

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 5 区分

【発行日】平成22年9月30日(2010.9.30)

【公開番号】特開2009-114560(P2009-114560A)

【公開日】平成21年5月28日(2009.5.28)

【年通号数】公開・登録公報2009-021

【出願番号】特願2007-285964(P2007-285964)

【国際特許分類】

D 0 1 F 6/18 (2006.01)

D 0 1 D 5/04 (2006.01)

D 0 6 B 13/00 (2006.01)

D 0 4 H 1/72 (2006.01)

【F I】

D 0 1 F 6/18 Z N M B

D 0 1 D 5/04

D 0 6 B 13/00

D 0 4 H 1/72 C

【手続補正書】

【提出日】平成22年8月18日(2010.8.18)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均繊維径が 1 0 0 0 n m 以下、かつ、平均繊維長が 2 0 μ m 以下であり、繊維長の C V 値が 5 5 % 以下であることを特徴とする樹脂製極細短繊維。

【請求項 2】

繊維径の C V 値が 3 5 % 以下である請求項 1 記載の樹脂製極細短繊維。

【請求項 3】

前記樹脂が、ポリアクリル酸系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、セルロース誘導体およびアミノ多糖類から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 または 2 記載の樹脂製極細短繊維。

【請求項 4】

静電紡糸して得られた樹脂製極細繊維を超音波処理してなる請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項記載の樹脂製極細短繊維。

【請求項 5】

平均繊維径 1 0 0 0 n m 以下の樹脂製極細繊維を超音波処理して極細短繊維を得ることを特徴とする樹脂製極細短繊維の製造方法。

【請求項 6】

前記樹脂製極細繊維が、樹脂を含有する紡糸溶液を調製し、この紡糸溶液を静電紡糸して得られたものである請求項 5 記載の樹脂製極細短繊維の製造方法。

【請求項 7】

前記超音波処理を、溶媒中で行う請求項 5 または 6 記載の樹脂製極細短繊維の製造方法。

【請求項 8】

前記超音波処理を、1 0 ～ 1 0 0 k H z の周波数の超音波で行う請求項 5 ～ 7 のいずれ

か1項記載の樹脂製極細短繊維の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0004】

上記特許文献1の短繊維の繊維直径は10～1000nmであり、特許文献2の短繊維分散体の平均繊維径は1～500nmであり、いずれもナノレベルである。

しかし、特許文献1, 2の製造法では、カッターで切断して短繊維を得ているため、最小繊維長を十分に短くすることはできない。具体的には、いずれの製造法でも50μm程度までが限界である。

また、いずれの製造法でも溶融紡糸法を用いているため、熱可塑性樹脂しか用いることができないという欠点も有している。

さらに、これらの製造法は、紡糸、未延伸巻取り、温水中延伸、乾燥延伸、カット、および海成分溶解除去という多段階工程が必要であり、操作が極めて複雑であるという問題も有している。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、平均繊維径1000nm以下の極細繊維を超音波で処理することで、繊維長が比較的揃った極細短繊維が得られ、この極細短繊維がフィラーとして好適であることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、

1. 平均繊維径が1000nm以下、かつ、平均繊維長が20μm以下であり、繊維長のCV値が55%以下であることを特徴とする樹脂製極細短繊維、
2. 繊維径のCV値が35%以下である1の樹脂製極細短繊維、
3. 前記樹脂が、ポリアクリル酸系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、セルロース誘導体およびアミノ多糖類から選ばれる少なくとも1種である1または2の樹脂製極細短繊維、
4. 静電紡糸して得られた樹脂製極細繊維を超音波処理してなる1～3のいずれかの樹脂製極細短繊維、
5. 平均繊維径1000nm以下の樹脂製極細繊維を超音波処理して極細短繊維を得ることを特徴とする樹脂製極細短繊維の製造方法、
6. 前記樹脂製極細繊維が、樹脂を含有する紡糸溶液を調製し、この紡糸溶液を静電紡糸して得られたものである5の樹脂製極細短繊維の製造方法、
7. 前記超音波処理を、溶媒中で行う5または6の樹脂製極細短繊維の製造方法、
8. 前記超音波処理を、10～100kHzの周波数の超音波で行う5～7のいずれかの樹脂製極細短繊維の製造方法

を提供する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

以上のような特性を有する本発明の極細短繊維は、平均繊維径1000nm以下の極細

繊維を超音波処理することで製造できる。

この極細繊維の製造法としては、従来公知の各種方法を用いることができるが、繊維径のバラツキが比較的少ない極細繊維を簡便に製造し得る静電紡糸法を用いることが好ましい。

ここで、静電紡糸法は、電界中で、帯電した静電紡糸用ドーブ（樹脂溶液）を曳糸しつつ、その電荷の反発力によりドーブを破裂させ、樹脂からなる極微細な繊維状物を形成する方法である。

具体的には、樹脂溶液を噴出するノズルを一方の電極とし、コレクタを他方の電極とし、樹脂溶液に数千から数万ボルトの高電圧を印加すると、樹脂溶液がノズルから吐出され、電界中で高速ジェットおよびそれに引き続くジェットの折れ曲がりや膨張によってナノファイバーになり、コレクタ表面上に平均繊維径 1000 nm 以下の極細繊維の集合物（不織布や綿飴状物）として堆積する。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0022】

なお、多糖類の場合には、曳糸性を向上させる目的で、曳糸性付与剤を添加してもよい。曳糸性付与剤としては、従来用いられているものから適宜選択して用いればよく、例えば、ポリエチレンオキサイド、ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン酢酸ビニル、ポリビニルピロリドン、セルロース系高分子、ポリエチレンジイミン、ポリアクリル酸、熱可塑性ポリウレタンなどを採用できる。これらは単独で、または2種以上混合して用いることができる。

中でも、ポリエチレンオキサイド、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコールが好ましく、特に、多糖類に高い曳糸性を付与し得るポリエチレンオキサイドが好適である。

その配合量は、特に限定されるものではないが、多糖類10質量部に対して、曳糸性付与剤0.4～1.2質量部が好適である。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

超音波処理の周波数は、 $10\sim100\text{ kHz}$ が好ましく、特に、 $15\sim40\text{ kHz}$ が好ましい。周波数が 10 kHz 未満であると、繊維の切断に時間がかかる場合があり、 100 kHz を超えると、繊維を構成する樹脂分子そのものが切断されてその物性が低下する虞がある。

超音波処理の時間は、周波数や、樹脂濃度などに応じて変動するものであるため一概には規定できないが、通常、1分間から1時間程度である。例えば、繊維径 100 nm の極細繊維を0.5質量%濃度で含有する水を処理する場合、 19 kHz 、 150 W の超音波ホモジナイザーであれば、約5分間で破砕が完了する。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

【図1】実施例1で得られた極細短繊維における、(a) 500 倍、(b) 3000 倍で

の電子顕微鏡写真である。

【図 2】実施例 2 で得られた極細短繊維における、(a) 1 0 0 0 倍、(b) 5 0 0 0 倍での電子顕微鏡写真である。

【図 3】実施例 3 で得られた極細短繊維における、(a) 3 0 0 0 倍、(b) 1 0 0 0 0 倍での電子顕微鏡写真である。

【図 4】実施例 4 で得られた極細短繊維における、(a) 5 0 0 0 倍、(b) 1 0 0 0 0 倍での電子顕微鏡写真である。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】図面

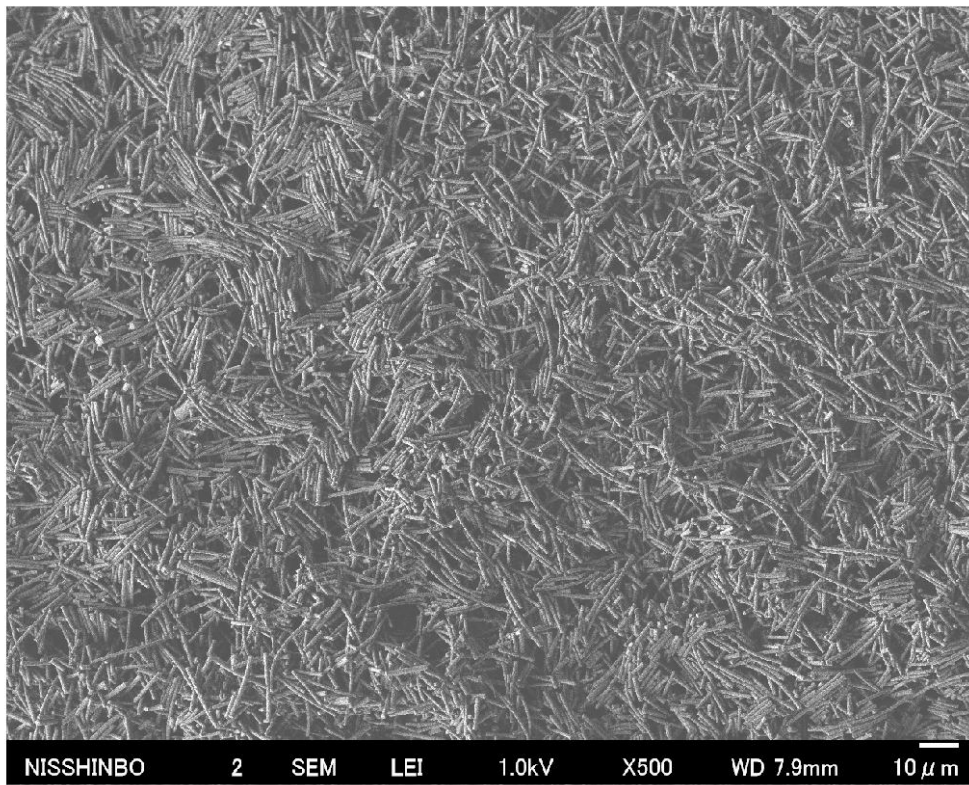
【補正対象項目名】図 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 1】

(a) 500倍



(b) 3000倍

