

DMAc/LiCl을 이용한 Cellulose film 형성 및 특성평가

Formation of cellulose film with DMAc/LiCl and evaluation of its characteristic

윤혜정 · 진성민 · 류재호 · 권현승

서울대학교 농업생명과학대학 산림과학부

1. 서 론

최근 과학의 전 분야에 걸쳐 나노 기술에 대한 관심이 높아지고 있다. 나노기술은 1-100 nm 의 스케일을 다루는 넓은 범위의 기술을 뜻하는 것으로 원자 및 분자 수준에서 유용한 구조를 만들거나 혹은, 그 수준에서 실험을 진행하고 결과를 분석하는 것을 말한다. 제지 분야에서도 최근에 이르러 나노기술을 접목하고자 하는 시도가 이루어지고 있다. 그중 Decher¹⁾에 의해 제시된 LbL(Layer-by-Layer) multilayering 기술은 이미 의학 및 공학 분야에 다양하게 응용되고 있으며 펄프 섬유에 이 기술의 적용이 유용할 것으로 판단된다.

본 연구는 펄프 섬유의 LbL 기술 적용을 위한 기초 연구로서 셀룰로오스 필름 형성과 특성 분석에 중점을 두었다. 실제 섬유의 multilayering을 확인하는 것이 까다롭기 때문에 섬유와 정전기적 특성이 유사한 필름을 만듦으로써 섬유의 LbL 기술의 적용에 기초가 될 수 있는 연구가 될 것이다. 필름의 화학적 표면 특성, 결정화도, 거치름도 등을 평가해 보았고 필름의 재료로 기존 연구에서 사용해 왔던 MCC와 더불어 활엽수 펄프를 사용하여 형성된 필름의 특성을 비교하고자 하였다.

2. 재료 및 방법

2.1 공시재료

셀룰로오스 필름 제조를 위해 MCC (Micro crystalline cellulose, Sigma-aldrich)와 Hw-BKP (Hardwood Bleached Kraft pulp)를 공시 재료로 사용하였으며, 셀룰로오스 용해를 위해 DMAc (Dimethylacetamide, Sigma-aldrich) 및 LiCl (Lithium Chloride, Sigma-aldrich)를 사용하였다.

2.2 실험방법

2.2.1 MCC와 BKP의 전처리

셀룰로오스 기반의 물질들은 용매에 잘 녹지 않기 때문에 용매 치환 (solvent exchange)이 필요하다. 메탄올과 DMAc를 이용하여 각각 3회의 용매 치환을 실시하였다. 이 때 최종 단계에서 세척을 끝낸 분말 혹은 섬유가 건조되지 않도록 주의하였다.

2.2.2 DMAc/LiCl 용매와 셀룰로오스 용액의 제조

DMAc 용매에 LiCl 분말을 중량비 8 ~ 9% 수준으로 투입하여 40°C에서 녹였다.2) 전처리된 MCC 또는 Hw-BKP를 약 1% 농도로 DMAc/LiCl 용매에 24 시간 동안 녹였다.

2.2.3 Film casting

셀룰로오스 용액을 지름 10 cm의 유리판에 casting 한 후 50°C의 오븐 건조기에서 하루 동안 건조를 실시하였다. 이후 증류수를 이용하여 세척을 실시하였고, 건조와 세척을 여러 차례 반복하였다.

2.2.4 셀룰로오스 필름의 특성 평가

FT-IR을 이용하여 화학적 특성을 평가하였으며, XPS (X-ray Photoemission Spectroscopy)를 이용해 필름 표면의 화학적 구성 요소를 분석하였다. 또한 AFM (Atomic Force Microscopy)을 이용하여 필름 표면의 거치름도를 측정하였다. 필름의 결정화도를 분석하기 위하여 XRD (X-ray Diffraction)를 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 셀룰로오스 필름의 형상

셀룰로오스 용액을 유리판 위에 고르게 펼친 뒤 약 하루 동안 건조하면 용액으로 수분이 침투함으로써 젤 (gel)화가 일어나고 이후 반복된 세척과 건조의 과정을 통해 셀로판과 비슷한 형상의 투명한 필름을 형성하였다(Fig. 1).

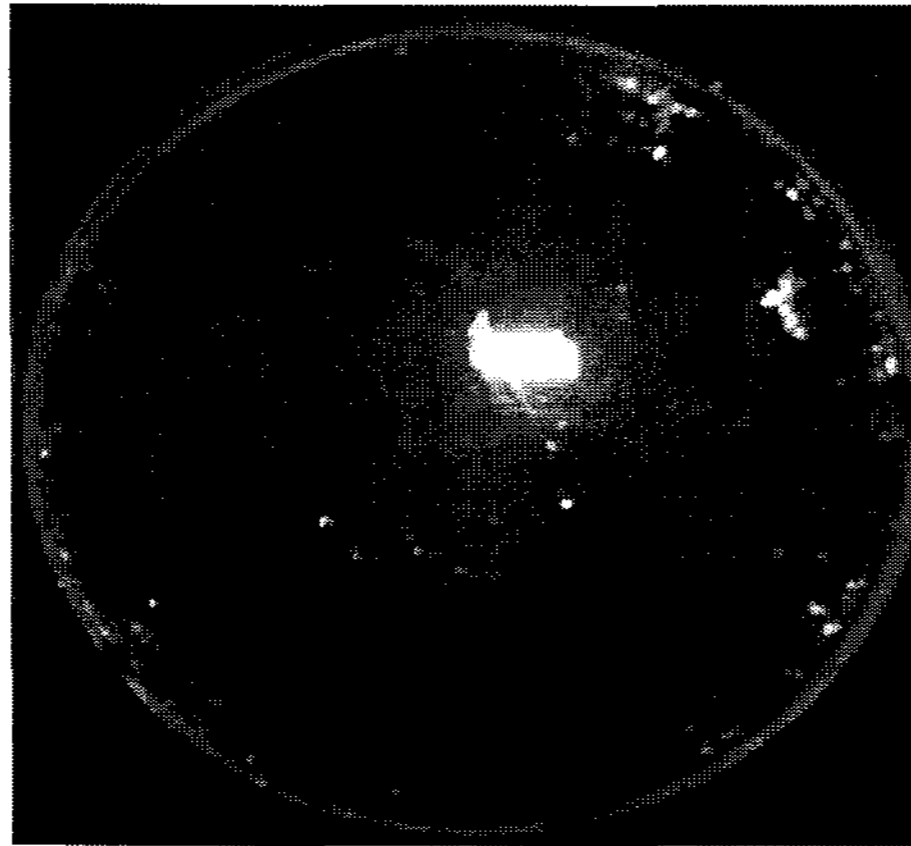


Fig. 1. Photograph of cellulose film.made from MCC

3.2 분석 결과

3.2.1 XPS (X-ray Photoemission Spectroscopy)

0-100 Å의 깊이의 화학적 구성을 평가하기 위하여 필름의 표면을 XPS를 통해 분석하였다. Fig. 2에서 529 - 545 eV와 279- 299 eV의 바인딩 에너지에서 두드러진 피크를 나타내었다. 529 - 545 eV의 피크는 산소를 나타내고, 279- 299 eV의 피크는 탄소를 나타낸다.

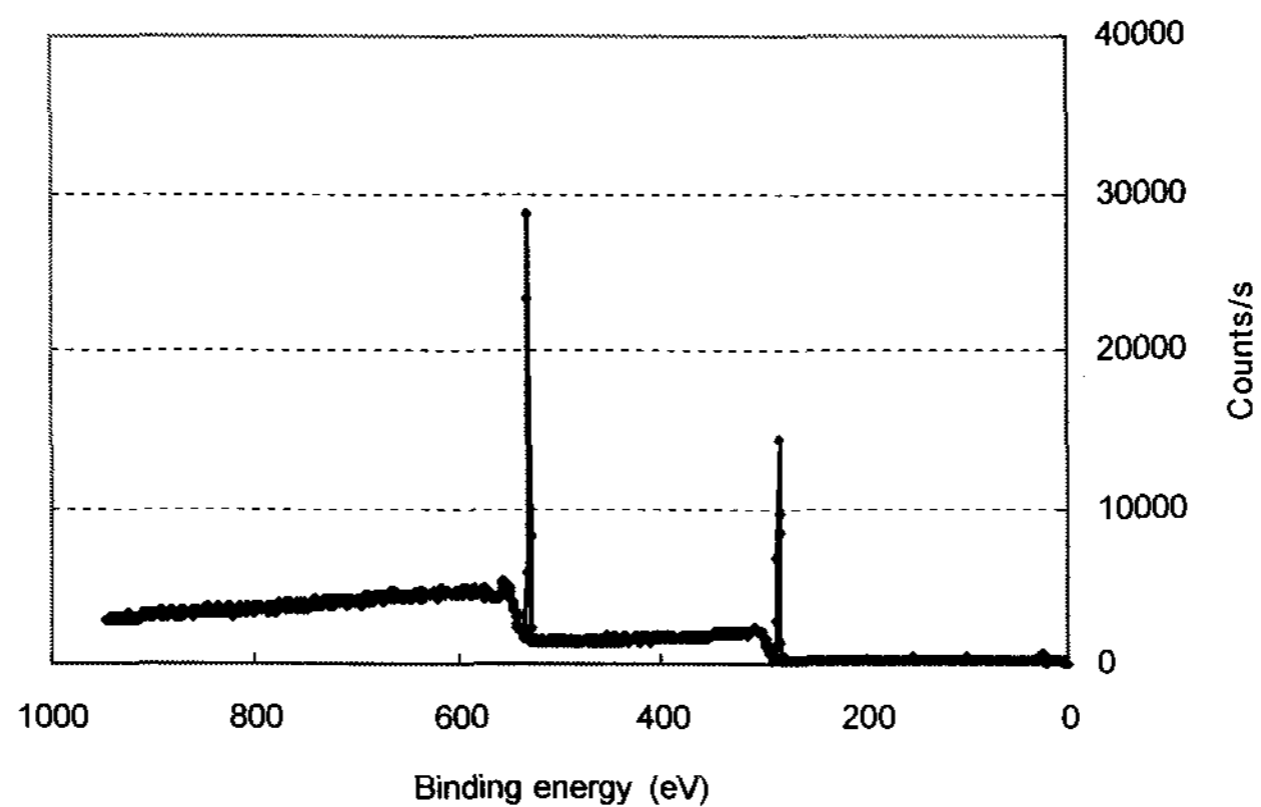


Fig. 2. Binding energy of the film.

3.2.2 AFM (Atomic force microscopy)

Fig. 3는 $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ 의 면적을 AFM을 이용하여 표면 형상을 측정된 결과이다. 필름 표면에서 상대적으로 높은 부분은 밝게 나타났고 낮은 부분은 어둡게 나타났다. 가운데 부분의 거치름도는 약 22 nm 수준으로 나타났다.

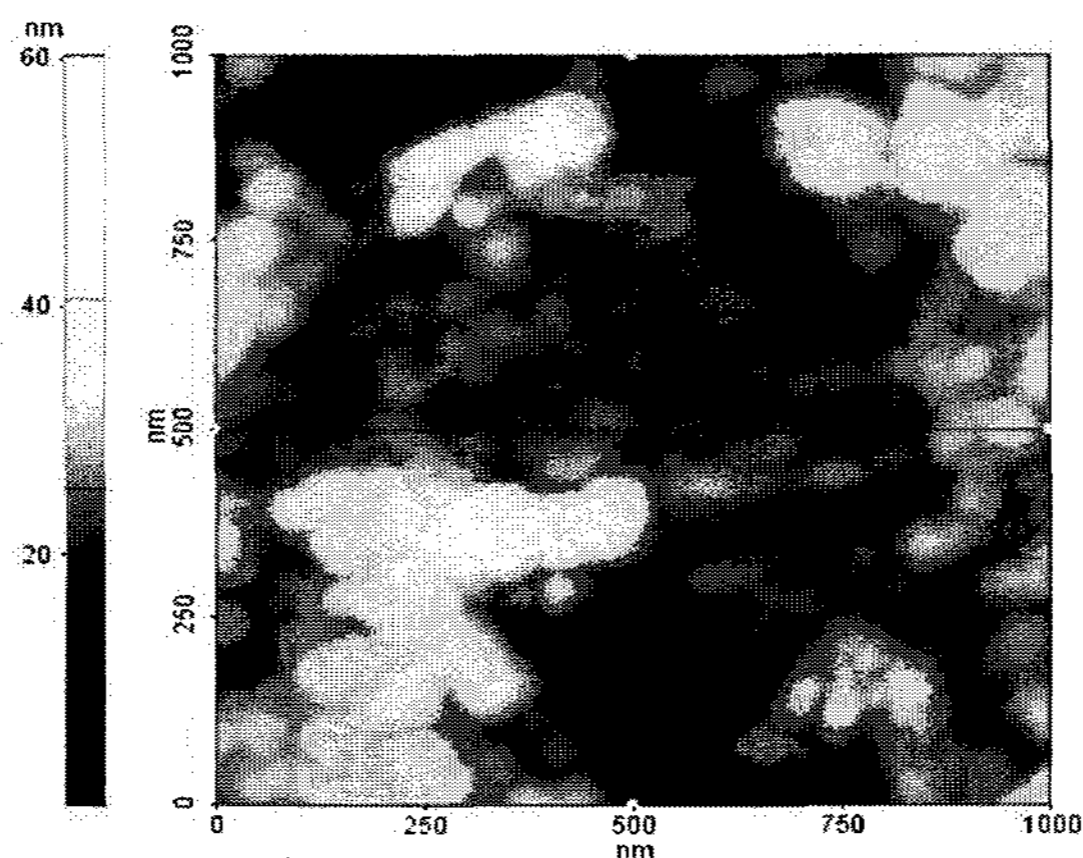


Fig. 3. Surface image of the film by AFM.

3.2.3 XRD (X-ray Diffraction)

Fig. 4. 의 (a), (b), (c)는 각각 MCC, 활엽수 펄프 섬유, MCC로 만든 필름의 결정성을 나타낸 것이다. Fig. 4. (a)의 MCC의 경우 그 결정성이 두드러짐을 알 수 있다. Fig. 4. (b)의 활엽수 섬유의 경우 (a)와 비교했을 때 피크의 위치는 동일하지만 y 축의 신호의 세기에서 그 정도의 차이가 있음을 알 수 있다. 이것은 펄프 섬유의 경우 결정 영역과 비결정 영역이 공존하지만 MCC는 대부분 결정 영역으로 구성된 것에 기인한다. Fig. 4. (c)는 MCC로 필름을 형성하여 측정된 것이다. DMAc/LiCl에 의해 셀룰로오스의 결정 구조가 파괴된 후, 재결정을 형성함에 있어 그 결정성이 두드러지지 않고 기존의 MCC와는 결정의 구조가 달라진 것으로 판단된다.

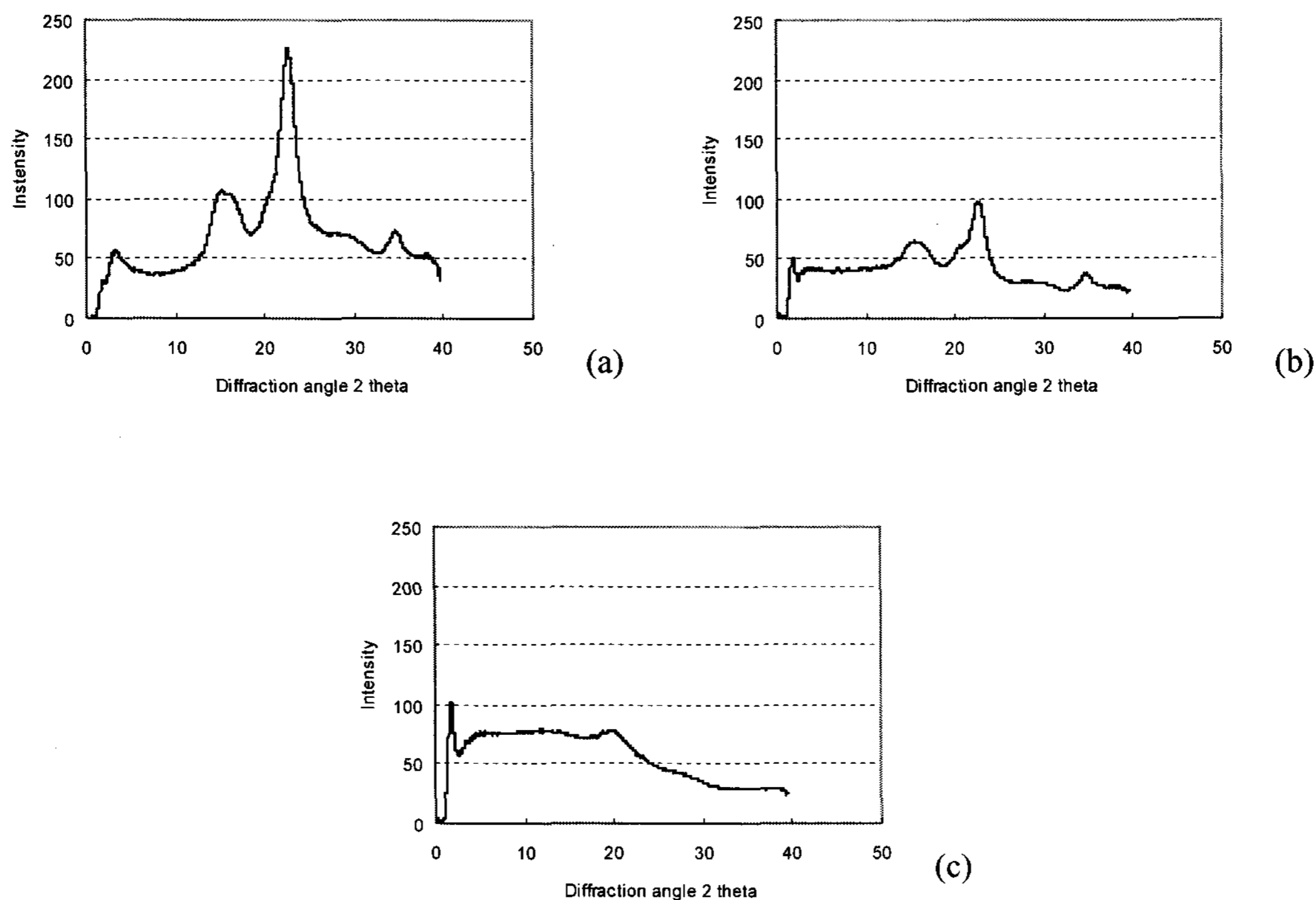


Fig. 4. XRD results of MCC (a), Hw-BKP Fiber (b), and the cellulose film made from MCC (c).

사 사

본 연구는 한국과학재단 특정기초연구사업에 의해 수행되었음. 일부 연구원은 BK 21 핵심 사업 지원을 받았음.

참 고 문 헌

1. Decher, G., Fuzzy nanoassemblies: Toward layered polymeric multicomposites, *Science* 277: 1232-1237 (1997).
2. Dawsey, T. R. and McCormick, The Lithium Chloride /Dimethylacetamide Solvent for Cellulose: A Literature Review, *Rev. Macromol. Chem. Phys.*, C30(384): 405-440 (1990).