

碩士學位論文

제주도산 신서란 섬유의 정련에 관한 연구



濟州大學校 大學院

衣類學科

李 炫 卓

2004年 12月

제주도산 신서란 섬유의 정련에 관한 연구

指導教授 李 惠 善

李 炫 卓

이 論文을 理學 碩士學位 論文으로 提出함



2004年 12月

李炫卓의 理學 碩士學位 論文을 認准함

審査委員長_____ 印

委 員_____ 印

委 員_____ 印

濟州大學校 大學院

2004年 12月

A Study on Scouring of *Phormium Tenax* Fiber
of Jeju Island

Hyoun-Tak Lee

(Supervised by professor Hye-Sun Lee)



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE

DEPARTMENT OF CLOTHING AND TEXTILE
GRADUATE SCHOOL
CHEJU NATIONAL UNIVERSITY

2004. 12.

Abstract

As well-being culture has recently spread all around the nation, apparel industry has tried to keep up with this trend by using environment friendly and beneficial fiber to human body, which led further interest in developing new natural fiber material with various functions. However, the fact that the nation has short source of natural fiber made us to heavily depend on import from overseas. In addition, due to the traditional production method of hemp fibers in Korea, natural hemp fibers are very expensive. Yet the good news is that *Phormium tenax* fiber of Jeju Island has economic and environmental advantages when it comes to adaptation to climate and soil as well as easiness to culture. In this study, the chemical composition of *Phormium tenax* of Jeju Island is surveyed and the ultimate chemical scouring condition not to harm the quality of *Phormium tenax* fiber is searched by means of varying the scouring disposal condition to remove non-cellulose factors. The goal of this study is to gain high value-added natural fiber accompanied with economic benefit.

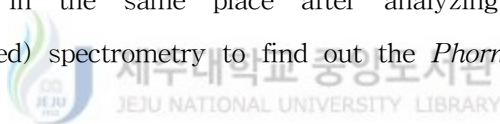
The pure celluloses after removing non-cellulose factors such as water-soluble, sodium hydroxide soluble, pectin, lignin and hemi-cellulose can be obtained. The analysis of the chemical composition of *Phormium tenax* when processed with 1.0% sodium hydroxide was 16.0% of water-soluble, 18.8% of sodium hydroxide soluble, 0.5% of pectin, 8.9% of lignin, 8.7% of hemi-cellulose and 47.1% of cellulose.

When getting rid of sodium hydroxide soluble, the effect according to the processing concentration was direct proportion as the concentration of sodium hydroxide rose, the effect of its soluble removal increased. The higher and the longer the processing temperature and time were, the better the effect was. Yet,

the best alkali processing condition occurred when the concentration of sodium hydroxide was 1.0% and it stayed for 60 minutes at 100°C to raise the soluble of cellulose.

The observation of the cross-sectional and longitudinal view of *Phormium tenax* fiber was performed through SEM(scanning electron microscope) to confirm that there was no remaining of non-cellulose and to find out the changing patterns of cellulose step by step. The clear results of removing non-cellulose factors could not be obtained from each step consequently leading to total pure fiber at the end.

The verification of the pure cellulose factors such as cotton shape can be found as *Phormium tenax* fiber without non-cellulose and absorption spectrum peak appeared in the same place after analyzing through FT-IR(fourier transform infrared) spectrometry to find out the *Phormium tenax* fiber without non-cellulose.



목 차

I. 서 론	1
II. 재료 및 방법	4
1. 실험재료	4
2. 실험방법	5
1) 물가용분 분석	5
2) 수산화나트륨 가용분 분석	5
(1) 처리 농도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과	5
(2) 처리 온도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과	6
(3) 처리 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과	6
3) 펙틴 함량 분석	6
4) 리그닌 함량 분석	7
5) 헤미셀룰로오스 함량 분석	7
6) 전자현미경 분석	8
7) 적외선 흡수 스펙트럼 분석	8
III. 결과 및 고찰	9
1. 물가용분 분석	9
2. 수산화나트륨 가용분 분석	10
1) 처리 농도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과	10

2) 처리 온도 및 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과	11
3. 펙틴 함량 분석	13
4. 리그닌 함량 분석	15
5. 헤미셀룰로오스 함량 분석	17
6. 셀룰로오스 함량 분석	18
7. 전자현미경 분석	21
8. 적외선 흡수 스펙트럼 분석	28
IV. 결 론	30
참고문헌	32



List of Tables

Table 1.	Contents of water-soluble of <i>Phormium tenax</i> leaf	9
Table 2.	Contents of sodium hydroxide soluble and handle of <i>Phormium tenax</i> processed with various sodium hydroxide concentrations (reaction temperature;100°C, reaction time;60min)	10
Table 3.	Contents of sodium hydroxide soluble and handle of <i>Phormium tenax</i> processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;1.0%)	11
Table 4.	Contents of sodium hydroxide soluble and handle of <i>Phormium tenax</i> processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;2.0%)	12
Table 5.	Contents of sodium hydroxide soluble and handle of <i>Phormium tenax</i> processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;4.0%)	12
Table 6.	The weight percents of the <i>Phormium tenax</i> fibers various chemical treatments	19
Table 7.	The chemical properties of the <i>Phormium tenax</i> fibers	19

List of Figures

Figure 1. A photograph of <i>Phormium tenax</i>	4
Figure 2. Pectin structure.	13
Figure 3. Junctions between plant cells.	14
Figure 4. Some typical monomers of lignin.	15
Figure 5. Schematic of the interrupted lamella model for the ultrastructural arrangement of lignin and carbohydrate in the wood cell wall.	16
Figure 6. Contents of chemical components of <i>Phormium tenax</i> fiber.	20
Figure 7. Photomicrographs of <i>Phormium tenax</i> leaf. (a) cross-sectional($\times 300$) (b) longitudinal($\times 100$)	23
Figure 8. Photomicrographs of removing sodium hydroxide(1.0%) soluble of <i>Phormium tenax</i> fibers. (a) cross-sectional($\times 300$) (b) longitudinal($\times 100$)	24
Figure 9. Photomicrographs of removing pectin of <i>Phormium tenax</i> fibers. (a) cross-sectional($\times 1000$) (b) longitudinal($\times 100$)	25

Figure 10. Photomicrographs of removing lignin of <i>Phormium tenax</i> fibers. (a) cross-sectional($\times 1000$) (b) longitudinal($\times 100$)	26
Figure 11. Photomicrographs of removing hemicellulose of <i>Phormium tenax</i> fibers. (a) cross-sectional($\times 1000$) (b) longitudinal($\times 100$)	27
Figure 12. FT-IR spectrum of <i>Phormium tenax</i> leaf, <i>Phormium tenax</i> fiber and cotton.	29



I. 서론

마(麻)라고 하면, 주로 의료(衣料)에 사용되는 아마(亞麻, *Linum usitatissimum*) · 저마(苧麻:모시, *Boehmeria nivea*) · 대마(大麻:삼베, *Cannabis sativa*)와 포장용으로 쓰이는 황마(黃麻, *Corchorus capsularis*) 등의 식물 줄기에서 채취되는 인피섬유(韌皮纖維), 마닐라삼(*Musa textilis*) · 사이잘삼(*Agave sisalina*) · 뉴질랜드삼(*Phormium tenax*) · 파인애플섬유(*Ananas comosus*)등과 같이 앞에서 채취되는 엽섬유(葉纖維:leaf fibers), 야자섬유와 같은 과실섬유(果實纖維) 및 기타 이와 비슷한 단단한 섬유를 포함한 것을 말한다(두산세계대백과, EnCyber).

의복재료로서의 마(麻)의 사용은 인류가 일정한 장소에 정착하여 농경생활을 하면서 부족국가를 이룬 신석기시대부터 간단한 옷을 만들어 입기 시작하면서 사용되었다. 고대 이집트의 나일강 유역에서 발견된 아마포(BC 약 3000년), 스위스의 듀엘러 호반에서 마직물(BC 약 5000년), 이 밖에도 잉카 · 마야 · 인디언의 고대문화 유적에서 마직물을 찾아 볼 수 있다.

이처럼 마섬유의 역사가 오래된 만큼 이에 관한 많은 연구들이 있다. 권 등(1997)은 NaOH처리 아마섬유의 구조 및 물리적 성질에 대해서, 한 등(2003)은 국내 재배 케냐프를 이용한 의류 소재 개발에 대해서, 이 등(1991)은 *Yucca*의 성숙도와 알칼리 처리 농도에 따른 섬유의 수율 및 물성에 관해 연구하였다.

그 외에도 마의 정련을 위해서 알칼리나 효소 처리를 이용하는 여러 방법들과 마섬유의 물성 개선을 위한 많은 연구가 보고되어 있다(이 등 2004. 우, 1973).

그러나 이들 다수의 연구는 대부분 인피섬유를 대상으로 이루어졌고 *Yucca*나 *Phormium* 같은 엽맥섬유에 대한 연구는 한정되어 있다(이 등 1991. 김, 1999).

신서란(新西蘭)은 쌍떡잎식물 백합목 백합과의 여러해살이풀로서 *Phormium tenax*라는 학명을 가지고 있다. 뉴질랜드(New Zealand)가 원산지이며 높이는 1-2m이다. 옆으로 뻗는 뿌리줄기에서 긴 칼 모양의 잎이 뭉쳐난다. 잎은 끝이 뾰족하고 길이가 1-3m, 폭이 5cm 이상이며 섬유질이 잘 발달하였다. 꽃은 7-8월에 검붉은빛 또는 황색으로 피고 잎 사이에서 나온 높이 2-3m의 꽃줄기에 복층상꽃차례를 이루

며 많은 수가 달린다. 꽃의 길이는 4-5cm이고, 대롱 모양의 통꽃이다. 열매는 삭과이고 10월에 익는다. 뉴질랜드와 오스트레일리아를 비롯해 아시아의 온난한 지방에 분포한다. 관상용으로 정원에 심거나 분재하기도 한다.

섬유는 유연하고 탄력이 있으며 잘 찢지 않고 소금기에 강하기 때문에 선박용 밧줄·돛·갈래·종이의 원료로 이용한다. 뉴질랜드의 마오리족은 이것으로 비단과 같이 부드럽고 광택 있는 의복용 직물을 제조하고 있다. 또 마닐라삼이나 사이잘삼(sisal hemp) 등의 섬유와 혼합하여 직물을 제조할 수도 있다. 번식은 씨뿌리기도 하지만 주로 포기나누기로 한다. 수확은 심은 후 2년째부터 하는데, 1년에 1회 잎을 수확한다. 수확한 잎을 바로 기계로 분해한 후 물에 잘 씻고 햇볕에 말린 다음 솜타는 기계로 섬유를 부드럽게 만든다(두산세계대백과, EnCyber).

우리나라 제주도에서도 원산지에서와 거의 동일한 생육상태를 보이며 잘 자라는 것으로 보아 기후와 토질이 신서란 재배에 매우 적합한 것으로 생각된다(김, 1999).

과거 제주인들은 신서란을 다양한 용도로 널리 활용하였다. 새끼를 꼬아 농사용이나 선박용 밧줄로 사용하였는데 1960년대 이후 합성섬유의 보급에 따라 신서란은 점차 사용빈도가 줄어들어 현재는 거의 이용되지 않고 있다.

최근 섬유 의류 분야에서도 환경친화적이고 인체에 유익한 섬유를 사용하려는 욕구가 증대됨에 따라 섬유소재의 새로운 개발방향으로 천연 기능성 섬유가 관심을 끌고 있다. 기존의 천연 재료를 이용해 고품질의 섬유를 생산해내거나 새로운 부가가치를 부여하는 섬유들이 개발되고 있다.

그런데 국내에서 재배된 인피섬유인 대마나 저마는 그 수량도 풍부하지 않으며 수작업으로 진행되어 고가로 생산되는 실정이다. 현재 국내에서는 천연섬유 원료를 대부분 수입에 의존하고 있으며 무역 개방화로 중국 등 주변 국가들로부터 저가의 섬유원료 및 직물의 유입이 증가하고 있다. 따라서 경제성을 수반한 고부가가치의 천연섬유를 얻기 위한 노력이 필요하다.

몇 년 전부터 제주도에서는 농산물 시장개방에 따라 감귤원의 폐원이 증가하고 있다. 신서란은 기후와 토양에 대한 적응성, 재배용이성, 내병충해성 등 경제적이고 친환경적인 특징을 가지고 있다. 이에 감귤대체작목의 하나로써 가능성을 검토해보고 있는 가운데 최근 제주도에서 자생하는 신서란 군락지가 북제주군 애월읍 고내리 해안에서 발견됨에 따라 신서란에 대해 다시 관심을 갖게 되었다. 그런데 신서

란 섬유는 다른 셀룰로오스계 섬유들과 비교하여 볼 때, 피복 소재와 관련한 연구가 거의 이루어지지 않았다.

따라서 신서란에 대한 연구가 필요하다고 생각되어 제주도산 신서란 식물의 잎을 채취하여 화학적 조성을 조사하고, 순수 섬유질만 분리할 수 있도록 펙틴, 리그닌, 헤미셀룰로오스 등의 비셀룰로오스 성분을 제거하는 정련 공정을 다양한 조건으로 실시하여 신서란 섬유의 품질을 손상시키지 않는 최적의 조건을 찾고자하였다.



II. 재료 및 방법

1. 실험재료

제주시 오라 2동 소재 밭에서 재배한 지 5년이 되는 신서란(*Phormium tenax*)에서(Fig. 1) 길이 1m 이상이 되는 잎만 잘라내어 파쇄기로 파쇄한 후 자연 건조시켜 보관한 시료를 사용하였다.



Fig. 1. A photograph of *Phormium tenax*.

2. 실험방법

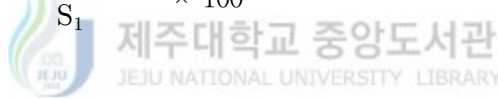
1) 물가용분 분석

신서란의 물가용분 분석은 한국공업규격(KS)의 펄프 원재의 물가용분 시험 방법 (M 7034)에 의해 건조한 신서란 잎 5g(S₁)을 길이 5cm가 되게 자른 후 플라스크에 넣고, 증류수 250ml를 넣어 액비 1:50으로 하여 환류 냉각기를 이용하여 100℃에서 3시간 처리하였다.

다음 플라스크 내의 추출 잔류물을 여과지로 거른 후 105℃에서 4-5시간 정도 완전 건조시킨 후 표준상태(온도: 20±1℃, 습도: 65±2% RH)로 24시간 방치하여 수분평형에 도달한 후 전자저울(BJ150S, sartorius)로 무게를 재었다(W₁).

물가용분(%)은 다음 식에 의하여 산출하였다.

$$\text{물가용분(\%)} = \frac{S_1 - W_1}{S_1} \times 100$$



2) 수산화나트륨 가용분 분석

위의 1)에서 얻은 시료를 5g(S₂)씩 채취하여 0.85%(v/v %) Triton X-100 수용액 250ml에 넣고 40℃에서 10분간 침지한 후 여과한 시료(A)를 아래의 조건에 따라 각각 처리한 후 분석하였다.

(1) 처리 농도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과

시료(A)를 각각 0.5%, 1.0%, 2.0%, 4.0%, 8.0%, 15.0% NaOH 수용액 250ml가 담긴 플라스크에 넣고 환류냉각기를 이용하여 100℃로 60분간 각각 처리하였다.

처리가 끝난 시료는 1.0% acetic acid 용액으로 중화시키고 뜨거운 물과 찬 물로 번갈아가며 3회 수세한 후 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다(W₂).

(2) 처리 온도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과

시료(A)를 각각 1.0%, 2.0%, 4.0% NaOH 수용액 250ml가 담긴 플라스크에 넣고 환류냉각기를 이용하여 60℃, 80℃, 100℃로 온도의 변화를 주어 60분간 처리하였다.

처리가 끝난 시료는 1.0% acetic acid 용액으로 중화시키고 뜨거운 물과 찬 물로 번갈아가며 3회 수세한 후 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다(W₂).

(3) 처리 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과

시료(A)를 각각 1.0%, 2.0%, 4.0% NaOH 수용액 250ml가 담긴 플라스크에 넣고 환류냉각기를 이용하여 100℃로 10분, 20분, 30분, 40분, 60분간 각기 처리 시간을 달리하여 처리하였다.

처리가 끝난 시료는 1.0% acetic acid 용액으로 중화시키고 뜨거운 물과 찬 물로 번갈아가며 3회 수세한 후 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다(W₂).

각각의 변인에 따른 수산화나트륨 가용분(%)은 다음 식에 의하여 산출하였다.

$$\text{수산화나트륨 가용분(\%)} = \frac{S_2 - W_2}{S_2} \times 100$$

또 의류학 전공 교수 및 대학원생 7명이 촉감에 따라 5등급(매우 좋음), 4등급(좋음), 3등급(보통), 2등급(나쁨), 1등급(아주 나쁨)의 5단계로 주관적 감각 평가를 실시하여 알칼리 처리에 의한 정련 정도를 파악하였다.

3) 펙틴 함량 분석

물가용분과 수산화나트륨 가용분을 제거한 건조 시료 중 5g(S₃)을 취하여 액비 1:50의 0.5%(w/w %) ammonium oxalate 용액 250ml에 넣고 85℃에서 24시간 처리하여 펙틴을 제거하였다.

처리가 끝난 시료는 수세한 후 여과하여 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다 (W₃).

펙틴 함량(%)은 다음 식에 의하여 산출하였다.

$$\text{펙틴 함량(\%)} = \frac{S_3 - W_3}{S_3} \times 100$$

4) 리그닌 함량 분석

위의 3)에서 얻어낸 시료(S₄)를 초산용액을 이용하여 pH 4로 만든(pH meter 430, Corning) 0.7%(w/w %) NaClO₂ 용액 250ml에 넣고 80℃에서 1시간 처리하고 냉각한 후 같은 방법으로 3회 반복하고 수세하였다. 다음 2.0%(w/w %) 아황산수소나트륨(NaHSO₃) 용액 150ml에 25℃에서 10분간 침지 후 리그닌을 제거하였다.

처리가 끝난 시료는 수세한 후 여과하여 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다 (W₄).

리그닌 함량(%)은 다음 식에 의하여 산출하였다.

$$\text{리그닌 함량(\%)} = \frac{S_4 - W_4}{S_4} \times 100$$

5) 헤미셀룰로오스 함량 분석

위의 4)에서 얻어낸 시료(S₅)를 18.0% 수산화나트륨 수용액 250ml에 상온에서 45분 처리한 후 증류수 250ml를 가하여 5분간 둔 다음 수세한 후 10.0% acetic acid 용액으로 중화하여 헤미셀룰로오스를 제거하였다.

처리가 끝난 시료는 수세한 후 여과하여 105℃에서 4-5시간 완전 건조하였다. 건조한 시료는 24시간 동안 표준상태에서 방치한 후 전자저울로 무게를 측정하였다 (W₅).

헤미셀룰로오스 함량(%)은 다음 식에 의하여 산출하였다.

$$\text{헤미셀룰로오스 함량(\%)} = \frac{S_5 - W_5}{S_5} \times 100$$

1)에서 5)까지의 처리 단계별 함량 분석은 무게(g)비로 산출하였다.

6) 전자현미경 분석

각 처리 단계별로 섬유와 비섬유질의 잔류유무를 확인하기 위해 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, S-3000N, Hitachi)을 통해 각 시료의 단면과 측면을 관찰하였다.

7) 적외선 흡수 스펙트럼 분석

비섬유질을 제거한 신서란 섬유의 섬유소 성분을 알아보기 위해 적외선 분광 분석법(Fourier Transform Infrared Spectrometry, Magna-IR 550 spectrometer, Nicolet)으로 신서란 섬유의 비섬유질을 제거한 전과 후의 흡수파장을 분석하고 또한 면 섬유의 고유 흡수파장을 그래프로 얻어 비교, 관찰하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 물가용분 분석

Table 1은 물에 가용성인 물질의 함량을 나타낸 것으로 수차례 측정 결과, 평균 16.0%였다. 김(1999)의 연구에서는 신서란 잎을 세 부위로 나누어 측정한 물가용분 평균값이 19.4%로 본 연구에서는 이보다 낮은 수치를 보였다. 이는 본 연구의 시료로 사용한 신서란 잎은 파쇄한 후 건조한 것으로 전처리 과정에서 어느 정도의 불순물이 떨어져 나간 것으로 사료된다.



Table 1. Contents of water-soluble of *Phormium tenax* leaf

	range	average
Contents of water-soluble (%)	14.8-18.2	16.0

2. 수산화나트륨 가용분 분석

1) 처리 농도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과

물가용분을 제거한 건조 시료를 수산화나트륨 수용액의 농도를 변화시켜 수산화나트륨 가용분을 제거한 결과를 Table 2에 나타내었다. 수산화나트륨 가용분 제거 효과는 농도에 따라 20.0-39.8%까지 나타났다. 수산화나트륨 수용액의 농도가 낮은 0.5%의 경우에는 수산화나트륨 가용분이 20.0%로 수산화나트륨 가용분 제거 정도가 저조했다. 수산화나트륨 수용액의 농도가 높아질수록 수산화나트륨 가용분 제거율이 점점 높아져 수산화나트륨 농도가 15.0%의 경우에는 39.8%까지 나타났다. 고농도 수산화나트륨에서 처리할 경우 헤미셀룰로오스 등의 불순물도 제거된다(이 등 2003)는 보고와 마찬가지로 수산화나트륨의 농도가 높아질수록 헤미셀룰로오스 등의 비섬유질 성분이 많이 제거되었다.

수산화나트륨 수용액 농도에 따른 촉감을 5단계로 주관적 감각 평가를 실시한 결과 0.5%, 2.0%, 4.0%, 8.0%의 경우는 4등급을 나타내었으며 1.0%, 15.0%에서는 5등급을 나타내어 수산화나트륨 수용액의 농도가 촉감에 의한 주관적 평가에 크게 영향을 미치지 않음을 알 수 있다.

Table 2. Contents of sodium hydroxide soluble and handle of *Phormium tenax* processed with various sodium hydroxide concentrations (reaction temperature:100°C, reaction time:60min)

NaOH Conc. (%)	Contents of NaOH soluble (%)	Grades
0.5	20.0	4
1.0	22.4	5
2.0	22.8	4
4.0	27.4	4
8.0	34.0	4
15.0	39.8	5

2) 처리 온도 및 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과

온도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과를 알아보기 위하여 1.0%, 2.0%, 4.0%의 수산화나트륨 수용액에 각각 60℃, 80℃, 100℃에서 60분간 처리하여 비교하였고 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과는 1.0%, 2.0%, 4.0%의 수산화나트륨 수용액에 각각 100℃에서 10분, 20분, 30분, 40분, 60분으로 처리하였다. 온도와 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과는 Table 3-5에 나타내었다.

Table 3-5에서 보는 바와 같이 처리 온도가 100℃ 미만이거나 처리 시간이 60분 미만일 때에는 수산화나트륨 가용분을 제거하는데 큰 효과를 보지 못하고 있다. 전체적으로 처리 시간이 길어질수록, 처리 온도가 높을수록 수산화나트륨 가용분 제거 효과가 증가하고 있다. 수산화나트륨 수용액 처리 시 100℃에서 60분간 처리하는 것이 수산화나트륨 가용분을 제거하는데 가장 적합한 조건임을 알 수 있다.



Table 3. Contents of sodium hydroxide soluble and handle of *Phormium tenax* processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;1.0%)

℃	min.	Contents of NaOH soluble (%)	Grades
100	10	16.6	2
	20	19.2	3
	30	20.4	4
	40	22.0	2
	60	22.4	5
80	60	20.4	3
60	60	14.0	2

Table 4. Contents of sodium hydroxide soluble and handle of *Phormium tenax* processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;2.0%)

℃	min.	Contents of NaOH soluble (%)	Grades
100	10	20.6	2
	20	20.0	2
	30	21.2	2
	40	22.0	2
	60	22.8	4
80	60	23.2	3
60	60	15.4	2

Table 5. Contents of sodium hydroxide soluble and handle of *Phormium tenax* processed with various reaction temperature and time (concentrations of sodium hydroxide solution;4.0%)

℃	min.	Contents of NaOH soluble (%)	Grades
100	10	22.0	2
	20	24.0	2
	30	24.2	4
	40	25.4	3
	60	27.4	4
80	60	27.8	3
60	60	19.2	2

3. 펙틴 함량 분석

Fig. 2에 나타난 펙틴(pectin)의 분자구조식을 보면 탄소와 산소의 이중결합 형태를 가지고 있다. 구조적으로 복합 다당류(complex polysaccharide)의 일종으로 분류되는 펙틴(pectin)은 식물 세포조직의 일차세포벽(primary cell wall)이나 세포 사이의 중간층(middle lamella)에서 발견된다(Fig. 3). 펙틴은 세포벽 내에서 조직의 기계적 강도 및 세포간의 부착력을 유지하는데 매우 중요한 작용을 한다(황과 전, 1996).

식물 세포벽에 존재하는 펙틴은 일반적으로 물, EDTA, CDTA, ammonium oxalate, sodium hexametaphosphate와 같은 킬레이트제(chelating agents), 산 혹은 알칼리 용액의 처리에 의하여 단계적으로 추출될 수 있다(황, 1993). 펙틴은 화학적 레팅 시 고농도의 수산화나트륨 처리에서 많은 부분 제거된다(이 등 2003).

Table 6은 신서란 섬유의 비섬유질 제거 단계별 추출 잔류물에 의한 각 성분의 함량을 나타낸 것이다. Table 6에 나타난 각 성분의 함량을 토대로 Table 7에 신서란 섬유의 화학적 조성을 나타내었다. JU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY

Table 7에 나타난 암모니움 옥살레이트 화합물에 용해되는 펙틴은 수산화나트륨의 농도와 관계없이 전체적으로 0.5%-1.3%로 나타난 것으로 보아 수산화나트륨 농도가 펙틴 제거에 큰 영향을 미치지 않는 것으로 보인다. 이는 이 등(2003)의 연구와 달리 저농도의 수산화나트륨 처리에서도 어느 정도의 펙틴은 제거된다고 볼 수 있다.

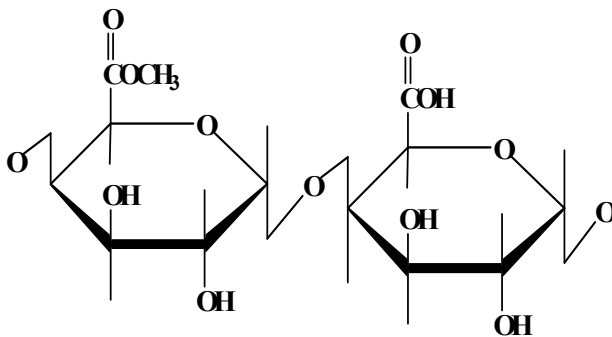


Fig. 2. Pectin structure.

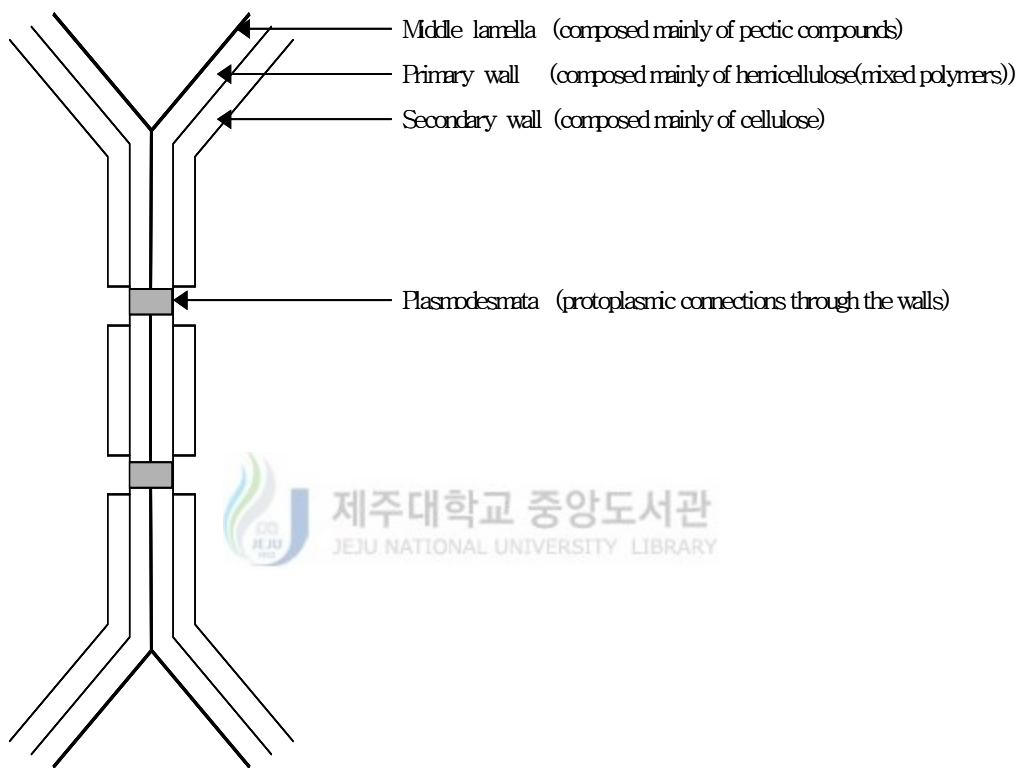


Fig. 3. Junctions between plant cells.

4. 리그닌 함량 분석

Fig. 4는 리그닌의 전형적인 모노머를 보여주고 있다. 화학구조는 벤젠고리에 탄소 3개가 붙은 페닐프로판형의 탄소골격으로 되어 있고, 이것들이 서로 결사슬과 결사슬, 벤젠고리와 결사슬로 결합된 나뭇가지 모양의 구조로, 분자량 5만 이상의 중합체이다. 대부분의 용매에 녹지 않아서 펄프제조 시 아황산처리로 리그닌을 가용화해서 제거한다(엠포스 백과사전).

리그닌(lignin)은 주로 syringyl-type monomer unit로 구성되어 있고 수산화나트륨과 같은 알칼리에 부분적으로 제거되는 것으로 전해진다(이 등 2003). 식물체 내에 10-20%정도 함유되어 섬유소와 헤미셀룰로오스에 긴밀하게 접촉하여 세포벽에 침투해 있으며 셀룰로오스 피브릴 사이에 결합을 더욱 공고히 하여 결정도를 높인다(조, 1984). 식물체 내의 셀룰로오스 피브릴과 리그닌이 엮은 막을 이루며 나란히 배열되어 있는 세포벽을 Fig. 5에 나타내었다(Terashima, 1980).

Table 7에서 보는 바와 같이 수산화나트륨 농도가 증가함에 따라 리그닌의 함량도 9.3%에서 7.7%로 점차 감소하는 것으로 보아 수산화나트륨 농도가 리그닌 제거에 영향을 미치고 있음을 알 수 있다. 이는 이 등(2003)의 선행 연구에 보고된 것과 일치한다고 볼 수 있다.

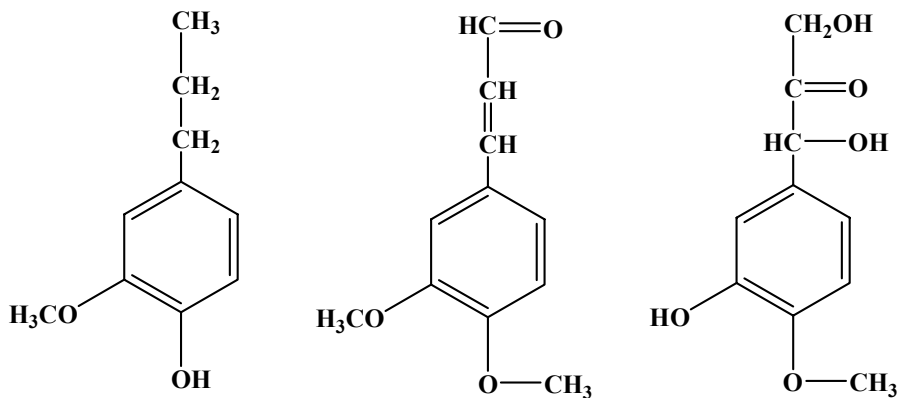


Fig. 4. Some typical monomers of lignin.

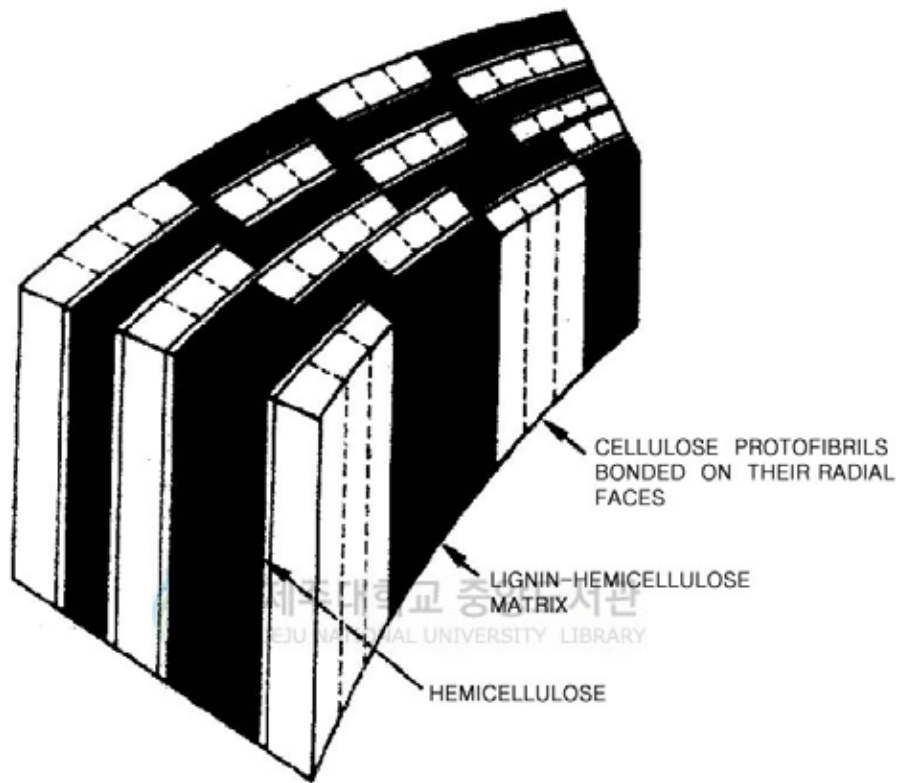


Fig. 5. Schematic of the interrupted lamella model for the ultrastructural arrangement of lignin and carbohydrate in the wood cell wall.

5. 헤미셀룰로오스 함량 분석

헤미셀룰로오스(hemicellulose)는 세포막을 구성하며 냉수에 추출되지 않고 알칼리에 의하여 쉽게 추출되며, 뜨겁고 묽은 무기산에 비교적 쉽게 가수분해되어 추출되는 다당류를 말하며 중합도도 셀룰로오스에 비해 적고 5탄당과 6탄당이 복합되어 있으며 리그닌과도 결합하고 있다(조 등 1997).

Table 7에서 수산화나트륨 농도를 0.5%로 처리한 경우에는 헤미셀룰로오스가 10.1%가 잔류하여 있었으나 농도가 증가할수록 그 잔류량이 점차 감소하여 15.0%의 수산화나트륨 처리 시료에서는 4.2%로 나타났다. 이는 처리 농도가 증가함에 따라 수산화나트륨 가용분 제거 시 헤미셀룰로오스 제거에도 영향을 미치고 있다고 해석할 수 있다. 수산화나트륨 농도를 12% 이상으로 하여 80℃로 가열할 경우 헤미셀룰로오스의 80% 이상이 제거된다고 보고된 것과 일맥상통하고 있다(이 등 2003).



6. 셀룰로오스 함량 분석

수산화나트륨 농도에 따른 신서란 섬유질의 셀룰로오스 수율은 38.7%-47.1%로 50% 미만인 것으로 확인되었다. Table 7에서 0.5%의 수산화나트륨 수용액으로 처리한 시료인 경우 최종 수율이 47.0%로 나타났고 수산화나트륨 농도가 증가함에 따라 수율은 점차 낮아져 수산화나트륨 농도가 15.0%일 때에는 38.7%로 매우 낮아졌다. Fig. 6에서 보는 바와 같이 수산화나트륨 처리 시 수산화나트륨 농도에 관계없이 펙틴과 리그닌은 어느 정도 일정하게 제거되는 것으로 나타났지만 헤미셀룰로오스 및 셀룰로오스는 수산화나트륨 농도가 높아질수록 더 많이 제거되었다. 이처럼 고농도의 수산화나트륨 처리 시 다량의 섬유질이 손상, 제거된 반면에 수산화나트륨 농도가 1.0%인 경우 셀룰로오스가 47.1%로 가장 높게 나타나 수산화나트륨 농도가 섬유질의 수율을 높이는 데 중요한 변인이 되고 있다. 또 Table 2를 보면 1.0%의 수산화나트륨 처리 시 주관적 감각 평가가 5등급으로 가장 높게 나타났다.

따라서 1.0%의 수산화나트륨 수용액에 100℃에서 60분간 처리하는 것이 섬유질의 손실도 줄이고 고품질의 섬유를 얻어낼 수 최적의 조건이다.

Table 6. The weight percents(%) of the *Phormium tenax* fibers various chemical treatments

Specimens		Before removing non-cellulose	Pectin (after treating with ammonium oxalate)	Lignin (after treating with NaHSO ₃)	Hemicellulose (after treating with 18.0% NaOH*)
NaOH Conc. (%)	0.5	100	1.2	13.8	15.0
	1.0	100	0.8	13.6	13.4
	2.0	100	2.0	13.2	12.8
	4.0	100	1.8	13.6	10.6
	8.0	100	1.0	15.6	7.6
	15.0	100	2.2	15.2	6.2

*Specimens of after treating with 18.0% NaOH is specimens of after removing non-cellulose

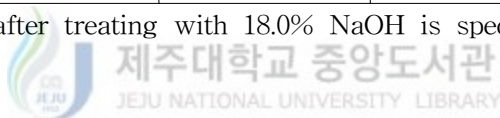
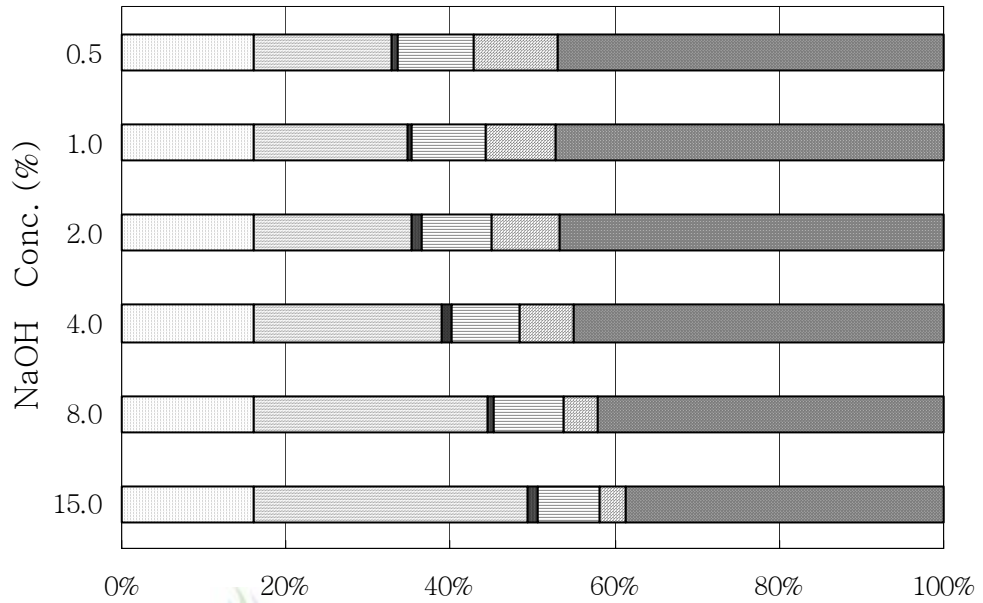



Table 7. The chemical properties of the *Phormium tenax* fibers

Chemical components		Contents of water soluble (%)	Contents of NaOH soluble (%)	Contents of pectin (%)	Contents of lignin (%)	Contents of hemi-cellulose (%)	Contents of cellulose (%)
NaOH Conc. (%)	0.5	16.0	16.8	0.8	9.3	10.1	47.0
	1.0	16.0	18.8	0.5	8.9	8.7	47.1
	2.0	16.0	19.2	1.3	8.6	8.3	46.6
	4.0	16.0	23.0	1.1	8.3	6.5	45.1
	8.0	16.0	28.6	0.6	8.6	4.2	42.0
	15.0	16.0	33.4	1.1	7.7	3.1	38.7




 제주대학교 중앙도서관
 JEJU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY
 Chemical components

- Contents of water soluble (%)
- ▨ Contents of NaOH soluble (%)
- Contents of pectin (%)
- ▩ Contents of lignin (%)
- ▧ Contents of hemicellulose (%)
- ▦ Contents of cellulose (%)

Fig. 6. Contents of chemical components of the *Phormium tenax* fibers.

7. 전자현미경 분석

Fig. 7은 신서란 잎의 단·측면을 전자현미경으로 관찰한 사진이다. 정련 전의 건조 신서란 잎의 단·측면도에서는 단섬유 상태로 분리되지 않고 여러 개의 섬유 다발(fiber bundle)이 전체적으로 엉켜 한 덩어리로 결합되어 있고(a) 섬유 다발층에는 펙틴을 비롯한 리그닌, 헤미셀룰로오스 등 비셀룰로오스 성분이 세포 사이사이에 결합하고 있는 것을 알 수 있다.(b)

Fig. 8는 1.0%의 수산화나트륨 수용액에 100℃에서 60분간 처리한 시료의 단·측면을 전자현미경으로 관찰한 것이다. Fig. 7과 비교하여 볼 때 섬유 결속 물질인 리그닌 등 수산화나트륨 수용액에 용해되는 물질이 제거되어 섬유 다발로 분리되는 것을 알 수 있다. 대부분의 섬유다발은 수 개에서 수십 개의 단섬유로 이루어져 있는데 각 단섬유를 묶고 있는 middle lamellae의 존재로 분리가 덜 되어서 다발의 형태로 생성된다고 볼 수 있다(한 등 2003). Fig. 8의 단면(a)에서 셀룰로오스계 섬유에 보이는 중공이 보이지 않고 있는데 이는 케냐프의 water retting에서 섬유다발 사이에 중공을 확인할 수 있었던 것과 달리(한 등, 2003) 화학적 레팅에서는 섬유의 팽윤에 의해 중공이 소멸되고 고농도에서의 처리는 머서화가 일어나 섬유측면에 권축현상이 일어난다고 보고된 것과 일치한다.(이 등, 2003)

Fig. 9는 펙틴 제거 시료를 전자현미경으로 촬영한 단·측면 사진으로 측면(b)에서는 이전 단계(Fig. 8)보다 세섬화가 매우 두드러진 것을 알 수 있으나 단면(a)에서는 확연히 눈에 띄는 변화는 없었다. 이는 이전의 수산화나트륨 처리 시 펙틴이 부분적으로 제거되어 잔류 펙틴 함량이 0.5%밖에 되지 않아 공간이 늘어나는 데에는 크게 영향을 미치지 않는 것으로 보여 진다.

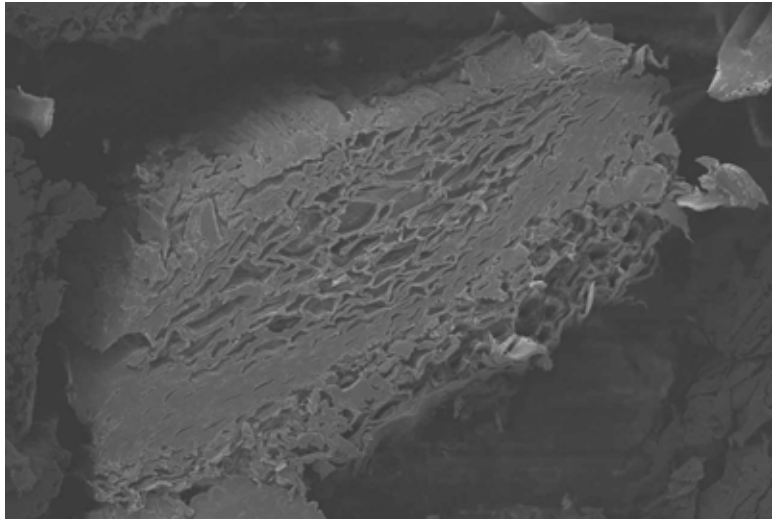
Fig. 10은 리그닌 제거 시료의 단·측면을 전자현미경으로 관찰한 것으로 단·측면 모두에서 단섬유의 경계가 뚜렷하게 나타나고 있다. 하지만 단면상으로 볼 때(a) 단섬유의 경계만 보일 뿐 확실히 분리가 이루어지지 않은 것으로 보아 경계면을 이룬 물질이 헤미셀룰로오스임을 알 수 있다.

마지막으로 헤미셀룰로오스 제거까지의 모든 처리를 끝낸 시료의 단·측면 전자현미경 관찰 사진이 Fig. 11에 나타나 있다. Fig. 11에 나타난 신서란 섬유의 단·

측면도에서 비점유질 성분이 거의 제거되어 셀룰로오스만 남아 있는 것이 확인되었다. 하지만 전자현미경 관찰만으로는 신서란 점유의 성분이 100% 셀룰로오스라 할 수는 없고 100%에 가까운 셀룰로오스 성분이라 판단할 수 있다.

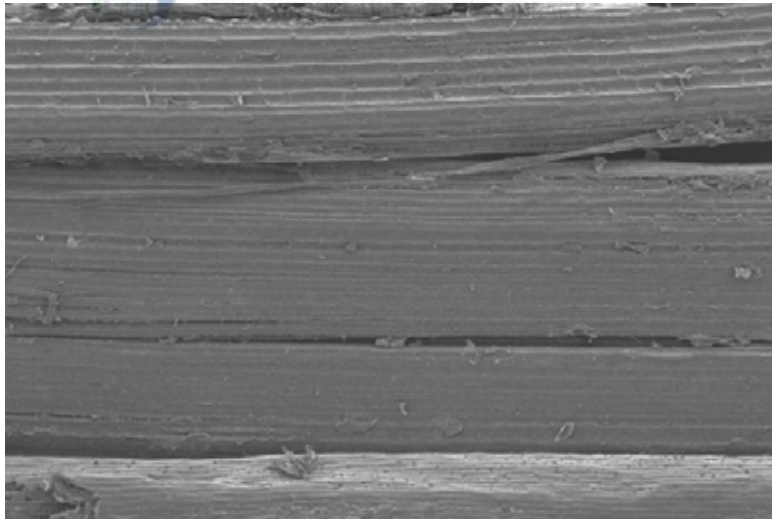
각 처리 단계별 단·측면도를 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 결과 세섬화되는 과정을 눈으로 확인할 수 있었으며 모든 처리가 끝나면 100%에 가까운 순수 셀룰로오스를 얻을 수 있다.





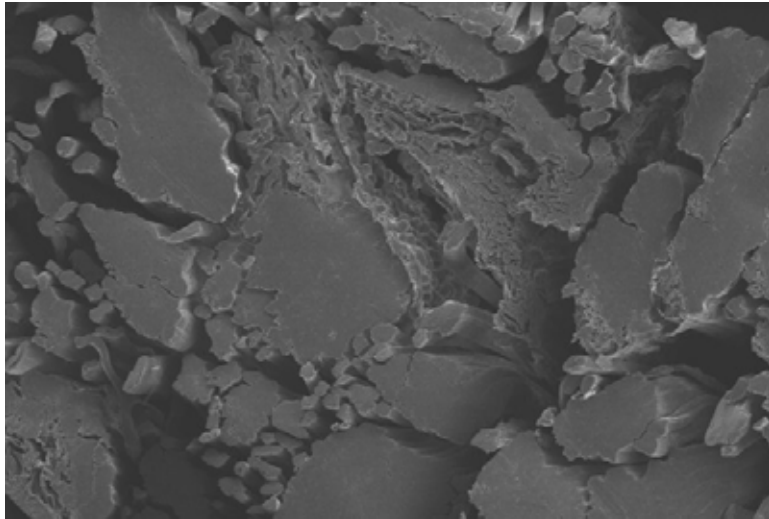
(a) cross-sectional ($\times 300$)

 제주대학교 중앙도서관

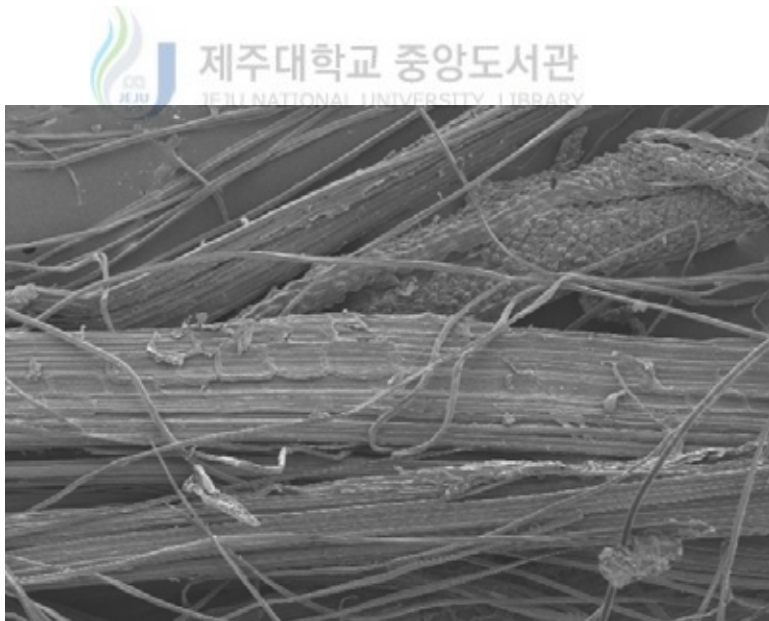


(b) longitudinal ($\times 100$)

Fig. 7. Photomicrographs of *Phormium tenax* leaf.

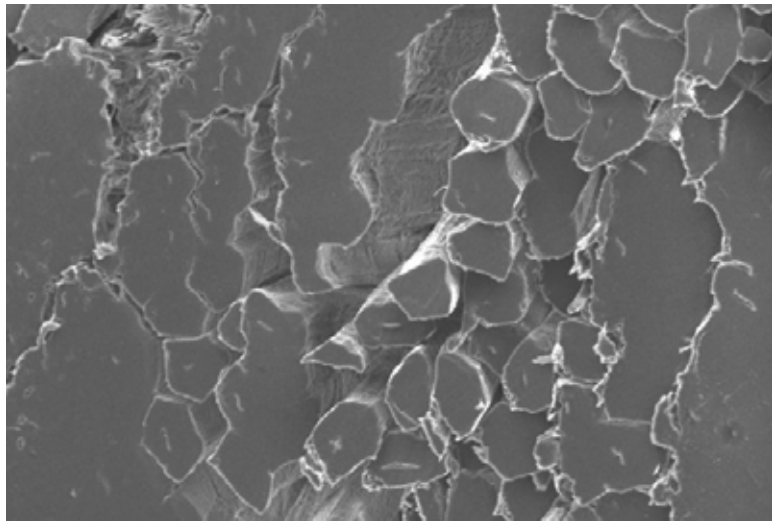


(a) cross-sectional ($\times 300$)

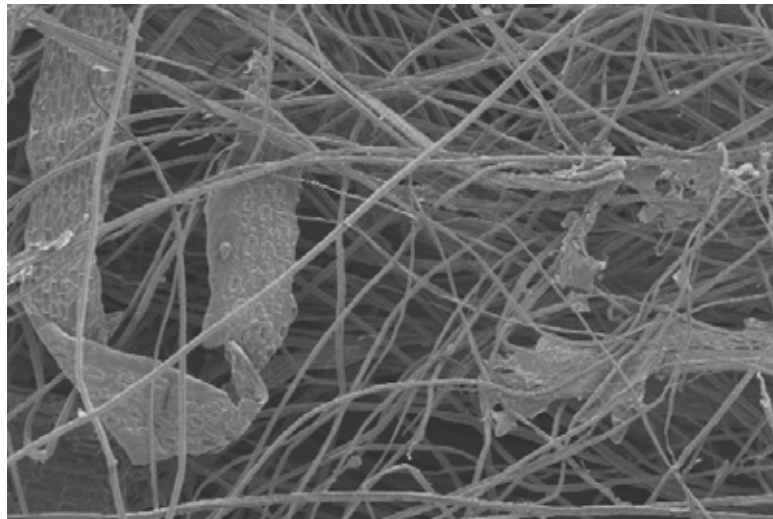


(b) longitudinal ($\times 100$)

Fig. 8. Photomicrographs of removing sodium hydroxide(1.0%) soluble of *Phormium tenax* fibers.

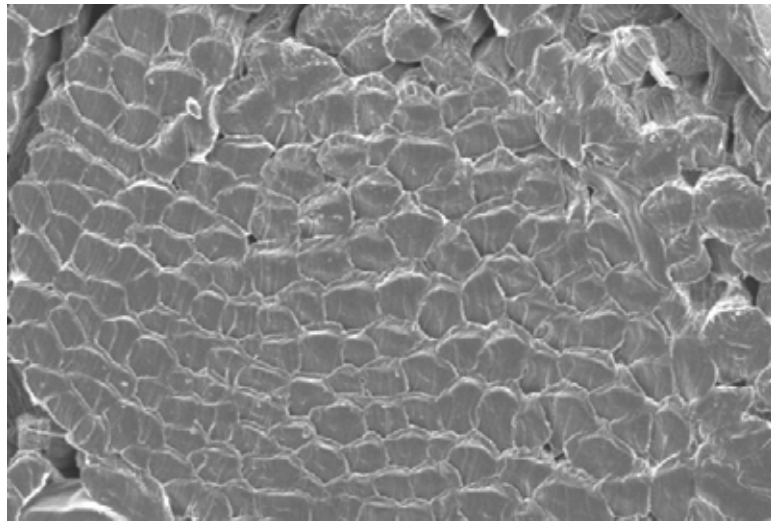


(a) cross-sectional ($\times 1000$)
제주대학교 중앙도서관
JEJU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY

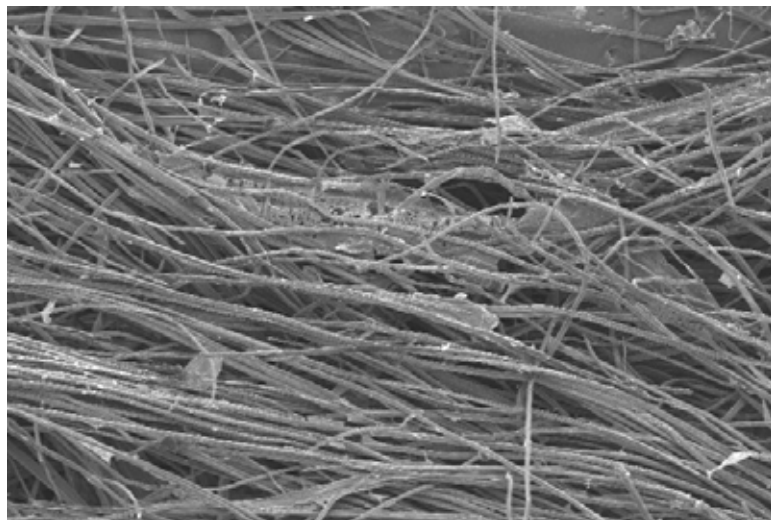


(b) longitudinal ($\times 100$)

Fig. 9. Photomicrographs of removing pectin of *Phormium tenax* fibers.

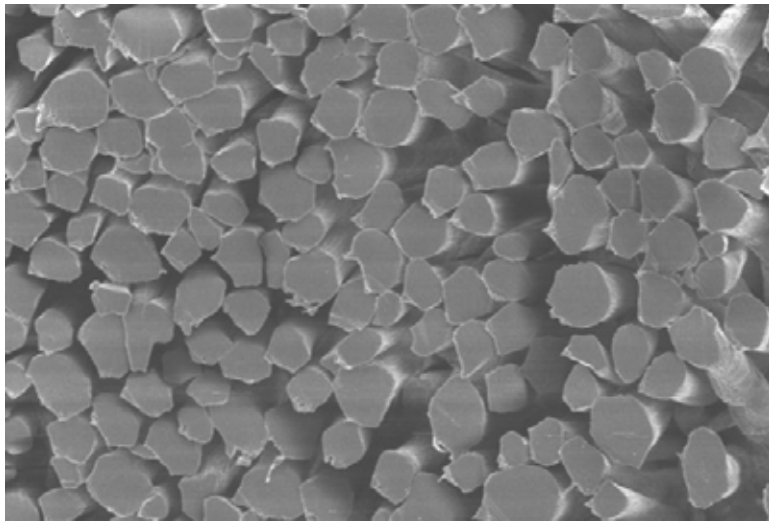


(a) cross-sectional ($\times 1000$)
제주대학교 중앙도서관
JEJU NATIONAL UNIVERSITY LIBRARY



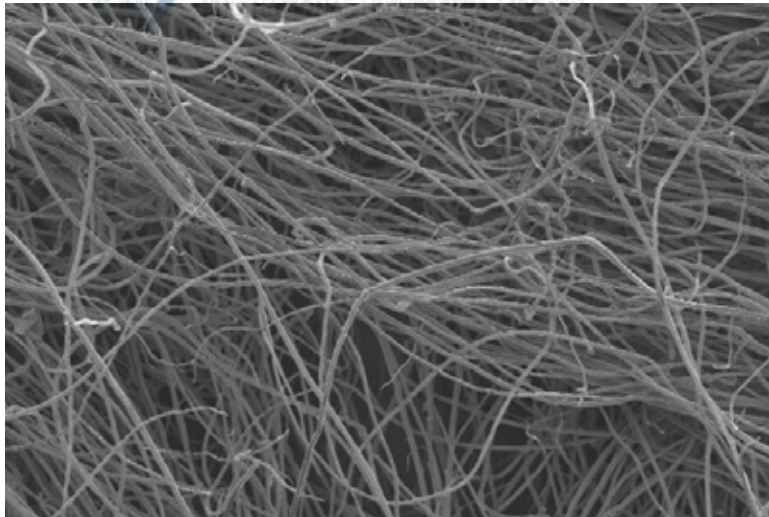
(b) longitudinal ($\times 100$)

Fig. 10. Photomicrographs of removing lignin of *Phormium tenax* fibers.



(a) cross-sectional ($\times 1000$)

 제주대학교 중앙도서관



(b) longitudinal ($\times 100$)

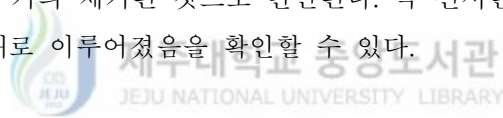
Fig. 11. Photomicrographs of removing hemicellulose of *Phormium tenax* fibers.

8. 적외선 흡수 스펙트럼 분석

비섬유질을 제거 전과 후의 건조 신서란 섬유와 면섬유를 분말로 만든 후 KBr pellet상으로 적외선 흡수 스펙트럼을 얻은 후 이를 Fig. 12에 나타내었다.

신서란 섬유에서 비섬유질 제거 전(Sample A)과 후(Sample E)의 적외선 흡수 스펙트럼을 분석한 결과 카르보닐기($-C=O$, 알데하이드, 유기산, 케톤 등)에 해당하는 $1800-1700\text{ cm}^{-1}$ 영역의 흡수띠가 소멸하는 것으로 나타났다. 카르보닐기는 비섬유질 구조에 존재하는 것으로(Fig. 2, Fig. 4) 정련 후 비섬유질 성분이 제거된 것임을 알 수 있다.

정련 후 섬유(Sample E)와 면섬유(Cotton)의 IR 흡수 스펙트럼을 비교한 결과, 정련 후 섬유는 전형적인 셀룰로오스 섬유인 면섬유와 매우 유사한 IR 흡수파장을 보여 비섬유질이 거의 제거된 것으로 판단된다. 즉 신서란 앞에서 비섬유질과 섬유의 분리가 제대로 이루어졌음을 확인할 수 있다.



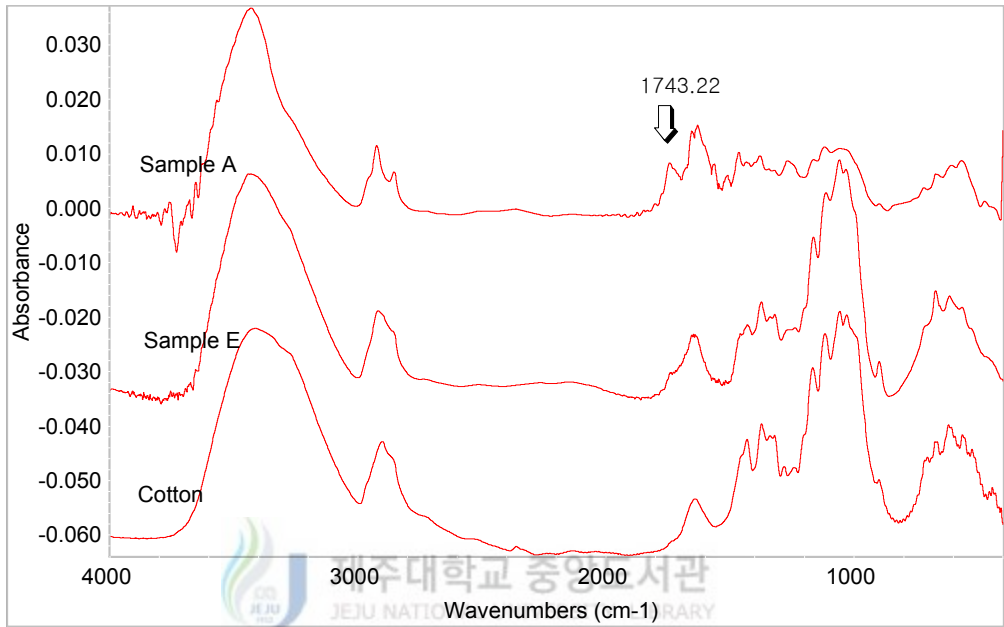


Fig. 12. FT-IR spectrum of *Phormium tenax* leaf, *Phormium tenax* fiber and cotton.

(Sample A : *Phormium tenax* leaf, Sample E : *Phormium tenax* fiber)

IV. 결론

본 연구는 제주도의 자생식물인 신서란의 특성을 알아보기 위하여 제주도에서 직접 채배한 신서란 식물의 잎을 채취하여 화학적 조성을 조사하고, 비섬유질을 제거하여 순수 섬유질만 얻어내기 위해 다양한 조건의 화학적 정련을 실시하여 최적의 정련 조건을 검토하였다. 실험 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 신서란 섬유질의 물가용분은 평균 16.0%로 나타났다.
2. 수산화나트륨 처리 농도에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과를 살펴보면 처리 농도가 증가함에 따라 그 효과는 점차 증가하였으며 수산화나트륨 농도 1.0% 일 때 섬유 손상이 가장 적은 적정 농도로 나타났다.
3. 수산화나트륨 처리 온도 및 시간에 따른 수산화나트륨 가용분 제거 효과를 살펴 보면 처리 온도가 증가할수록, 처리 시간이 길어질수록 그 효과는 점차 증가하였으며 온도 100℃, 시간 60분일 때 적정 처리 온도 및 처리 시간으로 나타났다.
4. 따라서 효율적인 정련을 위한 최적의 알칼리 처리 조건은 수산화나트륨 농도가 1.0%일 때 100℃에서 60분간 처리하는 것이 가장 효과적이다.
5. 1.0% 수산화나트륨 처리 시 비섬유질 함량은 물가용분 16.0%, 수산화나트륨 가용분 18.8%, 펙틴 0.5%, 리그닌 8.9%, 헤미셀룰로오스 8.7%였고 섬유질 함량은 47.1%였다.
6. 물가용분, 수산화나트륨 가용분, 펙틴, 리그닌, 헤미셀룰로오스 등의 비섬유질 제거 공정을 거쳐 솜 상태의 섬유질을 얻었다.
7. 전자현미경 관찰 분석 결과 처리 단계별 비섬유질 제거 효과가 뚜렷하게 나타났고 비섬유질이 제거된 단섬유 상태가 확인되었다.
8. 비섬유질 제거 후의 신서란 섬유의 섬유소 성분을 적외선 분광 분석법으로 분석한 결과 정련이 잘 되어 비섬유질 성분이 거의 없는 전형적인 셀룰로오스 섬유임을 확인하였다.

향후 실험결과를 토대로 신서란 섬유를 이용한 섬유제품의 원료섬유로서의 응용성과 기능성, 방직섬유 및 섬유제품제조 가능성 등을 검토하고 대량생산을 위한 기반시설을 확립할 경우 새로운 셀룰로오스 섬유재료로 활용될 가능성이 큰 것으로 사료된다.



참 고 문 헌

- 조헌정, 윤병호, 전양, 이학래, 1997, 펄프·제지공학, 선진문화사, p. 29.
- 조영호, 1984, Geotrichum sp.에 의한 Cellulase 생산 및 효소당화를 위한 벗집의 전처리 효과에 관한 연구, 중앙대학교 대학원 논문집, 2.
- 두산세계대백과 EnCyber, <http://www.encyber.com/>
- 엠파스백과사전, <http://100.empas.com/>
- 한국공업규격, 1982, KS M 7058.
- 한국공업규격, 1983, KS M 7034.
- 한영숙, 유혜자, 이해자, 이진숙, 김정희, 송경현, 안춘순, 2003, 국내 재배 케냐프를 이용한 의류 소재 개발 연구, 한국의류학회지, 27(7).
- 황재관, 1993, 펙틴의 정제 및 분석, 한국영양식량학회지, 22(4).
- 황재관, 전향숙, 1996, 펙틴 다당류의 구조 및 기능, 한국식품개발연구원.
- 정선화, 조남석, 최태호, 2002, 대용섬유자원으로써 어저귀를 이용한 한지제조 - 어저귀의 건물 생산량 및 펄프화 특성-, 목재공학회지 30(2).
- 김인규, 신동규, 1996, 섬유재료, 백산출판사.
- 김문정, 1999, Phormium Tenax 섬유의 물리·화학적 특성, 경북대학교 석사학위논문.
- 김성린, 2002, 피복재료학, 교문사.
- 권해용, 박영환, 공영선, 1997, NaOH처리 아마섬유의 구조 및 물리적 성질, 한국섬유공학회지, 28(7), p. 493-509.
- 이진숙, 안춘순, 송경현, 유혜자, 이해자, 김정희, 2001, 섬유제품의 성능유지와 관리, 형설출판사.
- 이대운 외 3인, 1999, 기기분석, 대한교과서, p.249.
- 이혜자, 한영숙, 유혜자, 김정희, 송경현, 안춘순, 2003, 케냐프 섬유 분리에 대한 화학적 레팅효과, 한국의류학회지, 27(9/10).
- 이혜자, 안춘순, 김정희, 유혜자, 한영숙, 송경현, 2004, 효소 레팅에 의한 케냐프 섬유의 분리-킬레이터의 영향-, 한국의류학회지, 28(7).

- 이현철, 2001, 신서란 섬유를 이용한 종이제조 및 특성평가, 경북대학교 석사학위논문.
- 이상규, 류덕환, 이은우, 1991, Yucca잎의 성숙도와 알칼리 처리 농도에 따른 섬유의 수율 및 물성에 관한 연구, 한국섬유공학회지, 28(7).
- 박기현, 1988, 마직물의 보존성에 영향을 미치는 인자의 상관·회귀분석에 관한 연구, 숭실대학교 논문집, 5.
- Terashima, N. 1980, Formation and structure of lignin, 한국목재공학회지, 8(3).
- 우지형, 1973, 발효에 의한 아마섬유의 정련에 관한 연구-선정된 유용균 “FN-3”의 정련 작용에 관하여-, 한국섬유공학회지, 10(3).



감 사 의 글

새로운 것에 도전한다는 것만으로도 행복했던 설레임이 어느덧 아쉬움으로 마감하게 됩니다.

본 논문이 이루어지기까지 많은 이해와 세심한 배려로 지도해주신 이해선 교수님께 감사를 드리며 바쁘신 와중에도 각별한 관심을 가지고 성심껏 지도해주신 유장걸 교수님과 변종철 교수님께도 깊은 감사와 존경의 마음을 전합니다. 아울러 본 연구 논문을 쓸 수 있게 항상 격려해주신 학과 교수님들께도 감사드립니다.

또한 처음부터 끝까지 항상 도움이 되어 주신 한충훈 선생님을 비롯하여 학과 선후배님들에게 감사를 드리며 언제나 동기들이 힘이 될 수 있도록 도와준 선철이와 같이 고생한 대협이에게도 고마움을 전합니다.

마지막으로 제가 어렵고 힘들 때 항상 저를 믿고 물심양면으로 힘써주신 가족들에게도 진심으로 감사드립니다.

2005년 2월

이 현 탁