



- (51) 국제특허분류:
B01D 39/16 (2006.01) D04H 1/728 (2012.01)
D04H 1/42 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2016/007397
- (22) 국제출원일: 2016년 7월 7일 (07.07.2016)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2015-0096883 2015년 7월 8일 (08.07.2015) KR
- (71) 출원인: 광주과학기술원 (GWANGJU INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) [KR/KR]; 61005 광주광역시 북구 첨단과기로 123, Gwangju (KR).
- (72) 발명자: 최희철 (CHOI, Heechul); 61005 광주광역시 북구 첨단과기로 123, 광주과학기술원 환경공학과, Gwangju (KR). 배지열 (BAE, Jiyeol); 61005 광주광역시 북구 첨단과기로 123, 광주과학기술원 환경공학과, Gwangju (KR).
- (74) 대리인: 특허법인 이상 (E-SANG PATENT & TRADE-MARK LAW FIRM); 06747 서울시 서초구 바우피로 188, 3층, Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

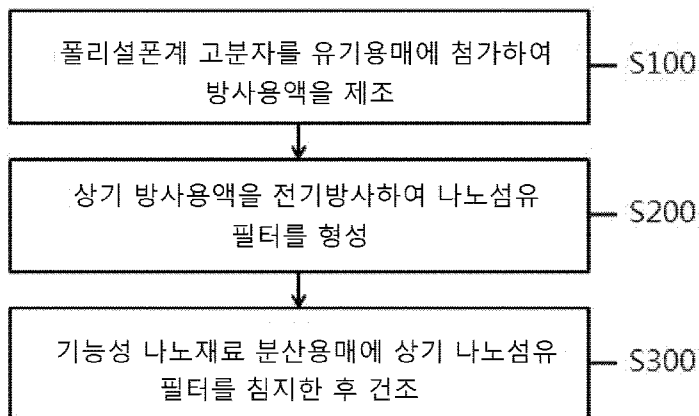
공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

(54) Title: METHOD FOR PREPARING FUNCTIONAL NANOFIBER FILTER, AND FUNCTIONAL NANOFIBER FILTER PREPARED THEREBY

(54) 발명의 명칭 : 기능성 나노섬유 필터의 제조방법 및 이에 의해 제조된 기능성 나노섬유 필터

[도1]



S100 ... Prepare spinning solution by adding polysulfone-based polymer to organic solvent
S200 ... Form nanofiber filter by electrospinning spinning solution
S300 ... Dip nanofiber filter in functional nanomaterial dispersion solvent, and then drying same

(57) Abstract: A method for preparing a functional nanofiber filter, and a functional nanofiber filter prepared thereby are provided. Specifically, a functional nanofiber filter can be prepared by: preparing a spinning solution by adding an organic solvent to a polysulfone-based polymer; forming a nanofiber filter by electrospinning the spinning solution; and carrying out a step of adhering a functional nanomaterial to the nanofiber filter by dipping the nanofiber filter in the functional nanomaterial dispersion solvent, and then drying the same.

(57) 요약서: 기능성 나노섬유 필터의 제조방법 및 이에 의해 제조된 기능성 나노섬유 필터가 제공된다. 구체적으로, 폴리설폰계 고분자에 유기용매를 첨가하여 방사용액을 제조하고, 상기 방사용액을 전기방사하여 나노섬유 필터를 형성한 다음, 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조시켜, 상기 나노섬유 필터에 상기 기능성 나노재료를 부착시키는 공정을 수행하여 기능성 나노섬유 필터를 제조할 수 있다.

명세서

발명의 명칭: 기능성 나노섬유 필터의 제조방법 및 이에 의해 제조된 기능성 나노섬유 필터

기술분야

- [1] 본 발명은 나노섬유 필터에 관한 것으로, 보다 상세하게는 기능성 나노재료를 포함하는 나노섬유 필터의 제조방법 및 이에 의해 제조된 기능성 나노섬유 필터에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 산업의 고도화에 따라 대기 및 수질 오염, 물 부족 문제 등의 환경문제에 대한 인식이 높아지면서, 오염된 물과 공기를 효율적으로 분리제거할 수 있는 공기 정화 장치 및 수처리 장치에 대한 개발이 요구되고 있다. 이러한 장치에는 주로 불순물 및 오염물을 분리시켜 여과된 청정공기 및 청정수를 배출할 수 있는 필터(filter)가 사용된다.
- [3] 일반적으로, 필터는 필터 구조물 내에 기질 물질과 함께 웹(web) 형태의 나노섬유(nanofiber)를 하나 이상 포함한다. 상기 나노섬유는 직경이 수백 나노미터(nm) 이하인 섬유로 기존의 섬유소재와는 다른 기능 및 성능을 가지는 새로운 개념의 섬유소재를 말한다. 상기 나노섬유는 복수개의 공극(pore)들을 포함하고 있어, 이러한 나노섬유를 포함하는 나노섬유 필터는 수십 개의 나노 크기 이상의 입자를 분리시킬 수 있고, 단기간에 많은 양의 물을 정수하거나 공기 중의 미립자를 효과적으로 걸러낼 수 있는 우수한 여과능과 높은 입자 포획능을 갖는다. 하지만, 종래의 수처리시 사용되는 나노섬유 필터는 장시간 사용시 분리대상인 미생물에 의해 나노섬유 필터의 표면이 오염되면서 분리 효율이 현저히 감소되어, 에너지 소비량 및 필터의 소비량을 증가시키는 문제점이 있다.
- [4] 최근, 나노섬유에 기능성 재료를 배치하여 분리성능 뿐만 아니라 다양한 기능을 갖는 필터를 제조하기 위한 개발이 진행되고 있다. 이러한 기능성 나노섬유는 주로 나노섬유 구성 재료에 기능성 재료를 첨가한 혼합물을 웹 형태의 나노섬유로 제조하는 방법이 사용되고 있다. 그러나, 이러한 제조방법으로 제조된 나노섬유는 기능성 재료를 표면에 균일하게 분산시키기 어려우며, 나노섬유 구성 재료에 혼합된 기능성 재료가 나노섬유 필터의 공극의 크기에 영향을 주어 필터의 분리성능이 저하되는 단점이 있다.
- #### 발명의 상세한 설명
- #### 기술적 과제
- [5] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는, 다양한 기능성 나노재료를 나노섬유 필터에 효율적으로 고정시킬 수 있는, 기능성 나노섬유 필터의 제조방법 및 이에 의해 제조된 나노섬유 필터를 제공하는 데에 있다.

과제 해결 수단

- [6] 상기 과제를 해결하기 위하여 본 발명의 일 측면은, 폴리설향계 고분자를 유기용매에 첨가하여 방사용액을 제조하는 단계, 상기 방사용액을 전기방사하여 나노섬유 필터를 형성하는 단계 및 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조시켜, 상기 나노섬유 필터에 상기 기능성 나노재료를 부착시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법을 제공할 수 있다.
- [7] 상기 폴리설향계 고분자는 폴리설향(polysulfone), 폴리에테르 설향(polyethersulfone) 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 어느 하나일 수 있다.
- [8] 상기 유기용매는 N-메틸-2-피롤리돈(N-methyl-2-pyrrolidone, NMP), 디메틸포름아마이드(dimethylformamide, DMF), 클로로포름(chloroform), 디메틸설향사이드(dimethylsulfoxide) 및 N,N-디메틸아세트아마이드(N,N-dimethylacetamide, DMAc) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.
- [9] 상기 폴리설향계 고분자는 상기 유기용매에 대하여 25 내지 40중량%으로 첨가되는 것일 수 있다.
- [10] 상기 전기방사 수행시, 인가되는 전압은 8 내지 13kV일 수 있다.
- [11] 상기 전기방사 수행시, 상기 방사용액의 토출속도는 0.1 내지 2mL/hr일 수 있다.
- [12] 상기 전기방사 수행시, 방사거리는 10 내지 25cm일 수 있다.
- [13] 상기 기능성 나노재료 분산용매는 Ag, Be, Mg, Al, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Se, Cd, In, Sn, Te, Au, Pb, Bi, TiO₂, SnO₂, In₂O₃, Al₂O₃, SnO₂, MnO₂, ZnO, WO₃, 탄소나노튜브(carbon nano tube), 그래핀(graphene) 및 나노클레이(nano clay) 중에서 선택되는 적어도 하나의 기능성 나노재료를 포함할 수 있다.
- [14] 상기 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조하는 단계에서, 상기 나노섬유 필터가 고체화(solidification) 됨에 따라 상기 나노섬유 필터의 표면에 상기 기능성 나노재료가 부착되는 것일 수 있다.
- [15] 또한, 본 발명의 다른 측면은 상기 기능성 나노섬유 필터의 제조방법을 통해 제조된 기능성 나노섬유 필터를 제공할 수 있다.

발명의 효과

- [16] 본 발명의 기능성 나노섬유 필터의 제조방법은 나노섬유 표면에 기능성을 가진 나노재료를 용이하게 부착시킬 수 있어, 간단한 공정으로도 다양한 기능을 갖는 나노섬유 필터를 제조할 수 있다.
- [17] 또한, 전기방사법을 이용하여 나노섬유 필터를 제조함에 따라, 박막 두께 및 공극의 크기를 용이하게 조절할 수 있어, 높은 공극률 및 우수한 기계적 강도를 가질 수 있다.
- [18] 아울러, 은(Ag) 나노재료를 부착시키는 경우 항균기능을 가질 수 있어, 종래의 미생물에 의한 필터 오염 문제를 개선할 수 있고, 에너지 및 필터 소비량을

저감시킬 수 있다.

- [19] 다만, 발명의 효과는 상기에서 언급한 효과로 제한되지 아니하며, 언급되지 않은 또 다른 효과들을 하기의 기재로부터 당업자에게 명확히 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [20] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 기능성 나노섬유 필터의 제조방법을 설명하기 위한 플로우(flow) 차트이다.
- [21] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 전기방사 장치를 나타낸 이미지이다.
- [22] 도 3은 본 발명의 실시예1 및 비교예1에서 제조된 나노섬유 필터의 표면 특성 결과를 나타낸 이미지이다.
- [23] 도 4는 본 발명의 실시예1 및 비교예1 내지 비교예2의 나노섬유 필터의 미생균 배양실험 결과를 나타낸 이미지이다.

발명의 실시를 위한 형태

- [24] 이하, 첨부된 도면을 참고하여 본 발명에 의한 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [25] 본 발명이 여러 가지 수정 및 변형을 허용하면서도, 그 특정 실시 예들이 도면들로 예시되어 나타내어지며, 이하에서 상세히 설명될 것이다. 그러나 본 발명을 개시된 특별한 형태로 한정하려는 의도는 아니며, 오히려 본 발명은 청구항들에 의해 정의된 본 발명의 사상과 합치되는 모든 수정, 균등 및 대용을 포함한다.
- [26] 도면들에 있어서, 층 및 영역들의 두께는 명확성을 기하기 위하여 과장 또는 축소된 것일 수 있다. 명세서 전체에 걸쳐서 동일한 참조번호들은 동일한 구성요소들을 나타낸다.
- [27] 본 발명의 일 측면은, 폴리설폰계 고분자를 유기용매에 첨가하여 방사용액을 제조하는 단계, 상기 방사용액을 전기방사하여 나노섬유 필터를 형성하는 단계 및 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조시켜, 상기 나노섬유 필터에 상기 기능성 나노재료를 부착시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법을 제공할 수 있다.
- [28] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 기능성 나노섬유 필터의 제조방법을 설명하기 위한 플로우(flow) 차트이다.
- [29] 도 1을 참조하면, 먼저 폴리설폰계 고분자를 유기용매에 첨가하여 방사용액을 제조할 수 있다(S100).
- [30] 상기 폴리설폰계 고분자는 본 발명의 나노섬유 필터의 주재료로, 아릴(Aryl)기 및 황산화기의 단위체를 가지는 폴리설폰계 고분자일 수 있다. 구체적으로, 상기 폴리설폰계 고분자는 폴리설폰(polysulfone), 폴리에테르설폰(polyethersulfone) 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 어느 하나일 수 있다.
- [31] 또한, 상기 유기용매는 N-메틸-2-피롤리돈(N-methyl-2-pyrrolidone, NMP),

디메틸포름아마이드(dimethylformamide, DMF), 클로로포름(chloroform), 디메틸설폭사이드(dimethylsulfoxide) 및

N,N-디메틸아세트아마이드(N,N-dimethylacetamide, DMAc) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다. 특히, 상기 N-메틸-2-피롤리돈(NMP)은 다른 용매에 비해 점도가 높아 휘발성이 낮은 특징이 있어, 이를 이용하면 폴리설포네 고분자의 기계적 강도를 향상시킬 수 있다. 본 발명의 일 실시예에서, 상기 유기용매로 N-메틸-2-피롤리돈(NMP)을 사용할 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다.

[32]

[33] 상기 폴리설포네 고분자는 상기 유기용매에 대하여 25 내지 40중량%으로 첨가되는 것일 수 있다. 상기 폴리설포네 고분자가 상기 유기용매에 대하여 25중량% 미만으로 첨가되는 경우, 방사가 원활하게 진행되지 않아 나노섬유가 형성되지 않거나 균일한 직경을 갖는 나노섬유를 형성하기 어려울 수 있다. 또한, 상기 폴리설포네 고분자가 상기 유기용매에 대하여 40중량%를 초과하여 첨가되는 경우, 혼합된 방사용액의 점도가 급격히 증가하여 방사가 이루어지지 않거나 공정성이 저하될 수 있다.

[34] 도 1을 참조하면, 상기 S100단계에서 제조된 방사용액을 전기방사하여 나노섬유 필터를 형성할 수 있다(S200).

[35] 즉, 전기방사 장치를 이용하여 상기 방사용액을 나노 크기의 직경을 가진 나노섬유 형태로 형성할 수 있다. 전기방사 공정을 이용하여 형성된, 복수개의 나노섬유들은 웹 형태의 나노섬유 집합체로 집속되며, 이러한 나노섬유 집합체를 높은 공극률 및 3차원 구조가 요구되는 나노섬유 필터로 사용할 수 있다. 본 발명의 일 실시예에서, 상기 전기방사 공정을 수행하기 위하여 도 2에 도시된 바와 같은 전기방사 장치를 이용할 수 있다. 구체적으로, 상기 방사용액을 상기 장치의 정량 펌프를 이용하여 상기 장치의 방사부에 일정량으로 공급하면서, 상기 방사용액을 상기 장치의 방사노즐을 통해 토출시킬 수 있다. 토출된 방사용액은 비산과 동시에 응고된 나노섬유로 형성되면서 컬렉터(collector)에 집속되어 나노섬유 집합체를 형성할 수 있다. 본 발명의 일 실시예에서, 상기 나노섬유 필터를 구성하는 나노섬유의 직경은 400nm 내지 600nm일 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다.

[36] 상기 전기방사 수행시, 전압은 8 내지 13kV일 수 있다. 상기 인가되는 전압의 세기가 8kV 이하일 경우 상기 방사용액의 방사가 발생되지 않을 수 있으며, 상기 인가되는 전압의 세기가 13kV 이상일 경우, 상기 방사용액이 스프레이(spray) 형태로 방사되면서 나노섬유의 형성이 저해될 수 있다.

[37] 상기 전기방사 수행시, 상기 방사용액의 토출속도는 0.1 내지 2mL/hr일 수 있다. 상기 방사용액의 토출속도가 0.1mL/hr 미만일 경우, 상기 방사용액이 연속적으로 토출되지 않아, 균일한 크기의 나노섬유를 형성할 수 없다. 또한, 상기 방사용액의 토출속도가 2mL/hr를 초과할 경우, 토출되는 방사용액 중

일부가 컬렉터에 수집되지 않아 생산성을 저감시킬 수 있다.

- [38] 상기 전기방사 수행시, 방사거리는 10 내지 25cm일 수 있다. 상기 방사거리의 상기 전기방사 장치의 방사부와 컬렉터 사이의 거리를 의미할 수 있다. 상기 방사거리가 10cm 이하일 경우, 상기 방사용액의 비산 시간이 감소되어 응고된 나노섬유를 얻기 어려울 수 있다. 또한, 상기 방사거리가 25cm 이상일 경우, 나노섬유의 균질성이 감소될 수 있다.
- [39] 상기 전기방사 수행시, 온도는 20 내지 30일 수 있다. 상기 전기방사 수행시의 조성온도가 20 미만인 경우 나노섬유가 형성되지 않을 수 있으며, 상기 전기방사 수행시의 조성온도가 30를 초과하는 경우 용매가 완전히 휘발되어 형성된 나노섬유 필터의 강도가 약해질 수 있다.
- [40]
- [41] 도 1을 참조하면, 상기 S200단계에서 전기방사된 나노섬유를 기능성 나노재료 분산용매에 침지한 후 건조시켜, 상기 나노섬유 필터에 상기 기능성 나노재료를 부착시킬 수 있다(S300). 구체적으로 이는, 상기 S300단계에서, 상기 나노섬유 필터가 고체화(solidification) 됨에 따라 상기 나노섬유 필터의 표면에 상기 기능성 나노재료가 부착되는 것일 수 있다. 이에 대해 구체적으로 설명하면, 다음과 같다.
- [42] 상기 전기방사된 나노섬유 필터에는 상기 방사용액에 포함된 유기용매가 잔존하게 된다. 이러한 잔존하는 유기용매에 의해, 상기 전기방사된 나노섬유 필터는 완전히 고체화될 수 없다. 본 발명은, 상기와 같이 완전히 고체화되지 않은 전기방사된 나노섬유 필터를 상기 기능성 나노재료 분산용매에 침지한 후 건조시킴으로써, 상기 S200단계의 전기방사 공정의 비산 기간 동안 완전히 휘발되지 않고 상기 나노섬유 필터에 잔류하고 있는 유기용매를 제거하고 상기 전기방사된 나노섬유 필터를 고체화시킬 수 있고, 이러한 상기 나노섬유 필터가 고체화되는 현상을 이용하여 상기 기능성 나노재료를 부착시킬 수 있다.
- [43] 즉, 상기 전기방사된 나노섬유 필터가 응고되기 전에 상기 나노섬유 필터를 상기 기능성 나노재료 분산용매에 침지시켜 상기 나노섬유 필터 표면에 기능성 나노재료를 배치시키고, 상기 전기방사된 나노섬유 필터가 응고되어 고체화되면서 상기 나노섬유 필터 표면에 상기 기능성 나노재료를 물리적으로 부착시키는 것일 수 있다. 이는, 종래의 전기방사된 나노섬유 필터를 증류수에 침지하여 잔존하는 유기용매를 제거하고 응고시키는 공정을 개선한 것으로, 본 발명은 상기 유기용매를 효과적으로 제거하여 상기 나노섬유 필터를 고체화하면서, 별도의 접착공정이나 도포공정 없이 상기 기능성 나노재료를 상기 나노섬유 필터 표면에 고정화시킬 수 있어, 제조공정 효율을 향상시킬 수 있다.
- [44]
- [45] 상기 S300단계를 수행하기 위해, 먼저, 기능성 나노재료 분산용매를 준비할 수 있다. 상기 기능성 나노재료 분산용매는 기능성 나노재료가 분산되어 있는

용매를 의미하는 것으로, 상기 기능성 나노재료는 다양한 기능성을 가진 물질을 모두 사용할 수 있다. 상기 기능성 나노재료 분산용매에 포함된 용매는 상기 기능성 나노재료에 영향을 주지 않고, 상기 기능성 나노재료를 균일하게 분산시킬 수 있는 공지된 용매를 모두 사용할 수 있다. 상기 용매는 상기 기능성 나노재료의 종류에 따라 달라질 수 있으므로, 특별히 한정하지는 않는다.

[46] 상기 기능성 나노재료 분산용매는 은(Ag), 베릴륨(Be), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 바나듐(V), 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe), 코발트(Co), 니켈(Ni), 아연(Zn), 갈륨(Ga), 셀레늄(Se), 카드뮴(Cd), 인듐(In), 주석(Sn), 테릴륨(Te), 금(Au), 납(Pb), 비스무트(Bi), 이산화티타늄(TiO_2), 산화주석(SnO_2), 산화인듐(In_2O_3), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화망간(MnO_2), 산화아연(ZnO), 산화텅스텐(WO_3), 탄소나노튜브(carbon nano tube), 그래핀(graphene) 및 나노클레이(nano clay) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나의 기능성 나노재료를 포함하는 것일 수 있다. 상술한 기능성 나노재료는 각각의 나노재료 특유의 다양한 특성을 가지고 있어, 나노섬유 필터의 적용분야에 따라 요구되는 기능에 맞추어 기능성 나노재료를 선택적으로 부착시킬 수 있다.

[47] 구체적으로, 예를 들어, 상기 은(Ag) 나노재료는, 은(Ag) 이온이 균과 접촉되면 균의 호흡을 관장하는 효소를 억제시켜 균을 사멸시키는 항균기능과, 은(Ag)의 산화작용으로 생성된 활성 산소로 인한 살균기능을 가지고 있다. 본 발명은 이러한 은(Ag)의 항균 및 살균기능을 이용하여 나노섬유 필터의 표면에 은(Ag) 나노 입자를 고정화시킴으로써, 상기 나노섬유 필터의 표면이 오염되는 것을 억제시킬 수 있다.

[48] 또한, 상기 이산화티타늄(TiO_2) 나노재료는, 산화력이 커서 항균 작용, 악취제거 및 살균작용을 할 수 있으며, 자외선을 흡수하여 광촉매 역할을 수행할 수 있다. 본 발명은 이러한 이산화티타늄(TiO_2)의 광촉매 기능, 항균 및 살균기능을 이용하여 나노섬유 필터의 성능을 향상시킬 수 있고, 필터 소비량을 절감시킬 수 있다.

[49] 상기와 같이, 준비된 기능성 나노재료 분산용매에 상기 S200에서 제조된 전기방사된 나노섬유 필터를 침지한 후, 건조시킬 수 있다. 침지시간은 1시간 내지 2시간일 수 있다. 침지시간이 1시간 미만인 경우, 상기 기능성 나노재료가 상기 나노섬유 필터 표면에 균일하게 분산되지 않을 수 있다. 또한, 상기 침지시간이 2시간을 초과하는 경우, 상기 웹 구조의 전기방사된 나노섬유 필터의 형태가 변형될 수 있어, 상기 시간 범위 내에서 침지공정을 수행할 수 있다.

[50] 본 발명의 일 실시예에서, 기능성 나노재료 분산용매로 은(Ag) 나노재료를 포함하는 분산용매를 사용할 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다. 구체적으로, 예를 들어, 상기 은(Ag) 나노재료를 포함하는 분산용매는, 은(Ag) 나노재료를 제공할 수 있는 은(Ag) 이온이 함유된, 은(Ag) 수용액 및 환원제가 혼합된 것일 수 있다. 상기 은(Ag) 수용액은 질산은(AgNO_3), 염화은(AgCl), 황화은(Ag_2S) 및

아세트산은(CH_3COOAg) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다. 상기 환원제는 상기 수용액에 함유된 은(Ag) 이온이 환원시키는 역할을 수행하는 것일 수 있다. 상기 환원제는 하이드라진(N_2H_4), 소듐보로하이드라이드(NaBH_4) 및 포름알데히드(HCHO) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다.

[51] 상세하게는, 본 발명의 일 실시예에서, 상기 은(Ag) 나노재료 분산용매는 소듐보로하이드라이드(NaBH_4) 및 질산은(AgNO_3)이 3:1의 부피비로 혼합된 것일 수 있다. 구체적으로, 예를 들어, NaBH_4 의 농도는 0.02M, AgNO_3 의 농도는 0.01M일 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다. 상기 은(Ag) 수용액과 상기 환원제를 혼합하는 공정은, 약 0의 온도에서 수행하는 것일 수 있으며, 상기 환원제 용액에 상기 은(Ag) 수용액을 약 1초에 한방울씩 주입하여 혼합함으로써 은(Ag) 나노재료 분산용매를 제조할 수 있다.

[52] 전술된 바와 같이, 본 발명의 기능성 나노섬유 필터의 제조방법은 전기방사 공정을 이용하여 높은 공극률을 가진 나노섬유 필터를 제조하고, 상기 나노섬유 필터가 고체화되는 과정 중에 상기 나노섬유 필터를 기능성 나노재료 분산용매와 접촉시켜 상기 기능성 나노재료를 상기 나노섬유 필터에 용이하게 부착시킬 수 있다. 또한, 고체화되는 되는 과정에서 물리적으로 상기 나노섬유 필터의 표면에 고정화된, 상기 기능성 나노재료는 부착력이 우수하며 별도의 접착공정이 필요하지 않아 제조공정 효율 향상 및 제조비용 절감을 실현할 수 있다.

[53]

[54] 본 발명의 다른 측면은, 상술한 기능성 나노섬유 필터의 제조방법으로 제조된 기능성 나노섬유 필터를 제공할 수 있다. 구체적으로, 상기 기능성 나노섬유 필터는 폴리설폰계 고분자로 이루어져 있으며, 전기방사법을 통해 제조되어 기존 환경 정화 필터들에 비해 높은 공극률을 가질 수 있다. 또한, 상기 기능성 나노섬유 필터는 기능성 나노재료를 나노섬유 표면에 고정화시킴에 따라 상기 기능성 나노재료의 특성에 의한 다양한 기능들이 부여될 수 있다. 예를 들어, 상기 기능성 나노섬유 필터에 항균 및 살균기능을 가진 기능성 나노재료를 부착시키는 경우, 수처리 용도로 사용시 미생물에 의해 필터 표면이 오염되었던 종래기술의 문제점을 개선할 수 있다. 또한, 공기정화 용도로 사용시에도 우수한 통기성을 보유한 필터로 사용될 수 있으며, 항균 필터로서도 활용될 수 있어, 적용분야가 확대될 것으로 기대된다.

[55] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[56] [실시예]

[57] 실시예1: 기능성 나노재료가 부착된 전기방사 나노섬유 필터의 제조

[58] 상용되는 폴리에테르설폰 고분자를 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 용매의 30%

중량비로 녹여 방사용액을 제조하였다. 이를 정량펌프를 통해 도 2와 같은 전기방사 장치에 설치된 실린지(syringe)를 통해 방사한 후, 고전압 발생부에 의해 전기장이 인가된 상태에서 비산시켜 응고된 나노 크기의 섬유를 형성하였다. 이렇게 형성되어 응고된 나노섬유들을 컬렉터에 집속시켜 폴리에테르설폰으로 이루어진 나노섬유 필터를 제조하였다. 이 때, 인가된 전압은 13kV, 방사거리는 20cm이었으며, 방사시 온도와 습도는 각각 25 내지 30^o이고, 상대습도는 40 내지 45%였다.

- [59] 한편, 기능성 나노재료 분산용매로는 은(Ag) 나노재료를 사용하였다. 이에, NaBH₄ 용액 및 AgNO₃ 용액을 3:1의 부피비로 혼합하여 은(Ag) 나노재료 분산용매를 제조하였다. 그런 다음, 상기 폴리에테르설폰 나노섬유 필터를 은(Ag) 나노재료 분산용매에 침지하여 응고시킨 후, 공기 중에서 건조시켜 나노섬유 필터를 제조하였다.

[60]

[61] 비교예1: 기능성 나노재료가 부착되지 않은 전기방사 나노섬유 필터의 제조

- [62] 상기 실시예1에서 상기 은(Ag) 나노재료 분산용매에 침지하는 공정 대신에, 상기 전기방사된 나노섬유 필터에 잔류된 유기용매를 증류수로 세수한 것을 제외하고는, 모든 공정을 동일하게 수행하여 나노섬유 필터를 제조하였다.

[63]

[64] 비교예2: 기존 나노섬유 필터 준비

- [65] 현재 상용화된 Millipore사의 0.45 μ m 나일론(nylon) 필터를 준비하였다.

[66]

[67] 실험예1: 나노섬유 필터의 성분 분석

- [68] 상기 실시예1 및 비교예1에서 제조된 상기 나노섬유 필터의 성분을 분석하였다. 구체적으로, 주사전자 현미경(SEM)-에너지 분산형 X-선 분석기(EDX)를 사용하여 나노섬유 필터의 표면 분석을 수행하였으며, 에너지 분산형 X-선 분광기(energy dispersive x-ray spectroscopy, EDS)를 사용하여 필터의 성분 분석을 수행하였다.

- [69] 도 3은 본 발명의 실시예1 및 비교예1에서 제조된 나노섬유 필터의 표면 특성 결과를 나타낸 이미지이다.

- [70] 도 3을 참조하면, 나노섬유 표면에 많은 은(Ag) 나노입자(붉은색)가 부착된 것을 확인할 수 있다. 또한, EDS를 통한 나노섬유 필터의 구성비율을 분석한 결과인 하기 표 1을 참조하면, 상기 실시예1에서 제조된 은(Ag) 나노입자가 부착된 기능성 나노섬유 필터에 약 5% 정도의 은(Ag) 나노재료가 부착된 것을 알 수 있다.

[71] [표1]

구분	C	O	S	Cl	Ag	Total
실시예1	61.19	19.79	13.30	0.29	5.43	100
비교예1	63.01	22.26	14.73	0	0	100

[72] 실험예2: 나노섬유 필터의 오염물질 제거효율 분석

[73] 상기 실시예1 및 비교예1에서 제조된 상기 나노섬유 필터의 수처리용 멤브레인 성능을 비교 분석하기 위하여, 이들의 오염물질 제거효율을 분석하였다. 구체적으로, 오염물질 제거실험에 사용된 유입수로는 수도용 정밀여과 막모듈 및 한외여과 막모듈 시험법에 따라 100NTU의 탁도용액을 제조하여 사용하였다. 이 때, 사용된 탁도 유발물질로는 Kaolin(Sigma-aldrich)를 사용하였으며, 성능평가 결과는 하기 표 2와 같다.

[74] [표2]

구분	실시예1	비교예1
100NTU 처리 후 탁도	0.12 NTU	0.13 NTU

[75] 상기 표 2를 참조하면, 나노섬유 표면에 은(Ag) 나노재료가 부착된 실시예1의 나노섬유 필터와 표면에 은(Ag) 나노입자가 부착되지 않은 비교예1의 나노섬유 필터의 탁도 제거능력이 거의 비슷한 것을 알 수 있다. 이를 통해, 본 발명의 기능성 나노섬유 필터는 은(Ag) 나노입자의 부착이, 필터의 여과성능에 큰 영향을 주지 않음을 확인할 수 있다. 즉, 본 발명의 기능성 나노섬유 필터는 나노섬유 필터의 분리 및 여과기능을 그대로 유지하면서도, 기능성 나노재료의 기능성을 부여할 수 있어, 다양한 분야에 적극 활용될 수 있다.

[76]

[77] 실험예3: 나노섬유 필터의 오염물질 제거효율 분석

[78] 상기 실시예1, 비교예1 및 비교예2의 나노섬유 필터의 항균 효과를 분석하기 위해, 미생물 배양 실험을 진행하였다. 미생물 배양 실험은 실제 담양 하수처리장 유출수를 각각의 제조된 필터를 이용하여 여과한 후, 필터를 고체 영양배지 위에 배양하여 시간에 따른 미생물 군집 생성을 관찰하였다.

[79] 도 4는 본 발명의 실시예1 및 비교예1 내지 비교예2의 나노섬유 필터의 미생물 배양실험 결과를 나타낸 이미지이다.

[80] 도 4를 참조하면, 배양한지 2일이 지난 후의 미생물 군집현상을 비교해보면, 비교예1 및 비교예2의 은(Ag) 나노입자가 부착되지 않은 나노섬유 필터에는 미생물이 군집된 반면, 본 발명의 실시예1의 은(Ag) 나노입자가 부착된 나노섬유 필터에는 미생물 군집효과가 발생하지 않는 것을 확인할 수 있다. 또한, 본 발명의 실시예1의 나노섬유 필터는 향후 5일 이후에도 지속적으로 미생물 군집효과가 발생하지 않는 것을 확인할 수 있다. 이를 통해, 본 발명의 은(Ag)

나노입자가 부착된 나노섬유 필터가 항균 기능을 갖는 것을 알 수 있다.

[81]

[82] 한편, 본 명세서와 도면에 개시된 본 발명의 실시예들은 이해를 돕기 위해 특정 예를 제시한 것에 지나지 않으며, 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다. 여기에 개시된 실시예들 이외에도 본 발명의 기술적 사상에 바탕을 둔 다른 변형 예들이 실시 가능하다는 것은, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것이다.

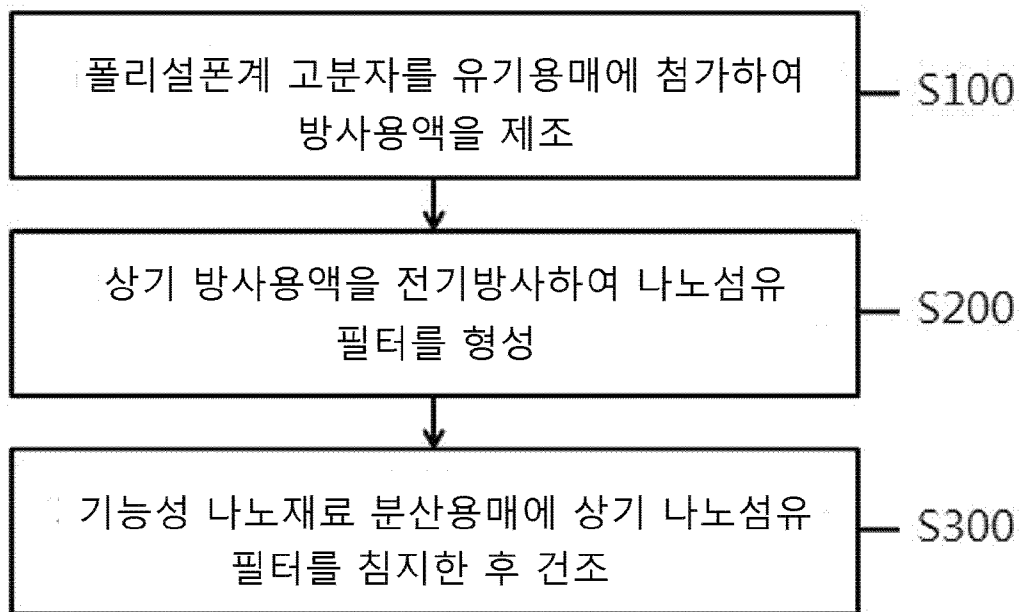
청구범위

- [청구항 1] 폴리설펜계 고분자를 유기용매에 첨가하여 방사용액을 제조하는 단계; 상기 방사용액을 전기방사하여 나노섬유 필터를 형성하는 단계; 및 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조시켜, 상기 나노섬유 필터에 상기 기능성 나노재료를 부착시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 2] 제1항에 있어서, 상기 폴리설펜계 고분자는 폴리설펜(polysulfone), 폴리에테르설펜(polyethersulfone) 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 3] 제1항에 있어서, 상기 유기용매는 N-메틸-2-피롤리돈(N-methyl-2-pyrrolidone, NMP), 디메틸포름아마이드(dimethylformamide, DMF), 클로로포름(chloroform), 디메틸설펜옥사이드(dimethylsulfoxide) 및 N,N-디메틸아세트아마이드(N,N-dimethylacetamide, DMAc) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 4] 제1항에 있어서, 상기 폴리설펜계 고분자는 상기 유기용매에 대하여 25 내지 40중량%으로 첨가되는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 5] 제1항에 있어서, 상기 전기방사 수행시, 인가되는 전압은 8 내지 13kV인 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 6] 제1항에 있어서, 상기 전기방사 수행시, 상기 방사용액의 토출속도는 0.1 내지 2mL/hr인 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 7] 제1항에 있어서, 상기 전기방사 수행시, 방사거리는 10 내지 25cm인 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 8] 제1항에 있어서, 상기 기능성 나노재료 분산용매는 Ag, Be, Mg, Al, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Se, Cd, In, Sn, Te, Au, Pb, Bi, TiO₂, SnO₂, In₂O₃, Al₂O₃, SnO₂, MnO₂, ZnO, WO₃, 탄소나노튜브(carbon nano tube), 그래핀(graphene) 및 나노클레이(nano clay) 중에서 선택되는 적어도 어느 하나의 기능성 나노재료를 포함하는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.
- [청구항 9] 제1항에 있어서,

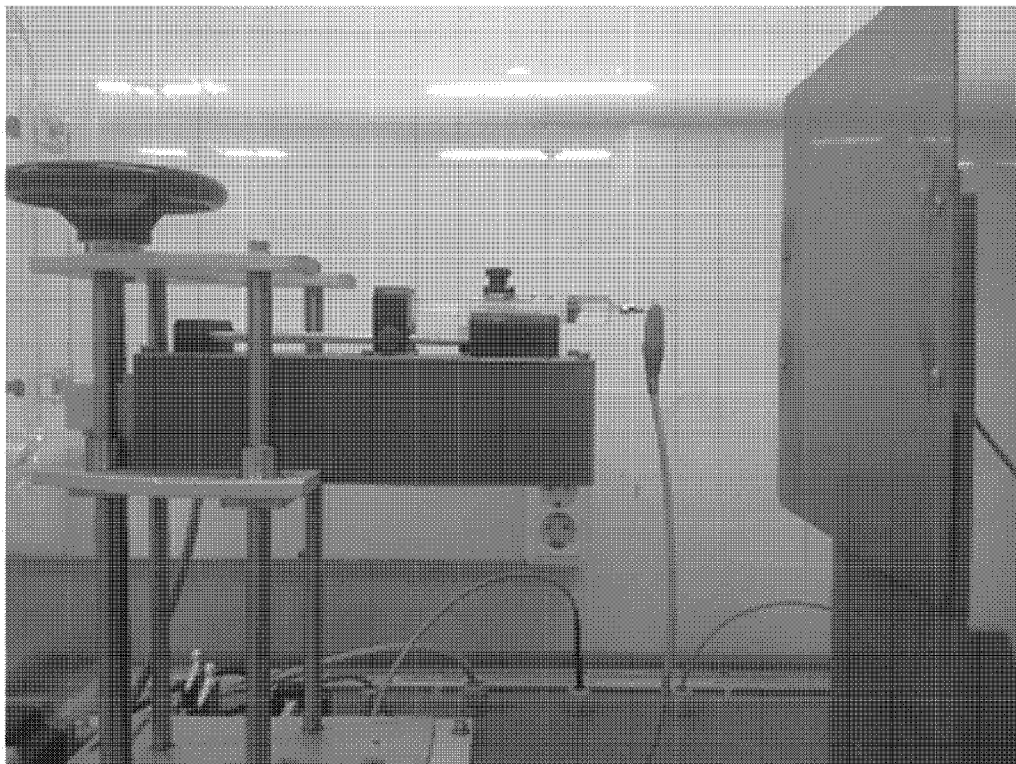
상기 기능성 나노재료 분산용매에 상기 나노섬유 필터를 침지한 후 건조하는 단계에서,
상기 나노섬유 필터가 고체화(solidification) 됨에 따라 상기 나노섬유 필터의 표면에 상기 기능성 나노재료가 부착되는 것을 특징으로 하는 기능성 나노섬유 필터의 제조방법.

[청구항 10] 제1항 내지 제9항 중 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 기능성 나노섬유 필터.

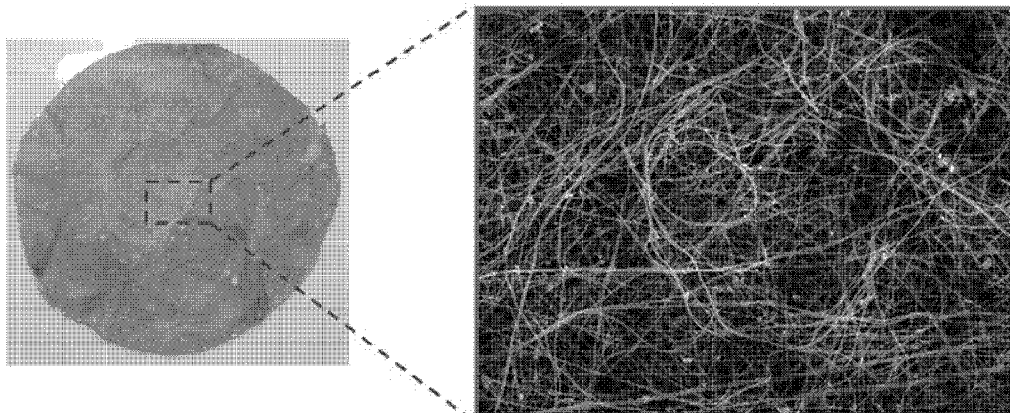
[도1]



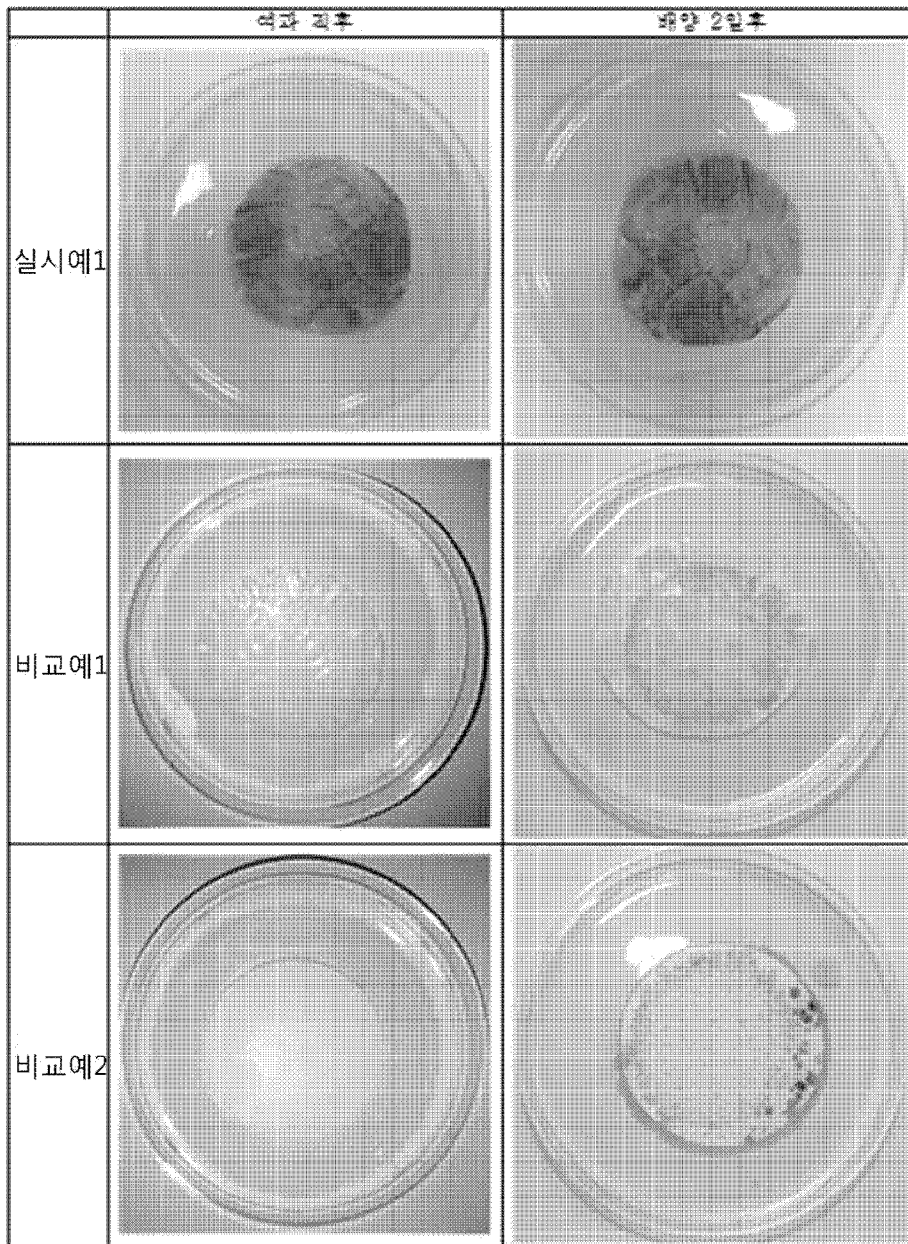
[도2]



[도3]



[도4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2016/007397**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER****B01D 39/16(2006.01)i, D04H 1/42(2006.01)i, D04H 1/728(2012.01)i**

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D 39/16; D04H 1/728; D04H 3/16; D01F 1/10; B01D 71/00; B01D 61/00; B01D 71/34; D04H 1/42

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: nano fiber, polysulfone-based polymer, organic solvent, filter, spinning

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-1485119 B1 (GWANGJU INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 22 January 2015 See abstract; and claims 1, 4-6.	1-10
Y	KR 10-2011-0121824 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 09 November 2011 See abstract; and claims 1-5, 8.	1-10
A	KR 10-2012-0095556 A (KUMOH NATIONAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY INDUSTRY-ACADEMIC COOPERATION FOUNDATION) 29 August 2012 See abstract; and claims 1-6.	1-10
A	KR 10-2012-0093795 A (SNU R&DB FOUNDATION) 23 August 2012 See abstract; and claims 1-10.	1-10
A	KR 10-2011-0076333 A (HYOSUNG CORPORATION) 06 July 2011 See abstract; and claims 1-5.	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 OCTOBER 2016 (17.10.2016)

Date of mailing of the international search report

19 OCTOBER 2016 (19.10.2016)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2016/007397

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-1485119 B1	22/01/2015	US 2015-0224453 A1	13/08/2015
KR 10-2011-0121824 A	09/11/2011	KR 10-1142853 B1	08/05/2012
KR 10-2012-0095556 A	29/08/2012	KR 10-1239136 B1	07/03/2013
KR 10-2012-0093795 A	23/08/2012	KR 10-1290715 B1	29/07/2013
KR 10-2011-0076333 A	06/07/2011	NONE	

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC)) B01D 39/16(2006.01)i, D04H 1/42(2006.01)i, D04H 1/728(2012.01)i																				
B. 조사된 분야 조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재) B01D 39/16; D04H 1/728; D04H 3/16; D01F 1/10; B01D 71/00; B01D 61/00; B01D 71/34; D04H 1/42 조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌 한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC 국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우)) eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 나노섬유, 폴리설펴계 고분자, 유기용매, 필터, 방사																				
C. 관련 문헌 <table border="1"> <thead> <tr> <th>카테고리*</th> <th>인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재</th> <th>관련 청구항</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>KR 10-1485119 B1 (광주과학기술원) 2015.01.22 요약; 및 청구항 1, 4-6 참조.</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>KR 10-2011-0121824 A (한국과학기술연구원) 2011.11.09 요약; 및 청구항 1-5, 8 참조.</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>KR 10-2012-0095556 A (금오공과대학교 산학협력단) 2012.08.29 요약; 및 청구항 1-6 참조.</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>KR 10-2012-0093795 A (서울대학교산학협력단) 2012.08.23 요약; 및 청구항 1-10 참조.</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>KR 10-2011-0076333 A (주식회사 효성) 2011.07.06 요약; 및 청구항 1-5 참조.</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table>			카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항	Y	KR 10-1485119 B1 (광주과학기술원) 2015.01.22 요약; 및 청구항 1, 4-6 참조.	1-10	Y	KR 10-2011-0121824 A (한국과학기술연구원) 2011.11.09 요약; 및 청구항 1-5, 8 참조.	1-10	A	KR 10-2012-0095556 A (금오공과대학교 산학협력단) 2012.08.29 요약; 및 청구항 1-6 참조.	1-10	A	KR 10-2012-0093795 A (서울대학교산학협력단) 2012.08.23 요약; 및 청구항 1-10 참조.	1-10	A	KR 10-2011-0076333 A (주식회사 효성) 2011.07.06 요약; 및 청구항 1-5 참조.	1-10
카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항																		
Y	KR 10-1485119 B1 (광주과학기술원) 2015.01.22 요약; 및 청구항 1, 4-6 참조.	1-10																		
Y	KR 10-2011-0121824 A (한국과학기술연구원) 2011.11.09 요약; 및 청구항 1-5, 8 참조.	1-10																		
A	KR 10-2012-0095556 A (금오공과대학교 산학협력단) 2012.08.29 요약; 및 청구항 1-6 참조.	1-10																		
A	KR 10-2012-0093795 A (서울대학교산학협력단) 2012.08.23 요약; 및 청구항 1-10 참조.	1-10																		
A	KR 10-2011-0076333 A (주식회사 효성) 2011.07.06 요약; 및 청구항 1-5 참조.	1-10																		
☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다. ☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.																				
* 인용된 문헌의 특별 카테고리: “A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌 “E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌 “L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌 “O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌 “P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌 “T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌 “X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신구성 또는 진보성이 없는 것으로 본다. “Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다. “&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌																				
국제조사의 실제 완료일 2016년 10월 17일 (17.10.2016)		국제조사보고서 발송일 2016년 10월 19일 (19.10.2016)																		
ISA/KR의 명칭 및 우편주소  대한민국 특허청 (35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동, 정부대전청사) 팩스 번호 +82-42-481-8578		심사관 민인규 전화번호 +82-42-481-3326 																		

국제조사보고서
대응특허에 관한 정보

국제출원번호

PCT/KR2016/007397

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1485119 B1	2015/01/22	US 2015-0224453 A1	2015/08/13
KR 10-2011-0121824 A	2011/11/09	KR 10-1142853 B1	2012/05/08
KR 10-2012-0095556 A	2012/08/29	KR 10-1239136 B1	2013/03/07
KR 10-2012-0093795 A	2012/08/23	KR 10-1290715 B1	2013/07/29
KR 10-2011-0076333 A	2011/07/06	없음	