



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년11월29일
(11) 등록번호 10-1680908
(24) 등록일자 2016년11월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01D 5/18 (2006.01) D01D 5/00 (2006.01)
D01F 6/46 (2006.01) B82Y 40/00 (2011.01)
(21) 출원번호 10-2010-7015710
(22) 출원일자(국제) 2008년12월17일
심사청구일자 2013년12월16일
(85) 번역문제출일자 2010년07월15일
(65) 공개번호 10-2010-0108382
(43) 공개일자 2010년10월06일
(86) 국제출원번호 PCT/US2008/087058
(87) 국제공개번호 WO 2009/079523
국제공개일자 2009년06월25일
(30) 우선권주장
61/007,881 2007년12월17일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
WO2007110783 A2*
WO2007126674 A1*
JP2007532790 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
미국 19805 델라웨어주 윌밍톤 피.오. 박스 2915
센터 로드 974 체스트넛 런 플라자
(72) 발명자
후앙, 타오
미국 19335 펜실베이니아주 다우닝타운 윌리엄버그
불러바드 894
(74) 대리인
양영준, 양영환, 김영

전체 청구항 수 : 총 7 항

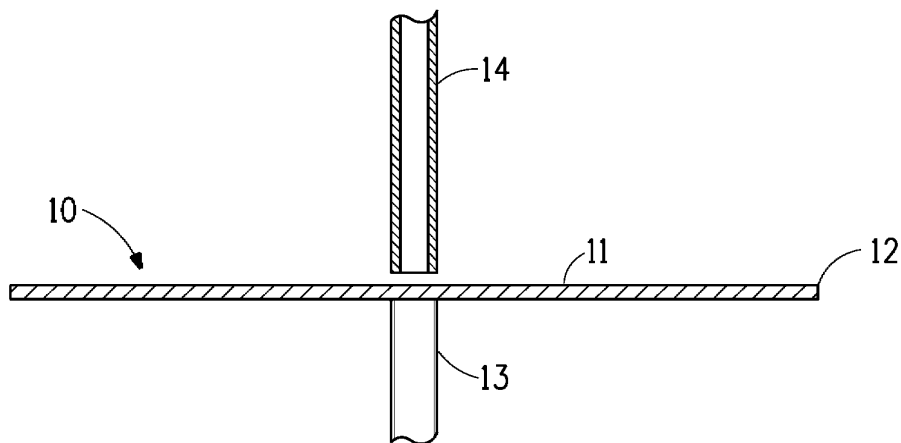
심사관 : 이명선

(54) 발명의 명칭 원심식 용액 방사 나노섬유 방법

(57) 요약

본 발명은 평탄면을 갖는 고속 회전식 방사 디스크를 이용하여 방사 용액으로부터 나노섬유를 형성하는 방법에 관한 것이다. 나노섬유는 선택적 장벽 최종 용도를 위해 균일한 웨브로 수집될 수 있다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

적어도 하나의 중합체가 적어도 하나의 용매 중에 용해되어 있는 100℃와 용매의 빙점 사이의 온도의 방사 용액을, 4,000 rpm 내지 100,000 rpm의 회전 속도를 갖고 평탄면 및 전방면 방출 에지를 갖는 회전식 방사 디스크에 공급하는 단계이며, 여기서 상기 방사 디스크는 방사 용액을 수용하기 위한 저장조를 형성하는, 방사 디스크의 중심에 대한 반경방향 거리의 40% 내에 동심으로 위치되는, 평탄면에 대해 오목한 영역을 갖는 것인 단계;

평탄면을 따라 방사 디스크로부터 방사 용액을 배출하여 방사 디스크의 평탄면을 완전히 습윤시키고 방사 용액을 방사 디스크의 방출 에지의 전방면을 향해 필름으로서 분배시키는 단계; 및

방사 용액으로부터 개별 섬유질 스트림들을 형성하면서 용매가 기화하여 중합체 나노섬유를 생성하는 단계를 포함하는 나노섬유 형성 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 중합체는 폴리알킬렌 옥사이드, 폴리(메트)아크릴레이트, 폴리올레핀, 폴리스티렌계 중합체 및 공중합체, 비닐 중합체 및 공중합체, 플루오로중합체, 폴리에스테르 및 코폴리에스테르, 폴리우레탄, 폴리알킬렌, 폴리아미드, 폴리아라미드, 열가소성 중합체, 액정 중합체, 엔지니어링 중합체, 생분해성 중합체, 바이오계(bio-based) 중합체, 천연 중합체, 및 단백질 중합체를 포함하는 군으로부터 선택되는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 방사 디스크 둘레에 성형 유체(shaping fluid)를 유동시켜 방사 용액을 방사 디스크로부터 멀리 지향시키는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 성형 유체는 가스를 포함하는 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 가스는 공기 또는 질소이며, 가열 또는 냉각될 수 있는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 방사 용액으로부터 개별 섬유질 스트림들을 형성하면서 용매가 기화하여 중합체 나노섬유를 생성하는 단계 동안에 전기장을 제공하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 전기장은 1 kV 내지 150 kV의 전압 전위를 갖는 방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 관련 출원과의 상호 참조
- [0002] 본 출원은 그 개시 내용이 마치 전체적으로 기재된 것처럼 모든 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된 미국 가출원 제61/007,881호 (2007년 12월 17일자로 출원됨)로부터 35 U.S.C. § 119 하의 우선권을 주장한다.
- [0003] 본 발명은 나노섬유(nanofiber) 및 섬유질 웹(web)을 형성하기 위한 방법에 관한 것이다. 특히, 나노섬유는 제조되고 수집되어 필터, 배터리 분리막, 및 통기성 의류 가운(gown)과 같은 선택적 장벽 최종 용도에 유용한 섬유질 웹으로 될 수 있다.

배경 기술

- [0004] 전기장 및 성형 유체(shaping fluid)와 함께 사용되는 회전식 스프레이어(sprayer)는 목표 장치를 코팅하기 위해 페인트를 분무화하는 데 유용하다. 회전식 스프레이어에 의해 공급되는 원심력은 페인트가 분무화되게 하기에 충분한 전단(shear)을 생성하고, 성형 유체 및 전기장은 분무화된 페인트를 목표 장치로 끌어당긴다. 이 방법은 분무화된 소적의 생성을 위해 최적화되었다. 너무 많은 분무화된 소적이 보다 큰 실체로 응집되면 결함이 발생한다. 선행 기술은 보다 큰 실체가 아닌 분무화된 소적을 만드는 것에 관하여 교시한다.
- [0005] 매우 미세한 섬유 및 매우 미세한 섬유로부터 제조된 섬유질 웹에 대한 필요성이 높아지고 있다. 이들 유형의 웹은 선택적 장벽 최종 용도에 유용하다. 현재, 매우 미세한 섬유는 멜트 스펀 "해도형(islands in the sea)" 단면 섬유, 스플릿(split) 필름, 몇몇 멜트블로운 방법, 및 전기 방사로부터 만들어진다. 필요한 것은 매우 미세한 섬유 및 균일한 섬유질 웹을 제조하기 위한 고 처리량 방법이다.

발명의 내용

- [0006] 본 발명은 고속 회전식 방사 디스크의 사용에 의해 나노섬유 및 균일한 웹을 제조하는 고 처리량 방법을 제공한다.
- [0007] 제1 실시 형태에서, 본 발명은 적어도 하나의 중합체가 적어도 하나의 용매 중에 용해되어 있는 약 100℃와 용매의 빙점 사이의 온도의 방사 용액을, 약 4,000 rpm 내지 약 100,000 rpm의 회전 속도를 갖고 평탄면 및 전방면 방출 에지를 갖는 회전식 방사 디스크에 공급하는 단계; 평탄면을 따라 방사 디스크로부터 방사 용액을 배출하여 방사 디스크의 평탄면을 완전히 습윤시키고 방사 용액을 방사 디스크의 방출 에지의 전방면을 향해 필름으로서 분배시키는 단계; 및 방사 용액으로부터 개별 섬유질 스트립들을 형성하면서 용매가 기화하여 중합체 나노섬유를 생성하는 단계를 포함하는 나노섬유 형성 방법에 관한 것이다.
- [0008] 제2 실시 형태에서, 본 발명은 적어도 하나의 중합체가 적어도 하나의 용매 중에 용해되어 있는 약 100℃와 용매의 빙점 사이의 온도의 방사 용액을, 약 4,000 rpm 내지 약 100,000 rpm의 회전 속도를 갖고 평탄면 및 전방면 방출 에지를 갖는 회전식 방사 디스크 - 방사 디스크는 저장조를 형성하는, 방사 디스크의 중심에 대한 반경 방향 거리의 40% 내에 동심으로 위치되는 평탄면에 대해 오목한 영역을 가짐 - 에 공급하고, 방사 용액을 저장조로 배출하는 단계; 평탄면을 따라 방사 디스크로부터 방사 용액을 배출하여 방사 디스크의 평탄면을 완전히 습윤시키고 방사 용액을 방사 디스크의 방출 에지의 전방면을 향해 필름으로서 분배시키는 단계; 및 방사 용액으로부터 개별 섬유질 스트립들을 형성하면서 용매가 기화하여 중합체 나노섬유를 생성하는 단계를 포함하는 나노섬유 형성 방법에 관한 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0009] <도 1>
- 도 1은 본 발명에서의 사용에 적합한 평탄면을 갖는 회전식 방사 디스크의 단면도.
- <도 2>
- 도 2는 본 발명에서의 사용에 적합한 평탄면을 갖는 회전식 방사 디스크의 단면도.
- <도 3 내지 도 6>
- 도 3 내지 도 6은 본 발명에서의 사용에 적합한 평탄면 및 저장조를 갖는 회전식 방사 디스크의 단면도.

<도 7>

도 7은 실시예 1로부터의 평탄 방사 디스크를 이용하여 제조된 폴리 (에틸렌 옥사이드) 나노섬유의 주사형 전자현미경 사진(scanning electron micrograph).

<도 8>

도 8은 비교예 A로부터의 오목 형상의 방사 디스크로부터 제조된 폴리 (에틸렌 옥사이드) 나노섬유의 주사형 전자현미경 사진.

<도 9>

도 9는 실시예 2로부터의 저장조를 갖는 평탄 방사 디스크를 이용하여 제조된 폴리 (에틸렌 옥사이드) 나노섬유의 주사형 전자현미경 사진.

<도 10>

도 10은 실시예 3으로부터의 저장조를 갖는 평탄 방사 디스크를 이용하여 제조된 폴리 (에틸렌 옥사이드) 나노섬유의 주사형 전자현미경 사진.

<도 11>

도 11은 실시예 4로부터의 저장조를 갖는 평탄 방사 디스크를 이용하여 제조된 폴리 (비닐 알코올) 나노섬유의 주사형 전자현미경 사진.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0010] 본 발명은 평탄면을 갖는 고속 회전식 방사 디스크를 이용하여 방사 용액으로부터 나노섬유를 형성하는 방법에 관한 것이다.
- [0011] "나노섬유"라는 용어는 수십 나노미터로부터 최대 수백 나노미터까지 변하지만 일반적으로 약 1 마이크로미터 미만, 심지어 약 0.8 마이크로미터 미만, 및 심지어 약 0.5 마이크로미터 미만의 직경을 갖는 섬유를 말한다.
- [0012] 본 발명의 용액 방사된 천 및 웹은 중합체 나노섬유의 적어도 하나의 층을 포함한다. 나노섬유는 약 1 μm 미만, 바람직하게는 약 0.1 μm 내지 약 1 μm 의 평균 섬유 직경과, 공기/액체 여과 매체, 배터리 및 커패시터 분리막, 보호용 의류 등과 같은 다양한 상업적 최종 용도를 충족시키기에 충분히 큰 평량을 갖는다.
- [0013] 방사 용액은 적어도 하나의 용매 중에 용해되어 있는 적어도 하나의 중합체를 포함한다. 기화될 수 있는 용매 중에 용해될 수 있는 임의의 섬유 형성 중합체가 사용될 수 있다. 적합한 중합체에는 폴리알킬렌옥사이드, 폴리(메트)아크릴레이트, 폴리스티렌계 중합체 및 공중합체, 비닐 중합체 및 공중합체, 플루오로중합체, 폴리에스테르 및 코폴리에스테르, 폴리우레탄, 폴리알킬렌, 폴리아미드, 폴리아라미드, 열가소성 중합체, 액정 중합체, 엔지니어링 중합체, 생분해성 중합체, 바이오계(bio-based) 중합체, 천연 중합체, 및 단백질 중합체가 포함된다. 일반적으로, 약 10 cP 내지 약 100,000 cP, 더욱 유리하게는 약 100 cP 내지 약 75,000 cP, 가장 유리하게는 약 1,000 cP 내지 약 50,000 cP의 점도를 갖는 방사 용액이 유용하다.
- [0014] 도 1은 방사 용액으로부터 나노섬유를 형성하기에 적합한 회전식 방사 디스크의 예시이다. 회전식 방사 디스크는 회전식 스프레이어 장치 또는 원심식 방사 장치(도시되지 않음)의 방사구(spinneret) 부분에 사용될 수 있다. 평탄면(11) 및 전방면 방출 예지(12)를 갖는 회전식 방사 디스크(10)가 고속 모터(도시되지 않음)에 연결된 구동 샤프트(13) 상에 장착된다. 방사 용액은 적어도 하나의 용매 중에 적어도 하나의 중합체를 용해시킴으로써 제조된다. 약 100℃와 용매의 빙점 사이의 온도의 방사 용액은, 구동 샤프트(13)와 동축으로 연장되고 구동 샤프트(13)에 부착된 축의 반대편인 방사 디스크(10)의 축에서 방사 디스크(10)의 중심에 아주 근접하여 있는 공급 튜브(14)를 통해 펌핑된다. 용액의 처리 속도는 약 1 cc/min 내지 약 500 cc/min이다. 방사 용액이 공급 튜브(14)를 빠져나감에 따라, 방사 용액은 회전식 방사 디스크(10)와 접촉하게 되고 전방면 방출 예지(12)에 도달할 때까지 평탄면(11)을 따라 이동하여 방사 디스크의 평탄면을 완전히 습윤시키고 방사 용액을 필름으로서 분배시킨다. 방사 디스크(10)의 회전 속도는 약 4,000 rpm 내지 약 100,000 rpm, 더 유리하게는 약 6,000 rpm 내지 약 100,000 rpm, 그리고 가장 유리하게는 약 8,000 rpm 내지 약 100,000 rpm이다. 전방면 방출 예지(12)는 뾰족하거나 둥글게 될 수 있으며 톱니 모양이나 분할 리지(ridge)를 포함할 수 있다. 방사 디스크(10)의 회전 속도는 방사 용액을 평탄면(11)을 따라 그리고 전방면 방출 예지(12)를 지나 나아가게 하여, 원심력에 의해 방출 예지로부터 발산되는 개별 섬유질 스트림들을 형성한다. 동시에, 용매는 본 발명의 나노섬유

가 형성될 때까지 기화한다. 나노섬유는 수집기(도시되지 않음) 상에 수집되어 섬유질 웹을 형성할 수 있다.

[0015] 대안적으로, 도 2는 구동 샤프트(23)의 동축 중공부를 통해 방사 디스크(20)로 전달되는 방사 용액을 도시한다. 방사 용액은, 구동 샤프트(23)에 부착된 축의 반대 축에서 방사 디스크(20)의 중심에 위치한 출구(24)를 통해 평탄면(11)을 따라 전방면 방출 예지(12)를 지나거나, 또는 방사 디스크(20)에 인접하여 구동 샤프트(23) 둘레에서 구동 샤프트를 관통하여 바람직하게는 대칭적으로 위치되는 하나 이상의 출구(25)(하나가 도시됨)를 통해 평탄면(11')을 따라 전방면 방출 예지(12')를 지나거나, 또는 둘 모두의 유형의 출구를 통해 구동 샤프트(23)의 중공부를 빠져나갈 수 있다.

[0016] 도 3은 방사 용액으로부터 나노섬유를 형성하는 데 적합한 회전식 방사 디스크의 다른 실시 형태의 예시이다. 평탄면(11) 및 전방면 방출 예지(12)를 갖는 회전식 방사 디스크(30)가 고속 모터(도시되지 않음)에 연결된 구동 샤프트(33) 상에 장착된다. 방사 디스크(30)는 구동 샤프트(33)에 부착되는 축의 반대 축에 위치한 방사 디스크(30)의 중심에 대한 반경방향 거리의 40% 내에 동심적으로 위치되는, 평탄면에 대해 오목한 영역(34)을 갖는다. 이 오목한 영역(34)은 방사 용액을 수용하기 위한 저장조를 형성한다. 선택적으로, 저장조는 하우스(35)으로 캡슐화될 수 있는데, 하우스는 방사 공급 튜브(36)를 통해 방사 용액을 수용하기 위한 동축 입구 및 방사 용액을 방출하기 위해 하우스(35) 둘레에 바람직하게는 대칭으로 위치되는 하나 이상의 출구(37)를 갖는다. 오목한 영역을 형성하는 방사 디스크(30)의 평탄면의 수직부와 출구(37) 사이에 간극(38)이 존재할 수 있다. 방사 디스크의 수직부가 방사 디스크의 평탄면(11)과 만나는 부분에 방사 디스크 내부 예지(39)가 위치된다. 방사 디스크 내부 예지(39)는 등글거나 뾰족할 수 있다.

[0017] 대안적으로, 도 4는 도 4가 구동 샤프트(43)의 동축 중공부를 통해 방사 용액이 방사 디스크(40)에 전달됨을 도시하는 것을 제외하고는 도 3과 유사하다. 방사 용액은 구동 샤프트(43)에 부착되는 축의 반대 축에서 방사 디스크(40)의 중심에 위치되는 출구(44)를 통해 구동 샤프트(43)의 중공부를 빠져나갈 수 있다.

[0018] 대안적으로, 도 5는 도 5가 오목부(34)를 갖는 축과 동일한 방사 디스크(50)의 축에 위치되는 구동 샤프트(53)의 동축 중공부를 통해 방사 용액이 방사 디스크(50)에 전달됨을 도시하는 것을 제외하고는 도 4와 유사하다. 방사 용액은 방사 디스크(50)에 인접하여 구동 샤프트(53)를 관통하는 바람직하게는 대칭인 하나 이상의 출구(54)를 통해 구동 샤프트(53)의 중공부를 빠져나갈 수 있다.

[0019] 대안적으로, 도 6은 도 6이 입구(67)에서 하우스(35)를 통과하는 공급 튜브(66)를 통해 방사 용액이 방사 디스크(60)에 전달됨을 도시하는 것을 제외하고는 도 5와 유사하다. 방사 디스크(60)는 오목부(34)를 갖는 축과 동일한 방사 디스크(60)의 축에 위치되는 구동 샤프트(63)에 부착된다.

[0020] 선택적으로, 성형 유체는 방사 용액을 방사 디스크로부터 멀리 지향시키기 위해 방사 디스크 둘레에서 유동할 수 있다. 유체는 환형 형태로 위치되는 노즐들을 통해 회전식 방사 디스크에 전달될 수 있다. 성형 유체는 가스일 수 있다. 다양한 가스 및 다양한 온도가 사용되어 용매 기화의 속도를 감소 또는 증가시켜 생성되는 나노섬유의 유형에 영향을 미칠 수 있다. 따라서, 성형 가스는 용매 기화의 속도를 최적화하기 위해 가열 또는 냉각될 수 있다. 사용하기에 적합한 가스는 공기 및 질소이지만, 나노섬유의 형성에 유해한 영향을 미치지 않는 임의의 다른 가스가 사용될 수 있다.

[0021] 선택적으로, 전기장이 방법에 부가될 수 있다. 전압 전위가 방사 디스크와 수집기 사이에 부가될 수 있다. 방사 디스크 또는 수집기는 실질적으로 접지된 다른 구성요소에 의해 대전될 수 있거나, 또는 이들 둘 모두는 전압 전위가 이들 사이에 존재하는 한 대전될 수 있다. 게다가, 방사 디스크와 수집기 사이에 전극이 위치될 수 있으며, 전극은 전극과 방사 디스크 및/또는 수집기 사이에 전압 전위가 발생되도록 대전된다. 전기장은 약 1 kV 내지 약 150 kV의 전압 전위를 갖는다. 놀랍게도, 전기장은 평균 섬유 직경에 거의 영향을 미치지 않는 것 같지만, 나노섬유들이 분리되어 수집기를 향해 이동하는 것을 도와서 보다 균일한 섬유질 웹을 제조하게 한다.

[0022] 이 방법은 약 1,000 nm 미만, 더욱 유리하게는 약 500 nm 미만, 가장 유리하게는 약 100 nm 미만의 평균 섬유 직경을 갖는 나노섬유, 바람직하게는 연속 나노섬유를 제조할 수 있다. 나노섬유는 수집기 상에 수집되어 섬유질 웹으로 될 수 있다. 수집기는 수집기와 방사 디스크 또는 전극 사이에 전기장을 발생시키기 위해 전도성일 수 있다. 또한, 수집기는 진공 장치의 사용을 허용하여 기화된 용매 및 선택적으로 성형 가스를 나노섬유로부터 멀리 당겨 내도록 그리고 나노섬유를 수집기에 고정시키는 것을 도와 섬유질 웹을 제조하도록 다공성일 수 있다. 스크림(scrim) 재료가 수집기 상에 위치되어 스크림 상에 직접 나노섬유를 수집함으로써 복합 재료를 제조할 수 있다. 예를 들어, 스펀본드 부직포가 수집기 상에 배치될 수 있고 나노섬유가 스펀본드 부직포 상에

침착될 수 있다. 이러한 방식으로, 복합 부직포 재료가 제조될 수 있다.

[0023] 시험 방법

[0024] 상기 설명 및 이하의 비제한적 실시예에서, 다양한 보고된 특징 및 특성을 측정하기 위해 하기의 시험 방법을 채용하였다.

[0025] 20 mm 평행 플레이트를 갖춘 썬모 레오스트레스(Thermo RheoStress) 600 유량계(rheometer)로 점도를 측정하였다. 23℃에서 0 내지 1,000 s⁻¹의 연속적인 전단률 램프(ramp)로 4분에 걸쳐 데이터를 수집하였으며 10 s⁻¹에서 cP단위로 보고하였다.

[0026] 섬유 직경을 하기와 같이 측정하였다. 각각의 나노섬유 층 샘플에 대하여 5,000x 배율에서의 10개의 주사형 전자현미경(scanning electron microscope, SEM) 이미지를 취하였다. 열한개(11개)의 분명하게 식별가능한 나노섬유의 직경을 각각의 SEM 이미지로부터 측정하여 기록하였다. 결합(즉, 나노섬유의 덩어리(lump), 중합체 소적, 나노섬유의 교차(intersection))은 포함되지 않았다. 각각의 샘플에 대한 평균 섬유 직경을 나노미터(nm) 단위로 계산하여 보고하였다.

[0027] 실시예

[0028] 이하에서, 본 발명은 하기의 실시예에서 보다 상세하게 설명될 것이다.

[0029] 실시예 1은 평탄 방사 디스크에 의한 폴리(에틸렌 옥사이드) 연속 나노섬유의 제조를 기술한다. 비교예 A는 종래 기술의 오목한 방사 디스크에 의한 폴리(에틸렌 옥사이드) 연속 섬유의 제조를 기술한다. 실시예 2는 저장조를 포함하는 평탄 방사 디스크에 의한 폴리(에틸렌 옥사이드) 연속 나노섬유의 제조를 기술한다. 실시예 3은 저장조를 포함하는 대형의 평탄 방사 디스크에 의한 폴리(에틸렌 옥사이드) 연속 나노섬유의 제조를 기술한다. 실시예 4는 저장조를 포함하는 대형의 평탄 방사 디스크에 의한 폴리(비닐 알코올) 연속 나노섬유의 제조를 기술한다.

[0030] 실시예 1

[0031] 고속 전기 모터에 의해 구동되는 (도 1에 도시된 것과 같은) 평탄 디스크를 갖는 실험실 규모의 방사 유닛을 사용하여 연속 나노섬유를 제조하였다. 평균 분자량(Mw)이 약 300,000인 8.0 중량%의 폴리(에틸렌 옥사이드) 및 92.0 중량%의 물의 방사 용액을 균질하게 될 때까지 혼합하였고, 약 2 cc/min의 유량으로 공급 튜브를 통해 3.0 cm 직경을 갖는 회전식 평탄 디스크로 전달하기 위해 주사기 펌프 내로 부었다. 회전 속도를 일정한 40,000 rpm으로 설정하였다. 용액 점도는 25℃에서 3,150 cP였다. 이 시험 동안 어떠한 전기장도 사용하지 않았다. 방사 디스크를 둘러싸는 약 25 cm의 직경의 관형 형상으로 유지된 알루미늄 포일(foil) 상에 나노섬유를 수집하였으며, 방사 디스크를 관형 수집기의 중심에 배치하였다. 적용된 성형 유체는 없었다. 나노섬유의 SEM 이미지를 도 7에서 볼 수 있다. SEM을 사용하여 알루미늄 포일 상에 수집된 나노섬유의 이미지로부터 섬유 크기를 측정하였다. 섬유 직경은 643개의 나노섬유로부터 측정되었으며, 중간값을 127 nm로 하여 20 nm 내지 500 nm의 범위 내에 있는 것으로 결정되었다. 평균 섬유 직경은 141 nm였으며, 이때 신뢰 구간 95%로 62 nm의 표준 편차를 가졌다.

[0032] 비교예 A

[0033] 아이티더블유 오토모티브 피니싱 그룹(ITW Automotive Finishing Group)으로부터의 고전압 및 터빈 속도 제어용 제어 인클로저(control enclosure) 및 특수한 20개 구멍 터빈 플레이트를 갖는 표준 아이티더블유 터보디스크(TurboDisk) 분무기를 사용하여 연속 섬유를 제조하였다. 코팅 도포 동안에 회전식 분무기의 일정한 속도를 유지하기 위해 펄스 트랙 시스템(Pulse Track System)을 사용한다. 고전압은 전압 마스터 전원으로부터 제공된다. Mw가 약 300,000인 10.0 중량%의 폴리(에틸렌 옥사이드) 및 92.0 중량%의 물의 방사 용액을 균질하게 될 때까지 혼합하였고, 60 cc/min의 일정한 유량으로 공급 튜브를 통해 회전식 디스크 분무기로 전달되기 위해 3:1 2.54 cm 다이어프램 펌프 내로 부었다. 15 cm 직경의 오목 형상의 방사 디스크를 사용하였다. 회전 속도를 일정한 27,000 rpm으로 설정하였다. +50 kV의 전원을 전류 제어 모드로 사용하였으며 전류를 0.02 am로 설정하였다. 이러한 시험 동안, 고전압은 약 73 kV로 흘렀다. 용액 점도는 25℃에서 12,500 cP였다. 디스크는 디스크의 에지에서 약 937개의 피치(pitch)를 갖는 톱니 형상이었다. 방사 디스크를 둘러싸는 약 284 cm의 직경의 관형 형상으로 유지된 알루미늄 포일 상에 섬유를 수집하였으며, 방사 디스크를 관형 수집기의 중심에 배치하였다. 적용된 성형 공기는 없었다. 섬유의 SEM 이미지를 도 8에서 볼 수 있다. SEM을 사용하여 알루미늄 포일 상에 수집된 섬유의 이미지로부터 섬유 크기를 측정하였다. 섬유 직경은 660개의 섬유로부터 측정되었으

며, 중간값을 182 nm로 하여 32 nm 내지 502 nm의 범위 내에 있는 것으로 결정되었다. 평균 섬유 직경은 191 nm였으며, 이때 신뢰 구간 95%로 76 nm의 표준 편차를 가졌다.

[0034] 실시예 2

[0035] (도 6에 도시된 것과 같은) 저장조 및 디스크 내부 에지를 갖는 15 cm의 평탄 방사 디스크를 사용한 것을 제외하고는 비교예 A와 유사하게 실시예 2를 마련하였다. 모든 시험 조건은 비교예 A와 동일하였다. 나노섬유의 SEM 이미지를 도 9에서 볼 수 있다. SEM을 사용하여 알루미늄 포일 상에 수집된 나노섬유의 이미지로부터 섬유 크기를 측정하였다. 섬유 직경은 571개의 나노섬유로부터 측정되었으며, 중간값을 82 nm로 하여 23 nm 내지 190 nm의 범위 내에 있는 것으로 결정되었다. 평균 섬유 직경은 84 nm였으며, 이때 신뢰 구간 95%로 27 nm의 표준 편차를 가졌다.

[0036] 실시예 2에 사용된 저장조를 갖는 평탄 방사 디스크는 비교예 A의 오목한 방사 디스크보다 작은 섬유 직경의 섬유를 제조하였다.

[0037] 실시예 3

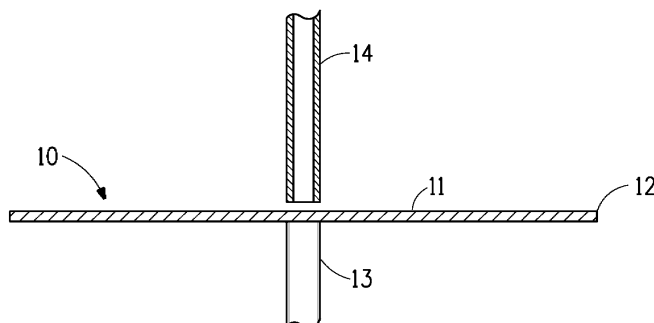
[0038] 저장조 및 디스크 내부 에지를 갖는 30 cm의 평탄 방사 디스크를 사용한 것을 제외하고는 실시예 2와 유사하게 실시예 3을 마련하였다. Mw가 약 300,000인 12.0%의 폴리(에틸렌옥사이드) 및 88.0%의 물의 방사 용액을 사용하였다. 이 용액의 점도는 25℃에서 34,000 cP였다. 이러한 시험에서, 200 cc/min의 훨씬 더 높은 유량을 사용하였으며, 디스크 회전 속도는 21,000 rpm이었다. 적용된 성형 공기는 없었다. 나노섬유의 SEM 이미지를 도 10에서 볼 수 있다. SEM을 사용하여 알루미늄 포일 상에 수집된 나노섬유의 이미지로부터 섬유 크기를 측정하였다. 섬유 직경은 790개의 나노섬유로부터 측정되었으며, 중간값을 222 nm로 하여 52 nm 내지 716 nm의 범위 내에 있는 것으로 결정되었다. 평균 섬유 직경은 254 nm였으며, 이때 신뢰 구간 95%로 122 nm의 표준 편차를 가졌다.

[0039] 실시예 4

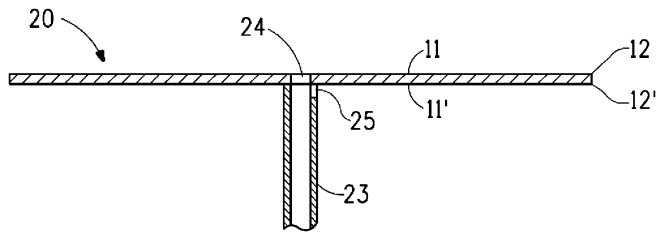
[0040] 실시예 3과 유사하게 실시예 4를 마련하였다. 저장조 및 디스크 내부 에지를 갖는 30 cm의 평탄 방사 디스크를 사용하였다. 15 중량%의 폴리(비닐 알코올)(듀폰(DuPont) 에바놀(Evanol) 80-18) 및 85 중량%의 물의 방사 용액을 사용하였다. 이 용액의 점도는 25℃에서 5,850 cP 이다. 이러한 시험에서, 유량을 33 cc/min으로 설정하였으며, 디스크 회전 속도는 8,000 rpm이었다. 적용된 성형 공기는 없었다. 나노섬유의 SEM 이미지를 도 11에서 볼 수 있다. SEM을 사용하여 알루미늄 포일 상에 수집된 나노섬유의 이미지로부터 섬유 크기를 측정하였다. 섬유 직경은 323개의 나노섬유로부터 측정되었으며, 중간값을 264 nm로 하여 98 nm 내지 665 nm의 범위 내에 있는 것으로 결정되었다. 평균 섬유 직경은 277 nm였으며, 이때 신뢰 구간 95%로 172 nm의 표준 편차를 가졌다.

도면

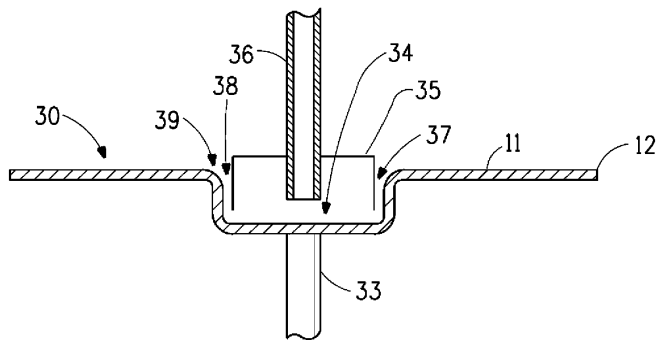
도면1



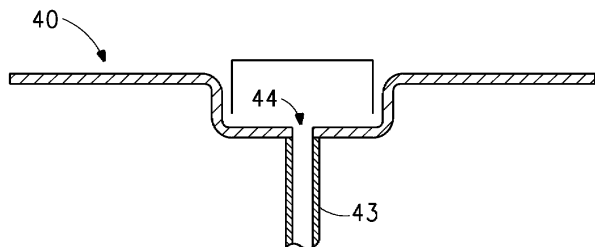
도면2



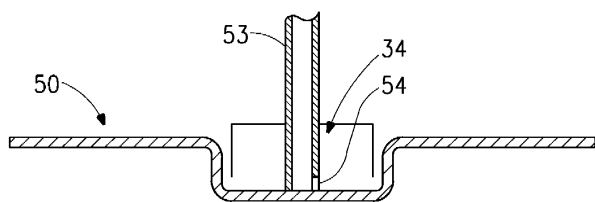
도면3



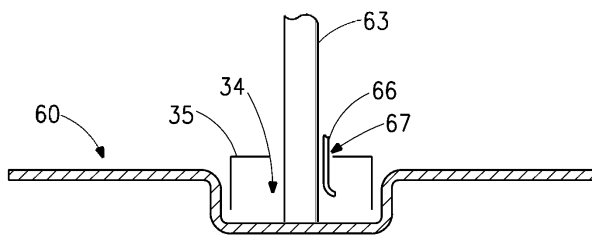
도면4



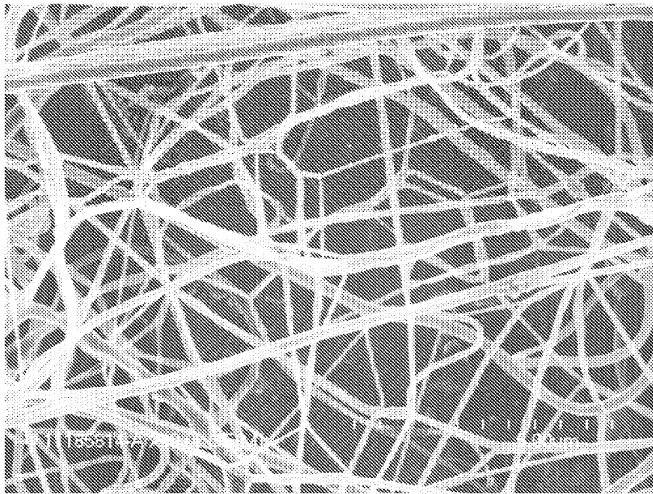
도면5



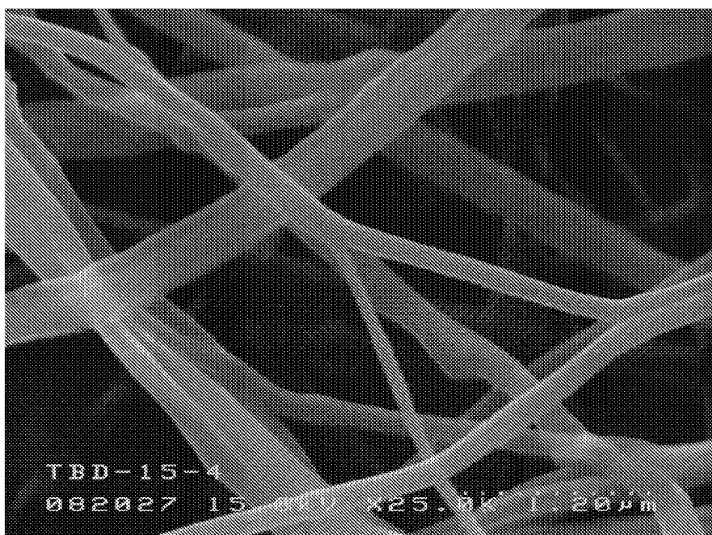
도면6



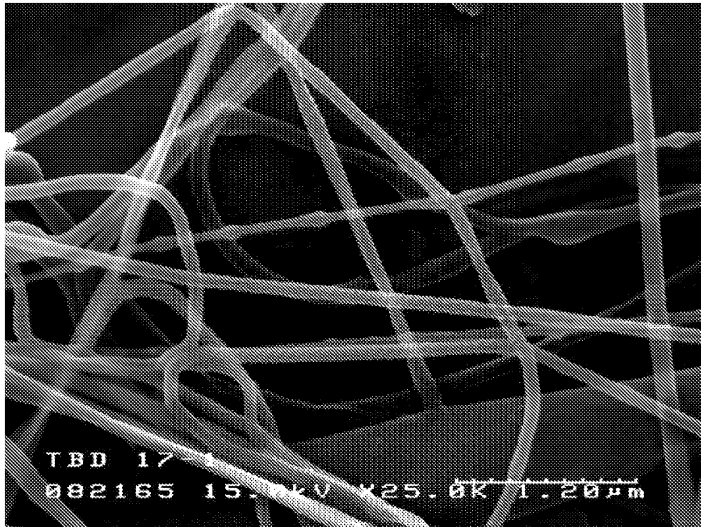
도면7



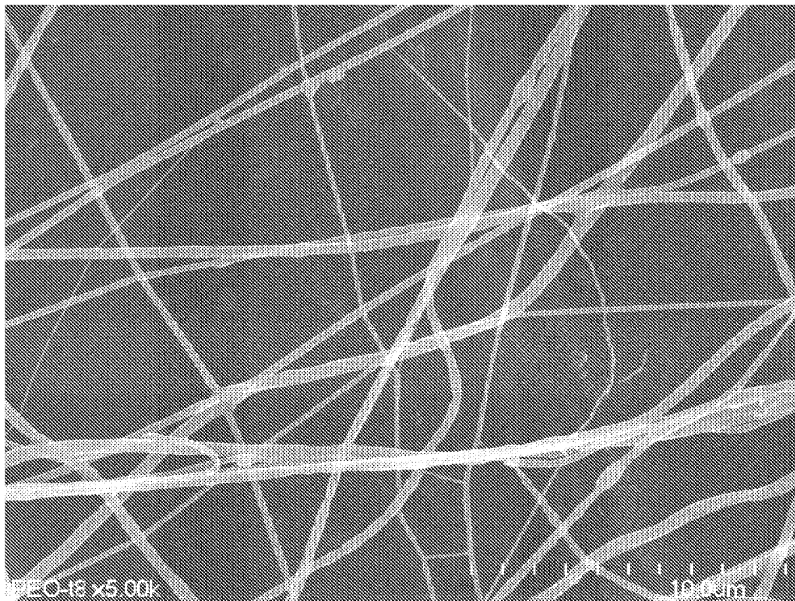
도면8



도면9



도면10



도면11

