

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2011-508099

(P2011-508099A)

(43) 公表日 平成23年3月10日 (2011.3.10)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
DO4H 3/16 (2006.01)	DO4H 3/16	4 L O 3 5
DO1F 6/76 (2006.01)	DO1F 6/76	D 4 L O 4 5
DO1D 5/098 (2006.01)	DO1D 5/098	4 L O 4 7
DO4H 1/42 (2006.01)	DO4H 1/42	Q
DO4H 3/00 (2006.01)	DO4H 3/00	E
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 10 頁)		

(21) 出願番号	特願2010-539773 (P2010-539773)	(71) 出願人	390023674
(86) (22) 出願日	平成20年12月18日 (2008.12.18)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(85) 翻訳文提出日	平成22年8月17日 (2010.8.17)		アンド・カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/087332		E. I. DU PONT DE NEMO
(87) 国際公開番号	W02009/085897		URS AND COMPANY
(87) 国際公開日	平成21年7月9日 (2009.7.9)		アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ
(31) 優先権主張番号	61/008,383		ントン、マーケット・ストリート 100
(32) 優先日	平成19年12月19日 (2007.12.19)		7
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100092093
			弁理士 辻居 幸一
		(74) 代理人	100082005
			弁理士 熊倉 禎男
		(74) 代理人	100084009
			弁理士 小川 信夫
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 ポリフェニレンスルフィドスパンボンド繊維

(57) 【要約】

本発明は、300 で、約21,500～約28,000 Pa・s のゼロせん断粘度を有するポリフェニレンスルフィドポリマーを含むスパンボンド繊維に関する。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

300 で、21, 500 ~ 28, 000 Pa・s のゼロせん断粘度を有するポリフェニレンスルフィドポリマーを含むスパンボンド繊維。

【請求項 2】

前記ポリフェニレンスルフィドポリマーが、300 で、22, 500 ~ 27, 000 Pa・s のゼロせん断粘度を有する請求項 1 に記載の繊維。

【請求項 3】

前記ポリフェニレンスルフィドポリマーが、300 で、23, 500 ~ 26, 000 Pa・s のゼロせん断粘度を有する請求項 2 に記載の繊維。

10

【請求項 4】

前記繊維が、50 マイクロメートル未満の平均繊維直径を有する請求項 1 に記載の繊維。

【請求項 5】

前記繊維が、20 マイクロメートル未満の平均繊維直径を有する請求項 4 に記載の繊維。

【請求項 6】

前記繊維が、円形断面を有する請求項 1 に記載の繊維。

【請求項 7】

前記繊維が、多葉断面を有する請求項 1 に記載の繊維。

20

【請求項 8】

請求項 1 の繊維を含むウェブ。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、ポリフェニレンスルフィド繊維およびその繊維を含む製品の製造に関する。

【背景技術】**【0002】**

濾過プロセスは、流体流を濾過媒体に通過させて、一つの相の化合物を別の相の流体流から分離するために使われ、濾過媒体は、混入物もしくは懸濁物質を捕捉する。流体流は、固体粒子を含有する液体流でも、液体または固体エアロゾルを含有するガス流のいずれであってもよい。

30

【0003】

例えば、フィルターは、焼却炉、石炭焚きボイラー、金属溶解炉等から排出されるダストを捕集する際に使用される。このようなフィルターは、一般的に、「バグフィルター」と呼ばれる。排気ガス温度は、高くなりうるので、上記の装置や同様の装置から排出される高温ダストの捕集に使われるバグフィルターには、耐熱性が必要である。バグフィルターは、化学的腐食環境でも使用されうる。このように、ダストを捕集する環境でも、耐薬品性を呈する材料で作製されたフィルターバッグが必要でありうる。一般的な濾過媒体の例として、アラミド繊維、ポリイミド繊維、フッ素繊維およびガラス繊維で形成された布帛が挙げられる。

40

【0004】

ポリフェニレンスルフィド (PPS) ポリマーは、耐熱性および耐薬品性を呈する。このため、PPS ポリマーは、様々な用途において有用でありうる。例えば、PPS は、自動車、電気および電子デバイス、工業 / 機械製品、消費者製品等のための成形部品の製造に有用でありうる。

【0005】

PPS は、濾過媒体、難燃性製品、および高性能の複合材料用の繊維としての用途が提案されてきている。しかしながら、上記のポリマーの利点にもかかわらず、PPS での繊維の製造には、困難が伴う。

50

【 0 0 0 6 】

商業的に有用な期間にわたってスパンボンドプロセスから P P S 繊維を紡糸するのは、難しい。市販されている P P S 樹脂は、スパンボンドプロセスに対して、非常に低い粘度が非常に高い粘度のいずれかを有する。低粘度の P P S 樹脂は、繊維に過度の破断が生じまたスパンボンドウェブに欠陥が生じる。高粘度 P P S 樹脂は、押出機内に非常に多くのトルクが生じ、樹脂を紡糸できなくなる。

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 7 】

紡糸プロセスの最小限の中断で、連続的に紡糸できる P P S 繊維を作製できるスパンボンドプロセスが、必要とされる。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 8 】

本発明は、スパンボンドポリフェニレンスルフィド繊維を作製するための商業的に実現可能なプロセスを提供する。

【 0 0 0 9 】

本発明は、300 で、約 21,500 ~ 約 28,000 Pa・s のゼロせん断粘度を有するポリフェニレンスルフィドポリマーを含むスパンボンド繊維に関する。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 0 】

市販されている P P S 樹脂を用いて、商業的な量のスパンボンドポリフェニレンスルフィド (P P S) 繊維を紡糸する試みは、成功していない。

【 0 0 1 1 】

本発明は、最小限の紡糸欠陥で、延長された紡糸作動を可能にする、特定のゼロせん断粘度を有するポリフェニレンスルフィドポリマーを含むスパンボンド繊維に関する。スパンボンド P P S 繊維が、300 で、約 21,500 ~ 約 28,000 Pa・s のゼロせん断粘度を有するポリフェニレンスルフィドポリマーを用いて作製されることが可能であることが見出された。

【 0 0 1 2 】

300 で、約 21,500 ~ 約 28,000 Pa・s のゼロせん断粘度を有する P P S 樹脂を試験用に入手できないので、300 で、約 21,500 ~ 約 28,000 Pa・s のゼロせん断粘度を有するブレンドした P P S 樹脂を作製するために、2 種の市販されている (高粘度を有する P P S 樹脂と低粘度を有する P P S 樹脂) を一緒にブレンドした。最小限の紡糸欠陥で、商業的に許容できる紡糸時間で、ブレンドした P P S 樹脂を首尾よくスパンボンドした。300 で、約 21,500 ~ 約 28,000 Pa・s のゼロせん断粘度は、本発明に適しているが、300 で、約 22,500 ~ 約 27,000 Pa・s のせん断粘度が好ましく、300 で、約 23,500 ~ 約 26,000 Pa・s のせん断粘度が最も好ましい。

【 0 0 1 3 】

当分野で公知である任意の標準スパンボンドプロセスが、本発明に適しているであろうことに留意されたい。本発明の P P S 繊維は、約 50 マイクロメートル未満の平均繊維直径、さらに好ましくは約 20 マイクロメートル未満の平均繊維直径を有することができる。繊維は、一般的に、ほぼ円形の断面を有するが、他の断面 (例、多葉断面) は、当業者には公知であろうように、作製されうる。

【 0 0 1 4 】

本発明のスパンボンド繊維は、典型的には、コレクターまたはスクリーン上のウェブ内に捕集される。本発明の特に有利な一態様において、ウェブは、濾過媒体を製造するために使用される。この実施形態において、本発明の繊維は、良好な耐熱性と耐薬品性を呈することが可能である。繊維は、良好な可撓性や引張強さも呈することが可能であり、腐蝕および / または高温環境において使用される製品を製造するために処理されうる。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 5 】

試験方法

以下の通りに、ゼロせん断粘度を算出した。Fortron PPS 0309 C4とFortron PPS 0317 C1の粘度を、300 で、いくつかの異なるせん断速度で、個々に測定した。その後、粘度データからゼロせん断での粘度を推定した。粘度とポリマー濃度を関連づけるArrhenius等式から導かれる下の等式を用いて、ブレンドの粘度を概算した。

$$\log \text{粘度}_{(\text{ブレンド})} = (n \log \text{粘度}_{(\text{ポリマー}_1)} + (100 - n) \log \text{粘度}_{(\text{ポリマー}_2)}) / 100$$

【 0 0 1 6 】

繊維直径を以下のように測定した。繊維の束を減衰ジェット (attenuating jet) の真下に注意深く捕集した。次に、光学顕微鏡で検査するために、繊維の束を準備した。それから、コンピューターを用いて、繊維束のデジタル画像を撮った。少なくとも30の明確に識別可能な微細繊維の直径を写真から測定し、記録した。欠陥は含まれなかった (つまり、微細繊維の塊、ポリマー滴、微細繊維の交差)。各試料の繊維直径の平均を計算した。

【 実施例 】

【 0 0 1 7 】

本発明は、以下の実施例 (これに限定されない) によって、さらに例示される。

【 0 0 1 8 】

比較例 A

この実施例において、ポリフェニレンスルフィドからスパンボンド布を作製した。ポリフェニレンスルフィド成分は、2.16 kg 負荷時、316 で、101 g / 10 分のメルトフローインデックスを有し、Fortron (登録商標) PPS 0309 C1として、Ticonaから入手可能である。この樹脂のゼロせん断粘度 (300 で測定) を、21,000 Pa・sと算出した。

【 0 0 1 9 】

ポリフェニレンスルフィド樹脂を、温度115 で、含水量が150 ppm未満まで、通気乾燥機内で乾燥した。ポリフェニレンスルフィド樹脂を295 まで加熱した後、紡糸パックアセンブリに計量供給し、そこで、熔融流を濾過した後、分配板の束を介して分配して、円形断面を有する複数列のスパンボンド繊維を得た。

【 0 0 2 0 】

紡糸パックアセンブリは、4316本の円形毛細管開孔 (155列、毛細管の数が22本~28本まで異なる) で構成した。各毛細管は、0.35 mmの直径と140 mmの長さを有する。縦方向のパックの幅は、18.02 cmであり、横方向の幅は、115.09 cmであった。紡糸パックアセンブリを295 まで加熱し、1.0 g / 孔 / 分のポリマー流量で各毛細管を介してポリマーを紡糸した。繊維を長さ122 cmにわたって延在する直交流のクエンチ (cross flow quench) 内で冷却した。短形スロットジェットによって、繊維の束に減衰力を提供した。紡糸プロセスを維持する間の達成可能なジェットの最大圧力は、70.3 kPaであった。紡糸パックからジェットの入口までの距離は、92.45 cmであった。ジェットから出る繊維を成形ベルト上に捕集した。ベルトの下を減圧して、繊維をベルトに固定させた。その後、エンボス加工ロールとアンビルロールの間でスパンボンド層を熱結合した。結合条件は、ロール温度148、ニップ圧300 pliであった。熱結合した後、巻取機を用いて、スパンボンドシートをロール状に成形した。プロセスは、紡糸口金の表面の幅全体を横切って生じる多数のフィラメント切れによって特徴づけられる。これらのフィラメント切れが、シート製品に見つけられ、それらのサイズや種々の熔融挙動のため、シート材料の物理特性やバリア性に悪影響を及ぼすこともあるだろう。また、これらの切断されたフィラメントは、減衰ジェットが遮断されるまで、減衰ジェット上に捕集されて積み重ねられた。遮断されたジェットは、当然ながら、シート形成を乱すであろう。さらに、フィラメント切れは、ジェットを

10

20

30

40

50

遮断させもしくは成形ベルトを汚染させる非減衰 (un - attenuated) ポリマーを導く。ベルトは、繊維末端 (fibrous tail) を含む高分子物質の残渣で汚され、それは、最終的にシートの欠陥イメージとなる。これらのフィラメント切れは、「スナップ (snap)」の傾向を有したので、紡糸口金表面もまた、反跳ポリマー (recoiling polymer) によって、汚染されるようになった。その後、スクラップによって、紡糸口金表面を整える必要があった。紡糸プロセスは不良であることが判明した。繊維の紡糸条件、紡糸性能、および特性を表に示す。

【0021】

実施例 1

Ticona 樹脂 Fortron (登録商標) PPS 0317 C1 を添加することによって、Ticona 樹脂 Fortron (登録商標) PPS 0309 C1 を修正したことを除いて、比較例 A と同様に、実施例 1 を調製した。Fortron PPS 0317 C1 は、31850 Pa・s と算出されたゼロせん断粘度 (300 で測定) を有する。Fortron (登録商標) PPS 0317 C1 を、10 重量 % の装填量で Fortron (登録商標) PPS 0309 C1 に均一にブレンドし、押出機のスロートに導入し、ゼロせん断粘度 (300 で測定) を 22800 Pa・s の計算値まで高めた。紡糸プロセスを維持する間の達成可能なジェット of の最大圧力は、134.4 kPa であった。フィラメント切れは依然観察されたが、その数および頻度は顕著に減少した。プロセスは、中断してジェットまたは紡糸口金表面を整える必要があるまで、約 1 時間または 2 時間安定して作動できた。

10

20

【0022】

繊維の紡糸条件、紡糸性能、および特性を表に示す。

【0023】

実施例 2

Fortron (登録商標) PPS 0317 C1 を、30 重量 % の装填量で Fortron (登録商標) PPS 0309 C1 に均一にブレンドしたことを除いて、実施例 1 と同様に実施例 2 を調製した。紡糸プロセスを維持する間の達成可能なジェット of の最大圧力は、133.1 kPa であった。紡糸の間に、フィラメント切れは全く観察されず、プロセスは、6 時間を超えて連続して作動した。繊維の紡糸条件、紡糸性能、および特性を表に示す。

30

【0024】

実施例 3

安定した繊維紡糸を維持する間の達成可能なジェット of の最高圧力が、209.6 kPa であったと判明されたことを除いて、実施例 2 と同様に実施例 3 を調製した。紡糸の間に、フィラメント切れは全く観察されず、プロセスは、6 時間を超えて連続して作動した。繊維の紡糸条件、紡糸性能、および特性を表に示す。

【0025】

実施例 4

流量を 0.8 g/hm まで減少させたことを除いて、実施例 3 と同様に実施例 4 を調製した。フィラメント切れが観察されたが、それらの数は、顕著に減少され、発生 of の頻度は、断続的であった。プロセスは、中断してジェットまたは紡糸口金表面を整える必要があるまで、約 4 時間安定して作動できた。繊維の紡糸条件、紡糸性能、および特性を表に示す。

40

【0026】

比較例 B

本比較例において、ポリフェニレンスルフィド成分が、Ticona Fortron (登録商標) PPS 0317 C1 であることを除いて、設備およびプロセス条件を比較例 A で説明した通りに、初めに設定した。樹脂は、スパンボンド銘柄として、販売されているが、その粘度は、加工するには高すぎる。当初の紡糸条件を修正して、繊維紡糸を改善しようと試みたが、成功しなかった。紡糸は、主として、欠陥によって特徴づけられ

50

る。欠陥（例、ドリップ、繊維破断、およびスローホール）。長時間にわたり欠陥のない紡糸ができる紡糸条件を見つけることができなかった。

【 0 0 2 7 】

表

例	% P P S 030 9	% P P S 0317	算出された ゼロせん断 粘度 (Pa $\cdot$ s)	減衰ジェッ ト圧力 (kPa)	流量 (g/ h/m)	平均繊維 直径 (マイク ロメート ル)	紡糸 安定 性
比較例A	1 0 0	0	2 1 0 0 0	7 0 . 3	1 . 0	2 1 . 6	不可
1	9 0	1 0	2 1 8 0 0	1 3 4 . 4	1 . 0	1 7 . 7	可
2	7 0	3 0	2 4 4 0 0	1 3 3 . 1	1 . 0	1 8 . 1	優
3	7 0	3 0	2 4 4 0 0	2 0 9 . 6	1 . 0	1 6 . 0	優
4	7 0	3 0	2 4 4 0 0	2 0 9 . 6	0 . 8	1 3 . 1	良
比較例B	0	1 0 0	3 0 6 0 0	—	—	—	否

10

20

【 0 0 2 8 】

表に示されるように、ほんの狭い範囲のゼロせん断粘度を有する P P S が、スパンボン
ド P P S 繊維の製造用に実用的である。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/087332

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. D01F6/76 D04H3/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) D01F D04H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2005/269011 A1 (AUERBACH ANDREW [US] ET AL) 8 December 2005 (2005-12-08) paragraph [0020] - paragraph [0027]; examples I-III; table 1	1-8
X	WO 2007/102827 A (TICONA LLC [US]; AJBANI MANOJ [US]; AUERBACH ANDREW BERNARD [US]) 13 September 2007 (2007-09-13) page 12, line 16 - line 20; claims 1,2; examples; tables	1-8
X	EP 1 834 683 A (DIOLEN IND FIBERS B V [NL]; TICONA GMBH [DE]) 19 September 2007 (2007-09-19) paragraph [0011] - paragraph [0013]; claims; table 1	1-8
-/--		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *G* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 15 May 2009		Date of mailing of the international search report 03/06/2009
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2200 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040 Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Mirza, Anita

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2008/087332

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 507 984 A (LUNDGARD RICHARD A [US]) 16 April 1996 (1996-04-16) the whole document	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2008/087332

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2005269011 A1	08-12-2005	EP 1758723 A2 JP 2008501872 T WO 2005121429 A2	07-03-2007 24-01-2008 22-12-2005
WO 2007102827 A	13-09-2007	US 2009061134 A1	05-03-2009
EP 1834683 A	19-09-2007	NONE	
US 5507984 A	16-04-1996	NONE	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100084663

弁理士 箱田 篤

(74)代理人 100093300

弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100119013

弁理士 山崎 一夫

(72)発明者 ローリン ポール エリス ジュニア

アメリカ合衆国 デラウェア州 19709 ミドルタウン ウェスト キルツ レーン 20

Fターム(参考) 4L035 BB31 BB55 DD02 DD20 EE01 EE14 FF05 HH10 MF02

4L045 AA05 BA03 BA15

4L047 AA26 AB03 AB09 AB10 BA09 CB05 CC12