

특허청구의 범위

청구항 1.

- (1) 고분자 폴리에테르술폰, 용매, 제 1 기공형성제 및 제 2 기공형성제를 혼합하여 고분자 용액을 제조하는 단계;
- (2) 상기 고분자 용액을 캐스팅하는 단계;
- (3) 상기 캐스팅된 고분자 용액을 습한 공기에 노출시켜서 표면 기공을 형성시키는 단계;
- (4) 단계 (3)을 거친 캐스팅된 고분자 용액을 비용매에 침전시켜서 내부 기공을 형성시키고 응고시켜서 막을 제조하는 단계;
- (5) 상기 막을 세척하고 건조시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 용매는 N,N-디메틸포름아마이드, N-메틸-2-피롤리돈, 디메틸술폰사이드 및 디메틸아세트아마이드로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 제 1 기공형성제는 2-에톡시에탄올, 프로피온산, 아세트산, T-아밀아코올, 2-메톡시에탄올, 메탄올, 에탄올, 부탄올, 이소프로필 알코올로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 4.

제 1항에 있어서, 제 2 기공형성제는 폴리비닐피롤리돈, 폴리에틸렌글리콜 및 실리카로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 5.

제 1항에 있어서, 비용매는 물, 메탄올, 에탄올 및 이소프로판올로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 6.

제 1항에 있어서, 고분자 용액은 전체 중량당 폴리에테르술폰을 6 내지 25 중량%로 포함하고, 유기 용매를 20 내지 92 중량%로 포함하며, 제 1 기공형성제를 1 내지 70 중량%로 포함하고, 제 2 기공형성제를 1 내지 40 중량%로 포함하는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 7.

제 1항에 있어서, 단계 (3)은 50% 이상의 습도를 보유한 습한 공기에서 2초 내지 5분 동안 캐스팅된 고분자 용액을 노출시키는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 8.

제 1항에 있어서, 단계 (4)의 비용매는 온도가 4 내지 70℃인 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

청구항 9.

제 1항에 있어서, 단계 (4)의 침전은 1 내지 20시간 동안 진행되는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법에 관한 것으로 보다 자세하게는 증기유도상전이 공정과 비용매유도상전이 공정을 기반으로 하고 복합 기공형성제를 이용하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법에 관한 것이다.

의약, 식품, 반도체, 수처리를 비롯한 다양한 분야에서 액체 또는 기체의 분리를 위하여 고분자막을 이용하고 있다. 상술한 분야에서 이용되는 고분자막은 기계적 및 열적 성질과 내화학적 성질이 우수해야 하는데 통상적으로 폴리에테르술폰, 폴리아마이드, 폴리이미드, 폴리이미드 고분자 등을 이용하여 제조하고 있다.

미세 다공성 고분자막은 고분자 용액을 캐스팅한 후 용매와 비용매를 증발시키는 방법(건식공정, Dry Process), 고분자 용액을 캐스팅한 후 증기에 노출시켜서 증기가 노출 표면에 흡수되도록 하는 방법(증기유도상전이, Vapor Induced Phase Inversion), 고분자 용액을 캐스팅하고 이를 비용매 응집조에 침전시키는 방법(비용매유도상전이, Nonsolvent Induced Phase Inversion) 또는 가열된 고분자 캐스팅 필름의 온도를 낮춤으로써 고분자의 용해도를 낮추는 방법으로 제조할 수 있다. 당업계에는 상기 방법들을 기반으로 하는 다양한 고분자막의 제조방법이 공지되어 있다.

Park, H.C.의 문헌에는 증기유도상전이 공정과 비용매유도상전이 공정을 이용하여 고분자막을 제조하는 방법이 개시되어 있다(Park, H.C. et al. Membr. Sci. 1999, vol.1, p.156). 그러나 상기 두 공정을 동시에 이용한다 할지라도 충분한 기공을 형성시킬 수 없다.

미국특허 제 US 5,886,059호는 비대칭 폴리에테르술폰 고분자막의 제조방법에 관한 것으로 (1) 폴리에테르술폰 고분자와 용매를 혼합하여 고분자 용액을 제조하는 단계, (2) 상기 고분자 용액에 비용매를 첨가하고 균일하게 혼합하여 분산액을 제조하는 단계, (3) 상기 분산액을 기체상 환경(gaseous environment)에 노출시키는 단계, (4) 상기 단계를 거친 분산액을 담금질용 액체(quenching liquid)에 침전시켜서 폴리에테르술폰 고분자막을 제조 및 분리하는 단계로 이루어져 있다. 그러나 상기 미국특허 제 US 5,886,059호와 같이 추가 기공형성제를 이용하지 않는 경우에는 고분자 용액의 점도가 낮아서 다루기 어렵고 견고한 고분자막을 제조할 수 없다.

미국특허 제 US 6,056,903호는 폴리에테르술폰막의 제조방법에 관한 것으로 (1) 폴리에테르술폰 고분자, 용매 및 저급 지방성(aliphatic) 글리콜을 포함하는 캐스팅 용액을 제조하는 단계, (2) 지지체를 상기 캐스팅 용액으로 코팅하는 단계, (3) 코팅된 지지체를 대기(atmospheric condition) 중에 노출시키는 단계, (4) 상기 노출된 코팅된 지지체를 저급 지방성

글리콜과 물을 함유하는 침전조에 침전시켜서 폴리에테르술폰막을 제조하는 단계, (5) 상기 폴리에테르술폰막을 세척하고 건조시키는 단계로 이루어져 있다. 그러나 상기 미국특허 제 US 6,056,903호와 같이 단일 기공형성제를 이용하는 경우에도 충분한 기공을 형성시키기 어렵다.

Chaturvedi B.K.의 문헌에는 기공형성제와 비용매유도상전이 공정을 이용하여 고분자막을 제조하는 방법이 개시되어 있다. 그러나 비용매유도상전이공정만으로는 고분자막의 표면에 충분한 기공을 형성시킬 수 없다.

따라서 본 발명은 폴리에테르술폰막의 표면과 내부에 충분한 기공이 형성되게 하고 폴리에테르술폰막 고분자 용액의 점도를 높여서 제조 과정 중에는 다루기에 용이하고 기계적 강도가 증진될 수 있는 폴리에테르술폰막의 제조방법을 제공하고 자 한다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이를 위하여 본 발명자들은 폴리에테르술폰막의 표면과 내부에 충분한 기공을 형성시키기 위해서 비용매상전이 공정과 함께 증기유도상전이 공정을 이용하고, 폴리에테르술폰 고분자 용액의 점도를 높이기 위해서 복합 기공형성제를 이용하여 폴리에테르술폰막을 제조한 결과 막의 표면과 내부에 충분한 기공이 형성되고 기계적 강도가 증진된 폴리에테르술폰막을 수득할 수 있음을 확인하고 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

본 발명은 한 관점으로 (1) 고분자 폴리에테르술폰, 용매, 제 1 기공형성제 및 제 2 기공형성제를 혼합하여 고분자 용액을 제조하는 단계; (2) 상기 고분자 용액을 캐스팅하는 단계; (3) 상기 캐스팅된 고분자 용액을 습한 공기에 노출시켜서 표면 기공을 형성시키는 단계; (4) 단계 (3)을 거친 캐스팅된 고분자 용액을 비용매에 침전시켜서 내부 기공을 형성시키고 응고시켜서 막을 제조하는 단계; (5) 상기 막을 세척하고 건조시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법을 제공한다.

발명의 구성

본 발명은 (1) 고분자 폴리에테르술폰, 용매, 제 1 기공형성제 및 제 2 기공형성제를 혼합하여 고분자 용액을 제조하는 단계;

(2) 상기 고분자 용액을 캐스팅하는 단계;

(3) 상기 캐스팅된 고분자 용액을 습한 공기에 노출시켜서 표면 기공을 형성시키는 단계;

(4) 단계 (3)을 거친 캐스팅된 고분자 용액을 비용매에 침전시켜서 내부 기공을 형성시키고 응고시켜서 막을 제조하는 단계;

(5) 상기 막을 세척하고 건조시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세 다공성 폴리에테르술폰막의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에서 "폴리에테르술폰"은 술폰(sulfone) 기와 에테르(ether) 기에 연결된 페닐기의 결합으로 인하여 높은 공명 안정성을 보이며 상기 술폰기와 에테르기는 방향족 전자들의 활성을 저지하기 때문에 폴리에테르술폰으로 이루어진 막은 내화학적, 내열성, 기계적 강도가 우수하다.

본 발명에서는 "용매"로서 폴리에테르술폰막을 제조하는데 통상적으로 이용되는 용매를 이용할 수 있는데 예를 들면 N,N-디메틸포름아마이드(DMF), N-메틸-2-피롤리돈(NMP), 디메틸설폭사이드(DMSO), 디메틸아세트아마이드(DMAc) 등이 있다.

또한, 본 발명에서는 "기공형성제"로서 상기 용매와는 잘 혼합되지만 상기 폴리에테르술폰 고분자와는 잘 혼합되지 않은 임의의 물질을 이용할 수 있다. 본 발명은 2개의 기공형성제를 이용하는 것을 특징으로 하는데 액상의 기공형성제는 제 1 기공형성제로, 고상의 기공형성제는 제 2 기공형성제로 표기한다. 특히, 고상인 제 2 기공형성제는 고분자 용액의 점성을 높이는 역할을 한다.

상기 제 1 기공형성제로는 2-에톡시에탄올(2-EE), 프로피온산(PA), 아세트산, T-아밀알코올(TAA), 2-메톡시에탄올(2-ME), 메탄올, 에탄올, 부탄올, 이소프로필 알코올 등이 이용될 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

상기 제 2 기공형성제로는 폴리비닐피롤리돈(PVP), 폴리에틸렌글리콜(PEG), 실리카(SiO₂) 등을 이용할 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

또한, 상기 "비용매(non-solvent)"로는 용매와는 혼합되지만 고분자와는 혼합되지 않는 임의의 물질을 이용할 수 있는데 예를 들면 물, 메탄올, 에탄올 및 이소프로판올과 같은 알코올이 이용될 수 있다.

본 발명에 따른 제조방법의 단계 (1)은 고분자 폴리에테르술폰, 용매, 제 1 기공형성제 및 제 2 기공형성제를 혼합하여 고분자 용액을 제조하는 단계이다. 이 때, 상기 고분자 용액은 전체 중량당 폴리에테르술폰을 6 내지 25 중량%, 바람직하게는 9 내지 16 중량%로 포함하고, 용매를 20 내지 92 중량%, 바람직하게는 24 내지 91 중량%로 포함하며, 제 1 기공형성제를 1 내지 70 중량%, 바람직하게는 1 내지 60 중량%로 포함하고, 제 2 기공형성제를 1 내지 40 중량%, 바람직하게는 1 내지 10 중량%로 포함하도록 제조하여 질소 분위기하에서 진행하는 것이 바람직하다.

본 발명에 따른 제조방법의 단계 (2)는 앞서 제조된 고분자 용액을 캐스팅하는 단계이다. 즉, 상기 고분자 용액을 지지체에 캐스팅하는데 본 발명에서는 당업계에서 고분자 막을 제조하기 위하여 통상적으로 이용하는 지지체를 이용할 수 있으며, 폴리에스테르 소재의 지지체를 이용하는 것이 바람직하다.

본 발명에 따른 제조방법의 단계 (3)은 단계 (2)에 따른 캐스팅된 고분자 용액을 습한 공기에 노출시키는 단계로서, 증기유도상전이 공정을 기반으로 한다. 상기 공정에서는 습한 공기 중의 수증기가 캐스팅된 고분자 용액의 표면에 흡습되면서 기공이 형성되므로 공기 중에 수증기가 많이 존재할수록 많은 기공이 형성될 수 있다. 본 발명의 단계 (3)에서는 캐스팅된 고분자 용액을 적어도 50% 이상, 바람직하게는 70% 이상, 보다 바람직하게는 90% 이상의 습도를 보유한 습한 공기에서 2 초 내지 5분, 바람직하게는 2초 내지 1분, 보다 바람직하게는 2초 내지 30초 동안 노출시킨다. 한편, 상기 습도는 온도에 의해 변화되므로 상술한 습도가 유지될 수 있도록 상온 이상의 온도를 유지하는 것이 적합하다.

본 발명에 따른 제조방법의 단계 (4)는 단계 (3)을 거친 캐스팅된 고분자 용액을 비용매에 침전시켜서 기공을 형성시키고 응고시키는 단계로서, 비용매상전이공정을 기반으로 한다. 본 발명에서는 단계 (3)을 통하여 고분자 용액의 표면에 기공이 형성되기 때문에 비용매가 상기 기공을 통하여 내부까지 용이하게 접근할 수 있으므로 내부에 기공을 형성시키는데 효율적이다. 상기 비용매의 온도는 기공을 통한 비용매의 원활한 이동을 가능하게 하면서도 고분자의 응고를 저해하지 않도록 조정되어야 하는데 적어도 4 내지 70℃가 적합하고, 20 내지 50℃가 바람직하다. 이와 같은 온도의 비용매에서 캐스팅된 고분자를 1 내지 20시간, 바람직하게는 2 내지 15시간 침전시키면 충분한 기공을 형성시킬 수 있다.

본 발명에 따른 제조방법의 단계 (5)는 응고된 막을 세척하고 건조하는 단계로서 상기 세척 과정을 통하여 잔류하는 용매와 기공형성제를 제거할 수 있다. 세척 과정은 물로 응고된 막을 여러 차례 헹구어주는 과정으로서 보다 효과적으로 잔류하는 용매와 기공형성제를 제거하기 위하여 상기 물의 온도는 50 내지 70℃인 것이 바람직하다. 한편, 건조 과정은 통상적인 방법에 따라 실시할 수 있는데 예를 들면, 드라이 오븐에서 60 내지 80℃의 온도로 20 내지 30시간동안 건조시킨다.

이하, 실시예를 통하여 본 발명을 구체적으로 설명하기로 한다. 그러나 하기의 실시예는 오로지 본 발명을 구체적으로 설명하기 위한 것으로 이들 실시예에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

<실시예 1>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 63중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 14중량%, 제 1기공형성제인 이소프로필알코올 22중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 1중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μ m로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 5초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 1에 나타내었다.

도 1에 나타낸 바와 같이 실시예 1에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 0.1 내지 3 μ m 크기의 기공이 약 75%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 2>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 38중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 14중량%, 제 1기공형성제인 2-에톡시에탄올(2-EE) 44중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 4중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μm 로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 2초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 2에 나타내었다.

도 2에 나타낸 바와 같이 실시예 2에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 5 내지 10 μm 크기의 기공이 약 62%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 3>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 36중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 13중량%, 제 1기공형성제인 2-메톡시에탄올(2-ME) 48중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 3중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μm 로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 15초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 3에 나타내었다.

도 3에 나타낸 바와 같이 실시예 3에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 0.5 내지 3 μm 크기의 기공이 약 54%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 4>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 N-메틸-2-피롤리돈(NMP) 28중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 14중량%, 제 1기공형성제인 2-메톡시에탄올(2-ME) 55중량%, 제 2기공형성제인 폴리에틸렌글리콜(PEG) 분획분자량(MWCO) 2000의 4중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μm 로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 증발습도 90%에 15초간 노출시키고 수증기 100%에 2초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 4에 나타내었다.

도 4에 나타낸 바와 같이 실시예 4에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 0.1 내지 2 μm 크기의 기공이 약 56%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 5>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 디메틸설폭사이드(DMSO) 36중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 13중량%, 제 1기공형성제인 2-메톡시에탄올(2-ME) 48중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 3중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μm 로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 2초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 5에 나타내었다.

도 5에 나타난 바와 같이 실시예 5에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 1 내지 7 μ m 크기의 기공이 약 72%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 6>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 N,N-디메틸포름아마이드 (DMP) 42중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 13중량%, 제 1기공형성제인 2-메톡시에탄올(2-ME) 42중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 3중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μ m로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 5초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 6에 나타내었다.

도 6에 나타난 바와 같이 실시예 6에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 1 내지 8 μ m 크기의 기공이 약 73%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 7>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 디메틸아세트아마이드(DMAc) 36중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 13중량%, 제 1기공형성제인 2-메톡시에탄올(2-ME) 48중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 3중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μ m로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 5초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 7에 나타내었다.

도 7에 나타난 바와 같이 실시예 7에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 0.1 내지 2 μ m 크기의 기공이 약 42%의 기공 형성도로 형성되었다.

<실시예 8>

질소분위기의 상온에서 적절한 용기에 용매인 디메틸아세트아마이드(DMAc) 43중량%, 고분자인 폴리에테르술폰 16중량%, 제 1기공형성제인 2-에톡시에탄올(2-EE) 40중량%, 제 2기공형성제인 폴리비닐피롤리돈(PVP) 1중량%를 투입하고 용해시켜 고분자 용액을 제조하였다. 상기 고분자 용액을 30℃로 유지하면서 캐스팅 나이프의 두께를 200 μ m로 조절하여 폴리에스테르 지지체 상에 캐스팅하고 수증기 100%에 5초간 노출시킨 후 비용매인 물(20℃)에 12시간 침전시켜서 고분자막을 제조하였다. 이어서 70℃ 증류수로 후처리 및 세척한 후 드라이오븐에서 70℃의 온도로 24시간 건조시켰다.

이렇게 제조된 폴리에테르술폰막의 기공의 모양, 크기 및 분포도 등을 확인하기 위하여 SEM으로 관찰하였고 이 결과를 도 8에 나타내었다.

도 8에 나타난 바와 같이 실시예 8에 따라 제조된 폴리에테르술폰막에는 1 내지 3 μ m 크기의 기공이 약 76%의 기공 형성도로 형성되었다.

전술한 실시예 1 내지 8로부터 목적인 폴리에테르술폰막을 제조할 수 있는 최적의 조건은 폴리에테르술폰은 10 내지 15 중량%로, 용매로는 N-메틸-2-피롤리돈(NMP)을 30 내지 35중량%로, 제 1 기공형성제로는 2-에톡시에탄올(2-EE)을 50 내지 60 중량%로, 제 2 기공형성제로는 폴리비닐피롤리돈(PVP)을 1중량% 이상 혼합하여 고분자 용액을 제조하고 캐스팅한 후 이렇게 캐스팅된 고분자 용액을 90% 이상의 습도를 갖는 습한 공기에서 약 10초 동안 노출시키고 비용매상전이 공정에서 캐스팅된 지지체를 비용매인 물의 온도 20℃에서 12시간 침전시킨 후 70℃ 증류수로 후처리 및 세척하고 드라이오븐에서 70℃, 24시간 건조시키는 것이다.

발명의 효과

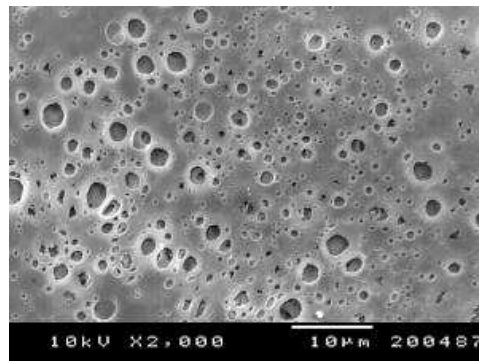
본 발명에 따른 제조방법은 폴리에테르술폰막의 표면과 내부에 충분한 기공이 형성되게 하고 폴리에테르술폰막 고분자 용액의 점도를 높여서 제조 과정 중에는 다루기에 용이하고 이로부터 제조된 폴리에테르술폰막의 기계적 강도를 증진시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

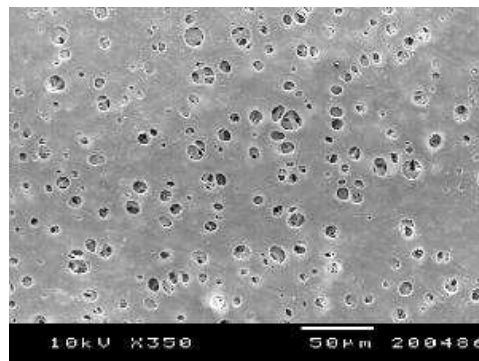
- 도 1은 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 3은 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 4는 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 5는 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 6은 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 7은 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.
- 도 8은 본 발명의 한 양태에 따라 제조된 미세 다공성 폴리에테르술폰막을 나타낸 것이다.

도면

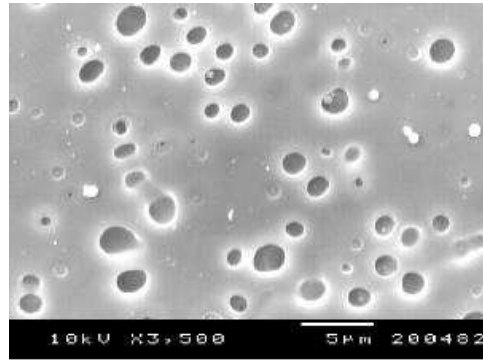
도면1



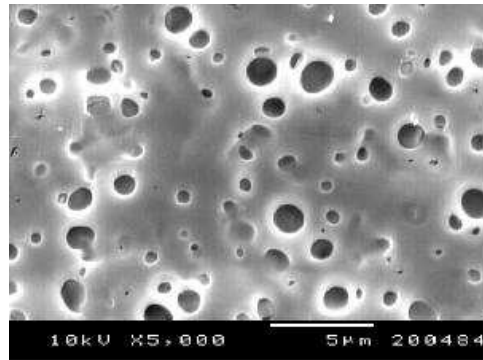
도면2



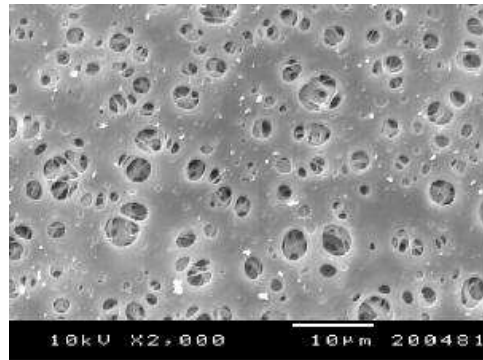
도면3



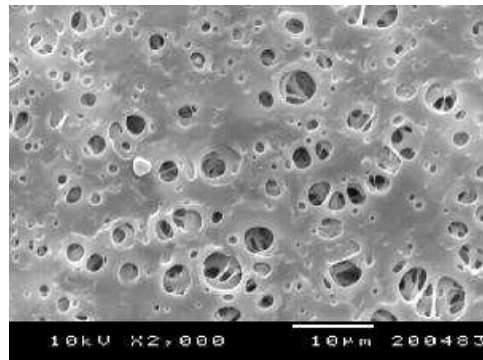
도면4



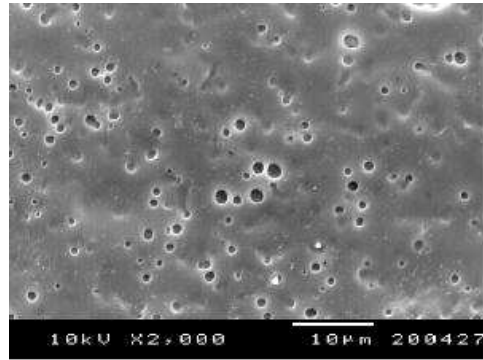
도면5



도면6



도면7



도면8

