으로 투입될 수 있다.
- [0012] 또한, 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조하는 단계는, 상기 펄프 섬유를 고해한 후 마이크로 그라인더를 통해 마이크로 그라인딩하여 상기 펄프 섬유로부터 상기 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 제조할 수 있다.

발명의 효과

- [0013] 본 발명에 따르면, 판지용 지료에 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 투입하여 판지를 제조함으로써 판지의 두께 하락없이 판지의 강도를 향상시킬 수 있고, MFC의 최적 투입 조건을 제시함으로써 고강도 판지 제조공정에서 벌크를 유지하면서 건조 에너지 소비를 최소화할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0014] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 판지에 대한 MFC 투입량에 따른 벌크 특성을 나타낸 도면이다.
- 도 3은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 판지에 대한 MFC 투입량에 따른 인장강도 특성을 나타낸 도면이다.
- 도 4는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 판지에 대한 MFC 투입량에 따른 압축강도 특성을 나타낸 도면이다.
- 도 5는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 판지에 대한 MFC 투입량에 따른 파열강도 특성을 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0015] 그러면 첨부한 도면을 참고로 하여 본 발명의 실시 예에 대하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수

있으며 여기에서 설명하는 실시 예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본 발명을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

- [0016] 본 발명은 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법에 관한 것으로서, 판지 제조 공정에서 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(micro-fibrillated cellulose, MFC)를 지력 증강제로 활용하여 고강도의 판지를 제조할 수 있는 기법을 제안한다.
- [0017] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 고강도 판지 제조 방법을 설명하는 흐름도이다.
- [0018] 먼저, 폐골판지를 이용하여 판지용 지료인 펄프 슬러리를 제조한다(S110). 이때, 펄프 슬러리는 폐골판지를 충분히 해리 및 분산시킨 후에 설정 농도로 희석한 상태를 의미한다.
- [0019] S110 단계에서, 본 실시예의 경우, 폐골판지를 설정 시간 동안 물에 침전시킨 후 고속 해리기를 사용하여 약 2% 농도로 해리시켜서 섬유 덩집이 없는 완전히 분산된 상태로 지료를 제조 후 이를 다시 물에 0.5% 농도로 희석하여 펄프 슬러리를 준비한다.
- [0020] 다음, 펄프섬유를 이용하여 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 제조한다(S120). 예를 들어, 목재 표백화학펄프(침엽수, 활엽수 포함)를 고해한 후 마이크로 그라인딩 혹은 호모게나이저로 분쇄하여 마이크로미터 크기(예: 섬유폭 100 nm 수준)로 섬유화된 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 제조할 수 있다.
- [0021] MFC 제조 과정에서는 저전단점도(Low-shear viscosity)가 상승하지 않는 범위 내에서 분쇄하는 것이 중요하다. 그 이유는 분쇄 크기가 작아져 점도가 상승하면 판지 제조 과정에서 탈수성을 악화시켜서 건조 에너지를 상승시키는 요인이 되기 때문이다. 이러한 S120 단계는 S110 단계와 동시에 진행될 수도 있고, S110 단계보다 먼저 진행될 수도 있다.
- [0022] 본 발명의 실시예에서 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)는 판지 제조를 위한 지력 증강제로 활용된다. 본 실시예의 경우, 판지 제조 공정에서 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 지력 증강제로 활용하기 위해, 벌크, 건조 에너지, 강도를 고려한 MFC 내점 활용 방법을 제공한다. 특히, 본 발명의 실시예는 MFC의 최적 투입량 범위를 제시함으로써, 고강도 판지 제조 공정에서 벌크를 유지하면서 건조 에너지 소비를 최소화할 수 있도록 한다.
- [0023] 이후에는, 제조된 펄프 슬러리에 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 투입 후 서로 혼합한다(S130).
- [0024] 여기서, 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)는 설정 농도로 물에 희석된 후에 펄프 슬러리에 혼합될 수 있다. 본 발명의 실시예는 MFC의 유동성과 지료의 탈수성을 고려하여 0.5%로 희석을 실시하여 사용하였다.
- [0025] 이와 같이, S130 단계에서는 0.5% 농도로 희석하여 준비한 마이크로 피브릴화 셀룰로오스 슬러리(MFC 슬러리)를 펄프 슬러리에 투입하여 서로 혼합할 수 있다.
- [0026] 이러한, S130 단계에서, 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC)는, 펄프섬유의 전건 무게 대비 0.1 내지 0.3%의 질량으로 투입되는 것이 바람직하다. 펄프 섬유의 전건 무게 대비 0.1% 미만의 질량으로 MFC를 투입할 경우 충분한 강도 향상이 어려우며, 0.3% 이상의 질량으로 투입되면 함수율이 급격히 증가하여 건조 에너지 상승을 초래하므로 제조 단가도 상승하는 단점이 있다.
- [0027] 이후에는, 이와 같이 혼합한 재료를 이용하여 판지를 제조한다(S140). 혼합한 재료는 수초지로 제작될 수 있다. 수초지 및 이를 이용한 판지 제조 과정은 기 공지된 방식이 활용될 수 있다.
- [0028] 본 발명의 실시예에서는 상술한 바와 같이 혼합된 재료를 원료로 하여 수초지계를 통하여 시편을 제작하였고 그에 대한 물성을 평가하였다.

[0030] <실시예 1> MFC 제조 방법

[0032] ① 공시재료

[0033] 마이크로 피브릴화 셀룰로오스(MFC) 제조를 위한 재료로, 무림P&P에서 공급받은 활엽수 표백크라프트 펄프(활엽수 펄프 혹은 HwBKP)를 사용하였다.

- [0035] ② 실험방법
- [0036] 준비된 활엽수 표백크라프트 펄프 재료에 대해 실험실용 비터(Valley beater)를 이용하여 여수도 450 ± 10 mLCSF로 고해를 실시한 후 마이크로 그라인더(Super Masscolloider, Masuko Sangyo Co., Ltd, Japan)를 이용하여 1,500 rpm, 스톤간격 $-150 \mu\text{m}$ 의 조건으로 1회 마이크로 그라인딩을 실시하였다.
- [0037] 그리고, 저전단점도계 Brookfield viscometer (DV-IP, Brookfield Engineering Laboratories, USA)를 사용하여 점도를 측정하였다.
- [0038] 그리고, 전계방사 주사현미경(FE-SEM, Field Emission Scanning Electron Microscope, JSM-7610F, JEOL, Japan)을 이용하여 이미지 촬영 후 3D 이미지분석기를 이용하여 100개의 섬유폭을 측정하였다.
- [0040] <실시예 2> 판지 제조
- [0042] ① 공시재료
- [0043] 판지 제조를 위한 재료로, 앞서 제조한 MFC와 원창포장공업에서 공급받은 국산 폐골판지(KOCC)를 사용하였다.
- [0045] ② 실험방법
- [0046] 폐골판지(KOCC)를 18시간 동안 물에 침전시켰다가 고속해리기를 이용하여 2% 농도로 약 30분간 해리시킨 후 섬유가 뭉침 없이 완전히 분산된 것을 확인하고 지료로 사용하였다.
- [0047] 해리가 된 판지용 지료는 농도 0.5%로 희석을 실시한 후 사용하였다. 희석된 판지용 지료는 펄프 슬러리에 해당한다. 벌크와 강도 측정을 위해 TAPPI Standard Method T 205에 의거하여 $100 \pm 4 \text{ g/m}^2$ 의 수초지를 제작하였다.
- [0048] 제조된 MFC를 전건 펄프섬유 대비 0.1, 0.2, 0.3%의 농도로 펄프 슬러리에 투입한 후 600 rpm 조건으로 2분간 교반을 실시한 후 수초지를 제조하였다.
- [0050] <실시예 3> 판지의 물성 평가 방법(평량, 벌크, 강도)
- [0052] 제조된 습지필은 $3.5 \text{ kg}_t/\text{cm}^2$ 의 압력조건에서 5분간 압착한 후 실험실용 실린더 건조기로 건조시켰고, 물리적 특성 측정 이전에 23°C , 50% RH에서 24시간 조습처리를 실시하였다.
- [0053] 수초지의 두께를 측정한 후 TAPPI Standard method에 의거하여 평량, 벌크(TAPPI T 411)를 측정하였으며, 인장 압축강도 시험기(Tensile & Compression Tester, FRANK-PTI, Germany)와 파열강도시험기(Mullen type bursting tester, Daeill Machinery, Korea)를 사용하여 인장강도(TAPPI T 494), 압축강도(TAPPI T 818) 및 파열강도(TAPPI T 403)를 측정하였다.
- [0054]
- [0055] <실시예 4> 판지의 함수율 평가 방법
- [0057] 제조된 습지필은 $3.5 \text{ kg}_t/\text{cm}^2$ 의 압력조건에서 5분간 압착한 후 항온항습기에서 전건하여 압착 이후 수초지의 함수율을 측정하였다.

<실험 결과> MFC 및 판지의 주요 물성 결과

① MFC의 주요 물성 결과

다음의 표 1은 제조된 MFC의 주요 물성을 평가한 결과로, 평균 섬유폭(Average fiber width, nm)과 저전단점도(Low-shear viscosity, cPs) 측정 결과를 보여준다.

표 1

Property	MFC
Average fiber width (nm)	110.4
Low-shear viscosity (cPs)	469.9

섬유폭 측정 결과로 볼 때, MFC는 섬유폭이 110 nm이며, 실질적으로 마이크로 수준의 섬유로 구성되는 것을 확인할 수 있다.

② MFC 적용에 따른 판지의 물성 및 함수율 결과

MFC의 적용에 따른 판지의 물성(벌크, 인장강도, 압축강도, 파열강도)과 함수율 측정 결과는 도 2 내지 도 5에 나타내었다. 표 2는 도 2 내지 도 5의 물성 측정 결과를 정리한 것이다.

표 2

MFC dosage (%)	Bulk (cm ³ /g)	Tensile strength (kN/m)	Compressive strength (kgf/cm ²)	Burst strength (kgf/cm ²)	Moisture content (%)
0.0	2.284	2.75	85.7	1.80	63.79
0.1	2.283	2.88	89.6	2.00	63.90
0.2	2.283	2.93	91.8	2.09	64.22
0.3	2.282	3.02	94.2	2.16	65.00

먼저, 도 2와 같이, MFC의 투입량이 증가함에 따라 판지의 벌크는 거의 변화가 없음을 확인할 수 있다.

또한, 도 3 내지 도 5의 결과를 보면, MFC의 투입량이 증가함에 따라 인장강도, 압축강도, 파열강도는 직선적으로 증가하였고, 0.3% 질량으로 MFC가 투입되었을 때 인장강도와 압축강도는 투입되지 않은 경우(0%)와 대비하여 약 10% 수준까지 증가하였고, 파열강도는 약 20% 증가하였다.

또한, 표 2의 함수율 결과를 보면, MFC의 투입량이 증가함에 따라 압착 이후 수초지의 함수율은 지속적으로 증가하였다. 함수율 증가는 탈수에 필요한 건조 에너지 상승을 야기한다. 아울러, 함수율 측정 오차가 3% 수준임을 고려하면, 전건 펄프섬유 무게 대비 0.3% 이상의 질량으로 MFC를 투입하여 판지를 제조할 경우에는 함수율이 급속히 증가하여 건조에너지 상승을 초래할 수 있다.

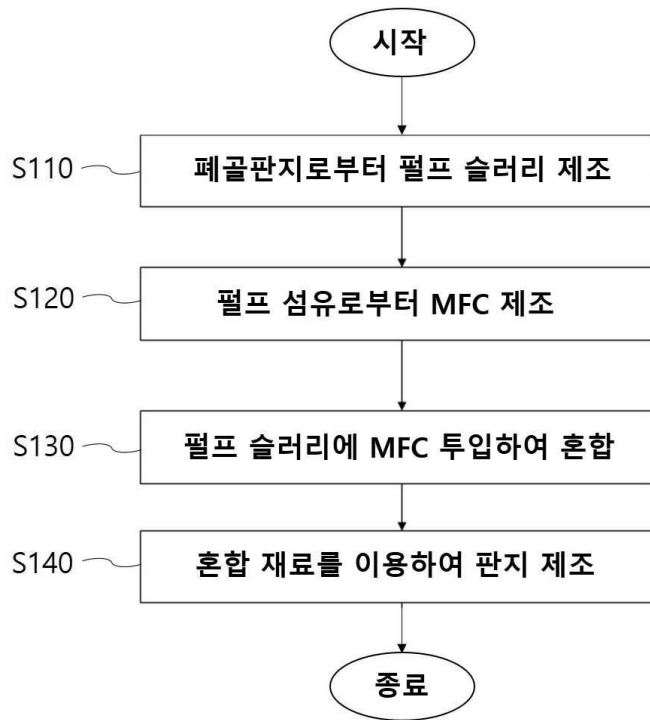
따라서, 결과적으로 MFC가 0.3% 질량 이내로 투입되면, 판지의 벌크(두께)는 유지하면서 10~20%의 강도 향상을 기대할 수 있다. 즉, MFC를 이용하여 판지를 제조하는 본 발명의 제조방법은 섬유 간 거리를 좁혀서 판지의 두께 감소를 야기하는 기존의 지력증강제와는 달리, 판지의 두께 하락 없이도 판지의 강도를 향상시킬 수 있다.

이상과 같은 본 발명에 따른 마이크로 피브릴화 셀룰로오스를 이용한 판지 제조 방법에 따르면, 판지의 두께 하락 없이 판지의 강도를 향상시킬 수 있고, MFC의 최적 투입 조건을 제시함으로써 고강도 판지 제조공정에서 벌크를 유지하면서 건조 에너지 소비를 최소화할 수 있다.

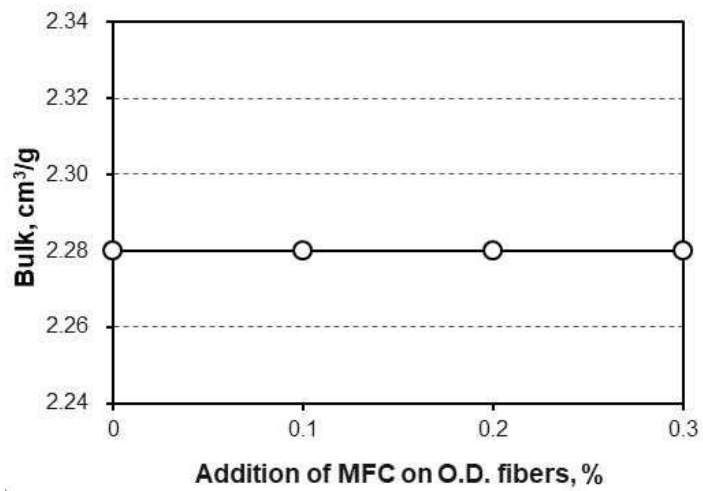
본 발명은 도면에 도시된 실시 예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시 예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서, 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

도면

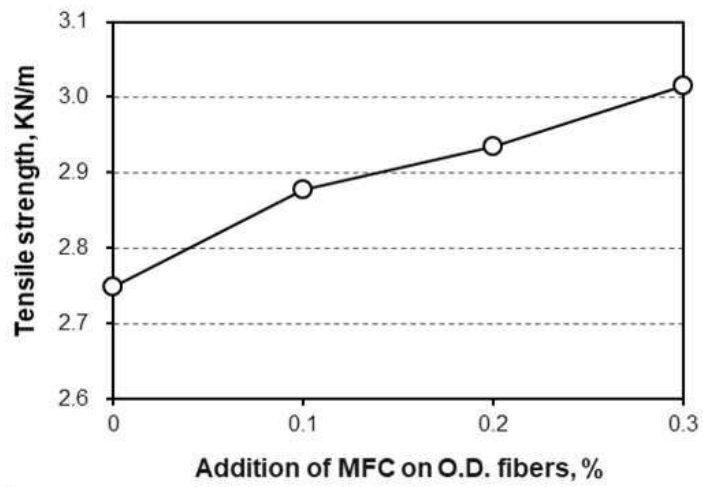
도면1



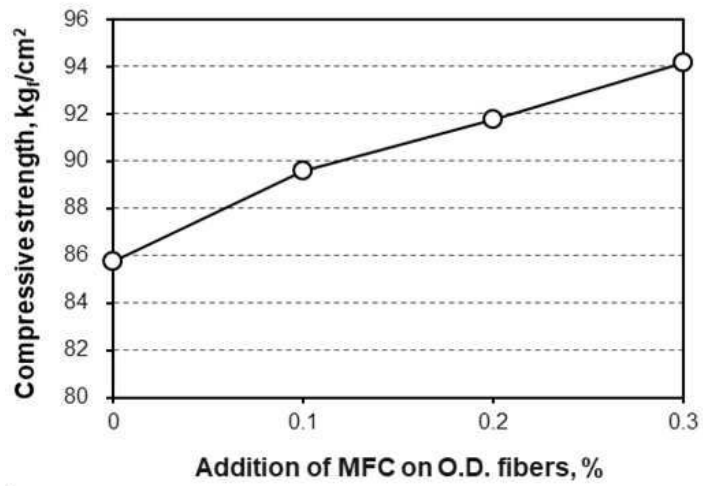
도면2



도면3



도면4



도면5

