

열대산 케이폭 섬유의 전처리에 따른 특성 변화

신수정¹ · 정용기¹ · 성용주^{1†} · 이준우² · 김세빈²

접수일(2013년 2월 2일), 수정일(2013년 2월 12일), 채택일(2013년 2월 15일)

Changes in Properties of Tropical Kapok Fibers by the Pretreatments

Soo-Jeong Shin, Woong-Ki Jung¹, Yong Joo Sung^{1†}, Joon-Woo Lee² and Se-Bin Kim²

Received February 2, 2013; Received in revised form February 12, 2013; Accepted February 15, 2013

ABSTRACT

The effects of the pretreatments of tropical kapok fibers were evaluated in this study in terms of water sorption capacity and oil sorption capacity. The alkali treatments with NaOH resulted in the reduction of lignin, oil and hemicellulose, which were detected with FT-IR spectrum. The reduction of the lyphophilic components such as fat on kapok fiber by the ozone treatments were also measured with FT-IR spectrum. The oil sorption capacity of kapok fiber was decreased by the alkali treatments and the ozone treatments, while the water sorption capacity was increased. The liquid sorption capacity were greatly affected by the mechanical cutting of kapok fiber which exposed the big lumen of kapok fiber. The hydrophilic property of kapok fiber could be controlled by the pretreatments, which would increase the applicability of kapok fiber for preparation of various functional paper products.

Keywords : *Kapok fiber, alkali pretreatment, ozone pretreatment, water sorption capacity, oil sorption capacity, mechanical cutting.*

1. 서 론

셀룰로오스 기반 재생 가능한 식물유래 천연섬유자에 대한 관심과 수요는 환경적 친화적 제품개발 트렌

• 충북대학교 농업생명과학대학 목재종이과학과 (Department of Wood and Paper Science, College of Agriculture and Life Science, Chungbuk Natl. Univ., Chungbuk 361-763, Republic of KOREA)

1. 충남대학교 농업생명과학대학 환경소재공학과 (Dept. of Biobased Materials, College of Agriculture and Life Science, Chungnam Natl. Univ., Daejeon 305-764, Republic of Korea)

2. 충남대학교 농업생명과학대학 산림환경자원학과 (Dept. of Forestry and Environmental Science, College of Agriculture and Life Science, Chungnam Natl. Univ., Daejeon 305-764, Republic of KOREA)

† 교신저자 Corresponding author: yosung17@cnu.ac.kr

드로 인해 더욱 증가되고 있는 추세이다. 특히 전 세계적인 경제발전과 함께 지류제품의 수요증가 및 환경보호 등으로 부족해지는 목질자원을 대체하고 다양한 가능성을 가지는 섬유자원의 확보를 위한 비목질 섬유자원의 발굴과 활용에 대한 연구개발이 집중적으로 수행되고 있다.¹⁻⁵⁾ 비목질 섬유의 경우 각각의 종류별로 다양한 특성을 가지게 되는데 이러한 고유의 특성을 활용한 처리공정의 개발과 관련 기능성 제품의 개발은 비목질 섬유자원의 활용 및 보급을 확산시키는 중요한 과제라 할 수 있다.

동남아시아와 아프리카의 열대수종인 케이폭 나무 (*Ceiba pentandra(L.) Gaertn*)의 열매에서 채취되는 케이폭 섬유는 면섬유와 유사하게 각각의 섬유가 단일 세포로 이루어진 중공성 천연섬유이다. 동남아시아의 인도네시아 및 태국 등에서 주로 생산되어 지는데 년 생산량은 각각 54000톤 및 45000톤 정도인 것으로 알려져 있다.(국제연합식량농업기구, 2011) 케이폭 섬유의 길이는 18-27mm 정도이지만 섬유 단면의 전체 직경은 평균 약 16.5 μ m, 섬유내강의 직경은 14.5 μ m로서 세포벽이 매우 얇고 섬유내강이 매우 큰 구조를 가지고 있는 것으로 보고되었다.⁶⁾ 이러한 케이폭 섬유의 구성성분은 셀룰로오스 64%, 리그닌 13%, 펜토산 23%라고⁷⁾ 보고된 바 있는데 상대적으로 목질섬유에 비해 낮은 리그닌 함량과 높은 셀룰로오스 함량을 가지고 있는 것으로 알려져 있다.

일반적으로 천연 섬유는 낮은 소수성을 나타내지만 케이폭 섬유는 보통 식물의 세포벽보다 월등히 많은 13%의 아세틸그룹을 가지고 있어서 높은 소수성을 가지고 있는 것으로 보고되었다.⁸⁻⁹⁾ 이러한 케이폭 섬유의 높은 소수성 특성으로 인해 오일필터, 오일 흡착포, 피부미용시트 등 다양한 오일 흡착용 재료로서 많은 관심의 대상이 되고 있고 특히, 세포내강이 크고 중공률이 높기 때문에 보온 및 부풀성이 우수하여 침구류나 의류용 충전제 등으로도 널리 사용되고 있다.

본 연구에서는 케이폭 섬유의 독특한 기능성을 활용한 다양한 특수 지류제품의 개발 및 제조를 위하여 다양한 전처리에 의한 케이폭 섬유의 표면화학 특성의 변화를 알아보았다. 특히, 높은 소수성을 나타내어 표백처리 및 제지공정 등에 적용이 제한적인 케이폭 섬유의 특성을 개선하기 위한 방안을 모색하여 보았으며 다양한 전처리 조건에 의한 보수성 및 보수성의 변화와 섬유 표

면 화학특성의 변화를 분석하였다. 물을 기반으로 운전되는 제지공정에서 케이폭 섬유를 부원료로 적용하기 위하여 물에 대한 상대적인 젖음성을 부여하는 것은 매우 중요한 원료처리 과정이라고 할 수 있다. 본 연구에서는 왁스 및 오일 등의 표면 소수성 물질을 용해시키거나 제거하기 위한 알칼리 처리와 오존적용에 의한 산화처리를 적용하여 각각의 처리조건에서 케이폭 섬유의 표면특성의 변화를 평가하였다. 이러한 실험들을 통한 상대적으로 간단한 전처리를 통해 케이폭 섬유의 개질 가능성을 평가하고 이를 바탕으로 향후 케이폭 기반 다양한 기능성종이의 개발을 위한 기본 자료를 제공하고 자 하였다.

2. 재료 및 방법

2.1 시료

본 실험에 사용된 시료는 캄보디아의 프놈펜 지역에서 생산된 케이폭 섬유를 입수하여 사용하였고 케이폭 섬유에 포함된 육안으로 식별되는 껍질 등의 다양한 이물질을 제거한 후 실험을 실시하였다.

2.2 케이폭 섬유의 화학성분 분석

케이폭 섬유의 화학적 조성을 파악하기 위하여 케이폭 섬유의 온수 추출량 (TAPPI Standard Method 207 cm-99), 유기용매 추출량 (TAPPI Standard Method 204 cm-97), 홀로셀룰로오스 함량 (TAPPI Standard Method 203 cm-99), Klason lignin 함량 (TAPPI Standard Method 222 om-02), 회분함량 (TAPPI Standard Method 211 om-02)을 TAPPI 표준 방법에 의거하여 분석하였다. 유기용매 추출은 alcohol-benzene 추출법을 사용하여 실험하였다.

2.3 케이폭 섬유의 알칼리 전처리

케이폭 섬유 표면에는 소수성 왁스 등이 존재하는데¹⁰⁾ 이러한 왁스 및 오일 등의 소수성 물질 등을 감소시켜¹¹⁾ 물에 대한 습윤 특성을 부여하기 위하여 알칼리 전처리를 실시하였다. 적용된 알칼리로는 NaOH를 사용하였으며 적용 알칼리 농도에 의한 영향을 파악하기 위하여 NaOH 수용액의 농도 5, 10, 15%로 조정하여 적용하였다. 1000ml 삼각플라스크에 준비된 알칼리 수용액을

케이폭 섬유와 액비 100:1로 혼합한 후 환류냉각기를 부착하여 NaOH 수용액이 끓기 시작할 때부터 1시간 동안 가열시간을 유지하여 처리하였다. 이후 알칼리로 전처리 된 시료는 1% 아세트산 수용액을 사용하여 중화한 후 증류수로 세척하고 건조하여 그 특성변화를 평가하였다.

2.4 케이폭 섬유의 오존 전처리

알칼리 전처리 영향 실험과 마찬가지로 케이폭 섬유 표면의 소수성 물질들의 산화시킴으로써 표면의 화학적 특성의 변화를 유도하고자 오존처리를 실시하였다. 오존처리시 증류수를 첨가하여 케이폭 섬유 농도 40%로 준비하였고, 오존 산화력을 높이기 위해 아세트산을 첨가하여 pH 3 조건으로 맞추어 오존 처리하였다. 본 실험에서는 오존 발생기에서 공급되는 오존 유량을 0.5 L/min으로 유지하면서, 각각 30, 60, 90분간 오존처리한 후 증류수로 세척하여 그 특성변화를 평가하였다.

2.5 케이폭 섬유의 기계적 처리 및 형태적 특성 평가

하나의 세포로 이루어진 케이폭 섬유의 경우 다양한 전처리에 의한 영향은 세포의 표면에 집중될 가능성이 높다. 또한 섬유의 내강이 절단 등의 기계적으로 처리로 노출되었을 경우 케이폭 섬유의 습윤 특성 및 보수성, 보유성 등은 크게 달라질 것으로 판단되어 본 실험에서는 케이폭 섬유를 약 2-3 mm 정도로 전단 절단하여 섬유의 내강이 횡단면으로 노출될 수 있도록 기계적 처리를 실시하였다. 이때 케이폭 섬유의 전처리에 따른 섬유의 형태적 특성 변화는 Scanning Electron Microscope (S-4800, HITACHI)를 사용하여 관찰하였다. 실제 기계적 절단 이후 전처리를 실시한 경우와 전처리를 실시한 후 절단한 경우에서 그 특성의 변화를 비교함으로써 섬유 내강이 노출되는 유무에 따라 케이폭 전처리 영향의 변화를 비교 분석하였다.

2.6 케이폭 섬유의 흡수 및 흡유 특성 평가

알칼리 전처리 및 오존 전처리에 의한 케이폭 섬유의 특성변화를 평가하기 위하여 물과 기름의 흡수정도를 측정하여 흡수성과 흡유성 변화를 평가하였다. 흡수성과 흡유성 평가를 위해 각각의 전건 시료의 무게를 측정 후 각 시료를 증류수와 식물성 기름(Soybean oil,

viscosity 84 cP)에 2시간 동안 침지 처리하였다. 이후 원심분리기를 적용하여 시료 주위에 잔류하는 수분과 오일을 제거하였는데, 이때 원심분리 처리는 1000 rpm에서 10분간 처리함으로써 침지처리 시료의 무게측정시 발생할 수 있는 오차발생을 최소화 하였다. 원심분리 후 시료의 중량을 측정하여 전건섬유 대비 보수 및 보유된 수분과 오일의 양을 백분율로 나타내었다.

2.7 케이폭 섬유의 표면 성분 변화 평가

케이폭 섬유의 표면 화학 성분의 변화를 분석하기 위하여 Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)을 적용하였고, FT-IR은 ALPHA-P(Bruker Optic GmbH사)를 이용하여 ATR법으로 400~4000 cm⁻¹의 범위에서 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 케이폭 섬유의 화학적 조성

케이폭 섬유의 화학적 구성성분 조성을 측정하여 Table 1에 나타내었다. 케이폭 섬유는 목질섬유 및 비목질 섬유들에 비해 상대적으로 높은 Holocellulose 함량을 가지고 있었고 리그닌의 함량도 상대적으로 낮은 것을 알 수 있다.

3.2 케이폭 섬유의 전처리에 따른 흡수 및 흡유 특성 변화

3.2.1 케이폭 섬유의 전처리 방법에 따른 영향평가

케이폭 섬유의 전처리 용매 및 전처리 강도에 따른 흡수 및 흡유 특성변화를 평가하였다. Fig. 1은 알칼리 처리에 의한 영향을 보여주고 있는데, 처리 시 적용된 NaOH의 농도가 높을수록 케이폭 섬유의 흡유성이 낮아지는 것을 알 수 있었다. 흡수성의 경우 알칼리 처리 농도의 변화에는 크게 영향을 받지 않는 것을 확인할

Table 1. Chemical composition of Kapok fiber.

Chemical component	Contents (%)
Hot water soluble	1.6
Solvent extractive	0.9
Holocellulose	84.4
Klason Lignin	13.4
Ash	1.4

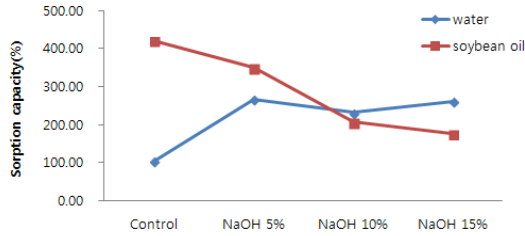


Fig. 1. Liquid sorption capacity of Kapok fibers depending on the NaOH pretreatment conditions.

수 있으며, NaOH 10% 이상의 조건에서는 흡유성보다 흡수성이 더 커지는 것을 알 수 있었다.

Fig. 2는 오존 전처리에 의한 케이폭 섬유의 흡수 및 흡유 특성변화를 보여주고 있는데 알칼리 전처리와 유사한 특성변화를 나타내고 있고 오존 30분 처리 조건에서는 흡유성의 변화는 크게 나타나지만 흡수성의 변화는 크지 않은 것을 알 수 있다.

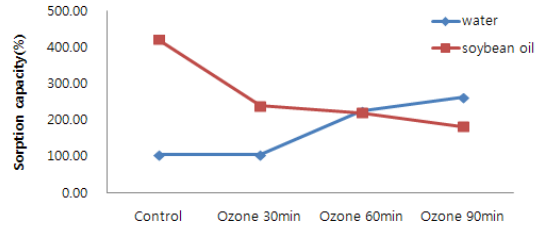


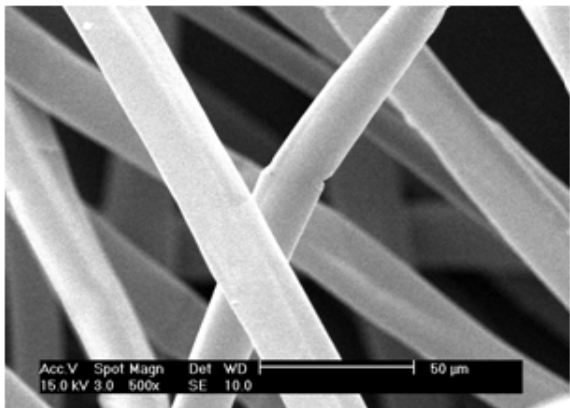
Fig. 2. Liquid sorption capacity of Kapok fibers depending on the ozone pretreatment conditions.

3.2.2 케이폭 섬유의 기계적 절단 처리에 의한 영향 평가

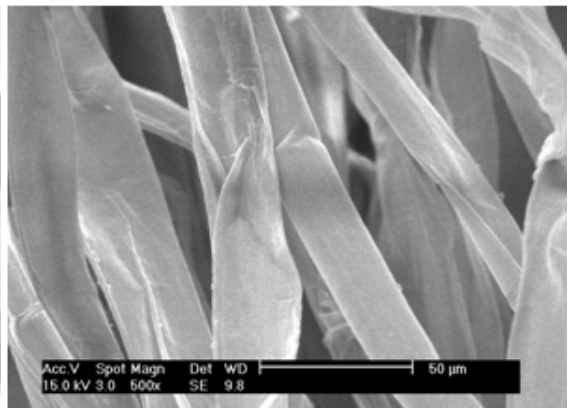
케이폭 섬유의 기계적 절단 처리로 일정 정도 케이폭 섬유의 내강이 노출되었을 때의 흡수성 및 흡유성 변화를 평가하였다. 오존 전처리를 실시한 후 기계적 절단 처리를 실시한 결과와 기계적 절단 처리 후 오존 전처리를 실시하였을 때 흡수성과 흡유성의 변화를 Table 2에 나타내었다.

Table 2. The effects of mechanical cutting on the water sorption capacity and oil sorption capacity depending before and after the ozone pretreatment.

	Untreated Sample		Ozone Treatment before Cutting			Ozone Treatment After Cutting		
	Mechanical Cutting		Treatment conditions			Treatment conditions		
	Before	After	30min	60min	90min	30min	60min	90min
Water Sorption Capacity (%)	104.9	83.4	225.3	204	199.8	183.6	215.5	332.2
Oil Sorption Capacity (%)	420.2	640.1	185.8	169	174	421.9	331.9	150.1

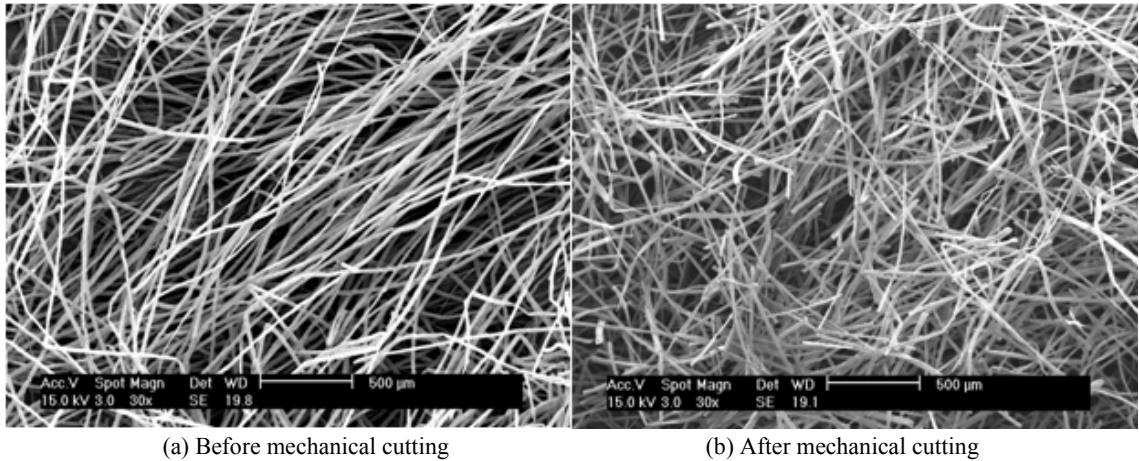


(a) Before ozone treatment



(b) After ozone treatment

Fig. 3. Dried kapok fiber morphology before and after ozone treatment



(a) Before mechanical cutting

(b) After mechanical cutting

Fig. 4. Kapok fiber before and after mechanical cutting.

케이폭 섬유에 대한 기계적 절단을 실시하여 섬유의 내강이 노출되는 경우 흡수성은 감소하였으나 흡유성은 50% 이상 증가하는 것을 알 수 있다. 이러한 경향은 케이폭 섬유 내강이 소수성을 나타내고 있기 때문인 것으로 판단된다. 실제 오존처리 90분을 실시한 경우에 있어서 기계적 처리 후 오존처리를 실시한 경우 오존처리 후 기계적 처리한 경우보다 흡수율이 크게 증가된 것을 확인할 수 있는데 이러한 현상은 케이폭 섬유 내강 표면 특성의 변화로 인한 흡수율의 증가로 판단된다.

오존 처리 후 절단한 섬유의 흡유성의 급격한 감소는 실제 오존처리 이후 섬유 절단을 위한 건조과정 중 섬유가 수축되었기 때문에 상대적으로 낮은 흡유성을 나타내는 것으로 판단되었다. (Fig. 3)

3.3 케이폭 섬유의 형태적 특성

케이폭 섬유의 형태적 특성을 SEM 이미지를 통하여 관찰하였다. 특히, 기계적 절단에 의한 케이폭 섬유의 형태상 변화를 Fig. 4에서 나타내었는데 상대적으로 긴 섬유상을 가진 케이폭 섬유의 절단이 이루어진 것을 관찰할 수 있었다. 이러한 절단에 의한 섬유 내강의 형태변화 등을 관찰하였는데 Fig. 5에서 볼 수 있듯이 절단된 케이폭 섬유의 섬유단면에서 섬유내강이 크게 노출되어 있는 것으로 확인할 수 있었고 이렇게 노출된 섬유내강은 전처리 및 흡수성, 흡유성에 큰 영향을 미칠 수 있을 것으로 판단되었다.

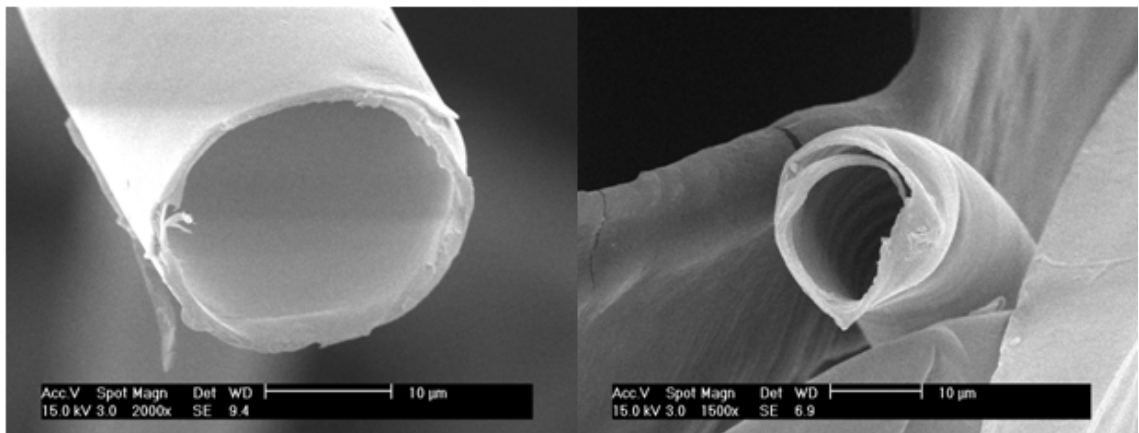


Fig. 5. The cross section image of kapok fiber after mechanical cutting.

3.4 케이폭 섬유의 표면화학 특성 평가

케이폭 섬유의 전처리에 의한 표면 화학성분 변화를 평가하기 위하여 FT-IR 분석기를 사용하여 알칼리 처리한 시료와 오존 처리한 시료를 평가하였다. 알칼리 처리에 따른 섬유표면 FT-IR 스펙트럼을 Fig. 6.와 Fig. 7.에서 보여주고 있고, Fig. 10. 와 Fig. 11.에서는 오존처리에 의한 스펙트럼을 보여주고 있다. 이러한 FT-IR 스펙트럼에서 각각의 파장에서 피크는 화학적 관능기의 존재를 보여주는데, 1035cm^{-1} 의 C-C stretching, 2917cm^{-1} 에서 plant wax에 해당되는 C-H vibration, 1742cm^{-1} 에서 리그닌의 지방족 알데하이드, 에스테르, 및 케톤의 C=O stretching, 1594cm^{-1} 에서 fat의 C=C stretching, 1370cm^{-1} 에서 lignin의 C-H bending, 1235cm^{-1} 에서 hemicellulose의 C-H bending의 특성 피크를 확인할 수 있었다.⁷⁻⁸⁾

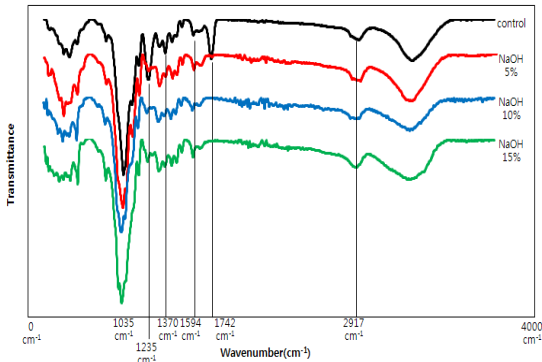


Fig. 6. FT-IR spectra of kapok fiber after the alkali pretreatments

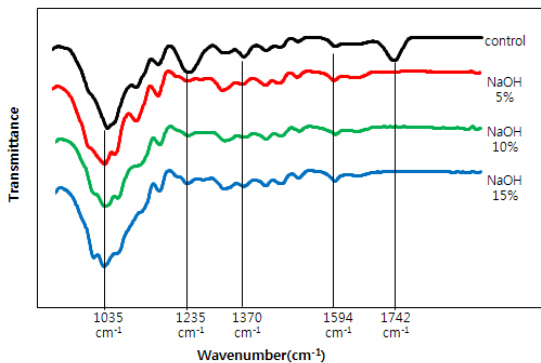


Fig. 7. FT-IR spectra of kapok fiber after the alkali pretreatments at wavenumber $900\text{-}2000\text{cm}^{-1}$

일반적으로 알칼리 전처리는 카르보닐기를 가지는 물질, 즉 리그닌 및 오일성분 등을 제거하는 것으로 알려져 있는데, 본 FT-IR 스펙트럼의 결과에서도 처리 전 시료에 존재하던 C=O stretching의 1742cm^{-1} 의 피크와 C-H bending을 나타내는 1235cm^{-1} 피크가 처리 후 나타나지 않는 것을 확인할 수 있다. 특히 이러한 피크의 감소는 케이폭 섬유의 소수성을 가져오는 아세틸기의 제거로 인해 나타날 수 있는데 그 영향으로 케이폭 섬유의 소수성이 감소하는 것으로 판단되었다.

오존 전처리의 경우 C=C 그룹에 의한을 나타내는 1594cm^{-1} 의 파장에서 피크가 오존 처리 후 사라지는 것으로 확인할 수 있는데 이러한, C=C 그룹은 지방성분 및 리그닌 성분에 포함되어 있는 관능기로서 오존처리의 해서 제거됨에 따라 케이폭 섬유의 소수성이 감소하고 친수성이 강화되는 원인이 되는 것으로 판단되었다. 또한 알칼리 전처리에 의해 헤미셀룰로오스로부터 유

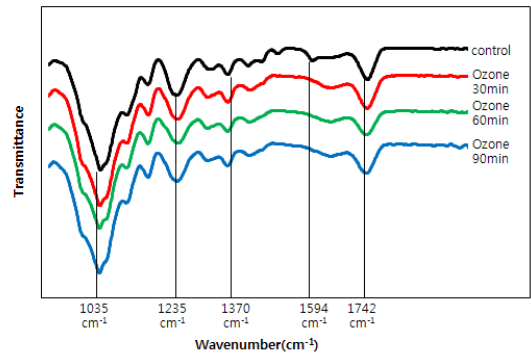


Fig. 8. FT-IR spectra of kapok fiber after the ozone pretreatments

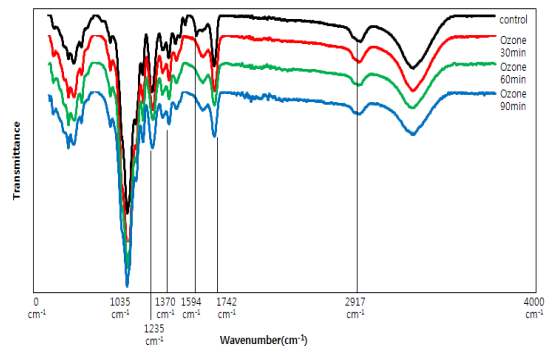


Fig. 9. FT-IR spectrum of kapok fiber after the ozone pretreatments at wavenumber $900\text{-}2000\text{cm}^{-1}$

래하는 1235cm^{-1} 피크가 감소하였지만 오존 전처리의 경우 큰 변화를 나타내지 않는 것으로 보아 오존 전처리는 케이폭 섬유의 헤미셀룰로오스에는 큰 영향을 주지 않은 것으로 판단되었다.

4. 결론

본 연구는 다양한 기능성을 가진 열대성 천연섬유 소재인 케이폭의 고도 활용을 위한 특성개질 기술에 대해 알아보고자, 소수성 특성을 가지는 케이폭 섬유에 대해 알칼리 전처리 및 오존 전처리를 실시하여 각각의 처리 조건에 따른 특성변화를 평가하였다. 특히, 증류수 및 식물성 오일을 사용하여 흡수성과 흡유성을 평가함으로써 용매별로 습윤특성 변화를 평가하였는데 알칼리 및 오존 전처리에 따라 흡유성은 감소하고 흡수성은 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 또한 FT-IR 분석을 통해 표면의 화학적 특성변화를 비교분석한 결과 알칼리 전처리는 케이폭 섬유의 리그닌, 오일 및 헤미셀룰로오스 성분의 감소를 가져오고 오존 전처리의 경우 지방성분 등의 제거를 가져오는 것을 확인할 수 있었다. 또한 케이폭 섬유의 기계적 절단 처리는 케이폭 섬유의 내강이 노출되게 함으로써 흡수성 및 흡유성의 변화를 크게 가져오게 하는 것을 확인할 수 있었다.

이러한 실험결과를 통해 케이폭 섬유에 대한 알칼리 또는 오존의 적절한 처리는 케이폭 섬유의 흡수성 및 흡유성에 대한 변화를 가져올 수 있고 특히 기계적 절단 등의 처리와 함께 실시하는 경우 케이폭 섬유의 습윤 및 흡수, 흡유 특성의 조절을 가능하게 하여 케이폭 섬유를 기반으로 한 다양한 소재제조를 위한 공정기술개발을 가능하게 할 것으로 판단되었다.

사 사

본 연구는 산림청 ‘산림과학기술개발사업(과제번호: S211010L010000)’의 지원에 의해 이루어졌습니다.

인용문헌

1. NABISAHEB. D., JOG. J., Natural fiber polymer composites: a review, *Advances in Polymer Technology*, 18(4) : 351-363 (1999).
2. Li, X., Tabil. L., Panigrahi. S., Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review, *J. Polym. Environ.*, 15 : 25-33, (2007).
3. Jo. H. J., Yoon, S. L., Hwang. B. H., Studies on the characteristics and resources of fiber of arrowroots (Part 2), *Journal of Korea TAPPI*, 43(2) : 31-39 (2011).
4. Kim. D. S., Sung. Y. J., Kim. C. H., Kim. S. B., Effects of pre-treatments on the oil palm EFB fibers, *Journal of Korea TAPPI*, 44(6) : 36-42 (2012).
5. Oh. M. T., Sung. Y. J., Study of rice husk pulping for utilization of rice husk fiber, *Journal of Korea TAPPI*, 44(3) : 63-69 (2012).
6. Huang. X. F., Lim. T. T., The performance and mechanism of hydrophobic oleophilic kapok filter for oil/water separation, *Desalination*, 190(1) : 295-307 (2006).
7. Hori, K., Flavier, M.E., Kuga, S., Lam, T. B. T., Liyama, K., Excellent oil absorbent kapok [*Ceiba pentandra(L.) Gaertn.*] fiber: Fiber structure, *Japan Wood Research Society*, 46: 401-404 (2000).
8. Chairrekij, S., Apirakchaiskul, A., Suvanakich, K., Kiatkamjornwong, S., Kapok I : Characteristics of kapok fiber as a potential pulp source for paper-making, *BiorResources*, 7(1) : 475-488 (2011).
9. Chung, J, T., Hwang, K, J., Shim, W, G., Kim, C., Park, J, Y., Choi, D, Y., Lee, J, W., Synthesis and characterization of activated hollow carbon fibers from *Ceiba pentandra (L.) Gaertn.* (kapok), *Materials Letters*, 93 : 401-403 (2013).
10. 이영희, 이정희, 손수진, 이동진, 정영진, 김한도, 케이폭의 구조 및 흡유 특성, *한국염색가공학회지*, 23(3) : 210-218 (2011).
11. Leonard Y., Martin., P., Chemical modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok fibers by alkalization, *Journal of Applied Polymer Science*, 84 : 2222-2234 (2002).