



등록특허 10-2156278



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년09월15일
(11) 등록번호 10-2156278
(24) 등록일자 2020년09월09일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01D 39/16 (2006.01) *B01D 39/14* (2006.01)
B01D 46/54 (2006.01) *B01D 63/14* (2006.01)
D04H 13/00 (2006.01) *D04H 3/033* (2012.01)
- (52) CPC특허분류
B01D 39/163 (2013.01)
B01D 39/14 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-7026864(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2009년12월07일
심사청구일자 2019년09월11일
- (85) 번역문제출일자 2019년09월11일
- (65) 공개번호 10-2019-0108193
- (43) 공개일자 2019년09월23일
- (62) 원출원 특허 10-2017-7002599
원출원일자(국제) 2009년12월07일
심사청구일자 2017년02월22일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2009/066936
- (87) 국제공개번호 WO 2010/065949
국제공개일자 2010년06월10일
- (30) 우선권주장
61/120,080 2008년12월05일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문현
JP2008531279 A*
(뒷면에 계속)
- 전체 청구항 수 : 총 3 항

- (73) 특허권자
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
미국 19805 렐라웨어주 월밍تون 피.오. 박스 2915
센터 로드 974 체스트넛 런 플라자
- (72) 발명자
립, 현, 성
미국 23113 버지니아주 미들로티안 아일래스포드
드라이브 2800
치, 챙-항
미국 23113 버지니아주 미들로티안 리버튼 드라이
브 13612
- (74) 대리인
양영준, 김정모, 차영란, 류현경

(54) 발명의 명칭 **나노웨브 층을 가진 필터 매체**

심사관 : 문지희

(57) 요 약

공기 또는 기타 가스로부터 미립자를 여과하기 위한 필터 매체는 막과 이 막의 상류에서 이와 유체 접촉하는 심부 여과 층을 포함한다. 심부 여과 층은 나노웨브 층과 이 나노웨브 층의 상류에서 이와 유체 연통하는 전처리 여과 층을 포함한다. 전처리 여과 층은 부직포일 수 있으며, 일 실시 형태에서는 구체적으로 멜트블로운 부직포일 수 있고 이는 또한 대전될 수 있다.

(52) CPC특허분류

B01D 39/1692 (2013.01)
B01D 46/543 (2013.01)
B01D 46/546 (2013.01)
B01D 63/14 (2013.01)
D04H 13/002 (2013.01)
D04H 3/033 (2013.01)
B01D 2239/0618 (2013.01)
B01D 2239/0622 (2013.01)
B01D 2239/065 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

WO2008109117 A1*
WO2000062900 A1
WO2007054040 A1
EP01674144 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

막(membrane)과 상기 막의 상류에서 이와 유체 접촉하는 심부 여과 층(depth filtration layer)을 포함하는 필터 매체로서,

심부 여과 층은 나노웨브 층과 상기 나노웨브 층의 상류에서 이와 유체 연통하는 전처리 여과 층(prefiltration layer)을 포함하고,

전처리 여과 층은 평량이 30 g/m^2 내지 100 g/m^2 인 멜트 블로운 웨브이며, 나노웨브 층은 평량이 2 g/m^2 내지 100 g/m^2 이고 수평균(number average) 직경이 50 nm 내지 1000 nm 미만인 섬유를 포함하며,

막의 수침투압이 0.2 bar 내지 1.5 bar이고 평균 공기 투과도가 7 프래지어(Frazier) 내지 100 프래지어인, 공기 또는 기타 가스로부터 미립자를 여과하기 위한 필터 매체.

청구항 2

제1항에 있어서, 전처리 여과 층은 대전된 멜트 블로운 웨브를 포함하는 필터 매체.

청구항 3

제1항의 필터 매체를 포함하는 필터.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 여과에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 나노웨브 층을 포함하는, 공기 또는 다른 기타 가스로부터 미립자를 여과하기 위한 여과 매체에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 가스 스트림으로부터 미립자의 제거는 중요한 산업적 단위 작업이다. 가스 스트림으로부터 미립자 등을 여과하기 위한 종래의 수단은 필터 백, 필터 튜브, 필터 패널 및 필터 카트리지를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 필터는 정상적으로는 가스가 통과하여 지나가고 가스 스트림으로부터 여과된 입자를 보유하는 매체(또는 "매체들")를 포함한다.

[0003] 사용되는 여과 매체의 유형의 선택은 전형적으로 필터 요소가 접촉하는 유체 스트림, 시스템의 작업 조건 및 여과되는 미립자 유형에 기초한다. 필터 매체는 심부 여과 매체(depth filtration media) 또는 표면 여과 매체(surface filtration media)로 넓게 특징지워질 수 있다. 입자는 심부 여과 매체에 다소 침투하여 그 안에 축적되는 경향이 있다. 대조적으로, 입자의 대다수는 표면 여과 매체의 표면 상에 수집된다.

[0004] 스펜본드 또는 멜트블로운 웨브, 폴리에스테르, 폴리프로필렌, 아라미드, 셀룰로오스, 유리 및 플루오로중합체를 비롯한 다양한 재료로 제조된 멜트 및 직물을 포함하는 많은 재료가 심부 여과 매체로 유용한 것으로 알려져 있다. 공지의 멜트블로운 필터 매체는 고효율과 낮은 압력 강하를 나타낸다.

[0005] 멜트블로운 매체와 같은 심부 여과 매체에 정전기 전하를 제공하면 그 여과 효율이 개선된다. 정전 필터 재료, 또는 일렉트릿(electret)은 섬유에 입자를 끌어 당겨 그들을 보유함으로써 필터 성능을 향상시키는 정전기적으로 향상된 섬유를 갖는다. 정전 필터는 필터를 가로지르는 주어진 압력 강하에 대해 집진 효율을 극적으로 증가시키기 위하여 대전된 입자에 의존한다. 정전 필터에서의 압력 강하는 또한 일반적으로 유사한 효율의 기계적 필터보다 더 느린 속도로 증가한다.

[0006] 정전 매체는 사용 동안, 특히 필터 요소가 습기 또는 유성 입자에 노출되는 환경에 사용될 경우 그 효율이 상실될 수 있다. 정전 필터가 접촉하는 많은 입자와 오염물들은 필터의 여과 능력을 손상한다. 액체 에어로졸, 예를 들어, 특히 유성 에어로졸은 일렉트릿 필터가 그의 정전기적으로 향상된 여과 효율을 상실하도록 하는 경향이 있다.

[0007] 이러한 효과를 감소시키기 위하여, 일렉트로 필터 내의 부직포 중합체 웨브의 양은, 웨브의 층을 추가하거나 일렉트로 필터 웨브의 두께를 증가시킴으로써 증가될 수 있다. 그러나, 추가의 웨브는 일렉트로 필터를 가로지르는 압력 강하를 증가시키고 중량 및 부피를 추가한다.

[0008] 막(membrane)과 같은 표면 필터는 소정의 용도, 특히 실외 환경 또는 여과될 유체가 액체 에어로졸 또는 거친 화학물질을 함유하는 환경에서 인기를 얻었다. 다른 용도에서는, 막 필터 매체는 심부 여과 매체보다 더 일정한 여과 효율을 가지기 때문에 유용하다. 막은, 심부 여과 매체와는 달리 막 필터의 효율이 먼저 입자 덩어리(cake)의 축적에 의존하지 않기 때문에 안정한 여과 효율을 가진다.

[0009] 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE)은 보통 많은 종래의 금속과 중합체 재료를 열화시키는 거친 화학물질 환경과 같은 많은 영역에서 그 유용성을 입증하였다. 확장 PTFE(ePTFE) 막 여과 매체가 종래의 필터 요소 상에 표면 라미네이트(laminate)로서 통합되었을 때 입자 여과 영역에서 상당한 발전이 이루어졌다. 그러한 여과 매체의 예는 미국 특허 제4,878,930호 및 미국 특허 제5,207,812호에 교시되며, 이들은 이동 가스 또는 공기의 스트림으로부터 먼저 입자를 제거하기 위한 필터 카트리지(filter cartridge)에 관한 것이다. ePTFE로 구성된 막은 유리하게는 방수성이다. 그러나, 막은 심부 여과 매체에 비하여 상대적으로 높은 압력 강하를 나타내고 상대적으로 낮은 먼저 용량을 가질 수 있다. 따라서, 일부 용도에서는, 막을 사용하는 필터 요소는 빈번한 교체 또는 세척을 필요로 할 것이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 따라서, 세척 또는 교체 전의 월등한 수명을 가지고 견줄만한 여과 효율을 가진 매체보다 더 낮은 압력 강하를 가진 필터 매체에 대한 필요가 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명은 막과 이 막의 상류에서 이와 유체 접촉하는 심부 여과 층을 포함하는, 공기 또는 기타 가스로부터 미립자를 여과하기 위한 필터 매체이다. 심부 여과 층은 나노웨브 층과 이 나노웨브 층의 상류에서 이와 유체 연통하는 전처리 여과 층을 포함한다.

[0012] 본 발명의 일 실시 형태에서, 나노웨브는 평량이 약 2 gsm 이상이다. 추가 실시 형태에서, 전처리 여과 층은 대전된 부직포를 포함한다. 대전된 부직포는 추가로 멜트블로운 웨브를 포함할 수 있다. 대전된 멜트블로운 웨브는 추가로 평량이 약 30 gsm 이상일 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "나노섬유"라는 용어는 수평균(number average) 직경 또는 단면이 약 1000 nm 미만, 심지어 약 800 nm 미만, 심지어 약 50 nm 내지 500 nm, 그리고 심지어 약 100 nm 내지 400 nm인 섬유를 지칭한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 직경이라는 용어는 비원형 형상의 최대 단면을 포함한다.

[0014] "부직포"라는 용어는 다수의 무작위로 분포된 섬유들을 포함하는 웨브를 의미한다. 섬유들은 일반적으로 서로 접합되거나 접합되지 않을 수 있다. 섬유는 스테이플(staple) 섬유 또는 연속 섬유일 수 있다. 섬유는 단일 재료, 또는 상이한 섬유들의 조합으로서 또는 각각 상이한 재료들로 구성된 유사한 섬유들의 조합으로서 다수의 재료를 포함할 수 있다. "나노웨브"는 나노섬유를 포함하는 부직 웨브이다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "나노웨브"는 용어 "나노섬유 웨브"와 동의어이다.

[0015] 시스템의 두 가지 구성요소와 관련하여 용어 "유체 접촉하는"은, 한 구성요소가 다른 구성요소의 상류에 있으며, 이어서 시스템의 정상 작동 동안 이 시스템을 통과하는 본질적으로 모든 유체가 먼저 상류 구성요소를 통과한 후 다른 구성요소를 통과한다는 것이다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 유체 접촉 및 유체 연통은 동의어이다.

[0016] 2개의 웨브 또는 웨브와 막과 같은 2개의 물품의 상대 위치에 관하여 용어 "인접한"은 물품이 서로 유체 접촉하며 동일한 필터 본체에 장착됨을 의미한다. 그들은 서로 접촉하거나, 서로 접합되거나, 또는 필터 시스템의 정상 작동 동안 액체 또는 가스로 충전될 캡이 그들 사이에 있을 수 있다.

[0017] 복합 필터 매체는 막 층과 유체 연통하는 적어도 하나의 심부 여과 매체 층을 포함한다. 심부 여과 매체 층은

나노웨브 층과 유체 연통하는 전처리 여과 층을 포함한다. 전처리 여과 층은, 예를 들어 그리고 제한하고자 하는 의도 없이, 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌으로 이루어진 멜트블로운 또는 스펜본드 웨브, 부직 폴리에스테르 또는 폴리아미드 직물, 섬유유리(fiberglass), 미세 섬유유리, 셀룰로오스, 및 폴리테트라플루오로에틸렌과 같은 부직포를 포함할 수 있다. 바람직하게는, 복합 필터는 적어도 하나의 멜트블로운 중합체 섬유 웨브를 포함한다. 심부 여과 매체는 나노웨브와 유체 접촉하며, 이는 다시 여과 막과 접촉한다.

[0018] 멜트블로운 웨브는 가열된 공기의 수렴 스트림을 멜트스펀 섬유에 혼입(entrain)시켜 극히 미세한 필라멘트를 생성함으로써 제조된다. 멜트블로운 처리는 연속적인 데니어 미만의 섬유(sub-denier fiber)를 형성하며, 상대적으로 작은 직경의 섬유는 전형적으로 10 마이크로미터 미만이다.

[0019] 멜트블로운 중합체 섬유 웨브 층(들)은 폴리프로필렌, 폴리에스테르, 폴리비닐 클로라이드, 폴리메틸메타크릴레이트, 및 폴리에틸렌을 비롯한 다양한 중합체 재료로부터 제조될 수 있다. 폴리프로필렌은 더 바람직한 중합체 재료들 중의 하나이다. 전형적으로, 웨브를 형성하는 중합체 섬유는 직경이 약 0.5 마이크로미터 내지 약 10 마이크로미터 범위이다. 바람직하게는, 섬유 직경은 약 1 마이크로미터 내지 약 5 마이크로미터이다.

[0020] 심부 여과 층의 두께는 중요하지 않다. 심부 여과 매체가 멜트블로운 웨브이면, 예를 들어, 두께는 약 0.25 mm 내지 약 3 mm일 수 있다. 두께가 더 크게 되면 면적 용량이 더 크게 되지만, 과다한 두께의 심부 여과 매체 층은 복합 필터 매체에 사용될 수 있는 층의 총수를 제한할 수 있다.

[0021] 심부 여과 매체의 평량의 선택은 또한 당업자의 능력 내이다. 멜트블로운 중합체 섬유 웨브의 중량은, 예를 들어, 약 1 g/m² 내지 약 100 g/m² 범위일 수 있으며, 바람직하게는 멜트블로운 섬유 웨브의 평량은 약 10 g/m² 내지 약 50 g/m²이다.

[0022] 일 태양에서, 심부 여과 매체는 정전기 전하를 가진 고효율 층을 포함하는 적어도 하나의 일렉트로필터 필터 매체 층을 포함한다. 전기 전하는 멜트블로운 섬유질 웨브에 부여되고 다양한 공지 기술을 이용하여 그 여과 성능을 개선할 수 있다.

[0023] 예를 들어, 적합한 웨브는, 차이(Tsai) 등의 미국 특허 제5,401,446호에 교시된 방식으로, 인접한 전기장이 서로에 대하여 실질적으로 반대 극성을 가지도록 웨브를 일련의 전기장을 순차적으로 거치게 함으로써 편리하게는 냉간 대전된다. 상기 특허에 개시된 바와 같이, 웨브의 일 면은 처음에 양전하에 처해지고, 웨브의 다른 면은 처음에 음전하에 처해진다. 이어서, 웨브의 제1 면은 음전하에 처해지고 웨브의 다른 면은 양전하에 처해진다. 그러나, 일렉트로필터 재료는 또한 다양한 기타 공지 기술에 의해 제조될 수 있다.

[0024] 심부 여과 매체는 또한 여과 성능을 향상시키기 위해 첨가제를 함유할 수 있으며, 또한 성능을 개선하기 위하여 낮은 수준의 추출성 탄화수소를 가질 수 있다. 섬유는 소정의 용융 가공성 플루오로탄소, 예를 들어, 불소화합물계 옥사졸리디논 및 피페라진 및, 퍼플루오르화 부분을 함유하는 화합물 또는 올리고머를 함유할 수 있다. 그러한 첨가제의 사용은 전기 대전된 웨브 필터의 성능에 특히 유익할 수 있다.

[0025] 심부 여과 층은 또한 나노웨브를 포함한다. 이러한 방사 상태 그대로의 나노웨브는 전기 방사(electrospinning), 예를 들어, 전통적인 전기 방사 또는 일렉트로블로잉(electroblowing)에 의해, 그리고 또한, 멜트블로잉 또는 기타 그러한 적합한 공정에 의해 유리하게 생성된 나노섬유를 주로 또는 배타적으로 포함한다. 전통적인 전기 방사는 본 명세서에 전체적으로 포함되는 미국 특허 제4,127,706호에 예시된 기술이며, 여기서는 용액 중의 중합체에 고전압이 인가되어 나노섬유 및 부직 매트를 생성하게 된다. 그러나, 전기 방사 공정의 전체 처리량은 너무 낮아서 더 무거운 평량의 웨브를 형성함에 있어서 상업적으로 실용적이지 않다.

[0026] "일렉트로블로잉" 공정은 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함되는 국제 출원 공개 WO 03/080905호에 개시된다. 중합체 및 용매를 포함하는 중합체 용액의 스트림이 저장 탱크로부터, 고전압이 인가되고 중합체 용액이 배출되는 방사구(spinneret) 내의 일련의 방사 노즐로 공급된다. 한편, 선택적으로 가열되는 압축 공기가 방사 노즐의 측면 또는 그 주연부에 배치된 공기 노즐로부터 방출된다. 공기는, 새로 방출된 중합체 용액을 둘러싸서 전진시키고 진공 챔버 위의 접지된 다공성 수집 벨트 상에 수집되는 섬유질 웨브의 형성을 돋는 송풍 가스 스트림으로서 대체로 하향으로 지향된다. 일렉트로블로잉 공정은 약 1 gsm을 초과하는, 심지어 약 40 gsm 이상만큼 높은 평량의 나노웨브의 상업적 크기 및 수량의 형성을 비교적 단기간에 가능하게 한다.

[0027] 기재 또는 스크립은 수집기 상에 배열되어 기재 상에 방사된 나노섬유 웨브를 수집 및 조합하여, 조합된 섬유 웨브가 고성능 필터, 와이퍼 등으로서 사용되게 한다. 기재의 예에는 다양한 부직 천, 예를 들어 멜트블로운 부직 천, 니들-펀칭되거나 스펜 레이싱된 부직 천, 직조 천, 편직 천 및 종이 등이 포함될 수 있으며, 나노섬유

층이 기재 상에 부가될 수 있는 한 제한 없이 사용될 수 있다. 부직 천은 스펤브론드 섬유, 드라이-레이드(dry-laid) 또는 웨트-레이드 섬유, 셀룰로오스 섬유, 멜트블로운 섬유, 유리 섬유, 또는 이들의 블렌드를 포함할 수 있다.

[0028] 본 발명의 나노웨브를 형성하는 데 사용될 수 있는 중합체 재료는 특정하게 제한되지 않으며, 부가 중합체 및 축합 중합체 재료 둘 모두, 예컨대 폴리아세탈, 폴리아미드, 폴리에스테르, 폴리올레핀, 셀룰로오스 에테르 및 에스테르, 폴리알킬렌 설파이드, 폴리아릴렌 옥사이드, 폴리설폰, 개질된 폴리설폰 중합체, 및 이들의 혼합물을 포함한다. 이들 포괄 부류에 속하는 바람직한 재료는 가교결합 및 비가교결합된 형태의 다양한 정도의 가수분해(87% 내지 99.5%)된 폴리비닐알코올, 폴리(비닐리텐 클로라이드), 폴리(비닐리텐 플로라이드), 그리고 폴리(비닐클로라이드), 폴리메틸메타크릴레이트 (및 다른 아크릴 수지), 폴리스티렌 및 (ABA 타입의 블록 공중합체를 비롯한) 그의 공중합체를 포함한다. 바람직한 부가 중합체는 유리질인 경향이 있다 (T_g 가 실온보다 높음). 이는 폴리비닐클로라이드 및 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리스티렌 중합체 조성물 또는 얼로이(alloy) 또는 저결정성 폴리비닐리텐 플루오라이드 및 폴리비닐알코올 재료의 경우에 해당한다. 폴리아미드 축합 중합체의 하나의 바람직한 부류는 나일론 재료, 예컨대 나일론-6, 나일론-6,6, 나일론 6,6-6,10 등이다. 본 발명의 중합체 나노웨브가 멜트블로잉에 의해 형성될 때, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 및 폴리부틸렌과 같은 폴리올레핀, 폴리(에틸렌 테레프탈레이트)와 같은 폴리에스테르 및 전술된 나일론 중합체와 같은 폴리아미드를 비롯한, 나노섬유로 멜트블로잉될 수 있는 임의의 열가소성 중합체가 사용될 수 있다.

[0029] 섬유 중합체의 T_g 를 감소시키기 위해, 당업계에 공지된 가소제를 전술한 다양한 중합체에 첨가하는 것이 유리할 수 있다. 적합한 가소제는 전기 방사되는 또는 일렉트로블로잉되는 중합체, 및 나노웨브가 채용될 특정한 최종 용도에 좌우될 것이다. 예를 들어, 나일론 중합체는 물 또는 심지어 전기 방사 또는 일렉트로블로잉 공정으로부터 잔존하는 잔류 용매로 가소화될 수 있다. 중합체 T_g 를 낮추는 데 유용할 수 있는 당업계에 공지된 다른 가소제로는 지방족 글리콜, 방향족 설파노미드, 다이부틸 프탈레이트, 다이헥실 프탈레이트, 다이사이클로헥실 프탈레이트, 다이옥틸 프탈레이트, 다이아이소데실 프탈레이트, 다이운데실 프탈레이트, 다이도데칸일 프탈레이트 및 다이페닐 프탈레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 포함하지만 이에 제한되지 않는 프탈레이트 에스테르 등을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다. 본 명세서에 참고로 포함된 문헌[Handbook of Plasticizers, edited by George Wypych, 2004 Chemtec Publishing]은 본 발명에 사용될 수 있는 다른 중합체/가소제 조합을 개시한다.

[0030] 일렉트로블로잉 공정에 의해 침착되고 본 발명에 사용하기 적합한 나노섬유의 평균 섬유 직경은 약 1000 nm 미만, 또는 심지어 약 800 nm 미만, 또는 심지어 약 50 nm 내지 약 500 nm, 및 심지어 약 100 nm 내지 약 400 nm이다. 각 나노섬유 층은 바람직하게는 평량이 약 1 g/m² 이상이고, 더욱 바람직하게는 약 2 g/m² 이상이다. 각 나노섬유 층은 또한 평량이 약 6 g/m² 내지 약 100 g/m²이고, 심지어 약 6 g/m² 내지 약 60 g/m²이며, 두께는 약 20 μ m 내지 약 500 μ m이고, 심지어 약 20 μ m 내지 약 300 μ m이다.

[0031] 심부 여과 층의 하류에 미세다공성 중합체 막 여과 층이 있다. 미세다공성 중합체 막은 제거가능한 심부 여과 층을 통과하는 입자를 포획하고자 한다. 미세다공성 중합체 막은 유체 스트림으로부터 입자 및 유기체를 제거함에 있어서 신인성(dependability)과 신뢰성(reliability)을 나타냈다. 막은 보통 그들의 중합체 조성, 공기 투과도, 수침투압(water intrusion pressure) 및 여과 효율에 의해 특징지워진다.

[0032] 다양한 미세다공성 중합체 막은 용도의 요건에 따라 막 여과 층으로 사용될 수 있다. 막 여과 층은 하기의 예시적인 재료: 니트로셀룰로오스, 트라이아세틸 셀룰로오스, 폴리아미드, 폴리카르보네이트, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리설폰, 폴리비닐 클로라이드, 폴리비닐리텐 플루오라이드, 아크릴레이트 공중합체로부터 제작될 수 있다.

[0033] 막 여과 층은 바람직하게는 액체의 통과를 방지할 수 있는 소수성 재료로부터 제작된다. 막 여과 층은 어떤 액체 통과도 없이 필터 매체를 가로지르는 가해진 차압(differential pressure)을 견딜 수 있어야 한다. 바람직한 막은 수침투압이 0.2 bar 내지 1.5 bar이고 평균 공기 투과도가 약 7 프래지어(Frazier) 내지 약 100 프래지어이고, 더욱 바람직하게는 평균 공기 투과도가 약 10 프래지어 내지 약 40 프래지어이다.

[0034] 바람직하게는, 막 여과 층은 미세다공성 플루오로중합체, 예를 들어, ePTFE, 플루오르화 에틸렌프로필렌 (FEP), 퍼플루오로알콕시 중합체 (PFA), 폴리프로필렌 (PU), 폴리에틸렌 (PE) 또는 초고분자량 폴리에틸렌 (uhmwPE)이다.

[0035] 가장 바람직하게는, 막 여과 층은 ePTFE를 포함한다. 적합한 ePTFE 막은 미국 특허 제5,814,405호에 개시된다.

상기 특허에 개시된 막은 우수한 여과 효율, 높은 공기 유량 및 파열 강도(burst strength)를 가진다. 적합한 ePTFE 막의 제조 방법은 상기 특허에 자세히 기재되며 본 명세서에 참고로 포함된다. 이들 ePTFE 막은 미국 멜라웨어주 뉴악 소재의 더블유. 엘. 고어 앤드 어소시에이츠, 인크.(W. L. Gore and Associates, Inc.) 또는 미국 미네소타주 미니아폴리스 소재의 도날드슨 코포레이션(Donaldson Corporation)으로부터 입수 가능하다. 그러나, 다른 수단에 의해 제작된 ePTFE 막도 사용될 수 있다.

[0036] 막 여과 층은 선택적으로 필터의 소정 특성을 개선하기 위하여 충전제 재료를 함유할 수 있다. 적합한 충전제, 예를 들어, 카본블랙, 또는 기타 전도성 충전제, 촉매 미립자, 건식 실리카, 콜로이드 실리카 또는 흡착 재료, 예를 들어, 활성탄소 또는 세라믹 충전제, 예를 들어, 활성 알루미나 및 TiO_2 , 및 본 발명에 유용한 충전된 막의 제조 방법은 미국 특허 제5,814,405호에 자세히 기재된다.

[0037] 지지층은 유체 유동에 대해 적절한 배향으로 여과 층을 유지하도록 제공될 수 있다. 바람직한 지지 재료는 막과 제거 가능한 층을 지지할 만큼 충분히 강성이어야 하지만, 막의 손상을 피하기에 충분할 만큼 부드럽고 유연해야 한다. 지지층은 부직 또는 직조 직물을 포함할 수 있다. 적합한 지지층 재료의 다른 예는 직조 및 부직 폴리에스테르, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 섬유유리, 미세 섬유유리, 및 폴리테트라플루오로에틸렌을 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 주름진 배향에서, 재료는 주름이 이격되게 유지하면서(즉, 주름이 접히는 것을 방지하면서) 주름 내에 공기 유동 채널을 제공해야 한다. 스펜본딩된 부직포와 같은 재료는 특히 이러한 용도에 적합하다.

[0038] 지지층은 막 여과 층의 상류 또는 하류에 위치될 수 있다. 선택적으로, 지지 재료는 막 여과 층에 라미네이팅되어 베이스 층을 형성할 수 있다. 이러한 태양에서, 베이스 층은 유리하게는 위에 놓이는 멜트블로운 매체 층에 대한 지지를 제공하고 최종 여과 표면으로 작용한다.

[0039] 일 실시 형태에서, 여과 시스템은 미세다공성 막과 유체 접촉하는 하나 이상의 나노섬유 층을 가진 나노섬유 웨브를 포함할 수 있다. 추가 실시 형태에서, 나노웨브는 50 kPa의 적용 하중 및 200 m^2 의 앤빌(anvil) 표면적 하에서, 본 명세서에 참고로 포함되는 ISO 534에 의해 측정될 때 두께가 약 300 μm 미만 또는 짐지어 약 150 μm 미만일 수 있다.

[0040] 나노웨브 및 막은 서로 인접할 수 있으며 그들의 표면의 전체 또는 일부에 걸쳐 서로 선택적으로 접합될 수 있다. 나노웨브와 막의 조합은 막/나노섬유 층 구조를 형성하기 위해 나노섬유 웨브를 막에 접착식으로 라미네이팅함으로써 제조될 수 있거나, 전술한 공정에서 막을 수집 벨트 상에 배치함으로써 나노섬유 층을 막 상에 직접 형성함으로써 제조될 수 있으며, 이 경우 나노섬유 층은 기계적 엉킴(entanglement)에 의해 막에 부착될 수 있다. 막의 예는 다양한 미세다공성 필름, 예를 들어, 신장되고 충전된 중합체 및 확장 폴리테트라플루오로에틸렌(ePTFE)을 포함할 수 있으며, 막이 요구되는 여과 성능을 갖는 한에는 제한 없이 사용될 수 있다.

[0041] 본 발명의 일 실시 형태에서, 나노섬유 웨브와 막은 서로 유체 접촉하지만 물리적으로 서로 접촉할 필요는 없다. 나노섬유 웨브와 막은 그들 사이에 캡을 가지고 제자리에 유지될 수 있거나 또는 상이한 필터 본체에 유지되고 유체 전달 채널 또는 튜브에 의해 연결될 수 있다.

[0042] 막은, 예를 들어, 확장 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리설폰, 폴리에테르설폰, 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리카르보네이트, 폴리아미드, 폴리아크릴로니트릴, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리에스테르, 셀룰로오스 아세테이트, 셀룰로오스 니트레이트, 혼합 셀룰로오스 에스테르, 및 그 블렌드와 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 중합체를 포함할 수 있다.

[0043] 본 발명에 적합한 ePTFE 막은 다수의 상이한 공정에 의해 제조될 수 있지만, 바람직하게는 ePTFE를 얻기 위해 미국 특허 제4,187,390호; 제4,110,239호; 및 제3,953,566호에 설명된 바와 같이 폴리테트라플루오로에틸렌을 확장시킴으로써 제조되며, 이들 모두는 본 명세서에 참고로 포함된다. "다공성"이라는 것은 막이 20 mm 수주(water gauge)에서 제곱미터당 분당 0.05 세제곱미터(m^3/min) 이상의 공기 투과도를 갖는 것을 의미한다. 20 mm 수주에서 200 m^3/min 또는 그 이상의 공기 투과도를 갖는 막이 사용될 수 있다. 기공은 ePTFE의 노드(node)와 피브릴(fibril) 사이에 형성된 세공(micropore)이다.

[0044] 유사하게는, 미국 특허 제5,234,751호, 제5,217,666호, 제5,098,625 호, 제5,225,131호, 제5,167,890호, 제4,104,394호, 제5,234,739호, 제4,596,837호, 일본 특허 출원 공개 제1078823호 및 제3-221541호 중 임의의 것에 개시된 막이 사용될 수 있으며, 여기서는 확장되지 않은 압출 또는 성형 PTFE가 용품을 소결 또는 반-소결하도록 가열된다. 이러한 소결된 또는 반-소결된 물품은 그 후 원하는 다공성 및 원하는 특성을 형성하기 위해

신장된다.

[0045] 특별한 용도의 경우, PTFE에는 특별한 용도를 위해 PTFE의 특성을 개질시키도록 충전제 재료가 제공될 수 있다. 예를 들어, 세라믹 필터(SiO₂) 및 제한된 양의 미세 유리섬유가 PTFE 재료에 통합될 수 있음이 미국 특허 제4,949,284호로부터 알려져 있으며; 유럽 특허 EP-B-0-463106호에서는 이산화티타늄, 유리 섬유, 카본 블랙, 활성탄 등이 충전제로서 언급되어 있다.

[0046] 고도로 충전되는 중합체, 통상 폴리올레핀으로부터 미세다공성 필름을 제조하기 위한 기술이 알려져 있다. 그러한 웨브는 또한 본 발명의 막으로서 사용하기에 적합하다. 전형적으로, 폴리올레핀, 보통 폴리에틸렌의 조합이 충전제, 보통 CaCO₃과 배합되고, 압출되고 필름으로 연신되어 미세다공성 필름을 형성한다.

[0047] 본 발명의 여과 막으로 사용하기 위한 미세다공성 필름의 적합한 예는 모두가 본 명세서에 참고로 포함되는 미국 특허 제4,472,328호, 제4,350,655호 및 제4,777,073호에 기재된 것들을 포함한다.

[0048] 미세다공성 막 및 나노웨브는 비접합 상태로 두거나 또는 상이한 필터 본체에 유지될 수 있다. 미세다공성 막과 나노웨브는 또한 접착 접합, 열 접합 및 초음파 접합과 같은 것에 의해 서로 선택적으로 접합될 수 있으나, 당업자에게 알려진 임의의 접합 수단이 사용될 수 있다. 바람직한 실시 형태에서, 막은, 예를 들어 적합한 라미네이션 기술을 사용하여, 예컨대 막 또는 나노웨브에 도포된 접착제를 용융시키기에 충분한 온도에서 고온 롤을 통해 재료를 통과시킴으로써 나노웨브에 접합된다. 롤들 중 하나는 라미네이트에 접합 패턴을 생성하기 위해 그의 표면 상에 용기된 패턴을 가질 수 있다.

[0049] 나노웨브와 미세다공성 막 또는 라미네이트를 내부 또는 외부 천에 접합시키기 위해 하나 이상의 접착제가 선택적으로 사용될 수 있다. 하나의 적합한 접착제는 열가소성 접착제이며, 이는 가열시 연화될 수 있고 이어서 다수의 가열 및 냉각 사이클에 걸친 냉각시 경화될 수 있다. 그러한 열가소성 접착제의 일례는 "고온 용융" 접착제일 것이다.

[0050] 다공성 ePTFE 막을 천에 라미네이팅하는 데 사용되는 접착제는 또한 부타디엔 아크릴로니트릴 공중합체, 아크릴 에스테르, 비닐 및 비닐리텐 클로라이드 중합체를 기반으로 한 공중합체와 유화 중합에 의해 생성되는 공중합체, 스티렌-부타디엔 공중합체, 및 부타디엔, 스티렌, 및 비닐 피리딘의 삼원공중합체의 수성 음이온성 분산물을 포함하는, 다양한 불소화합물계 분산물 또는 합성 라텍스 중 하나일 수 있다.

[0051] 라미네이션 전에 나노웨브 또는 막을 접착제로 코팅하는 다른 방법이 사용될 수 있다. 예를 들어, 나노웨브는 먼저 필요로 하는 면적에 접착제로 코팅될 수 있고, 그 후 ePTFE 막이 코팅된 천의 접착제 면 상으로 배치된다. 전도 열 및 충분한 압력이 막 면에 가해져서 접착제가 막 기공 내로 유동하게 된다. 접착제가 가교결합성인 경우, 접착제는 열로 인해 가교결합되고, 그 결과 기재에 대한 막의 기계적 부착이 이루어진다.

[0052] 플루오로중합체와 비-플루오르화 중합체의 라미네이트로부터 형성된 용품 및 라미네이션 방법의 추가 예로서, 미국 특허 제5,855,977호는 혼성중합 단량체 단위(interpolymerized monomeric unit)를 포함하는 플루오로중합체의 플루오르화 층 및 실질적으로 비-플루오르화된 층을 포함하는 다층 물품을 개시한다. 다층 물품은 지방족 다이- 또는 폴리아민을 추가로 포함하며, 지방족 다이- 또는 폴리아민은 지방족 다이- 또는 폴리아민을 포함하지 않은 다층 물품과 비교할 때 층들 사이의 증가된 접착성을 제공한다.

[0053] 플루오르화 중합체 층과 폴리아미드 사이의 접착성을 증가시키기 위해 다양한 추가의 방법이 사용될 수 있다. 접착제 층이, 예를 들어 2개의 중합체 층들 사이에 부가될 수 있다. 미국 특허 제5,047,287호는 아미노기를 가진 아크릴로니트릴-부타디엔 또는 아크릴로니트릴-아이소프렌 고무를 포함하는 접착제에 의해 플루오로고무 층이 적어도 하나의 표면에 접합된 베이스 천을 포함하는, 자동차 용도에 사용하기에 적합한 다이어프램(diaphragm)을 개시한다.

[0054] 층들 중 하나 또는 둘 모두의 표면 처리가 또한 때때로 접합을 돋기 위해 이용된다. 예를 들어, 대전된 기상 대기에 의해 플루오로중합체 층을 처리하고(예컨대, 코로나 처리), 후속하여 제2 재료, 예를 들어 열가소성 폴리아미드의 층을 적용하는 것이 몇몇 특허에서 교시되었다. 예를 들면, 유럽 특허 출원 제0185590호(우에노(Ueno) 등) 및 제0551094호(크라우제(Krause) 등) 및 미국 특허 제4,933,060 (프로하스카(Prohaska) 등) 및 제5,170,011호(마르투치(Martucci)).

[0055] 플루오로중합체와 상이한 층의 블렌드 자체가 몇몇 경우에서 2개의 층을 함께 접합하는 것을 돋도록 중간 층으로서 이용된다. 유럽 특허 출원 제0523644호(가와시마(Kawashima) 등)는 폴리아미드 수지 표면 층 및 플루오로 수지 표면 층을 갖는 플라스틱 라미네이트를 개시한다.

- [0056] 비-플루오로중합체 층을 플루오로중합체 층에 접합시키는 방법의 추가 예에서, 미국 특허 제6,869,682호는 a) 플루오로중합체를 포함하는 제1 층; 및 b) 제1 층에 접합되며, 용융 처리가능한 실질적으로 비-플루오로화된 중합체, 염기 및 크라운 에테르(crown ether)의 혼합물을 포함하는 제2 층을 포함하는 물품을 설명한다.
- [0057] 비-플루오로중합체 층을 플루오로중합체 층에 접합하는 방법의 추가 예에서, 미국 특허 제6,962,754호는 플루오로중합체 층, 및 그의 면들 중 하나에 직접 부착된 타이 층 - 상기 타이 층은 본질적으로 특정 조성의 적어도 하나의 다이아민 및 적어도 하나의 이산(di-acid)을 포함하는 단량체들의 축합으로부터 생성되는 폴리아미드의 타이 수지(tie resin)를 포함함 - 을 포함하는 구조를 설명한다.
- [0058] 층들을 접합시키는 방법(예를 들어, 공압출 또는 라미네이션)의 열 및 압력을 층들 사이의 적절한 접착성을 제공하기에 충분할 수 있다. 그러나, 층들 사이의 추가의 접착제 접합 강도를 제공하기 위해, 생성된 다층 물품을, 예를 들어 부가의 열, 압력 또는 둘 모두에 의해 추가로 처리하는 것이 바람직할 수 있다. 다층 물품이 압출에 의해 제조될 때 부가의 열을 공급하는 한 가지 방식은 공압출 후의 라미네이트의 냉각을 자연시키는 것이다. 대안적으로, 부가의 열 에너지는 단지 수개의 구성요소를 처리하기 위해 필요한 것보다 더 높은 온도에서 층들을 라미네이팅 또는 공압출함으로써 다층 물품에 부가될 수 있다. 또는, 다른 대안으로서, 완성된 라미네이트는 연장된 기간 동안 상승된 온도에서 유지될 수 있다. 예를 들어, 완성된 다층 물품은 물품의 온도를 상승시키기 위한 별도의 수단, 예컨대 오븐 또는 가열된 액체 조(bath) 내에 배치될 수 있다. 이를 방법의 조합이 또한 사용될 수 있다.
- [0059] 본 발명의 필터는 스크림이 나노웨브에만 인접하게, 또는 막에만 인접하게, 또는 이들 둘 사이에 위치되는 스크림 층을 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "스크림"은 지지층이며, 나노웨브가 접합되거나 부착되거나 라미네이팅될 수 있는 임의의 평면 구조일 수 있다. 유리하게는, 본 발명에 유용한 스크림 층은 스펀본드 부직 층이지만, 부직 섬유 등의 카디드(carded) 웨브로부터 제조될 수 있다. 몇몇 필터 용도에 유용한 스크림 층은 주름 및 데드 폴드(dead fold)를 유지하기에 충분한 강성을 필요로 한다.
- [0060] [실시예]
- [0061] 재료
- [0062] 나노웨브는, 국제 출원 공개 WO 03/080905호에 개시된 바와 같이 상기한 일렉트로블로잉 방법을 이용하여, 포름산 내의 나일론 6,6, (지텔(Zytel) xx, 미국 델라웨어주 월밍턴 소재의 듀폰(Du Pont))으로부터 제조하였다. 32 gsm 또는 36 gsm 평량의 대전된 멜트블로운을 미국 델라웨어주 미들타운에 위치한 델스타 테크놀로지스(DeStar Technologies)로부터 입수하였다. 대전되지 않은 멜트블로운은 대전 없이 제조하였다. 시험을 실시하기 위해 사용된 PTFE 막은 3 마이크로미터 필터로 등급이 정해진 전형적인 PTFE 막이었으며, 그 기포점(bubble point) 및 평균 유동 기공은 각각 5.6 및 2.2 마이크로미터에서 측정되었다.
- [0063] 시험
- [0064] 미세 입자 먼지-로딩 시험을 11.3 cm 직경(면적 = 100 cm²)의 원형 개구를 갖는 자동화된 필터 시험(TSI 모델 번호 8130)을 사용하여 평탄 시트 매체에 대해 수행하였다. 2 중량%의 염화나트륨 수용액을 사용하여, 로딩 시험에 사용되는 0.26 마이크로미터의 질량 평균 직경을 갖는 미세 에어로졸을 생성하였다. 공기 유량은 6.67 cm /s의 면 속도에 대응하는 40 리터/분이었다. 장비 제조업체에 따르면, 에어로졸 농도는 약 16 mg/m³이었다. 시험의 시작시 여과 효율 및 초기 압력 강하가 측정되고, 시험의 종료시 최종 압력 강하가 측정된다. 최종 압력 강하로부터 초기 압력 강하를 빼서 압력 강하 증가가 계산된다.
- [0065] 비교예 1은 매체가 스크림과 PTFE 막으로 제조된 동일한 미세 에어로졸 로딩 절차를 이용하였다. 미세 에어로졸이 스크림 면에 챌린지(challenge)되었지만, 에어로졸은 PTFE 막 상에 신속하게 로딩되었으며 압력 강하는 15.7분 후 128.1 mm H₂O로 증가하였다. 스크림은 미세 에어로졸의 어떤 전처리 여과도 제공하지 않았다. 스크림 상의 대전된 멜트블로운 층과 PTFE 막을 가진 매체를 제조하였다. 로딩 시험은 후술한 것과 동일한 절차를 따라 실시하였다.
- [0066] 표 1은 나노웨브가 없는 샘플과 4가지 상이한 평량의 나노웨브를 갖는 샘플에 대해 대략 31분의 여과에 걸친 압력 증가를 비교한 것을 보여준다. 따라서, 샘플 4A 내지 샘플 4D는 PTFE 막 + 스크림, 스크림을 통해 PTFE와 유체 접촉하는 나노웨브, 및 나노웨브 상의 대전된 멜트블로운 재료로 이루어진다. 샘플 2A는 나노섬유 웨브를 갖지 않고 단지 대전된 멜트블로운 웨브만을 가진다. 초기 저항은 나노웨브의 존재 하에서 약간 더 높지만, 31분에 걸친 증가는 상당히 더 낮으며 여과 동안 압력 강하를 유지하는 본 발명의 효과를 입증한다.

표 1

36 gsm 대전된 MB를 가진 샘플의 31분에 걸친 압력 증가.

샘플	나노웨브 평량 (g/m ²)	초기 저항 (mm H ₂ O)	저抵抗 증가 (mm H ₂ O)
2A	없음	26.1	75.6
4A	2.1	34.8	54.8
4B	3.5	29.2	34.4
4C	4.8	31.6	30.5
4D	6.8	34.2	27.0

[0067]

표 2는 32 gsm 멜트블로운 재료와의 유사한 비교를 보여준다. 샘플 2B는 대전된 멜트블로운 층을 가지며, 샘플 3은 대전되지 않은 멜트블로운 층을 가진다. 먼저 보유 능력에서의 동일한 개선은 대전된 멜트블로운 웨브의 존재 하에서 명백하며 멜트블로운에 대한 대전의 중요성이 또한 나타난다. 멜트블로운에 대한 대전이 소실되면, 필터의 먼저 보유 능력은 상당히 감소된다. 먼저 로딩 능력에서의 추가 개선은 나노섬유 웨브의 존재 하에서 실시예 4F에서 명백하다.

표 2

32 gsm 멜트블로운을 가진 샘플

샘플	나노웨브 평량 (g/m ²)	초기 저抵抗 (mm H ₂ O)	저抵抗 증가 (mm H ₂ O)
2B	없음	28.1	61.2
3	없음	32.4	121.9
4F	2.1	28.7	37.2

[0069]

표 3은 필터 매체에 대전된 멜트블로운과 나노웨브를 함께 조합한 효과를 보여준다. 표 3에서, 샘플 5A 내지 샘플 5D는 대전된 멜트블로운을 갖지 않는다. 필터 매체의 능력은 나노웨브 평량을 증가시킴으로써 크게 개선되지 않는다. 그러나, 대전된 멜트블로운 매체의 능력은 나노웨브 평량이 증가될 때 상당히 증가된다.

표 3

벨트블로운이 있는 나노웨브와 벨트블로운이 없는 나노웨브의 성능 비교

샘플	벨트블로운 평량 (g/m ²)	나노웨브 평량 (g/m ²)	초기 저항	저항 증가
			(mm H ₂ O)	(mm H ₂ O)
5A	0	2.1	29.3	108.4
5B	0	3.5	29.6	110.8
5C	0	4.8	36.5	117.5
5D	0	6.8	36.2	116.9
4A	36	2.1	34.8	54.8
4B	36	3.5	29.2	34.4
4C	36	4.8	31.6	30.5
4D	36	6.8	34.2	27.0

[0071]