



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2020년05월14일  
(11) 등록번호 10-2110787  
(24) 등록일자 2020년05월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B27K 3/08 (2006.01) B27K 3/34 (2006.01)  
C08H 8/00 (2010.01)  
(21) 출원번호 10-2014-7025053  
(22) 출원일자(국제) 2013년02월07일  
심사청구일자 2018년02월05일  
(85) 번역문제출일자 2014년09월05일  
(65) 공개번호 10-2014-0125841  
(43) 공개일자 2014년10월29일  
(86) 국제출원번호 PCT/EP2013/052429  
(87) 국제공개번호 WO 2013/117641  
국제공개일자 2013년08월15일  
(30) 우선권주장  
12154335.9 2012년02월07일  
유럽특허청(EPO)(EP)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020100114897 A\*  
KR1020070012238 A  
KR1020060030587 A  
KR1020130054266 A  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
타이탄 우드 리미티드  
영국 원저 에스엘4 1비이 시트 스트리트 로얄 앨버트 하우스  
(72) 발명자  
폴, 버나더스 조셉 마리아  
영국 원저 에스엘4 1비이 시트 스트리트 로얄 앨버트 하우스 내  
알렉산더, 조나단 필립  
영국 원저 에스엘4 1비이 시트 스트리트 로얄 앨버트 하우스 내  
본거스, 헨드리커스 페트루스 마리아  
영국 원저 에스엘4 1비이 시트 스트리트 로얄 앨버트 하우스 내  
(74) 대리인  
특허법인 무한

전체 청구항 수 : 총 11 항

심사관 : 박종훈

(54) 발명의 명칭 목재의 아세틸화 방법 및 아세틸화된 목재

**(57) 요약**

본 발명은 납부 황 소나무의 밀도가 400 kg/m<sup>3</sup> 초과한 목재의 아세틸화 방법, 및 이러한 방법에 의해서 얻어질 수 있는 아세틸화된 목재에 관한 것이다. 기재된 아세틸화 방법은 아세틸 함량 적어도 20 중량%과 같은 높은 아세틸화 정도를 갖는 아세틸화된 목재를 제조한다. 아세틸화된 목재는 1 중량% 미만의 낮은 잔류 아세트산 함량을 갖는다. 본 발명은 고체 목재, 바람직하게 목재 빔의 시편의 공업 규모로 아세틸화에 대해 유용하다.

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

목재의 아세틸화 방법으로서, 상기 방법은

- (a) 반응 압력 용기에서, 10 °C 내지 120°C의 온도에 있는 아세트산 무수물 및 아세트산 중 한 종 이상을 포함하는 아세틸화 유체에 5 중량% 미만의 수분 함량을 갖는 목재를 침지하는 단계,
- (b) 상기 용기 내의 압력을, 1 내지 300 분 동안 2 내지 20 bar로 증가시키는 단계,
- (c) 상기 용기로부터 과잉의 아세틸화 유체를 제거하는 단계,
- (d) 비활성 유체를 상기 용기로 도입하여, 상기 목재의 내부 온도가 발열을 보이기 시작할 때까지 상기 비활성 유체를 순환 및 가열하고, 상기 발열이 종료할 때까지 상기 목재로 열의 공급을 조절하고, 상기 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계,
- (e) 순환 유체를, 85°C 내지 160°C의 온도까지 10 내지 120분 동안 가열해서 제2 발열 반응을 시작하고, 상기 제2 발열이 종료할 때까지 상기 목재로 열의 공급을 조절하고, 상기 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계, 및
- (f) 진공 하에서 증발에 의해서 상기 순환 유체를 제거하는 단계를 포함하는, 목재의 아세틸화 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

처리될 상기 목재는 오븐 건조 밀도가 400 kg/m<sup>3</sup> 를 초과하는 것인, 방법.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 목재는 남부 황 소나무(Southern Yellow Pine) 또는 스코틀랜드 소나무(Scots pine)인, 방법.

#### 청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 목재의 수분 함량이 1 내지 4 중량%인 것인, 방법.

#### 청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 아세틸화 유체는 70 체적% 내지 100 체적%의 아세트산 무수물 및 0 체적% 내지 30 체적%의 아세트산을 포함하는 것인, 방법.

#### 청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,  
단계(a)의 상기 반응 압력 용기는 연속적인 진공 하에서 충전되는, 방법.

**청구항 7**

제1항 또는 제2항에 있어서,  
단계(d)의 비활성 유체는 질소 가스, 이산화탄소 가스 또는 연도 가스로부터 선택되는 것인, 방법.

**청구항 8**

제1항 또는 제2항에 있어서,  
상기 비활성 유체는 단계 (d)에서 60℃ 내지 150℃의 온도까지 가열되는 것인, 방법.

**청구항 9**

제1항 또는 제2항에 있어서,  
상기 비활성 유체는 아세트산 무수물 및 아세트산 중 한 종 이상으로 부분적으로 또는 완전히 포화되는 것인, 방법.

**청구항 10**

제1항 또는 제2항에 있어서,  
목재가 기하학적 중심에서 아세틸 함량이 적어도 20 중량%이도록 아세틸화되는 것인, 방법.

**청구항 11**

제1항 또는 제2항에 있어서,  
폭이 2 내지 30 cm이고, 두께가 2 내지 16 cm이고, 길이가 1.5 m 내지 6.0 m인 목재 조각을 아세틸화하기 위한, 방법.

**청구항 12**

삭제

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

삭제

**청구항 15**

삭제

**발명의 설명**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 아세틸화된 고체 목재 분야에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 남부 황 소나무(Southern Yellow Pine, SYP) 와 같은 고밀도 목재 종에 대한 물질의 아세틸화 분야에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 목재의 아세틸화는 비-내구성 침엽수 종의 내구성을 개선하기 위한 방법으로서 오랫동안 인식되어 왔다. 또한, 경도 및 치수안정성과 같은 목재 특성을 개선시키는 방법으로서도 알려져 있다.

[0003] 공업적 규모로 다량의 목재 조각을 아세틸화함에 있어 특이적인 문제는 소위 "엔벨로프 처리(envelope treatment)"이다. 엔벨로프 처리는, 목재의 표면 근방이 아세틸화되어, 내부의 목재는 덜 효과적인 수준으로 아세틸화되거나 전혀 아세틸화되지 않는 것이다. 상이한 깊이에서 상이한 수준으로 아세틸화된 목재는 아세틸화된 조각을 평탄화하거나, 프로파일로 만들거나, 횡방향으로 컷팅되는 경우, 수분에 직접 노출될 수 있다. 아세틸화된 목재는, 수분이 전체 단면의 내부 및 외부를 통과하도록 한다. 높은 수준으로 아세틸화된 부분에서는, 수분이 보호 세포벽에 닿아서, 곰팡이의 성장을 돕는 데에 사용될 수 없다. 엔벨로프 처리를 피하는 특히 적합한 방법에 관한 배경 문헌은 WO 제2009/095687호이다.

[0004] 그러나, 실제로 상기 문헌에 기재된 방법을 적용하면, 이 방법은 남부 황 소나무와 같은 고밀도의 목재 종에는 덜 적합한 것을 알 수 있었다. 따라서, 남부 황 소나무의 아세틸화는, 라디에타 소나무(radiata pine)의 아세틸화 정도(acetylation degree)보다 낮다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0005] 중간 내지 고밀도의 목재 종(예를 들면, 남부 황 소나무) 을, 목재를 균일하게 처리하는 방법에 의해서, 높은 아세틸화 정도 및 낮은 잔류 아세트산 정도로 아세틸화할 수 있는 것이 요구된다. 또한, 상기 방법은 경제적이고 빠르며 공업적 규모에도 적용 가능해야 한다.

**과제의 해결 수단**

- [0006] 상기의 요구 중 하나 이상을 처리하기 위해서, 본 발명은, 일 측면에서,
- [0007] (a) 반응 압력 용기 내에서, 10°C 내지 120°C의 온도에 있는 아세트산 무수물 및/또는 아세트산을 포함하는 아세틸화 유체에 5 중량% 미만의 수분 함량을 갖는 목재를 침지하는 단계,
- [0008] (b) 용기 내의 압력을, 1 내지 300 분 동안 2 내지 20 bar로 증가시키는 단계,
- [0009] (c) 용기로부터 과잉의 아세틸화 유체를 제거하는 단계,
- [0010] (d) 비활성 유체를 용기로 도입하여, 목재의 내부 온도가 발열하기 시작할 때까지 유체를 순환 및 가열하고, 발열이 종료할 때까지 목재로 열의 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계,
- [0011] (e) 순환 유체를 85°C 내지 160°C까지 10 내지 120분 동안 가열해서 제2발열 반응을 시작하고, 발열이 종료할 때까지 목재로 열의 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계,
- [0012] (f) 진공 하에서 증발에 의해서 순환 유체를 제거하는 단계
- [0013] 를 포함하는 목재의 아세틸화 방법을 제공한다.

[0014] 또 다른 측면에서, 본 발명은 오븐 건조 밀도가 550 kg/m<sup>3</sup>를 초과하고, 아세틸 함량이 적어도 20 중량% 이고,

잔류 아세트산 함량이 1 중량% 미만인 아세틸화된 목재를 제공한다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0015] 본 발명은, 광범위하게 중간 내지 고밀도 목재 종(예를 들면, 남부 황 소나무)은, 낮은 수분 함량의 목재로부터 출발해서 본 발명의 방법을 적용하면, 낮은 밀도의 목재 중에 필적할 만큼 높은 아세틸화 정도로 아세틸화될 수 있다는, 예기치 못하게 발견된 것에 기초한다. 아세틸화된 목재는, 낮은 잔류 산 함량 및 높은 압축 강도를 갖는다.
- [0016] 임의의 이론으로 한정되는 것을 원하지 않지만, 이는, 아세틸화 유체에 의한 고밀도 목재 매트릭스의 충분한 침침이 곤란하다는 것이 원인인 것을 알 수 있다. 목재의 침침 효율이 낮으면, 최종 제품 내의 아세틸 수준이 낮아질 수 있다. 또한, 고밀도 목재 매트릭스이기 때문에, 아세틸 목재로부터 아세틸화 유체를 제거하는 것이 곤란한 것을 알 수 있다. 이는, 아세틸화 목재 내에 잔류하는 높은 수준의 아세트산으로 이어지고, 특징적인 신냄새가 난다.
- [0017] 본 발명은 특히 예를 들면, 건조 밀도가 400 kg/m<sup>3</sup> 초과, 바람직하게 450 kg/m<sup>3</sup> 초과, 더 바람직하게 500 kg/m<sup>3</sup> 초과하는 중간 내지 고밀도 목재 종의 아세틸화에 관한 것이다. 바람직한 실시형태에서, 처리될 목재의 오븐 건조 밀도는 500 내지 750 kg/m<sup>3</sup>의 범위 내에 있다.
- [0018] 특히, 중간 내지 고밀도 목재 종의 예로는 남부 황 소나무이다. 남부 황 소나무는, 이용 가능한, 가장 큰 내구성 및 가장 강한 침엽수 중 하나이다. 명칭은, 미국 남부에서 생성되고, 황 소나무로 분류되는 종의 하나의 그룹을 의미한다. 이러한 그룹의 가장 일반적인 종은, 테다 소나무(Loblolly), 왕소나무(Longleaf), 짧은 잎 소나무(Shortleaf) 및 슬래시 소나무(Slash)를 포함한다. 이러한 종은 특성 및 거동이 유사하다. 남부 황 소나무는, 비교적 고밀도(일반적으로 420 kg/m<sup>3</sup> 초과 및 통상적으로 500-680 kg/m<sup>3</sup> 범위 내)를 특징으로 한다. 밀도는, 오븐 건조 물질에 대한 것이다. 본 발명은 특히 비교적 고밀도 목재에 적합하지만, 그 외의 목재 종, 예를 들면, 스코틀랜드 소나무(Scots pine) 및 라디에타 소나무에도 사용될 수 있다.
- [0019] 언급되는 "목재"는, 일반적으로 임의의 형태, 크기 또는 형상을 가질 수 있다. 바람직하게, 본 발명은 고체 목재 종의 조각, 더 바람직하게 빔 또는 보드와 같은 비교적 큰 조각에 관한 것이다.
- [0020] 본 발명에 따른 아세틸화 방법은,
- [0021] (a) 반응 압력 용기 내에서, 10°C 내지 120°C의 온도에 있는 아세트산 무수물 및/또는 아세트산을 포함하는 아세틸화 유체에 5 중량% 미만의 수분 함량을 갖는 목재를 침지하는 단계,
- [0022] (b) 용기 내의 압력을, 1 내지 300 분 동안 2 내지 20 bar로 증가시키는 단계,
- [0023] (c) 용기로부터 과잉의 아세틸화 유체를 제거하는 단계,
- [0024] (d) 비활성 유체를 용기로 도입하여, 목재의 내부 온도가 발열하기 시작할 때까지 유체를 순환 및 가열하고, 발열이 종료할 때까지 목재로 열의 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계,
- [0025] (e) 유체를 85°C 내지 160°C까지 10 내지 120분 동안 가열해서 제2 발열 반응을 시작하고, 발열 반응이 종료할 때까지 목재로 열의 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180°C 미만으로 유지시키는 단계,
- [0026] (f) 진공 하에서 증발에 의해서 순환 유체를 제거하는 단계
- [0027] 를 포함한다.

- [0028] 상기 방법은 목재를 제공하는 것으로 시작한다. 우수한 품질의 최종 제품을 얻기 위해서는 낮은 수분 함량을 갖는 목재가 필요하기 때문에, 필요에 따라 목재는 건조되어야 한다. 건조된 목재는, 수분이 5 중량% 이하, 바람직하게 1 내지 4 중량%를 함유해야 한다. 목재를 건조하는 적합한 방법, 예를 들면, 진공 킬른, 종래의 킬른, 또는 고온 킬른 내에서와 같은 킬른 건조법이 사용될 수 있다. 용매 건조법은, 건조된 목재에는 제거되어야 할 흔적량의 용매가 함유될 수 있기 때문에, 바람직하지 않다. 상세한 설명에서 언급된 수분 함량은, 방법 전에, 예를 들면 킬른 건조 방법 직후 목재의 중량을 사용해서 측정한다. 그 다음에, 이러한 목재 시료를 2 시간 간격으로 칭량하고, 연속적으로 칭량된 2개의 질량의 차이가 0.1% 미만이 될 때까지, 기준 EN-13183-1에 따라 103±2℃의 온도를 유지한다. 그 결과, 오븐 건조된 것으로 여겨지는 목재가 얻어진다.
- [0029] 목재는 일반적으로 빔 형태로 제공된다. 본 발명은, 시판 크기의 목재 조각을 아세틸화하는 경우에 특히 중요하다. 바람직하게, 목재 조각은 가장 작은 치수(일반적으로 두께)가 0.8 cm 초과, 예를 들면 적어도 0.9 cm, 바람직하게 적어도 1 cm, 더 바람직하게 적어도 1.5 cm 이다. 가장 작은 치수가 적어도 2 cm, 바람직하게 적어도 2.5 cm, 가장 바람직하게 적어도 3 cm인 경우에 바람직하다. 바람직한 실시형태에서, 목재 조각은 출발 폭이 2 내지 30 cm, 두께가 2 내지 16 cm, 길이가 1.5 내지 6 m이다. 바람직하게, 목재 조각의 폭은 2 내지 10 cm, 두께는 2 내지 10 cm, 길이는 1.5 내지 4 m 이다. 바람직하게는, 목재 조각은 폭이 2 내지 30 cm, 두께는 0.9 내지 16 cm, 길이 1.5 내지 6 m이다.
- [0030] 목재는 적합한 반응 압력 용기 또는 반응기에 배치된다. 목재 빔의 아세틸화에 적합한 임의의 반응기가 사용될 수 있다.
- [0031] 단계(a)에서, 반응기에 아세틸화 유체를 채우고, 10 내지 120℃의 온도에서 목재를 침지한다. 목재를 침지하는 단계는, 진공을 사용해서 실시하는 것이 바람직하고, 우선, 반응 용기 내의 목재에 진공을 가하고, 용기에 아세틸화 유체를 도입함으로써 실시할 수 있다. 높은 함침 로드를 보장하기 위해, 반응기는 연속적인 진공 하에서 유체를 채우는 것이 바람직하다. 함침 후 목재 내에 아세틸화 유체의 높은 로딩을 달성하고, 높은 함침 효율에 도달하기 위해서, 충전 중 진공을 유지하는 것이 중요하다. 바람직하게, 반응기에 -0.5 barg 미만, 바람직하게 -0.7 barg 미만의 압력으로 채운다.
- [0032] 아세틸화 유체는 아세트산 무수물 및/또는 아세트산을 포함한다. 바람직하게, 아세틸화 유체는 적어도 70 체적%의 아세트산 무수물을 포함한다. 아세트산은, 바람직하게 30 체적% 이하의 양으로 존재한다. 예를 들면, 적합한 조성물은 80 내지 100 체적% 아세트산 무수물 및 0 내지 20 체적%의 아세트산을 포함한다. 바람직하게, 아세틸화 유체는 90 내지 99 체적% 아세트산 무수물 및 1 내지 10 체적% 아세트산을 포함한다. 바람직하게, 아세틸화 유체는 온도가 20 내지 120℃, 35 내지 75℃이다.
- [0033] 단계 (b)에서, 용기 내의 압력은 1 내지 300 분 동안 2 내지 20 bar까지 증가시킨다. 이 단계는, 특히 목재를 충분히 함침하기 위해서 대형 목재 조각을 처리하는 경우 특히 유용하다. 바람직하게, 압력은 10 내지 15 bar까지 증가시킨다. 바람직한 함침 시간은 1 내지 90분이고, 처리될 목재의 치수에 따라 다를 수 있다. 질소, 또한 그 외의 비활성 기체, 예를 들면 이산화탄소로 가압할 수 있다.
- [0034] 단계(c)에서, 과잉 아세틸화 유체는 함침 후 용기로부터 제거한다. 과잉이란 목재에 함침되지 않은 아세틸화 유체를 의미한다. 용기 내의 존재하는 압력, 예를 들면 질소 기체를 사용해서 유체가 저장 용기로 향하게 하거나, 용기 내의 질소 압력을 유지하면서 유체를 펌핑함으로써 유체를 압력 용기로부터 제거할 수 있다. 바람직하게, 과잉 아세틸화 유체는 질소 가스로 가압함으로써 제거한다.
- [0035] 단계(d) 및 (e)에서, 반응 용기를 아세틸화 온도까지 가열하면, 아세틸화가 발생한다. 단계(d)는 용기에 비활성 유체를 도입하고, 목재의 내부 온도가 발열하기 시작할 때까지 유체를 순환 및 가열하고, 발열을 종료할 때까지 목재에 열의 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180℃ 미만으로 유지시키는 단계를 포함한다. 비활성

유체는, 아세트산 무수물 또는 아세트산과 반응하지 않는 유체이고, 일반적으로 질소 가스, 이산화탄소 가스 또는 연도 가스(flue gas)일 수 있다. 이러한 단계에서, 아세틸화 유체는 바람직하게 60 내지 150℃, 바람직하게 70 내지 120℃의 온도에서 10 내지 120분, 바람직하게 15 내지 60분 동안 가열한다. 발열의 시작, 지속 및 종료는 바람직하게 목재 내에 위치한 써머커플에 의해서 검지되고 모니터링된다. 일부 예에서, 비활성 유체, 예를 들면, 질소는 아세트산 무수물 및/또는 아세트산으로 부분적으로 또는 완전히 포화될 수 있다. 이것은, 20% 내지 완전히 포화(100%)의 범위일 수 있다.

[0036] 단계(e)는, 85℃ 내지 160℃의 온도까지 10 내지 120분, 바람직하게 15 내지 60분 동안 순환 유체를 가열해서 제2발열 반응을 개시하고, 발열이 종료할 때까지 목재에 열 공급을 조절하고, 목재의 내부 온도를 180℃ 미만으로 유지시키는 단계를 포함한다.

[0037] 비활성 유체의 순환 중, 순환 유체를 냉각시켜서 써머커플에 의해서 검지된 목재의 내부 온도가 180℃를 초과하는 것을 방지하고, 바람직하게는 155℃를 초과하지 않는 것이 요구될 수 있다. 제2발열반응 중에, 순환 유체는 10 내지 120분, 바람직하게 15 내지 60분 동안, 85℃ 내지 160℃, 바람직하게 100 내지 155℃의 온도까지 가열한다. 일반적으로, 전체 아세틸화 반응은 0.5 내지 5 시간 걸릴 수 있다.

[0038] 화학적 회수 단계라고 하는 단계 (f)에서, 여기서 아세틸화의 반응 생성물을 함유하는 아세틸화 유체는 진공 하에서 증발에 의해서 목재로부터 제거된다. 바람직하게, 사용되지 않는 아세트산 무수물 및 부산물 아세트산은 순환 기체로부터 응축된다. 진공을 적용하는 단계는 목재의 냉각으로 이어지고, 목재를 재가열하는 것이 요구될 수 있다. 바람직하게, 목재는 120 내지 160℃의 온도까지 진공 적용 중에 재가열된다. 다수의 압력 및 재가열 단계는 소량의 잔류 산 함량이 얻어질 때까지 사용될 수 있다.

[0039] 목재로부터 아세틸화 생성물을 제거한 후, 반응기를 대기압으로 하고, 반응기를 개방해서 아세틸화된 목재를 방출한다.

[0040] 기재된 방법에서, 목재는 기하학적 중심에서 적어도 20 중량%의 아세틸 함량까지 아세틸화된다. 아세틸화 정도 개선하기 위해서, 함침 및 아세틸화 단계를 반복할 수 있다. 그러나, 본 발명의 이점은, 목재의 높은 아세틸화 정도는 이미 하나의 함침 및 아세틸화 사이클에서 달성될 수 있고, 이는 종래의 다단계의 아세틸화 방법에 비해 상당한 경제적인 이점이 있다.

[0041] 본 발명에 따른 아세틸화 방법은, 우수한 특성을 갖는 아세틸화된 목재를 형성한다. 따라서, 본 발명은, 본 발명에 따르는 방법에 의해서 얻어질 수 있는 아세틸화된 목재를 제공한다. 방법은, 오븐 건조 밀도가 500 kg/m<sup>3</sup> 초과한 목재 중에 적합하다. 특정한 바람직한 실시형태에서, 아세틸화된 목재는 남부 황 소나무이다. 또한, 낮은 밀도 종, 예를 들면 스코틀랜드 소나무 및 라디에타 소나무가 아세틸화될 수 있다. 아세틸화 후, 목재의 오븐 건조 밀도가 바람직하게 550 kg/m<sup>3</sup> 초과, 더 바람직하게 580 kg/m<sup>3</sup> 초과, 더욱 바람직하게 600 kg/m<sup>3</sup> 초과한다. 바람직한 실시형태에서, 아세틸화된 목재의 밀도는 550 내지 800kg/m<sup>3</sup>이다.

[0042] 상기 방법으로 얻어진 아세틸화된 목재는 높은 아세틸화 정도를 갖는다. 특히, 기하학적 중심에서 아세틸 함량이 20 중량%를 초과한다. 바람직하게, 아세틸 함량은 21 중량% 초과, 더 바람직하게 22 중량% 초과, 더욱 바람직하게 23 중량% 초과한다. 바람직한 실시형태에서, 아세틸화된 목재의 아세틸 함량은 기하학적 중심에서 21 내지 26 중량%이다.

[0043] 본 발명에 따른 아세틸화된 목재는 하나의 빔 또는 보드 내에 낮은 구배의 아세틸 함량 및 배치 내에 높은 균일

성을 갖는다. 하나의 배치 내에 균일성은 하나의 배치 내에서 상이한 빔 또는 보드에서 측정되는 아세틸 함량의 변화를 의미한다. 높은 균일성(또는 아세틸 함량의 작은 변화)는, 하나의 배치 내에서 측정된 가장 높은 아세틸 함량과 가장 낮은 아세틸 함량 사이의 작은 차이에 상응한다. 본 발명에 따른 목재 내의 이러한 차이는 4 중량% 미만, 바람직하게 3 중량% 미만이다. 바람직하게, 2 중량% 미만이다. 하나의 빔 내에서 아세틸 함량의 구배는 3중량% 미만, 바람직하게 2 중량% 미만, 더 바람직하게 1중량% 미만이다.

[0044] 목재의 아세틸 함량을 결정하기 위해서, 시료는 목재 입자로 분쇄된다. 이러한 시료로부터, 잔류 흔적량의 아세트산 및/또는 아세트산 무수물을 물로 세정 후, 103±2°C에서 14 내지 24 시간 동안 건조에 의해서 제거한다. 이러한 건조 시료를 칭량한 후, 아세틸기는, 상승한 온도에서 소듐 하이드록사이드 용액으로 사포닌화에 의해, 아세트산 이온의 형태로 목재로부터 방출된다. 이러한 사포닌화 반응은 4 시간 동안 실시하고, 15 분 마다 교반한다. 내부 기준으로서 소듐 부티레이트를 사용하고, 표준 아세테이트 용액을 사용해서 고압 액체 크로마토그래피(HPLC)를 캘리브레이션 한 후, HPLC에 의해서 아세트산 이온을 정량화한다. 이것은 다른 연구에서 자주 사용되는 일반적인 중량 비율 계인(WPG)에 비해서 바람직한 아세틸 함량의 직접적인 척도를 제공한다.

[0045] 또한, 아세틸화된 목재는, 매우 낮은 잔류 아세트산(RA) 함량을 가지며, 이는 목재 내에서 잔류하는 비-결합 아세트산의 척도이다. 아세트산은 목재 자체로부터 발생하고, RA는 원래의 아세트산 및 아세틸화 반응으로부터 남은 아세트산을 측정한다. 잔류 산(RA)을 측정하기 위해서, 매우 한정된 양의 3-5 g의 시료 물질을 1 시간 동안 탈염된 물에서 진탕한다. 이러한 추출 단계 후, 여과에 의해서 시료를 물 분획으로부터 분리한다. 그 다음에, 이러한 물 분획을 공지된 수산화나트륨(NaOH) 용액으로 적정하고, 페놀프탈레인을 지시자로 사용하고, 적정으로부터 시료의 잔류 산 농도를 산출할 수 있다.

[0046] 아세틸화된 목재의 RA는 1 중량% 미만, 바람직하게 0.9 중량% 미만, 더 바람직하게 0.5 중량% 미만이다. 가장 바람직하게, 아세틸화된 목재는 0.2 중량% 미만의 잔류 산을 함유한다. 바람직한 실시형태에서, RA 함량은 0.05 내지 0.9 중량%이다. 이것은, 낮은 수준의 잔류 아세트산을 갖는 아세틸화된 목재는 신 냄새가 나지 않고, 부식성을 나타내지 않기 때문에 바람직하다.

[0047] 바람직한 실시형태에서, 본 발명에 따른 아세틸화된 목재는, 오븐 건조 밀도가 550 내지 800 kg/m<sup>3</sup>이고, 기하학적 중심에서 아세틸 함량이 적어도 20 중량%이고 잔류 아세트산 함량이 1 중량% 미만이다. 바람직하게, 아세틸화된 목재는 기하학적 중심에서 아세틸 함량이 적어도 22 중량%이고, 잔류 산 함량이 0.9 중량% 미만이다. 아세틸화된 목재는 폭이 2 cm 내지 30 cm, 두께 2 cm 내지 16 cm 및 길이는 1.5 m 내지 6.0 m인 것이 바람직하다.

[0048] 아세틸화된 목재는 우수한 기계적 특성을 나타낸다. 특히, 압축 강도는 아세틸화되지 않은 목재에 비해 30%까지 향상되고, 하기 예에서 설명된다. 아세틸화된 목재는 일반적으로 입자에 평행한 압축강도의 특징적인 값이 40-60 N/mm<sup>2</sup> 범위이다. 입자에 수직인 압축 강도의 특징적인 값은 1.90-2.30 N/mm<sup>2</sup> 범위에서 얻어질 수 있다.

[0049] 본 발명은 다음의 비 제한 예에서 설명된다.

[0050] 실시예 1 남부 황 소나무의 아세틸화

[0051] 평균 수분 함량 2.8%을 갖는, 약 40 m<sup>3</sup>의 남부 황 소나무 보드(38 mm x 140 mm x 3000 mm)에 15 mm 스티커를 수직으로 배치한다. 목재를 150 m<sup>3</sup> 액체 캐패시티 반응 압력 용기에 로딩했다. 용기는 기체 루프를 구비했다.



- [0052] 진공을 -0.85 barg까지 적용했다. 반응기에 아세틸화 유체를 채우고(95% 아세트산 무수물 및 5% 아세트산, 60℃), 진공을 -0.70 barg 미만으로 유지시켜, 각 보드를 침지했다. 반응기를 60 분 동안 10 barg까지 가압했다.
- [0053] 약 85℃에서 아세트산 무수물로 포화된 질소 가스를, 아세틸화 반응에 대한 가열 매체로서 사용했다. 아세틸화 중에, 기체 루프 내의 압력을 2.5 barg까지 증가시키고, 2 bar와 2.5 bar 사이에서 유지시켰다. 아세틸화는 가열 시간을 포함해서 전체 약 5시간 걸렸다.
- [0054] 아세틸화 기간 후, 대부분의 사용되지 않은 아세트산 무수물 및 부산물 아세트산을 순환 기체로부터 응축시켰다. 온도를 서서히 약 130℃까지 증가시켰다. 보드를, 자유 아세틸(아세트산 및 아세트산 무수물)이 0.50 중량% 미만으로 함유할 때까지 건조시켰다.
- [0055] 목재 보드 18개 시료에 대해 아세틸 수준을 결정했다. 아세틸 수준은  $22.6 \pm 0.8\%$ (배치 내에서 최소 21.3%, 최대 23.9%) 가 되는 것을 알아냈다. 하나의 보드 내에 아세틸 함량의 구배는 2% 미만이었다. 잔류 아세틸(RA)는  $0.2 \pm 0.1\%$ (최소 0.1%; 최대 0.4%)이다.
- [0056] 비교를 위해, WO 제2009/095687호에 제공된 실시예에 따라 아세틸화된 남부 황 소나무는, 수분 함량 7 중량%를 시작해서 아세틸 함량 17 내지 20 중량%가 되었다.
- [0057] 실시예 2 입자에 평행 및 수직인 압축 강도
- [0058] 시험은 BS 373:1957 에 따라 실시되고 (목재의 작은 투명 표본을 시험하는 방법), 이에 따라 압축에 대한 저항은 a) 입자의 길이 방향에 평행 및 b) 입자의 길이 방향에 수직으로 측정했다. 처리되지 않은 시료 및 실시예 1에 따라 아세틸화 SYP의 전체 55 개 시료를, 20 x 20 x 60 mm 치수의 시료로 측정했다.
- [0059] 얻어진 특징적인 값은 표 1에 표시된다. 아세틸화로 인해, 2개의 특성은 상당한 증가를 보인다.

**표 1**

특성	미처리	아세틸화	차이
입자에 평행한 특징적인 압축 강도 [N/mm <sup>2</sup> ]	40.1	52.0	30%
입자에 수직인 특징적인 압축 강도 [N/mm <sup>2</sup> ]	1.57	2.06	31%