



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0120202
(43) 공개일자 2011년11월03일

(51) Int. Cl.
B01D 69/12 (2006.01) **B01D 61/14** (2006.01)
B01D 71/36 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2010-7022298
 (22) 출원일자(국제출원일자) 2010년02월09일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2010년10월06일
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2010/051847
 (87) 국제공개번호 WO 2010/092938
 국제공개일자 2010년08월19일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2009-032987 2009년02월16일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모덴코파인폴리머 가부시카가이샤
 일본국 오오사카후 센난군 쿠마토리쵸아사시로니시
 시 1쵸메 950반지
 (72) 발명자
우노 아츠시
 일본국 오사카후 센난군 쿠마토리쵸 아사시로니시
 1쵸메 950반지 스미토모덴코파인폴리머 가부시카
 가이샤 나이
후나츠 하지메
 일본국 오사카후 센난군 쿠마토리쵸 아사시로니시
 1쵸메 950반지 스미토모덴코파인폴리머 가부시카
 가이샤 나이
츠지와키 히로유키
 일본국 오사카후 센난군 쿠마토리쵸 아사시로니시
 1쵸메 950반지 스미토모덴코파인폴리머 가부시카
 가이샤 나이
 (74) 대리인
이철

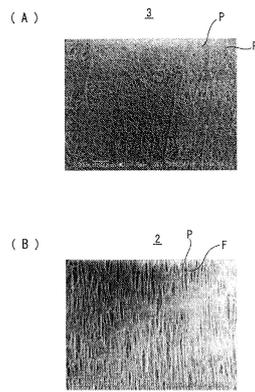
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 다공질 복층 필터 및 그 제조 방법

(57) 요약

초미립자의 포착 성능을 가지면서, 투과성이 좋고 고(高)유량 처리를 할 수 있는 다공질 복층 필터를 제공한다. 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층(2)과, 당해 지지층(2)과는 다른 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층(3)을 구비하고, 상기 여과층(3)의 적어도 처리액 유입면이 친수(親水) 처리되어 있고, 상기 여과층(3)과 상기 지지층(2)과의 경계가 융착되어 복층화되어 있음과 함께, 당해 지지층(2)의 공공(空孔)과 여과층(3)의 공공이 서로 3차원적으로 연통하고, 상기 여과층(3)의 섬유 형상 골격에 의해 둘러싸인 공공은 상기 지지층(2)의 공공보다 작게 되어 있는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층과,

당해 지지층과는 다른 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층을 구비하고,

상기 여과층의 적어도 처리액 유입면이 친수 처리되어 있고,

상기 여과층과 상기 지지층과의 경계가 융착되어 복층화되어 있음과 함께, 당해 지지층의 공공(pore)과 여과층의 공공이 서로 3차원적으로 연통(communication)하고,

상기 여과층의 섬유 형상 골격에 의해 둘러싸인 공공은 상기 지지층의 공공보다 작게 되어 있는 것을 특징으로 하는 다공질 복층 필터.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 여과층 및 지지층의 섬유의 표면에 가교(crosslink)된 PVA 수지가 고정화되어 친수 처리되어 있는 다공질 복층 필터.

청구항 3

다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층과,

당해 지지층과는 다른 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층을 구비하고,

상기 여과층과 상기 지지층과의 경계가 융착되어 복층화되어 있음과 함께, 당해 지지층의 공공과 여과층의 공공이 서로 3차원적으로 연통하고,

상기 여과층의 섬유 형상 골격에 의해 둘러싸인 공공은 상기 지지층의 공공보다 작게 되어 있는 것을 특징으로 하는 다공질 복층 필터.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 여과층의 두께는 2~10 μ m, 상기 지지층의 두께는 당해 여과층의 두께의 1~30배, 상기 여과층의 평균 공공경(pore size)은 0.01~0.45 μ m, 상기 지지층의 평균 공공경은 여과층의 평균 공공경의 5~1000배,

상기 여과층의 기공률은 40~90%, 상기 지지층의 기공률은 상기 여과층의 기공률의 1~2.5배인 다공질 복층 필터.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 여과층은, 버블 포인트가 70kPa 이상 400kPa 이하인 다공질 복층 필터.

청구항 6

제1항에 기재된 다공질 복층 필터의 제조 방법으로서,

상기 여과층과 상기 지지층을 PTFE의 용점 이상으로 소성하여, 당해 여과층과 지지층과의 경계를 융착하고,

이어서, 상기 일체화한 여과층과 지지층에 친수성 재료를 함침(impregnation)하고,

그 후, 가교액으로 처리하여 상기 친수성 재료를 불용화하고 있는 것을 특징으로 하는 다공질 복층 필터의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 다공질 복층 필터에 관한 것으로, 특히, 초미립자를 고(高)유량으로 여과할 수 있는 정밀 여과 필터에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 폴리테트라플루오로에틸렌(이하, PTFE라고 함) 다공질 필터는, PTFE 자체가 갖는 높은 내열성, 화학 안정성, 내후성(weatherability), 불연성, 고강도, 비점착성, 저(低)마찰 계수 등의 특성에 더하여, 다공질체가 갖는 가요성(flexibility), 액체 투과성, 입자 포착성(retention efficiency), 저유전을 등의 특성을 갖고, 종래부터 액체·기체의 정밀 여과 필터(멤브레인 필터), 전선 피복용료, 호흡 밸브(에어벤트;air vent) 등의 광범위한 분야에서 사용되고 있다.

[0003] 최근, PTFE 다공질 필터는 그 높은 화학 안정성 등의 우수한 특성에 의해, 특히 반도체 관련 분야, 액정 관련 분야 및, 식품·의료 관련 분야에 있어서의 약액, 가스 등의 여과 필터로서 많이 사용되고 있다.

[0004] 이러한 분야에서는, 더 한층의 기술 혁신이나 요구 사항의 고조로 인해, 보다 고성능인 정밀 여과 필터가 요망되고 있다. 구체적으로는, 반도체 제조에 있어서는 해마다 집적도가 높아져, 0.5 μ m 이하의 영역까지 포토레지스트가 미세화되고 있다. 액정 제조에 있어서는 동일하게 감광성 재료에 의한 미세 가공이 행해지기 때문에, 더욱 작은 영역의 미세 입자를 확실하게 포착할 수 있는 정밀 여과 필터가 필요로 되고 있다. 이들 정밀 여과 필터는 주로 클린룸의 외기 처리용 필터, 약액의 여과 필터로서 사용되고, 그 성능은 제품의 수율에도 영향을 미친다.

[0005] 또한, 식품·의료 관련 분야에 있어서는, 최근의 안전 의식의 고조로 인해, 미소(微小) 이물에 대한 여과의 완전성(절대 제거성)이 강하게 요망되고 있다.

[0006] 그러나, 높은 입자 포착성을 확보하려고 공경(pore size)이 작은 필터로 하면, 투과성, 즉 약액이나 에어의 처리 속도의 저하가 발생하여, 제품의 생산성이 저하된다. 현재 시판되고 있는 공경 0.02 μ m의 미세공을 갖는 PTFE 다공질막에서는, 이소프로필알코올(IPA) 유량이 차압(差壓) 0.95kg/cm²에서 0.0005ml/cm²/min이 되어, 거의 투과성이 얻어지고 있지 않다. 이와 같이, 종래의 정밀 여과 필터에서는, 처리 속도와 입자 포착률과의 밸런스를 맞추는 것은 매우 곤란하다.

[0007] 상기한 문제에 대하여, 여러 가지 PTFE 다공질체가 제안되고 있다.

[0008] 예를 들면, 일본공개특허공보 2003-80590호(특허문헌 1)에서는, PTFE 파인 파우더, 혹은 그 추출 성형품에 대하여, 연신 가공 전에 방사선을 조사함으로써, 동일한 투과성이라도, 높은 여과 성능을 갖는 다공질체가 제안되어 있다.

[0009] 그러나, 특허문헌 1의 다공질체는 방사선을 조사하는 공정이 필수가 되기 때문에 비용이 들어 고가가 되는 문제가 있다.

[0010] 또한, 일본공개특허공보 평7-316327호(특허문헌 2)에는, 입자경 0.109 μ m의 입자를 90% 이상의 입자 제거율로 제거 가능하고, 기공률이 60~90%, 그리고, 차압 1kg/cm²에서 측정된 IPA 유량이 0.6ml/cm²/min 이상의 PTFE 다공질체가 제공되고 있다.

[0011] 특허문헌 2의 PTFE 다공질체는, 높은 입자 제거율을 얻고 있는 점에서는 우수하지만, 투과성에 있어서는 아직 개선의 여지가 있다. 즉, IPA 유량은 0.6ml/cm²/min 이상으로 하고 있어, 특허문헌 2의 실시예 중에서 IPA 유량이 가장 양호한 것이라도, 1.8ml/cm²/min 이기 때문에, 여과에는 상당한 시간을 요한다.

[0012] 이와 같이 높은 입자 제거율과 투과성을 겸비한 필터를 얻는 것은 곤란하다.

[0013] 또한, PTFE 다공질체는 발수성이기 때문에, 다공질체 내에 물을 투과하기 어려운 문제가 있다. 그 때문에, 간편하게 수계(aqueous system)의 여과를 행하는 것을 목적으로 하여, 친수성(hydrophilic)의 도포막을 형성한 다공질막이 제공되고 있다.

[0014] 그러나, 이 친수성 도포막을 두께 20 μ m 이하의 PTFE 다공질체 등의 표면에 형성하면, 당해 친수성 도포막의 친수성 폴리머가 건조되어 수축할 때에, 그 강도에 못이겨 PTFE 다공질체가 수축하고, 기공률이 저하하여 투과 유

량이 저하되는 문제가 있다. 한편, 미리 PTFE 다공질체의 두께를 크게 하고, 친수성 도포막의 두께를 20 μ m 이하로 유지하여, 친수성 여과막을 제조하면, 막두께가 두꺼운 것에 의해 저항이 커져, 고유량화를 도모할 수 없게 되는 문제가 있다. 따라서, 이 점에서도 개선의 여지가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0015] (특허문헌 0001) 일본공개특허공보 2003-80590호
- (특허문헌 0002) 일본공개특허공보 평7-316327호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0016] 본 발명은 상기 문제를 감안하여 이루어진 것으로, 0.1 μ m 미만의 초미립자를 고폭착물로 포착할 수 있고, 그리고, 고유량화를 도모할 수 있는 다공질 복층 필터 및 그 제조 방법을 제공하는 것을 과제로 하고 있다.

과제의 해결 수단

- [0017] 상기 과제를 해결하기 위해, 제1 발명으로서,
- [0018] 다공질 연신(expanded) PTFE 시트로 이루어지는 지지층과,
- [0019] 당해 지지층과는 다른 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층을 구비하고,
- [0020] 상기 여과층의 적어도 처리액 유입면이 친수 처리되어 있고,
- [0021] 상기 여과층과 상기 지지층과의 경계가 융착되어 복층화되어 있음과 함께, 당해 지지층의 공공(pore)과 여과층의 공공이 서로 3차원적으로 연통(communication)하고,
- [0022] 상기 여과층의 섬유 형상 골격에 의해 둘러싸인 공공은 상기 지지층의 공공보다 작게 되어 있는 것을 특징으로 하는 다공질 복층 필터를 제공하고 있다.
- [0023] 또한, 제2 발명으로서,
- [0024] 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층과,
- [0025] 당해 지지층과는 다른 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층을 구비하고,
- [0026] 상기 여과층과 상기 지지층과의 경계가 융착되어 복층화되어 있음과 함께, 당해 지지층의 공공과 여과층의 공공이 서로 3차원적으로 연통하고,
- [0027] 상기 여과층의 섬유 형상 골격에 의해 둘러싸인 공공은 상기 지지층의 공공보다 작게 되어 있음과 함께, 여과층의 두께는 지지층의 두께보다도 얇게 되어 있는 것을 특징으로 하는 다공질 복층 필터를 제공하고 있다.
- [0028] 제1 발명과 제2 발명의 다른 점은, 제1 발명에서는 여과층의 적어도 처리액 유입면이 친수 처리되어 있지만, 제2 발명에서는 당해 친수 처리가 행해져 있지 않고, 표면이 소수성으로 되어 있는 점이다.
- [0029] 그러나, 제1 발명과 제2 발명은, 여과층과 지지층을 복층화하는 등 그 외의 점에서 공통된다. 친수성의 경우, 진술한 바와 같이 건조시의 수축의 문제가 있다. 친수 처리를 행하지 않는 경우에 있어서도, 고압을 가하면 여과층 단체(單體)에서는 막에 대한 손상이 발생할 가능성이 있다. 이것들을 억제하기 위해 여과층의 두께를 크게 하면, 고유량화가 곤란해져 버린다. 제1 발명 및 제2 발명에서는 모두, 여과층과 지지층을 복층화하는 등의 공통의 구성을 채용함으로써, 초미립자를 고폭착물로 포착하면서, 고유량화를 도모할 수 있다.
- [0030] 상기 제1 및 제2 발명의 다공질 복층 필터는, 모두, 상기 여과층의 두께를 2~10 μ m, 바람직하게는 3~5 μ m로 얇게 하는 한편, 상기 지지층의 두께는 당해 여과층의 두께의 1.5~10배, 바람직하게는 5~10배로, 두께 20~50 μ m로 하고 있는 것이 바람직하다.
- [0031] 또한, 상기 여과층의 평균 공공경(pore size)은 0.01~0.45 μ m, 지지층의 평균 공공경은 상기 여과층의 평균 공

공경의 5~1000배로 하고 있는 것이 바람직하다.

- [0032] 또한, 상기 여과층의 기공률은 40~90%, 지지층의 기공률은 상기 여과층의 기공률의 1~2.5배로 하고 있는 것이 바람직하다.
- [0033] 상기 제1 발명의 친수 처리한 필터와, 제2 발명의 친수 처리하지 않고 소수성으로 한 필터에서는, 제2 발명의 필터는 제1 발명의 필터보다, 여과층의 두께를 상기 설정 범위 내에서 얇게 해도 좋다.
- [0034] 친수 처리한 제1 발명의 다공질 복층 필터, 친수 처리하지 않고 소수성인 제2 발명의 다공질 복층 필터는, 모두, 여과 기능은 여과층에 갖게 하고, 당해 여과층의 지지 기능을 지지층에 갖게 하여, 여과층과 지지층으로 기능을 이분화하고, 지지층의 공공을 크게 하여 고유량의 처리를 가능하게 하고 있다.
- [0035] 따라서, 0.1 μ m 미만의 초미립자를 포착할 수 있는 평균 공공경으로서 고유량화를 도모하기 위해 여과층의 두께를 얇게 해도, 필터 전체로서 탄력을 갖게 하여 보강할 수 있음과 함께 얇은 여과층의 신장과 수축을 억제할 수 있다. 따라서, 제1 발명에 있어서 친수 처리하는 경우, 친수 처리 후의 건조시에 수축하는 것을 방지할 수 있다. 그 결과, 0.1 μ m 미만의 0.01 μ m의 입자의 포착을 가능하게 하면서 투과 유량을 저하시키지 않고, 고유량으로 여과 처리할 수 있다.
- [0036] 이와 같이, 본 발명(이하, 제1 발명과 제2 발명이 공통으로 갖는 구성 및 기능에 대해서는, 본 발명이라고 칭함)의 필터는, 여과층을 지지층과 일체화하고 있기 때문에, 여과층을 박막으로 하여 고유량화를 도모할 수 있다.
- [0037] 구체적으로는, (친수성 피막의 건조 처리 전의 유량-건조 처리 후의 유량)/건조 처리 전의 유량을 유량 변화율이라고 하면, 지지층이 없는 경우는 0.3~0.8이고, 지지층이 있는 경우는 0~0.1 이내로 억제할 수 있어, 여과층을 박막화한 효과를 살릴 수 있고, 버블 포인트와 유량의 밸런스를 유지하여 고성능의 여과막으로 할 수 있다.
- [0038] 상기 여과층인 다공질 연신 PTFE 시트는 포착 타깃의 입자의 크기에 따라서 교체하고, 당해 여과층과 복층 일체화하는 지지층은, 평균 공공경이 상기 5~1000배, 바람직하게는 10~30배가 되는 범위로 설정하여 공용으로 이용하는 것이 바람직하다.
- [0039] 평균 공경은, 세공 직경 분포 측정 장치(미국 PMI사 제조 펌 포로미터(permeometer))에 의해 측정하고 있다.
- [0040] 또한, 친수 처리한 여과층과, 친수 처리하지 않고 소수성 표면을 갖는 여과층의 다공질 연신 PTFE 시트를 교체하여, 상기 공용으로 이용하는 지지층과 복층화해도 좋다.
- [0041] 여과층의 기공률은 상기와 같이 40% 이상 90% 이하인 것이 바람직하다.
- [0042] 이는, 기공률이 40% 미만이면 유량이 너무 저하되고, 90%를 초과하면 강도가 너무 저하될 우려가 있는 것에 기인한다.
- [0043] 기공률은, ASTM-D-792에 기재된 방법이나, 막의 체적과 진비중(true specific gravity)으로부터 계산하여 산출하고 있다. 이 수치가 높을수록 투과성이 우수한 것을 나타낸다.
- [0044] 또한, 상기 여과층은, 버블 포인트를 70kPa 이상 400kPa 이하로 하고 있다.
- [0045] 본 발명에서는, 0.08 μ m 미만 0.01 μ m 이상의 입자를 포착 타깃으로 하고 있다. 종래의 이 종류의 필터에서는, 포착할 수 있는 최소의 입자경은 0.1 μ m이다. 이에 대하여, 본 발명에서는 0.1 μ m 미만의 입자를 포착할 수 있도록 하고 있다. 그리고, 그때의 투과 유량을 종래의 상기 0.1 μ m의 입자를 포착하는 필터의 투과 유량 정도의 고 유량으로 투과할 수 있는 것으로 하고 있다.
- [0046] 상기 입자 포착률은 다음의 방법에 의해 측정하고 있다.
- [0047] 필터를 직경 47mm의 원형으로 편칭하여, 홀더에 세팅하고, 입자경 0.055 μ m의 폴리스티렌라텍스 균질 입자(JSR 가부시키가이샤 제조)를 1.4 \times 10¹⁰개/cm²의 비율로 함유하는 수용액을 조제하고, 그 32cm³를 세팅한 필터에 의해, 41.2kPa의 압력으로 여과를 행하여, 여과 전의 수용액과 여과액의 흡광도를 측정해, 그 비에 의해 구하고 있다. 흡광도는 자외 가시 분광 광도계(가부시키가이샤 시마즈세이사쿠쇼 제조 UV-160)를 이용하여, 파장 310nm에서 측정하고 있다(측정 정밀도 1/100).
- [0048] 상기한 0.08 μ m 이하의 미소립자를 투과 유량을 저하시키는 일 없이 포착할 수 있는 것으로 하고 있지만, 여과층을 구성하는 다공질 연신 PTFE 시트를 바꿈으로써, 0.08 μ m을 초과하는 입자 포착용으로 할 수 있고, 그리고, 그

때의 투과 유량을 종래의 필터와 비교하여 고유량으로 할 수 있다.

- [0049] 또한, 본 발명은 상기 제1 친수 처리한 다공질 복층 필터의 제조 방법을 제공하고 있다.
- [0050] 당해 제조 방법은 상기 여과층과 상기 지지층을 PTFE의 용점 이상으로 소성하여, 당해 여과층과 지지층과의 경계를 융착하고,
- [0051] 이어서, 상기 일체화한 여과층과 지지층에 친수성 재료를 함침(impregnation)하고,
- [0052] 그 후, 가교액으로 처리하여 상기 친수성 재료를 불용화하고 있는 것을 특징으로 한다.
- [0053] 상기 친수 처리에서 이용하는 친수성 재료로서는, 폴리비닐알코올(PVA), 에틸렌비닐알코올 공중합체(EVOH), 아크릴레이트계 수지 등을 들 수 있다. 이 중에서도, PVA의 수용액을 PTFE 다공질체에 함침시킬 때에, PTFE의 섬유 표면에 흡착되기 쉬워, 섬유에 균일하게 도포되기 쉽기 때문에 매우 적합하게 이용된다.
- [0054] 상기 친수 처리 공정 전까지의 복층화 공정까지는, 상기 제1 발명과 제2 발명은 동일하며, 여과층의 두께는 최종 두께보다도 $5\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 로 두껍게 성형해 두고, 용점이 347°C 의 PTFE로 이루어지는 여과층과 지지층을 겹쳐, $350 \sim 410^\circ\text{C}$ 의 온도로 30초~10분 가열하여 소성하고, 전체 두께를 $20\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ 의 두께가 되도록 열융착하고 있다.
- [0055] 친수 처리하는 제1 발명에서는, 그 후, 일체화한 다공질 연신 PTFE 시트를 IPA에 함침하고, 이어서, 일정 농도의 PVA 수용액에 함침함으로써 다공질 연신 PTFE 시트의 섬유 표면에 PVA 수지를 부착하고 있다. 이와 같이, PVA 수지가 섬유 표면에 부착된 다공질 연신 PTFE 시트를 가교액으로 처리하여 가교(crosslink)하고, PVA 수지를 불용화하고 있다. 상기와 같이, 여과층에 지지층을 일체화한 상태에서 PVA 수지 용액을 함침시키고 있기 때문에, 가교액으로 가교 처리하여, 그 후 건조시에 PVA 수지가 수축해도 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층은 지지층에 지지되어 강도를 갖기 때문에, 여과층의 수축은 억제할 수 있어, 여과층의 기공률의 저하를 방지할 수 있다.
- [0056] 본 발명의 다공질 복층 필터를 구성하는 여과층과 지지층의 다공질 연신 PTFE 시트는, 이하의 방법으로 제조하고 있다.
- [0057] 고분자량 PTFE 미소결 분말과 액상 윤활제와의 혼련물(混練物;mixture)을 페이스트 압출에 의해 시트를 형성하는 공정과,
- [0058] 상기 시트를 연신하여 다공질의 필름으로 하는 공정과,
- [0059] 상기 각 연신된 다공질의 필름을 소결하는 공정으로 이루어진다.
- [0060] 상기 여과층은, 종방향의 연신 배율은 5배~15배, 바람직하게는 8배~12배이다. 횡방향의 연신 배율은 10배~100배, 바람직하게는 15배~40배이다.
- [0061] 상기 연신 배율을 상기 배율 미만으로 하면 개공률(porosity)이 낮아져, 수지의 덩어리가 남고, 공공의 형상도 둥글게 되지 않아, 충분한 투과성이 얻어지지 않는 것에 기인한다. 한편, 상기 배율을 초과하면 섬유가 찢겨져, 큰 구멍이 발생할 우려가 있는 것에 기인한다.
- [0062] 종횡의 연신비는, 종방향 및 횡방향의 섬유 길이가 동일해지고, 둥근 구멍 형상으로 하기 위해서는, 1:2~1:5로 하는 것이 바람직하고, 1:2~1:3으로 하는 것이 보다 바람직하다.
- [0063] 한편, 상기 지지층은, 종방향의 연신 배율은 4배~15배, 바람직하게는 5~10배, 횡방향의 연신 배율은 0배~15배, 바람직하게는 2~5배이다.
- [0064] 상기 지지층의 종방향의 연신 배율이 상기 배율 미만이면 개공률이 낮아지고, 상기 배율을 초과하면 섬유가 찢긴다.
- [0065] 횡방향의 연신 배율은 배율이 너무 낮으면 개공률이 낮아지지만, 지지층에 대하여 위치 방향의 연신(unidirectional stretching)으로도 충분한 유량을 확보할 수 있는 경우, 반드시 횡방향의 연신이 필요하지는 않다. 또한, 상기 연신 배율을 초과하면 잔류 응력이 높아져, 지지의 역할이 불충분해진다.
- [0066] 상기와 같이, 종래보다도 고분자량의 PTFE 미소결 분말을 이용함과 함께, 성형체의 종횡 2축 방향의 연신 배율을 높임으로써, 여과층은 미세공을 가지면서도, 높은 투과성을 갖는 다공질 필터를 얻을 수 있다.
- [0067] 이는, 고분자량의 PTFE 미소결 분말을 이용하면, 종횡 2축 방향으로 종래보다도 높은 배율의 연신을 시행해도,

1개의 공공이 과도하게 넓어지거나, 필름이 찢겨지는 것을 방지하면서, 고도로 섬유화를 진행시켜, PTFE의 덩어리인 결절(結節)도 실질적으로 없어지고, 가는 섬유를 골격으로 하는 미소한 공공이 치밀하게 구비된 다공질 필터를 제작할 수 있는 것에 기인한다.

- [0068] 한편, 지지층은, 여과층을 보강하는 것으로, 두께와 유량 투과성이 중요한 점에서, 종횡의 총 연신율은 여과층보다도 낮게 설정하고, 두께를 유지하면서 잔류 응력을 높게 하지 않도록 설정하고 있다.
- [0069] 상기 여과층을 형성하는 고분자량의 PTFE 미소결 분말로서는, 구체적으로는, 수평균 분자량이 400만 이상의 것을 이용하는 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 1200만 이상이다. 이것은 현재 시판되고 있는 PTFE 미소결 분말 중, 분자량이 그레이드가 특히 높은 것이다.
- [0070] 상기한 수평균 분자량은 성형품의 비중에 의해 구한 것이지만, PTFE의 분자량은 측정 방법에 따라 불균일이 커서 정확한 측정이 곤란하기 때문에, 측정 방법에 따라서는 상기한 범위로는 되지 않는 경우도 있다.
- [0071] 상기 지지층에 대해서는, 폭넓은 범위의 것으로 제조할 수 있다.
- [0072] 또한, 연신 배율은 여과층에서는 면적비로 150배 이상으로 하는 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 300배 이상, 가장 바람직하게는 600배 이상이다. 또한, 연신 배율(면적비)의 상한은 1500배 이하로 하는 것이 바람직하다.
- [0073] 연신 배율이 면적비로 150배 미만이면 고도로 섬유화를 진행시킬 수 없다. 한편, 1500배를 초과하면 필름이 너무 얇아져 강도가 저하된다.
- [0074] 지지층에서는, 연신 배율은 8배 이상, 더욱 바람직하게는 15배 이상이다.
- [0075] 연신 배율(면적비)의 상한은 60배 이하로 하는 것이 바람직하다.
- [0076] 연신 배율이 면적비로 8배 미만이면 고도로 섬유화를 진행시킬 수 없다. 한편, 60배를 초과하면 잔류 응력이 너무 강해져, 지지막의 역할이 저하된다.
- [0077] 본 발명의 다공질 복층 필터의 구체적인 제조 공정은 하기와 같다.
- [0078] 제1 공정에서는 공지의 PTFE 미소결 분말의 페이스트 압출법에 의해 성형체를 제조한다. 페이스트 압출법에서는, 통상, PTFE 수지 100질량부에 대하여 액상 윤활제를 10~40질량부, 바람직하게는 16~25질량부의 비율로 혼합하여, 압출 성형을 행한다.
- [0079] 액상 윤활제로서는, 종래부터 페이스트 압출법에서 이용되고 있는 각종 윤활제를 사용할 수 있다. 예를 들면, 솔벤트·나프타, 화이트 오일 등의 석유계 용제, 운데칸 등의 탄화수소유, 톨루올, 자일롤 등의 방향족 탄화수소류, 알코올류, 케톤류, 에스테르류, 실리콘 오일, 플루오로클로로카본 오일, 이들 용제에 폴리이소부틸렌, 폴리이소프렌 등의 폴리머를 녹인 용액, 이들의 2개 이상의 혼합물, 표면 활성제를 포함하는 물 또는 수용액 등을 들 수 있다. 혼합물보다도 단일 성분 쪽이 균일 혼합할 수 있기 때문에 바람직하다.
- [0080] 페이스트 압출에 의한 성형은 PTFE의 소결 온도 즉 327℃ 이하, 통상은 실온 부근에서 행해진다. 페이스트 압출에 앞서, 통상, 예비 성형을 행한다. 예비 성형은, 상기 혼합물을 예를 들면 1~10MPa 정도의 압력으로 압축 성형하여, 블록, 로드, 튜브, 시트 형상으로 하고 있다.
- [0081] 예비 성형으로 얻어지는 성형체를 페이스트 압출기에 의해 압출하거나, 또는 캘린더 롤 등에 의해 압연하거나, 혹은 압출한 후, 압연하는 등 하여 연신 처리할 수 있는 형상의 성형체를 제조한다.
- [0082] 다음으로, 성형체로부터 액상 윤활제를 제거한다. 액상 윤활제는 소결하기 전에 제거하면 좋고, 연신 후에 제거해도 좋지만, 연신 전에 제거하는 것이 바람직하다.
- [0083] 액상 윤활제의 제거는 가열, 추출 또는 용해 등에 의해 행하고 있으며, 가열에 의해 행하는 것이 바람직하다. 가열하는 경우의 가열 온도는 통상, 200~300℃로 하는 것이 바람직하다. 또한, 실리콘 오일이나 플루오로카본 등의 비교적 비점이 높은 액상 윤활제를 사용하는 경우에는, 추출에 의해 제거하는 것이 바람직하다.
- [0084] 또한, 액상 윤활제 외에 목적에 따라서, 다른 물질을 포함시킬 수도 있다.
- [0085] 예를 들면, 착색을 위한 안료, 내마모성의 개량, 저온 흐름의 방지나 기공의 생성을 용이하게 하는 등을 위해 카본 블랙, 그래파이트, 실리카분(粉), 유리분, 유리 섬유, 규산염류나 탄산염류 등의 무기 충전제, 금속분, 금속산화물분, 금속황화물분 등을 첨가할 수 있다. 또한, 다공질 구조의 생성을 돕기 위해, 가열, 추출, 용해 등

에 의해 제거 또는 분해되는 물질, 예를 들면 염화암모늄, 염화나트륨, 다른 플라스틱, 고무 등을 분말 또는 용액의 상태로 배합할 수도 있다.

- [0086] 다음 공정에서, 얻어진 페이스트 압출에 의한 성형체를, 지지층과 여과층을 구성하는 성형체로 나누어, 상기한 연신 배율로 각각 연신한다.
- [0087] 연신은, 용점 이하의 가능한 한 고온에서 행하는 것이 바람직하다. 바람직하게는 실온(또는 20℃)~300℃, 더욱 바람직하게는 250℃~280℃이다.
- [0088] 낮은 온도에서 연신을 행하면, 비교적 공경이 크고, 기공률이 높은 다공질막을 생성하기 쉽고, 높은 온도에서 연신을 행하면, 공경이 작은 치밀한 다공질막을 생성하기 쉽다.
- [0089] 이들 조건을 조합함으로써, 공경이나 기공률을 컨트롤할 수 있지만, 여과층에서는 공경이 작은 치밀한 다공질막으로 하기 위해, 비교적 높은 연신 온도로 하는 것이 바람직하다.
- [0090] 연신은 20~70℃의 저온에서 1단계 연신한 후, 추가로 상기와 같은 고온 조건하에서 2단계제의 연신을 행해도 좋다.
- [0091] 또한, 연신 후의 시트의 수축을 방지하기 위해 열고정을 행하는 것이 바람직하다. 본 발명에서는, 특히 연신 배율을 높이고 있기 때문에 다공질 구조를 소실시키지 않기 위해, 열고정은 중요하다. 상기 횡방향의 연신을 행한 직후에 행하는 것이 바람직하고, 2단계 이상의 연신을 행하는 경우에는 각 단계의 연신 후에 행하는 것이 바람직하다.
- [0092] 열고정은, 통상, 연신 필름의 양단을 고정하는 등 긴장(tension)하로 유지하여, 분위기 온도 200~500℃에서 0.1~20분간 보지(保持;retaining)하여 행한다.
- [0093] 이어서, 연신 시트를 일체화시킨다. 일체화는 PTFE의 전이점인 327℃ 이상의 소결 온도로 하고, 수분에서 수십 분 정도, 경우에 따라서는 그 이상의 시간 가열함으로써 행한다. 통상은 350~500℃로 유지한 로(furnace) 중에서 가열하는 것이 적당하다.
- [0094] 이와 같이 하여 얻어진 본 발명의 여과층과 지지층의 다공질 연신 PTFE 시트는 각각 상기한 두께로 하고 있다.
- [0095] 제1 발명의 필터에서는, 그 후, 상기한 친수 처리를 행하는 한편, 제2 발명의 필터에서는 당해 친수 처리를 행하고 있지 않다.

발명의 효과

- [0096] 이상의 설명에서 분명한 바와 같이, 본 발명의 다공질 복층 필터에서는, 각각 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층과 지지층을 형성하고, 여과층의 공공보다 지지층의 공공을 크게 하고, 여과층과 지지층의 각각의 다공질 연신 PTFE 시트를 PTFE의 용점 이상의 온도로 가열하여 경계면을 용착하고, 두께를 얇게 한 여과층에만 여과 기능을 갖게 하고, 당해 여과층을 지지층으로 지지하고, 지지층의 공공을 크게 하여 투과성을 높이고 있다.
- [0097] 따라서, 0.05 μ m 정도의 초미립자를, 0.1 μ m의 입자 포착용 필터와 동일 정도의 투과 유량으로 포착할 수 있다.
- [0098] 그리고, 여과층에 지지층을 일체화시켜, 여과층의 강도를 보지하고 있기 때문에, 친수 처리를 행하는 경우에는, 친수성 피막의 건조시에 여과층에 수축을 발생시키지 않고, 기공률을 유지할 수 있다. 이와 같이, 본 발명의 필터는 초미립자를 포착할 수 있는 필터로 하면서, 안정된 투과성도 확보할 수 있어 고유량으로 투과할 수 있다.
- [0099] 그 때문에, 특히, 초미립자의 포착률을 높이는 것과 처리 속도가 요구되는 반도체, 액정 분야 및 식품·의료 분야의 제조 공정에서 사용하는 기체용, 액체용의 정밀 여과 필터로서 매우 적합하게 이용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0100] 도 1은 본 발명의 제1 실시 형태의 다공질 복층 필터의 개략 단면도이다.
- 도 2(A)는 여과층의 3000배 확대 사진, 도 2(B)는 지지층의 3000배 확대 사진이다.
- 도 3은 제1 실시 형태의 실시예의 실험 결과를 나타내는 그래프이다.

도 4는 본 발명의 제2 실시 형태의 다공질 복층 필터의 개략 단면도이다.

도 5는 제2 실시 형태의 실시예의 실험 결과를 나타내는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0101] (발명을 실시하기 위한 형태)
- [0102] 이하, 본 발명을 도면을 참조하여 설명한다.
- [0103] 도 1 내지 도 3에 제1 실시 형태의 다공질 복층 필터를 나타낸다.
- [0104] 도 1의 개략 단면도 및 도 2의 확대 단면 모식도(schematic view)에 나타내는 바와 같이, 다공질 복층 필터(1)는, 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층(2)과, 당해 지지층(2)의 외주면에 형성되는 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층(3)을 적층 일체화한 2층 구조의 여과막으로 이루어진다. 그리고, 상기 여과층(3) 및 지지층(2)은 PVA(5)로 이루어지는 친수 재료로 친수 처리되고, 당해 여과층(3) 및 지지층(2)의 섬유 표면에 PVA(5)가 균일한 두께 0.03~0.05 μ m로 도포되어 있다.
- [0105] 본 실시 형태에서는, 지지층(2)의 두께는 여과층(3)의 두께에 대하여, 5~10배의 두께로 하고 있다. 상기 여과층(3)의 두께는 2~10 μ m로 하고 있다.
- [0106] 상기 여과층(3)은 도 2(A), 지지층(2)은 도 2(B)의 3000배 확대 사진에 나타내는 구성으로 이루어진다.
- [0107] 여과층(3), 지지층(2)은 모두, 결절부에 의해 유연한 섬유(F)가 3차원 그물코 형상으로 연결되어 이루어지는 섬유 형상 골격을 구비하고, 당해 섬유 형상 골격으로 대략 슬릿 형상의 공공(P)을 둘러싸고, 당해 공공(P)은 3차원으로 연통되어 있다.
- [0108] 본 실시 형태에서는, 상기 여과층(3)은 평균 공공경은 0.03~0.05 μ m, 기공률은 70~80%로 하고 있다.
- [0109] 당해 여과층(3)은 포착 목적의 고체 입자에 따라서 평균 공공경 및 기공률을 상기 범위 내에서 조정하여 버블 포인트를 설정하고 있다.
- [0110] 구체적으로는, 여과층(3)은 0.08 μ m 미만 0.01 μ m 이상의 초미립자의 포착용으로 하고, 버블 포인트를 200~400kPa로 하고, 물 유량을 70~300sec/100ml, 차압 29.4kPa, 유효 면적 9.6m²로 하고 있다.
- [0111] 0.5~0.1 μ m를 초과하는 고체 입자를 포착하는 경우에는, 여과층(3)의 버블 포인트를 50kPa 이상 150kPa 미만으로 하고, 물 유량을 30sec/100ml 이하로 하고 있다.
- [0112] 0.1 μ m 이하 0.08 μ m 이상의 고체 입자를 포착하는 경우에는, 여과층(3)의 버블 포인트를 150kPa 이상 200kPa 미만으로 하고, 물 유량을 40sec/100ml 이하로 하고 있다.
- [0113] 이와 같이, 포착 목적으로 하는 고체 입자의 크기에 맞춰서 버블 포인트를 변경한 복수의 여과층(3)을 형성하여, 당해 여과층을 공용의 지지층(2)에 일체화해 복층화하여 이용하고 있다.
- [0114] 상기 지지층(2)을 구성하는 다공질 연신 PTFE 시트는, 여과층(3)과의 접촉면이 되는 외면(2a)의 공경이 IPA 버블 포인트를 2~30kPa, 기공률을 75~90%로 하고, 차압 93.1kPa일 때의 IPA 투과 계수가 40~100ml/min/cm²로 하고 있다. 또한, 매트릭스 인장 강도는 50~110MPa로 하고 있다.
- [0115] 상기 각 물성치는 하기의 방법으로 측정하고 있다.
- [0116] (1) 기공률 : ASTM-D-792에 준거하여, 물 중에서 구한 비중(겉보기 비중)과 사불화에틸렌 수지의 비중으로부터 구한 값이며, 이 값이 클수록 투과성이 우수하다.
- [0117] (2) 평균 공경 : PMI사 제조 펌 포로미터(모델 번호 CFP-1200A)에 의해 측정하고 있다.
- [0118] (3) 버블 포인트 : ASTM-F-316-80에 준거한 방법에 의해, 이소프로필알코올을 이용하여 측정했다.
- [0119] (4) 유량 :
- [0120] 시트 : 여과층의 시트는 ASTM-F-317의 방법으로 측정한 것으로 차압은 29.4kPa로 했다.
- [0121] 매트릭스 인장 강도 : JIS K 7161에 준거하여, 시험시의 인장 속도는 100mm/분, 표선간 거리는 50mm로 하여 측정한 값을 이용해 하기식을 이용하여 산출했다.

- [0122] 매트릭스 인장 강도=인장 강도/(1-기공률(%))/100
- [0123] 이하, 지지층(2)과 여과층(3)으로 이루어지는 제1 실시 형태의 다공질 복층 필터의 제조 방법에 대해서 설명한다.
- [0124] 제1 공정에서, 지지층(2) 및 여과층(3)을 구성하는 다공질 연신 PTFE 시트를 각각 별체로 제조한다.
- [0125] 모두, PTFE 미소결 분말(파인 폴리머) 100질량부에 대하여, 액상 윤활제를 16~25질량부의 비율로 배합하여, 혼합하고 있다.
- [0126] PTFE 미소결 분말로서는, 수평균 분자량 100만~1500만의 고분자량의 것을 이용하고 있다.
- [0127] 액상 윤활제로서는, 솔벤트·나프타, 화이트 오일 등의 석유계 용제를 이용하고 있다.
- [0128] 이어서, 얻어진 혼합물을 압축 성형기에 의해 압축 성형하여, 블록 형상의 성형체로 하고(예비 성형), 당해 블록 형상의 성형체를, 실온으로부터 50℃의 온도로, 속도 20mm/min로, 시트 형상으로 압출 성형하고 있다.
- [0129] 또한, 얻어진 시트 형상 성형체를 캘린더 롤 등에 의해 압연하여, 두께 300 μ m의 시트 형상 성형체로 하고 있다.
- [0130] 다음 공정에서는, 액상 윤활제를 상기 시트 형상 성형체로부터 제거하기 위해, 롤 온도 130~220℃의 가열 롤에 통과시켜, 시트 형상 성형체를 건조하고 있다.
- [0131] 다음으로, 이와 같이 하여 얻어진 시트 형상 성형체를 중횡 방향으로 2축 연신하고 있다.
- [0132] 당해 연신시에, 지지층(2)으로 하는 시트 형상 성형체와 여과층(3)의 본체로 하는 시트 형상 성형체의 연신 배율을 상기와 같이 상위시키고 있다.
- [0133] 본 실시 형태에 있어서는, 지지층(2), 여과층(3)으로 하는 것 모두, 종(縱) 연신을 먼저 행하고, 그 후 횡(橫) 연신을 행하고 있다.
- [0134] 횡 연신은, 로의 내부에서 70~200℃의 고온 분위기하에서 행함과 함께, 연신 후에 280~390℃에서 0.25~1분간 보지하여, 열고정을 행하고 있다.
- [0135] 이어서, 지지층(2)으로 하는 다공질 연신 PTFE 시트의 일면에 여과층(3)을 겹쳐, PTFE의 용점 이상인 360~400℃에서 0.5~3분간 가열한다.
- [0136] 이에 따라, 지지층(2)과 여과층(3)의 경계면을 열융착하여 일체화하고, 다공질 복층 필터로 하고 있다.
- [0137] 상기 공정에서 얻어진 여과층(3)과 지지층(2)을 일체화한 다공질 연신 PTFE 시트를 PVA로 친수 처리하고 있다.
- [0138] 당해 친수 처리는, 상기 적층 일체화한 다공질 연신 PTFE 시트를 이소프로필알코올(IPA)에 0.25~2분간 침지한 후, 각각 농도를 0.5중량%~0.8중량%로 한 PVA 수용액에 5~10분간 함침한다. 그 후, 순수에 2~5분간 침지한 후에 가교를 행한다.
- [0139] 가교는, 글루타르알데하이드 가교(GA), 테레프탈알데하이드 가교(TPA) 혹은 6Mrad의 전자선을 조사하는 전자선 가교의 어느 하나의 방법으로 행한다.
- [0140] 상기 가교 후에, 적층 일체화한 다공질 연신 PTFE 시트를 순수로 물 세정한 후, 상온~80℃에서 건조시켜, 적층 일체화된 친수성 PTFE 다공질막을 제조한다.
- [0141] 상기와 같이 하여 제조하는 다공질 복층 필터(1)는, 도 1에 나타내는 바와 같이, 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 지지층(2)과, 당해 지지층(2)의 외주면에 일체화된 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 여과층(3)을 구비한 복층이며, 당해 여과층(3) 및 지지층(2)의 외표면 및 내부의 섬유 표면에 PVA로 친수 처리되어 있다.
- [0142] 도 2(A), 도 2(B)에 나타내는 지지층(2)과 여과층(3)의 공공은, 서로 3차원적으로 연통되고, 그리고, 여과층(3)에서는 외표면의 공공과 친수성 피복층의 PVA(5)의 공공을 연통하고 있다.
- [0143] 당해 다공질 복층 필터(1)는, 예를 들면 여과층(3)의 외표면으로부터 지지층(2)의 내주면측을 향하여 처리액을 공급하여, 고액 분리 처리를 행하는 것이다.
- [0144] 「제1 실시 형태의 실시예」
- [0145] 상기한 여과층(3)의 버블 포인트를 변경한 제1~제5 다공질 복층 필터를 작성하여 실시예로 했다.

- [0146] (실시에 1)
- [0147] 여과층 본체는, PTFE 파인 파우더(듀폰사 제조 PTFE 601A) 100질량부에 대하여, 액상 윤활제(이데미츠세키유 가부시키가이샤 제조, 슈퍼졸 FP-25, (성분: 나프타)) 18질량부의 비율로 배합·혼합하고, 성형기에 넣어 압축 성형하여, 블록 형상 성형물을 얻었다.
- [0148] 다음으로 당해 블록 형상 성형물을 연속적으로 시트 형상으로 압출한 후, 압연 롤러에 통과시키고, 추가로 액상 윤활제를 제거하기 위해 가열 롤(130~220℃)에 통과시켜 롤에 권취하여, 300 μ m의 시트를 얻었다.
- [0149] 다음으로, 여과층 본체로 하는 시트는, 롤 온도 250℃~280℃에서 종방향(흐름 방향)으로 2배 연신한 후, 동일 온도 조건에서 추가로 4배 연신했다. 즉, 종 연신은 2단계로 8배의 연신 배율로 했다.
- [0150] 종 연신 후의 필름의 폭 방향의 양단을 척(chuck)으로 집어, 흐름 방향과는 수직인 방향으로 50℃의 분위기하에서 5배 연신의 횡 연신을 행했다. 그 후, 그대로 285℃에서 0.25~1분간 보지하여 열고정을 행했다. 계속해서 170℃의 분위기하에서 18배 연신을 행한 후, 그대로 340℃에서 0.25~1분간 보지하여 열고정을 행했다. 즉, 2단계로 90배의 연신 배율로 횡 연신을 행했다.
- [0151] 이 연신된 시트를 360℃의 가열로를 통과시켜 1.5분간 소결하여, 실시예 1의 여과층 본체를 얻었다. 당해 실시예 1의 여과층 본체의 버블 포인트가 350kPa이고, 포착 타깃의 입자는 0.03 μ m로 했다.
- [0152] 한편, 지지층(2)으로 하는 시트는 온도 조건은 180~200℃로 하고, 종 연신 배율을 7.4배, 횡 연신 배율을 10배로 하여 형성했다. 당해 지지층(2)의 공공경은 여과층(3)의 6배로 하고, 두께는 30 μ m로 했다.
- [0153] 상기 여과층(3)과 지지층(2)의 다공질 연신 PTFE 시트를 겹쳐, 370℃에서 100초 가열하여, 여과층(3)과 지지층(2)의 경계를 열융착하여 일체화했다.
- [0154] 이어서, 상기 여과층(3)과 지지층(2)을 일체화한 복합막을 상기한 방법으로 PVA에 의해 친수화 처리했다.
- [0155] (실시에 2)
- [0156] 상기 여과층(3)은, 수지 601A(듀폰사 제조)에 대한 액상 윤활제의 배합량을 20질량부로 변경했다. 종횡 연신 배율을 8배, 횡 연신 배율을 30배로 했다. 당해 여과층(3)의 버블 포인트를 250kPa로 하고, 포착 타깃의 입자를 0.05 μ m로 했다. 다른 구성은 실시예 1과 동일하게 했다.
- [0157] (실시에 3)
- [0158] 상기 여과층(3)의 수지를 CD123(아사히가라스 가부시키가이샤 제조)으로 변경하고, 그리고, 액상 윤활제의 배합량을 20질량부로 변경했다. 종횡 연신 배율을 변경하여, 종 연신 배율 6배, 횡 연신 배율을 15배로 했다. 당해 여과층(3)의 버블 포인트를 200kPa로 하고, 포착 타깃의 입자를 0.1 μ m로 했다. 다른 구성은 실예 1과 동일하게 했다.
- [0159] (실시에 4)
- [0160] 상기 여과층(3)의 수지를 CD123(아사히가라스 가부시키가이샤 제조)으로 변경하고, 그리고, 액상 윤활제의 배합량을 22질량부로 변경했다. 상기 여과층 본체의 종횡 연신 배율을 변경하여, 종 연신 배율 5배, 횡 연신 배율을 10배로 했다. 당해 여과층(3)의 버블 포인트를 150kPa로 하고, 포착 타깃의 입자를 0.2 μ m로 했다. 다른 구성은 실시예 1과 동일하게 했다.
- [0161] (실시에 5)
- [0162] 상기 여과층(3)의 수지를 CD145(아사히가라스 가부시키가이샤 제조)로 변경하고, 액상 윤활제의 배합량을 22질량부로 변경했다. 종횡 연신 배율을 바꿔, 종 연신 배율 5배, 횡 연신 배율을 10배로 했다. 당해 여과층(3)의 버블 포인트를 100kPa로 하고, 포착 타깃의 입자를 0.45 μ m로 했다. 다른 구성은 실시예 1과 동일하게 했다.
- [0163] (비교예 1-1~1-3)
- [0164] 비교예 1-1~1-3은, 모두 1층의 다공질 연신 PTFE 시트로 이루어지는 필터로, 비교예 1-1은 버블 포인트를 200kPa로 하고, 포착 타깃의 입자는 0.1 μ m로 했다. 비교예 1-2는 버블 포인트를 150kPa로 하고, 포착 타깃의 입자는 0.2 μ m로 했다. 당해 비교예 1-3은 버블 포인트를 100kPa로 하고, 포착 타깃의 입자는 0.45 μ m로 했다. 당해 비교예 1의 필터는 본 출원인의 선출원인 일본공개특허공보 2008-119662호에 기재한 필터로 이루어진다.
- [0165] 당해 비교예 1(1-1~1-3)은, PTFE 파인 파우더(아사히가라스 가부시키가이샤 제조 CD123 제품 번호, 분자량

1200만) 100질량부에 대하여, 액상 윤활제(이데미즈세키유 가부시키가이샤 제조 슈퍼졸 FP-25, (성분: 나프타)) 18질량부의 비율로 배합하여, 혼합 후, 성형기에 넣어 압축 성형하여, 블록 형상 성형물을 얻었다.

- [0166] 다음으로, 이 블록 형상 성형물을 연속적으로 시트 형상으로 압출한 후, 압연 롤러에 통과시킨 후, 가열 롤(130~220℃)을 통과시켜 롤에 권취하여, 액상 윤활제를 제거한 300 μ m의 시트를 얻었다.
- [0167] 다음으로, 롤 온도 250℃~280℃에서 종방향(흐름 방향)으로 6배 연신했다.
- [0168] 다음으로, 필름의 폭 방향의 양단을 척으로 집어, 흐름 방향과는 수직인 방향으로 150℃의 분위기하에서 4배 연신을 행했다.
- [0169] 이 시트를 360℃의 가열로를 통과시켜 2분간 소결하여, 비교예 1(1-1~1-3)의 필터를 얻었다.
- [0170] 상기 실시예 1~5, 비교예 1에 처리액 100ml에, 29.4kPa의 가압을 가하여 유통시키고, 그 투과 시간(s)을 측정했다.
- [0171] 그 결과를 도 3의 그래프에 나타낸다. 도 3 중, 흰 원은 실시예 1~5, 검은 원은 비교예 1이다.
- [0172] 도 3의 그래프로부터 알 수 있는 바와 같이, 실시예 1의 버블 포인트를 350kPa로 하고 0.03 μ m의 입자를 포착하는 경우, 비교예 1-1과 동등한 투과 시간(물 100ml가 투과되는 데에 요하는 시간)이었다. 이에 따라, 0.1 μ m의 입자를 포착하는 비교예 1의 필터와 동등한 물 유량률로 0.03 μ m의 입자를 포착할 수 있었다.
- [0173] 또한, 실시예 2의 버블 포인트를 250kPa로 하고 0.05 μ m의 입자를 포착한 경우, 비교예 1-1의 0.1 μ m의 입자를 포착하는 경우보다 투과 시간을 짧게 할 수 있고, 고유량으로 처리할 수 있어 투과성이 높아져 있었다.
- [0174] 비교예 1-1과 동일하게 버블 포인트를 200kPa로 하고 0.1 μ m의 입자의 포착용으로 한 실시예 3에서는, 투과 시간이 1/4 정도로 저하되어, 대폭으로 고유량을 투과시킬 수 있었다.
- [0175] 실시예 4, 5도 동등한 포착 성능으로 한 비교예 1-2, 1-3과 비교하여, 투과 시간을 저하할 수 있어, 고유량으로 투과할 수 있었다.
- [0176] 이와 같이, 본 발명의 제1 실시 형태의 실시예 1의 다공질 복층 필터는, 비교예 1,2의 필터에서는 포착할 수 없었던 0.03 μ m의 입자를 포착할 수 있음과 함께, 비교예 1의 0.1 μ m의 포착용의 필터와 동등한 유량으로 고속으로 처리할 수 있음을 확인할 수 있었다. 또한, 버블 포인트를 비교예 1, 2와 동등하게 한 경우에 있어서는, 투과 시간을 저감할 수 있어, 고유량화할 수 있음을 확인할 수 있었다.
- [0177] 즉, 본 발명의 필터는, 초미립자를 포착하는 정밀 여과 필터로 하면서, 투과 유량을 저하시키지 않고, 우수한 투과성을 갖고 있었다.
- [0178] 도 4 및 도 5에 제2 실시 형태를 나타낸다.
- [0179] 제2 실시 형태의 다공질 복층 필터(10)는, 친수 처리를 시행하고 있지 않고, 따라서, 여과층(3) 및 지지층(2)의 섬유 표면에 PVA(5)로 이루어지는 친수막이 형성되어 있지 않은 점이 도 1에 나타내는 제1 실시 형태와 다르다.
- [0180] 제2 실시 형태에 있어서도, 지지층(2)의 두께는 여과층(3)의 두께에 대하여, 5~10배의 두께로 하고 있지만, 그 중에서도, 5~7배 정도로 얇게 하는 쪽이 바람직하다. 따라서, 여과층(3)의 두께는 2~10 μ m, 특히 2~5 μ m가 바람직하다.
- [0181] 상기 여과층(3) 및 지지층(2)의 구성 자체는 제1 실시 형태의 상기 도 2(A), 도 2(B)의 3000배 확대 사진에 나타내는 구성과 대략 동일하며, 여과층(3), 지지층(2)은 모두, 결정부에 의해 유연한 섬유(F)가 3차원 그물코 형상으로 연결되어 이루어지는 섬유 형상 골격을 구비하고, 당해 섬유 형상 골격으로 대략 슬릿 형상의 공공(P)을 둘러싸고, 당해 공공(P)은 3차원으로 연통되어 있다.
- [0182] 제2 실시 형태에 있어서도, 제1 실시 형태와 동일하게, 여과층(3)은 평균 공공경을 0.03~0.05 μ m, 기공률은 70~80%로 하고 있다.
- [0183] 당해 여과층(3)은 포착 목적의 고체 입자에 따라서 평균 공공경 및 기공률을 상기 범위 내에서 조정하여 버블 포인트를 설정하고 있다.
- [0184] 또한, 제1 실시 형태와 비교하여, 상기 평균 공공경은 0.03~0.05 μ m 중에서도, 0.04~0.05 μ m, 기공률은 70~80% 중에서도 75~80%가 바람직하다.

- [0185] 구체적으로는, 여과층(3)은 0.08 μ m 미만 0.01 μ m 이상의 초미립자 포착용으로 하고, 버블 포인트를 200~400kPa로 하고, IPA 유량을 70~300sec/100ml, 차압 93.1kPa, 유효 면적 9.6cm²로 하고 있다.
- [0186] 0.5~0.1 μ m를 초과하는 고체 입자를 포착하는 경우에는, 여과층(3)의 버블 포인트를 50kPa 이상 150kPa 미만으로 하고, IPA 유량을 30sec/100ml 이하로 하고 있다.
- [0187] 0.1 μ m 이하 0.08 μ m 이상의 고체 입자를 포착하는 경우에는, 여과층(3)의 버블 포인트를 150kPa 이상 200kPa 미만으로 하고, IPA 유량을 40sec/100ml 이하로 하고 있다.
- [0188] 제1 실시 형태와 동일하게, 포착 목적으로 하는 고체 입자의 크기에 맞춰서 버블 포인트를 변경한 복수의 여과층(3)을 형성하고, 당해 여과층을 공용의 지지층(2)에 일체화해 복층화하여 이용하고 있다.
- [0189] 또한, 제1 실시 형태와 동일하게, 상기 지지층(2)을 구성하는 다공질 연신 PTFE 시트는, 여과층(3)과의 접촉면이 되는 외면(2a)의 공경은 IPA 버블 포인트를 2~30kPa, 기공률을 75~90%로 하고, 차압 93.1kPa일 때의 IPA 투과 계수가 40~100ml/min/cm²로 하고 있다. 또한, 매트릭스 인장 강도는 50~110Mpa로 하고 있다.
- [0190] 제2 실시 형태의 지지층(2)과 여과층(3)으로 이루어지는 다공질 복층 필터(10)의 제조는, 친수 처리를 시행하고 있지 않은 점이 제1 실시 형태와 다르고, 다른 공정은 제1 실시 형태와 동일하다. 즉, 제1 공정에서, 지지층(2) 및 여과층(3)을 구성하는 다공질 연신 PTFE 시트를 각각 별체로 제조한다.
- [0191] 상세하게는, 제1 실시 형태와 동일하며, 지지층(2), 여과층(3) 모두, PTFE 미소결 분말(과인 폴리머) 100질량부에 대하여, 액상 윤활제를 16~25질량부의 비율로 배합하여 혼합한다. 당해 혼합물을 압축 성형기에 의해 압축 성형하여, 블록 형상의 성형체로 하고(예비 성형), 당해 블록 형상의 성형체를, 실온에서 50℃의 온도로, 속도 20mm/min으로, 시트 형상으로 압출 성형한다. 얻어진 시트 형상 성형체를 캘린더 롤 등에 의해 압연하여, 두께 300 μ m의 시트 형상 성형체로 한다.
- [0192] 다음 공정에서는, 액상 윤활제를 상기 시트 형상 성형체로부터 제거하기 위해, 롤 온도 130~220℃의 가열 롤에 통과시켜, 시트 형상 성형체를 건조한다.
- [0193] 다음으로, 얻어진 시트 형상 성형체를 종횡 방향으로 2축 연신하지만, 지지층(2)으로 하는 시트 형상 성형체와 여과층(3)의 본체로 하는 시트 형상 성형체의 연신 배율을 제1 실시 형태와 마찬가지로 서로 다르게 한다. 연신 후에, 지지층(2)으로 하는 다공질 연신 PTFE 시트의 일면에 여과층(3)을 겹쳐, PTFE의 용점 이상의 360~400℃에서 0.5~3분간 가열한다.
- [0194] 이에 따라, 지지층(2)과 여과층(3)의 경계면을 열융착하여 일체화하고, 다공질 복층 필터(10)를 제조하고 있다. 즉, 제1 실시 형태에서, 지지층(2)과 여과층(3)을 적층 일체화한 후에 행하는 친수 처리는 행하고 있지 않다.
- [0195] 「제2 실시 형태의 실시예」
- [0196] 제2 실시 형태의 실시예 6~10은, 제1 실시 형태의 친수 처리를 시행한 실시예 1~5와 친수 처리를 시행하고 있지 않은 점만이 다르고, 다른 요건인 재료, 제조 방법, 두께, 평균 공공경, 기공률, 버블 포인트 등은 모두 동일하기 때문에 상술을 생략한다.
- [0197] 실시예 6~10의 버블 포인트 및 포착 타겟의 입자는 하기와 같다.
- [0198] 실시예 6은 여과층(3)의 버블 포인트가 350kPa이고, 포착 타겟의 입자는 0.03 μ m로 했다.
- [0199] 실시예 7은 여과층(3)의 버블 포인트를 250kPa로 하고, 포착 타겟의 입자를 0.05 μ m로 했다.
- [0200] 실시예 8은 여과층(3)의 버블 포인트를 200kPa로 하고, 포착 타겟의 입자를 0.1 μ m로 했다.
- [0201] 실시예 9는 여과층(3)의 버블 포인트를 150kPa로 하고, 포착 타겟의 입자를 0.2 μ m로 했다.
- [0202] 실시예 10은 여과층(3)의 버블 포인트를 100kPa로 하고, 포착 타겟의 입자를 0.45 μ m로 했다.
- [0203] 상기 제2 실시 형태의 실시예 6~10을 제1 실시 형태의 비교예 1-1, 1-2, 1-3의 필터에, 처리액 100ml에 93.1kPa의 압력을 가하여 유통시키고, 그 IPA의 투과 시간(s)을 측정했다. 즉, 제1 실시 형태의 친수 처리한 필터의 경우, 처리액을 29.4kPa로 가압하고 있었던 것에 대하여, 제2 실시 형태의 친수 처리되어 있지 않은 소수성의 필터를 통과시키는 경우, 처리액에 약 3배의 93.1kPa의 가압을 가하여 필터에 통과시키고 있다.
- [0204] 그 결과를 도 5의 그래프에 나타낸다. 도 5 중, 흰 표시는 실시예 6~10, 검은 표시는 비교예이다.

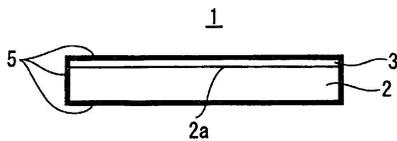
- [0205] 도 5에 나타내는 바와 같이, 실시예 6의 버블 포인트를 350kPa로 하고 0.03 μ m의 입자를 포착하는 경우, IPA의 투과 시간(IPA 100mℓ가 투과되는 데에 요하는 시간)은 100~150(s)로, 포착 타겟이 0.1 μ m, 버블 포인트가 200~220kPa인 비교예 1-1과 동등한 투과 시간이었다. 이에 따라 종래예와 비교하면 0.1 μ m의 입자를 포착하는 비교예 1의 필터와 동등한 IPA 유량률로, 0.03 μ m의 입자를 포착할 수 있었다.
- [0206] 실시예 7의 버블 포인트를 250kPa로 하고 0.05 μ m의 입자를 포착한 경우, IPA의 투과 시간은 60~110(s)로, 포착 타겟이 0.1 μ m, 버블 포인트가 200kPa인 비교예 1-1과 동등한 투과 시간이었다.
- [0207] 실시예 8의 버블 포인트를 200kPa로 하고 0.1 μ m의 입자를 포착한 경우, IPA의 투과 시간은 25~60(s)로, 포착 타겟이 0.2 μ m, 버블 포인트가 150kPa인 비교예 1-2와 동등한 투과 시간이었다.
- [0208] 실시예 9의 버블 포인트를 150kPa로 하고 0.2 μ m의 입자를 포착한 경우, IPA의 투과 시간은 10~30(s)로, 투과 시간은 짧아져, 포착 타겟이 0.45 μ m, 버블 포인트가 100kPa인 비교예 1-3과 동등한 투과 시간이었다.
- [0209] 실시예 10의 버블 포인트를 100kPa로 하고 0.45 μ m의 입자를 포착한 경우, 7~25(s)로, IPA 투과 시간은 동일 타겟 비교예 1-3의 약 절반이었다.
- [0210] 이와 같이, 본 발명의 제2 실시 형태의 실시예 6~10의 다공질 복층 필터는, 비교예 1, 2의 필터로는 포착할 수 없었던 0.03 μ m의 입자를 포착할 수 있음과 함께, 비교예 1의 0.1 μ m의 포착용 필터와 동등한 IPA 유량으로 고속으로 처리할 수 있음을 확인할 수 있었다. 또한, 버블 포인트를 비교예 1, 2와 동등하게 한 경우에 있어서는, 투과 시간을 저감할 수 있어, 고유량화할 수 있음을 확인할 수 있었다.
- [0211] 상기와 같이, 본 발명의 제1 발명의 친수 처리한 필터, 제2 발명의 친수 처리하고 있지 않은 소수성의 필터여도, 초미립자를 포착하는 정밀 여과 필터로 하면서, 투과 유량을 저하시키지 않고, 우수한 투과성을 갖는다.

부호의 설명

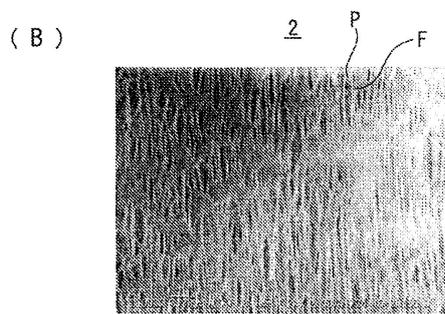
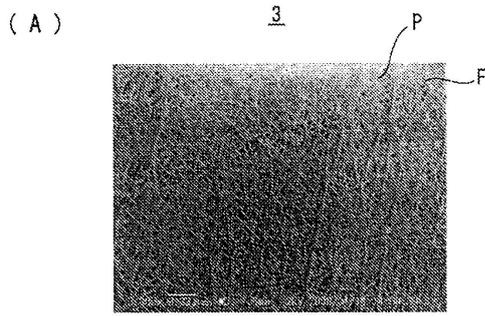
- [0212] 1 : 다공질 복층 필터
- 2 : 지지층
- 3 : 여과층

도면

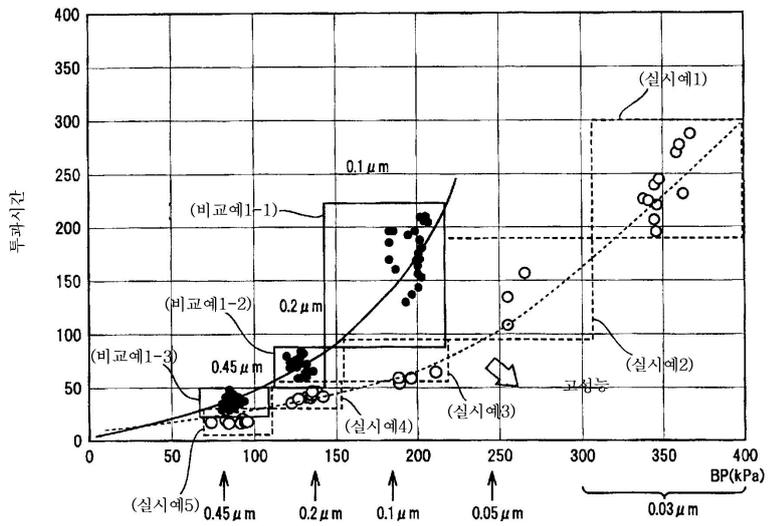
도면1



도면2

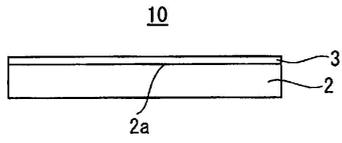


도면3



(포착 고체 입자)

도면4



도면5

