



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0060461
(43) 공개일자 2025년05월07일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 <i>D01F 8/14</i> (2006.01) <i>C01B 33/14</i> (2006.01)
 <i>C08J 5/18</i> (2006.01) <i>C08L 67/06</i> (2006.01)
 <i>D01F 1/10</i> (2006.01) <i>D04H 1/435</i> (2012.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
 <i>D01F 8/14</i> (2013.01)
 <i>C01B 33/14</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2023-0144517
 (22) 출원일자 2023년10월26일
 심사청구일자 2023년10월26일</p> | <p>(71) 출원인
 충남대학교산학협력단
 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)</p> <p>(72) 발명자
 정영규
 대전광역시 유성구 온천로 45, 알파동 2329호
 엄태경
 경기도 이천시 장호원읍 서동대로 8844-15, 102동 506호</p> <p>(74) 대리인
 특허법인 플러스</p> |
|---|--|

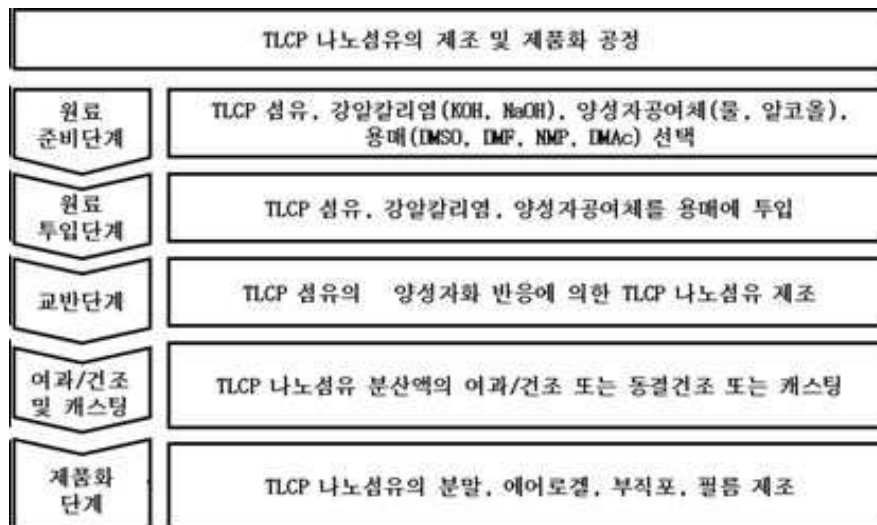
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **열방성 액정 폴리에스터 나노섬유와 그 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 상용화된 열방성 액정 폴리에스터계 섬유의 양성자화반응을 통해 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유 제조 및 관련 제품(에어로겔, 부직포, 필름)의 제조 방법에 관한 것이다. 구체적으로 본 발명은 대표적인 메조겐 단위인 4-하이드록시벤조산과 6-하이드록시-2-나프토산으로부터 유도되는 반복 단위를 가지는 열방성 액정 폴리에스터계 섬유로부터 친환경적인 양성자화 반응을 통해 수십~수천 나노미터의 직경을 갖는 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조와 함께 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유 현탁액의 여과건조, 동결건조, 캐스팅 고정을 통해 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 분말, 에어로겔, 부직포 및 필름의 제품화까지 가능하다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08J 5/18 (2021.05)
C08L 67/06 (2013.01)
D01F 1/10 (2013.01)
D04H 1/435 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415187726
과제번호	20024820
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가관리원
연구사업명	소재부품기술개발사업
연구과제명	초고속 통신용 공중합 열방성 액정폴리머(Co-TLCP) 소재 및 멤브레인 시트 제조 기술 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	세양폴리머주식회사
연구기간	2023.07.01 ~ 2027.12.31

명세서

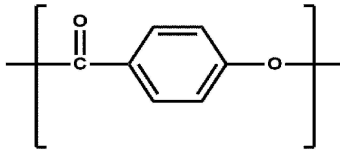
청구범위

청구항 1

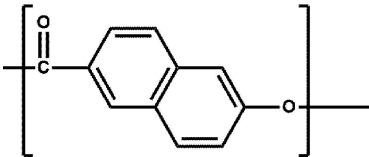
유기용매, 양성자공여체, 알칼리염 및 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체로부터 제조된 열방성 액정 폴리에스테르계 섬유를 혼합한 혼합물로부터 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유를 제조하는 단계;를 포함하며,

상기 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체는 하기 화학식 1의 반복단위 및 하기 화학식 2의 반복단위를 포함하는 것인, 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유의 제조방법.

[화학식 1]



[화학식 2]



청구항 2

제1항에 있어서,

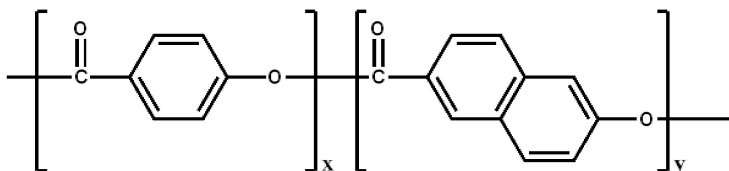
상기 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체는 상기 화학식 1의 반복단위가 1 내지 99몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 1 내지 99 몰%인 것인, 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체는 하기 화학식 3으로 표시되는 것인, 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유의 제조방법.

[화학식 3]



상기 화학식 3의 x와 y의 값은 몰%를 나타내며, x와 y의 총 합이 100일 때, x는 50-90 및 y는 10-50일 수 있다.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 혼합물은 유기용매 100 중량부에 대하여, 양성자공여체 0 내지 50 중량부, 알칼리염 1 내지 30 중량부 및 열방성 액정 폴리에스터계 섬유 1 내지 10 중량부를 혼합한 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 5

제3항에 있어서,

상기 혼합물은 1 내지 48 시간동안 10 내지 80 °C에서 교반하여 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유로 제조한 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 유기용매는 디메틸 설펍사이드 (Dimethyl Sulfoxide), 디메틸아세트아미드 (DIMETHYLACETAMIDE), 디메틸폼아마이드(dimethylformamide), 메틸피롤리돈(1-Methyl-2-pyrrolidinone) 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 양성자공여체는 물, 알코올 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 알칼리염은 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 산화칼슘(CaO), 수산화칼슘($\text{Ca}(\text{OH})_2$) 및 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 평균 직경은 10 내지 1,000 nm 이며, 평균 길이는 2 내지 500 μm 인 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법.

청구항 10

제 1항 내지 제 9항에서 선택되는 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 포함하는 성형품.

청구항 11

제 9항에 있어서,

상기 성형품은 에어로겔, 부직포 또는 필름을 포함하는 것인, 성형품.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 열방성 액정 폴리에스터 나노섬유와 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 열방성 액정 폴리머(thermotropic liquid crystalline polymer, 이하 TLCP라 함)는 용융상태에서 액정성을 보이는 고분자로, 높은 열안정성과 내화학적, 우수한 기계적 물성으로 인해 엔지니어링 플라스틱으로써 다양한 분야에서 사용되고 있다.

[0003] 한편 TLCP는 용매나 전구체를 사용하지 않는 용융가공이 가능하기 때문에 친환경 적이며, 빠른 성형생산이 가능하다는 장점을 가지고 있다. 이러한 TLCP는 섬유 제조 공정인 용융방사를 통해 쉽게 배향할 수 있어 매우 높은 기계적 물성을 갖는 슈퍼 섬유로 제조되고 있다.

[0004] TLCP로 제조된 섬유는 방향족 폴리아마이드(아라미드) 섬유인 케블라, 트와론 슈퍼섬유에 이은 2세대 인공 슈퍼섬유로 고온에서의 우수한 기계적 물성, 우수한 내약품성, 고유의 난연성, 고강성, 시간이 지나도 늘어나지 않는 매우 낮은 크리프 특성, 우수한 내후성 및 우수한 내열성을 가지고 있으며, TLCP 섬유는 강도와 강직성은 알루미늄보다 5배에서 10배 강하고 우수한 강도와 경직성을 가진다.

[0005] TLCP 섬유는 로프 및 케이블에서 시작하여 심해 해양 조사 및 군사 제품에 이르기까지 다양한 산업에서 사용되고 있으며, TLCP 섬유의 낮은 흡습성과 우수한 유전 특성으로 인해 모터 및 인쇄회로기판용 부품에도 사용된다.

[0006] 하지만 TLCP로 만든 섬유는 상대적으로 고성능 액정 폴리머 파라-아라미드보다 반복된 굽힘 주기에서 낮은 반경 굽힘을 나타내어 현재 유연한 복합재료 응용 분야에서 많이 사용되지 않는 소재이다. TLCP 섬유는 액정성 성질을 띄는 강직한 막대형 분자 구조와 높은 융점으로 인해 방사 중에 높은 인장 및 열 특성을 위해 섬유 축 방향에서 분자를 배향 시키는 TLCP의 용융 특성 때문에 TLCP 섬유는 이방성을 나타내며, 이러한 이방성은 TLCP의 자기 강화 특성을 초래하고 최종적으로 큰 강성 및 강도를 가진 섬유 구조를 형성한다. 하지만 TLCP의 용융가공시 발생하는 축 방향으로의 이방성과 높은 융점은 얇은 박막 필름 형성 시에 문제점으로 작용된다. 또한 내화학적성이 우수하고 낮은 흡습성으로 황산, 질산과 같은 강산에만 용해되는 문제점이 있다. 그래서 기존의 전기 방사 방법이나 자기조립 방법으로 TLCP 나노섬유를 제조하는 것은 한계가 존재한다. 이에 TLCP 나노섬유를 제조를 위한 신규 제조 기술의 연구개발을 할 필요가 있다.

발명의 내용

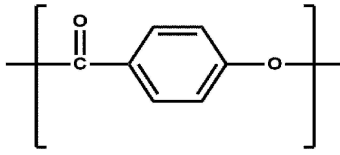
해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 우수한 내화학과 낮은 수분율 그리고 TLCP 수지 특유의 빠른 고화(결정화)속도 및 높은 사슬배향성(피브릴화)로 인해 생기는 TLCP의 가공성 문제와 TLCP 수지의 특유의 가공 중에 생기는 이방성으로 인해 얇은 필름 및 나노섬유 형성의 어려운 문제점을 해결하고자 한다.

과제의 해결 수단

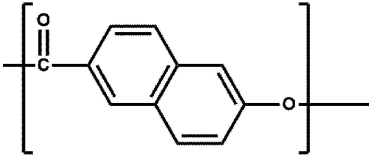
[0008] 본 발명은 유기용매, 양성자공여체, 알칼리염 및 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체로부터 제조된 열방성 액정 폴리에스터계 섬유를 혼합한 혼합물로부터 열방성 액정 폴리에스터 나노섬유를 제조하는 단계;를 포함하며, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체는 하기 화학식 1의 반복단위 및 하기 화학식 2의 반복단위를 포함하는 것인, 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 제조방법을 제공한다.

[0009] [화학식 1]



[0010]

[0011] [화학식 2]

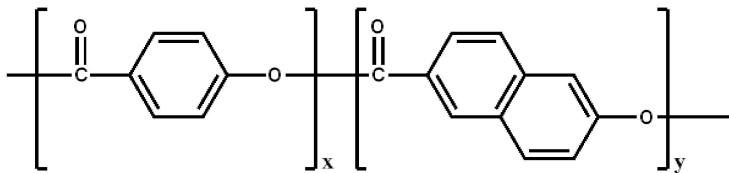


[0012]

[0013] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체는 상기 화학식 1의 반복단위가 1 내지 99 몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 1 내지 99 몰%인 것일 수 있다.

[0014] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체는 하기 화학식 3으로 표시되는 것일 수 있다.

[0015] [화학식 3]



[0016]

[0017] 상기 화학식 3의 x와 y의 값은 몰%를 나타내며, x와 y의 총 합이 100일 때, x는 50-90 및 y는 10-50일 수 있다.

[0018] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 혼합물은 유기용매 100 중량부에 대하여, 양성자공여체 0 내지 50 중량부, 알칼리염 1 내지 30 중량부 및 열방성 액정 폴리에스터계 섬유 1 내지 10 중량부를 혼합한 것일 수 있다.

[0019] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 혼합물은 1 내지 48 시간동안 10 내지 80 °C에서 교반하여 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유로 제조한 것일 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 유기용매는 다이메틸 설펡사이드 (Dimethyl Sulfoxide), 디메틸아세트아미드 (DIMETHYLACETAMIDE), 다이메틸폼아마이드(dimethylformamide), 메틸피롤리돈(1-Methyl-2-pyrrolidinone) 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것일 수 있다.

[0021] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 양성자공여체는 물, 알코올 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것일 수 있다.

[0022] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 알칼리염은 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 산화칼슘(CaO), 수산화칼슘(Ca(OH)₂) 및 수산화마그네슘(Mg(OH)₂) 중에서 선택되는 어느 하나 이상인 것일 수 있다.

[0023] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 평균 직경은 10 내지 1,000 nm 이며, 평균 길이는 2 내지 500 μm 인 것일 수 있다.

[0024] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 제조방법으로 제조된 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 포함하는 성형품을 제공할 수 있다.

[0025] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 성형품은 에어로겔, 부직포 또는 필름을 포함하는 것일 수 있다.

발명의 효과

[0026] 본 발명은 TLCP 나노섬유의 제조 방법을 제공하는 것으로, 양성자화 반응을 도입할 경우 우수한 내화특성과 낮은 수분율로 인해 황산과 같은 강산에만 용해되어 나노 크기의 TLCP 섬유의 가공이 힘들다는 단점을 극복함으로써 친환경적으로 TLCP 나노섬유를 제조할 수 있다는 장점이 있다.

[0027] 또한 제조된 TLCP 나노 섬유는 보강재, 첨가제, 에어로겔, 부직포 및 필름의 제품화 제조에 활용할 수 있다는

장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 TLCP 나노섬유를 제조하는 공정을 모식도로 나타낸 것이다.

도 2는 TLCP 섬유와 그로부터 제조된 TLCP 나노섬유의 주사전자현미경 사진을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 이하 첨부된 도면들을 포함한 구체에 또는 실시예를 통해 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 구체에 또는 실시예는 본 발명을 상세히 설명하기 위한 하나의 참조일 뿐 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니며, 여러 형태로 구현될 수 있다.

[0030] 또한 달리 정의되지 않는 한, 모든 기술적 용어 및 과학적 용어는 본 발명이 속하는 당업자 중 하나에 의해 일반적으로 이해되는 의미와 동일한 의미를 갖는다. 본 발명에서 설명에 사용되는 용어는 단지 특정 구체예를 효과적으로 기술하기 위함이고 본 발명을 제한하는 것으로 의도되지 않는다.

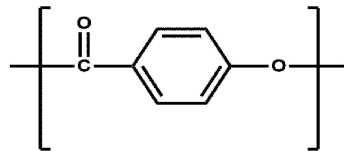
[0031] 또한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에서 사용되는 단수 형태는 문맥에서 특별한 지시가 없는 한 복수 형태도 포함하는 것으로 의도할 수 있다.

[0032] 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

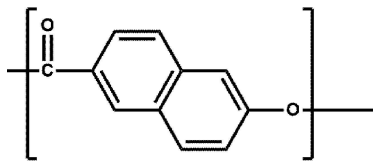
[0033] 일반적으로 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체의 경우 기계적 강도가 우수한 대신에 이에 따라 가공하기 어려운 단점이 있으며, 특히 특유의 경도로 인하여 나노단위의 섬유로 가공하기에 몹시 어려움이 있다.

[0034] 이에 본 발명은 유기용매, 양성자공여체, 알칼리염 및 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체로부터 제조된 열방성 액정 폴리에스테르계 섬유를 혼합한 혼합물로부터 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유를 제조하는 단계;를 포함하며, 상기 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체는 하기 화학식 1의 반복단위 및 하기 화학식 2의 반복단위를 포함하는 것인, 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유의 제조방법을 제공한다.

[0035] [화학식 1]



[0037] [화학식 2]



[0040] 상기 제조방법은 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체로 제조된 섬유를 유기용매, 알칼리염 및 양성자공여체에 투입하여 나노단위의 열방성 액정 폴리에스테르계 나노섬유를 손쉽게 제공할 수 있다.

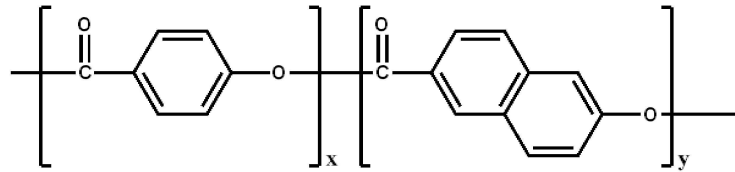
[0041] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스테르계 공중합체는 상기 화학식 1의 반복단위가 1 내지 99 몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 1 내지 99 몰%인 것일 수 있으며, 종계는 상기 화학식 1의 반복단위가 10 내지 90몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 10 내지 90 몰%인 것일 수 있으며, 종계는 상기 화학식 1의 반복단위가 30 내지 90몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 10 내지 70 몰%인 것일 수 있으며, 종계는 상기 화학식 1의 반복단위가 50 내지 90몰%이며, 상기 화학식 2의 반복단위가 10 내지 50 몰%인 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0042] 상기 화학식 1의 반복단위 및 화학식 2의 반복단위의 함량을 만족하는 경우, 상기 나노단위의 열방성 액정 폴

리에스터계 나노섬유를 제조하기 용이하면서 동시에 기계적 물성 또한 우수한 장점이 있다.

[0043] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체는 하기 화학식 3으로 표시되는 것일 수 있다.

[0044] [화학식 3]



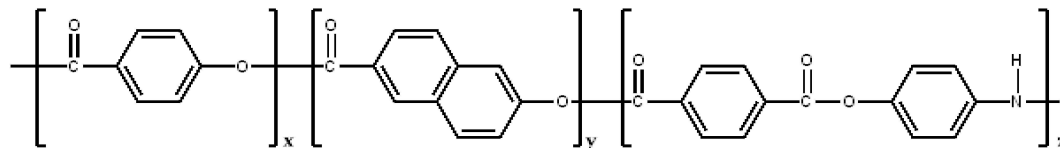
[0045] 상기 화학식 3의 x와 y의 값은 몰%를 나타내며, x와 y의 총 합이 100일 때, x는 50-90 및 y는 10-50일 수 있다.

[0047] 상기 화학식 3으로 표시되는 반복단위로만 구성된 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체의 경우 나노섬유로 제공하기 더욱 좋으며, 특히 기계적 물성 또한 더욱 우수한 장점이 있다.

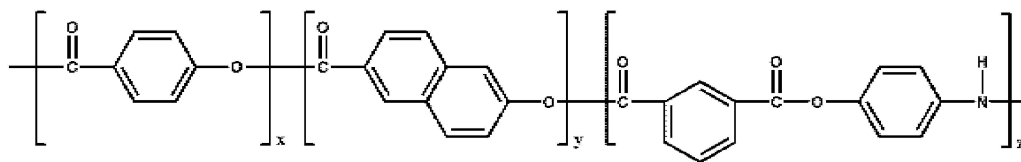
[0048] 또한, 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체 대신에 열방성 액정 폴리에스터-아미드 공중합체를 사용할 수 있으며, 이들을 혼합한 혼합수지를 사용할 수도 있다.

[0049] 구체적으로, 상기 열방성 액정 폴리에스터-아미드 공중합체는 하기 화학식 4 또는 5로 표시되는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0050] [화학식 4]



[0052] [화학식 5]



[0055] 상기 화학식 4 또는 5의 x, y 및 z의 값은 몰%를 나타내며, x, y 및 z의 총 합이 100일 때, x는 60 내지 85, y는 10 내지 30 및 z는 1 내지 10일 수 있다.

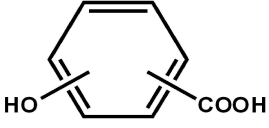
[0056] 상기 열방성 액정 폴리에스터계 공중합체의 중량평균분자량은 10,000 내지 1,000,000 g/mol일 수 있으며, 종계는 50,000 내지 800,000 g/mol일 수 있으며, 종계는 100,000 내지 500,000 g/mol일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0057] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 혼합물은 유기용매 100 중량부에 대하여, 양성자공여체 0 내지 50 중량부, 알칼리염 1 내지 10 중량부 및 열방성 액정 폴리에스터계 섬유 1 내지 30 중량부를 혼합한 것일 수 있으며, 종계는 상기 혼합물은 유기용매 100 중량부에 대하여, 양성자공여체 1 내지 30 중량부, 알칼리염 2 내지 8 중량부 및 열방성 액정 폴리에스터계 섬유 1 내지 10 중량부를 혼합한 것일 수 있으며, 종계는 상기 혼합물은 유기용매 100 중량부에 대하여, 양성자공여체 10 내지 30 중량부, 알칼리염 2 내지 5 중량부 및 열방성 액정 폴리에스터계 섬유 1 내지 5 중량부를 혼합한 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

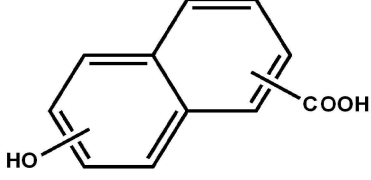
[0058] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 혼합물을 1 내지 48 시간동안 10 내지 80 ℃에서 교반하여 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 제공하는 것일 수 있으며, 종계는 상기 혼합물을 3 내지 30 시간동안 20 내지 40 ℃에서 교반하여 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 제공하는 것일 수 있으며, 종계는 상기 혼합물을 5 내지 24 시간동안 20 내지 40 ℃에서 교반하여 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 제공하는 것일 수 있을 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0059] 상기 조건에서 양성자화 반응을 진행함에 따라 나노 단위의 평균 직경을 가지는 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 제공할 수 있다.
- [0060] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 평균 직경은 10 내지 1,000 nm 이며, 평균 길이는 2 내지 500 μm 인 것일 수 있으며, 종계는 상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 평균 직경은 50 내지 800 nm 이며, 평균 길이는 2 내지 500 μm 인 것일 수 있으며, 종계는 상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 평균 직경은 100 내지 600 nm 이며, 평균 길이는 5 내지 100 μm 인 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0061] 본 발명에서 상기 조건으로 양성자화 반응을 진행함에 따라 상기 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 직경뿐만 아니라 길이 또한 짧아 질 수 있다.
- [0062] 이에 종래에서는 제조하기 어려운 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 분말 형태로 제공할 수 있다.
- [0063] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 유기용매는 다이메틸 설펍사이드 (Dimethyl Sulfoxide), 디메틸아세트아미드 (DIMETHYLACETAMIDE), 다이메틸폼아마이드(dimethylformamide), 메틸피롤리돈(1-Methyl-2-pyrrolidinone) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있으며, 종계는 다이메틸 설펍사이드 (Dimethyl Sulfoxide), 디메틸아세트아미드 (DIMETHYLACETAMIDE) 또는 이들의 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0064] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 알칼리염은 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH), 산화칼슘(CaO), 수산화칼슘($\text{Ca}(\text{OH})_2$) 및 수산화마그네슘($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있으며, 종계는 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH) 또는 이들의 혼합물일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0065] 상기 양성자 공여체는 물, 알코올 등을 포함할 수 있으나, 양성자를 공급해줄 수 물질이라면 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0066] 본 발명은 상기 제조방법으로 제조된 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유를 포함하는 성형품을 제공할 수 있다.
- [0067] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 성형품은 에어로겔, 부직포 또는 필름을 포함하는 것일 수 있으며, 구체적으로 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유현탁액의 여과건조, 동결건조, 캐스팅 고정을 통해 열방성 액정 폴리에스터계 나노섬유의 분말, 에어로겔, 부직포 및 필름의 제품화까지 가능하다.
- [0069] 이하 실시예 및 비교예를 바탕으로 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 실시예 및 비교예는 본 발명을 더욱 상세히 설명하기 위한 하나의 예시일 뿐, 본 발명이 하기 실시예 및 비교예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0071] [물성측정방법]
- [0072] (1) 모폴로지 분석
- [0073] 섬유의 크기와 형태는 주사 전자 현미경(SEM: Scanning Electron Microscope, SU7000, HITACHI)으로 관찰하였다. TLCP 나노섬유/DMSO 분산액을 슬라이드 글라스에 떨어트린 후, 건조한 후, 섬유의 표면을 백금으로 코팅한 후 인가 전압 5 내지 10 keV의 조건에서 다양한 배율로 측정하였다. 또한 위 공정으로 제조된 TLCP 섬유의 직경과 길이는 SEM 이미지를 ImageJ 소프트웨어를 사용하여 측정하였습니다.
- [0075] [실시예 1]
- [0076] 500 mL의 DMSO 분산액에 TLCP 섬유 1 g 당 NaOH 1.5 g과 물 10 mL를 넣고 30 $^{\circ}\text{C}$ 에서 6시간 동안 교반시켜 TLCP 섬유의 양성자화 반응을 유도하여 TLCP 나노섬유를 제조하였다.
- [0077] 상기 TLCP 섬유는 하기 화학식 1로부터 유래된 반복단위 73몰%, 하기 화학식 2로부터 유래된 반복단위 27몰%로부터 제조된 화학식 3의 구조를 갖는 TLCP를 용융방사한 섬유이며, 상기 TLCP 섬유의 평균 직경 및 길이를 측정하여 표 1에 기재하였다.

[0078] [화학식 1]

[0079] 

[0080] [화학식 2]

[0081] 

[0083] [실시예 2]

[0084] 실시예 1에서 500 mL의 DMSO 분산액에 TLCP 섬유 1 g 당 NaOH 1.5 g과 물 10 mL를 넣고 30 ℃에서 12시간 동안 교반한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.

[0086] [실시예 3]

[0087] 실시예 1에서 500 mL의 DMSO 분산액에 TLCP 섬유 14.5 g 당 NaOH 1.5 g과 물 10 mL를 넣고 30 ℃에서 12시간 동안 교반한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.

[0089] [비교예 1]

[0090] 양성자화 반응을 실행하지 않은 실시예 1의 TLCP 섬유의 길이 및 두께를 측정하여 표 1에 기재하였다.

표 1

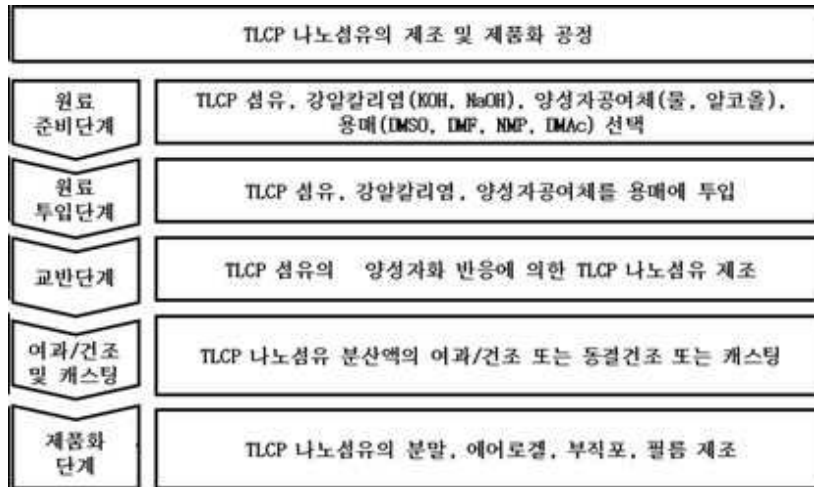
시험예	TLCP 섬유: NaOH : H ₂ O : DMSO (중량비)	시간	평균길이	평균직경
실시예1	2 : 3 : 20 : 1000	6 시간	9.8 μm	512 nm
실시예2	2 : 3 : 20: 1000	12 시간	12.7 μm	160.6 nm
실시예3	25 : 3 : 20: 1000	12 시간	221.2 μm	5.8 μm
비교예1	100 : 0 : 0 : 0	-	3.0 mm	17.7 μm

[0093] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

[0094] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2

