

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4509937号  
(P4509937)

(45) 発行日 平成22年7月21日(2010.7.21)

(24) 登録日 平成22年5月14日(2010.5.14)

(51) Int.Cl.

F I

D O I D 5/04 (2006.01)

D O I D 5/04

請求項の数 7 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2005-512810 (P2005-512810)  
 (86) (22) 出願日 平成15年12月30日(2003.12.30)  
 (65) 公表番号 特表2007-528449 (P2007-528449A)  
 (43) 公表日 平成19年10月11日(2007.10.11)  
 (86) 国際出願番号 PCT/KR2003/002883  
 (87) 国際公開番号 W02005/064048  
 (87) 国際公開日 平成17年7月14日(2005.7.14)  
 審査請求日 平成18年5月11日(2006.5.11)

前置審査

(73) 特許権者 506153756  
 キム, ハグーヨン  
 大韓民国 560-865 チョルラブク  
 ード, チョンジュシ, ワンサング, ピ  
 ヨンワードン 2ガ, 410-6  
 (73) 特許権者 506154409  
 パク ジョーン-チョル  
 大韓民国 140-030 ソウル市, ヨ  
 ンサング, イチョンードン, 430, エ  
 ルジーザイ アパートメント, 109-1  
 202  
 (74) 代理人 100091683  
 弁理士 ▲吉▼川 俊雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高分子樹脂溶液の紡糸溶液(1)を高電圧下でノズル(2)を通じてコレクター(8)上にエレクトロスピニングしてナノ水準の繊維度を有するナノ繊維(3)を製造するにおいて、該コレクター(8)として熱媒循環によって間接加熱される加熱装置(6)を備えたコレクター(8)を使用することを特徴とする繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 2】

加熱装置(6)を備えたコレクター(8)が、(i)下段面になる支持体(7)；(ii)上段面になる伝導板(5)；及び(iii)上記支持体と伝導板の間に位置して、熱媒循環によって間接加熱される加熱装置(6)から構成される三層構造の積層体であることを特徴とする請求項1記載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 3】

上記熱媒が、水、蒸気又はオイルであることを特徴とする請求項1記載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 4】

加熱装置(6)が、その内部に熱媒循環用管(6e)が内蔵されており、熱媒供給部(6f)及び熱媒排出部(6g)によって循環式熱源装置(6d)と連結されている板状の加熱装置であることを特徴とする請求項2記載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 5】

上記支持体(7)の材質が、非伝導性のプラスチックであることを特徴とする請求項2記

10

20

載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 6】

上記非伝導性の高分子がシリコンであることを特徴とする請求項 5 記載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【請求項 7】

上記エレクトロスピニング方式が、下向式エレクトロスピニング方式、上向式エレクトロスピニング方式又は水平式エレクトロスピニング方式であることを特徴とする請求項 1 記載の繊維形成能に優れたナノ繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、ナノ水準の繊維度を有する繊維（以下、“ナノ繊維”とする）を高効率に製造する方法に関するものであって、具体的には、加熱装置を備えたコレクターを用いてエレクトロスピニングする時、コレクター上に残存する溶媒、特に低揮発性溶媒（沸騰点の高い溶媒）を迅速に揮発させることにより、コレクター上に収集された繊維が上記残存溶媒に再溶解され、それにより繊維形成能（Fiber formation）が低下されることを効果的に防止することができるナノ繊維の製造方法に関するものである。

【0002】

より具体的に、本発明は、低揮発性溶媒（沸騰点の高い溶媒）を用いてナノ繊維を製造するか、大量生産のために比較的揮発性の高い溶媒（沸騰点の低い溶媒）を用いてナノ繊維を長時間エレクトロスピニングする時、エレクトロスピニングされてコレクター上に収集されたナノ繊維などがコレクター上に残存する溶媒に再溶解されないように、上記残存溶媒をより効率的に揮発させることができるので、ナノ繊維を高効率に大量生産することができる方法に関するものである。

20

【背景技術】

【0003】

ナノ繊維から構成された不織布、メンブレイン（membrane）、ブレイド（braid）などの製品は、生活用品、農業用、衣類用、産業用などに広く使っている。具体的に、人造皮革、人造スエード（suede）、生理用ナプキン、衣服、おむつ、包装材、雑貨用素材、各種フィルター素材、遺伝子伝達体などの医療用素材、防弾胸衣などの国防用素材など多様な分野で使われている。

30

【0004】

米国第4,044,404号などに記載されている従来のエレクトロスピニング装置は、紡糸溶液を保管する紡糸溶液主タンク；紡糸溶液の定量供給のための計量ポンプ；紡糸溶液を吐出する多数個のノズルが配列されたノズルブロック；上記ノズルの下段に位置して紡糸される繊維などを集積するコレクター；及び電圧を発生させる電圧発生装置などからなっている。

【0005】

上記エレクトロスピニング装置を用いたエレクトロスピニング方法をより具体的に説明すると、紡糸溶液主タンク内の紡糸溶液を計量ポンプによって、高電圧が印加されている多数のノズル内に連続的に定量供給する。

40

【0006】

次いで、ノズルなどに供給された紡糸溶液は、ノズルを通じて高電圧が印加されているコレクター上に紡糸され、このように紡糸されたナノ繊維はコレクター上に収集される。

【0007】

上記のような従来のエレクトロスピニング方法によってナノ繊維を製造する場合は、コレクター上に収集されたナノ繊維がコレクター上に残存する溶媒に再溶解され、これにより繊維形成能が大きく低下される問題点があった。

【0008】

特に、低揮発性溶媒（沸騰点の高い溶媒）を使用する場合は、上記のような問題点をもつ

50

とひどくなった。

【0009】

又、高揮発性溶媒（沸騰点の低い溶媒）を使用する場合も、ナノ繊維の大量生産のために、長時間エレクトロスピンニングすると、コレクター上に溶媒が残存することになり、従って、コレクターに収集されたナノ繊維が溶解される上記のような問題点が発生した。

【0010】

その結果、従来のエレクトロスピンニング方法によっては、大量生産が不可能であり、使用可能な溶媒の種類も限定された。

【発明の開示】

【0011】

10

本発明は、上記のような従来の問題点を解決するために、エレクトロスピンニング工程中に、コレクター上に残存する溶媒をより迅速に揮発させることにより、コレクター上に収集されたナノ繊維が上記残存溶媒に再溶解されることを効果的に防止することができるナノ繊維の製造方法を提供しようとする。

【0012】

又、本発明は、使用溶媒にかかわらず、ナノ繊維をより高い繊維形成効率に大量生産することができる方法を提供しようとする。

【0013】

このような技術的課題を達成するために、本発明は、高分子樹脂溶液の紡糸溶液（１）を高電圧下でノズル（２）を通じてコレクター（８）上にエレクトロスピンニングしてナノ水準の繊維度を有するナノ繊維（３）を製造する時、該コレクター（８）として加熱装置（６）を備えたコレクター（８）を使用することを特徴とするナノ繊維の製造方法を提供する。

20

【0014】

以下、添付された図面を通じて本発明を詳しく説明する。

【0015】

図1は、本発明に使用するコレクターにおける直接加熱方式の加熱装置（６）及び支持体（７）の部分の拡大概略図で、図2は、本発明に使用するコレクターにおける間接加熱方式の加熱装置（６）及び支持体（７）の部分の拡大概略図である。

【0016】

本発明は、ナノ繊維をエレクトロスピンニングする時、コレクター上に残存する溶媒の揮発を促進するために、図1のような直接加熱方式の加熱装置（６）を備えたコレクター（８）を使用するか、図2のような間接加熱方式の加熱装置（６）を備えたコレクター（８）を使用する。

30

【0017】

上記直接加熱方式の加熱装置（６）を備えたコレクター（８）の具体例として、（i）下段面になる支持体（７）；（ii）上段面になる伝導板（５）；及び（iii）上記支持体と伝導板の間に位置する直接加熱方式の加熱装置（６）から構成される三層構造の積層体を使用することができる。

【0018】

この直接加熱方式の加熱装置（６）としては、図1に図示されたように、非伝導性高分子により被服された熱線（6b）などが一定間隔に配列されており、温度調節機（6c）が付着されている加熱板（6a）を使用することができる。

40

【0019】

この時、熱線を被服する非伝導性高分子としては、電流の遮断性が優れているシリコンなどを使用することが好ましい。

【0020】

シリコンは、電流の遮断性だけでなく、柔軟性も優れているので、取り扱いが容易であるとの長所があった。

【0021】

加熱装置（６）の上部に積層される伝導板（５）は、アルミニウム、銅、ステンレス鋼など

50

の優秀な伝導性を有する材質から構成される。

【 0 0 2 2 】

なお、加熱装置(6)の下部に位置する支持体(7)としては、プラスチックなどの非伝導性材質とすることが、熱損失を最少化し、断熱効果を高めるので、好ましい。

【 0 0 2 3 】

上記直接加熱方式の加熱装置(6)を備えたコレクター(8)を使用すると、エレクトロスピンニングする間、加熱装置(6)内の熱線(6b)に熱を供給して加熱板(6a)を加熱させ、加熱板(6a)で発生される熱をコレクター(8)の表面を構成する伝導板(5)に伝導させて、コレクター(8)上に残存する溶媒を迅速に揮発させられる。

【 0 0 2 4 】

又、加熱板(6a)に連結されている温度調節機(6c)を用いて、コレクター(8)の表面温度を調節することができる。

【 0 0 2 5 】

一方、上記間接加熱方式の加熱装置(6)を備えたコレクター(8)の具体例として、(i)下段面になる支持体(7)；(ii)上段面になる伝導板(5)；及び(iii)上記支持体と伝導板の間に位置して、熱媒循環によって間接加熱される加熱装置(6)から構成される三層構造の積層体を使用することができる。

【 0 0 2 6 】

この間接加熱方式の加熱装置(6)としては、図2に図示されたように、その内部に熱媒循環用管(6e)が内蔵されており、熱媒供給部(6f)及び熱媒排出部(6g)によって循環式熱源装置(6d)と連結されている板状の加熱装置を使用することができる。

【 0 0 2 7 】

上記熱媒としては、水、蒸気又はオイルなどを使用することができるが、本発明はその熱媒の種類を特に限定することではない。

【 0 0 2 8 】

加熱装置(6)の上部に積層される伝導板(5)は、アルミニウム、銅、ステンレス鋼などの伝導性の優秀な材質から構成される。

【 0 0 2 9 】

なお、加熱装置(6)の下部に位置する支持体(7)としては、プラスチックなどの非伝導性材質とすることが、熱損失を最少化し、断熱効果を高めるので、好ましい。

【 0 0 3 0 】

上記間接加熱方式の加熱装置(6)を備えたコレクター(8)を使用すると、エレクトロスピンニングする間、循環式熱源装置(6d)で加熱された熱媒を加熱装置(6)の熱媒循環用管(6e)に循環させることにより加熱装置(6)を加熱させ、加熱装置(6)で発生される熱をコレクター(8)の表面を構成する伝導板(5)に伝導させることにより、コレクター(8)上に残存する溶媒を迅速に揮発させられる。

【 0 0 3 1 】

この間接加熱方式の加熱装置(6)が加熱されるメカニズムをより具体的に説明する。図2に示したように、熱媒は循環式熱源装置(6d)で所定温度に加熱される。次いで、加熱された熱媒は、熱媒供給部(6f)を通じて加熱装置(6)に内蔵された熱媒循環用管(6e)に導入されてから、熱媒循環用管(6e)に沿って流れながら、加熱装置(6)を間接的に加熱させる。その後、温度の低くなった熱媒は、熱媒排出部(6g)を通じて循環式熱源装置(6d)に循環されて、所定温度に再加熱される。このような循環過程を反復することになる。

【 0 0 3 2 】

コレクター(8)の表面温度は、必要によって、適切に調節するが、その温度範囲は、常温～300℃であることが好ましく、より好ましくは常温～200℃である。

【 0 0 3 3 】

図3は、加熱装置(6)を備えたコレクター(8)を用いて、下向式エレクトロスピンニング方式にナノ繊維を製造する本発明の工程概略図で、図4は、加熱装置(6)を備えたコレク

10

20

30

40

50

ター（８）を用いて、上向式エレクトロスピンニング方式にナノ繊維を製造する本発明の工程概略図で、図5は、加熱装置（６）を備えたコレクター（８）を用いて、水平式エレクトロスピンニング方式にナノ繊維を製造する本発明の工程概略図である。

【 0 0 3 4 】

本発明の加熱装置（６）を備えたコレクター（８）は、ノズルとコレクターがいずれの角度に構成されても適用することができる。

【 0 0 3 5 】

その結果、本発明は、図3乃至図5に示したように、下向式エレクトロスピンニング方法、上向式エレクトロスピンニング方法及び水平式エレクトロスピンニング方法に全部適用することができる。

10

【 0 0 3 6 】

以上で説明したように、本発明は、エレクトロスピンニングする時、直接又は間接加熱方式の加熱装置（６）を備えたコレクター（８）を使用するので、コレクター（８）上に残存する溶媒を迅速に揮発させることができる。従って、コレクター（８）上に収集されたナノ繊維が上記残存溶媒に再溶解される現象を防止することにより、低揮発性溶媒（沸騰点の高い溶媒）を使用する場合でも、その繊維形成効率を向上することができる。

【 0 0 3 7 】

さらに、本発明は、高揮発性溶媒（沸騰点の低い溶媒）を使用して、長時間の間、ナノ繊維を大量に生産することができる。

【本発明を遂行するための最良の実施形態】

20

【 0 0 3 8 】

以下、実施例及び比較実施例を通じて、本発明をより具体的に説明する。しかし、本発明がこれら実施例のみに限定されるものではない。

実施例1

【 0 0 3 9 】

数平均分子量80,000のポリウレタン樹脂（Dow Chemical社製 Pellethane 2103-80AE）8重量％をN,N-ジメチルホルムアミドに溶解して紡糸溶液を製造してから、製造された紡糸溶液を図4のような上向式エレクトロスピンニング方式にエレクトロスピンニングしてナノ繊維を製造した。

【 0 0 4 0 】

30

上記エレクトロスピンニングする時、電圧は30kVと、紡糸距離は20cmとした。電圧発生装置としては、Simco Company製のモデルCH50を用いた。ノズル板としては、直径0.8mmのホール（ノズル）2,000個が均一に配列されたノズル板を使用した。

【 0 0 4 1 】

また、コレクター（８）としては、（i）ポリプロピレン板の支持体（７）；（ii）シリコンにより被服された熱線（6b）が一定間隔に配線されており、温度調節機（6c）が付着されている加熱板（6a）からなり、上記支持体（７）の上に位置する直接加熱方式の加熱装置（６）；及び（iii）アルミニウムフィルムからなり、上記加熱装置の上に位置する伝導板（５）から構成される三層構造の積層体を使用した。該コレクター（８）の表面温度は95℃とした。

40

【 0 0 4 2 】

上記のように製造したナノ繊維ウェブの拡大写真は図6の通りである。

実施例2

【 0 0 4 3 】

数平均分子量80,000のポリウレタン樹脂（Dow Chemical社製 Pellethane 2103-80AE）8重量％をN,N-ジメチルホルムアミドに溶解して紡糸溶液を製造してから、製造された紡糸溶液を図4のような上向式エレクトロスピンニング方式にエレクトロスピンニングしてナノ繊維を製造した。

【 0 0 4 4 】

50

上記エレクトロスピニングする時、電圧は30kVと、紡糸距離は20cmとした。電圧発生装置としては、Simco Company製のモデルCH50を用いた。ノズル板としては、直径0.8mmのホール（ノズル）2,000個が均一に配列されたノズル板を使用した。

【0045】

また、コレクター（8）としては、（i）ポリプロピレン板の支持体（7）；（ii）その内部に熱媒循環用管（6e）が内蔵されており、熱媒供給部（6f）及び熱媒排出部（6g）によって循環式熱源装置（6d）と連結される加熱装置（6）；及び（iii）アルミニウムフィルムからなり、上記加熱装置の上に位置する伝導板（5）から構成される三層構造の積層体を使用した。該コレクター（8）の表面温度は85℃とした。

【0046】

上記のように製造したナノ繊維ウェブの中で、三つのホールから紡糸された部分の拡大写真は図7の通りである。

10

#### 比較実施例1

【0047】

直接又は間接加熱方式の加熱装置（6）が備えている実施例1又は実施例2のコレクター（8）に代わり、加熱装置（6）の付着されていない通常のコレクターを使用することを除いては、実施例1と同一の工程及び方法によって、ナノ繊維を製造した。

【0048】

製造したナノ繊維ウェブの拡大写真は図8の通りであり、製造したナノ繊維ウェブの中で、三つのホールから紡糸された部分の拡大写真は図9の通りである。

20

【0049】

実施例1から製造したナノ繊維ウェブの拡大写真である図6と、比較実施例1から製造したナノ繊維ウェブの拡大写真である図8を比較するか、実施例2から製造したナノ繊維ウェブの拡大写真である図7と、比較実施例1から製造したナノ繊維ウェブの拡大写真である図9を比較すると、実施例1及び実施例2から製造したナノ繊維は、その繊維形態をそのまま維持している一方、比較実施例1から製造したナノ繊維は、コレクター上の溶媒に溶解されて、その繊維形態がひどく損傷されていることを確認することができる。

【産業上の利用可能性】

【0050】

本発明は、エレクトロスピニング工程中に、コレクター上に残存する溶媒をより迅速に揮発させることができるので、コレクター上に収集されたナノ繊維が残存溶媒に再溶解されることを効果的に防止することができる。

30

【0051】

従って、本発明は、使用溶媒の種類にかかわらず、ナノ繊維を大量に生産することができる、繊維形成効率も大きく向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0052】

【図1】本発明で使用するコレクター（8）における直接加熱方式の加熱装置（6）及び支持体（7）の部分の拡大概略図である。

40

【図2】本発明で使用するコレクター（8）における間接加熱方式の加熱装置（6）及び支持体（7）の部分の拡大概略図である。

【図3】下向きエレクトロスピニング方式の本発明の工程概略図である。

【図4】上向きエレクトロスピニング方式の本発明の工程概略図である。

【図5】水平式エレクトロスピニング方式の本発明の工程概略図である。

【図6】実施例1（直接加熱方式加熱装置の付着及び使用）から製造したナノ繊維ウェブ（Web）の拡大写真である。

【図7】実施例2（間接加熱方式加熱装置の付着及び使用）から製造したナノ繊維ウェブ（Web）の拡大写真である。

【図8】比較実施例1（加熱装置使わず）から製造したナノ繊維ウェブ（Web）の拡大写真

50

である。

【図9】比較実施例1（加熱装置使わず）から製造したナノ繊維ウェブ（Web）の拡大写真である。

【符合の説明】

【0053】

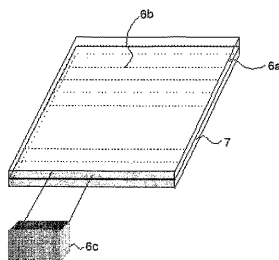
- 1：高分子樹脂溶液の紡糸溶液
- 2：ノズル
- 3：エレクトロスピニングされたナノ繊維
- 4：高電圧発生装置
- 5：伝導板
- 6：加熱装置
- 7：支持体
- 8：コレクター（ナノ繊維の集積板）
- 6a：加熱板
- 6b：非伝導性高分子により被服された熱線
- 6c：温度調節機
- 6d：循環式熱源装置
- 6e：熱媒循環管
- 6f：熱媒供給部
- 6g：熱媒排出部

10

20

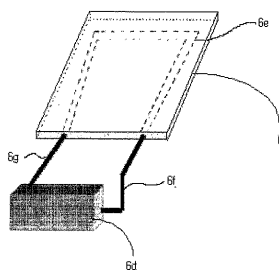
【図1】

Fig 1.



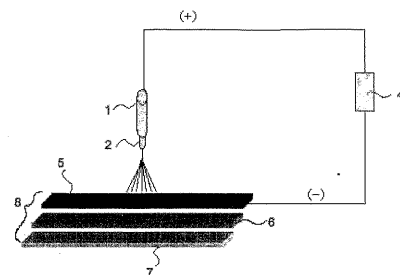
【図2】

Fig 2.



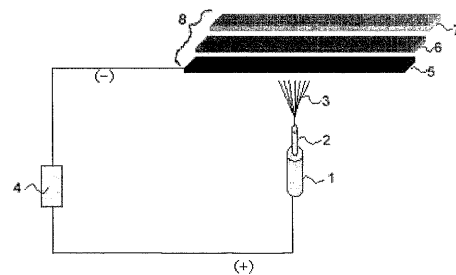
【図3】

Fig 3.



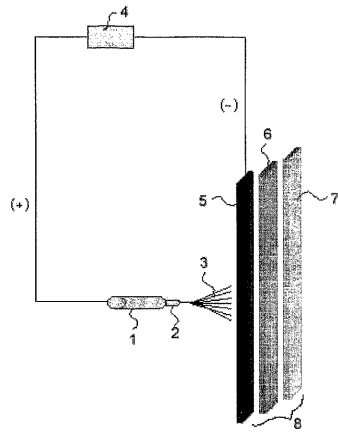
【図4】

Fig 4.



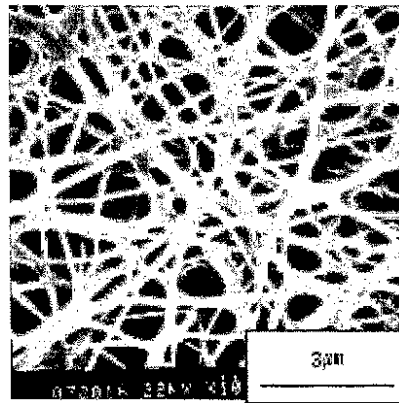
【図 5】

Fig 5.



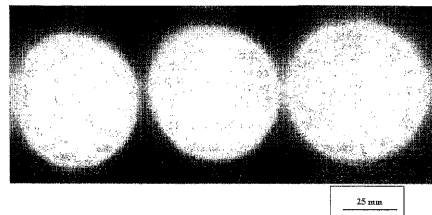
【図 6】

Fig 6.



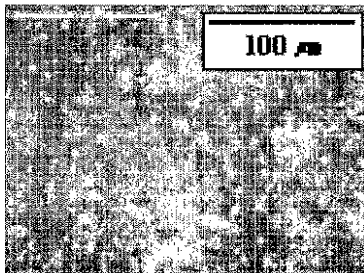
【図 7】

Fig 7.



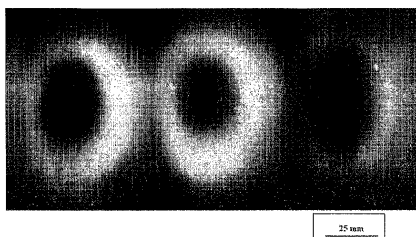
【図 8】

Fig 8.



【図 9】

Fig 9.





---

フロントページの続き

(72)発明者 キム, ハグ - ヨン

大韓民国 560 - 865 チョルラブク - ド, チョンジュ - シ, ワンサン - グ, ピョンワ - ドン  
2ガ, 410 - 6

審査官 平井 裕彰

(56)参考文献 国際公開第02/049536(WO, A1)

国際公開第03/087443(WO, A1)

国際公開第02/020668(WO, A1)

特開平05 - 279942(JP, A)

特開平11 - 322946(JP, A)

特表2004 - 529673(JP, A)

特表2005 - 522594(JP, A)

特表2004 - 532665(JP, A)

特表2004 - 508447(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01D1/00-13/02

D04H1/00-18/00