



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0129784
(43) 공개일자 2016년11월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

D01D 5/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류

D01D 5/0046 (2013.01)

D01D 5/0061 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2016-0054250

(22) 출원일자 2016년05월02일

심사청구일자 2016년05월02일

(30) 우선권주장

1020150061722 2015년04월30일 대한민국(KR)

(71) 출원인

고려대학교 산학협력단

서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)

(72) 발명자

김중배

서울특별시 강남구 역삼로 309, 101동 1501호 (역삼동, 래미안펜타빌아파트)

노소라

서울특별시 종로구 난계로29가길 24, 1604호 (승인동, 종로 동광모닝스카이)

주영준

서울특별시 광진구 김고량로16길 23-3, 101호(중곡동)

(74) 대리인

특허법인이름리온

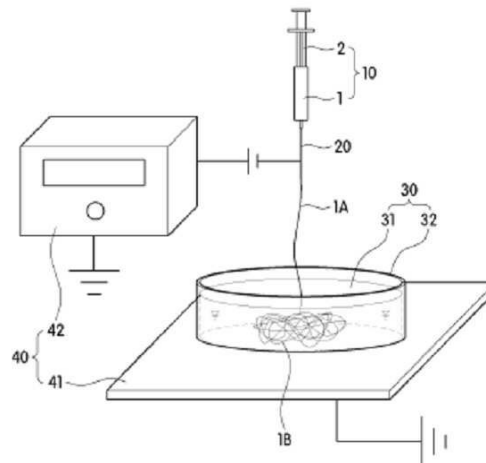
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치

(57) 요약

본 발명은 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 섬유집합체가 별도의 처리 없이도 섬유간에 서로 접촉되지 않아 현저히 우수한 분산성 갖으며, 섬유 간 적정 이격공간을 갖는 효과를 나타내는 섬유집합체를 제조할 수 있는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치에 관한 것이다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	20142020200980
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국에너지기술평가원
연구사업명	에너지기술개발사업
연구과제명	나노바이오촉매 기반 고효율 이산화탄소 전환 및 활용 기술 개발
기 여 율	5/10
주관기관	고려대학교 산학협력단
연구기간	2014.12.01 ~ 2015.09.30이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호	2014043032
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	글로벌연구실사업
연구과제명	미생물 오염 방지 및 제거를 위한 나노바이오촉매 소재 개발
기 여 율	4/10
주관기관	고려대학교 산학협력단
연구기간	2014.08.01 ~ 2015.07.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호	2014M3A7B4052193
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	나노소재원천기술개발사업
연구과제명	나노섬유 기반 3차원 복합구조 담체 및 전달기술 개발
기 여 율	1/10
주관기관	고려대학교 산학협력단
연구기간	2014.09.01 ~ 2019.08.31

명세서

청구범위

청구항 1

섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 혼합하여 방사용액을 제조하는 단계; 및

상기 방사용액을 분산액에 전기방사시켜서 섬유집합체를 제조하는 단계;를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리이미드, 폴리아믹산, 폴리에테르이미드, 나일론(nylon), 폴리벤질글루타마이트, 폴리페닐렌테레프탈아마이드, 폴리아닐린, 폴리아크릴로나이트릴, 폴리에틸렌옥사이드, 셀룰로오스, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락티코글라이콜산, 폴리{폴리(에틸렌옥사이드)테레프탈레이트-co-부틸렌테레프탈레이트}, 폴리포스포에스터, 폴리포스파젠, 폴리안하이드라이드, 폴리오르쏘에스터, 폴리(프로필렌푸마레이트)-디아크릴레이트, 폴리비닐알콜, 폴리에스테르, 폴리우레탄, 폴리염화비닐, 키토산, 콜라겐 및 폴리(스티렌-co-무수말레산) 및 폴리에틸렌글라이콜디아크릴레이트 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 용매는 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로푸란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설프옥사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, n-부탄올, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 에틸렌글라이콜, 다이에틸렌글라이콜, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ-부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈 및 디메틸아세트아미드 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 분산액은 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로푸란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설프옥사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ-부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈, 디메틸아세트아미드, 아릴알코올, 사이클로헥산올, 다이아세톤알코올, 에틸렌글라이콜, 글리세롤, 다이에틸렌글라이콜, 클로로메테인, 포름아마이드, 아세토페논, 에틸렌카보네이트, 아이소부틸아세테이트, 아이소아밀아세테이트, 스티렌, 다이벤질이써, n-부틸아세테이트, 피리딘, 아닐린 및 에탄올아민 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락티코글라이콜산 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 극성 생체적합성 폴리머이고,

상기 용매는 디메틸포름아마이드, 테트라하이드로푸란, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, 클로로포름 및 아세톤으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상이며,

상기 분산액은 에탄올 또는 에탄올 수용액인 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서, 상기 섬유집합체를 제조하는 단계는

방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하는 단계를 포함하지 않는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서, 상기 섬유집합체를 제조하는 단계는

방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하여 섬유 간 공간을 확장시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법.

청구항 8

섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 포함하는 방사용액을 포함하고, 상기 방사용액을 저장 및 이송하는 공급부;

공급부로부터 유입된 방사용액을 방사시키는 노즐부;

상기 노즐부에서 방사된 방사물을 분산시키는 분산액을 포함하는 분산부; 및

집전판을 구비하고, 상기 노즐부와 집전판 사이의 공간에 전기장을 형성시키는 전기장 형성부;를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조장치.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리락티산, 폴리글리콜산, 폴리락티코글라이콜산 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 극성 생체적합성 폴리머이고,

상기 용매는 디메틸포름아마이드, 테트라하이드로퓨란, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, 클로로포름 및 아세톤 중에서 선택된 1종 이상이며,

상기 분산액은 에탄올 또는 에탄올 수용액인 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조장치.

청구항 10

제8항에 있어서, 상기 분산부는 분산액을 교반하기 위한 교반부;를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 섬유집합체가 별도의 처리 없이도 섬유간에 서로 접촉되지 않아 현저히 우수한 분산성 갖으며, 섬유 간 적정 이격공간을 갖는 효과를 나타내는 섬유집합체를 제조할 수 있는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 전기방사는 고분자용액을 모세관 팁(capillary tip)이 달린 주사기에 담아 (+) 전하나 (-) 전하를 가하고 집적판(collector)에 반대 전하를 가하여 형성된 전기장에 의해 섬유를 제조하는 방법으로 나노섬유를 제조할 수 있는 가장 유용한 방법이라고 할 수 있다. 표면장력에 의해 모세관 팁에 반구모양으로 형성된 고분자용액에 표면장력과 같은 세기 이상의 전기장이 가해질 경우 반구모양의 고분자용액은 집적판 방향으로 서서히 원추형의 cone이 형성되어 단일 제트(single jet) 형태로 분사된다. 분사된 단일 제트는 전하반발력에 의해서 많은 필라멘트로 나누어지는 splaying 현상이 일어나게 되고, 이로 인해 나노 직경을 가지는 섬유 제조가 가능하다.

[0003] 전기방사는 매우 광범위한 고분자소재에 이용 가능할 뿐만 아니라 금속, 탄소 등 공정상 방사하기 어려운 다른

여러 물질도 고분자용액에 혼합 방사함으로써 손쉽게 fiber web형태의 제조가 가능하며 매우 적은 양의 고분자 용액으로도 방사가 가능하다. 또한, 전기방사를 통해 제조된 섬유는 직경은 수 nm ~ 수백 μm로 다양한 두께의 섬유를 합성할 수 있으며, 매우 큰 비표면적을 갖기 때문에 필터소재, 강화섬유, 가스저장 그리고 생체 조직배양을 위한 담체(scaffold) 등 많은 분야에 응용이 가능하다.

[0004] 그러나 이러한 장점에도 불구하고 전기방사법은 공정 상 생산성이 매우 낮고 핸들링이 어려우며 규칙적인 제어 가 현재 기술로는 쉽지 않은 실정이다. 또한 집적판 표면에 합성 된 섬유가 여러겹으로 쌓이게 되면서 이후에 섬유를 집적판 표면으로부터 분리해 내는 과정에서 섬유간 뭉치는 부분이 생기게 되고 이 때문에 섬유간 공간이 좁아져, 전기방사를 통해 제조된 섬유의 장점인 큰 비표면적을 활용할 수 없다. 특히 마이크로 사이즈를 가지는 세포를 분리하거나 배양하는 분야에 적용하기 위해선, 섬유간 공간이 확보된 섬유집합체가 요구된다. 이외에도 생체물질, 효소 등 바이오품질 고정화 하기 위한 담체 및 높은 표면적이 요구되는 다양한 분야에 적용시키기 어렵다.

[0005] 한편, 종래에 습식 전기방사를 통해 제조되는 고분자 나노섬유는 섬유 형성 성분인 폴리머를 이온성 액체를 용매로 하여 용해시켜 방사조액을 제조한 후 분산조로 전기방사하는데, 이때 분산조에 구비된 분산액으로 이온성 액체를 용해시키고 섬유형성성분은 용해시키지 못하는 것을 선택함으로써, 방사된 방사조액 중 이온성 액체는 분산조의 분산액을 통해 용해되어 제거되고 섬유형성성분이 분산조에서 분산되는 기작을 이용하는 방법이다.

[0006] 그러나 방사된 조액이 분산액에 침지된 후 분산액으로 용해되지 못하고 섬유 형성성분과 함께 남아 있는 이온성 액체는 방사과정에서 분산조에 침적되는 나노섬유 간에 겹침이나 얹힘이 발생할 때 섬유간 접합을 유도하여 3차원 네트워크와 같은 그물구조의 섬유집합체를 만들 확률이 매우 높고, 이러한 그물구조의 섬유집합체는 섬유간 공간확보가 원활히 되지 못하여 섬유간 공간을 충분히 확보할 수 없고, 섬유간 공간확보를 위해 별도의 처리를 요하거나 별도의 처리를 해도 섬유간의 접합으로 인해 확보되는 섬유간 공간에 한계가 있는 문제점이 있다. 또한, 이런 문제점으로 인하여 생체 분야, 수처리 분야, 전지 분리막 등의 전기전자 분야, 약물전달 이송체, 원단 등의 의류분야, 열센서, 전기센서, 생화학 센서 등의 나노센서분야, 마이크로/나노 전자 디바이스, 광전기 디바이스, 촉매담체 등과 같이 다양한 분야에 적용되지 못하고, 적용분야가 한정되는 문제점이 있다.

[0007] 이에 따라 전기방사과정에서 분산조에서 섬유간의 겹침 및 얹힘이 발생하더라도 섬유간 접합이 최대한 억제됨에 따라 섬유집합체 분산을 위한 별도의 처리 없이도 방사와 동시에 섬유집합체 내부의 섬유간 공간이 충분히 확보된 분산성이 뛰어난 섬유집합체를 제조하기 위한 방법의 개발이 시급한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) KR 10-0429446 B1 (등록일 2004.04.19)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 본 발명의 해결하려는 과제는 별도의 처리 없이도 섬유간에 서로 접촉되지 않아 현저히 우수한 분산성 갖는 효과를 나타내는 섬유집합체를 제조할 수 있는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치를 제공하는 데 있다.

[0010] 본 발명의 해결하려는 두 번째 과제는 다양한 세포분리를 효율적으로 할 수 있고, 배양되는 세포의 섬유간 침투가 용이하여 상기 세포를 배양액에서 걸러내는 여과 매체로 응용이 가능하고, 면역세포 치료 등에 응용될 수 있으며, 다양한 생체물질을 효율적으로 담지하는 지지체로 응용될 수 있기 때문에 조직공학용 지지체뿐만 아니라 다양한 생체물질 응용분야에 적용할 수 있고, 수처리 분야, 전지 분리막 등의 전기전자 분야, 약물전달 이송체, 원단 등의 의류분야, 열센서, 전기센서, 생화학 센서 등의 나노센서분야, 마이크로/나노 전자 디바이스, 광전기 디바이스, 촉매담체 등으로 널리 응용될 수 있는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체를 제조하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상술한 과제를 해결하기 위해 본 발명은 섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 혼합하여 방사용액을 제조하는

단계 및 상기 방사용액을 분산액에 전기방사시켜서 섬유집합체를 제조하는 단계를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법을 제공한다.

[0012] 본 발명의 바람직한 일실시예에 따르면, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리이미드, 폴리아믹산, 폴리에테리미드, 나일론(nylon), 폴리벤질글루타메이트, 폴리페닐렌테레프탈아마이드, 폴리아닐린, 폴리아크릴로나이트릴, 폴리에틸렌옥사이드, 셀룰로오스, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락틱코글라이콜산, 폴리(폴리(에틸렌옥사이드)테레프탈레이트-co-부틸렌테레프탈레이트), 폴리포스포에스터, 폴리포스파젠, 폴리안하이드라이드, 폴리오르쏘에스터, 폴리(프로필렌푸마레이트)-디아크릴레이트, 폴리비닐알콜, 폴리에스테르, 폴리우레탄, 폴리염화비닐, 키토산, 콜라겐 및 폴리(스티렌-co-무수말레산) 및 폴리에틸렌글라이콜디아크릴레이트 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0013] 본 발명의 바람직한 다른 일실시예에 따르면, 상기 용매는 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로퓨란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설폭옥사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, n-부탄올, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 에틸렌글라이콜, 다이에틸렌글라이콜, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ -부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈 및 디메틸아세트아미드 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0014] 본 발명의 바람직한 또 다른 일실시예에 따르면, 상기 분산액은 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로퓨란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설폭옥사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ -부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈, 디메틸아세트아미드, 아릴알코올, 사이클로헥산올, 다이아세톤알코올, 에틸렌글라이콜, 글리세롤, 다이에틸렌글라이콜, 클로로메테인, 포름아마이드, 아세토페논, 에틸렌카보네이트, 아이소부틸아세테이트, 아이소아밀아세테이트, 스티렌, 다이벤질이써, n-부틸아세테이트, 피리딘, 아닐린 및 에탄올아민 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있다.

[0015] 본 발명의 바람직한 또 다른 일실시예에 따르면, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락틱코글라이콜산 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 극성 생체적합성 폴리머일 수 있고, 상기 용매는 디메틸포름아마이드, 테트라하이드로퓨란, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, 클로로포름 및 아세톤으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상일 수 있으며, 상기 분산액은 에탄올 또는 에탄올 수용액일 수 있다.

[0016] 본 발명의 바람직한 또 다른 일실시예에 따르면, 상기 섬유집합체를 제조하는 단계는 방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하는 단계를 포함하지 않을 수 있다.

[0017] 본 발명의 바람직한 또 다른 일실시예에 따르면, 상기 섬유집합체를 제조하는 단계는 방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하여 섬유 간 공간을 확장시키는 단계를 포함할 수 있다.

[0019] 상술한 과제를 해결하기 위해 본 발명은 섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 포함하는 방사용액을 포함하고, 상기 방사용액을 저장 및 이송하는 공급부, 공급부로부터 유입된 방사용액을 방사시키는 노즐부, 상기 노즐부에서 방사된 방사물을 분산시키는 분산액을 포함하는 분산부 및 집전판을 구비하고, 상기 노즐부와 집전판 사이의 공간에 전기장을 형성시키는 전기장 형성부를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조장치를 제공한다.

[0020] 본 발명의 바람직한 일실시예에 따르면, 상기 섬유 형성 폴리머는 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락틱코글라이콜산 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 극성 생체적합성 폴리머일 수 있고, 상기 용매는 디메틸포름아마이드, 테트라하이드로퓨란, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, 클로로포름 및 아세톤 중에서 선택된 1종 이상일 수 있으며, 상기 분산액은 에탄올 또는 에탄올 수용액일 수 있다.

[0021] 본 발명의 바람직한 다른 일실시예에 따르면, 상기 분산부는 분산액을 교반하기 위한 교반부를 더 포함할 수 있

다.

[0023] 이하, 본 발명에서 사용한 용어에 대해 설명한다.

[0024] 본 발명에서 사용한 용어인 “섬유집합체”는 복수개의 섬유가 서로 얽혀 3차원의 구조체를 형성한 경우 뿐만 아니라, 한 가닥의 섬유가 규칙 또는 비규칙적으로 폴딩되고 얽혀 3차원의 구조체를 형성한 경우까지 모두 포함하는 의미이다. 또한, 상기 한 가닥의 섬유는 주섬유에 분기된 섬유들을 포함하는 경우를 포함하나, 복수개의 섬유가 표면 접합되어 형성된 경우는 포함하지 않을 수 있다.

[0025] 본 발명에서 사용한 용어인 “교반”은 웨이킹(shaking), 스테어링 등 통상적으로 사용할 수 있는 교반 방법을 모두 포함하는 의미이다.

발명의 효과

[0026] 본 발명의 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법 및 이의 제조장치는 섬유집합체가 별도의 처리 없이도 섬유간에 서로 접촉되지 않아 현저히 우수한 분산성 갖으며, 섬유 간 적정 이격공간을 갖는 효과를 나타내는 섬유집합체를 제조할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은 본 발명의 바람직한 일구현예에 따른 습식 전기방사 장치의 모식도이다.

도 2는 본 발명의 바람직한 일실시예에 따른 섬유집합체의 사진이다.

도 3 ~ 6는 각각 본 발명의 실시예 2 ~ 5에 따른 섬유집합체의 사진이다.

도 7 ~ 8은 각각 본 발명의 비교예 1 ~ 2에 따른 섬유집합체의 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

[0029] 상술한 바와 같이 종래의 습식 전기 방사는 방사된 조액이 분산액에 침지된 후 분산액으로 용해되지 못하고 섬유형성분과 함께 남아 있는 이온성 액체는 방사과정에서 분산조에 침적되는 나노섬유 간에 겹침이나 얽힘이 발생할 때 섬유간 접합을 유도하여 3차원 네트워크와 같은 그물구조의 섬유집합체를 만들 확률이 매우 높고, 이러한 그물구조의 섬유집합체는 섬유간 공간확보가 원활히 되지 못하여 섬유간 공간을 충분히 확보할 수 없고, 섬유간 공간확보를 위해 별도의 처리를 요하거나 별도의 처리를 해도 섬유간의 접합으로 인해 확보되는 섬유간 공간에 한계가 있는 문제점이 있었다.

[0030] 이에 본 발명은 섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 혼합하여 방사용액을 제조하는 단계 및 상기 방사용액을 분산액에 전기방사시켜서 섬유집합체를 제조하는 단계를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조방법을 제공하여 상술한 문제의 해결을 모색하였다. 이를 통해 종래의 발명과는 달리 섬유집합체가 별도의 처리 없이도 섬유간에 서로 접촉되지 않아 현저히 우수한 분산성 갖으며, 섬유 간 적정 이격공간을 갖는 효과를 나타내는 섬유집합체를 제조할 수 있는 효과를 달성할 수 있다. 또한, 섬유 간 적정 이격공간을 나타냄에 따라 다양한 세포분리를 효율적으로 할 수 있고, 배양되는 세포의 섬유간 침투가 용이하여 상기 세포를 배양액에서 걸러내는 여과 매체로 응용이 가능하고, 면역세포 치료 등에 응용될 수 있으며, 다양한 생체물질을 효율적으로 담지하는 지지체로 응용될 수 있기 때문에 조직공학용 지지체뿐만 아니라 다양한 생체물질 응용분야에 적용할 수 있고, 수처리 분야, 전기 분리막 등의 전기전자 분야, 약물전달 이송체, 원단 등의 의류분야, 열센서, 전기센서, 생화학 센서 등의 나노센서분야, 마이크로/나노 전자 디바이스, 광전기 디바이스, 촉매담체 등으로 널리 응용할 수 있는 효과를 달성할 수 있다.

[0032] 먼저, 섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 혼합하여 방사용액을 제조하는 단계를 설명한다.

[0033] 상기 섬유 형성 폴리머는 통상적으로 섬유 형성 폴리머로 사용될 수 있는 폴리머라면 제한 없이 사용될 수 있으며, 바람직하게는 폴리이미드, 폴리아믹산, 폴리에테르이미드, 나일론(nylon), 폴리벤질글루타메이트, 폴리페닐렌테레프탈아마이드, 폴리아닐린, 폴리아크릴로나이트릴, 폴리에틸렌옥사이드, 셀룰로오스, 폴리메틸메타크릴레

이트, 폴리락틱산, 폴리글리콜산, 폴리락티코글라이콜산, 폴리(폴리(에틸렌옥사이드)테레프탈레이트-co-부틸렌 테레프탈레이트), 폴리포스포에스터, 폴리포스파젠, 폴리안하이드라이드, 폴리오르쏘에스터, 폴리(프로필렌푸마레이트)-디아크릴레이트, 폴리비닐알콜, 폴리에스테르, 폴리우레탄, 폴리염화비닐, 키토산, 콜라겐, 폴리(스티렌-co-무수말레산) 및 폴리에틸렌글라이콜디아크릴레이트 중에서 선택된 1종 이상일 수 있고, 더욱 바람직하게는 폴리락틱산, 폴리글리콜산 및 폴리락티코글라이콜산 중에서 선택된 1종 이상을 포함하는 극성 생체적합성 폴리머일 수 있다.

[0034] 상기 용매는 상기 섬유 형성 폴리머를 용해시키는 역할을 수행한다. 상기 용매는 전기방사를 위한 방사용액에 통상적으로 포함되는 용매를 사용할 수 있고, 상기 섬유 형성 폴리머를 침전물 형성 없이 균일하게 용해시킬 수 있는 것이라면 특별한 제한은 없으며, 바람직하게는 용매는 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로퓨란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설폭사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, n-부탄올, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 에틸렌글라이콜, 다이에틸렌글라이콜, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ -부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈 및 디메틸아세트아미드 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있으며, 보다 바람직하게는 γ -부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, N-메틸피롤리돈, 디메틸아세트아미드, 디메틸설폭사이드, 디메틸포름아마이드로, 아세톤, 클로로포름, 테트로하이드로퓨란 및 메탄올로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있고, 더욱 바람직하게는 디메틸포름아미드, 테트라하이드로퓨란, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, 클로로포름 및 아세톤 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다.

[0036] 다음으로, 상기 방사용액을 분산액에 전기방사시켜서 섬유집합체를 제조하는 단계를 설명한다.

[0037] 상기 분산액은 통상의 습식 전기방사에 사용될 수 있는 분산액이라면 제한 없이 사용할 수 있으며, 바람직하게는 펜테인, 사이클로펜테인, 헥세인, 사이클로헥세인, 벤젠, 톨루엔, 1,4-다이옥세인, 클로로포름, 다이에틸이써, 다이클로로메테인, 테트로하이드로퓨란, 에틸아세테이트, 아세톤, 다이메틸포름아마이드, 아세토나이트릴, 다이메틸설폭사이드, 나이트로메테인, 프로필렌카보네이트, 포름산, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산, 물, 페트롤륨이써, 헵테인, 아이소부틸알코올, 1-옥탄올, p-자일렌, m-자일렌, 글리세린, 카본다이설파이드, 테트라클로로에틸렌, 클로로벤젠 및 아세틱안하이드라이드, γ -부티로락톤, 사이클로헥사논, 3-헥사논, 3-헵타논, 3-옥타논, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오르-2-프로판올, N-메틸피롤리돈, 디메틸아세트아미드, 아릴알코올, 사이클로헥산올, 다이아세톤알코올, 에틸렌글라이콜, 글리세롤, 다이에틸렌글라이콜, 클로로메테인, 포름아마이드, 아세토페논, 에틸렌카보네이트, 아이소부틸아세테이트, 아이소아밀아세테이트, 스티렌, 다이벤질이써, n-부틸아세테이트, 피리딘, 아닐린 및 에탄올아민 중에서 선택된 1종 이상일 수 있으며, 보다 바람직하게는 포름산, 아이소프로판올, 에탄올, 메탄올, 아세트산 및 물 중에서 선택된 1종 이상을 포함할 수 있으며, 더욱 바람직하게는 에탄올 또는 에탄올 수용액일 수 있다.

[0038] 한편, 상기 섬유집합체를 제조하는 단계는 폴리머, 용매 및 분산액의 종류에 따라, 방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하여 섬유 간 공간을 확장시키는 단계를 포함할 수도 있고, 방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하는 단계를 포함하지 않을 수 있다. 상기 분산액을 교반하여 섬유 간 공간을 확장시키는 단계를 포함하는 경우, 상기 교반은 스타어링(stirring) 뿐 만 아니라 셰이킹(shaking) 등 통상적으로 사용할 수 있는 교반 방법을 모두 포함할 수 있으며, 방사용액을 방사시킨 분산액을 교반하는 단계를 포함하지 않는 경우, 방사용액을 분산액에 방사시켜서 섬유집합체가 분산액에 침지되는 동시에 분산이 일어나거나, 침지된 상태로 방치하여 분산성을 높일 수 있으나, 이에 제한되지 않는다.

[0040] 이상으로 상술한 방사용액 및 분산액을 통해 습식 전기방사 하는 구체적인 방법은 공지의 일반적인 습식 전기방사 방법을 따를 수 있어 본 발명에서는 이를 특별히 한정하지 않는다. 또한, 전기방사 후 제조된 섬유집합체는 세척 과정을 더 거칠 수도 있다.

[0042] 한편, 본 발명의 섬유 집합체는 섬유 형성 폴리머 및 1종 이상의 용매를 포함하는 방사용액을 포함하고, 상기

방사용액을 저장 및 이송하는 공급부, 공급부로부터 유입된 방사용액을 방사시키는 노즐부, 상기 노즐부에서 방사된 방사물을 분산시키는 분산액을 포함하는 분산부 및 집전판을 구비하고, 상기 노즐부와 집전판 사이의 공간에 전기장을 형성시키는 전기장 형성부를 포함하는 섬유간 공간이 확장된 고분산 섬유집합체의 제조장치를 통해 제조될 수 있다.

[0044] 구체적으로, 도 1은 본 발명의 바람직한 일구현예에 따른 습식전기방사장치의 모식도로써, 방사용액(1)을 저장하고 노즐부(20)로 방사용액을 공급하는 공급부(10), 상기 공급부(10)로부터 유입된 방사용액(1)을 분산부(30)로 방사시키는 노즐부(20), 상기 노즐부(20)에서 방사된 방사용액의 제트(1A)를 분산시키기 위한 분산액(31) 및 분산조(32)를 포함하는 분산부(30) 및 상기 노즐부(20)의 일끝단과 접지된 집전판(41) 사이의 공간에 전기장을 형성시켜 방사용액(1)을 제트(1a)상으로 유도시키기 위하여 노즐부(20)에 연결된 고전압장치(42) 및 집전판(41)를 포함하는 전기장형성부(40)를 나타낸다.

[0046] 먼저, 공급부(10)에 대하여 설명한다.

[0047] 상기 공급부(10)는 방사용액(1) 및 상기 방사용액을 저장하고 노즐부(20)로 방사용액을 이송시키는 펌프유닛(2)을 포함한다.

[0048] 상기 방사용액(1)에 대한 설명은 상술한 것과 동일하여 생략하며, 상기 펌프유닛(2)은 통상의 전기방사 장치에 구비되는 펌프유닛일 수 있으며, 공지된 펌프유닛을 채용할 수 있음에 따라 본 발명에서는 이에 대해서는 특별히 한정하지 않는다. 상기 펌프유닛에 대한 비제한적인 예로써, 공지된 시린지(Syringe)펌프일 수 있다.

[0050] 다음으로, 공급부(10)로부터 유입되는 방사용액(1)을 분산부(30)로 방사시키는 노즐부(20)에 대해 설명한다. 상기 노즐부(20)는 노즐과 상기 노즐을 공급부와 연결시키는 연결부로 구성될 수 있다. 다만 연결부 없이 노즐이 공급부에 결합되어 노즐부를 형성할 수 도 있어 노즐부의 구체적인 구성은 본 발명에서 특별히 한정하지 않으며, 통상의 전기방사 장치에 구비되는 노즐부의 구성을 선택, 변경할 수 있다.

[0051] 상기 노즐부의 노즐의 직경은 목적하는 섬유집합체의 평량, 기계적 강도 등을 고려하여 달리 선택할 수 있어 본 발명에서는 이를 특별히 한정하지 않는다. 또한 노즐의 횡단면 형상은 원형, 타원형, 다각형 등 다양한 형상이 수 있고, 노즐의 종단면 형상은 이중노즐, 삼중노즐 등 통상의 전기방사 노즐의 단면형상일 수 있다. 또한, 노즐부는 노즐을 목적에 따라 복수개로 포함할 수 있고, 복수개로 포함되는 노즐 각각의 직경을 달리할 수 도 있는 등 본 발명은 노즐의 구체적 형상, 크기, 개수 등을 한정하지 않는다. 또한, 노즐의 재질은 통상의 전기방사에 사용되는 노즐의 재질일 수 있고, 바람직하게는 전기전도성이 있는 금속소재일 수 있으나 이에 한정되는 것은 아니다.

[0052] 상기 노즐부(20)의 일부분은 전기방사를 위한 전기장을 형성하기 위하여 전기장형성부(40)의 고전압장치(42)와 전기적으로 연통될 수 있도록 연결될 수 있다.

[0054] 다음으로, 상술한 노즐부(20)에서 후술되는 분산부(30)로 방사용액의 제트(1A)를 형성시키기 위한 전기장 형성부(40)에 대해 설명한다.

[0055] 상기 전기장 형성부(40)는 노즐부(20)의 노즐팁 및 상기 노즐팁과 분산부(30)를 직선으로 통과하는 가상의 어느 일지점 사이에 전기장을 형성시킬 수 있는 구성인 경우 제한 없이 채용될 수 있고, 통상의 전기방사장치에 구비되는 전기장 형성부의 구성이 선택될 수 있어 본 발명에서는 이를 특별히 한정하지 않는다. 다만, 상기 전기장 형성부(40)는 집전판(41) 및 고전압발생장치(42)를 포함할 수 있고, 상기 집전판(41)은 지면에 접지될 수 있으며, 상기 고전압발생장치(42)는 노즐부(20)와 전기적으로 연결될 수 있다.

[0057] 다음으로, 상기 노즐부(20)에서 방사된 방사용액의 제트(Jet, 1A)를 수집 및 분산시키는 분산부(30)에 대해 설명한다.

[0058] 상기 분산부(30)는 방사용액의 제트(1A)를 섬유형상으로 분산시키기 위한 분산액(31) 및 상기 분산액(31)를 저

장하고, 방사용액의 제트(1A)를 수집 저장하는 분산조(32)를 포함할 수 있다.

[0059] 상기 분산액(31)에 대한 설명은 상술한 바와 동일하여 생략하며, 분산조(32)는 통상의 습식 전기방사장치에 구비되는 분산조일 수 있어 본 발명에서는 분산조의 재질, 크기, 형상 등을 특별히 한정하지 않는다.

[0061] 이상으로, 상술한 제조방법 및 제조장치로 제조된 섬유집합체는 분산성이 우수하여 효소 등의 특정 물질이나 세포 등을 부착시키는 지지체로 응용되거나 섬유간 공간이 충분히 확보됨에 따라 배양되는 세포의 섬유간 침투가 용이하여, 상기 세포를 배양액에서 걸러내는 여과매체로써 응용될 수도 있고, 섬유형성성분의 재질에 따라 기타 수처리 분야, 전지 분리막 등의 전기전자 분야, 약물전달 이송체, 원단 등의 의류분야, 열센서, 전기센서, 생화학 센서 등의 나노센서분야, 마이크로/나노 전자 디바이스, 광전기 디바이스, 촉매담체 등으로 널리 응용될 수 있다.

[0063] 이하, 본 발명을 하기 실시예들을 통해 설명한다. 이때, 하기 실시예들은 발명을 예시하기 위하여 제시된 것일 뿐, 본 발명의 권리범위가 하기 실시예들에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0064] [실시예]

[0065] 실시예 1 : 섬유집합체 제조

[0066] 방사용액을 제조하기 위해 클로로포름(chloroform) 및 아세톤을 1 : 1 의 중량비로 포함하는 용매 100 중량부에 대하여폴리락틱산(polylactic acid; PLA, molecular weight(Mw) = 110,000))를 18 중량부 투입 후 자석교반기를 사용하여 4 시간 동안 완전히 녹여서 방사용액을 제조하였다. 제조한 방사용액을 22 게이지 스테인리스강 주사 바늘이 장착된 5 ml의 플라스틱 주사기에 채워 넣은 후, 고전압 공급기를 통해 5 kV 의 전압을 가하고, 방사용액은 주사기 펌프(펌프(PHD-2000 Infusion, Harvard Apparatus, Holliston, MA, USA)를 사용하여 0.5 ml/시간으로 공급하여 전기방사를 통해 섬유집합체를 제조하였다. 이때, 노즐인 바늘 끝과 분산액면 사이의 에어갭은 8cm이었고, 상기 분산부에 구비된 분산액은 에탄올(100%)을 사용하였다.

[0068] 실시예 2

[0069] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 분산액으로 70% 에탄올 수용액을 사용하였다.

[0071] 실시예3

[0072] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 분산액으로 물을 사용하였다.

[0074] 실시예4

[0075] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 분산액으로 디메틸포름아마이드(DMF)용매를 사용하였다.

[0077] 실시예 5

[0078] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 분산액 하단부에 교반기를 추가하여 분산액을 교반하면서 전기방사 하였다. 분산액으로는 50% 에탄올을 사용하였다.

[0080] 비교예 1

[0081] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 분산액으로 비극성 용매인 헥산을 사용하였다.

[0083] 비교예2

[0084] 실시예 1과 동일하게 실시하여 제조하되, 건식 전기방사 방법으로 섬유집합체를 제조하였다.

[0086] 실험예

[0087] (1) 분산성 평가

[0088] 상기 실시예 1 ~ 5 및 비교예 1 ~ 2에 대한 섬유집합체의 분산성을 평가하였다.

[0089] 도 2는 본 발명의 바람직한 일실시예에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 2에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 에탄올(100%)을 사용한 실시예 1의 섬유집합체는 섬유 간에 서로 접착되지 않고 우수한 분산성을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0090] 도 3은 본 발명의 실시예 2에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 3에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 70% 에탄올 수용액을 사용한 실시예 2의 섬유집합체는 섬유가 분산되기는 하지만, 도 3A와 같이 섬유들이 분산액 상부로 뜨는 것을 확인할 수 있다.

[0091] 도 4는 본 발명의 실시예 3에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 4에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 물을 사용한 실시예 3의 섬유집합체는 섬유가 분산되기는 하지만, 도 4B와 같이 섬유들이 분산액의 상부로 뜨는 것을 확인할 수 있다.

[0092] 도 5는 본 발명의 실시예 4에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 5에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 디메틸포름아마이드(DMF)용매를 사용한 실시예 4의 섬유집합체는 섬유가 합성되지 않고 폴리락틱산(PLA)가 용해되는 것을 확인할 수 있다.

[0093] 도 6은 본 발명의 실시예 5에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 6에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 50% 에탄올을 사용하고, 분산액 하단부에 마그네틱 교반기 장치를 추가하여 분산액을 교반하며 실시한 실시예 5의 섬유집합체는 섬유간에 서로 접착되지 않고 우수한 분산성을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0094] 도 7은 본 발명의 비교예 1에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 7에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 비극성 용매인 헥산을 사용한 비교예 1은 전기가 통하지 않아 전기방사가 되지 않기 때문에 섬유를 형성할 수 없었다.

[0095] 도 8는 본 발명의 비교예 2에 따른 섬유집합체의 사진인데, 도 8에서 볼 수 있듯이, 실시예 1과 동일하게 수행하였지만 건식 전기방사 방법으로 섬유집합체를 제조함으로써 섬유 간에 서로 접착이 발생하여 분산성이 좋지 않은 것을 확인할 수 있다.

[0096] (2) 부피증가 평가

[0097] 상기 실시예 1 ~ 5 및 비교예 1 ~ 2에 대한 섬유집합체의 부피 증가량을 평가하여 하기 표 1에 나타내었다. 구체적으로, 실시예 1의 섬유집합체의 부피를 100으로 하였을 때, 실시예 2 ~ 5 및 비교예 1 ~ 2의 상대적인 부피를 측정하였다.

표 1

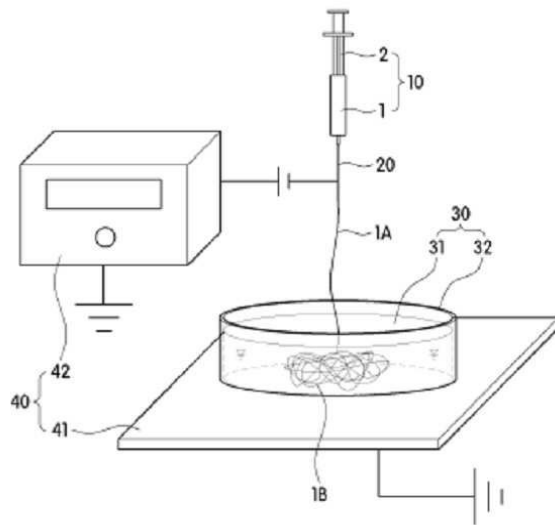
[0098]

구분	부피증가
실시예1	100
실시예2	30
실시예3	0.8
실시예4	-
실시예5	10
비교예1	-
비교예2	1

[0099] 상기 표 1에서 볼 수 있듯이, 섬유 형성 폴리머로 폴리락틱산 및 분산액으로 에탄올(100%)을 사용한 실시예 1의 섬유집합체, 분산액으로 70% 에탄올 수용액을 사용한 실시예 2 및 분산액으로 50% 에탄올을 사용한 실시예 5는 우수한 분산성을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

도면

도면1



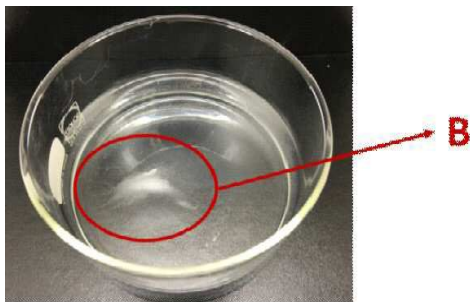
도면2



도면3



도면4

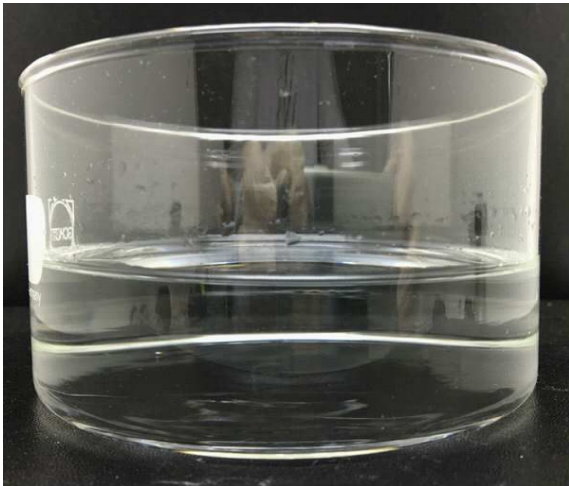


(a)



(b)

도면5



도면6



도면7



도면8

