

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2020-0052093
(43) 공개일자 2020년05월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01D 5/00 (2006.01) B01D 39/16 (2006.01)
(52) CPC특허분류
D01D 5/003 (2013.01)
B01D 39/1623 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0135262
(22) 출원일자 2018년11월06일
심사청구일자 2018년11월06일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
나정효
대전광역시 유성구 죽동로 321, 101동 1703호(죽동, 금성백조예미지)
이솔
대전광역시 유성구 문화원로 111, 405호(봉명동)
(74) 대리인
특허법인충정

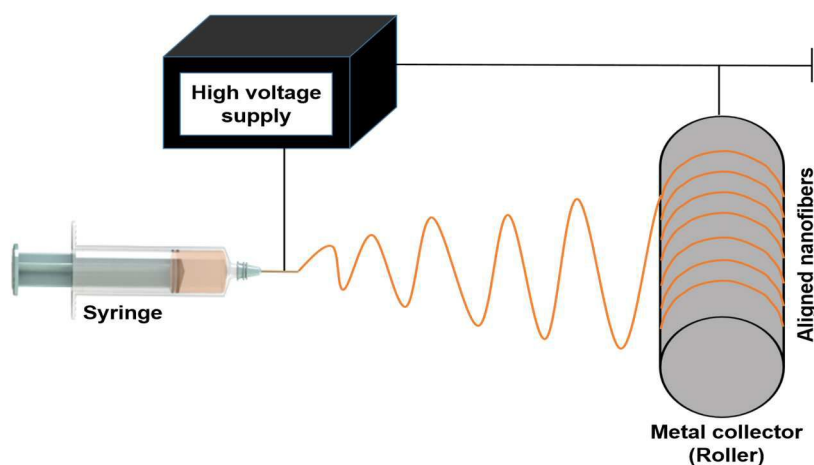
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 정렬된 나노섬유 기반의 미세먼지 차단용 필터 제조방법

(57) 요약

본 발명은 미세먼지 제거용 필터의 소재로 활용되는 나노섬유의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 강유전체를 포함하는 고분자 용액을 준비하는 단계(S1); 상기 고분자 용액을 실린지에 넣어 전기방사를 준비하는 단계(S2); 상기 실린지에 전압을 인가하여, 고분자 용액을 회전되는 롤러 방향으로 전기방사하는 단계(S3); 및 상기 롤러에 증착된 나노섬유를 수득하는 단계를 포함하는 나노섬유의 제조방법을 제공한다. 상기 제조방법에 의해 제조된 나노섬유는 정렬된 형태를 가져 강도가 증가되었으며, 섬유 내부에서 분극이 일어나, 상기 나노섬유를 이용하여 필터를 제조할 때 필터의 효율이 우수한 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



한쪽 방향으로 정렬된 나노섬유를 제작하는 방법

(52) CPC특허분류

D01D 5/0061 (2013.01)

B01D 2239/025 (2013.01)

B01D 2239/0631 (2013.01)

B01D 2239/10 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1485015243

부처명 환경부

연구관리전문기관 한국환경산업기술원

연구사업명 환경산업선진화기술개발사업

연구과제명 압전 나노파이버 및 마찰대전충 통한 자연환기시스템용 창문형 필터개발

기 여 율 1/1

주관기관 충남대학교 산학협력단

연구기간 2018.01.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

하기 단계를 포함하는 정렬된 나노섬유의 제조방법:

강유전체를 포함하는 고분자 용액을 준비하는 단계(S1);

상기 고분자 용액을 실린지에 넣어 전기방사를 준비하는 단계(S2);

상기 실린지에 전압을 인가하여, 고분자 용액을 회전되는 롤러 방향으로 전기방사하는 단계(S3); 및

상기 롤러에 증착된 나노섬유를 수득하는 단계(S4).

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 강유전체는 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌)인 것을 특징으로 하는, 정렬된 나노섬유의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 고분자 용액은 용매로 아세톤 및 디메틸포름아미드를 사용하는 것을 특징으로 하는, 정렬된 나노섬유의 제조방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 용매는 아세톤 및 디메틸포름아미드를 2:1의 부피비로 혼합한 것을 특징으로 하는, 정렬된 나노섬유의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 롤러는 4000rpm 이상으로 회전되는 것을 특징으로 하는, 정렬된 나노섬유의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 S3 단계에서 인가되는 전압은 25 kV 이상인 것을 특징으로 하는, 정렬된 나노섬유의 제조방법.

청구항 7

제1항의 제조방법으로 제조된 나노섬유.

청구항 8

제7항의 나노섬유를 포함하는 필터.

청구항 9

정렬된 나노섬유 제조장치에 있어서,

고분자 용액을 전기방사(electrospinning)하는 실린지부;

상기 실린지부에 전압을 인가하도록 연결된 전압 공급부; 및

상기 전압 공급부와 연결되고, 상기 실린지부와 직교하는 방향으로 설치된 롤러;를 포함하는, 정렬된 나노섬유 제조장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 나노섬유 기반의 미세먼지 차단용 필터 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 대기 중에 존재하는 여러 미세먼지는 인체 및 자연 생태계 등에 직·간접적으로 영향을 미치는 것으로 알려져 있다. 이러한 대기 중 미세먼지는 인위적인 오염원(공장 굴뚝, 자동차 등)에 의해 직·간접적으로 배출된 1차성 먼지와 배출된 가스상 물질이 대기 중 화학적 반응을 통해 생성된 2차성 먼지로 구성되어 있다.

[0004] 특히 입자의 직경이 $10\mu\text{m}$ 이하인 호흡성 먼지 또는 미세먼지인 PM10(Particulate Matter with a diameter less than $10\mu\text{m}$)은 비교적 대기 중 체류기간이 길고 인간의 폐 속까지 침착됨으로써 심장질환이나 폐암과 관련된 질병 등을 유발하는 것으로 알려져 있고, 빛의 시정장애 유발과 산성비 등의 2차적인 영향을 가져올 수 있다. 우리나라의 경우 미세먼지는 인위적인 오염원 이외에도 중국, 몽골 등에서 발생하는 황사에 의해서도 발생되며 그 피해 정도 또한 심각하다.

[0005] 특히 경제 활동에 따른 에너지 사용량과 자동차의 급격한 증가로 인해 황산염 입자와 매연과 같은 미세입자에 대한 관리의 필요성이 대두 됨에 따라 국내의 입자상 대기오염물질에 대해 1995년부터 대기 중에 존재하는 미세 먼지 중 입자의 직경이 $10\mu\text{m}$ 이하인 미세입자(PM10)를 대기환경 기준항목으로 설정하여 관리해 오고 있다.

[0006] 현재 국내에서는 미세먼지 농도를 실시간으로 자동 측정할 수 있는 측정장비를 사용하여 전국 주요 대도시의 대기자동측정망에서 미세먼지의 오염정도를 24시간 모니터링하고 있다.

[0007] 최근 미세먼지에 대한 환경부의 측정자료에 의하면 미세먼지 농도는 감소추세에 있으나, 심폐질환을 일으키고 하늘을 부영게 흐리는 주범인 미세먼지 오염도가 갈수록 심해지고 있다.

[0008] 이에, 미세먼지 입자를 제거하기 위한 필터를 개발하고자 하는 연구가 진행 중에 있다(국내 공개특허 제2009-0103351호). 필터의 효율을 증가시키기 위한 방법으로 특정 나노입자를 첨가하여 효율을 증가시키거나 필터의 여재두께를 두껍게 제조하는 방식이 제시되었다. 그러나 필터의 여재 두께가 두꺼워지면 압력차가 증가하여 필터의 성능지표인 QF가 떨어질 우려가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명자들은 미세 먼지 제거 효율이 증가된 정전 필터를 개발하고자 예의 연구한 결과, 강유전체가 포함된 고분자 용액을 이용하여 정렬된 형태의 나노섬유를 제조할 경우, 강도가 증가할 뿐만 아니라, 섬유 내부에서 분극이 일어나, 필터의 효율이 증가할 수 있다는 것을 확인하여, 본 발명을 완성하였다.
- [0011] 그러나 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 이상에서 언급한 과제에 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 상기와 같은 본 발명의 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 하기 단계를 포함하는 정렬된 나노섬유의 제조방법을 제공한다:
- [0014] 강유전체를 포함하는 고분자 용액을 준비하는 단계(S1);
- [0015] 상기 고분자 용액을 실린지에 넣어 전기방사를 준비하는 단계(S2);
- [0016] 상기 실린지에 전압을 인가하여, 고분자 용액을 회전되는 롤러 방향으로 전기방사하는 단계(S3); 및
- [0017] 상기 롤러에 증착된 나노섬유를 수득하는 단계.
- [0018] 본 발명의 일구현예로서, 상기 강유전체는 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌 (poly(vinylidene-co-trifluoroethylene)))인 것을 특징으로 한다.
- [0019] 본 발명의 다른 구현예로서, 상기 고분자 용액은 용매로 아세톤(Acetone) 및 디메틸포름아미드(Dimethylformamide)를 사용하는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 본 발명의 또다른 구현예로서, 상기 용매는 아세톤 및 디메틸포름아미드를 2:1의 부피비로 혼합한 것을 특징으로 한다.
- [0021] 본 발명의 또다른 구현예로서, 상기 롤러는 4000rpm 이상으로 회전되는 것을 특징으로 한다.
- [0022] 본 발명의 또다른 구현예로서, 상기 S3 단계에서 인가되는 전압은 25 kV 이상인 것을 특징으로 한다.
- [0023] 또한 본 발명은 상기 제조방법으로 제조된 나노섬유를 제공하고, 상기 나노섬유를 포함하는 필터를 제공한다.
- [0024] 아울러, 본 발명은 정렬된 나노섬유 제조장치에 있어서,
- [0025] 고분자 용액을 전기방사(electrospinning)하는 실린지부;
- [0026] 상기 실린지부에 전압을 인가하도록 연결된 전압 공급부; 및
- [0027] 상기 전압 공급부와 연결되고, 상기 실린지부와 직교하는 방향으로 설치된 롤러;를 포함하는, 정렬된 나노섬유 제조장치를 제공한다.

발명의 효과

- [0029] 본 발명에 따른 제조방법으로 제조되는 나노섬유는 정렬된 형태를 가져 강도가 증가한 것을 특징으로 하고, 강유전체를 포함하여 분극 효과를 통해 섬유 내부에 전기 쌍극자가 정렬되고 상기 정렬된 전기 쌍극자가 그대로 유지됨으로써, 상기 나노섬유를 이용하여 필터로 제조할 경우 압력차나 물질 특성과 같은 기존 성능을 유지하면서도 필터의 효율을 증가시킬 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0031] 도 1은 본 발명의 나노섬유 제조 장치를 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명에서 분극 효과를 이용하여 나노섬유 내부의 전기 쌍극자를 정렬하는 방법을 도식화하여 나타낸 도면이다.

도 3은 비정렬 나노섬유와 본 발명에서 제조한 정렬된 나노섬유를 비교하여 나타낸 도면이다.

도 4는 비정렬 나노섬유와 본 발명에서 제조한 정렬된 나노섬유를 이용하여 제조된 필터의 미세먼지 제거 효율을 확인한 결과를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0032] 본 발명자들은 미세 먼지 제거 효율이 증가한 필터를 제조하기 위한 소재를 개발하고자 연구한 결과, 강유전체를 포함하는 고분자 용액을 전기방사하여 정렬된 형태의 나노섬유를 제조하여 필터에 이용할 경우, 필터의 성능이 향상될 수 있다는 것을 확인함으로써, 본 발명을 완성하였다.
- [0033] 이에, 본 발명은, 하기 단계를 포함하는 정렬된 나노섬유의 제조방법을 제공한다:
- [0034] 강유전체를 포함하는 고분자 용액을 준비하는 단계(S1);
- [0035] 상기 고분자 용액을 실린지에 넣어 전기방사를 준비하는 단계(S2);
- [0036] 상기 실린지에 전압을 인가하여, 고분자 용액을 회전되는 롤러 방향으로 전기방사하는 단계(S3); 및
- [0037] 상기 롤러에 증착된 나노섬유를 수득하는 단계.
- [0039] 이하, 본 발명의 제조방법을 보다 상세하게 설명한다.
- [0041] [S1 단계]
- [0042] 본 발명에서 S1 단계는 방사에 사용될 고분자 용액을 준비하는 단계이다. 상기 고분자 용액은 강유전체를 포함하는 것이며, 상기 강유전체는 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌(poly(vinylidene co-trifluoroethylene)))일 수 있고, 고분자 용액 안에서 분극효과를 통해 정렬될 수 있는 강유전체라면 이에 제한되는 것은 아니나, 본 발명의 실시예와 같이 상기 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌)을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌)은 트리플루오로에틸렌 및 비닐리덴 플루오라이드가 공중합된 공중합체로, 상기 트리플루오로에틸렌과 비닐리덴 플루오라이드가 10~40 : 60~90의 몰비로 혼합된 것일 수 있고, 바람직하게는 30:70의 몰비로 혼합된 것일 수 있다. 상기 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌)은 중량평균분자량이 300,000 내지 600,000인 것을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0043] 상기 강유전체를 용매에 용해한 고분자 용액을 사용하는데, 상기 용매는 아세톤 및 디메틸포름아미드를 포함하는 것일 수 있다. 상기 용매는 아세톤 및 디메틸포름아미드를 2:1의 부피비로 혼합한 것이 바람직하다.
- [0045] [S2 단계]
- [0046] 본 발명에서 S2 단계는 고분자 용액을 실린지에 넣고 전기방사를 준비하는 단계이다. 상기 실린지의 형태에는 제한이 없으나, 노즐의 직경이 20 내지 30 게이지인 것을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0048] [S3 단계]
- [0049] 본 발명에서 S3 단계는 고분자 용액을 롤러 방향으로 전기방사하는 단계이다. 상기 전기방사 전에 롤러를 구동시켜 회전하는 상태에서 전기방사를 수행하는 것으로, 상기 롤러는 4000rpm 내지 100,000rpm으로 회전되는 것이 바람직하다. 상기 회전 속도가 4000rpm 미만일 경우 나노섬유의 정렬이 제대로 되지 않을 수 있다. 상기 실린지에 연결된 전압 공급부에 25 kV 내지 100 kV의 전압을 공급하여 전기방사를 수행하는 것으로 상기 전압이 25 kV 미만일 경우 정렬된 형태가 형성되지 않는다. 상기 고분자 용액의 토출 속도는 1 ml/시간 내지 5 ml/시간의 속도로 수행되는 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 2.5 ml/시간 내지 3.5 ml/시간의 속도로 수행될 수 있다.
- [0050] 상기 롤러는 실린지와 직교하는 방향에 설치되는 것이며, 전기방사를 시작하면 상기 롤러에 고분자 용액이 방사되어, 나노섬유가 증착되게 되는 것이다. 상기 롤러는 금속 재질인 것을 사용하며, 나노섬유의 증착이 가능한 소재라면 상기 소재에 제한되는 것은 아니다.

- [0052] [S4 단계]
- [0053] 본 발명에서 S5 단계는 롤러에 증착된 나노섬유를 수득하는 단계이다. 상기 나노섬유는 도 2에 도시된 것과 같이 정렬된 형태를 가질 수 있는 것이다.
- [0055] 또한, 본 발명은 상기 제조방법으로 제조된 나노섬유와 상기 나노섬유를 포함하는 필터를 제공할 수 있다. 상기 나노섬유를 이용한 필터의 제조방법은 통상적인 필터의 제조방법을 이용하여 제조되는 것이다.
- [0057] 아울러, 본 발명은 도 1에 도시된 것과 같이, 정렬된 나노섬유 제조장치를 제공할 수 있다. 상기 나노섬유 제조장치는 하기와 같은 구성 요소를 포함한다.
- [0058] 고분자 용액을 전기방사(electrospinning)하는 실린지부;
- [0059] 상기 실린지부에 전압을 인가하도록 연결된 전압 공급부; 및
- [0060] 상기 전압 공급부와 연결되고, 상기 실린지부와 직교하는 방향으로 설치된 롤러.
- [0061] 상기 나노섬유 제조장치는 실린지부; 전압 공급부; 및 롤러 외에도 나노섬유 제조에 필요한 요소를 더 포함할 수 있다.
- [0063] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.
- [0065] **실시예 1. 정렬된 나노섬유의 제조**
- [0066] 나노 섬유를 도 1에 도시된 방법에 따라 제조하였다. 도 1에 나타난 것과 같이, 나노섬유가 방사되는 실린지 펌프와 롤러가 장착된 전기방사장비를 준비하였다.
- [0067] 상기 실린지 펌프에서 방사되는 나노섬유를 위한 토출용액으로는, 고분자로 폴리(비닐리덴 플루오라이드-코-트리플루오로에틸렌)(PIEZOTECH, FC 30, 50g, 중량평균분자량:500,000g/mol)을, 아세톤 및 디메틸포름아미드를 2:1의 부피비로 혼합된 용매를 사용하여 제조된 고분자 용액을 토출용액으로 사용하였다. 이때 사용된 노즐의 크기는 직경이 23 게이지로써 내경은 0.33 mm이고 외경은 0.63 mm인 것을 사용하고 고분자 용액의 토출속도는 3.0 ml/시간으로 고정하여 25 kV의 전압으로 전기방사를 진행하였다. 또한, 집적판은 알루미늄 박막을 사용하였다. 상기 고분자 용액을 토출하면서 롤러를 4000 RPM으로 회전시켜 나노섬유를 제조하였다.
- [0068] 상기와 같은 제조 과정에서 강유전체가 고분자 용액 내에 포함됨으로써, 전기방사 후의 제조된 강유전 나노섬유를 강한 전기장하에서 6시간 이상 두어 도 2에서와 같이 분극 효과를 통해 물질 내부의 전기 쌍극자가 정렬되게 된다.
- [0070] **비교예 1. 일반적인 형태의 나노섬유의 제조**
- [0071] 실시예 1과 동일한 방식으로 나노섬유를 제조하되, 회전되는 롤러가 아닌 평면형의 수직형 집적판에 고분자 용액을 토출하여 나노섬유를 제조하였다. 위의 동일한 방식이나 조건에 있어서 수직형 제조에서는 토출속도를 0.4 ml/시간으로 하고 12 kV에서 전기방사를 진행하였다.
- [0073] **실험예 1. 나노섬유의 형태 확인**
- [0074] 실시예 1 및 비교예 1에서 제작한 나노섬유의 형태를 장방울 주사현미경(Ultra-high Resolution Scanning Electron Microscope (S-4800, Hitachi))을 이용하여 확인하였다.
- [0075] 도 3에 나타난 것과 같이, 비교예 1에서 제작한 나노섬유는 정렬되지 않는 형태의 나노섬유로 제조되었으나, 실

시에 1에서 제조된 나노섬유는 정렬된 형태를 가진다는 것이 확인되었다. 상기 결과로부터 본 발명의 방법으로 나노섬유를 제조할 때 정렬된 형태를 가져, 섬유의 강도가 강한 장점이 있다는 것을 확인하였다.

[0077] 실험예 2. 필터의 효율 확인

[0078] 실시예 1 및 비교예 1에서 제조된 나노섬유의 제거 효율을 측정하기 위해, 입자를 생성시키는 용액으로 DI water를 용매로 사용하여 100 mL 기준으로 1wt%의 농도를 가진 염화칼륨 용액을 제작하였다. 제작된 용액으로 atomizer로 입자를 생성시켜 입자가 잘 생성되는지 파티클 카운터로 확인하였고, 나노섬유를 삽입하여 효율 측정을 진행하였다. 나노섬유의 사이즈는 4 cm * 4 cm으로 고정하여 측정하였다.

[0079] 효율측정은 최대 3분까지 측정한 후의 앞단과 뒷단의 입자농도 및 개수차이로 효율을 계산하였다. 풍속 조건은 유량 2m³/h 로 고정하였고 면속도로 환산하면 0.35 m/s 가 되게 고정하여 측정하였다. 유량을 맞춘 뒤 앞/뒷단의 압력차도 추적하여 기록하였다.

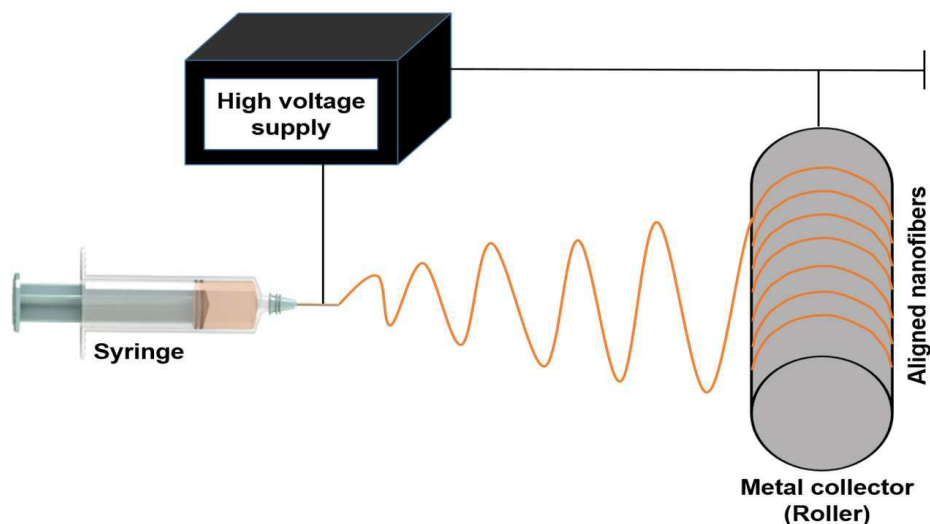
[0080] 그 결과를 도 4에 나타내었으며, 도 4에 나타낸 것과 같이 실시예 1에서 분극 효과를 이용하여 제조한 나노섬유에 90% 이상의 제거 효율이 있는 것이 확인되어, 비교예 1의 나노섬유와 비교하여 더 우수한 제거 효과가 있다는 것을 확인하였다.

[0081] 이로부터 본 발명의 방법으로 제조되는 나노섬유를 필터의 소재로 사용할 수 있다는 것을 확인하였다. 또한 상기 결과로부터 본 발명의 방법으로 제조되는 나노섬유를 사용한 필터는 1.0 μm 이하의 미세먼지도 제거할 수 있는 것이 확인되어, PM 2.5보다 작은 PM 1.0에서도 큰 효과를 볼 수 있다는 것을 알 수 있었다.

[0083] 전술한 본 발명의 설명은 예시를 위한 것이며, 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

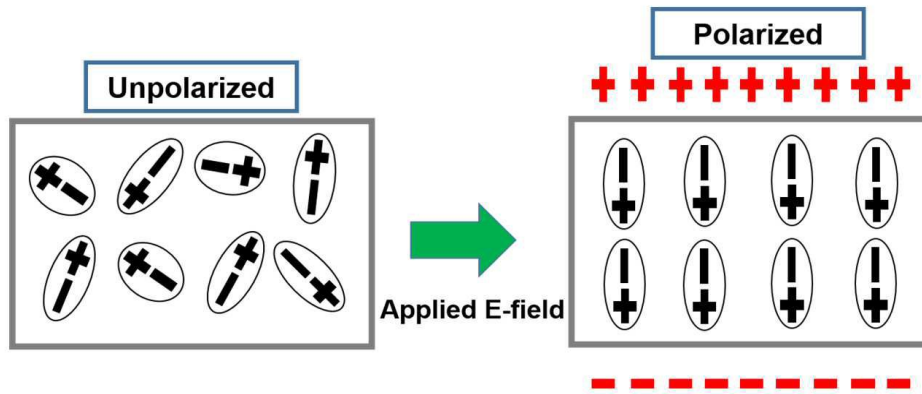
도면

도면1



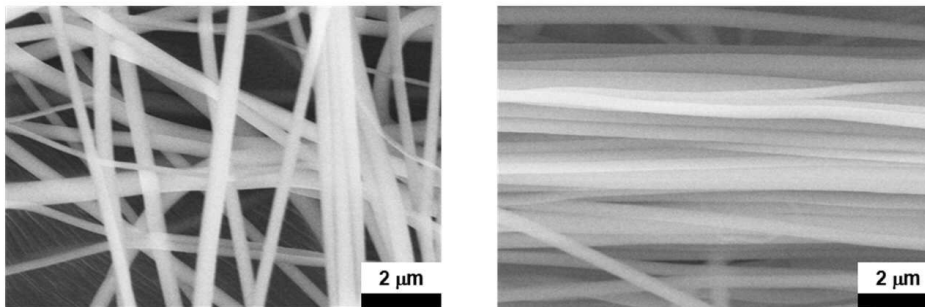
한쪽 방향으로 정렬된 나노섬유를 제작하는 방법

도면2



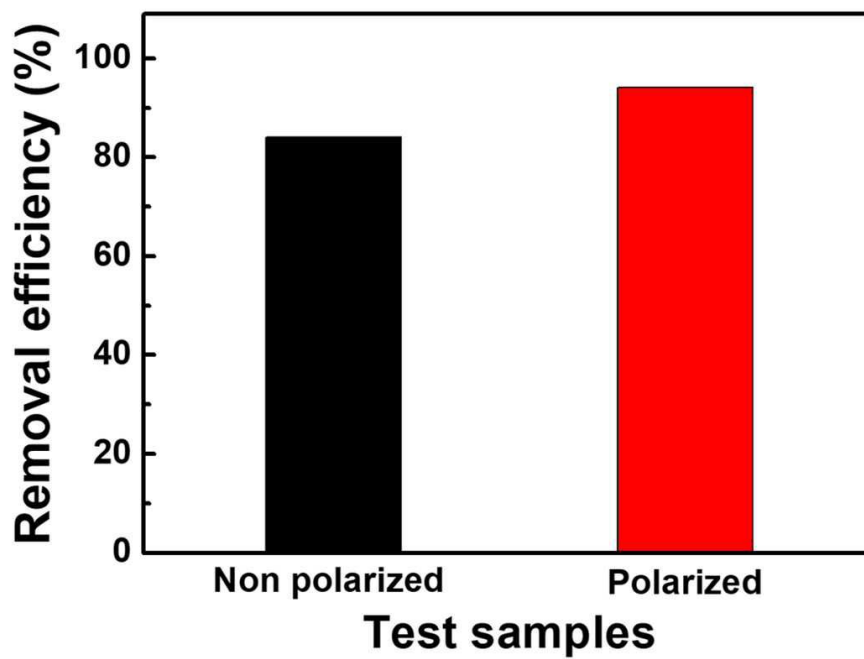
분극 효과를 이용하여 물질 내부의 전기 쌍극자를 정렬하는 방법

도면3



비정렬 나노섬유와 정렬된 나노섬유의 비교

도면4



분극 전 후 필터의 효율 비교