

발간등록번호

11-1543000-003829-01

왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정 기술 개발 및 상용화

농림축산식품부

농림식품기술기획평가원

# 왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정 기술 개발 및 상용화

2022.01.20

주관연구기관/한국세라믹기술원  
협동연구기관/네이처코스텍(주)  
협동연구기관/동아대학교 산학협력단  
협동연구기관/(주)아미노랩

**농림축산식품부**  
**(전문기관)농림식품기술기획평가원**

제출문

## 제 출 문

농림축산식품부 장관 귀하

본 보고서를 “왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화”  
(개발기간 : 2019. 09. 25 ~ 2021. 09. 24)과제의 최종보고서로 제출합니다.

2022. 01. 20

주관연구기관명 : 한국세라믹기술원 (대표자) 정연길 (인)  
협동연구기관명 : 네이처코스텍(주) (대표자) 신수정 (인)  
동아대학교 산학협력단 (대표자) 김성재 (인)  
㈜아미노랩 (대표자) 박해성 (인)

주관연구책임자 : 이진형  
협동연구책임자 : 전소영  
황이택  
박해성

국가연구개발사업의 관리 등에 관한 규정 제18조에 따라 보고서 열람에 동의합니다.

<b>최종보고서</b>										보안등급		
										일반[√], 보안[ ]		
중앙행정기관명		농림축산식품부 공고 제 농축2019-316호 농협경제지주 공고 제2019-36호			사업명		사업명			농축산물안전유통소기 비של개발사업		
전문기관명 (해당 시 작성)					사업명		내역사업명 (해당 시 작성)					
공고번호		농림축산식품부 공			총괄연구개발 식별번호 (해당 시 작성)							
					연구개발과제번호					319109		
기술분류	국가과학기술 표준분류	LB0506	100%			%					%	
	농림식품과학기술 분류	CA0105	100%			%					%	
총괄연구개발명 (해당 시 작성)		국문										
		영문										
연구개발과제명		국문		왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화								
		영문		Development of process technology for high function and value added industria materialization of rice husk and its commercialization								
주관연구개발기관		기관명		한국세라믹기술원			사업자등록번호		119-82-06696			
		주소		(52851)경남 진주시 소호로 101			법인등록번호		254371-0013036			
연구책임자		성명		이진형			직위		책임연구원			
		연락처		직장전화		휴대전화						
				전자우편		국가연구자번호						
연구개발기간		전체		2019. 09. 25 - 2021. 09. 24 ( 2년 개월)								
		단계 (해당 시 작성)		1단계		2019. 09. 25 - 2021. 09. 24 ( 2년 개월)						
		n단계										
연구개발비 (단위: 천원)		정부지원 연구개발비		기관부담 연구개발비		그 외 기관 등의 지원금 지방자치단체		기타(농협)		합계		연구개발 비외 지원금
		현금		현금		현금		현금		현금		합계
총계		400,000		15,017		135,150		400,000		815,017		135,150
1단계		200,000		13,350		120,150		200,000		413,350		120,150
2단계		200,000		1,667		15,000		200,000		401,667		15,000
n단계												
공동연구개발기관 등 (해당 시 작성)		기관명		책임자		직위		휴대전화		전자우편		비고
												역할
												기관유형
공동연구개발기관		네이처코스텍(주)		전소영		연구소장						공동
		(주)아미노랩		박해성		대표이사						공동
		동아대학교 산학협력단		황이택		조교수						공동
		농협경제지주		김규태		차장						수요
위탁연구개발기관												
연구개발기관 외 기 관												
연구개발담당자 실무담당자		성명				직위						
		연락처		직장전화		휴대전화						
				전자우편		국가연구자번호						

이 최종보고서에 기재된 내용이 사실임을 확인하며, 만약 사실이 아닌 경우 관련 법령 및 규정에 따라 제재처분 등의 불이익도 감수하겠습니다.

2021년 11월 일

연구책임자: 이진형 (인)

주관연구개발기관의 장: 정연길 (직인)

공동연구개발기관의 장: 신수정 (직인)

공동연구개발기관의 장: 김성재 (직인)

## < 요약 문 >

※ 요약문은 5쪽 이내로 작성합니다.

사업명				총괄연구개발 식별번호 (해당 시 작성)			
내역사업명 (해당 시 작성)				연구개발과제번호			
기술 분류	국가과학기술 표준분류	LB0506	100%	2순위 소분류 코드명	%	3순위 소분류 코드명	%
	농림식품 과학기술분류	CA0105	100%	2순위 소분류 코드명	%	3순위 소분류 코드명	%
총괄연구개발명 (해당 시 작성)							
연구개발과제명		왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화					
전체 연구개발기간		2019. 09. 25 ~ 2021. 09. 24 (24개월)					
총 연구개발비		총 950,167천원 (정부지원연구개발비: 400,000천원, 기관부담연구개발비 : 150,167천원, 지방자치단체: 천원, 그 외 지원금: 400,000천원)					
연구개발단계		기초[ ] 응용[√] 개발[ ] 기타(위 3가지에 해당되지 않는 경우)[ ]		기술성숙도 (해당 시 기재)		착수시점 기준( 4 ) 종료시점 목표( 6 )	
연구개발과제 유형 (해당 시 작성)							
연구개발과제 특성 (해당 시 작성)							

연구개발 목표 및 내용	최종 목표	<p><b>왕겨의 산업용 소재화를 위한 핵심 공정 기술 개발과 실증, 이를 통한 제품 개발</b></p> <p><b>[개발기술]</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 농업 부산물인 왕겨의 주요 성분을 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술 개발</li> <li>- 실제 상용화 공정에 적용할 수 있는 대용량 공정 기술 개발</li> <li>- 고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유분의 소재화 기술 개발</li> </ul> <p><b>[개발제품]</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 왕겨 실리카 마이크로입자 산업용 소재</li> <li>- 발수 코팅용 실리카</li> <li>- 왕겨 섬유분을 이용한 화장품 시제품</li> </ul>
	전체 내용	<p>◎ <b>왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 왕겨 실리카 추출을 위한 알칼리 침출 공정 기술 개발 및 공정 조건 최적화</li> <li>• 실리카 용액의 연속 분리 조건 확립</li> <li>• 실리카 입자 합성을 위한 무계면활성제 및 친환경 용액 기반 졸겔 공정 최적 조건 확립</li> <li>• 발수 코팅 소재 활용을 위한 실리카 용액 활용 핵심 기술 개발</li> <li>• 섬유분의 산업용 소재 활용을 위한 정제 기술 개발</li> <li>• 왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 실증 연구</li> <li>• 왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 대용량 공정 조건 확립</li> <li>• 왕겨 실리카를 이용한 산업용 소재 실리카 입자 생산 졸겔 공정 실증</li> <li>• 왕겨 실리카를 이용한 발수 코팅액 제조 기술 개발</li> <li>• 왕겨 섬유분의 소재화를 위한 정제 기술 개발</li> <li>• 왕겨 섬유분의 electrospinning을 위한 용매 연구</li> </ul>



	<p>◎ <b>개질한 왕겨 섬유분을 활용한 고기능 고부가가치 토양개량제 개발</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>왕겨 섬유분 개질 및 적용을 통한 자원순환형 농업용 소재화 기술 개발</li> <li>토양개량용 제품 적용을 위한 왕겨 섬유분 고기능화 기술 개발</li> </ul> <p>◎ <b>왕겨 섬유분을 활용한 화장품용 소재 기술</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>왕겨 셀룰로오스의 나노 섬유화 기술 개발</li> <li>셀룰로오스 나노 섬유의 화장품 소재화</li> </ul> <p>◎ <b>왕겨 섬유분을 활용한 의료용 나노 섬유 개발</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>의료용 소재 적용을 위한 왕겨 섬유분 기반의 셀룰로오스 나노 섬유 개발</li> <li>나노섬유 개발 최적화 및 이화학적 분석 연구</li> <li>셀룰로오스 기반 의료용 혼합 고분자 나노 섬유 개발</li> </ul>	
	1단계 (해당 시 작성)	목표
		내용
	n단계 (해당 시 작성)	목표
	내용	

연구개발성과	<ul style="list-style-type: none"> <li>농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술</li> <li>실제 상용화 공정에 적용할 수 있는 대용량 공정 기술</li> <li>고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유분의 소재화 기술</li> <li>왕겨 섬유분을 이용한 화장품 소재화 기술</li> <li>왕겨 섬유분을 이용한 화장품 시제품</li> <li>왕겨 섬유분을 이용한 나노 섬유 합성 기술</li> </ul>
--------	--

연구개발성과 활용계획 및 기대 효과	<p>◎ <b>연구개발 성과 활용 계획</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>왕겨 주요 성분의 분리/추출 기술 및 대용량 공정 기술은 참여기업인 농협경제지주에서 기술이전 후 계열사를 통한 상용화를 계획하고 있음</li> <li>왕겨 실리카 용액을 이용한 실리카 합성 기술에 대해서도 농협경제지주의 계열사를 통한 다양한 분야의 실리카를 합성하여 상용화를 계획하고 있음</li> <li>농협경제지주는 국내 RPC(미곡종합처리장)의 70%를 관리하고 있어서 국내 왕겨의 70%를 담당하고 있는데 본 기술의 이전을 통해서 시범적으로 일부 RPC에 왕겨 실리카 분리/추출 장치를 설치하여서 현장 적용성을 테스트할 계획임</li> <li>이를 통해 RPC에서 왕겨 실리카 용액과 섬유분을 분리하여 생산하고 왕겨 실리카 용액은 농협의 계열사 등에 공급하여 다양한 용도의 실리카 입자와 용액의 형태로 사업화를 실시할 예정임</li> <li>왕겨 섬유분의 경우 네이처코스텍에서 나노 섬유 화장품 분야로 활용을 할 계획이며 먼저는 식약처 인증에 시간이 걸리지 않는 자외선 차단 보조제로 활용하여 선크림 제품에 첨가하여 제품을 제작하고 보습제에 적용하여 마스크팩 에센스에 첨가하여 판매할 계획임</li> <li>이외에도 화장품소재, 식품기업, 정수필터 분야의 중소기업에 왕겨 실리카 용액을 판매하여 각 중소기업의 제품에 적용할 계획임</li> </ul> <p>◎ <b>기대효과</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>현재 왕겨가 생산되고 있는 RPC에서는 왕겨로 인한 수익이 거의 창출되지 않고 있는데 본 과제의 결과물을 통한 상용화 시 왕겨로 인한 부수적인 수입이 창출되어 RPC의 수익 창출에 기여할 수 있음</li> <li>왕겨의 산업용 소재화를 통해서 각 요소별 소재를 활용한 다양한 전방산업에 적용이 가능하게 되며 특히 기존 광물 실리카의 경우 실리카 합성을 위한 채굴과 화학 반응 부산물 배출로 인한 환경오염 문제가 발생하였지만 왕겨 실리카를 활용할 시 기존에 발생하던 환경오염물질과 환경파괴가 발생하지 않기 때문에 환경을 보호</li> </ul>
---------------------------	--

	<p>하며 친환경 공정을 구현할 수 있음</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 기존 실리카를 사용하는 것에 비해서 왕겨 유래 실리카의 경우 생체친화적이고 인체에 유해한 중금속 불순물이 없기 때문에 인체 적용 제품에 적용할 시 제품 경쟁력에 우위가 있어서 제품의 경쟁력을 높이고 특히 수입제품에 대한 경쟁 우위를 통한 국산화 점유율을 높일 수 있음</li> <li>• 또한 현재 폐기물로 분류되어서 처리하고 있던 왕겨를 고부가가치화하기 때문에 폐기물 발생 저감과 환경문제 해결이 기대됨</li> <li>• 왕겨 섬유분의 경우 최근 이슈가 되고 있는 바이오플라스틱의 원료로써 국내에서는 아직 안정스런 바이오매스 공급이 없는 상황이지만 왕겨는 RPC를 통해서 안정적으로 공급될 수 있는바 본 과제의 결과물은 향후 바이오플라스틱 시대에 원료 제공을 위한 기술로 활용될 수 있음</li> </ul>												
연구개발성과의 비공개여부 및 사유	해당없음												
연구개발성과의 등록·기탁 건수	논문	특허	보고서 원문	연구시설·장비	기술 요약 정보	소프트웨어	표준	생명자원		화합물	신품종		
연구시설·장비 종합정보시스템 등록 현황	3	9						생명 정보	생물 자원		정보	실물	
국문핵심어 (5개 이내)	왕겨		실리카			나노셀룰로오스		셀룰로오스 나노섬유		화장품			
영문핵심어 (5개 이내)	Rice husk		Silica			Nanocellulose		cellulose nanofiber		cosmetic			

## < 목 차 >

1. 연구개발과제의 개요	-----	1
2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행내용	-----	3
3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도	-----	50
4. 연구개발성과 및 관련 분야에 대한 기여 정도	-----	62
5. 연구개발성과의 관리 및 활용 계획	-----	62

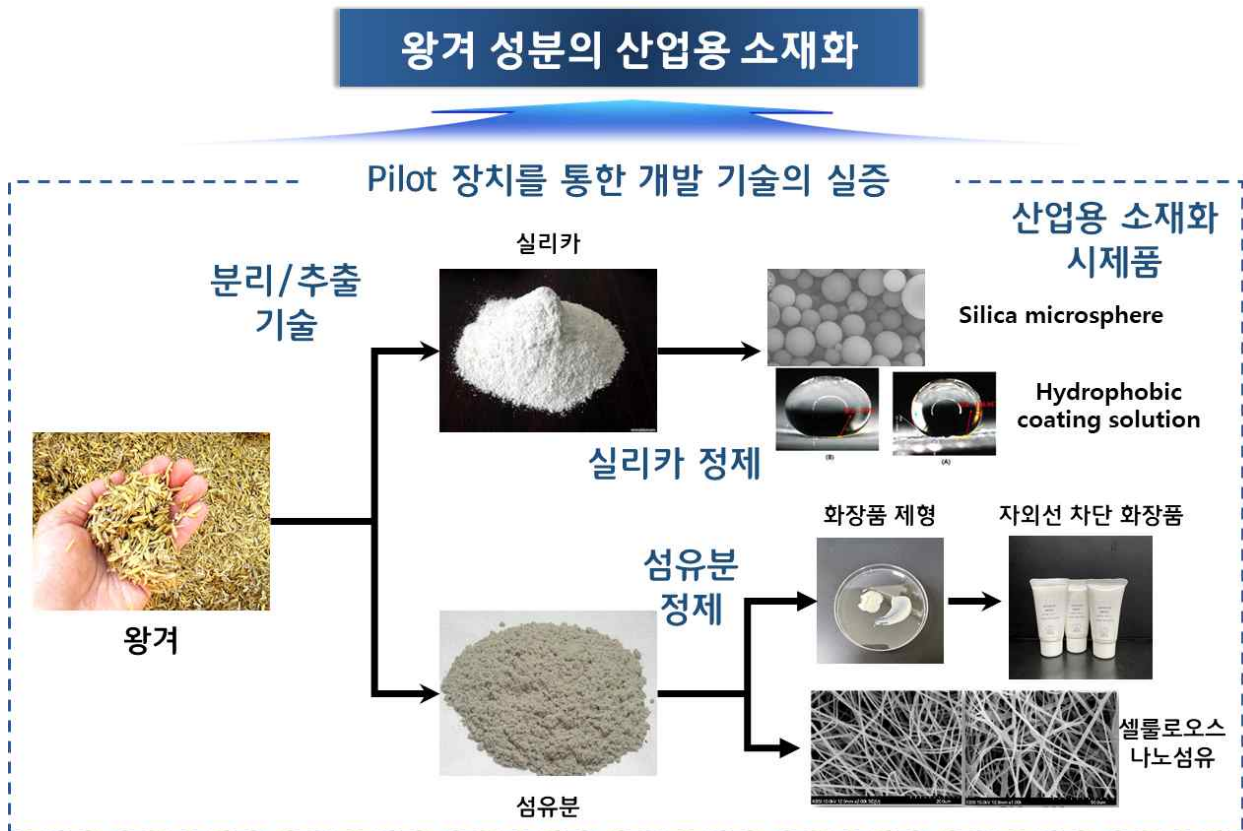
# 1. 연구개발과제의 개요

## 1-1. 최종목표

- 왕겨의 산업용 소재화를 위한 핵심 공정 기술 개발과 실증, 이를 통한 제품 개발

개발기술	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술</li> <li>• 실제 상용화 공정에 적용할 수 있는 대용량 공정 기술</li> <li>• 고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유분의 소재화 기술</li> </ul>
개발제품	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 왕겨 실리카 마이크로입자 산업용 소재</li> <li>• 발수 코팅용 실리카 용액</li> <li>• 왕겨 섬유분을 이용한 화장품 시제품</li> </ul>

○ 연구개발 기술의 기본 개념도



## 1-2. 세부목표

개발기술	○ 농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술 - 추출효율 : $\geq 60\%$ - 왕겨 실리카 순도 : $\geq 95\%$
	○ 실제 상용화 공정에 적용할 수 있는 대용량 공정 기술 - 처리용량 : $\geq 10\text{kg/일}$
	○ 고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유분의 소재화 기술 - 시제품 3건
개발제품	○ 왕겨 실리카 마이크로입자 산업용 소재 - 입자 균일도 : $\leq 50\%$
	○ 발수 코팅용 실리카 용액 - 물 접촉각 : $\geq 130^\circ$
	○ 자외선 차단 시제품 - 나노섬유 폭 : $\leq 40 \text{ nm}$

## 1-3. 연차별 세부과제 및 목표

구분 (연도)	세부과제명	세부연구목표
1차 년도 (2019)	왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화	왕겨 실리카 추출을 위한 알칼리 침출 공정 기술 개발 및 공정 조건 최적화
		실리카 용액의 연속 분리 조건 확립
		실리카 입자 합성을 위한 무계면활성제 및 친환경 용액 기반 졸겔 공정 최적 조건 확립
		발수 코팅 소재 활용을 위한 실리카 용액 활용 핵심 기술 개발
	개질한 왕겨 섬유분을 활용한 고기능 고부가가치 토양개량제 개발	섬유분의 산업용 소재 활용을 위한 개질 기술 적용
		왕겨 섬유분 개질 및 적용을 통한 자원순환형 농업용 소재화 기술 개발
2차 년도 (2020)	왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화	토양개량용 제품 적용을 위한 왕겨 섬유분 고기능화 기술 개발
		왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 실증 연구
		왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 대용량 공정 조건 확립
		왕겨 실리카를 이용한 산업용 소재 실리카 입자 생산 졸겔 공정 실증
		왕겨 실리카를 이용한 발수 코팅액 제조 기술 개발
		왕겨 섬유분의 소재화를 위한 정제 기술 개발
왕겨 섬유분의 electrospinning을 위한 용매 연구		

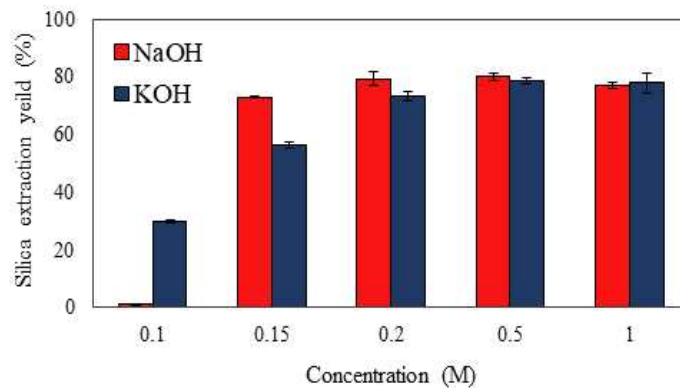
왕겨 섬유분을 활용한 화장품용 소재 기술	왕겨 셀룰로오스의 나노 섬유화 기술 개발
	셀룰로오스 나노 섬유의 화장품 소재화
왕겨 섬유분을 활용한 의료용 나노 섬유 개발	의료용 소재 적용을 위한 왕겨 섬유분 기반의 셀룰로오스 나노 섬유 개발
	나노섬유 개발 최적화 및 이화학 분석 연구
	셀룰로오스 기반 의료용 혼합 고분자 나노 섬유 개발

## 2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행 내용

### 2-1. 1차년도 수행 과정 및 내용

#### 2-1-1. 왕겨 실리카 추출을 위한 알칼리 침출 공정 기술 개발 및 공정 조건 최적화

o 알칼리 용매 종류에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 분석

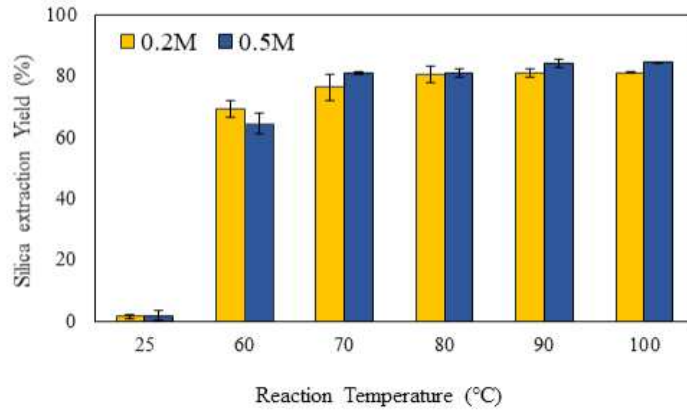


<그림 1> 알칼리 용매 종류에 따른 왕겨 실리카 추출 수율 분석

- NaOH와 KOH 두가지 용매를 이용하여 농도별로 왕겨의 실리카 추출 수율을 비교하였음
- Lab scale의 batch 조건으로 왕겨와 알칼리 용매를 이용하여 왕겨 내 실리카 성분이 용매의 농도에 따라 침출 수율의 차이가 있음을 확인하였음
- NaOH의 경우 0.15M에서 급격하게 추출 수율이 향상되는 것을 확인할 수 있었으며 0.2M 농도에서부터 추출 수율이 약 79% 수준으로 유지되어 고농도의 알칼리 용액을 투입하여도 추출 수율이 증가하지 않는 것을 확인할 수 있었음
- KOH의 경우 0.1M에서부터 용매의 농도를 높일수록 점진적으로 추출 수율이 증가하다가 0.2M 농도에서부터 약 78%의 추출 수율을 유지하는 것을 확인할 수 있었음
- 특정 지점 이상에서 정상 상태(Saturation)가 이루어졌으므로 농도가 높아져도 추출 수율이 일정한 것을 확인하였음
- 이는 실리카와 결합하는 OH 이온이 상기의 농도에서 충분하게 되면서 알칼리용매의 농도 증가에도 추출 수율이 더 증가하지 않는 것으로 보임

- 일반적인 염기성 수산화물의 화학적 강도는 이온화 상수에 의해 결정되는데 NaOH의 이온화 상수는  $6.3 \times 10^{-1}$ 이며, KOH의 이온화 상수는  $3.16 \times 10^{-1}$ 를 나타냄(S. T. Bahir et al., 2018)
- KOH에 비해 NaOH의 이온화 상수가 크기 때문에 NaOH의 해리가 쉽고 발열반응에 대한 화학 반응을 더 많이 형성하기 때문에 이러한 특성 차이에 의해 NaOH에서 더 좋은 실리카 추출 수율이 나타난 것으로 사료됨

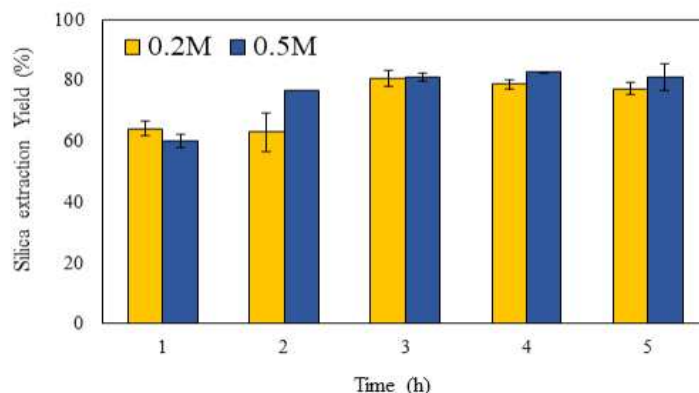
o 반응 온도에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 비교



<그림 2> 반응 온도에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 분석

- 0.2M과 0.5M 농도의 반응 온도 변수에 따른 왕겨의 실리카 추출 수율을 비교하였음
- 본 연구에서는 비교군으로 25°C의 열처리를 하지 않은 조건은 외부 열을 가하지 않은 상온 상태를 비교하기 위한 조건으로 진행하였으며, 알칼리 침출의 상압, 100°C이하의 조건에서 최고 수율의 지점을 찾기 위한 목적으로 진행하였음
- 반응 시간 3시간 및 고액비 6 wt%의 동일 조건에서 반응 온도에 따른 추출 수율 측정 결과 0.2M과 0.5M 두 조건의 반응 온도가 80°C 이상 조건에서는 약 80%의 추출 수율로 큰 차이가 없으며 정상상태에 도달하는 것을 확인하였고 반응 온도의 최적 조건으로는 80°C의 반응 조건으로 선정하였음

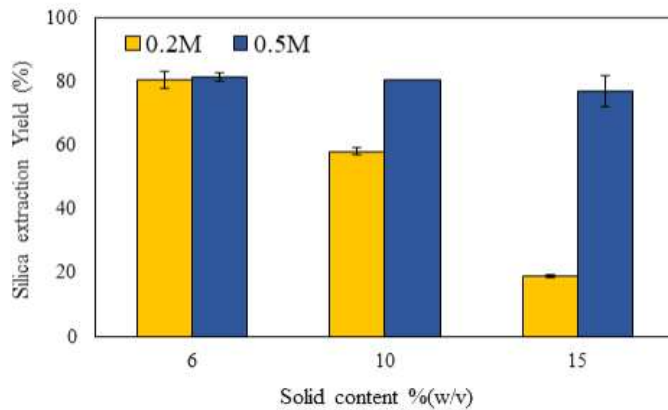
o 반응 시간에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 비교



<그림 3> 반응 시간에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 분석

- 0.2M과 0.5M 농도의 반응 시간 변수에 따른 왕겨의 실리카 추출 수율을 비교하였음
- 80°C의 반응 온도와 고액비 6 wt%의 조건을 동일하게 하여 진행함
- 반응 시간 2시간 이하의 반응 조건에서는 약 75% 미만인 것을 확인하였으며 3시간을 기준으로 3시간 이상 반응한 조건에서 약 80% 이상으로 실리카 추출 수율에는 큰 변화가 없는 정상 상태에 도달함
- 반응 시간의 최적 조건으로는 3시간의 반응 조건으로 선정하였음

o 고액비에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 비교

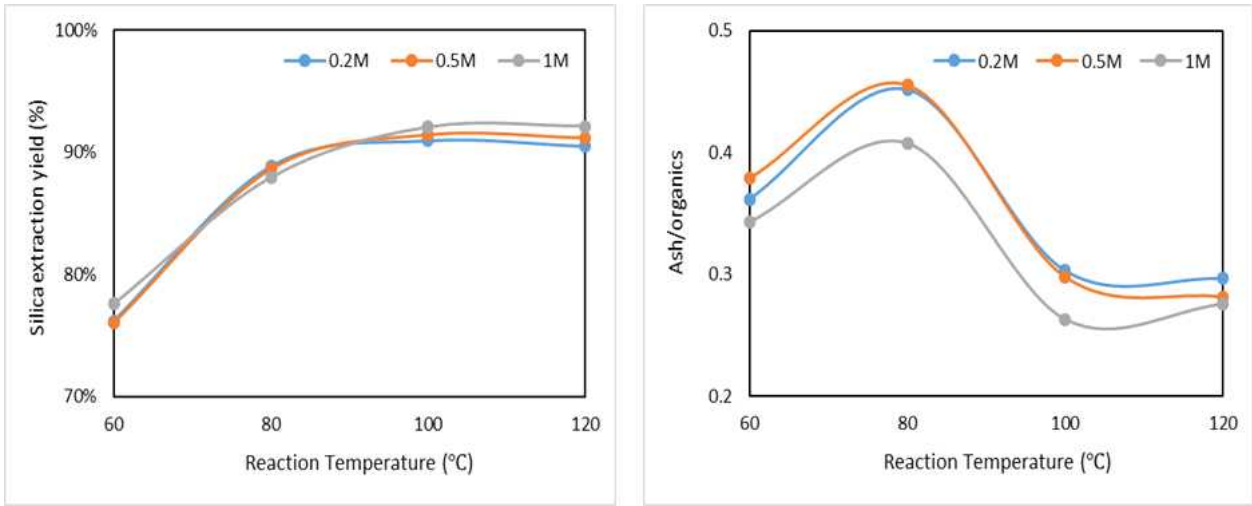


<그림 4> 고액비에 따른 왕겨 실리카 침출 수율 분석

- 0.2M과 0.5M 농도의 고액비 변수에 따른 왕겨의 실리카 추출 수율을 비교하였음
- 80°C의 반응 온도와 3시간의 반응 시간 조건으로 동일하게 실시하여 진행함
- 0.2M의 농도 조건에서 10 wt%, 15wt%의 고액비 조건인 경우, 왕겨 내 Si와 반응하기 위한 OH-기가 부족하기 때문에 상대적으로 낮은 추출 수율을 나타내는 것으로 보임
- 0.5M의 농도의 고액비가 10 wt%, 15 wt%의 경우 Si와 반응하기 위한 OH-가 더 많이 존재하므로 0.2M 농도의 추출 수율에 비해 비교적 높은 수율을 나타낸 것으로 보임
- 본 실험을 통해서 결과적으로 최적 조건은 NaOH 0.2M의 농도와 고액비 6 wt%로 선정하였음.



o 반응 조건에 따른 Carbohydrate, lignin, ash 함량 분석



<그림 5> 반응 조건에 따른 실리카 추출 수율과 추출물의 무/유기 함량비 비교

- 반응 온도, 알칼리 용액의 농도에 따라 알칼리 침출 공정으로부터 왕겨 내 Carbohydrate, Lignin, Ash의 함량을 NREL 방법을 사용하여 분석함.(NREL, National renewable energy laboratory)의 technical report(extractives NREL/TP-510-42619; carbohydrate & lignin NREL/TP-510-42618; Ash NREL/TP-42622)
- 100°C 및 120°C의 반응 온도에서 Carbohydrate, lignin, ash가 용액 내로 비교적 많은 양이 침출이 되며, 60°C 및 80°C의 반응 온도에서는 비교적 적은 양의 Carbohydrate, lignin, ash가 침출 되는 것을 확인함.
- 그 중 80°C의 반응 온도 조건의 경우 Carbohydrate 및 lignin양에 비해 ash가 많이 침출 되는 것을 확인하였음.

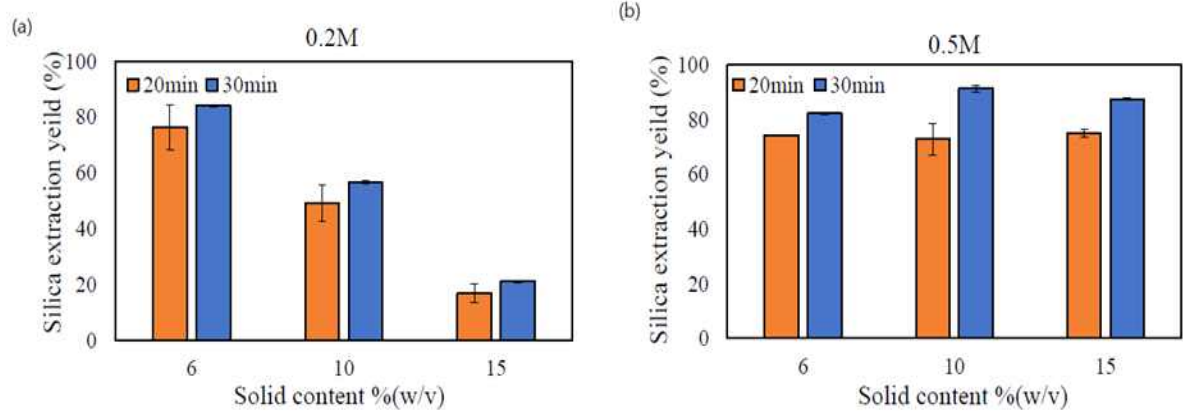
구분	0.2M NaOH 60℃	0.2M NaOH 80℃	0.2M NaOH 120℃	0.5M NaOH 80℃	1M NaOH 100℃
Ash/organic	0.362	0.452	0.297	0.454	0.263
Ash/carbohydrate	0.946	1.019	0.791	1.111	0.527
Ash/lignin	0.586	0.812	0.475	0.772	0.526

<그림 6> 용액 내 Carbohydrate, lignin, ash 추출 함량에 따른 구형 실리카 입자 비교

- 용액 내 Ash의 양에 비해 Organic(Carbohydrate, lignin)의 함량이 많을수록 구형 실리카를 제조하는 동일한 조건에서 구형 형태의 실리카를 제조하는데 방해가 되는 것을 확인함.

## 2-1-2. 실리카 용액의 연속 분리 조건 확립

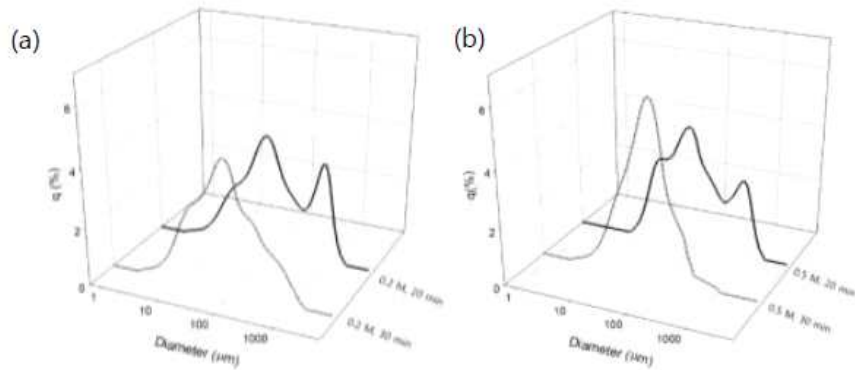
o 왕겨의 미립자화 조건에 따른 실리카 추출 수율 분석



<그림 7> 밀링 조건에 따른 실리카 추출 수율 비교 (a) 0.2M, (b) 0.5M.

- Lab scale의 Batch식 침출 공정에서 확립한 최적 조건을 바탕으로 2단 침출 공정 시스템을 구축하여 가동함
- 왕겨에서 실리카를 연속적으로 추출하기 위해 투입 및 반응, 배출을 동시에 진행함.
- 특히, 시료의 이송을 용이하게 하기 위해 불밀 전처리 공정을 통해 바이오매스를 미립자화하여 일반 유량펌프로 연속적 이송이 가능하도록 진행함.
- 불밀 전처리 공정 시 알칼리 용매와 왕겨를 동시 투입하여 습식 밀링을 진행하였으며 밀링 속도는 300rpm으로 설정함.
- 고액비 및 NaOH 농도에 따라 20분, 30분간 분쇄를 실시하여 각 조건의 실리카 추출 수율을 비교하였을 때, 밀링 시간 증가에 따라 수율이 향상된 것을 확인함
- 0.2M NaOH 조건의 밀링 시료에서 고액비가 가장 낮은 6 wt%에서 가장 높은 수율을 확인하였고 10wt%, 15wt%인 경우 6wt%에 비해 급격히 실리카 추출 수율이 떨어졌음.
- 하지만 0.5M NaOH 조건에서는 낮은 고액비에서도 실리카 추출 수율이 낮아지지 않는 것을 확인하였음.
- 이는 NaOH의 몰농도가 높아지면서 실리카와 반응 할 수 있는 이온 성분이 충분히 공급되기 때문으로 보임.

o 볼밀 전처리에 의한 왕겨 입자 크기 비교



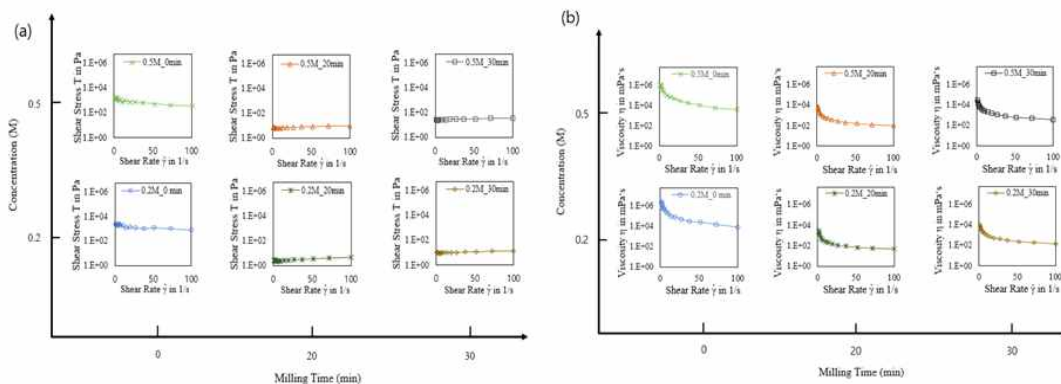
<그림 8> 왕겨의 전처리 조건에 따른 입자 크기 비교(a)0.2M,(b)0.5M

<표 1> 왕겨의 전처리 전,후 조건에 따른 입자 크기 비교

Concentration	Milling time	Mean diameter
	0 min	6-7mm
0.2M	20 min	228.9µm
	30 min	139µm
0.5M	20 min	218µm
	30 min	78.1µm

- 본 실험에서 분쇄 속도 300rpm과 고액비 6 wt%의 조건으로 동일하게 적용하여 진행함
- 밀링 전 왕겨의 크기에 비해 볼 밀링 후 왕겨의 크기가 급격히 감소한 것을 확인함
- 입자 크기 감소는 주로 밀링 시간과 관련이 있으며, 알칼리 농도에 의해서도 크기 감소에 약간 영향이 있는 것으로 보임.
- 또한 본 결과를 통해 밀링 시간을 증가시킴으로써 왕겨의 입자가 더 균질화 되는 것을 확인함.

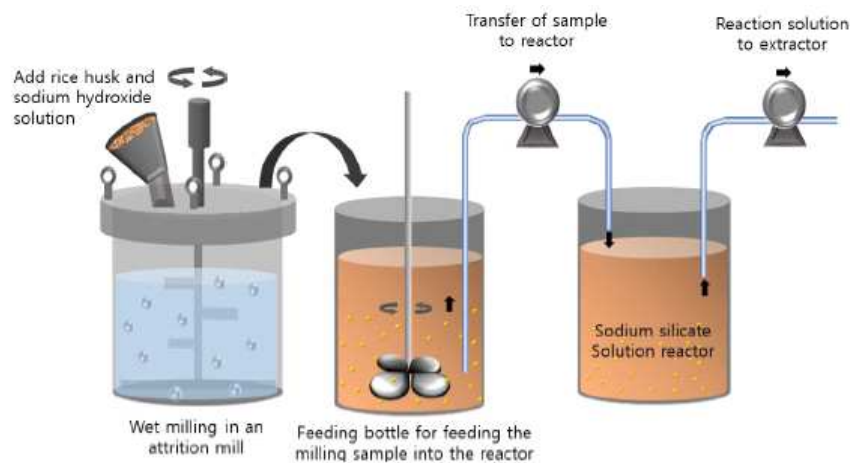
o 볼밀 전처리에 의한 유동성 확보 연구



<그림 9> 밀링 조건에 따른 왕겨 슬러리의 유동학적 거동 (a) 전단 응력, (b) 점도

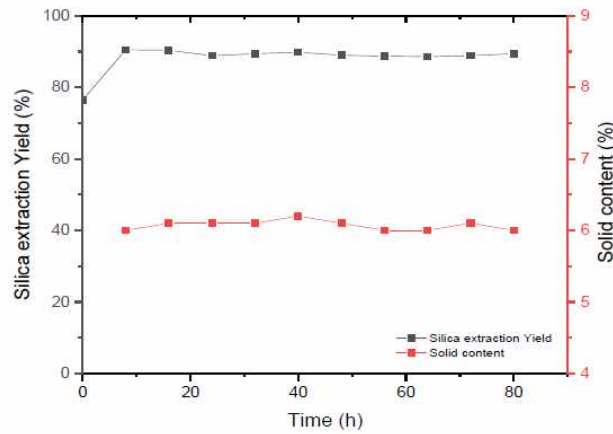
- 본 실험에서는 레오미터를 사용하여 고액비 6 wt% 조건의 왕겨 슬러리 유체동역학 특성을 확인함
- 밀링 조건에 따라 전단율에 대한 전단 응력 및 점도의 차이를 확인하였으며 이는 입자 크기와 밀접한 관련이 있음을 확인함(Ahmed, Y. M. 2014)
- 밀링 전처리한 슬러리의 경우 전단 속도가 증가함에 따라 전단 응력은 증가하며 점도는 감소하는 것을 확인함
- 본 실험 결과를 토대로 전단 응력 및 점도가 낮은 0.2M 농도, 20분간 밀링 전처리한 조건을 최적조건으로 선정함
- 또한 밀링을 통한 왕겨 슬러리를 제작하였을 때 유체의 유동성을 확보하여서 쉽게 유량펌프로 이동이 가능한 것을 확인할 수 있었음

o lab scale 왕겨 미립자 연속 분리 2단 공정 실험 실시



<그림 10> 2단 알칼리 침출 반응기 구성

- Batch 실험을 기반으로 2단 알칼리 추출 공정 운전 시 왕겨 및 알칼리 용액을 습식으로 분쇄하는 ①밀링 단계, ②분쇄된 왕겨 슬러리를 교반하며 반응기로 투입하기 위한 왕겨 슬러리 저장조와 반응 온도 유지 및 교반, 슬러리 투입 및 배출이 동시에 이루어지는 반응조로 이루어져있음
- 반응조의 체류 시간은 3시간이며, 반응조의 반응 온도는 80°C, 0.2M NaOH, 6 wt%의 조건에서 운전됨.



<그림 11> 2단 알칼리 추출 공정으로부터 실리카 추출 수율 및 고체 함량 측정

- 본 연구는 80시간 동안 진행하였고 8시간 간격으로 시료를 회수하여 배출 시료 내 이송된 고체양을 측정하여 공정기간 동안 이송 고체 함량은 평균적으로 약 6 wt%(w/v)로 일정하게 시료 내 고체 함량이 유지되는 것을 확인함
- 사용된 불밀은 유동성을 향상시키고 왕겨 슬러리의 안정적 공급이 가능함을 확인함
- 2단 추출 공정의 초기 시작 단계에 왕겨 슬러리를 반응기에 채운 후 3시간 동안 반응 후 연속 공정을 시작하였음
- 연속 공정 시작 후 실리카 추출 수율은 약간 감소하지만 24시간 이후에는 안정 상태에 도달하였고, 정상상태로 도달 후 실리카 추출 수율이 일정하여 공정이 안정적임을 확인하였음
- 본 연구에서는 700ml 규모의 lab scale 2단 알칼리 침출 장치에서 왕겨 실리카 용액 연속 추출 실험을 80시간 동안 진행하였고, 유량 조절을 통해 반응기 내 체류시간 (Resident time)을 3시간으로 설정하였으며, 공정 운전 기간 동안 안정적으로 가동고 추출 수율이 약 89%로 유지되는 것을 확인함.

o 진공필터 방식과 대용량 원심 분리 장치를 이용한 분리 공정 비교



<그림 12> 진공필터 장치



<그림 13> 대용량 원심분리 장치

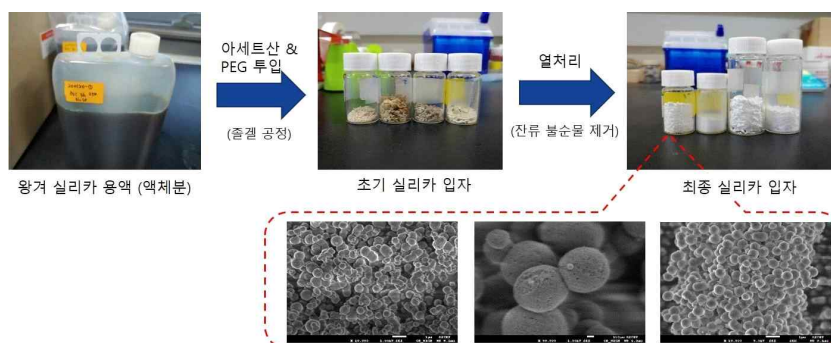




- 본 개발 공정에서 왕겨 섬유분과 액상으로 추출된 실리카를 분리하기 위한 대용량 분리 공정으로 진공필터 방식과 대용량 원심분리 장치를 선정하여 비교하였음
- 상압 공정에서 실리카를 추출한 시료의 경우 진공 필터를 사용했을 때 빠르게 고체와 액체를 분리할 수 있었으나, 150°C에서 추출한 시료나 고액비가 높은 조건에서 실리카를 추출한 시료의 경우 진공필터 방식을 사용할 때 필터링의 속도가 느려지는데 이는 고체 성분이 많기 때문인 것으로 보임
- 이에 비해 원심 분리 공정을 실시할 경우 진공필터 장치에 비해 실리카 세척 및 회수 단계가 빠르게 진행되는 것을 확인함

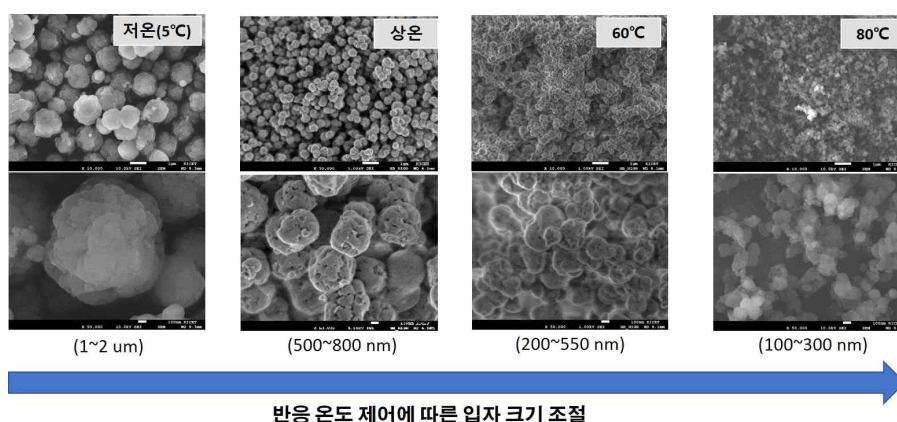
### 2-1-3. 실리카 입자 합성을 위한 무계면활성제 및 친환경 용액 기반 졸겔공정 최적 조건 확립

o 왕겨 실리카 용액을 이용한 실리카 마이크로입자 제조 연구



<그림 14> 왕겨 실리카 용액을 이용한 구형 실리카 입자 제조

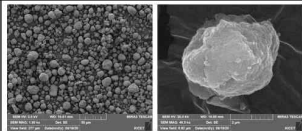
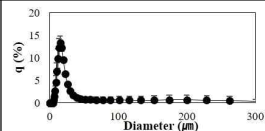
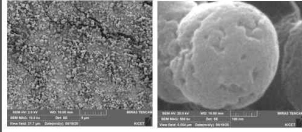
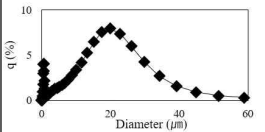
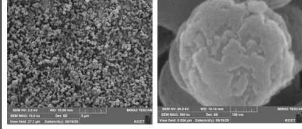
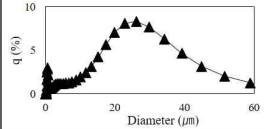
- 왕겨 실리카 용액의 산도를 조절하기 위하여 기존에는 황산, 염산과 같은 고위험성의 강산을 이용한 공정이 주로 활용되었으나, 본 연구에서는 식초의 성분인 아세트산(초산)을 이용하여 산도를 조절하는 졸-겔 공정으로 왕겨 실리카 용액으로부터 실리카 입자를 제조하였음
- 졸-겔 공정에서 실리카 입자의 형상을 제어하기 위해서 저가의 상용 고분자인 polyethylene glycol(PEG)을 첨가제로 이용하였음. PEG 일정량을 왕겨 실리카 용액에 먼저 녹인 뒤 아세트산을 투입하여 pH를 7 부근으로 조정하고 추가 교반을 진행함으로써 구형 실리카 입자를 성공적으로 제조함.



<그림 15> 반응 온도 제어에 따른 실리카 입자의 크기 조절

- 왕겨 실리카 용액의 pH 조절 및 추가 교반 과정에서의 온도 조절을 통해 최종 실리카 입자의 크기를 조절할 수 있음을 확인함. 상온에서 제조 공정을 진행하면 약 500~800 nm 범위의 크기를 갖는 입자가 형성되는 반면, 공정 온도를 올리면 보다 작은 크기의 입자가 형성됨을 확인.
- 공정 진행 온도를 5도 정도로 낮출 경우 1~2 um 크기를 갖는 실리카 마이크로입자가 제조됨을 확인함. 이와 같은 공정 온도에 따른 입자 크기 변화는, 온도에 따른 실리카 입자의 핵 생성 및 성장 속도 차이에 기인한 것으로 판단됨.

o 분무건조 공정을 통한 실리카 마이크로 입자 합성 연구

	SEM	입자크기 분포	순도
220°C No PEG			99.2%
220°C PEG 1.2g			98.9%
240°C PEG 1.2g			99%

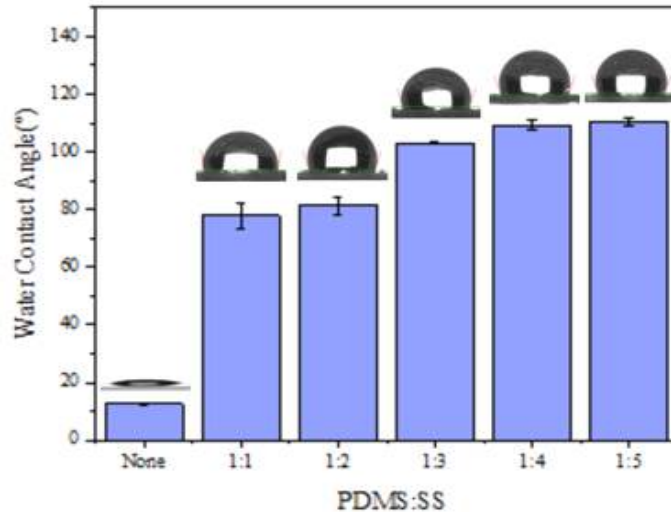
<그림 16> 분무건조 공정으로 제조된 실리카 입자의 물성 분석

- 분무건조 공정을 활용할 경우, 상용 PEG 고분자의 첨가 없이도 구형으로 형상이 제어된 마이크로입자를 제조할 수 있음을 확인함. 왕겨 실리카 용액에 아세트산을 첨가하여 산도를 조절한 뒤 220°C의 온도에서 분무건조를 진행하였을 때 수 마이크로미터 크기의 구형 마이크로입자가 형성되었음.
- 상기 구형 마이크로입자에는 실리카 뿐 만 아니라 과량의 나트륨 및 아세테이트 염이 포함되어 있는 것으로 추정됨. 이에 따라 불순물 제거를 위한 세척 과정을 거치면 실리카 입자의 구조가 유지되기 어려움을 확인하였음. 따라서 분무건조 공정으로 고순도의 실리카 입자를 제조하기 위해서는, 과량의 염이 먼저 제거된 실리카 분산 용액의 사용이 필요한 것으로 판단됨

2-1-4. 발수 코팅 소재 활용을 위한 실리카 용액 활용 핵심 기술 개발

o 왕겨 실리카 용액을 이용한 발수 코팅 용액 제조

- 왕겨 실리카 용액과 PDMS 고분자를 중량비에 따라 혼합하여 발수 코팅 용액 제조 후 물 접촉각 측정



<그림 17> 실리카와 PDMS 비율에 따른 WCA 측정

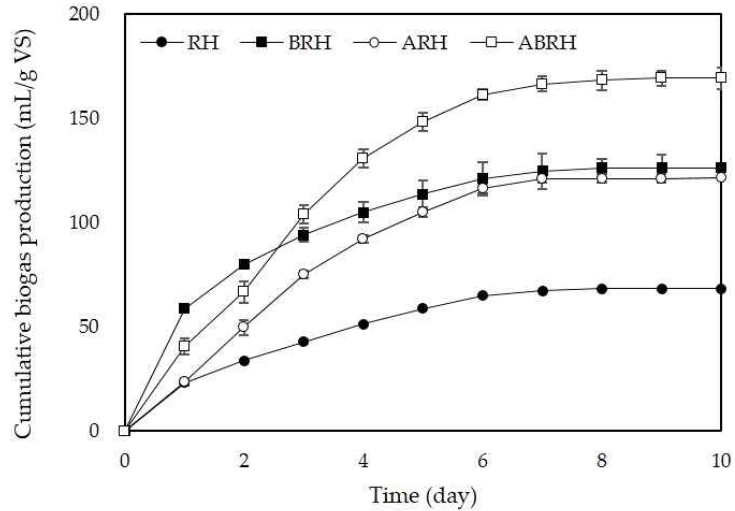
- Ultrasonic 및  $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 5$  혼합 용액에 침지하여 glass 기질의 Hydroxyl group을 활성화를 위해 전처리를 진행함
- PDMS와 실리카이트 용액을 중량비 1:1-1:5로 발수코팅용액을 제조하여 glass 기질에 100 $\mu\text{l}$  코팅처리 후 80°C의 드라이오븐에서 5분간 건조를 5회 진행함
- PDMS:Silicate = 1:1 의 물 접촉각(WCA)의 경우 99.7°, 1:2의 경우 107.5°, 1:3 과 1:4 의 경우 각각 109.1°, 109.9°를 확인하였으며 110° 의 Water Contact angle을 PDMS:Silicate = 1:5에서 확인함.
- PDMS의 비율을 높일 경우 접촉각이 향상되었지만 1:4 이후 큰 차이가 없는 것으로 보임.

## 2-1-5. 섬유분의 산업용 소재 활용을 위한 개질 기술 적용

### o 불밀 처리를 통한 왕겨 섬유분의 생물학적 가용성 향상 연구

- 실리카 추출 후 남은 왕겨 섬유분의 생물학적 가용성을 향상시키기 위해서 불밀을 적용하여 입자를 분쇄하고 이를 혐기소화 공정을 통해서 생물학적으로 분해하여 발생하는 바이오가스 생산량을 비교하여서 가용성을 비교함
- 비교군 실험을 위해서 실리카를 추출하지 않은 왕겨, 불밀 처리만 한 왕겨와 실리카를 추출한 후 남은 섬유분과 실리카를 추출한 섬유분을 불밀 처리한 네가지의 시료를 준비하여 혐기소화를 실시함
- 아래의 그림과 같이 혐기소화 시 왕겨의 경우 바이오가스 생산량이 67.1 ml/g-vs에 불과하지만 섬유분을 불밀 처리할 시 166.4 ml/g-vs로 약 2.47배 생물학적 가용성이 증가하는 것을 확인할 수 있음
- 왕겨에 불밀 처리만 한 것은 124.5 ml/g-vs이고 실리카 추출 섬유분은 120.7 ml/g-vs로 약 1.8배의 증가가 나타났지만 섬유분의 불밀처리만큼은 나타나지 않음



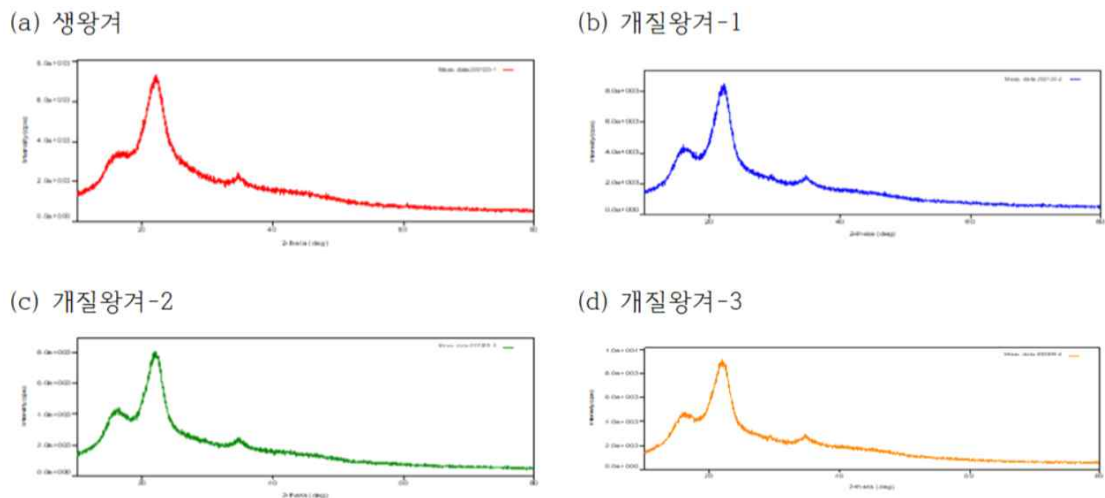


<그림 18> 처리된 왕겨 섬유분의 생물학적 가용성 비교.  
 RH: 왕겨, BRH: 볼밀처리된 왕겨, ABR: 실리카 추출 섬유분, ABRH: 실리카 추출 섬유분을 볼밀처리한 시료

## 2-1-6. 왕겨 섬유분 개발 및 적용을 통한 자원순환형 농업용 소재화 기술 개발

### o 개질한 왕겨와 대조군의 XRD 분석을 통한 결정성 변화 분석

- 주관기관에서 제공받은 개질 왕겨 시료 4가지를 분석한 결과 생왕겨와 개질왕겨의 XRD 결정 분석에서 유의미한 차이가 없다는 것이 나타남



<그림 19> 생왕겨와 개질왕겨의 XRD 스펙트럼

- XRD 스펙트럼을 통해서 왕겨의 결정성을 보여주는데 특히 목질계 바이오매스의 결정을 나타내는 crystallinity index (CI)를 비교하였을 때 수치적으로 큰 차이가 나지 않는 것을 확인하여서 실리카 추출 공정이 왕겨 섬유분의 결정성에는 영향을 주지 않는 것을 확인할 수 있었음
- 이는 알칼리 처리를 통해서 도리어 비정질 부위가 용해되면서 도리어 결정성이 약간 높아지는 것으로 보임

<표 2> 생왕겨와 개질왕겨의 결정지수

시료번호	CI(%)
생왕겨	49.77
개질왕겨-1	52.36
개질왕겨-2	50.27
개질왕겨-3	49.01

o 개질한 왕겨와 생왕겨의 성분 분석

- 주관기관에서 제공한 4가지 시료의 성분을 분석한 결과 생왕겨와 개질왕겨 모두 질소 성분이 거의 없는 것으로 나타나 질소 성분이 보강되지 않는 한 토양개량 및 작물 생육 효과가 없을 것으로 판단됨

<표 3> 생왕겨와 개질왕겨의 탄소와 질소 함량

시료번호	C(%)	N(%)
생왕겨	42.3	0.76
개질왕겨-1	44.7	0.88
개질왕겨-2	46.3	0.94
개질왕겨-3	47.0	1.00

- 기타 성분으로 Mg, S, K, P, Ca, Mn, Fe, Zn 등은 비료의 미량원소로써 기능을 할 수 있을 것으로 보여서 긍정적인 결과로 판단됨
- 또한 생왕겨에서 검출된 비소 성분이 개질왕겨에서는 검출되지 않아 다행이나 개질왕겨 일부 시료에서 크롬과 니켈이 검출되어 추후 유해중금속 재분석이 필요할 것으로 판단됨

<표 4> 생왕겨와 개질왕겨 내 중금속 함량

항목	시료명				유기농자재 허용기준치
	생왕겨-1	개질왕겨-1	개질왕겨-2	개질왕겨-3	
비소(mg/kg)	0.000	0.000	0.000	0.000	20이하
카드뮴(mg/kg)	0.000	0.000	0.000	0.000	2이하
수은(mg/kg)	0.003	0.026	0.020	0.053	1이하

납(mg/kg)	0.000	0.000	0.000	0.000	50이하
크롬(mg/kg)	0.000	0.000	0.000	0.000	90이하
구리(mg/kg)	3.020	3.100	3.290	6.630	120이하
아연(mg/kg)	28.170	24.790	23.010	33.060	400이하

### 2-1-7. 토양 개량용 제품 적용을 위한 왕겨 섬유분 고기능화 기술 개발

o 개질한 왕겨와 생왕겨의 탄질비(C/N ratio) 조절을 통한 고기능화

- 일반적인 경작지 표토의 탄질비는 10-12 정도이며 심토의 경우 이보다 더 낮음
- 보편적으로 권장되는 탄질비는 10~30 사이이며 일반적인 왕겨의 탄질비는 70~90이나 주관기관에서 제공받은 왕겨 및 개질 왕겨의 경우 45~55의 탄질비를 나타내고 있음
- 토양 개량제로써 유기물 부속이 잘 이루어지게 하기 위해서는 질소의 비율을 높여야 하며 개선방법으로 화학적 비율 조절보다는 용이한 다른 소재와의 물리적인 혼합 방식이 적절함
- 본 과제에서 수행기관이 보유하고 있는 혈액 발효 아미노산을 활용하여서 왕겨의 탄질비를 조절하였음

<표 5> 왕겨와 혈액 발효 아미노산의 1:1 혼합에 따른 탄질비 변화

시료명	C(%)	N(%)	C/N
생왕겨+ 혈액 발효 아미노산	21.15	7.38	2.86
개질왕겨-1 + 혈액 발효 아미노산	22.35	7.44	3.00
개질왕겨-2 + 혈액 발효 아미노산	23.15	7.47	3.09
개질왕겨-3 + 혈액 발효 아미노산	23.5	7.50	3.13

- 혈액 발효 아미노산제제 또는 혈분의 탄질비는 일반적으로 3~4 정도이며 탄질비가 높은 왕겨와 개질왕겨가 토양 개량제로써 역할을 하기 위해서는 미생물에 의한 분해가 촉진되어야 하고 이 과정에서 질소 결핍이 오지 않아야 함
- 자원순환형 농업용 소재를 개발하는데 있어 천연질소를 가지고 있는 소재를 혼합함으로써 질소를 보충할 필요가 있음
- 그러나 탄질비가 너무 낮을 경우 질소 성분이 많아지면 토양 속 미생물 생태계에서 부패균이 발효균에 우세를 점하게 되는 가능성이 높음
- 현재 폐기물로 분류되고 있는 왕겨와 도축 혈액의 자원순환형 소재화를 통해 개질 왕겨 및 혈액 발효 아미노산의 장단점을 활용하여 임상실험을 통해 실제 토양에서의 효능 등을 검증함

o 왕겨 섬유분의 고기능화를 위한 조사

- 인도 및 베트남의 왕겨 활용 시장 조사 결과 발생하는 왕겨의 대부분은 폐기되거나 태워서 왕겨숯으로 활용하고 있으며 또는 양계장에서 바닥 깔개용으로 활용되어서 고부가가치로 활용되지는 못하고 있음
- 섬유질을 분해할 수 있는 시판 효소는 Ceremix 6X MG, Medley Brilliant 200L, Viscoflow MG, Viscozyme L 등이 있으며 일단 효소 가격이 비싸서 경제성이 문제

## 2-2. 2차년도 수행 과정 및 내용

### 2-2-1. 왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 실증 연구

- o 확립된 공정을 기반으로 파일럿 장치를 이용한 왕겨 실리카 알칼리 침출 공정 실증 실시



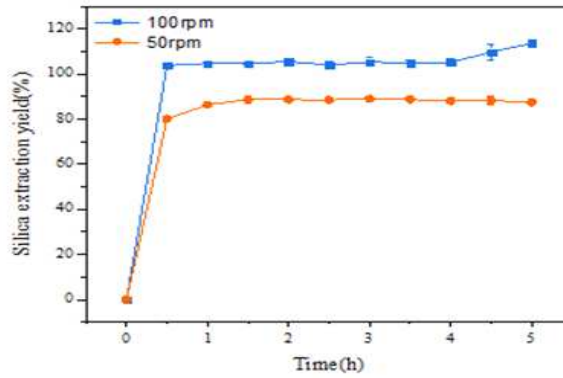
<그림 20> 파일럿 장치를 이용한 알칼리 침출 공정 실시



<그림 21> 배출부 유량 펌프



<그림 22> 왕겨 및 알칼리 용매 분쇄

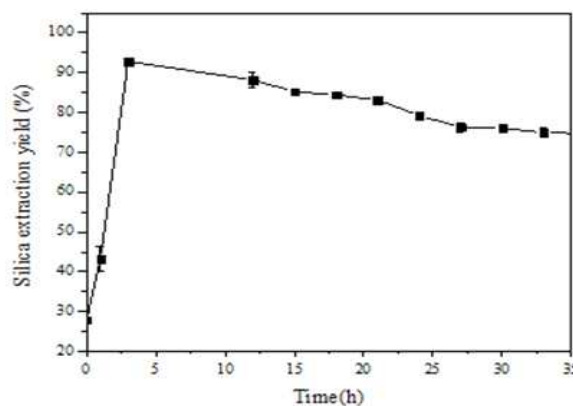


<그림 23> 밀링 속도에 따른 왕겨 실리카 추출 수율 측정

- 본 연구는 파일릿 장치를 이용하여 밀링 속도(50rpm, 100rpm)에 따른 왕겨 실리카 시간별 추출 수율 비교를 배치식으로 5시간 동안 진행하였고 30분 간격으로 시료를 회수하여 실리카 추출 수율을 측정함
- 6wt%(w/v) 고액비, 80°C의 반응 온도, 0.2M의 알칼리 용매 농도 조건으로 진행하였으며, 밀링 및 반응 온도를 상승 시킨 후 30분 이후부터 시료를 회수하여 측정함
- 밀링 속도가 증가함에 따라 실리카 추출 수율이 향상되는 것을 확인하였으며 약 2.5시간 이후부터 추출 수율이 안정화 되는 것을 확인함
- 본 연구에서는 5시간 동안 연속적으로 실리카 추출을 진행하였고, 공정 운전 기간 동안 안정적으로 가동됨을 확인함.

o 스케일업 연구 실시 및 발생 문제점 파악하여 공정 개선

- 왕겨에서 실리카를 연속적으로 추출하기 위해 투입 및 반응, 배출을 동시에 진행함.



<그림 24> 50rpm 연속식 가동 시 시간에 따른 실리카 추출 수율 측정

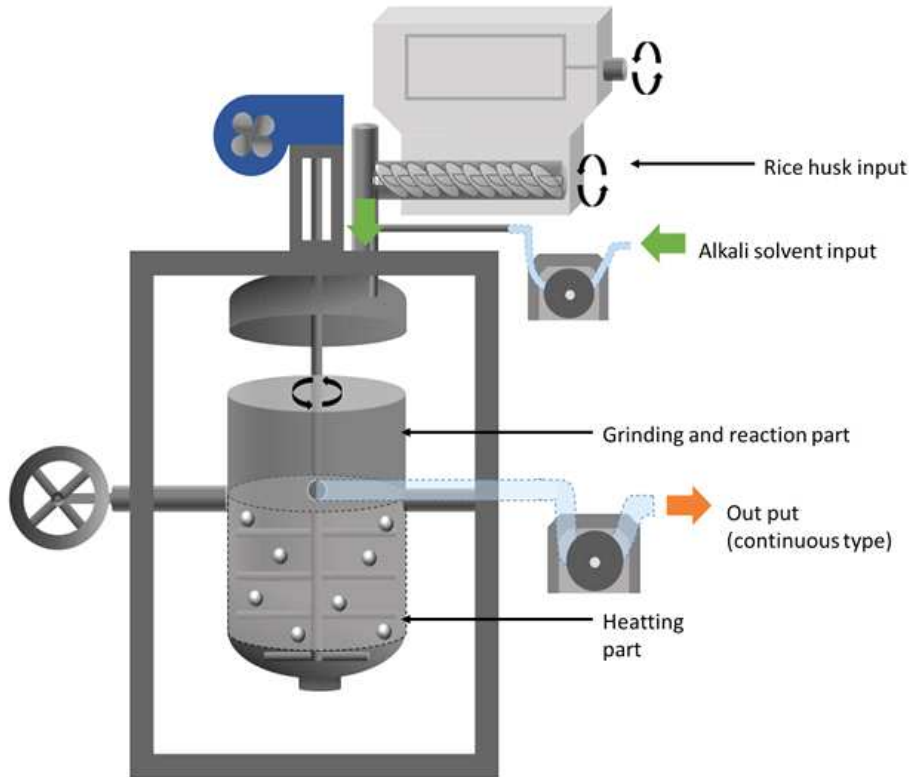
- 분쇄 및 반응 완료된 시료는 측단부의 배출 이송 펌프를 통해 시간별로 회수하였으며, 회수된 시료는 진공 감압필터를 이용하여 고체 및 액체 분리 후의 용액을 이용하여 실리카의 추출 수율을 측정하였음.
- 본 연구는 파일릿 장치를 이용하여 밀링 속도 50rpm, 고액비 6wt%(w/v), 알칼리 용

액 농도 0.2M, 80°C 조건으로 왕겨 실리카 시간별 추출 수율 비교를 약 40시간 동안 연속식으로 진행하였고 시간별로 시료를 회수하여 실리카 추출 수율을 측정함

- 공정 후 25시간 이후부터 약 80%의 추출 수율로 안정화 되는 것을 확인하였지만 36시간 이후 배출부의 막힘 현상의 문제점이 발생함

## 2-2-2. 왕겨 실리카 추출 공정 파일럿 대용량 공정 조건 확립

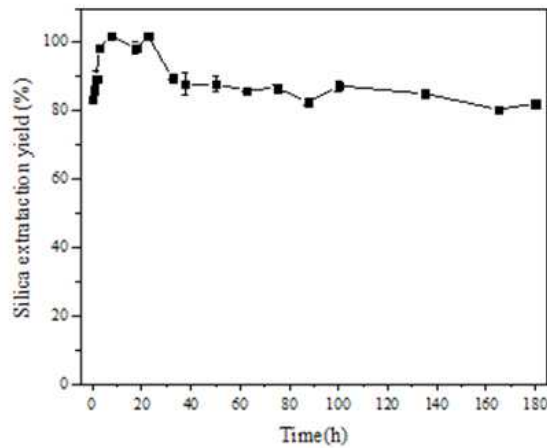
### o 왕겨 실리카 추출 파일럿 공정별 최적 조건 선정



<그림 25> 본 과제를 통해서 개발된 연속식 왕겨 분쇄 및 실리카 추출 장치

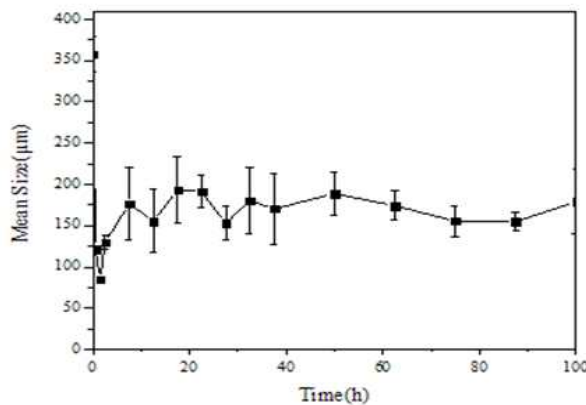
- 파일럿 규모의 연속식 알칼리 침출 공정 장치는 상단에 연속적으로 왕겨를 공급해주는 공급부와 불밀 분쇄와 알칼리 침출이 동시에 수행되는 반응부, 그리고 연속적인 배출이 가능한 배출부로 구성이 되어있음.
- 1단계인 공급부에는 스크류 및 호퍼를 통해 왕겨를 공급하도록 구성이 되어있고 2단계인 반응기는 부피 30L로 내부에는 분쇄볼을 운동시키는 회전축이 구비되어 있음.
- 또한 반응기 온도는 Jar 외부에 연결된 온도 센서를 이용하여 용액의 온도가 80°C가 되도록 가동하였음.
- 반응기에 직경 20mm의 steel ball 7L와 알칼리 용매와 왕겨를 약 70%정도로 채워 150rpm의 속도로 회전하여 분쇄하였음.
- 시료의 투입은 왕겨의 경우 장치 상단의 호퍼와 스크류를 통해 반응기 내부로 투입이 되며, 알칼리 용매의 경우 유량펌프를 통해 반응기 내부로 연속적으로 투입이 되도록 하였음.

- 3단계로 반응이 완료된 분쇄 왕겨 및 침출된 용액은 반응기 측단의 배출에 연결된 유량펌프를 통해 배출되며, 반응과 분쇄가 동시에 가능하도록 장치를 구축하고 가동하였음.
- 왕겨에서 실리카를 연속적으로 추출하기 위해 투입 및 반응, 배출을 동시에 진행하였고 분쇄 및 반응 완료된 시료는 측단부의 배출 이송 펌프를 통해 시간별로 회수하였으며, 회수된 시료는 진공 감압필터를 이용하여 고체 및 액체 분리 후의 용액을 이용하여 실리카의 추출 수율을 측정하였음.
- 상기 문제점을 개선하기 위해 밀링 속도를 50rpm에서 150rpm으로 향상시켜 진행하였으며 처리 용량을 증가시키기 위해 고액비 6wt%(w/v)에서 10wt%(w/v)으로 증가시켜 진행함.




<그림 26> 시간에 따른 연속식 알칼리 침출 공정을 통한 실리카 추출 수율 측정

- 반응 후 2.5시간-22.5시간의 경우 약 90% 이상의 추출 수율을 확인하였으나 불안정한 것을 보였지만 30시간 이후부터 180시간까지는 추출 수율이 약 85% 내외로 안정된 것을 확인하였음.



<그림 27> 연속식 침출 공정 시 시간에 따른 섬유분 입자 크기 분석

- 연속식 침출 공정 시 시간별로 배출시료의 왕겨 입자 크기를 PSA(Particle size analysis)를 통해 측정한 결과 약 170µm 크기로 분쇄되는 것을 확인함

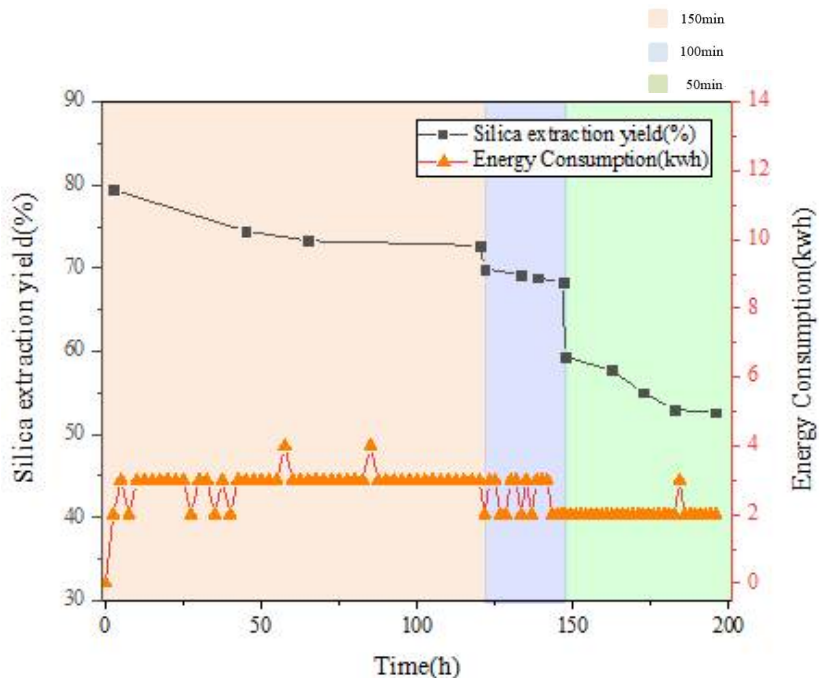
KIET 한국세라믹기술원 Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology 주 소 : 충청남도 공주시 소곡로 101 (충청남도공10-1) 전화번호 : 055-792-2197, FAX : 055-792-2758			
시험·분석 성적서			
발행번호	2019-0206-1	상징명 / 상징명	원단지체중소장분리 / 중장분
시료명	RH-SiO2	시험·분석 방법	원시분석, ICP-OES(ICP-AES)
시험·분석 일자	2019년 10월 11일	시험·분석 일자	2019년 10월 30일
시험·분석 결과			
시료명	시험·분석 항목	시험·분석 결과	시험·분석 방법
RH-SiO2	SiO <sub>2</sub> (%)	99.91	원시분석 ICP-OES
	H <sub>2</sub> O (mg/kg)	89	
	Na <sub>2</sub> O (mg/kg)	79	
	MgO (mg/kg)	327	
	CaO (mg/kg)	63	
	K <sub>2</sub> O (mg/kg)	133	
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mg/kg)	82	
	TiO <sub>2</sub> (mg/kg)	18	
*표준 1, 82) 원단지체중소장분리 (CP-188) by Agilent (CP-188 18099)			
시 료 자 : 원단지체			
2019년 10월 30일			
분석기술센터장 			
< 2 쪽 중 1 쪽 >			

<그림 28> 왕겨 실리카의 ICP-OES 분석 결과

<표 6> 대용량 연속식 알칼리 침출공정으로부터 추출한 실리카의 ICP-OES 결과

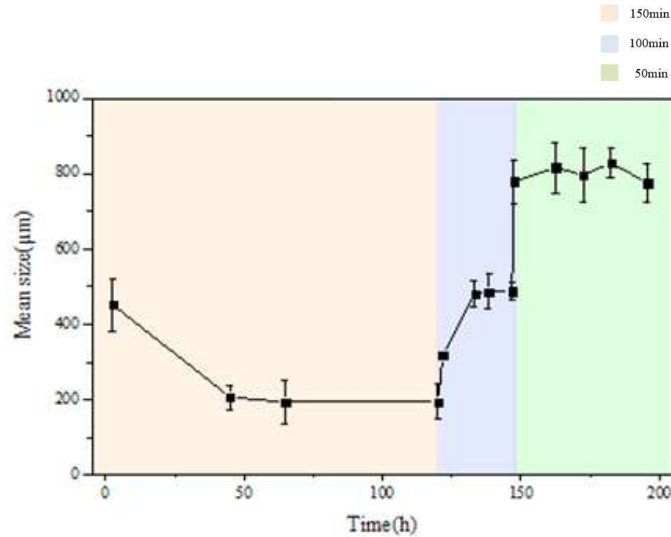
시험·분석 항목	시험·분석 결과
SiO <sub>2</sub> (%)	99.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	0.02
CaO (%)	0.02
MgO (%)	0.01
Na <sub>2</sub> O (%)	0.35
K <sub>2</sub> O (%)	0.04

- 대용량 연속식 알칼리 침출 공정으로부터 추출한 실리카의 순도를 ICP-OES를 통해 분석하였으며, Acetic acid를 사용하여 pH7로 조절 후 침전되는 실리카를 세척 및 건조, 열처리하여 99.1%의 고순도 실리카를 추출함. 이를 통해 왕겨 실리카 순도 95% 이상을 달성한 것을 확인함.



<그림 29> 체류시간에 따른 실리카 추출 수율 및 에너지 소모량



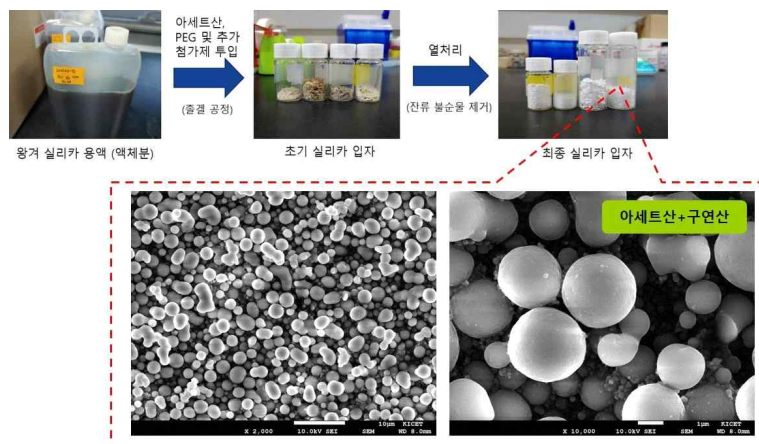


<그림 30> 체류시간에 따른 입자크기 분석

- 체류 시간에 따른 왕겨 실리카 추출 수율을 비교하고 각 조건의 정상상태를 확인하여 외부적으로 조절이 가능함
- 체류 시간 150분의 경우 50시간 이후 약 74%로 안정화되었으며, 체류시간 100분의 경우 약 10시간 이후 약 68%로 안정화되었고, 체류시간 50분의 경우 반응하기 위한 충분한 반응시간이 이루어지지 않아 급격하게 감소하여 22시간 이후 약 52%의 추출 수율로 감소한 것을 확인하였음
- 체류 시간에 따른 파일럿 공정 가동 시 에너지 사용량 변화 결과 체류 시간 150분간 가동 시 평균적으로  $2.94 \pm 0.38 \text{ kwh}$ , 100분간 가동 시 평균적으로  $2.50 \pm 0.52 \text{ kwh}$ , 50분간 가동 시 평균적으로  $2.03 \pm 0.18 \text{ kwh}$ 의 에너지가 소모되는 것을 확인하였음.
- 또한 체류 시간에 따른 파일럿 공정 가동 시 배출 왕겨 함유분을 PSA를 사용하여 Meansize 측정한 결과 체류시간 150분에서 평균적으로  $261.5 \pm 127.3 \mu\text{m}$ , 100분에서  $443.1 \pm 84.3 \mu\text{m}$ , 50분에서  $799.4 \pm 23.05 \mu\text{m}$ 의 왕겨 입자를 확인하였음.

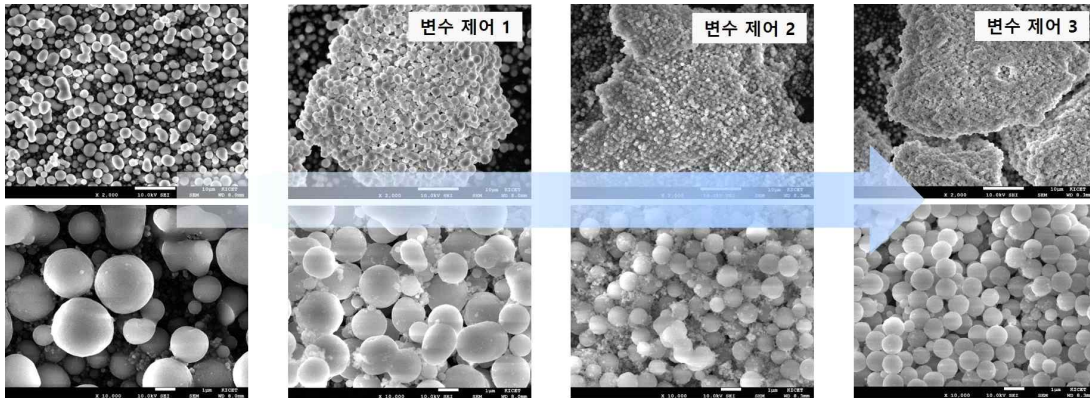
### 2-2-3. 왕겨 실리카를 이용한 산업용 소재 실리카 입자 생산 출결 공정 실증

o 실리카 입자 형상 제어 및 균일성 향상 연구



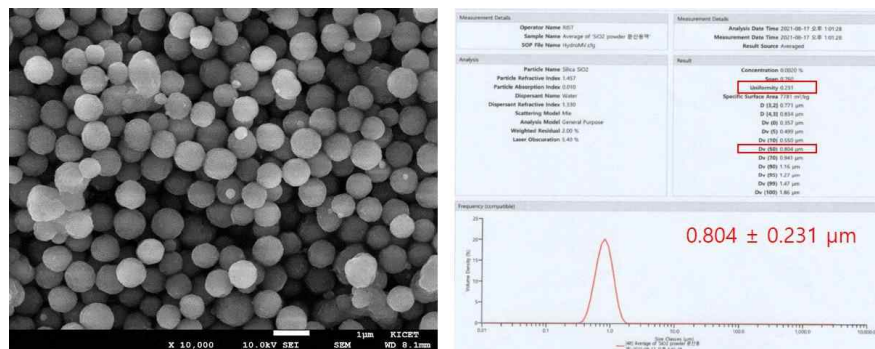
<그림 31> 왕겨 실리카 용액 및 아세트산·구연산을 이용한 실리카 입자 제조

- 1차년도 개발 공정에 구연산(시트르산, citric acid)의 추가 도입을 통해, 온도를 저온으로 낮추지 않고도 상온의 조건에서 구형 실리카 마이크로입자를 제조할 수 있음을 확인함. 구연산은 껌속 과일에서 주로 발견되는 약한 유기산으로, 본 공정의 환경친화성 및 안전성을 저하시키지 않을 것으로 판단됨.



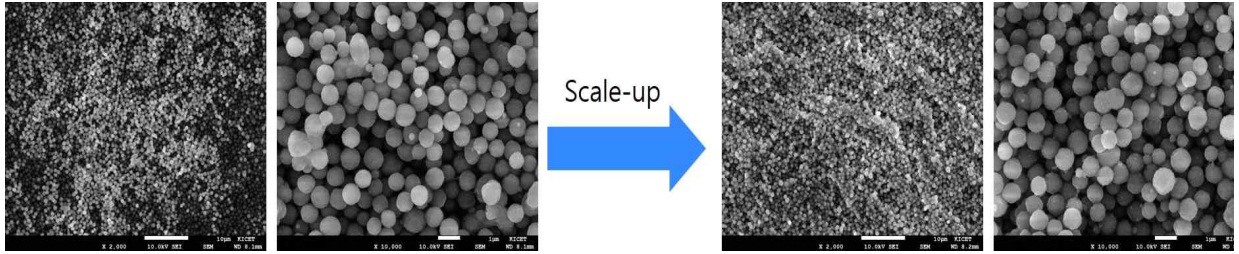
<그림 32> 공정 변수 제어를 통한 실리카 입자의 균일성 향상 연구

- 구연산의 사용 비율, 왕겨 실리카 용액의 농도 조절, 실리카 용액의 pH 제어, 교반 시간 조절 등의 다양한 공정 변수 탐색을 통해 구형 실리카 입자의 균일도 최적화 연구를 진행함. 상기 그림을 통해 주요 공정 변수 제어를 통해 입자의 균일도가 점차 향상됨을 확인할 수 있음
- 최적화된 공정을 통해 제조된 실리카 입자 제조는 입도분석 결과에서의  $0.804(\pm 0.231)$   $\mu\text{m}$ 의 크기를 나타내었으며, 이를 통해 입자 크기의 편차(입자 균일도)는 28.7%로 계산되어 정량목표인 50% 이하를 달성함을 확인함.



<그림 33> 최적화된 공정으로 제조된 실리카 입자 및 입도분석 결과

- 초기 왕겨 실리카 용액 0.4 L 사용을 기준으로 개발한 공정을 40 L 까지 규모를 증가시켜, 공정 스케일업에 따른 실리카 입자의 물성 변화를 확인함. 그 결과 최종 실리카 입자의 구형 형상 및 크기에 큰 변화가 없으므로 나타나, 공정 스케일업에도 최종 실리카 입자의 물성이 잘 유지됨을 확인.
- 구연산을 이용한 균일한 실리카 입자 제조의 가능성을 확인 한 후 이에 대한 스케일업 가능성을 평가하기 위해서 기존 0.4L에서 실험하던 규모를 2L로 스케일업하여서 합성된 입자의 균일도와 크기를 비교하였음
- 아래 그림에서 보는 바와 같이 기존 0.4L에서 합성한 실리카 입자와 비교했을 때 반응 부피를 2L로 증가하여서 5배 증가시켰을 때에도 입자가 균일하게 구형을 형성하면서 합성되는 것을 확인할 수 있었음

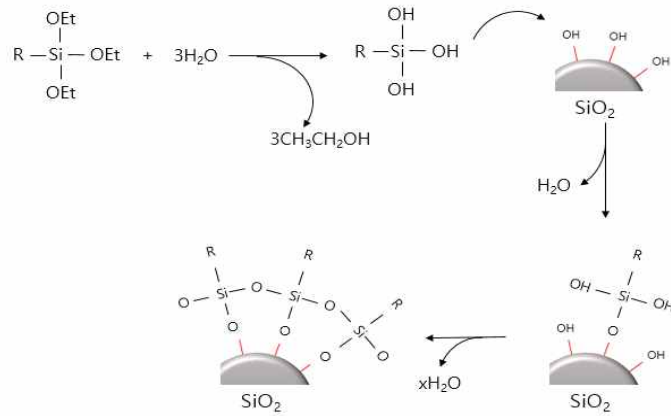


<그림 34> 실리카 제조 공정 스케일업 및 이에 따른 입자 형상 변화 분석

#### 2-2-4. 왕겨 실리카를 이용한 발수 코팅액 제조 기술 개발

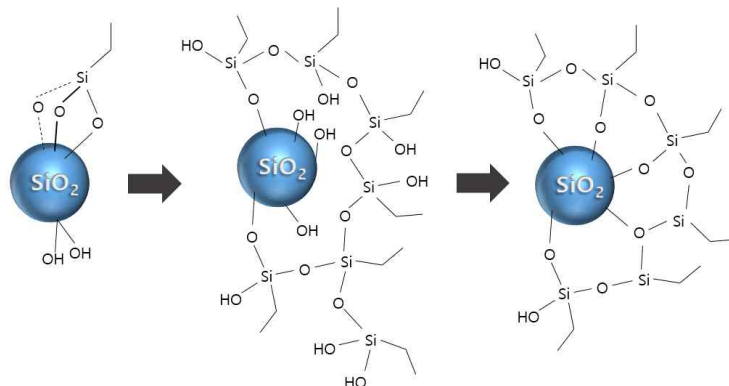
##### o 왕겨실리카 기반 발수 실리카 합성

- 본 연구에서는 왕겨 실리카 기반으로 발수코팅 소재 활용을 위하여 표면에 Triethoxysilane 처리를 통한 발수 실리카를 합성하였음

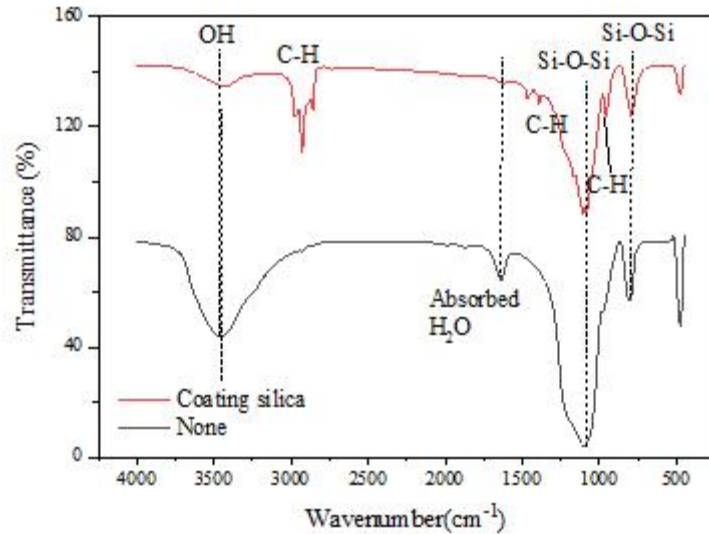


<그림 35> Triethoxysilane을 이용한 실리카 입자 표면개질 모식도

- Triethoxysilane은 한쪽 끝에 발수성 작용기가 있고 다른 쪽에는 실리카의 -OH 그룹과 결합할 수 있는 -OEt 그룹을 가지고 있어서 탈수축합반응에 의해서 실리카와 결합하게 됨
- 특히 적절한 비율로 섞어주고 특별한 반응 조건을 가하지 않더라도 손쉽게 반응을 유도할 수 있어서 발수 실리카 용액을 만드는데 매우 간단한 방법임



<그림 36> Triethoxysilane 처리를 통한 발수 코팅용 실리카 입자 제조 과정



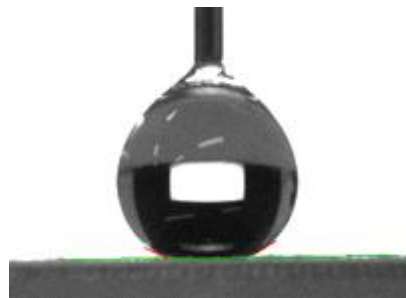
<그림 37> 기존 양겨 실리카와 발수코팅 된 양겨실리카의 FT-IR 스펙트럼 비교

- 이렇게 제작된 발수 실리카의 표면 변화를 분석하기 위해 FT-IR를 측정하여서 위 그림에 기존 실리카와 비교하였음
- FT-IR 스펙트럼을 비교하였을 때 Si-O-Si( $792\text{cm}^{-1}$ ,  $1033\text{cm}^{-1}$ )의 peak을 두 개의 시료 모두에서 관찰 할 수 있었지만, 발수코팅 처리한 실리카의 경우  $3449\text{cm}^{-1}$ 의 O-H band가 감소한 것으로 확인할 수 있는데 이는 triethoxysilane과의 결합을 통해서 실리카 표면의 -OH그룹이 감소한 것을 나타냄.
- 또한 표면 개질 발수 실리카의 경우 발수 특성을 나타내는 -CH<sub>3</sub> 작용기가 표면에 생성되면서  $2974\text{cm}^{-1}$ ,  $1390\text{cm}^{-1}$ ,  $956\text{cm}^{-1}$ 에 C-H band가 나타난 것을 확인할 수 있었음 (Sibeko, M. A., & Luyt, A. S. (2014))

<표 7> 각 Wavenumber에 따른 Band assignment

Wavenumber/cm-1	Assigned vibrations
730	CH <sub>2</sub>
765	C-N
776, 974	Si-C stretching
956	CH <sub>2</sub> wagging of vinyl group
1,033	Stretching vibration of Si-O-Si
1,079, 1,106	Si-O out of plane stretching, in plane stretching
1,168	C-C stretching
1,263	C-O stretching
1,375	$\delta$ -C(CH <sub>3</sub> )
1,594-1,653, 1,723	C=C stretching
2,860	vs CH <sub>2</sub>
2930	vs CH <sub>2</sub>
3,392	Stretching vibration of -OH





<그림 38> 발수 실리카 접촉각 측정 분석 결과

- 표면 개질 발수 실리카의 경우 WCA(water contact angle) 분석 결과 159°의 접촉각을 확인할 수 있었음. 이를 통해 130°이상의 정량적 목표를 달성한 것을 확인함.

## 2-2-5. 왕겨 섬유분의 소재화를 위한 정제 기술 개발

### o 왕겨 섬유분 내 리그닌 제거 연구

- 실리카 추출 후 고체로 남는 왕겨 섬유분의 정제를 위해 리그닌 제거를 통한 섬유분 정제를 실시함
- 표백제로는 이산화염소를 사용하였고 왕겨 100g에 아염소산나트륨 7.5g을 반응하였고 왕겨 섬유분을 증류수를 이용하여 10% 농도로 준비한 후 왕겨 100g 당 7.5g의 아염소산나트륨을 칭량하고 이산화염소가 생성될 수 있도록 아염소산나트륨에 아세트산을 사용하여 pH를 3.5로 조정하고 75°C 온도에서 1시간 동안 반응하고 세척하고 상기 단계에서 사용된 활성 이산화염소양의 절반에 해당하는 무게의 가성소다를 첨가한 후 80°C 오븐에서 2시간 반응한 후 세척함 (1차 정제)
- 1차 표백 후 다시 섬유분을 10%로 증류수에 준비하고 섬유분 100g 당 15g의 아염소산나트륨을 넣고 아세트산을 사용하여 pH를 3.5로 조정하여 75°C 조건에서 1시간 반응 후 세척한다. 이후 가성소다를 이산화염소양의 절반 넣고 80°C 오븐에서 2시간동안 반응 후 세척한다. (2차 정제)
- 이 단계에서는 치아염소산 표백으로 섬유분을 10% 농도로 증류수에 준비하고 치아염소산나트륨의 유효 염소 농도 5%에 해당하는 치아염소산나트륨 용액을 100g 당 1L를 첨가한 후 상온에서 overnight 반응하고 완벽하게 세척함 (3차 정제)
- 섬유분을 10% 농도로 증류수에 준비하고 치아염소산나트륨의 유효 염소 농도 5%에 달하는 치아염소산나트륨 용액을 100g 당 1L를 첨가한 후 상온에서 overnight 반응하고 완전 세척 후 60°C에서 24시간 건조함(4차 정제)
- 정제 과정 후 불순물로 남아있는 리그닌의 함유량을 아래 표에 정리하였음
- 초기 섬유분에는 31.18%의 리그닌이 존재하였으나 1차 정제 후 27.41%로 줄어들고 이후부터 약 2배씩 정제되어서 4차 정제 후에는 함량이 1%미만으로 줄어들어서 거

의 완전히 제거 된 것을 확인할 수 있었음

<표 8> 정제 단계에 따른 리그닌 함량

	Lignin 함량 평균(%)	표준편차(%)
섬유분	31.18	0.48
1차 정제	27.41	0.29
2차 정제	12.89	0.19
3차 정제	7.23	0.02
4차 정제	0.30	0.26

### 2-2-6. 왕겨 섬유분의 electrospinning을 위한 용매 연구

- 왕겨 섬유분을 이용한 cellulose nanofiber 제작을 위한 용매 용해성 및 전기 방사 여부
  - 추출 정제한 왕겨 섬유분을 이용하여 동아대학교에서 electrospinning을 이용한 cellulose fiber를 제작하기 위하여 다양한 용매에 용해시켜서 용해 여부를 확인하고 전기 방사 가능 여부를 확인함
  - 총 10개의 용매를 대상으로 셀룰로오스 섬유분을 용해하였을 때 3종의 용매에서 용해가 일어나는 것을 확인하였음. 이를 토대로 셀룰로오스용액을 이용한 전기방사를 실시함
  - 전기방사에서는 Trifluoroacetic acid와 Trifluoroacetic acid/Dichloromethane에 용해된 셀룰로오스만 전기방사가 일어났고 Tetramethylammonium hydroxide에 용해된 섬유분은 전기방사가 일어나지 않음

<표 9> 왕겨 섬유분에 대한 용매의 용해 및 전기방사 여부

용매	용해여부
Acetone/N,N-Dimethylacetamide	X
8wt% LiCl/N,N-Dimethylacetamide	X
1-Ethyl-3-methylimidazoliumchloride	X
Trifluoroacetic acid	O
Trifluoroacetic acid/Dichloromethane	O
N-methylmorpholine-N-oxide	X
TBAF/DMSO	X
Tetramethylammonium hydroxide	O
Acetic acid	X
Citric acid	X

### 2-2-7. 왕겨 셀룰로오스의 나노 섬유화 기술 개발

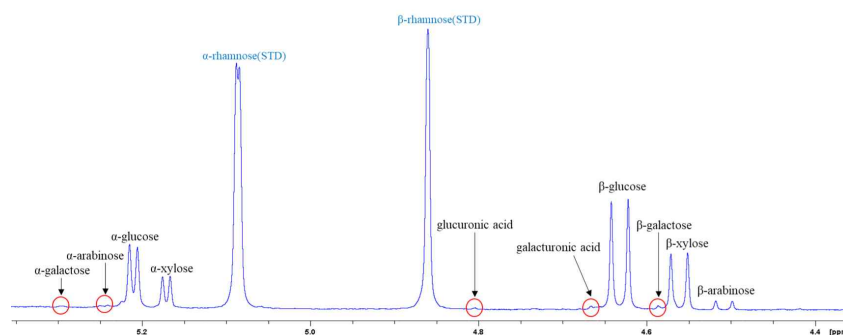
- 왕겨 셀룰로오스 전처리 기술 개발 (왕겨 화학 조성 분석)

<표 10> Extractives contents for rice hull comparison between rice hull and desilicated rice hull

Sample	Extractives(%)		Silica(%)	Lignin(%)
	Acetone	Hot-water		
Rice hull	0.3	7.6	13.19	20.69
Desilicated rice hull	0.1	2.9	1.85	15.15

Sample	Polysaccharide(%)				Total(%)
	Cellulose	Xylan	Galactan	Arabinan	
Rice hull	39.47	13.13	1.10	4.52	100
Desilicated rice hull	33.53	11.03	1.03	3.91	69.5



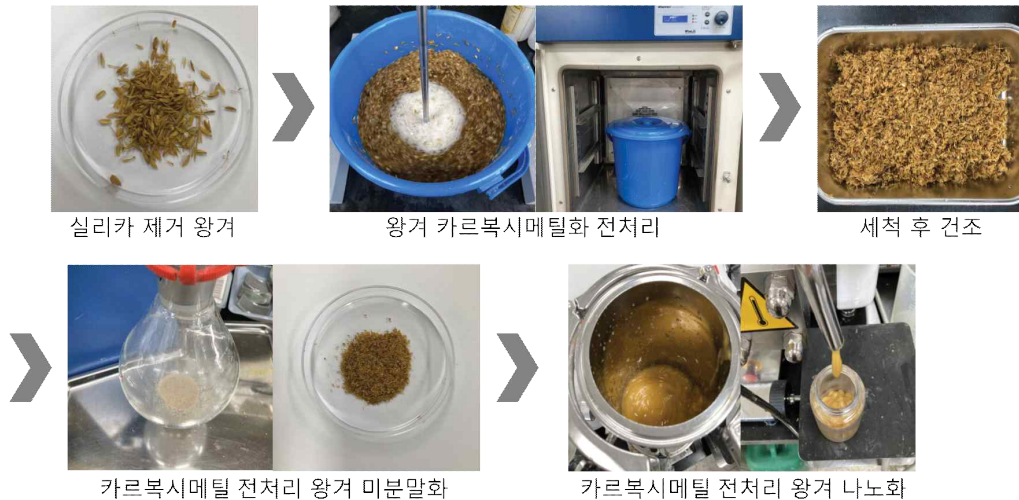
<그림 39> NMR spectrum of the carbohydrates in rice hull

- 왕겨의 실리카를 추출하기 위한 알칼리 공정의 수율을 확인하기 위해 왕겨와 0.2M NaOH를 1:15의 비율로 첨가한 후 70°C에서 3시간 반응한 후 원심분리기를 이용해서 세척하였음. 세척된 왕겨의 무게와 수율 측정 전의 왕겨 무게를 확인하여 알칼리 공정의 수율을 69.5%로 확인하였음.
- 왕겨와 실리카를 제거한 왕겨의 Mass balance 확인을 위해 아세톤 추출, 끓는물 추출, 회분 측정, 클라손 리그닌과 NMR을 이용한 탄수화물 조성 및 함량을 측정하였음. 왕겨의 추출물 함량은 약 7.9%이며 실리카가 제거된 왕겨의 추출물 함량은 약 3.0%로 실리카 제거 공정에서 유용성 물질과 수용성 물질이 같이 제거된다는 것을 알 수 있었음.
- 왕겨와 실리카를 제거한 왕겨의 실리카 함량을 확인하기 위해 왕겨를 도가니에 넣고 회분측정기에서 550°C, 5시간 가열 후 실내 온도에 도달하였을 때 무게를 측정하여 실리카 함량을 측정하였음. 미처리 왕겨와 알칼리 처리를 하여 실리카를 제거한 왕겨의 실리카 함량을 비교하였을 때, 왕겨의 경우 무기물 함량은 13.19%이며, 실리카를 제거한 왕겨는 1.85%로 알칼리 추출을 통해 실리카 함량이 줄어든 것을 확인할 수 있었음.
- 왕겨의 리그닌 함량을 측정하기 위해 아세톤-끓는물 추출한 왕겨에 72% 황산을 첨가하여 1차 가수분해와 증류수를 첨가하여 2차 가수분해 후 잔여 리그닌을 측정하였음.
- 왕겨의 탄수화물 조성 및 함량을 측정하기 위해 아세톤-끓는물 추출한 왕겨에 72% 황산을 첨가하여 1차 가수분해 후 증류를 첨가하여 2차 가수분해를 하였음. 왕겨 탄수화물의 당 피크 위치를 확인하기 위해 내부표준물질로 rhamnose를 첨가하여 당의 조성과 함량을 측정하여 함량을 확인하였음.

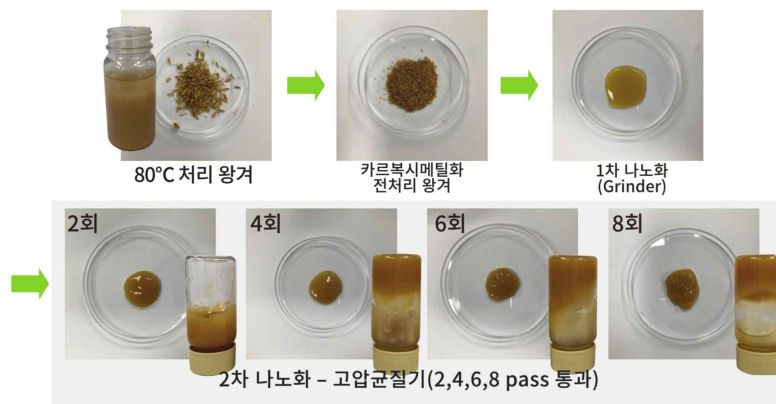
- 왕겨의 탄수화물 조성 순으로 셀룰로오스, 자일로스, 아라비노스, 갈락토스가 함유되어 있으며, 실리카 처리 전 왕겨의 안에는 Uronic acid도 일부 포함되어 있는 것을 확인하였음. 왕겨의 탄수화물 함량에 알칼리 처리 이후의 수율값을 계산하여 탄수화물의 함량을 표시하였음.

o 왕겨 셀룰로오스 전처리 기술 개발 (왕겨 카르복시메틸화 전처리)

- 왕겨의 셀룰로오스 나노 섬유를 제조하기 위해 카르복시메틸화 전처리를 실시함. 실리카는 카르복시메틸화 전처리에 방해가 될 수 있어 알칼리 공정을 통해 실리카를 제거한 왕겨를 이용함. 실리카가 제거된 왕겨에 수산화나트륨이 용해된 에탄올을 첨가한 후 상온에서 2시간 침지함. 이 후 염화아세트산을 첨가하여 1시간 상온에서 반응 후 75°C 오븐에서 2시간 반응함. 반응이 끝났으면 흡입여과방법을 이용해 에탄올과 왕겨를 분리한 후 원심분리기 안에 넣고 증류수를 이용하여 세척 및 건조함.
- 건조한 왕겨는 미분쇄기를 이용하여 0.5mm이하의 크기로 갈아준 후 solid 2.0% 농도로 증류수를 이용하여 희석 후 파일럿 규모의 고압균질기 장비를 4회 가동하여 카르복시메틸화 전처리 왕겨의 나노셀룰로오스 제조 가능성을 확인하였음.



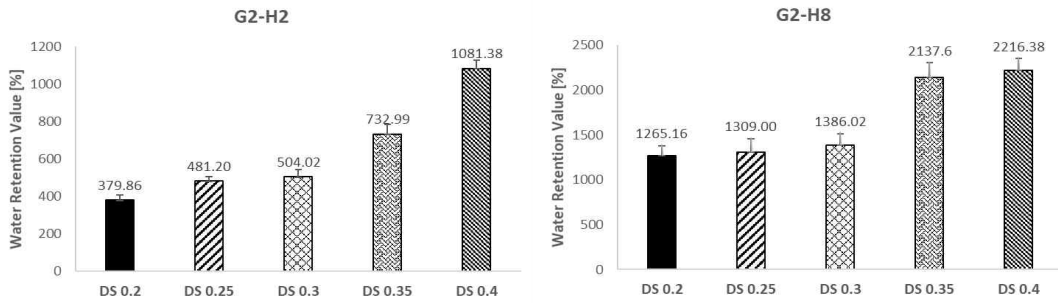
<그림 40> 왕겨 셀룰로오스 전처리 기술 개발 (대용량)



<그림 41> 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 제조 과정 변화

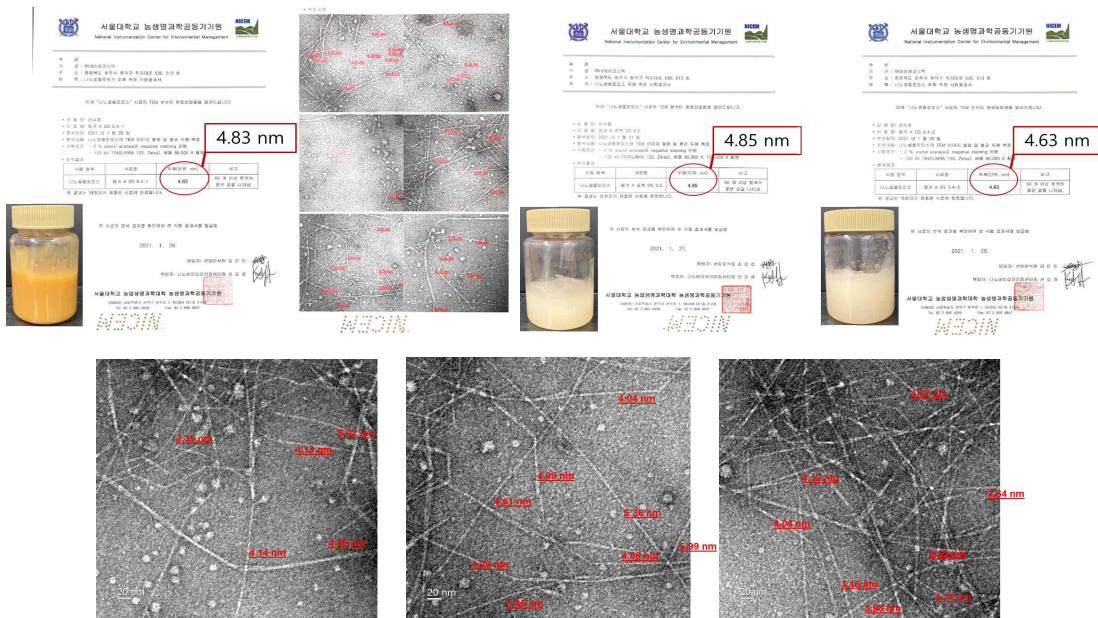


o 개발된 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 의 화장품 소재화 기술 개발



<그림 42> Water retention value of carboxymethylated rice husk

- 개발한 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유를 화장품 소재로서 수분 보유력을 확인하기 위해 제조한 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 티백에 넣어 원심분리 후의 무게와 건조 무게를 이용하여 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 수분보유력을 측정하였음. 치환도 DS 0.4 왕겨 셀룰로오스 나노섬유가 가장 높은 수분보유력을 가지고 있어 화장품 소재로서 사용하기 적합함을 확인하였음.
- 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 수분보유력 측정을 위해 원심분리를 이용하여 셀룰로오스 나노섬유가 응집되어 자유수가 빠져나가는 능력을 이용하여 수분 보유력을 측정하였다. 1차 나노화 그라인더 2회와 2차 나노화 고압균질기 8회를 가동한 셀룰로오스 나노섬유의 경우 미세화 왕겨 입자로 인해 필터나 티백을 빠져나와 다른 치환도 값보다 수분보유력이 낮게 결과가 도출되었음. 하지만 미세입자로 인해 필터를 통과하여 나왔기 때문에 정확한 수분보유력이라 할 수는 없음.

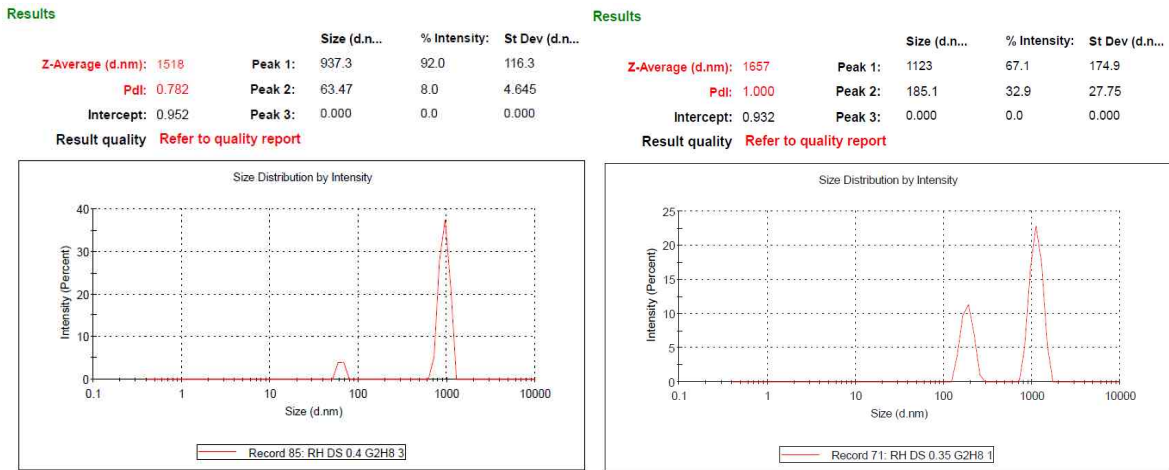


<그림 43> 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 폭 측정 시험성적서(서울대학교 농생명과학공동기기원)

- 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 입자 크기를 확인하기 위해 서울대학교 농생명과학공동기기원(NICEM)에 제조한 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 의뢰하여 셀룰로오스 나노섬유의 폭을 측정하였음. 폭 측정은 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 증류수로 희석 후 그라드 위에 피펫을 이용하여 첨가 후 2% Uranyl acetate를 이용하여 negative staining을 진행하여 시료를 준비함. 투과전자현미경(TEM, LIBRA 120, Zeiss, 120

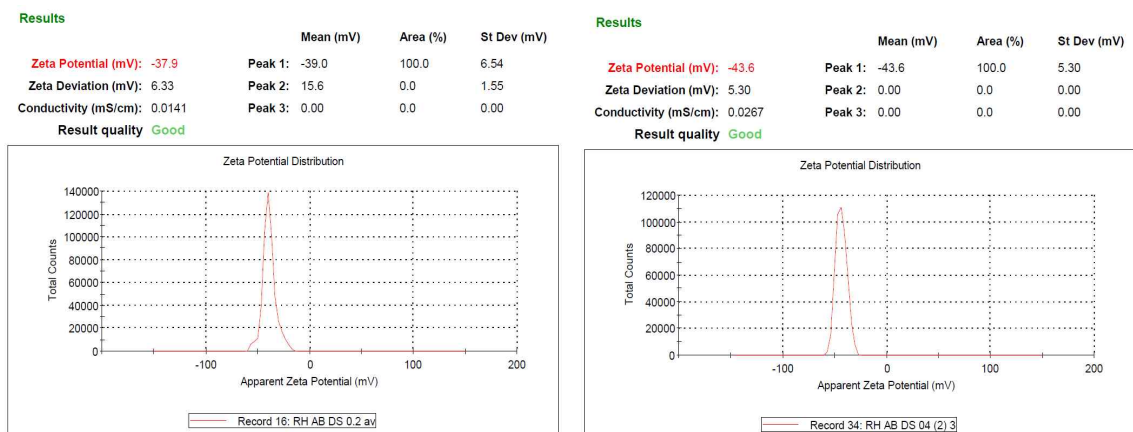
kV)을 이용하여 80,000 배율에서 이미지 촬영 후 100개 이상의 폭을 측정 한 후 상위 20%, 하위 20% 결과값을 제외한 평균값을 셀룰로오스 나노섬유의 폭 길이라고 정의 하였음.

- 셀룰로오스 크기는 치환도와 기계적 처리 횟수에 따라 조절할 수 있음. 치환도가 증가할수록 셀룰로오스 나노섬유의 크기는 작아지게 됨. 또한 카르복시메틸화 전처리 후 기계적 처리인 그라인더-고압균질기와 같은 1,2차 나노화를 통해 나노셀룰로오스의 폭과 길이를 조절 할 수 있음. 그라인더의 경우 3회 이상 가동 시 점도 상승과 같은 문제가 있어 2회 가동이 가능함. 파일럿 규모의 고압균질기의 경우 압력의 사용이 용이하여 점도가 높은 고압균질기 8회까지의 시료의 제조가 가능함.



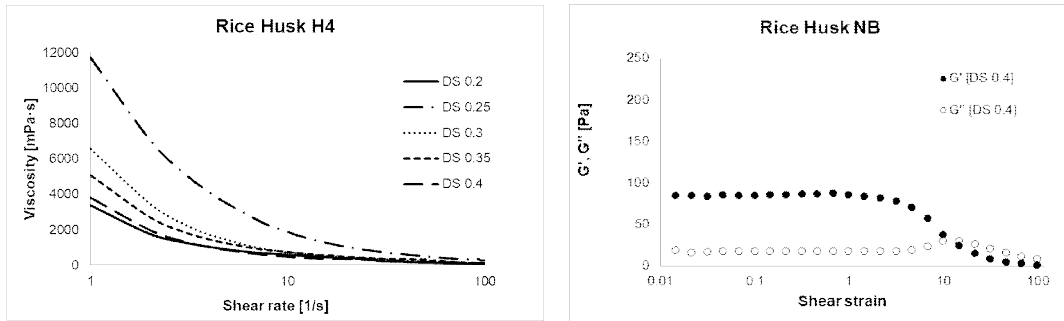
<그림 44> 왕겨 셀룰로오스 나노섬유 나노입도 측정 결과

- 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 추가 입자 크기를 확인하기 위해 충북대학교 공용장비 활용센터의 나노입도분석기를 이용하였음. 희석농도는 0.02%로 용매로는 증류수를 사용하였으며 측정기기는 Malvern사의 Zetasizer로 측정하였음. 치환도 값이 높아질 수록, 나노섬유의 입자크기는 줄어드는 것을 나노입도분석기를 이용하여 확인하였 음.



<그림 45> 왕겨 셀룰로오스 나노섬유 제타전위 측정 결과

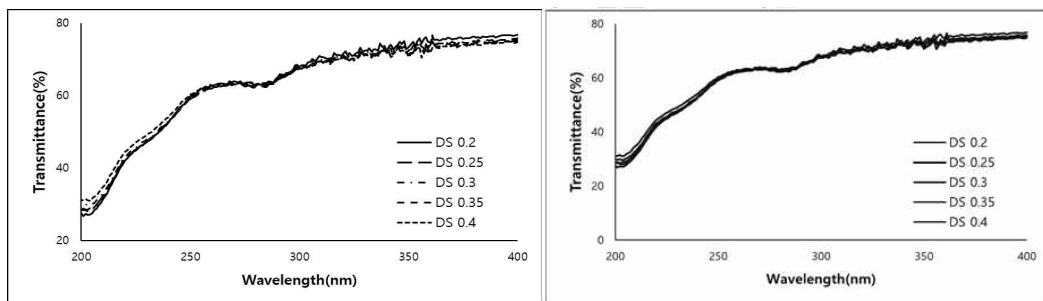
- 셀룰로오스 나노섬유는 치환도가 높아질수록 카르복실기 같은 음이온을 셀룰로오스에 치환하여 물을 좋아하는 친수성이 커짐. 따라서 치환도가 증가할수록 음이온 함량이 높아지는 것을 이용하여 셀룰로오스 나노섬유의 치환도가 증가하는 것을 알 수 있음. 치환도의 증가를 확인하기 위해 제타전위측정기를 이용하여 음이온의 전하값 변화를 통해 셀룰로오스 나노섬유의 치환도 처리 및 증가를 확인할 수 있음.



<그림 46> Viscosity of carboxymethylated rice husk

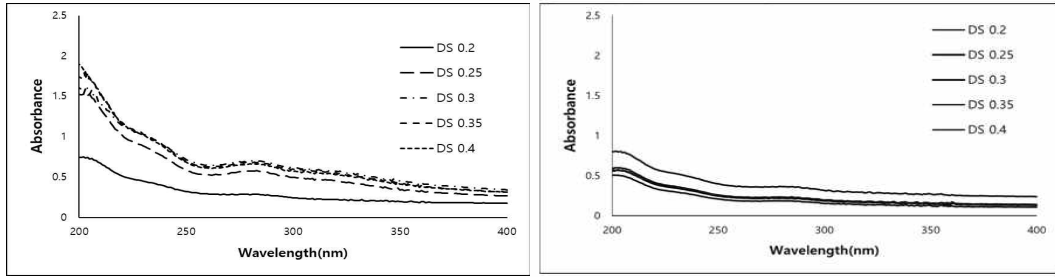
- 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유를 제조하기 위해 Anton Parr 사의 점도계 Rheometer를 이용하여 점도 (viscosity)와 점도 안정성의 확인을 위해 amplitude sweep을 측정하였음. 제조한 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 중 치환도 DS 0.4 셀룰로오스 나노섬유가 가장 높은 점도 값을 가진다는 것을 확인하였음. 제조한 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 화장품 소재로서 적합하다는 것을 확인.

o 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유의 자외선 차단 및 자외선 차단 보조제 개발



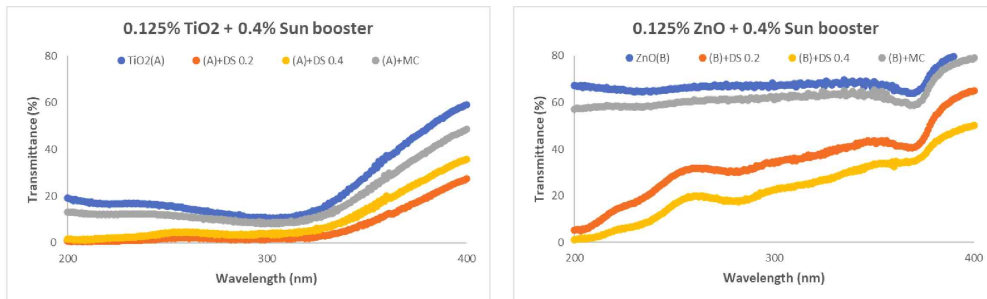
<그림 47> UV transmittance of carboxymethylated rice husk

- 개발한 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유의 투과율(%)를 확인하기 위해 UV/vis-spectrophotometer 분광광도계를 이용하여 자외선 영역(200nm)부터 가시광선 영역(800nm)의 투과율(transmittance)를 측정하였음. 투과율은 물체가 투과하는 빛의 강도를 나타내는 것으로, 자외선 차단력이 높을수록 투과율이 낮아야함. 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유의 경우 왕겨 내 리그닌으로 인해 빛이 투과가 되면서 전체적으로 투과율이 낮게 나왔음. 치환도가 높아질수록 작아지는 폭과 카르복시메틸화 전처리 시 사용되는 수산화나트륨 양의 변화로 인해 리그닌이 일부 감소되어 치환도가 늘어날수록 투과율이 높아지는 경향을 나타냄. 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 치환도 DS 0.2가 가장 낮은 투과율을 가지고 있는 것을 확인.



<그림 48> UV absorbance of carboxymethylated rice husk

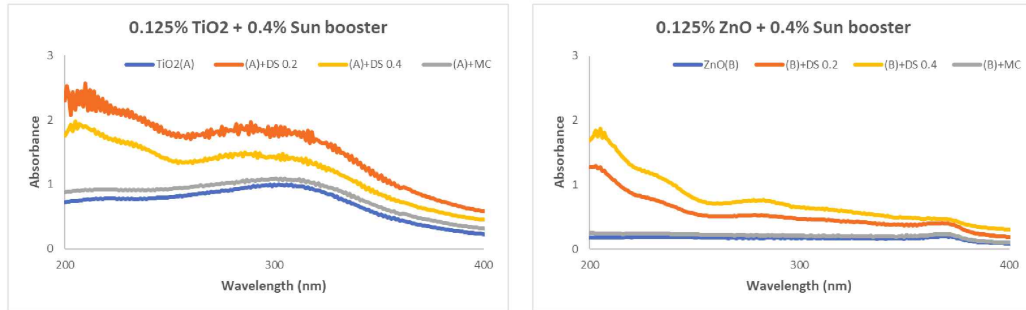
- 리그닌은 천연 phenolic biopolymer이며, 발색단 구조를 가지고 있어 자외선 영역 (200~400nm)의 빛을 흡광하는 능력을 가지고 있음. 왕겨 나노셀룰로오스는 셀룰로오스의 폭을 무기 자외선차단제 티타늄디옥사이드, 징크옥사이드와 같이 비슷한 크기로 가공하여 물리적으로 빛을 반사하여 자외선 차단하는 효과와 리그닌의 흡광하는 성질을 이용하여 빛을 흡광하여 차단하는 유기 자외선차단제로서 사용이 가능한 것을 확인. 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 자외선 차단제로서 사용하기 위해 자외선 차단 능력을 흡광도 값으로 확인하기 위해 UV/vis spectrophotometer의 absorbance(흡광도)를 측정하여 자외선 차단력을 확인하였음. 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 치환도 DS 0.4가 가장 높은 자외선 흡광값을 가지고 있는 것을 확인.



<그림 49> UV transmittance of the mixture with carboxymethylated rice husk and physical sunscreen ingredients

- UV-vis 분광광도계를 이용해서 0.1mm크기의 UV cell에 기존 무기 자외선 차단 원료인 이산화티타늄 0.125%와 0.4%의 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유를 혼합 후 UV-spectrum을 측정하여 이산화티타늄 단독 사용보다 셀룰로오스 나노섬유 첨가 시 투과율이 낮아지는 것을 확인하여 자외선 차단력을 높여주는 부스팅 능력을 확인하였음. 선크림 제형에서 자외선 차단 부스팅제로 사용되는 MC(Methylcellulose)보다 더 낮은 투과율 값으로 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 자외선 차단 부스팅 능력이 methylcellulose보다 높은 것을 확인. 이산화티타늄의 농도는 분광광도계에서 측정이 가능한 범위를 설정하기 위해 0.125%의 농도로 측정하였음.
- UV-vis 분광광도계를 이용해서 0.1mm크기의 UV cell에 기존 무기 자외선 차단 원료인 징크옥사이드 0.125%와 0.4%의 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 혼합한 후 UV-spectrum을 측정하여 징크옥사이드 단독 사용보다 셀룰로오스 나노섬유 첨가 시 투과율이 낮아지는 것을 확인하여 자외선 차단력을 높여주는 부스팅 능력을 확인하였음. 선크림 제형에서 자외선 차단 부스팅제로 사용되는 MC(Methylcellulose)보

다 더 낮은 투과율 값으로 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 자외선 차단 부스팅 능력이 methylcellulose보다 높은 것을 확인. 징크옥사이드는 이산화티타늄과의 동일 부스팅 능력을 확인하기 위해 측정이 가능한 범위인 0.125%에서 투과율을 측정하였음.



<그림 50> UV absorbance of the mixture with carboxymethylated rice husk and physical sunscreen ingredients

- UV-vis 분광광도계를 이용해서 0.1mm크기의 UV cell에 기존 무기 자외선 차단 원료인 이산화티타늄 0.125%와 0.4%의 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유를 혼합 후 UV-spectrum을 측정하여 이산화티타늄 단독 사용보다 셀룰로오스 나노섬유 첨가 시 자외선이 흡광되는 것을 확인하여 자외선 차단력을 높여주는 부스팅 능력을 확인하였음. 선크림 제형에서 자외선 차단 부스팅제로 사용되는 MC(Methylcellulose)보다 더 높은 흡광도 값으로 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 자외선 차단 부스팅 능력이 methylcellulose보다 높은 것을 확인. 이산화티타늄의 농도는 분광광도계에서 측정이 가능한 범위를 설정하기 위해 0.125%의 농도로 측정하였음.
- UV-vis 분광광도계를 이용해서 0.1mm크기의 UV cell에 기존 무기 자외선 차단 원료인 징크옥사이드 0.125%와 0.4%의 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 혼합한 후 UV-spectrum을 측정하여 징크옥사이드 단독 사용보다 셀룰로오스 나노섬유 첨가 시 흡광값이 높아지는 것을 확인하여 자외선 차단력을 높여주는 부스팅 능력을 확인하였음. 선크림 제형에서 자외선 차단 부스팅제로 사용되는 MC(Methylcellulose)보다 더 높은 흡광값으로 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 자외선 차단 부스팅 능력이 methylcellulose보다 높은 것을 확인. 징크옥사이드는 이산화티타늄과의 동일 부스팅 능력을 확인하기 위해 측정이 가능한 범위인 0.125%에서 흡광값을 측정하였음.

## 2-2-8. 셀룰로오스 나노 섬유의 화장품 소재화

o 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유 기반의 자외선 차단 제형 개발



왕겨 나노셀룰로오스 - 자외선 차단제

왕겨 나노셀룰로오스 - 자외선 차단보조제

<그림 51> 왕겨 나노셀룰로오스 첨가 혼합 자외선 차단제 및 자외선 차단보조제



<표 11> 왕겨 나노셀룰로오스 첨가 혼합 자외선 차단제 성분표

- 제 형 성 분 표 -

● 혼합 자외선 차단제 성분표

전성분	함량(%)	기능
정제수	52.78315	Solvent
C12-15알킬벤조에이트	6.5	Skin Conditioning Agent-emollient
부틸옥틸살리실레이트	5	Skin Conditioning Agent
프로판다이올	5	Skin Conditioning Agent
징크옥사이드	3.3356	Bulking Agent
부틸렌글라이콜	3.107	Skin Conditioning Agent
비스-에칠헥실옥시페놀메톡시페닐트리아진	3	Skin Conditioning Agent
카프릴릭/카프릴트라이글리세라이드	3	Skin Conditioning Agent
실리카	2.5	Scrub Agent
디에칠아미노하이드록시벤조일헥실벤조에이트	2.3	Skin Conditioning Agent-emollient
폴리글리세릴-2스테아레이트	2.25	Skin Conditioning Agent-emollient
나이아신아마이드	2	Skin Conditioning Agent
이소아밀p-메톡시신나메이트	2	Sunscreen Agent
코코-카프릴레이트/카프레이트	1.614	Skin Conditioning Agent-emollient
글리세릴스테아레이트	1.5	Skin Conditioning Agent-emollient
스테아릴알코올	1.25	Emulsion Stabilizers
에칠헥실트리아존	1	Sunscreen Agent
사이클로메티콘	0.616	Skin Conditioning Agent
1,2-헥산다이올	0.5355	Solvent
하이드록시아세토페논	0.4	Antioxidant
마이크로크리스탈린셀룰로오스	0.04	Scrub Agent
아데노신	0.04	Skin Conditioning Agent
판테놀	0.01	Skin Conditioning Agent
아이소스테아릭에씨드	0.00995	Surfactants-cleansing Agent
소듐하이알루로네이트	0.008	Skin Conditioning Agent
카프릴글라이콜	0.0005	Antioxidant
하이알루로닉에씨드	0.0003	Skin Conditioning Agent
향료	0.2	Fragrance Ingredient

<표 12> 왕겨 나노셀룰로오스 첨가 무기 자외선 차단제 성분표

● 무기 자외선차단제 성분표

전성분	함량(%)	기능
정제수	25.8143	Solvent
징크옥사이드	19.84	Bulking Agent
코코-카프릴레이트/카프레이트	9.6	Skin Conditioning Agent-emollient
프로판다이올	7	Skin Conditioning Agent
부틸옥틸살리실레이트	5	Skin Conditioning Agent
사이클로펜타실록세인	3.6	Skin Conditioning Agent
실리카	3	Scrub Agent
C12-15알킬벤조에이트	2.6	Skin Conditioning Agent-emollient
사이클로헥사실록세인	2.4	Skin Conditioning Agent
사이클로메티콘	2.31	Skin Conditioning Agent
폴리글리세릴-3폴리다이메틸실록시에틸다이메티콘	2.3	Skin Conditioning Agent
나이아신아마이드	2	Skin Conditioning Agent
실리카	2	Scrub Agent
플리하이드록시스테아릭에씨드	1.85	Suspending Agent-nonsurfactant
티타늄디옥사이드	1.75	Colorant
비닐다이메티콘/메티콘실세스퀴옥세인크로스폴리머	1.5	Viscosity Increasing Agent
솔비탄세스퀴올레이트	1.2	Surfactants-emulsifying Agent
다이스테아다이모늄헥토라이트	1	Suspending Agent-nonsurfactant
마그네슘실레이트	1	Bulking Agent
메틸메타크릴레이트크로스폴리머	1	Film Formers
트라이에톡시카프릴릴실레인	0.96	Binder
다이메티콘/비닐다이메티콘크로스폴리머	0.69	Viscosity Increasing Agent
1,2-헥산다이올	0.5355	Solvent
하이드록시아세토페논	0.4	Antioxidant
알루미늄하이드록사이드	0.3	Opacifying Agent
부틸렌글라이콜	0.107	Skin Conditioning Agent
전성분	함량(%)	기능
스테아릭에씨드	0.1	Surfactants-cleansing Agent
마이크로크리스탈린셀룰로오스	0.04	Scrub Agent
아데노신	0.04	Skin Conditioning Agent
카프릴글라이콜	0.0005	Antioxidant
하이알루로닉에씨드	0.0003	Skin Conditioning Agent
리모넨	0.03752	Skin Conditioning Agent
리날롤	0.02488	Fragrance Ingredient

- 제조한 왕겨 셀룰로오스 나노 섬유를 선크림 제형에 첨가하여 두 가지의 왕겨 자외선 차단제를 제조하였음. 2% solid 함량의 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 기반으로 자외선 차단 제형을 제조하기 위해서는 O/W타입의 자외선 차단제를 제조를 해야함. 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 자외선 차단제처럼 자외선을 차단하기 위해서는 최소 10~15% 사이의 solid 함량이 필요하지만 2% 수상의 형태의 왕겨 셀룰로오스 나노섬유는 유상, 계면활성제, 방부제, 기타성분을 섞어서 자외선 차단제 제조가 불가능하여 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 자외선 차단 부스터제로 사용하여 제형을 개발하였음.
- 혼합 자외선 차단제의 경우 영양크림과 같은 발림성과 약간의 왕겨 미색이 보이는 특징과 피부에 매끄럽게 도포된다는 점이 있었음. 반면 무기 자외선 차단제의 경우 백백한 질감의 발림성과 바르고 난 이후의 건조함 등으로 인해 시장성이 더 높은 혼합자외선차단제의 제형으로 결정하였음. 최종적으로 결정한 혼합자외선차단제 제형을 이용하여 선크림 시제품을 제작하여 소비자들의 선호도를 조사하였음.
- 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 높은 수분유지력과 점도를 이용하여 화장품 보습제 마스크팩 에센스에 첨가하였음. 시제품을 제작하여 소비자들의 선호도를 조사하였고 추후 제품 생산 계획 단계에 있음.



<그림 52> 왕겨 나노셀룰로오스 첨가 혼합 자외선 차단제 시제품



<그림 53> 왕겨 나노셀룰로오스 첨가 마스크팩 에센스 시제품

## 2-2-9. 의료용 소재 적용을 위한 왕겨 섬유분 기반의 셀룰로오스 나노 섬유 개발

- o 분리된 왕겨 섬유분의 고상과 액상에서의 점도 및 전도도 확보를 위한 용매 연구
  - 실리카이트 성분을 제거한 왕겨와 셀룰로오스 성분만 최종적으로 분리한 샘플 두가지에

대한 용해도 및 용해 후의 점도와 전도도 확보를 위한 용매를 비교한 결과 용해가 가능한 용매는 Trifluoroacetic acid, Trifluoroacetic acid/Dichloromethane, TBAF/DMSO임을 알 수 있었음

<표 13> 왕겨 섬유분에 대한 다양한 용매의 전기방사 여부

용매	전기방사
Acetone/N,N-Dimethylacetamide	-
8wt% LiCl/N,N-Dimethylacetamide	-
1-Ethyl-3-methylimidazoliumchloride	-
Trifluoroacetic acid	O
Trifluoroacetic acid/Dichloromethane	O
N-methylmorpholine-N-oxide	-
TBAF/DMSO	-
Tetramethylammonium hydroxide	X
Acetic acid	-
Citric acid	-

- 확보된 용액을 가지고 다양한 조건에서 나노섬유화를 위해 비교하였음. 구체적으로 5-20 kV와 5-15 cm의 조건에서 비교를 하여 전기방사 가능 여부를 확인함

o 전기방사의 다양한 조건 (전압, 거리 등) 적용 및 비교를 통한 나노섬유화 연구

- 전기방사를 통한 나노섬유화를 위한 중요한 요인은 적절한 셀룰로오즈 용액의 농도 확보를 위한 조건 최적화 연구를 바탕으로 반드시 72시간 이상의 교반을 통한 용해가 필요함을 실험을 통해 확인할 수 있었음.

<표 14> 시료 조건에 따른 수용액화 조건

왕겨 처리	온도	시간	농도
실리카 제거한 왕겨	가열 필요	24시간 이상	미량 확보
리그닌 제거된 왕겨	가열 필요	48시간 이상	7.5wt% 이상 확보 가능
셀룰로오즈만 분리된 샘플	미가열시 젤화	48시간 이상	5 wt% 이상 확보 가능

<표 15> 왕겨 처리 정도에 따른 전기방사 원료 확보 여부와 방사 여부

왕겨 처리	전기방사 원료 확보 여부	전기방사 여부
실리카 제거한 왕겨	미량 확보 가능	O
리그닌 제거된 왕겨	O	O
셀룰로오즈만 분리된 샘플	O	O



## 2-2-10. 나노섬유 개발 최적화 및 이화학 분석 연구

### o 전기방사 방법 조건 및 용매 조합에 따른 최적화 연구

- 확보된 용액을 가지고 다양한 조건에서 나노섬유화를 위해 비교하였음. 섬유화 가능 조건은 20 kV/5 cm 거리임을 최적화함, 특히 용매는 전기방사 가능한 것으로는 Trifluoroacetic acid, Trifluoroacetic acid/Dichloromethane의 조건에서만 가능함.
- 실리케이트 성분을 제거한 왕겨와 셀룰로오스 성분만 최종적으로 분리한 샘플과 비교 시에 적은 양의 농도로만 전기방사가 가능한 용액으로 확보가 가능하였고, 셀룰로오스 성분만 최종적으로 분리한 샘플은 다소 높은 농도의 용액의 수집이 가능함



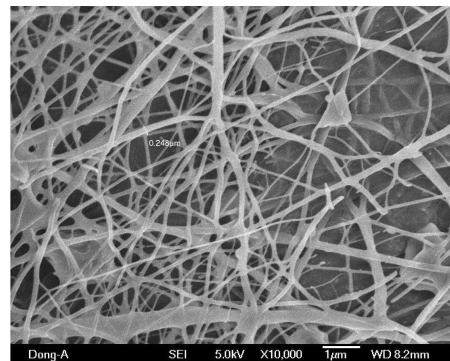
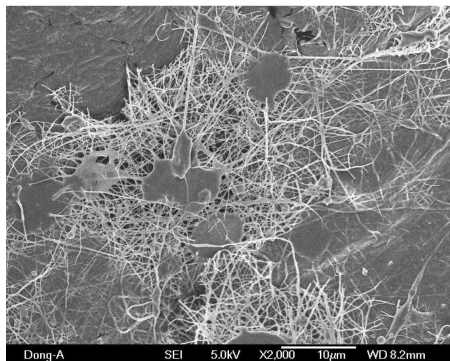
<그림 54> 전기방사로 수집된 셀룰로오스 나노섬유

- 아래의 사진과 같이 실리케이트 성분을 제거한 왕겨와 셀룰로오스 성분만 최종적으로 분리한 샘플 두 가지 모두 나노섬유의 개발이 가능하였고, 종이나 필름의 형태로 분리할 수 있음.
- 고가의 수집기를 설계 제작하여 이용한다면, 전기방사 시 단일 가닥의 섬유가닥으로 분리가 가능하리라 판단되고, 실제 고가의 수집기의 주문 제작을 하는 업체가 있음

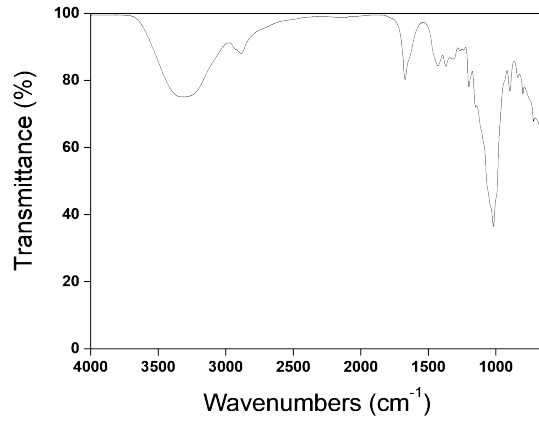
### o 개발된 나노섬유의 이화학 분석

- 실리케이트 성분을 제거한 왕겨로부터 제작한 나노섬유

SEM 이미지 분석을 통해 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. 전기방사를 통해 제작된 나노섬유의 직경이 500 nm 전후임을 확인하였고, FT-IR 분석을 통해 나노섬유의 성분이 셀룰로오스임을 확인함



<그림 55> 개발된 셀룰로오스 나노섬유의 SEM 이미지



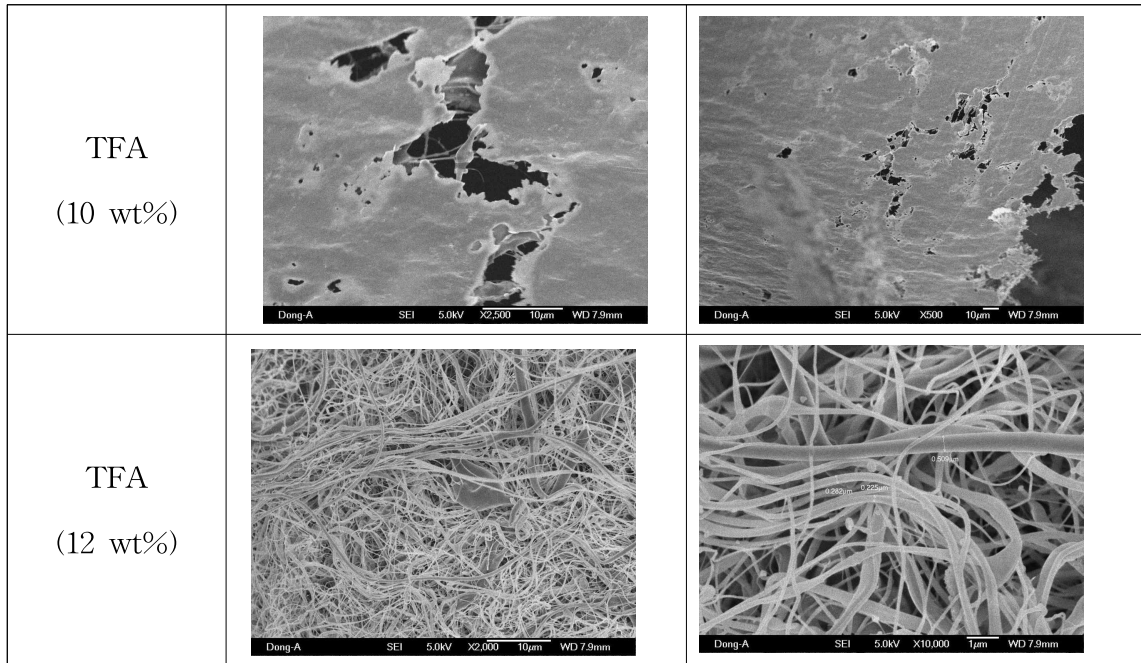
<그림 56> 셀룰로오즈 나노섬유의 FT-IR 분석

- 셀룰로오즈 성분만 최종적으로 분리한 샘플

최종적으로 분리 시 확보할 수 있는 농도에 따른 용해 조건에 따라서 다양한 형상을 보였고, SEM 이미지 분석을 통해 조건에 따른 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. TFA 만 용매로 가능했고, 72 시간 이상 용해해야 하고, 12 wt%가 최대로 확보할 수 있는 농도 이자 전기방사를 통해 나노섬유화가 되는 것을 확인함.

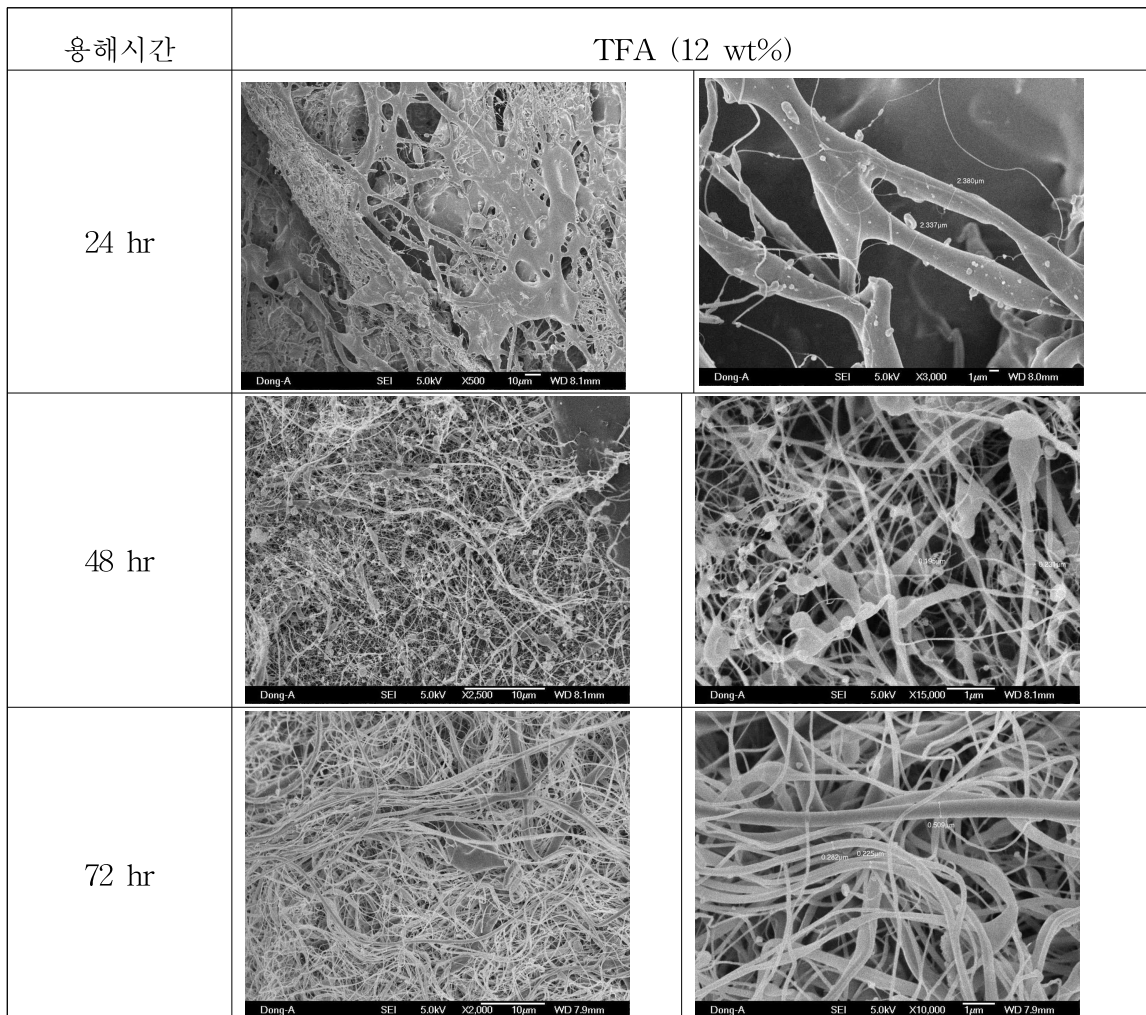
<표 16> 용매 종류와 농도에 따른 전기방사 결과 SEM이미지

용매 및 농도	용해시간 72 hr	
TFA (2.5 wt%)		
TFA (5 wt%)		
TFA (7.5 wt%)		



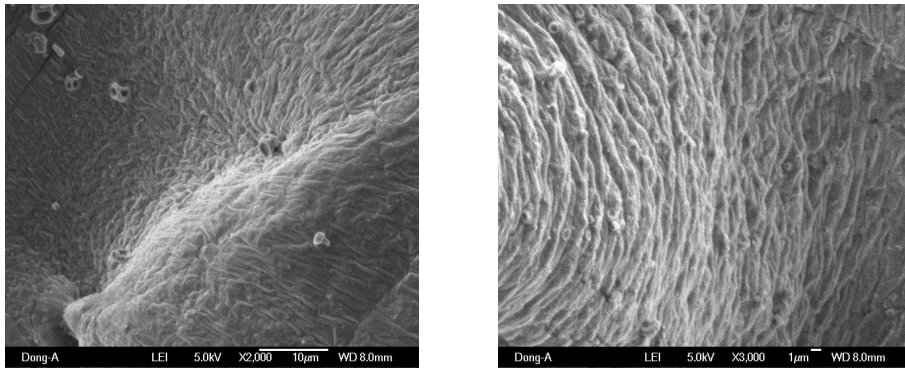
TFA만 용매로 가능했고, 72 시간 이상 용해해야 하고, 12 wt%가 최대로 확보할 수 있는 농도이자 전기방사를 통해 나노섬유화가 되는 것을 확인함.

<표 17> TFA 12wt% 용매의 용해 시간에 따른 셀룰로오스 섬유 모드



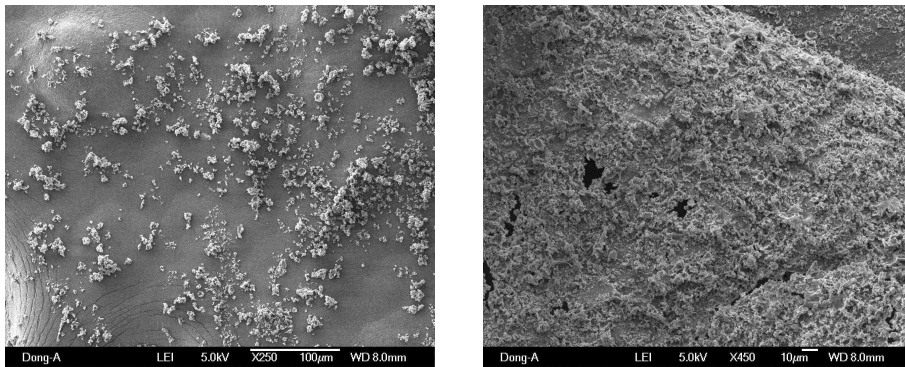
o 개발된 나노섬유의 후처리를 통한 표면 개질 가능성 연구

- 대표적인 표면개질 방법으로 화학적인 방법인 Esterification, Acylation, Silanization은 간단하게 화학시약 처리를 통해 쉽게 수행하였고, 손쉽게 할 수 있는 표면 개질 방법이지만, 추가적으로 화학물질의 배출이 예상되기 때문에, 간단한 실험수준에서 마무리하고, 구체화를 위한 활용 연구에서는 배제함.
- 표면 개질을 위해 전기방사방법을 약간 변형한 wet-전기방사의 형태로 셀룰로오즈 나노섬유를 수거한 후에 다양한 용매를 처리함. 에탄올 첨가 시 나노섬유의 형태가 뭉쳐지면서 큐빅상의 형태로 치환된 형태를 보였으나, 에탄올 증발 시 원래의 모양으로 복원되는 상태로 되돌아오는 모습을 관찰하였고, 아래의 그림과 같이 SEM이미지를 통해서 그 모습을 확인 시에, 필름 형태가 만들어졌으나, 균일도 면에서 보완해야할 부분이 많음



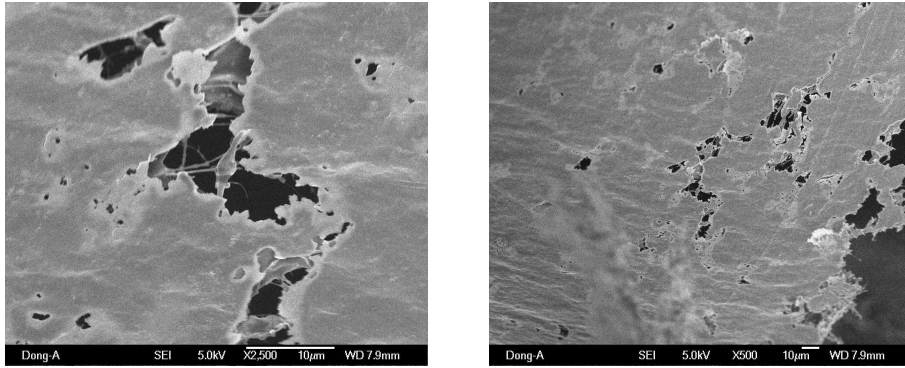
<그림 57> 개발된 셀룰로오즈 나노 섬유 표면 개질 후의 SEM 이미지

- 표면에 무기 입자 도포 및 알긴산 코팅을 위해 실험을 진행한 결과, 전기방사된 셀룰로오즈 나노섬유를 제어할 수 있는 조건을 찾기 어려웠음. 아래의 SEM이미지와 같이 나노섬유 표면에 일부 비드가 흡착되어 있는 형태로서 추후 추가적인 연구가 필요하다고 결론냄.



<그림 58> 개발된 셀룰로오즈 나노섬유 표면에 무기입자로 개질 후의 SEM 이미지

- 다양한 용매 첨가를 통해 표면 개질한 결과 일부 조건에서 셀룰로오즈 나노섬유는 아래의 SEM이미지처럼 멤브레인의 형상으로 변화하기도 하지만, 재현성에 문제가 있음



<그림 59> 개발된 셀룰로오스 나노섬유의 멤브레인 형태로 변환된 SEM 이미지

### 2-2-11. 셀룰로오스 기반 의료용 혼합 고분자 나노 섬유 개발

- o 왕겨 추출 섬유분 및 PVA, PVP, PLA 등의 고분자와 혼합을 통한 나노섬유화 연구
  - 셀룰로오스 기반 혼합 고분자 나노섬유 개발을 위해 실리카이트 성분을 제거한 왕겨와 셀룰로오스 성분만 최종적으로 분리한 샘플 두가지 모두 나노섬유의 개발이 가능하고, 종이나 필름의 형태로 분리할 수 있었음.
  - 쉽게 만들 수 있는  $\beta$ -cyclodextrin을 이용하여 나노섬유를 제작하여 비교할 시 실리카이트 성분을 제거한 왕겨가 더 좋은 균일도를 보임

<표 18>  $\beta$ -cyclodextrin을 혼합한 셀룰로오스 나노섬유

농도	$\beta$ -cyclodextrin 2.5 wt%	$\beta$ -cyclodextrin 5 wt%
실리카 제거한 왕겨		
셀룰로오스만 분리된 샘플		

- PVP, PLA, PS, PSMA 등의 합성 고분자는 아예 용해 및 점도 조건이 나노섬유를 제작할 수 있는 조건이 확보되지 않아서 전기방사가 불가능함.
- 다음의 8가지 고분자를 통해서 혼합 용액이 확보되었고 이를 바탕으로 전기방사를 통해서 비교함.



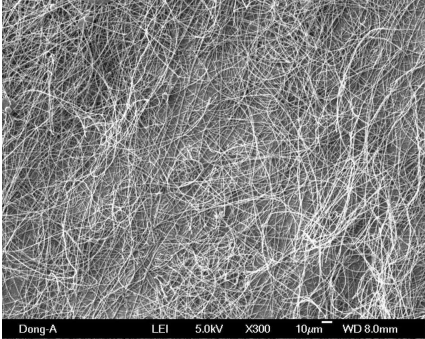
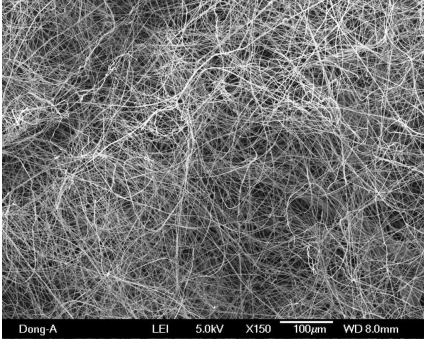
<표 19> 본 연구에 사용된 고분자 종류

합성 고분자	천연 고분자
Poly(vinyl alcohol)	$\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD)
Poly(methyl methacrylate)	Gelatin
Poly(ethylene oxide)	Dextran
Poly(ethylene glycol)	Polycaprolactone

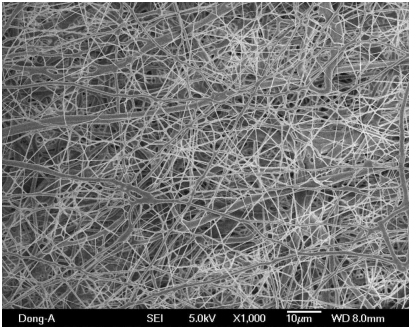
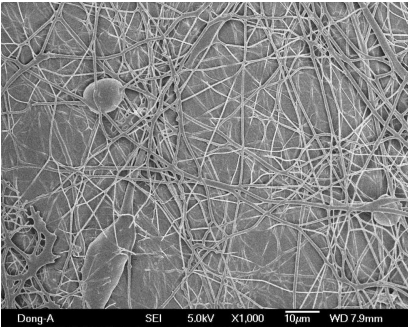
o 전기방사 조건 및 용매 다양화를 적용을 통한 나노섬유 개발의 최적화

- 합성 고분자 4가지 통해서 혼합 용액이 확보되었고 이를 바탕으로 전기방사를 통해서 개발된 나노섬유를 SEM 이미지를 통해서 비교함.

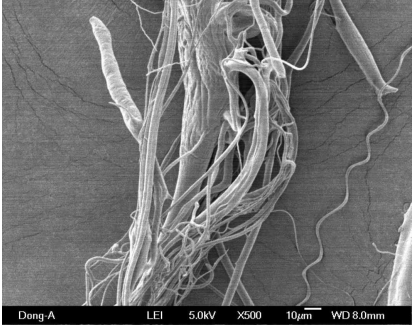
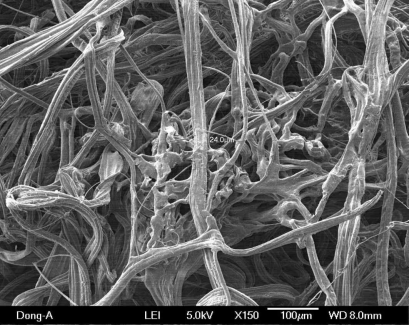
<표 20> PMMA와 혼합하여 합성한 나노섬유

농도	Poly(methyl methacrylate) 5 wt%	Poly(methyl methacrylate) 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

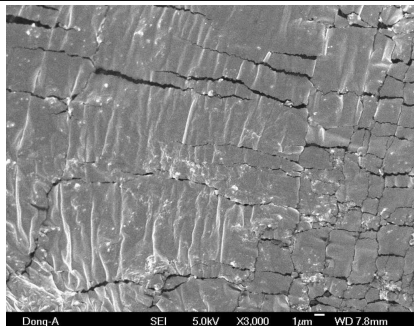
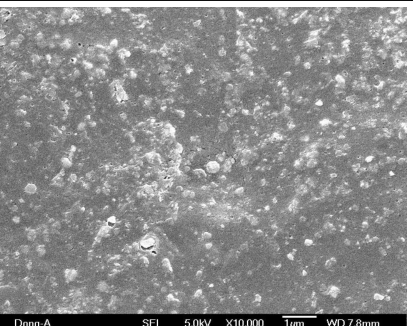
<표 21> PVA와 혼합하여 합성한 나노섬유

농도	Poly(vinyl alcohol) 5 wt%	Poly(vinyl alcohol) 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

<표 22> PEO와 혼합하여 합성한 나노섬유

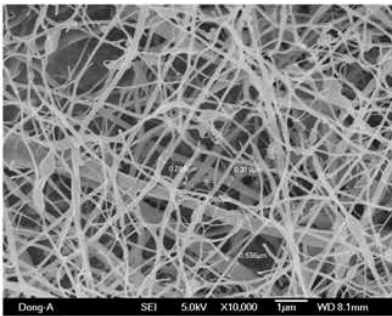
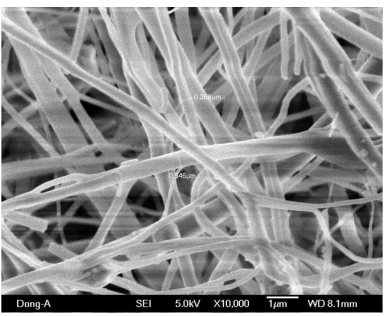
농도	Poly(ethylene oxide) 5 wt%	Poly(ethylene oxide) 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

<표 23> PEG와 혼합하여 합성한 나노섬유

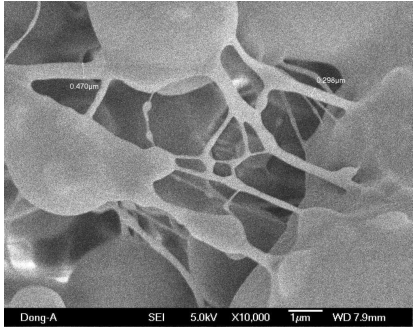
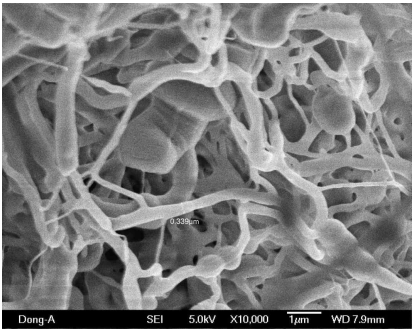
농도	Poly(ethylene glycol) 5 wt%	Poly(ethylene glycol) 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

- 다음의 천연 고분자 4가지 통해서 혼합 용액이 확보되었고 이를 바탕으로 전기방사를 통해서 개발한 나노섬유를 SEM 이미지를 통해서 비교함.

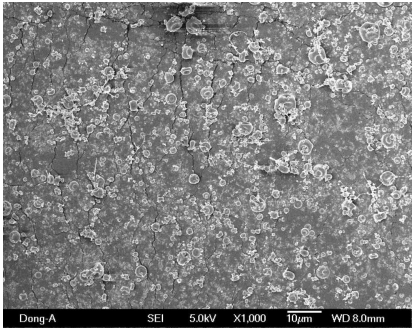
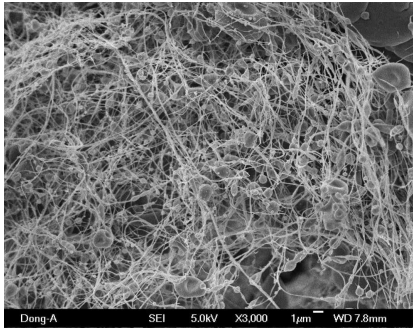
<표 24>  $\beta$ -cyclodextrin와 혼합하여 합성한 나노섬유

농도	$\beta$ -cyclodextrin 2.5 wt%	$\beta$ -cyclodextrin 5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

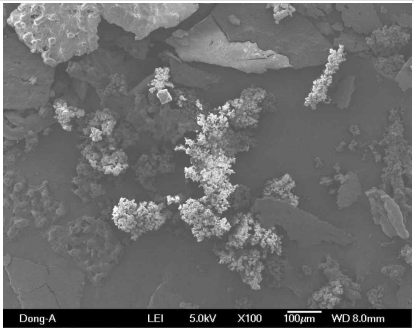
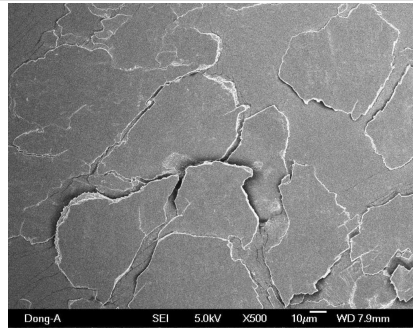
<표 25> Gelatin과 혼합하여 합성한 나노섬유

농도	Gelatin 5 wt%	Gelatin 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

<표 26> Dextran과 혼합하여 합성한 나노섬유

농도	Dextran 5 wt%	Dextran 7.5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

<표 27> Polycaprolactone과 혼합하여 합성한 나노섬유

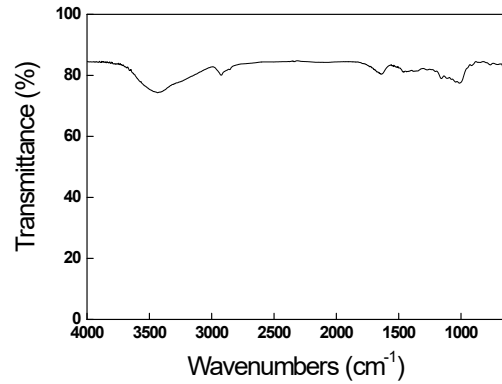
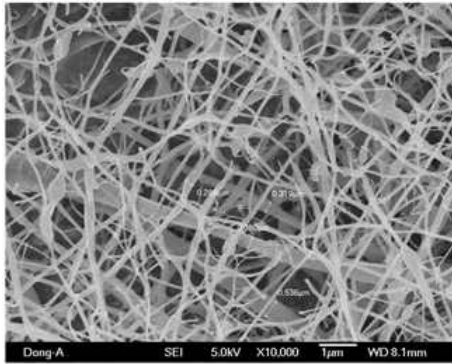
농도	Polycaprolactone 2.5 wt%	Polycaprolactone 5 wt%
실리카 제거한 왕겨		

o 개발된 셀룰로오스 기반 혼합 고분자 나노 섬유 의 이화학 분석

- 실리카이트 성분을 제거한 왕겨로부터 제작한 셀룰로오스/dextran 혼합 나노섬유

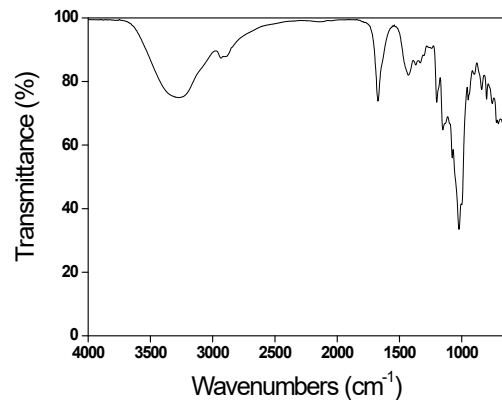
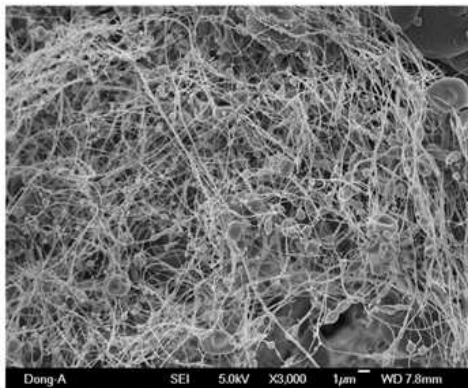
SEM 이미지 분석을 통해 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. 전기방사를 통해 개발된 나노섬유의 직경이 500 nm 전후임을 확인하였고, FT-IR 분석을 통해 나노섬유의 성분이 셀룰로오스/dextran 혼합 나노섬유임을 확인함. (dextran 10 wt% 조건)





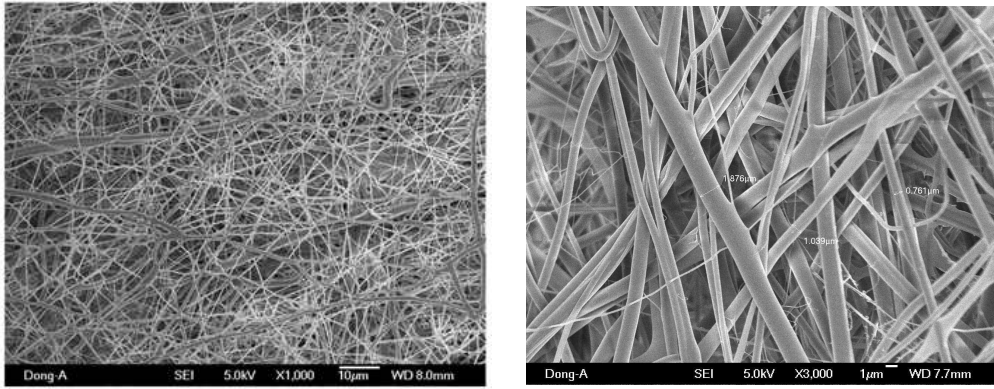
<그림 60> 개발된 셀룰로오즈/dextran 혼합 나노섬유의 SEM 이미지 및 FT-IR 분석

- 실리케이트 성분을 제거한 왕겨로부터 제작한 셀룰로오즈/ $\beta$ -cyclodextrin 혼합 나노섬유 SEM 이미지 분석을 통해 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. 전기방사를 통해 제작된 나노섬유의 직경이 500 nm 전후임을 확인하였고, FT-IR 분석을 통해 나노섬유의 성분이 셀룰로오즈/dextran 혼합 나노섬유임을 확인함. ( $\beta$ -cyclodextrin 2.5 wt% 조건)

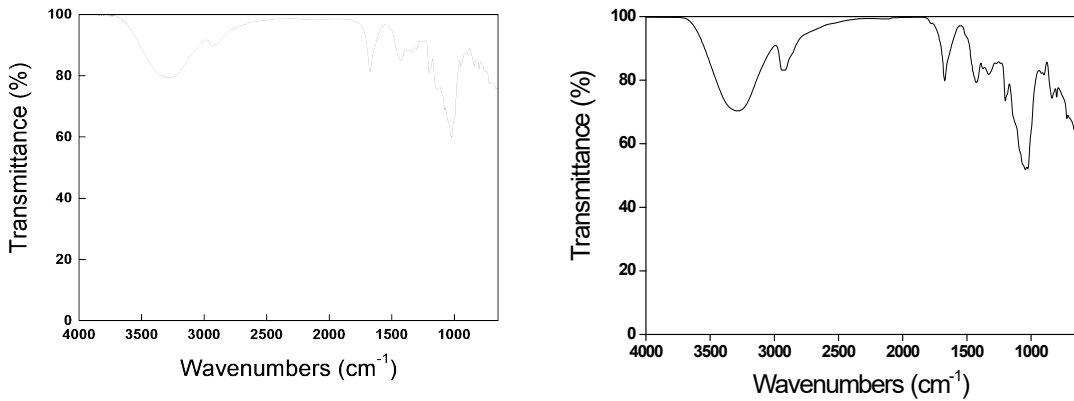


<그림 61> 개발된 셀룰로오즈/ $\beta$ -cyclodextrin 혼합 나노섬유의 SEM 이미지 및 FT-IR 분석

- 실리케이트 성분을 제거한 왕겨로부터 제작한 셀룰로오즈/Poly(vinyl alcohol) 혼합 나노섬유 SEM 이미지 분석을 통해 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. 전기방사를 통해 제작된 나노섬유의 직경이 600-700 nm 전후임을 확인하였고, FT-IR 분석을 통해 나노섬유의 성분이 셀룰로오즈/Poly(vinyl alcohol) 혼합 나노섬유임을 확인함. (Poly(vinyl alcohol) 5, 7.5 wt% 조건), 2가지 농도에 따른 차이는 발견하지 못했음

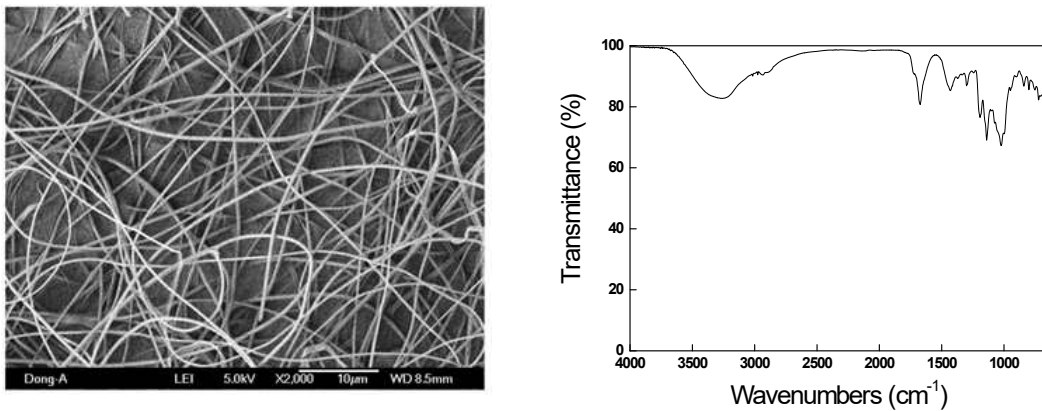


<그림 62> 개발된 셀룰로오스/Poly(vinyl alcohol) 혼합 나노섬유의 SEM 이미지



<그림 63> 개발된 셀룰로오스/Poly(vinyl alcohol) 혼합 나노섬유의 FT-IR 분석

- 실리케이트 성분을 제거한 왕겨로부터 제작한 셀룰로오스/Poly(methyl methacrylate) 혼합 나노섬유 SEM 이미지 분석을 통해 나노섬유의 크기 및 균일함에 대해 확인함. 전기방사를 통해 제작된 나노섬유의 직경이 800-900 nm 전후임을 확인하였고, FT-IR 분석을 통해 나노섬유의 성분이 셀룰로오스/Poly(methyl methacrylate) 혼합 나노섬유임을 확인함. Poly(methyl methacrylate) 5 wt% 조건

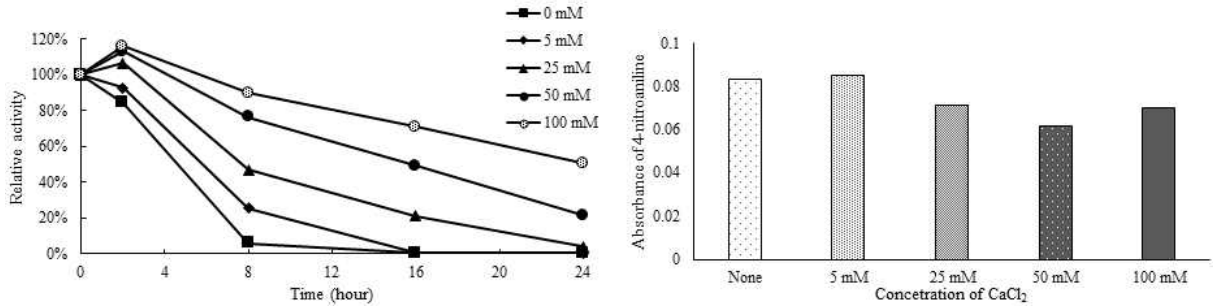


<그림 64> 개발된 셀룰로오스/Poly(methyl methacrylate) 혼합 나노섬유의 FT-IR 분석

o 개발된 나노섬유들의 다양한 분야로의 활용 연구

- 헤파린 고정화용 고분자 재료 표면

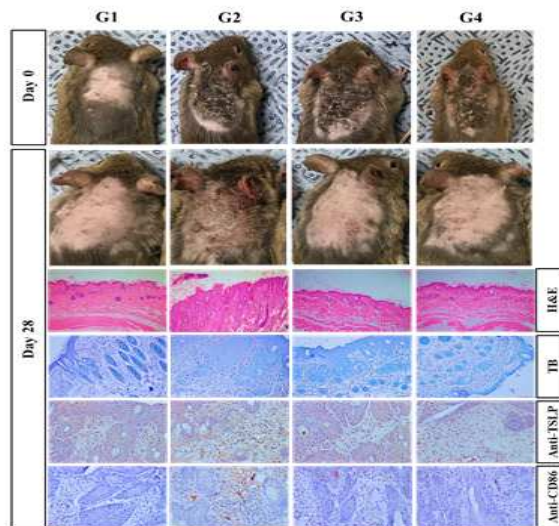
현재 의료용 고분자 재료의 생체적합성 및 표면 처리 가능 여부의 다양한 접근을 통하여 헤파린을 고정화하고, 적절한 양이 표면으로부터 방출되어 조절되는 소재 재료의 개발이 진행 중임에 따라 본 연구개발과제에서 개발된 cellulose/PVA, cellulose/PMMA 혼합 나노섬유를 이용하여 헤파린을 고정화하고, 고정화된 헤파린을 방출거동을 탐구할 수 있는 주제의 내용으로 연구를 위해 헤파린과 protease의 상호작용 연구를 위해 선행되어야 하는 protease의 조직 분해성능 활성 및 안정성에 대한 연구를 수행 중에 있고, 아래와 같은 결과를 얻었으며, 추가적으로 헤파린 도입을 위한 연구를 수행할 예정임.



<그림 65> protease의 활성 및 헤파린 상호작용을 위한 활성 연구

- 상처치료 드레싱

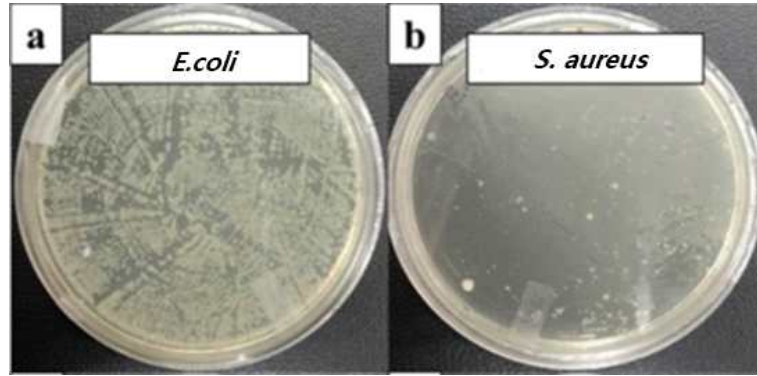
현재 KCL 이재원 박사님과 상처치료용 패치의 가능성을 탐구하기 위한 아래와 같은 실험동물 모델을 통해, 상처를 입은 마우스 모델을 대상으로 개발된 cellulose/PVA, cellulose/PMMA, cellulose/ $\beta$ -cyclodextrin 혼합 나노섬유 표면 혹은 전기방사 도중에 levofloxacin 혹은 dimethylxalylglycine을 로딩하여 상처치료 드레싱 소재로서의 활용 가능성에 대한 연구에 대해 협의 중임



<그림 66> 개발된 혼합 나노섬유를 이용한 상처치료 패치 가능성을 위한 실험동물모델

- 항균성 패치 및 필름

$\beta$ -cyclodextrin은 기본적으로 항균성 성질이 있는 고분자로 사용되고 있지만, 이를 나노섬유의 형태로 제작하기 위한 연구들이 시도되었지만, 용매 및 점도의 문제로 나노섬유화가 쉽지 않지만, 본 연구과제에서 개발한 cellulose/ $\beta$ -cyclodextrin 혼합 나노섬유의 개발을 통해 균일한 나노섬유가 확보되었고, 이들의 항균성 실험을 위해 아래 그림과 같이 그람 양성균인 *Staphylococcus aureus*와 그람음성균인 *Escherichia coli*를 대상으로 실험을 위한 디자인 증명



<그림 67> 개발된 cellulose/ $\beta$ -cyclodextrin혼합 나노섬유를 이용한 항균성 테스트

### 3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도

#### 1) 연구수행 결과

##### (1) 정성적 연구개발성과

---

###### ○왕겨로부터 연속적으로 실리카 용액을 추출할 수 있는 기술 개발

- 대용량 및 자동화 처리가 가능한 연속식 추출 공정 개발
- 안전하게 실리카를 추출하고 폭발 위험이 없는 공정을 개발하기 위해 상압 조건 중 최적의 알칼리 침출 공정 조건을 확립함
- 공정 내 왕겨의 이송을 원활하게 하고 연속적으로 이송하기 위해서 볼밀 공정을 적용하여 왕겨 슬러리를 제작하고 이를 저렴한 유량펌프를 통해서 이송이 가능하게 하여 전체 공정을 안정적으로 운전하며 동시에 설비 비용을 절감하고 단순화 함
- 실제 파일럿 장비 구축을 통해서 개발 기술의 현장 적용성을 평가하여서 공정의 현장 적용성을 확인하였음
- 바이오매스의 전처리 분야에 적용하여 바이오매스를 원활하게 공정에 적용하고 이를 바이오연료, 바이오플라스틱, 고부가가치 소재를 개발하는데 활용할 수 있음

###### ○왕겨 실리카 마이크로입자 합성 기술

- 왕겨 실리카 추출액을 이용한 마이크로입자 합성 대용량 공정 확립 및 비전문가도 손쉽게 합성할 수 있는 공정 확립
- 계면활성제를 사용하지 않고 저렴한 산업용 고분자를 사용하여서 구형의 실리카 입자를 합성할 수 있는 기술 개발
- 친환경적인 약산을 사용하여 왕겨 유래 실리카를 이용한 실리카 마이크로입자 합성 기술 확보
- 강산을 사용하지 않으면서 균일한 입자 크기의 왕겨 실리카 입자를 합성할 수 있는 기술 확보
- 분무건조공정을 활용하여 손쉽게 대량으로 실리카 구형입자를 합성하는 기술 개발

###### ○왕겨 섬유분의 화장품 원료 소재화를 위한 전처리 기술 개발

- 왕겨 셀룰로오스의 전처리 기술 개발 (나노섬유화 이전 단계 전처리기술)
- 전처리기술을 기반으로 왕겨 셀룰로오스 나노섬유화 기술 개발 (기계적 공정을 이용한 나노화)
- 개발된 왕겨 셀룰로오스 나노섬유의 화장품 소재화 기술 개발
- 화장품 원료 특성 확인을 위해 점도, 수분보유력, 투과율, 크기를 통해서 각 기능별로 측정하여 화장품 소재로서의 활용 가능성을 확인
- 개발한 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 자외선 차단제/자외선 차단 보조제로서 자외선 차단 제형 개발
- 개발한 왕겨 셀룰로오스 나노섬유를 자외선 차단제/자외선 차단 보조제로서 제형에 첨가하여 시제품 개발
- 왕겨가 함유하고 있는 리그닌의 자외선 흡광능력을 이용하여 자외선 차단제/자외선 차단 보조제로서 화장품 원료 소재화가 가능함.

###### ○왕겨 섬유분을 이용한 의료용 셀룰로오스 나노 섬유 개발

- 왕겨에서 분리된 섬유분을 이용한 전기방사형 셀룰로오스 나노섬유 개발 원천기술 확보
  - 공정 조건 변화를 통한 멤브레인형, 종이형 등의 다양한 형태로의 변화 가능한 셀룰로오스 나노섬유 합성 조건 확립
  - 왕겨를 이용한 전기방사형 셀룰로오스 나노섬유 개발 공정 단순화 및 최적화
  - 의료용 적용을 위한 기존 생분해성 고분자와의 혼합 나노섬유 합성 원천기술 확보
  - 천연고분자/셀룰로오스 혼합 전기방사형 나노섬유의 의료용 고분자로의 적용 가능성 확인
-

(2) 정량적 연구개발성과

< 연구성과 >

성과목표	사업화지표						연구기반지표							
	지식 재산 권	기술 실시 (이전)			사업화			학술성과				인력 양성	홍보 전시	수 상
	특허 출원	건 수	기 술 료	제품 화	매출 액	고용 창출	논문		평 균 IF	학술 발표				
							SCI	비 SCI						
단위	건	건	백만 원	건	백만 원	명	건	건		건	명	건		
가중치	20			20	30	10						10		
사업기간 내목표	7			2	30	2	2	1	2.0	9	3	3		
실적	1차 년	4				7				3	1			
	2차 년	5	2	14.3	6	34	1	2	1	3.9	9	3	7	1
	소계	9	2	14.3	6	34	8	2	1	3.9	12	4	7	1
달성율(%)	100			100	100	100	100	100	100	100	100	100		

< 연구개발성과 성능지표 >

평가 항목 (주요성능 <sup>1)</sup> )	단위	연구개발 목표치	달성값	평가방법
1 왕겨 실리카 추출 효율	%	≥ 60	96.2	외부전문가 검증
2 왕겨 실리카 순도	%	≥ 95	99.1	공인시험성적서
3 왕겨 처리용량	kg/일	≥ 10	20.2	운전일지
4 왕겨 실리카와 섬유분 활용 시제품	건수	3	6	제품
5 왕겨 실리카 마이크로 입자 균일도	%	≤ 50	28.7	공인시험성적서
6 발수 코팅용 실리카 물 접촉각	°	≥ 130°	159	공인시험성적서
7 자외선 차단 왕겨 나노 섬유 폭	nm	≤ 40nm	4.83	공인시험성적서

## 1. 왕겨 실리카 추출 효율

- 발급기관: 외부전문가


**시험·분석 성적서**

- 신청인 : 한국세라믹기술원 융합바이오세라믹소재센터 / 이진형
- 시료명 : 왕겨 시료 (세부 시료명은 시험분석결과 표 참조)
- 분석방법 : NREL/TP/510-42622 (total ash 분석기관: 주식회사 슈가엔)
- 시료채취일자 : 2021. 08. 26
- 분석일자 : 2021. 09. 01 ~ 2021. 09. 28

**시험·분석 결과**

시료명	고형질량(g)	Ash비율 (%)	Ash함량 (g)	추출 효율(%)
Raw RH	50	12.8	6.4	-
50 ARH	32.6	0.73	0.238	96.0
100 ARH	29.027	0.78	0.226	96.2
150 ARH	28.592	6.81	1.947	67.5

※ 추출 효율 =  $\frac{Ash함량_{AR} - Ash함량_{sample}}{Ash함량_{AR}} \times 100$

평가자 : 오경근 교수 

소 속 : 단국대학교 화학공학과

연락처 : [kkoh@dankook.ac.kr](mailto:kkoh@dankook.ac.kr) / 010-4214-3558

## 2. 왕겨 실리카 순도

- 발급기관: 한국세라믹기술원 시험분석센터

**한국세라믹기술원**  
Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology  
주소 : 경상남도 진주시 소호로 101(충무공로15-4)  
전화번호 : 055-792-2757, FAX : 055-792-2758

**시험·분석 성적서**


발행번호 : 원내 2021-051  
신청팀 / 신청인 : 플스튜디오케어소프팀 / 이진형  
시료명 : P\_C\_Silica  
시험·분석 방법 : 습식분석 및 기기분석  
시험·분석 일자 : 2021년 04월 20일 ~ 2020년 05월 11일

**시험·분석 결과**

시료명	시험·분석 항목	시험·분석 결과	시험·분석 방법	비고
P_C_Silica	SiO <sub>2</sub> (%)	99.1	습식분석, 기기분석	
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	0.02		
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	0.04		
	TiO <sub>2</sub> (%)	0.02		
	CaO (%)	0.02		
	MgO (%)	0.01		
	NaO (%)	0.35		
	K <sub>2</sub> O (%)	0.04		
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	0.01		
	MnO (%)	0.01		
	ZnO (%)	<0.01		
	CuO (%)	0.02		
	NiO (%)	<0.01		
	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	<0.01		
Li <sub>2</sub> O (%)	0.04			
광열광량 (%)	0.30			

참고 1. 상기 분석에 사용된 ICP-OES는 Perkinelmer OPTIMA 8300VRS.

시험자 : 김태영

2021년 05월 11일  
분석기술센터장 

< 1 쪽 중 1 쪽 >

## 4. 왕겨 실리카와 섬유분 활용 시제품

제품명	제품사진	제품명	제품사진
(왕겨) CNF -보습제		(왕겨) CNF -점도조절제	
왕겨 나노섬유 (자외선 차단 보조제)		네이처코스텍 자외선차단제	



허니라이트  
마스크팩

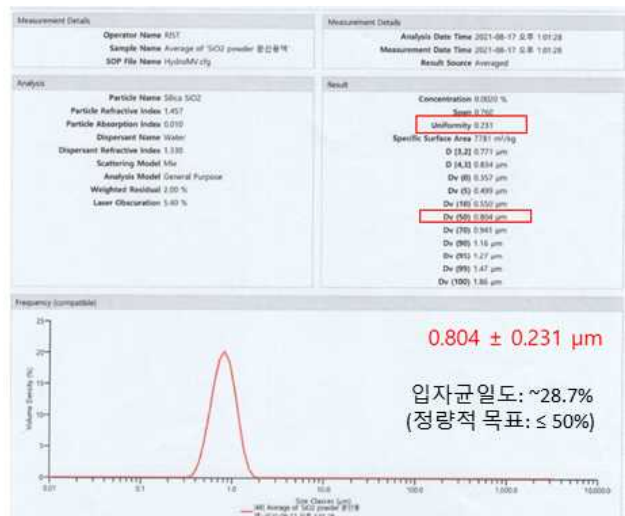
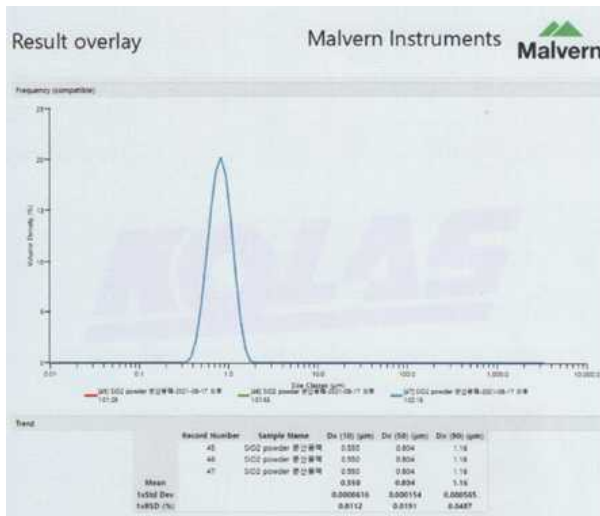


왕겨나노섬유  
(자외선  
차단제)



### 5. 왕겨 실리카 마이크로 입자 균일도 시험성적서

- 발급기관: 포항산업과학연구원





6. 발수 코팅용 실리카 물 접촉각  
- 발급기관: 한국고분자시험연구소

**Koptri** www.polymer.co.kr  
Test report No. 21-05970 Page 1 / 2

### TEST REPORT

1. 의뢰기관 : 기 관 명 : 한국세라믹기술원 (박지연 님)  
주 소 : 28160 충북 청주시 흥덕구 오송읍 오송생명1로, 202 한국세라믹기술원 울림바이오세라믹스센터

2. 의뢰일자 : 2021. 7. 20.

3. 용도 : 연구용

4. 시험대상물품 또는 물질, 시료명 : TS\_5% (표 1 참조)

5. 시료형상 : Solid

6. 시험항목 : 접촉각

7. 시험방법 : 표 2 참조

8. 시험기간 : 2021. 7. 20. ~ 2021. 7. 27.

9. 시험결과 : 표 2 참조

10. 시험자 : 권민정 분석팀

확인	실무자 성명: 권민정	기술책임자 성명: 안 병 준
----	----------------	--------------------

본 Test report 는 의뢰자가 제공한 시료를 이용한 측정결과입니다.  
본 Test report 는 법의 효력이 상실, 무효 및 고고, 범죄수술용으로 사용될 수 없으며, 복사되어 사용되는 것을 금합니다.  
본 Test report 는 KS Q ISO/IEC 17025 및 KOLAS 인증과 관련된 법규에 맞춥니다.

2021년 7월 28일  
국재공인시험기관 한국고분자시험연구소(인)

(우)02633 서울특별시 용인동구 천호대로 367, 365 한국고분자시험연구소 (주) TEL: 1588-1574

**Koptri** www.polymer.co.kr  
Test report No. 21-05970 Page 2 / 2

### TEST REPORT

표 1. 시료명 및 시료사진

No.	시료에 기재된 시료명	분석에 사용된 시료명	시료사진
1	TS_5%	Koptri-21-08-11051-1	

Note) 시료제공 :Koptri ( ) / 의뢰자 ( O )

표 2. 시험방법 및 시험결과

시료명	시험항목	단위	시험방법	시험결과
Koptri-21-08-11051-1	접촉각 (Distilled water)	Degree	ASTM D5946에 준함	159

Note) 시료 특성상 소수성이 강하며 DI water 를 drop 하지 않고 needle 를 이용하여 표면에 접촉시킨 후 측정함.

(우)02633 서울특별시 용인동구 천호대로 367, 365 한국고분자시험연구소 (주) TEL: 1588-1574

7. 자외선 차단 왕겨 나노 섬유 폭  
- 발급기관: 서울대학교 농생명과학공동기기원

**서울대학교 농생명과학공동기기원** NICEM  
National Instrumentation Center for Environmental Management

수 신 : 기 관 명 : (주)나노바이오스텍  
주 소 : 충청북도 청주시 흥덕구 차지대로 530, 513 호  
재 목 : 나노생물로오스 두께 측정 시험결과서

이래 "나노생물로오스" 시료의 TEM 분석이 완료되었습니다.

- 실험 일: 선속증
- 시 료 명: 왕겨 A DS 0.4-1
- 분석일자: 2021년 1월 28일
- 분석내용: 나노생물로오스의 TEM 이미지 촬영 및 평균 두께 측정
- 사용조건: - 2 % uranyl acetate 로 negative staining 진행  
- 120 kv TEM(LIBRA 120, Zeiss), 배율 80,000 X 촬영

시험 항목	시료명	두께(단위: nm)	비고
나노생물로오스	왕겨 A DS 0.4-1	4.83	50 개 이상 촬영의 평균 값을 나타냄.

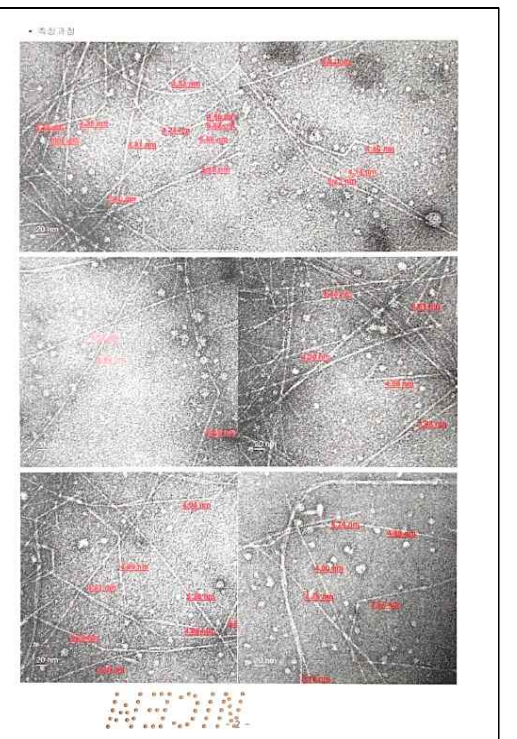
위 결과는 의뢰자가 제공한 시료에 한정됩니다.

위 시료의 분석 결과를 확인하여 본 시험 결과서를 발급함

2021. 1. 28.

담당자: 신형복원원 김 은 진  
책임자: 나노바이오(주)이정현장 권 오 경

서울대학교 농생명과학대학 농생명과학공동기기원  
(08828) 서울특별시 관악구 관악로 1, NICEM 2015 2105  
Tel: 02-880-4358 Fax: 82-2-888-4647





수신

기관: RRI내이초코스텍  
주소: 충청북도 청주시 흥덕구 서지대로 530, 513 호  
제목: 나노셀룰로오스 두께 측정 시험결과서

아래 "나노셀룰로오스" 시험의 TEM 분석이 완료되었음을 알려드립니다.

- 실험 용액: 산수정
- 시료 용액: 용제 A DS 0.4-2
- 분석일자: 2021년 1월 29일
- 분석내용: 나노셀룰로오스의 TEM 이미지 촬영 및 평균 두께 측정
- 시험조건: - 2% uranyl acetate로 negative staining 진행  
- 120 kV TEM(LIBRA 120, Zeiss), 배율 80,000 X 촬영

시험 항목	시험명	두께(단위: nm)	비고
나노셀룰로오스	용제 A DS 0.4-2	4.63	50 개 이상 측정의 평균 값을 나타냄.

위 결과는 의뢰자가 제출한 시료에 한정됩니다.

위 시험의 분석 결과를 확인하여 본 시험 결과서를 발급함

2021. 1. 29.

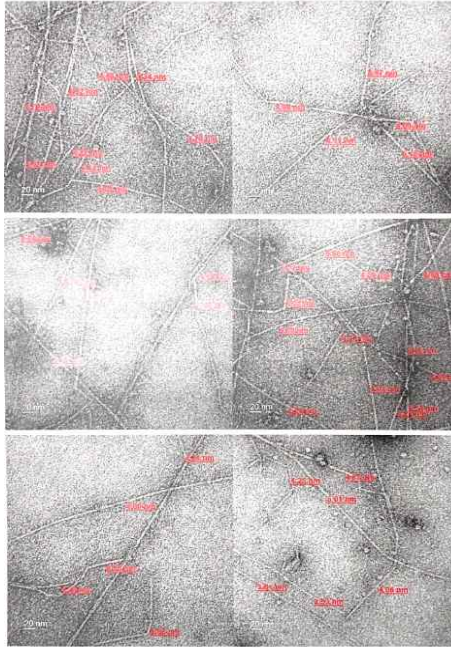
담당자: 선영분석원 권은진

책임자: 나노바이오이미징센터장 권오경

서울대학교 농생명과학대학 농생명과학공동기기원  
(08836) 서울특별시 관악구 관악로 1, NICEM 201동 210호  
Tel: 82 2 880 4999 Fax: 82 2 889 4947

NICEM

• 측정결과



NICEM



수신

기관: RRI내이초코스텍  
주소: 충청북도 청주시 흥덕구 서지대로 530, 513 호  
제목: 나노셀룰로오스 두께 측정 시험결과서

아래 "나노셀룰로오스" 시험의 TEM 분석이 완료되었음을 알려드립니다.

- 실험 용액: 산수정
- 시료 용액: 용제 A DS 0.2
- 분석일자: 2021년 1월 21일
- 분석내용: 나노셀룰로오스의 TEM 이미지 촬영 및 평균 두께 측정
- 시험조건: - 2% uranyl acetate로 negative staining 진행  
- 120 kV TEM(LIBRA 120, Zeiss), 배율 60,000 X 촬영

시험 항목	시험명	두께(단위: nm)	비고
나노셀룰로오스	용제 A DS 0.2	4.85	50 개 이상 측정의 평균 값을 나타냄.

위 결과는 의뢰자가 제출한 시료에 한정됩니다.

위 시험의 분석 결과를 확인하여 본 시험 결과서를 발급함

2021. 1. 21.

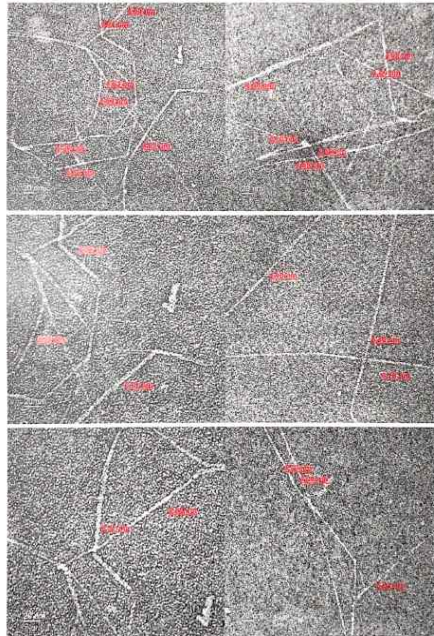
담당자: 선영분석원 권은진

책임자: 나노바이오이미징센터장 권오경

서울대학교 농생명과학대학 농생명과학공동기기원  
(08836) 서울특별시 관악구 관악로 1, NICEM 201동 210호  
Tel: 82 2 880 4999 Fax: 82 2 889 4947

NICEM

• 측정결과



NICEM

### (3) 세부 정량적 연구개발성과

#### [과학적 성과]

#### □ 논문(국내외 전문 학술지) 게재

번호	논문명	학술지명	주저자명	호	국명	발행기관	SCIE 여부	게재일	등록번호 (ISSN)	기여율
1	Eco-friendly and facile synthesis of size-control led spherical silica particles from rice husk	Nanoscale Advances (IF:4.553)	김성섭	-	영국	RSC	SCI	21.10.08	2516-0230	50
2	Two-stage continuous process for the extraction of silica from rice husk using attrition ball milling and alkaline leaching methods	Sustainability (IF:3.251)	박지연	13	스위스	MDPI	SCI	21.06.30	2071-1050	100
3	왕겨 바이오매스에서 셀룰로오스 분리	펄프·종이기술	Zahra Audrey	53	대한민국	한국펄프·종이공학회	비SCI	21.10.30	0253-3200	100

#### □ 국내 및 국제 학술회의 발표

번호	회의 명칭	발표자	발표 일시	장소	국명
1	2019 추계 세라믹학회	박지연, 구양모, 천진녕, 변하람, 박선영, 상병인, 이진형	2019.11.14	코엑스	대한민국
2	2020 춘계 세라믹학회	박지연, 구양모, 천진녕, 상병인, 이진형	2020.07.07	virtual	대한민국
3	2020 춘계 세라믹학회	장일섭, 구양모, 박지연, 이진형, 천진녕	2020.07.08	virtual	대한민국
4	2021 춘계 공업화학학회	박지연, 구양모, 천진녕, 상병인, 이진형	2021.05.12	벙스코	대한민국
5	2021 춘계 공업화학학회	임다영, 신수정, 성현아	2021.05.12	벙스코	대한민국
6	2021 춘계 공업화학학회	임다영, 신수정, 전소영	2021.05.14	벙스코	대한민국
7	2021 춘계 공업화학학회	전소영, 신수정, 성현아, 임다영	2021.05.14	벙스코	대한민국
8	2021 춘계 공업화학학회	전소영, 신수정, 성현아	2021.05.14	벙스코	대한민국
9	2021 춘계 세라믹학회	박지연, 구양모, 천진녕, 상병인, 이진형	2021.06.16	virtual	대한민국
10	2021 춘계 세라믹학회	박지연, 구양모, 천진녕, 상병인, 이진형	2021.06.16	virtual	대한민국
11	2021 춘계 세라믹학회	장일섭, 구양모, 박하영, 이진형, 천진녕	2021.06.16	virtual	대한민국
12	2021 춘계 세라믹학회	장일섭, 박지연, 박하영, 이진형, 천진녕	2021.06.16	virtual	대한민국

[기술적 성과]

□ 지식재산권(특허, 실용신안, 의장, 디자인, 상표, 규격, 신제품, 프로그램)

번호	지식재산권 등 명칭 (건별 각각 기재)	국명	출원			기여율	활용 여부
			출원인	출원일	출원 번호		
1	소듐 실리케이트 용액으로부터 다공성 실리카 입자를 제조하는 방법 및 이러한 방법으로 제조된 다공성 실리카 입자	대한 민국	한국세라믹 기술원	2020- 08-03	10-2020-0097021	50	×
2	바이오매스로부터 구형 실리카 입자를 제조하는 방법 및 이에 따라 제조된 구형 실리카 입자	대한 민국	한국세라믹 기술원	2020- 08-03	10-2020-0097036	50	×
3	왕겨로부터 실리카 용액을 연속적으로 추출하는 장치 및 이를 사용한 왕겨 실리카 용액의 연속 추출방법	대한 민국	한국세라믹 기술원	2020- 08-19	10-2020-0103977	100	×
4	분무건조공정을 이용한 식물유래 나노 크기 구형 실리카 입자의 제조 방법	대한 민국	한국세라믹 기술원	2020- 08-24	10-2020-0105953	100	×
5	구형 실리카 입자 제조방법	대한 민국	한국세라믹 기술원	2020- 10-19	10-2020-0134895	100	×
6	바이오매스로부터 실리카 용액을 연속적으로 추출하는 장치 및 이를 사용한 실리카 용액의 연속 추출방법	대한 민국	한국세라믹 기술원	2021- 02-25	10-2021-0124625	100	×
7	왕겨의 혐기성 소화를 이용한 바이오가스 생산방법	대한 민국	한국세라믹 기술원	2021- 03-23	10-2021-0126139	100	×
8	왕겨로부터 추출된 리그닌을 포함하는 자외선 차단용 조성물	대한 민국	네이처 코스텍	2021- 09-17	10-2021-0124625	100	○
9	왕겨 추출물 유래 셀룰로오스-고분자 혼합 나노섬유 및 이의 제조방법	대한 민국	동아대학교 산학협력단	2021- 09-24	10-2021-0126139	100	×

○ 지식재산권 활용 유형

※ 활용의 경우 현재 활용 유형에 √ 표시, 미활용의 경우 향후 활용 예정 유형에 √ 표시합니다(최대 3개 중복선택 가능).

번호	제품화	방어	전용실시	통상실시	무상실시	매매/양도	상호실시	담보대출	투자	기타
1	√					√				
2	√					√				
3	√					√				
4						√				
5	√					√				
6	√					√				
7						√				
8	√									
9						√				

## [경제적 성과]

### □ 시제품 제작

번호	시제품명	출시/제작일	제작 업체명	설치 장소	이용 분야	사업화 소요 기간	인증기관 (해당 시)	인증일 (해당 시)
1	(왕겨)CNF-보습제	2020.11	네이처코스텍 (주)	해당 없음	화장품 보습제	3개월	해당 없음	해당 없음
2	(왕겨)CNF-점도조절제	2020.11	네이처코스텍 (주)	해당 없음	화장품 점도조절제	3개월	해당 없음	해당 없음
3	왕겨나노섬유(자외선차단보조제)	2021.07	네이처코스텍 (주)	해당 없음	화장품 자외선 차단보조제	3개월	해당 없음	해당 없음
4	왕겨나노섬유(자외선차단제)	2021.07	네이처코스텍 (주)	해당 없음	화장품 자외선 차단제	3개월	해당 없음	해당 없음
5	허니라이트 마스크팩	2021.10	네이처코스텍 (주)	해당 없음	마스크팩	2개월	해당 없음	해당 없음
6	네이처코스텍 자외선 차단제	2021.07	네이처코스텍 (주)	해당 없음	선크림	2개월	해당 없음	해당 없음

### □ 기술 실시(이전)

번호	기술 이전 유형	기술 실시 계약명	기술 실시 대상 기관	기술 실시 발생일	기술료 (해당 연도 발생액)	누적 징수 현황
1	통상실시	저온 알칼리 침출 공정을 이용한 왕겨 실리카 추출 기술	(주)슈가엔	2020.12.11	11,000,000	11,000,000
2	통상실시	바이오매스로부터 실리카 용액을 연속적으로 추출하는 장치 및 이를 사용한 실리카 용액의 연속 추출 방법	아라코스메틱(주)	2021.09.17	3,300,000	3,300,000

### □ 사업화 현황

번호	사업화 방식 <sup>1)</sup>	사업화 형태 <sup>2)</sup>	지역 <sup>3)</sup>	사업화명	내용	업체명	매출액		매출 발생 연도	기술 수명
							국내 (천원)	국외 (달러)		
1	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨나노섬유-자외선차단보조제	제품 판매	아라코스메틱(주)	1,550	-	2021년	
2	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨나노섬유-자외선차단제	제품 판매	아라코스메틱(주)	4,500	-	2021년	
3	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-보습제	제품 판매	소영코스메틱(주)	10,700	-	2020년	
4	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-보습제	제품 판매	(주)로피바이오	5,645	-	2020년, 2021년	
5	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-보습제	제품 판매	(주)청우테크	180	-	2021년	
6	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-보습제	제품 판매	크리오라보	180	-	2021년	
7	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-점도조절제	제품 판매	한국나가세(주)	100	-	2020년	
8	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-점도조절제	제품 판매	소영코스메틱(주)	10,050	-	2020년, 2021년	
9	자기실시	신제품 개발	국내	왕겨 CNF-점도조절제	제품 판매	(주)로피바이오	2,050	-	2021년	

\* 1) 기술이전 또는 자기실시

\* 2) 신제품 개발, 기존 제품 개선, 신공정 개발, 기존 공정 개선 등

\* 3) 국내 또는 국외

□ 매출 실적

사업화명	발생 연도	매출액		합계(천원)	산정 방법
		국내(천원)	국외(달러)		
왕겨나노섬유(자외선차단보조제)	2020.09~2021.09	1,550		1,550	세금계산서 발행 기준
왕겨나노섬유(자외선차단제)	2020.09~2021.09	4,500		4,500	세금계산서 발행 기준
(왕겨)CNF-보습제	2020.09~2021.09	16,705		16,705	세금계산서 발행 기준
(왕겨)CNF-점도조절제	2020.09~2021.09	12,200		12,200	세금계산서 발행 기준
합계		34,955		34,955	

□ 사업화 계획 및 무역 수치 개선 효과

성과		왕겨 기반 나노섬유를 제조하여 화장품 소재 개발			
사업화 계획	사업화 소요기간(년)	5년			
	소요예산(천원)	500,000			
	예상 매출규모(천원)	현재까지	3년 후	5년 후	
		34,000	150,000	500,000	
	시장 점유율	단위(%)	현재까지	3년 후	5년 후
			국내	0.01	2
국외			0.00001	0.01	0.1
향후 관련기술, 제품을 응용한 타 모델, 제품 개발계획		왕겨 나노섬유를 자외선 차단보조제로서 첨가한 혼합 자외선 차단제를 제품 생산 계획이 있음.			
무역 수치 개선 효과(천원)	수입대체(내수)	현재	3년 후	5년 후	
		30,000	100,000	300,000	
	수출	-	50,000	100,000	

□ 고용 창출

순번	사업화명	사업화 업체	고용창출 인원(명)		합계
			2020년	2021년	
1	토양개량제	(주)나눔	1		1
2	토양개량제	(주)아미노랩	6		6
3	화장품용 소재	네이처코스텍(주)		1	1
합계			7	1	8

[사회적 성과]

□ 전문 연구 인력 양성

번호	분류	기준 연도	현황											
			학위별				성별		지역별					
			박사	석사	학사	기타	남	여	수도권	충청권	영남권	호남권	기타	
1	한국세라믹기술원	2020		2			2		2					
2	한국세라믹기술원	2021		2			2		2					

□ 홍보 실적

번호	홍보 유형	매체명	제목	홍보일
1	월간잡지	e-Ceramist 제 41호 (한국세라믹학회)	[최신연구]Continuous process for the extraction of silica from rice husk	21.08.30
2	박람회	In-cosmetics asia	The Science of K-Beauty Ingredients Webinar	21.06.24
3	지방일간지	충북일보	영동 새너울중 4-H진로창업동아리 새로운 길 개척 눈길	21.08.31
4	지방일간지	대전일보	영동 새너울중 4-H진로창업동아리, 제품화 성공'눈길'	21.08.31
5	중앙일간지	중앙매일	영동 새너울중, 벌꿀 이용 마스크.식초 제품화 성공	21.08.31
6	전시회	나노융합산업전	나노셀룰로오스 및 왕겨 나노 섬유	21.10.07
7	박람회	오송화장품뷰티산업엑스포	나노셀룰로오스 및 왕겨 나노 섬유, 기초 화장품	21.10.19

□ 포상 및 수상 실적

번호	종류	포상명	포상 내용	포상 대상	포상일	포상 기관
1	포상	양승포스터상	우수논문포스터상	한국세라믹기술원	2021.06.18	한국세라믹학회

2) 목표 달성 수준

항 목	목 표	달 성 내 용	달성도(%)
농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술			
○ 추출 효율(%)	≥ 60	- 대용량 알칼리 연속식 침출 수율 96.2%	100
○ 왕겨 실리카 순도(%)	≥ 95	- 왕겨 실리카 순도 99.1%	100
농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술			
○ 처리용량 (kg/일)	≥ 10	- 왕겨 처리용량 20.2kg/일	100
고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유분의 소재화 기술			
○ 시제품	3	- (왕겨)CNF-보습제 - (왕겨)CNF-점도조절제 - 왕겨나노섬유(자외선차단보조제) - 왕겨나노섬유(자외선차단제) - 허니라이트마스크팩 - 네이처코스텍 자외선 차단제	100
왕겨 실리카 마이크로 입자 산업용 소재			
○ 입자 균일도(%)	≤50	- 입자균일도 28.7% (0.804±0.231μm)	100
발수 코팅용 실리카			
○ 물 접촉각	≥ 130°	- 물 접촉각 159°	100
자외선 차단 시제품			
○ 나노 섬유 폭(nm)	≤40nm	- 나노 섬유 폭 4.83nm	100



### 3) 연구개발 과정의 성실성

---

- 코로나-19로 인한 어려움 속에서도 참여기관과의 지속적인 진도 점검 회의를 통해서 연구개발 내용을 점검하고 성과를 창출 할 수 있도록 논의함
    - 2020. 01. 20 과제 킥오프 미팅 개최
    - 2020. 07. 24 과제 진도점검 현장 실사
    - 2020. 10. 26 내부 과제 진도점검 회의
    - 2020. 12. 03 과제 2차년도 킥오프 미팅 개최
    - 2021. 03. 03 과제 진도점검 회의 개최
    - 2021. 05. 06 과제 진도점검 회의 개최
    - 2021. 06. 25 과제 진도점검 회의 개최
    - 2021. 08. 12 과제 진도점검 회의 개최
    - 2021. 09. 23 최종보고서 작성 관련 회의 개최
  
  - 수요기업으로 참여하고 있는 농협경제지주와의 주기적인 미팅을 통해서 연구개발 과정을 상세히 설명하고 그에 대한 피드백을 주기적으로 받아오고 있었음
    - 2020. 02. 06 진도점검을 통한 농협경제지주 의견 청취
    - 2020. 05. 12 진도점검을 통한 농협경제지주 의견 청취
    - 2021. 03. 19 농협경제지주 본사 방문, 과제 진행상황 설명
    - 2021. 07. 27 농협경제지주 본 연구소 내방, 사업성 평가
    - 2021. 10. 26 농협경제지주 본사 방문 사업 성과 발표
    - 2021. 11. 10 농협양곡 방문 사업 성과 발표 및 기술실시 관련 논의
  
  - 개발 기술의 사업성을 평가하기 위해 관련 기업들과의 협력 및 논의를 통해 사업성 분석
    - 왕겨 실리카 추출 기술의 대용량화
    - 타이어복합재 활용
    - 마이크로비즈 대체재
    - 중금속 흡착소재
    - 음용 실리카
    - 생체안전성 테스트
-

#### 4. 연구개발성과의 관련 분야에 대한 기여 정도

개발 기술	기술발전 기여도	관련 분야
왕겨로부터 실리카 용액 추출 및 섬유분 분리 기술	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 바이오매스의 저밀도의 단점을 극복하고 실제 상용화가 가능한 상용급 공정을 구축</li> <li>• 바이오매스 연속 처리 공정 구축으로 대용량 공정 기반을 마련함</li> <li>• 바이오매스의 공정 내 이송을 원활하게 하여서 바이오매스 처리 공정에 대한 난제를 극복함</li> </ul>	화학공학 농생명공학 농화학
무계면활성제 기반 실리카 합성 기술	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 실리카의 입자 합성시 환경오염 문제 해결</li> <li>• 연속식 공정 개발 및 저가의 첨가제 활용을 통한 실리카 제조 단가 절감</li> <li>• 친환경 바이오원료로부터 균일성이 우수한 형상 제어 실리카를 제조하여 고부가가치 소재화 기대</li> <li>• 생체 적용 가능한 안전한 소재 개발 기여</li> </ul>	재료공학 화학공학
왕겨 추출 전기방사형 나노섬유 개발 기술	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 의료용으로 사용가능한 소재의 원천 기술 확보</li> <li>• 생체 적용 가능한 섬유 소재 개발 기여</li> </ul>	재료공학
왕겨 기반 화장품 소재화 기술	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 리그닌을 포함하는 나노섬유화 소재 개발에 기여</li> <li>• 바이오매스의 입자 미세화 처리 없이 전처리 및 본 처리가 가능한 제조 공정에 대한 난제를 극복함</li> <li>• 친환경 자외선 차단제로서 기존 시장의 자외선 차단제인 광물질을 대체할 수 있는 화장품 소재 개발 기여</li> </ul>	화학 공학 임산 화학

#### 5. 연구개발성과의 관리 및 활용 계획

##### 제1절 사업성 평가 및 경제성 분석

###### [왕겨 내 실리카 함량 분석]

- 왕겨는 다량의 무기물을 포함하고 있는 대표적인 식물체로써 아래 표와 같이 국내 왕겨의 경우도 약 13%, 베트남산 왕겨의 경우는 약 16%의 ash 성분을 포함하고 있음
- 하기에 보는 바와 같이 재배 지역에 따라 차이는 있지만 전반적으로 왕겨 내에는 ash 성분이 12~20%가량을 차지하는 전형적인 ash-rich plant에 속함

성분		국내 왕겨 (wt%)	베트남 왕겨 (wt%)
Carbohydrates	Glucan	34.61±0.38	35.46±0.21
	Xylan	16.26±0.19	14.30±0.27
	Galactan	-	1.30±0.06
	Arabinan	1.97±0.10	1.92±0.07
	Mannan	-	-
Subtotal		52.84	52.97
Lignin	Acid soluble	1.06	0.49±0.02
	Acid insoluble	28.58±0.73	27.40±0.98
Subtotal		29.64	27.89
<b>Ash</b>		<b>12.88±0.05</b>	<b>15.75±0.03</b>

o 하기 표는 상기에 나온 ash 성분을 분석한 결과로써 베트남 왕겨의 경우 함량이 82%가량이지만 국내의 왕겨는 93%로 매우 높게 나타나고 있으며 국내산은 대부분 90%이상의 왕겨 성분을 나타내서 왕겨 전체 질량 중 실리카의 함량은 10%이상으로 나타남

성분	베트남 왕겨(wt%)	국내 왕겨(wt%)
SiO <sub>2</sub>	81.87	93.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.10	0.05
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.80	0.47
CaO	0.87	1.52
MgO	0.45	0.65
Na <sub>2</sub> O	0.37	0.08
K <sub>2</sub> O	3.95	0.84
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.06	0.05
Li <sub>2</sub> O	<0.01	-

#### [기존 왕겨 실리카 추출 방법과의 비교]

기준	본 과제	효과
유기물을 제거하기 위해서 연소를 시킴	연소없이 바로 실리카를 용액으로 추출함	대기오염물질 유발 방지
황산 등의 고위험성 산 이용	아세트산(식초 성분)등 친환경성 산 이용	환경 이슈 대응 용이 불순물 세척 용이
1차 세척 → 별도의 추가 산 처리 → 2차 세척 → 열처리 단계로 고순도화 진행	1차 세척 → 열처리 단계로 고순도화(>95%) 가능	순도향상을 위한 공정 단순화

밀도가 낮은 건조 왕겨를 바로 사용하여서 공정 부피 증가	왕겨를 슬러리로 전환하여서 밀도를 증가시키고 이로 인해 공정 부피 감소	공정 비용 감소
Batch 추출반응	Continuous 추출 반응	대용량 추출 가능

### [기존 자외선 차단제 대비 차별화]

o 기존 자외선 차단제가 최근 유기계 자외선 차단제의 FDA 사용 금지 규정에 의한 대체재 발굴이 시급한 상황이며 현재 시장 점유율이 30%인 무기계의 경우도 TiO<sub>2</sub>에서 피부 유해 라디칼 생성 문제가 대두되는바 본 과제 개발품은 바이오매스 유래이기 때문에 친환경적이며 생체친화적인 제품으로 기존 제품을 대체할 수 있음

### [왕겨 나노 섬유 사업화]

o 셀룰로오스 나노섬유의 화장품 현 시장 및 전망

- 셀룰로오스 나노섬유는 높은 결정성, 인체 무해성, 고강도성 등 특징을 보유하고 있어 활용도가 높음.
- 셀룰로오스는 생체 적합성과 생분해성 특징을 가지며 의학 분야에서 약물 전달체, 이식보조물질, 상처치료 등에 사용하려는 연구가 진행되고 있음.
- 현재 화장품 시장에서 셀룰로오스는 carboxymethylcellulose, hydroxyethyl cellulose, hydroxypropylcellulose 등 셀룰로오스 유도체가 주로 사용되고 있음.
- 셀룰로오스나 셀룰로오스 유도체에 지방산을 결합하여 계면활성제로 Oxidized Cellulose Stearamide, PPG-2 Hydroxypropyltrimonium Cellulose, Palitoyl Hydroxypropyl-cellulose 등 셀룰로오스를 활용하여 계면활성제로서 사용되고 있음.

o 왕겨 나노섬유의 화장품 시장 전망

- 기존 셀룰로오스 유도체를 대체할 수 있을 것으로 생각
- 화장품 분야의 친환경 바람을 타고 천연 화장품에 대한 수요가 증가하고 있기 때문에 poly-alcohol계의 보습제(humectant)나 sodium acrylate 계열 (상품명 -carbomer) 와 경쟁할 수 있는 증점제도 생산이 가능

o 기존 셀룰로오스 나노섬유 판매금액

- 기존 셀룰로오스 나노섬유 2% 농도 1kg 2만원

o 왕겨 나노 섬유 판매 금액

- 왕겨 나노섬유 2% 농도 1kg 2.5만원 예정
- 기존 처리 공정보다 까다롭고 수요가 없어 대용량 생산이 불가능하여 소량 제조로 인한 추가 인건비 발생
- 추후 100kg 이상의 주문 발생 시 기존 셀룰로오스 나노섬유와 같은 대용량 공정

---

을 통해 생산 단가가 낮아질 예정

o 왕겨 나노 섬유를 이용한 사업화 계획

» 원료 사업화

- 국내 원료 유통 업체인 J2KBIO, 이연F&C와 같은 화장품 원료 유통 업체를 통해 시장 판매 계획
- 화장품 원료 박람회 참가를 이용하여 원료를 홍보하여 국내외 바이어 확보 계획
- 시제품 제작 지원 사업을 통해 왕겨 나노 섬유를 이용한 화장품, 화장품 제형을 제조 후 화장품 OEM업체를 위한 활용 방안 제시 및 상품 홍보 예정

» 화장품 사업화

- 왕겨 나노 섬유를 자외선 차단 보조제로서 선크림에 첨가하여 제품 제작 후 크라우드 펀딩 또는 소셜커머스를 통해 판매 계획
- 왕겨 나노 섬유를 보습제로서 마스크팩 에센스에 첨가하여 제품 제작 후 크라우드 펀딩 또는 소셜커머스를 통해 판매 계획
- 국내외 화장품 박람회 또는 화장품 소비대전을 참가하여 왕겨 나노섬유 첨가化妆품을 홍보 및 판매 예정

o 과제 종료 후 계획

- 지속적인 연구 개발을 통하여 품질 향상  
(왕겨 나노 섬유를 화장품 보습제로서 사용하기 위한 새로운 전처리 기술 개발 예정)  
(친환경 빨대나 3D프린터 잉크와 같이 화장품 분야 외에도 활용 방안 구상)
- 시장 판매가 가능하도록 마케팅 자료 확보  
(왕겨 나노 섬유를 활용한 화장품 제형 제조 후 물성 측정, 자외선 차단력 또는 보습력 효과 증빙 등 화장품 원료 마케팅 자료 보완 필요)
- 화장품, 화장품 소재 전시회에 적극 참여하여 거래처 발굴  
(매년 참가하고 있는 오송뷰티박람회와 같은 박람회를 여러 곳 참여하여 왕겨 나노 섬유에 관심 있는 업체를 모색 후 홍보 예정)

**의료용 셀룰로오스/생체적합 고분자 혼합 나노섬유 소재**

o 원천기술 확보

o 소재의 spec 및 가격

- 직경 1  $\mu\text{m}$ 이하 (균일성이 중요)
- 상처치료 패치, 항균성 패치 등의 의료용 소재에 적용 가능
- 아직까지 원천기술이라서 시장의 규모 파악은 어려우나 신시장 창출 가능

# 자체평가의견서

## 1. 과제현황

		과제번호		319109	
사업구분	농축산물안전유통소비기술개발사업				
연구분야				과제구분	단위
사업명	000000사업				주관
총괄과제	기재하지 않음			총괄책임자	기재하지 않음
과제명	왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화			과제유형	개발
연구개발기관	한국세라믹기술원			연구책임자	이진형
연구기간 연구개발비 (천원)	연차	기간	정부	민간	계
	1차년도	12개월	200,000	333,500	533,500
	2차년도	12개월	200,000	216,667	416,667
	3차년도				
	4차년도				
	5차년도				
	계	24개월	400,000	550,167	950,167
참여기업	네이처코스텍(주), (주)아미노랩, 농협경제지주				
상대국				상대국연구개발기관	

※ 총 연구기간이 5차년도 이상인 경우 셀을 추가하여 작성 요망

## 2. 평가일 :

## 3. 평가자(연구책임자) :

소속	직위	성명
한국세라믹기술원	책임연구원	이진형

## 4. 평가자(연구책임자) 확인 :

본인은 평가대상 과제에 대한 연구결과에 대하여 객관적으로 기술하였으며, 공정하게 평가하였음을 확약하며, 본 자료가 전문가 및 전문기관 평가 시에 기초자료로 활용되기를 바랍니다.

확약	
----	--

*Jin H Lee*

## I. 연구개발실적

※ 다음 각 평가항목에 따라 자체평가한 등급 및 실적을 간략하게 기술(200자 이내)

### 1. 연구개발결과의 우수성/창의성

■ 등급 : 우수

- 왕겨로부터 연속적으로 실리카 용액을 추출할 수 있는 기술 개발
- 실제 산업현장에 적용이 가능한 대용량 가능, 연속식 추출 공정 확립
- 비전문가도 손쉽게 합성할 수 있는 왕겨 실리카 마이크로 입자 합성 기술 개발
- 계면활성제를 사용하지 않으며 친환경 약산을 사용한 실리카 마이크로 입자 합성 기술 개발
- 적용 용도에 맞는 다양한 왕겨 유래 실리카 입자 및 소재화 기술 개발
- 왕겨 섬유분의 화장품 원료 소재화를 위한 나노섬유화 및 이를 통한 화장품 소재화 기술 개발
- 왕겨에서 분리한 섬유분 기반의 다양한 생체 적용 나노섬유 합성 기술 개발

### 2. 연구개발결과의 파급효과

■ 등급 : 우수

- 대량으로 발생하는 농업부산물인 왕겨를 효율적으로 사용할 수 있는 기술을 제공하여서 농가의 소득 증대는 물론 폐기물 발생량을 절감하여서 환경 친화적인 농가 환경을 조성함
- 기존 RPC의 환경적인 문제 해결 뿐 만 아니라 폐기물로 버려지는 왕겨를 산업용 소재로 전환하여서 새로운 이익 창출이 가능하여 농업 분야 경제성 향상에 도움이 됨
- 본 개발 기술은 농협경제지주에서 기술 실시를 계획하고 있으며 농협경제지주는 국내 RPC(미국종합처리장)의 70%를 담당하고 있어서 향후 본 개발 기술의 실시 시 매우 큰 파급효과가 있을 것으로 판단됨
- 왕겨 실리카를 활용할 시 친환경적이며 인체친화적인 특성으로 인해서 사용자의 안전성을 향상시키고 친환경, 친인체성 제품 개발이 가능하여서 소재로 인한 신규 제품 생산이 가능함
- 왕겨 섬유분의 경우 최근에 이슈로 부각되고 있는 바이오플라스틱의 소재로 활용이 가능하기 때문에 새로운 바이오경제 시대에 중요한 원료 물질로 사용될 수 있음

### 3. 연구개발결과에 대한 활용가능성

■ 등급 : 우수

- 본 과제는 농협경제지주에서 연구비의 50%를 매칭하여서 개발 내용을 실시하고자 기획된 과제로 과제 종료에 맞춰서 현재 농협경제지주와 관련 계열사들(농협양곡)에서 개발 기술을 자체 보유한 RPC(미국종합처리장)에 적용하고자 검토 중에 있음
- 또한 필요시 이를 위한 현장 적용성 테스트를 준비하고 있어서 활용될 가능성이 매우 높음
- 왕겨 섬유분의 경우 참여기업인 네이처코스텍에서 나노 섬유 화장품 분야로 활용할 계획을 수립하였으며 식약처 인증에 시간이 걸리지 않는 자외선 차단 보조제로 활용하여 선크림 제품에 첨가하여 제품을 제작하고 보습제에 적용하여 마스크팩 에센스에 첨가하여 판매할 계획임



#### 4. 연구개발 수행노력의 성실도

■ 등급 : 우수

- 본 과제는 시작 후 코로나-19로 인해 여러 가지 제약이 있었지만 과제를 수행함에 있어서는 성실하게 과제를 수행하여서 성공적으로 과제를 종료하였음
- 코로나 상황에서도 9번에 걸쳐서 과제 진도 점검회의를 개최하여서 중간중간 전체적인 과제의 진행 상황을 점검하고 최종목표 달성에 리스크를 관리하였음
- 수요기업으로 참여하고 있는 농협경제지주와의 유기적인 관계를 형성하여서 지속적으로 개발 기술에 대해서 설명하고 피드백을 받아서 실제 농협경제지주가 기술을 실시할 수 있도록 지속적으로 미팅을 진행함 (총 6회)
- 개발되는 왕겨 실리카의 사업화를 위해 관련 기업들과의 미팅을 통해서 사업성을 평가하고 비즈니스 모델을 구축하기 위해 총 6개사와 협업 및 협력 관계를 유지함

	진도점검회의	수요기업 미팅	사업화 관련 협력
횟수	9회	6회	6개사

#### 5. 공개발표된 연구개발성과(논문, 지적소유권, 발표회 개최 등)

■ 등급 : 우수

- SCI 논문 2편 (평균 IF=3.9)
- 비SCI 논문 1편
- 특허출원 9건
- 기술이전 2건, 14.3백만원
- 학술발표 12건
- 수상 1건
- 홍보 7건

※ SCI 논문은 과제 종료 후에 계속 출판될 예정임

## II. 연구목표 달성도

세부연구목표 (연구계획서상의 목표)	비중 (%)	달성도 (%)	자체평가
왕겨 실리카 추출 효율	30	100	추출효율 96.2%로 초과달성
왕겨 실리카 순도	15	100	순도 99.1%
왕겨 처리용량	15	100	용량 20.2kg/일 달성
왕겨 실리카와 섬유분 활용 시제품	10	100	총 6개 시제품 제작
왕겨 실리카 마이크로 입자 균일도	10	100	균일도 28.7% 달성
발수 코팅용 실리카 물 접촉각	10	100	물접촉각 159° 달성
자외선 차단 왕겨 나노 섬유 폭	10	100	나노 섬유 폭 4.83nm로 초과달성
합계	100점	100	

## III. 종합의견

### 1. 연구개발결과에 대한 종합의견

- 목표 대비 연구개발 결과가 우수하고 세부 연구목표도 계획대비 우수한 실적으로 달성하였음
- 특히 개발 기술이 실제 수요기업의 기술실시에 맞는 기술로 개발되어서 기술 활용 가능성이 높고 그로 인한 파급효과도 큰 것으로 기대됨
- 특허 출원 및 SCI논문 발표를 통해서 기술에 대한 지적재산권도 확보하고 있으며 외부 수상 및 홍보를 통해서 개발 기술의 우수성을 확인함

### 2. 평가시 고려할 사항 또는 요구사항

### 3. 연구결과의 활용방안 및 향후조치에 대한 의견

- 현재 수요기업인 농협경제지주와 그 계열사들과 연구결과의 실시에 대해서 구체적인 사항들이 논의 중이며 농협경제지주에서도 경제성 및 시장성을 바탕으로 구체적인 실행 방안에 대해서 검토 중임

#### IV. 보안성 검토

○ 해당사항 없음

※ 보안성이 필요하다고 판단되는 경우 작성함.

##### 1. 연구책임자의 의견

##### 2. 연구개발기관 자체의 검토결과

# 연구성과 활용계획서

## 1. 연구과제 개요

사업추진형태	<input type="checkbox"/> 자유응모과제 <input checked="" type="checkbox"/> 지정공모과제	분 야		
연구과제명	왕겨 고기능성, 고부가가치 산업소재화 공정기술 개발 및 상용화			
주관연구개발기관	한국세라믹기술원	주관연구책임자	이진형	
연구개발비	정부지원 연구개발비	기관부담연구개발비	기타	총연구개발비
	400,000,000	150,167,000	400,000,000	950,167,000
연구개발기간	2019.09.25.~2021.09.24. (24개월)			
주요활용유형	<input type="checkbox"/> 산업체이전 <input type="checkbox"/> 교육 및 지도 <input type="checkbox"/> 정책자료 <input type="checkbox"/> 기타(    ) <input checked="" type="checkbox"/> 미활용 (사유: 참여기관의 기술실시 준비 중    )			

## 2. 연구목표 대비 결과

당초목표	당초연구목표 대비 연구결과
① 농업 부산물인 왕겨의 주요 성분이 산업용 소재로 활용하기 위한 분리/추출 기술 - 추출효율 : $\geq 60\%$ - 왕겨 실리카 순도 : $\geq 95\%$	- 대용량 알칼리 연속식 침출 수율 96.2% - 왕겨 실리카 순도 99.1%
② 실제 상용화 공정에 적용할 수 있는 대용량 공정 기술 - 처리용량 : $\geq 10\text{kg/일}$	- 왕겨 처리용량 20.2 kg/일
③ 고부가가치 활용을 위한 왕겨 실리카와 섬유 분의 소재화 기술 - 시제품 3건	- (왕겨)CNF-보습제 - (왕겨)CNF-점도조절제 - 왕겨나노섬유(자외선차단보조제) - 왕겨나노섬유(자외선차단제) - 허니라이트마스크팩 - 네이처코스텍 자외선 차단제
④ 왕겨 실리카 마이크로입자 산업용 소재 - 입자 균일도 : $\leq 50\%$	- 입자균일도 28.7% ( $0.804 \pm 0.231 \mu\text{m}$ )
⑤ 발수 코팅용 실리카 용액 - 물 접촉각 : $\geq 130^\circ$	- 물 접촉각 $159^\circ$
⑥ 자외선 차단 시제품 - 나노섬유 폭 : $\leq 40\text{nm}$	- 나노 섬유 폭 4.83nm

### 3. 연구목표 대비 성과

(단위 : 건수, 백만원, 명)

성과 목표	사업화지표										연구기반지표								
	지식 재산권				기술 실시 (이전)		사업화				기술 인증	학술성과			교육 지도	인력 양성	정책 활용·홍보		기타 (수상)
	특허 출원	특허 등록	품종 등록	S M A R T 평 가 제 도	건 수	기술 료	제 품 화	매 출 액	수 출 액	고 용 창 출		투 자 유 치	논 문				학 술 발 표	정 책 활 용	
											SCI		비 SCI	논 문 평 관 I F					
단위	건	건	건	건	백 만 원	건	백 만 원	백 만 원	백 만 원	명	백 만 원	건	건	건	명	건	건		
가중치	20					20	30		10	10							10		
최종 목표	8	8				7	780		4	2	5	2	2.0	12	4		13		
당해 년도	목표	7				2	30		2		2	1	2.0	9	3		3		
	실적	9			2	14.3	6	34		8		2	1	3.9	4		7	1	
달성률 (%)	100					100	100		100		100	100	100	100	100		100		

### 4. 핵심기술

구분	핵심기술명
①	왕겨로부터 실리카 추출 및 섬유분 분리 기술
②	무계면활성제 기반 실리카 합성 기술
③	왕겨 추출 전기방사형 나노섬유 개발 기술
④	왕겨 기반 화장품 소재화 기술

### 5. 연구결과별 기술적 수준

구분	핵심기술 수준					기술의 활용유형(복수표기 가능)				
	세계 최초	국내 최초	외국기술 복제	외국기술 소화·흡수	외국기술 개선·개량	특허 출원	산업체이전 (상품화)	현장애로 해결	정책 자료	기타
①의 기술	v					v	v			
②의 기술	v					v	v			
③의 기술	v					v				
④의 기술		v				v	v			

\* 각 해당란에 v 표시

6. 각 연구결과별 구체적 활용계획

핵심기술명	핵심기술별 연구결과활용계획 및 기대효과
①의 기술	- 수요기업인 농협경제지주를 통해서 RPC현장에 적용하여 실시할 계획 논의중 - 개발 기술 중 일부 기술은 현재 기업에 기술이전하여 산업화 진행 중
②의 기술	- 수요기업인 농협경제지주를 통해서 RPC현장에 적용하여 실시할 계획 논의중
③의 기술	- 수요기업인 농협경제지주를 통해서 RPC현장에 적용하여 실시할 계획 논의중
④의 기술	- 참여기업인 (주)네이처코스텍에서 제품화에 활용 중

7. 연구종료 후 성과창출 계획

(단위 : 건수, 백만원, 명)

성과 목표	사업화지표										연구기반지표								
	지식 재산권				기술 실시 (이전)		사업화				기술 인증	학술성과			교육 지도	인력 양성	정책 활용·홍보		기타 (수상)
	특허 출원	특허 등록	품종 등록	S M A R T P R O T E C T E D	건 수	기술 료	제 품 화	매 출 액	수 출 액	고 용 창 출		투 자 유 치	논문				학 술 발 표	정 책 활 용	
											SCI		비 SCI	논 문 평 균 I F					
단위	건	건	건	건	백 만 원	건	백 만 원	백 만 원	명	백 만 원	건	건	건	건	명	건	건		
가중치	20					20	30		10	10							10		
최종목표	8	8				7	780		4	2	5	2	2.0	12	4		1		
연구기간내 달성실적	9				2	14.3	6	34	8		2	1	3.9	12	4		7	1	
연구종료후 성과창출 계획	1	8				5	750		2	2	3	1	2.0	3	1		10		

8. 연구결과의 기술이전조건(산업체이전 및 상품화연구결과에 한함)





## 주 의

1. 이 보고서는 농림축산식품부에서 시행한 농림축산식품연구개발사업 농축산물안전유통 소비기술개발사업 최종보고서이다.
2. 이 연구개발내용을 대외적으로 발표할 때에는 반드시 농림축산식품부(농림식품기술기획평가원)에서 시행한 농축산물안전유통소비기술개발사업의 결과임을 밝혀야 한다.
3. 국가과학기술 기밀 유지에 필요한 내용은 대외적으로 발표 또는 공개하여서는 안 된다.