

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5501249号
(P5501249)

(45) 発行日 平成26年5月21日(2014.5.21)

(24) 登録日 平成26年3月20日(2014.3.20)

(51) Int.Cl.

F 1

D01D 5/18 (2006.01)

D01D 5/18

D01D 5/11 (2006.01)

D01D 5/11

D04H 1/728 (2012.01)

D04H 1/728

請求項の数 1 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2010-539714 (P2010-539714)
 (86) (22) 出願日 平成20年12月17日 (2008.12.17)
 (65) 公表番号 特表2011-506797 (P2011-506797A)
 (43) 公表日 平成23年3月3日 (2011.3.3)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2008/087058
 (87) 國際公開番号 WO2009/079523
 (87) 國際公開日 平成21年6月25日 (2009.6.25)
 審査請求日 平成23年12月19日 (2011.12.19)
 (31) 優先権主張番号 61/007,881
 (32) 優先日 平成19年12月17日 (2007.12.17)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 390023674
 イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
 アンド・カンパニー
 E. I. DU PONT DE NEMO
 URS AND COMPANY
 アメリカ合衆国、デラウエア州、ウイルミ
 ントン、マーケット・ストリート 100
 7
 (74) 代理人 100092093
 弁理士 辻居 幸一
 (74) 代理人 100082005
 弁理士 熊倉 賢男
 (74) 代理人 100084009
 弁理士 小川 信夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ナノ纖維の遠心溶液紡糸方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

100 と溶媒の凝固点との間の温度で、少なくとも1種の溶媒に少なくとも1種のポリマーを溶解させた紡糸液を、4,000 r p m ~ 100,000 r p m の回転速度で回転するスピンドィスクに供給する工程、ここで、前記スピンドィスクが平面と前方面吐出縁部とを有し、前記スピンドィスクが、前記スピンドィスクの中心に対して半径方向距離の40%以内に同心円状に位置している、前記平面と比べて窪んだ領域を有し、前記窪んだ領域が、前記紡糸液を受け入れるための貯蔵部を画定する；

前記スピンドィスクの平面を完全に濡らすとともに、前記スピンドィスクの吐出縁部の前方面に向かって前記紡糸液を膜として分配するように、前記平面に沿って前記スピンドィスクから前記紡糸液を放出する工程と；

前記紡糸液から分離された纖維流れを形成する一方、前記溶媒を蒸発させてポリマーナノ纖維を生成する工程とを含む、ナノ纖維の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願の相互参照

本出願は、米国特許法第119条に基づいて、米国仮特許出願第61/007,881号(2007年12月17日に出願)の優先権を主張するものであり、その開示内容は、

完全に記載されているかのようにあらゆる目的のために参照により本明細書に援用される。

【0002】

本発明は、ナノ纖維および纖維ウェブを形成するための方法に関する。特に、ナノ纖維を、フィルタ、電池セパレータ、および通気性の医療衣などの選択的バリアの最終用途に有用な纖維ウェブへと作製および収集することが可能である。

【背景技術】

【0003】

成形用流体および電場とともに用いられる回転噴霧器は、目的とする装置をコーティングするために、塗料を霧化するのに有用である。回転噴霧器によって与えられる遠心力により、塗料を霧化させるのに十分なせん断が生成され、成形用流体および電場により、霧化された塗料が目的とする装置に吸い付けられる。この方法は、霧化された液滴を生成するために最適化されている。多過ぎる霧化された液滴が凝集して比較的大きな物体になると欠陥が生じる。先行技術では、霧化された液滴および大きくない物体の作製に向けて教示している。10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

微細纖維と、微細纖維から作製された纖維ウェブに対する必要性が高まっている。これらのタイプのウェブは、選択的バリアの最終用途に有用である。現在、微細纖維は、溶融紡糸「海島」断面纖維、スプリット纖維、いくつかのメルトプロー法、および電界紡糸法から作製される。微細纖維および均一な纖維ウェブを作製するための高処理量の方法が必要とされている。20

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、高速回転スピンドィスクを使用することによって、ナノ纖維および均一なウェブを作製するための高処理量の方法を提供する。

【0006】

第1の実施形態では、本発明は、約100と溶媒の凝固点との間の温度で、少なくとも1種の溶媒に少なくとも1種のポリマーを溶解させた紡糸液を、約4,000 rpm～約100,000 rpmの回転速度で回転するスピンドィスク(spin disk)に供給する工程であって、スピンドィスクが平面と前方面吐出縁部とを有する工程と、スピンドィスクの平面を完全に濡らすとともに、スピンドィスクの吐出縁部の前方面に向かって紡糸液を膜として分配するように、平面に沿ってスピンドィスクから紡糸液を放出する工程と、紡糸液から分離された纖維流れを形成する一方、溶媒を蒸発させてポリマーナノ纖維を生成する工程とを含む、ナノ纖維の形成方法に関する。30

【0007】

第2の実施形態では、本発明は、約100と溶媒の凝固点との間の温度で、少なくとも1種の溶媒に少なくとも1種のポリマーを溶解させた紡糸液を、約4,000 rpm～約100,000 rpmの回転速度で回転するスピンドィスクに供給する工程であって、スピンドィスクが平面と前方面吐出縁部とを有するとともに、スピンドィスクの中心に対して半径方向距離の40%以内に同心円状に位置している、前記平面と比べて窪んだ領域を有し、窪んだ領域が貯蔵部を画定する工程と、紡糸液を貯蔵部に放出する工程と、スピンドィスクの平面を完全に濡らすとともに、スピンドィスクの吐出縁部の前方面に向かって紡糸液を膜として分配するように、平面に沿ってスピンドィスクから紡糸液を放出する工程と、紡糸液から分離された纖維流れを形成する一方、溶媒を蒸発させてポリマーナノ纖維を生成する工程とを含む、ナノ纖維の形成方法に関する。40

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本発明に使用するのに適した平面を有する回転スピンドィスクの断面図である。

50

【図2】本発明に使用するのに適した平面を有する回転スピンドィスクの断面図である。

【図3】本発明に使用するのに適した平面および貯蔵部を有する回転スピンドィスクの断面図である。

【図4】本発明に使用するのに適した平面および貯蔵部を有する回転スピンドィスクの断面図である。

【図5】本発明に使用するのに適した平面および貯蔵部を有する回転スピンドィスクの断面図である。

【図6】本発明に使用するのに適した平面および貯蔵部を有する回転スピンドィスクの断面図である。

【図7】実施例1の平坦なスピンドィスクで作製されたポリ(エチレンオキシド)ナノ纖維の走査型電子顕微鏡写真である。 10

【図8】比較例Aの凹状のスピンドィスクから作製されたポリ(エチレンオキシド)ナノ纖維の走査型電子顕微鏡写真である。

【図9】実施例2の貯蔵部を備えた平坦なスピンドィスクで作製されたポリ(エチレンオキシド)ナノ纖維の走査型電子顕微鏡写真である。 15

【図10】実施例3の貯蔵部を備えた平坦なスピンドィスクで作製されたポリ(エチレンオキシド)ナノ纖維の走査型電子顕微鏡写真である。

【図11】実施例4の貯蔵部を備えた平坦なスピンドィスクで作製されたポリ(ビニルアルコール)ナノ纖維の走査型電子顕微鏡写真である。 20

【発明を実施するための形態】

【0009】

本発明は、平面を有する高速回転スピンドィスクを用いて、紡糸液からナノ纖維を形成するための方法に関する。

【0010】

「ナノ纖維」という用語は、数十ナノメートルから数百ナノメートルまでの範囲であるが、一般に、約1マイクロメートル未満、さらには約0.8マイクロメートル未満、さらには約0.5マイクロメートル未満の直径を有する纖維を意味する。 25

【0011】

本発明の溶液紡糸した布帛およびウェブは、少なくとも1層のポリマーナノ纖維を含む。ナノ纖維は、約1μm未満、好ましくは約0.1μm～約1μmの平均纖維径、ならびに空気／液体ろ過媒体、電池およびコンデンサのセパレータ、防護衣などの様々な商業的な最終用途を満たすのに十分高い坪量を有する。 30

【0012】

この紡糸液は、少なくとも1種の溶媒に溶解された少なくとも1種のポリマーを含む。蒸発され得る溶媒に溶解することが可能な任意の纖維形成ポリマーを使用することができる。好適なポリマーとしては、ポリアルキレンオキシド、ポリ(メタ)アクリレート、ポリスチレンベースのポリマーおよびコポリマー、ビニルポリマーおよびコポリマー、フルオロポリマー、ポリエステルおよびコポリエステル、ポリウレタン、ポリアルキレン、ポリアミド、ポリアラミド、熱可塑性ポリマー、液晶ポリマー、エンジニアリングポリマー、生分解性ポリマー、バイオベースポリマー、天然ポリマー、ならびにタンパク質ポリマーが挙げられる。一般に、約10cP～約100,000cP、より好都合には約100cP～約75,000cP、最も好都合には約1,000cP～約50,000cPの粘度を有する紡糸液が有用である。 40

【0013】

図1は、紡糸液からナノ纖維を形成するのに適した回転スピンドィスクの図である。回転スピンドィスクは、回転噴霧装置または遠心紡糸装置(図示せず)の紡糸口金部分に使用することができる。平面11と前方面吐出縁部12とを有する回転スピンドィスク10は、高速モータ(図示せず)に連結された駆動軸13に取り付けられている。紡糸液が、少なくとも1種のポリマーを少なくとも1種の溶媒に溶解させることによって調製される。約100と溶媒の凝固点との間の温度における紡糸液は、供給管14を通って送られ 50

、この供給管 14 は、駆動軸 13 と同軸上に延在しており、スピンドィスク 10 における駆動軸 13 に結合された側と反対側で、スピンドィスク 10 の中心に近接している。紡糸液の処理量は、約 1 c c / 分 ~ 約 5 0 0 c c / 分である。紡糸液は、供給管 14 を出ると、回転スピンドィスク 10 と接触するように向かられ、スピンドィスクの平面を完全に濡らすとともに、前方面吐出縁部 12 に達するまで紡糸液を膜として分配するように、平面 11 に沿って移動する。スピンドィスク 10 の回転速度は、約 4 , 0 0 0 r p m ~ 約 1 0 0 , 0 0 0 r p m 、より好都合には約 6 , 0 0 0 r p m ~ 約 1 0 0 , 0 0 0 r p m 、最も好都合には約 8 , 0 0 0 r p m ~ 約 1 0 0 , 0 0 0 r p m である。前方面吐出縁部 12 は、尖っていてもまたは丸みを帯びていてもよく、鋸歯状の縁またはギザギザ状の突起 (dividing ridge) を含み得る。スピンドィスク 10 の回転速度は、紡糸液を、平面 11 に沿って、前方面吐出縁部 12 を越えて推進させて、分離した纖維流れを形成し、この纖維流れを遠心力によって吐出縁部から放出する。同時に、本発明のナノ纖維が形成されるまで溶媒を蒸発させる。ナノ纖維をコレクタ (図示せず) 上に収集して纖維ウェブを形成することができる。10

【 0 0 1 4 】

あるいは、図 2 は、紡糸液が、駆動軸 23 の同軸中空部分を介してスピンドィスク 20 に供給されているのを示す。紡糸液は、駆動軸 23 に結合された側と反対側で、スピンドィスク 20 の中心に位置する出口 24 を介して駆動軸 23 の中空部分を出て、平面 11 に沿って、前方面吐出縁部 12 を越えていくか、または、スピンドィスク 20 に隣接している駆動軸 23 を中心に好ましくは対称に配置され、かつ駆動軸 23 を貫通している 1 つまたは複数の出口 25 (1 つが図示されている) を介して駆動軸 23 の中空部分を出て、平面 11' に沿って、吐出縁前方面吐出縁部 12' を越えていくか、あるいは両方のタイプの出口を介して出ることができる。20

【 0 0 1 5 】

図 3 は、紡糸液からナノ纖維を形成するのに適した回転スピンドィスクの別の実施形態の図である。平面 11 と前方面吐出縁部 12 とを有する回転スピンドィスク 30 は、高速モータ (図示せず) に連結された駆動軸 33 に取り付けられている。スピンドィスク 30 は、駆動軸 33 に結合された側と反対側に位置する、スピンドィスク 30 の中心に対しても半径方向距離の 40 % 以内に同心円状に位置している、平面と比べて窪んだ領域 34 を有する。この窪んだ領域 34 は、紡糸液を受け入れるための貯蔵部を画定する。貯蔵部はハウジング 35 で封入されてもよく、ハウジング 35 は、紡糸 (spinning) 供給管 36 を介して紡糸液を受け入れるための同軸上の入口と、好ましくはハウジング 35 を中心に対称に配置された、紡糸液を排出するための 1 つまたは複数の出口 37 を備えている。出口 37 と、窪んだ領域を画定する、スピンドィスク 30 の平面の垂直部分との間に隙間 38 が存在し得る。スピンドィスクの内縁 39 が、スピンドィスクの垂直部分がスピンドィスクの平面 11 と交わるところに位置している。スピンドィスクの内縁 39 は、丸みを帯びていてもまたは尖っていてもよい。30

【 0 0 1 6 】

あるいは、図 4 は、紡糸液が、駆動軸 43 の同軸中空部分を介してスピンドィスク 40 に供給されているのを示していることを除いて、図 3 と同様である。紡糸液は、駆動軸 43 に結合された側の反対側でスピンドィスク 40 の中心に位置している出口 44 を介して駆動軸 43 の中空部分を出ることができる。40

【 0 0 1 7 】

あるいは、図 5 は、紡糸液が、スピンドィスク 50 における、窪んだ部分 34 がある側と同じ側に位置している、駆動軸 53 の同軸中空部分を介してスピンドィスク 50 に供給されているのを示していることを除いて、図 4 と同様である。紡糸液は、スピンドィスク 50 に隣接している駆動軸 53 を貫通する好ましくは対称の 1 つまたは複数の出口 54 を介して駆動軸 53 の中空部分を出ることができる。

【 0 0 1 8 】

あるいは、図 6 は、紡糸液が、入口 67 でハウジング 35 を通過している供給管 66 を50

介してスピンドィスク 60 に供給されているのを示していることを除いて、図 5 と同様である。スピンドィスク 60 は、スピンドィスク 60 における、窪んだ部分 34 がある側と同じ側に位置している駆動軸 63 に結合されている。

【0019】

成形用流体をスピンドィスクの周りに流して、紡糸液をスピンドィスクから離れる方向に向けてもよい。流体は、回転スピンドィスクに対して環状の配置で位置決めされたノズルを介して供給され得る。成形用流体は気体であり得る。様々な気体を様々な温度で用いて、溶媒蒸発の速度を遅くしたりまたは速めたりして、製造されるナノ纖維のタイプに影響を与えることが可能である。このように、成形用気体は、溶媒蒸発の速度を最適化するために加熱または冷却することができる。使用するのに適した気体は空気および窒素であるが、ナノ纖維の形成に悪影響を与えない任意の他の気体を用いることができる。10

【0020】

任意に、本方法に電場を加えることができる。スピンドィスクとコレクタとの間に電位差を加えることができる。スピンドィスクまたはコレクタのいずれかを、実質的に接地された他の部品を用いて帯電させることができ、あるいは、それらの間に電位差がある限り、それらの両方を帯電させることができる。さらに、電極をスピンドィスクとコレクタとの間に配置することができ、ここで、電極は、電極とスピンドィスクおよび / またはコレクタとの間に電位差が生じるように帯電される。電場は、約 1 kV ~ 約 150 kV の電位差を有する。意外にも、電場は、平均纖維径にほとんど影響を与えないようであるが、より均一な纖維ウェブを生成するように、ナノ纖維が分離され、コレクタに向かって移動するのを助ける。20

【0021】

本方法により、約 1,000 nm 未満、より好都合には約 500 nm 未満、最も好都合には約 100 nm 未満の平均纖維径を有するナノ纖維、好ましくは連続ナノ纖維を作製することができる。このナノ纖維をコレクタ上に収集して纖維ウェブにすることができる。このコレクタは、自身とスピンドィスクまたは電極との間に電場を生成するために導電性であり得る。また、このコレクタは、真空装置の使用を可能にして、蒸発された溶媒および任意に成形用気体をナノ纖維から引き離して、纖維ウェブを作製するためにナノ纖維をコレクタに固定するのを助けるために、多孔性であってもよい。スクリム上に直接ナノ纖維を収集できるようにスクリム材料をコレクタ上に置いて、それによって複合材料を作製することができる。例えば、スパンボンド不織布をコレクタ上に置いて、ナノ纖維をスパンボンド不織布上に付着させることができる。このようにして、複合不織布材料を製造することができる。30

【0022】

試験方法

上記の説明および次の非限定的な実施例では、以下の試験方法を用いて、様々な報告された特徴および特性を測定した。

【0023】

20 mm の平行板が装備された Thermo Rheostress 600 レオメータで粘度を測定した。23において 0 秒⁻¹ から 1,000 秒⁻¹ まで連続的にせん断速度を上昇させて 4 分間にわたってデータを収集し、10 秒⁻¹ における cP で報告した。40

【0024】

以下のように纖維径を測定した。各ナノ纖維層試料の 5,000 倍の倍率における 10 枚の走査電子顕微鏡 (SEM) 画像を撮影した。各 SEM 画像から 11 個の明らかに区別できるナノ纖維の直径を測定し、報告した。欠陥 (すなわち、ナノ纖維の塊、ポリマー液滴、ナノ纖維の交差部分) は含まれていなかった。各試料の平均纖維径を計算し、ナノメートル (nm) で報告した。

【実施例】

【0025】

これより、以下の実施例において本発明をより詳細に説明する。50

【0026】

実施例1には、平坦なスピンドィスクを用いたポリ(エチレンオキシド)連続ナノ纖維の作製が記載されている。比較例Aには、先行技術の窪んだスピンドィスクを用いたポリ(エチレンオキシド)長纖維の作製が記載されている。実施例2には、貯蔵部を含む平坦なスピンドィスクを用いたポリ(エチレンオキシド)連続ナノ纖維の作製が記載されている。実施例3には、貯蔵部を含む大きな平坦なスピンドィスクを用いたポリ(エチレンオキシド)連続ナノ纖維の作製が記載されている。実施例4には、貯蔵部を含む大きな平坦なスピンドィスクを用いたポリ(ビニルアルコール)連続ナノ纖維の作製が記載されている。

【0027】

実施例1

高速電気モータによって駆動される平坦なディスク(図1に示されるような)を備えた実験室規模の回転ユニットを用いて、連続ナノ纖維を作製した。約300,000の平均分子量(Mw)を有する8.0重量%のポリ(エチレンオキシド)の紡糸液と、92.0重量%の水とを均一になるまで混合し、シリングポンプに注ぎ入れて、約2cc/分の流量で供給管を通して直径3.0cmの平坦な回転ディスクに送達した。回転速度を一定の40,000rpmに設定した。溶液の粘度は、25で3,150cPであった。この試験中に電場を用いなかった。スピンドィスクを囲む直径約25cmの管形状に保持されたアルミニウム箔上にナノ纖維を収集し、スピンドィスクを管状のコレクタの中心に設置した。成形用流体は適用しなかった。ナノ纖維のSEM画像が図7に見られる。SEMを用いて、アルミニウム箔上に収集されたナノ纖維の画像から纖維の大きさを測定した。643番手のナノ纖維から纖維径を測定し、決定したところ、20nm~500nmの範囲であり、中央値が127nmであった。平均纖維径は141nmであり、95%信頼区間で標準偏差が62nmであった。

【0028】

比較例A

特殊な20個の孔のターピン板と、高圧およびターピン速度制御用の制御筐体とを備えた標準ITW TurboDisk霧化器(ITW Automotive Finishing Group製)を用いて、長纖維を作製した。Pulse Track Systemを用いて、コーティングを適用する際の回転霧化器の一定速度を保つ。電圧主電源から高圧を供給する。約300,000のMwを有する10.0重量%のポリ(エチレンオキシド)の紡糸液と、92.0重量%の水とを均一になるまで混合し、3:1 2.54cmの隔膜ポンプに注ぎ入れて、60cc/分の一定の流量で供給管を通して回転ディスク霧化器に送達した。直径15cmの凹状のスピンドィスクを使用した。回転速度を一定の27,000rpmに設定した。電流制御モードで+50kV電源を用いて、電流を0.02amに設定した。この試験中、約73kVの高電圧をかけた。溶液の粘度は、25で12,500cPであった。スピンドィスクの縁部は、約937ピッチで鋸歯状であった。スピンドィスクを囲む直径約284cmの管形状に保持されたアルミニウム箔上に纖維を収集し、スピンドィスクを管状のコレクタの中心に設置した。成形用流体は適用しなかった。ナノ纖維のSEM画像が図8に見られる。SEMを用いて、アルミニウム箔上に収集された纖維の画像から纖維の大きさを測定した。660番手の纖維から纖維径を測定し、決定したところ、32nm~502nmの範囲であり、中央値が182nmであった。平均纖維径は191nmであり、95%信頼区間で標準偏差が76nmであった。

【0029】

実施例2

貯蔵部およびディスクの内縁を備えた15cmの平坦なスピンドィスク(図6に示されるような)を使用したことを探して、比較例Aと同様に実施例2を調製した。全ての試験条件は比較例Aと同じであった。ナノ纖維のSEM画像が図9に見られる。SEMを用いて、アルミニウム箔上に収集されたナノ纖維の画像から纖維の大きさを測定した。571

10

20

30

40

50

番手のナノ纖維から纖維径を測定し、決定したところ、 $23\text{ nm} \sim 190\text{ nm}$ の範囲であり、中央値が 82 nm であった。平均纖維径は 84 nm であり、95%信頼区間で標準偏差が 27 nm であった。

【0030】

実施例2で用いた貯蔵部を備えた平坦なスピンドィスクにより、比較例Aの窪んだスピンドィスクより小さな纖維径の纖維が作製された。

【0031】

実施例3

貯蔵部およびディスクの内縁を備えた 30 cm の平坦なスピンドィスクを使用したこと10を除いて、実施例2と同様に実施例3を調製した。約 $300,000$ のMwを有する 12.0% のポリ(エチレンオキシド)の紡糸液と 88.0% の水とを使用した。この溶液の粘度は、 25 で $34,000\text{ cP}$ であった。この試験では、 $200\text{ ccc}/\text{分}$ ではるかに高い流量を使用し、ディスクの回転速度は $21,000\text{ rpm}$ であった。成形用流体は適用しなかった。ナノ纖維のSEM画像が図10に見られる。SEMを用いて、アルミニウム箔上に収集されたナノ纖維の画像から纖維の大きさを測定した。 790 番手のナノ纖維から纖維径を測定し、決定したところ、 $52\text{ nm} \sim 716\text{ nm}$ の範囲であり、中央値が 222 nm であった。

【0032】

実施例4

実施例3と同様に実施例4を調製した。貯蔵部およびディスクの内縁を備えた 30 cm の平坦なスピンドィスクを使用した。 15 重量%のポリ(ビニルアルコール)の紡糸液(DuPont Evanol 80-18)と、 85 重量%の水とを使用した。この溶液の粘度は、 25 で $5,850\text{ cP}$ であった。この試験では、流量を $33\text{ ccc}/\text{分}$ に設定し、ディスクの回転速度は $8,000\text{ rpm}$ であった。成形用流体は適用しなかった。ナノ纖維のSEM画像が図11に見られる。SEMを用いて、アルミニウム箔上に収集されたナノ纖維の画像から纖維の大きさを測定した。 323 番手のナノ纖維から纖維径を測定し、決定したところ、 $98\text{ nm} \sim 665\text{ nm}$ の範囲であり、中央値が 264 nm であった。平均纖維径は 277 nm であり、95%信頼区間で標準偏差が 172 nm であった。

次に、本発明の態様を示す。

1. 約 100 と溶媒の凝固点との間の温度で、少なくとも1種の溶媒に少なくとも1種のポリマーを溶解させた紡糸液を、約 $4,000\text{ rpm} \sim$ 約 $100,000\text{ rpm}$ の回転速度で回転するスピンドィスクに供給する工程、ここで、前記スピンドィスクが平面と前方面吐出縁部とを有する；前記スピンドィスクの平面を完全に濡らすとともに、前記スピンドィスクの吐出縁部の前方面に向かって前記紡糸液を膜として分配するように、前記平面に沿って前記スピンドィスクから前記紡糸液を放出する工程と；前記紡糸液から分離された纖維流れを形成する一方、前記溶媒を蒸発させてポリマーナノ纖維を生成する工程とを含む、ナノ纖維の形成方法。

2. 前記ポリマーが、ポリアルキレンオキシド、ポリ(メタ)アクリレート、ポリオレフ40イン、ポリスチレンベースのポリマーおよびコポリマー、ビニルポリマーおよびコポリマー、フルオロポリマー、ポリエステルおよびコポリエステル、ポリウレタン、ポリアルキレン、ポリアミド、ポリアラミド、熱可塑性ポリマー、液晶ポリマー、エンジニアリングポリマー、生分解性ポリマー、バイオベースポリマー、天然ポリマー、ならびにタンパク質ポリマーを含む群から選択される上記1に記載の方法。

3. 前記紡糸液が、約 $10\text{ cP} \sim$ 約 $100,000\text{ cP}$ の粘度を有する上記1に記載の方法。

4. 前記紡糸液が、約 $100\text{ cP} \sim$ 約 $75,000\text{ cP}$ の粘度を有する上記3に記載の方法。

5. 前記紡糸液が、約 $1,000\text{ cP} \sim$ 約 $50,000\text{ cP}$ の粘度を有する上記4に記載の方法。

10

20

30

40

50

6. 前記紡糸液が、約 1 c c / 分 ~ 約 5 0 0 c c / 分の処理量で供給される上記 1 に記載の方法。
7. 前記スピンドィスクの回転速度が、約 6 , 0 0 0 r p m ~ 約 1 0 0 , 0 0 0 r p m である上記 1 に記載の方法。
8. 前記スピンドィスクの回転速度が、約 8 , 0 0 0 r p m ~ 約 1 0 0 , 0 0 0 r p m である上記 7 に記載の方法。
9. 前記ナノ纖維が、約 1 , 0 0 0 n m 未満の平均纖維径を有する上記 1 に記載の方法。
10. 前記平均纖維径が約 5 0 0 n m 未満である上記 9 に記載の方法。
11. 前記平均纖維径が約 1 0 0 n m 未満である上記 1 0 に記載の方法。
12. 前記紡糸液を前記スピンドィスクから離れる方向に向けるために前記スピンドィスクの周りに成形用流体を流す工程をさらに含む上記 1 に記載の方法。
13. 前記成形用流体が気体を含む上記 1 2 に記載の方法。
14. 前記気体が、空気または窒素であり、加熱または冷却可能である上記 1 3 に記載の方法。
15. コレクタ上に前記ナノ纖維を収集して、纖維ウェブを形成する工程をさらに含む上記 1 に記載の方法。
16. 前記コレクタに真空をかけて前記ナノ纖維を前記コレクタ上に引き付けて、纖維ウェブを形成する工程をさらに含む上記 1 5 に記載の方法。
17. 電場を提供する一方、前記紡糸液から分離された纖維流れを形成しながら、前記溶媒を蒸発させてポリマーナノ纖維を生成する工程をさらに含む上記 1 に記載の方法。
20. 前記電場が約 1 k V ~ 約 1 5 0 k V の電位差を有する上記 1 7 に記載の方法。
18. 前記コレクタに真空をかけて前記ナノ纖維を前記コレクタ上に引き付けて、纖維ウェブを形成する工程をさらに含む上記 1 8 に記載の方法。
19. 前記電位差が前記スピンドィスクと前記コレクタとの間で維持される上記 1 9 に記載の方法。
21. 前記電位差が、前記スピンドィスクと、前記スピンドィスクと前記コレクタとの間に配置される電極との間で維持される上記 1 9 に記載の方法。
22. 前記前方面吐出縁部が鋸歯状である上記 1 に記載の方法。
23. 前記スピンドィスクが、前記スピンドィスクの中心に対して半径方向距離の 4 0 % 以内に同心円状に位置している、前記平面と比べて窪んだ領域を有し、前記窪んだ領域が、前記紡糸液を受け入れるための貯蔵部を画定する上記 1 に記載の方法。
30. 前記貯蔵部が、前記紡糸液を受け入れるための入口と、前記紡糸液を排出するための分散孔の出口とで封入される上記 2 3 に記載の方法。
25. 間隙が、前記貯蔵部の出口と、前記窪んだ領域を画定する、前記スピンドィスクの平面の垂直部分との間に存在し、前記スピンドィスクの垂直部分が前記スピンドィスクの平面と交わるところでスピンドィスク内縁が画定される上記 2 4 に記載の方法。
26. 前記スピンドィスク内縁が丸みを帯びているかまたは尖っている上記 2 5 に記載の方法。

【図1】

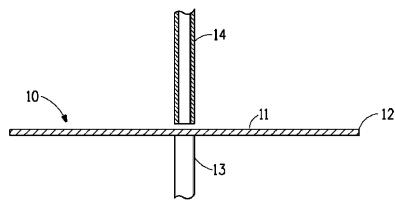


FIG. 1

【図2】

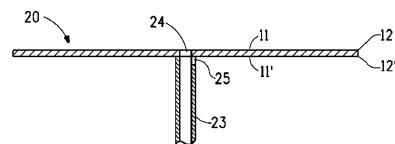


FIG. 2

【図3】

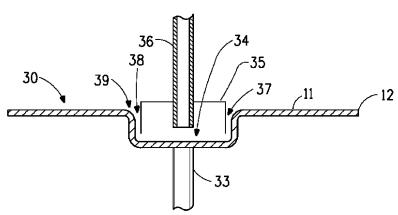


FIG. 3

【図4】

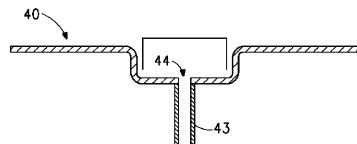


FIG. 4

【図5】

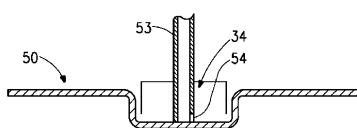


FIG. 5

【図6】

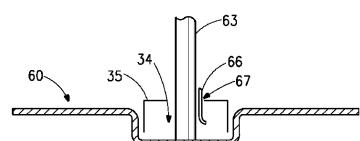


FIG. 6

【図7】

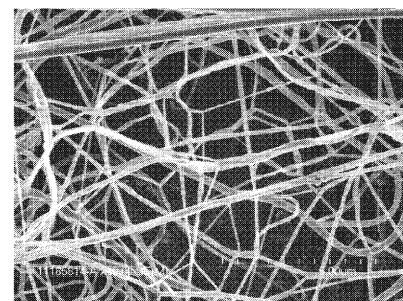


FIG. 7

【図8】

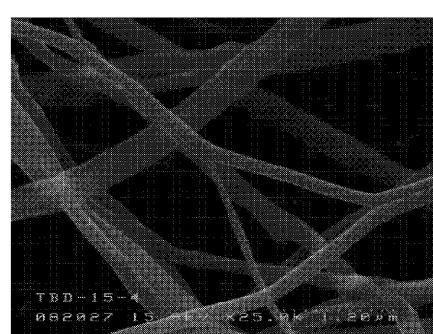


FIG. 8

【図9】

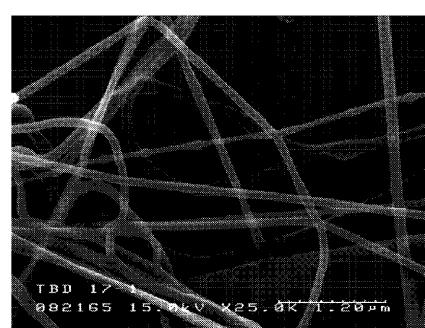


FIG. 9

【図10】

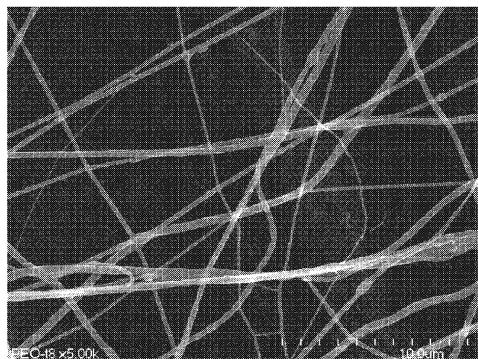


FIG. 10

【図11】

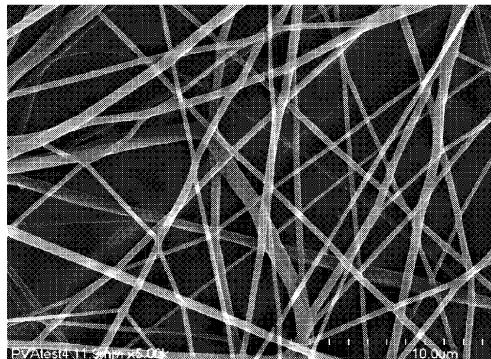


FIG. 11

フロントページの続き

(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 フアン タオ

アメリカ合衆国 ペンシルバニア州 19335 ダウニングタウン ウィリアムバーグ ブール
ヴァード 894

審査官 菊地 則義

(56)参考文献 国際公開第2007/110783(WO,A2)

国際公開第2007/126674(WO,A1)

特表2007-532790(JP,A)

中国特許出願公開第1472373(CN,A)

特開昭49-110910(JP,A)

特開昭58-104212(JP,A)

特表2010-522835(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01D 1/00-13/02

D04H 1/00-18/04