

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2007 年 9 月 20 日 (20.09.2007)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2007/105503 A1

(51) 国際特許分類:

D04H 3/16 (2006.01) D01F 8/14 (2006.01)
A47L 13/16 (2006.01) D04H 3/10 (2006.01)
D01F 8/06 (2006.01)

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 松原 暁雄 (MAT-SUBARA, Akio) [JP/JP]; 〒2990265 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0-3 2 三井化学株式会社内 Chiba (JP). 本村 茂之 (MOTOMURA, Shigeyuki) [JP/JP]; 〒2990265 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0-3 2 三井化学株式会社内 Chiba (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2007/054027

(22) 国際出願日: 2007 年 3 月 2 日 (02.03.2007)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2006-067769 2006 年 3 月 13 日 (13.03.2006) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三井化学株式会社 (MITSUI CHEMICALS, INC.) [JP/JP]; 〒1057117 東京都港区東新橋一丁目 5 番 2 号 Tokyo (JP).

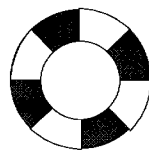
(74) 代理人: 鈴木 俊一郎 (SUZUKI, Shunichiro); 〒1410031 東京都品川区西五反田七丁目 1 3 番 6 号 五反田山崎ビル 6 階 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, 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, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,

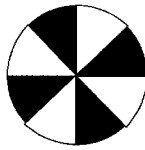
[続葉有]

(54) Title: DIVIDED CONJUGATED FILAMENT NONWOVEN FABRICS EXCELLENT IN LINT FREENESS AND PROCESS FOR PRODUCTION THEREOF

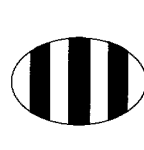
(54) 発明の名称: リントフリー性に優れる分割型複合長繊維不織布および製造方法



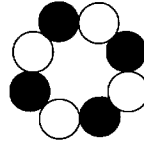
(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

(57) Abstract: A process for the production of divided filament nonwoven fabric, characterized by ejecting a polyester (A) and a polyolefin (B) which have melting points different from each other by less than 30°C through a spinneret having conjugated spinning nozzles in such a way that the polyester (A) and the polyolefin (B) come into contact with each other to form conjugated filaments, cooling the conjugated filaments with a cooling fluid while applying a tension to the filaments by the use of the cooling fluid or other fluid to make them finer, laying the resulting filaments on a collection belt to form a nonwoven fabric, and dividing the conjugated filaments into parts of the polyester (A) and parts of the polyolefin (B) by the use of a high-pressure liquid flow; divided filament nonwoven fabrics obtained by the process; and uses thereof. The invention provides a process for the production of divided filament nonwoven fabrics excellent in softness and lint freeness.

(57) 要約: 本発明は、融点差が 30°C 未満の範囲にあるポリエステル (A) とポリオレフィン (B) とを、ポリエステル (A) 部とポリオレフィン (B) 部が互いに接するように、複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐き出させ

[続葉有]



WO 2007/105503 A1



PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK,

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

て複合長繊維を紡出し、その紡出された複合長繊維を、冷却流体により冷却しながら、さらにその流体または別の流体によって張力を加えて該繊維を細くし、捕集ベルト上に堆積させて不織布とし、次いで高圧液体流を用いて不織布中の複合長繊維をポリエステル（A）部とポリオレフィン（B）部とに分割することを特徴とする分割繊維不織布の製造方法、当該製造方法で得られうる分割繊維不織布およびその用途に関する。本発明によれば、柔軟性およびリントフリー性に優れる分割繊維不織布の製造方法が提供される。

明 細 書

リントフリー性に優れる分割型複合長繊維不織布および製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、柔軟性、およびリントフリー性に優れた分割繊維不織布の、分割性に優れ、かつ低コストで生産可能な製造方法および当該製造方法で得られうる分割繊維不織布の用途に関する。

背景技術

[0002] 極細繊維からなる不織布は、柔軟性などに優れ、衣料、使い捨てオムツ、衛生用品、ワイピングクロスなどの材料として広く使用されているだけでなく、不織布であることから、空気中における浮遊粒子(以下、パーティクルと称する)を発生しがたい事を期待され、クリーンルーム等でも使用されてきた。クリーンルームは、コンタミネーションコントロールが行われている限定的な空間であって、空気中におけるパーティクルが限定された清浄度レベル以下に管理され、半導体集積回路、ディスプレイ製品等に代表される電子製品や光学製品、等の製造工程で幅広く利用されている。例えば、半導体集積回路はシリコン単結晶基盤上にトランジスタ、コンデンサ等の素子、それらを繋ぐ配線等を集積することで製造される。この場合、構成する素子や配線は数百nm～数オングストロームのスケールで管理される。その為、製造プロセスにおいては、サブミクロンサイズのパーティクルの混入は、そのまま素子の不良や配線の欠損を招き、半導体集積回路製造時の製品歩留まり低下につながる。また、製造装置自体が、前記スケールでの制御を目的として製造された超精密機器の為、製品歩留まりの低下にとどまらず、製造装置の損壊をも引き起こす事もある。

[0003] また、ディスプレイ製品を製造する場合には、パーティクルが表示部の欠陥の原因になる事がある。

[0004] 近年の半導体集積回路はますます微細化が進み、またディスプレイ製品の場合には表示部の大型化、高密度化が進んでいる。この様な状況下において、パーティクルが製造プロセスへの混入することによる、これら電子製品の歩留まり低下への影響はより高くなる傾向にある。従って、クリーンルーム内のパーティクル低減への要求は

ますます高まっている。従来からクリーンルーム内で使用される不織布として、ワイピングクロスが挙げられる。従来から使用されてきたワイピングクロスとしては、例えば、セルロース長繊維よりなる不織布ワイピングクロスが知られている。しかし、セルロース長繊維は繊維の脱落が少なからず発生する。また、ワイピングクロスの拭き取り性能は、繊維を細くする事により向上することが一般に知られているが、セルロース長繊維からの繊維の脱落は、繊維が細くなるほど著しくなる。そのため、ワイピングクロスそのものがパーティクルの発生源（以下、発塵ともいう）となりうることもあり、今後要求される、パーティクルが低減されたクリーンルーム内で使用するには好ましくない。なお、このようなパーティクルの原因となりうる物質の内、特に脱落繊維のことを一般的にリントと呼んでいる。

[0005] 一方、クリーンルームに使用される不織布はワイピングクロスに限らず、クリーン服、マスク等が挙げられる。この様な不織布に対しても、装着感の向上を目指し、繊維の極細化が要求させると共に、当然のごとく、パーティクルの発生源とならない事をも要求される。

[0006] この様な背景より、繊維の脱落（リント）が少ない極細繊維からなる不織布が求められている。

[0007] 極細繊維不織布を得る方法としては、互いに水膨潤性の異なるポリマーまたは非相溶性の複数のポリマー成分からなる多成分系フィラメントからなる布帛を高圧水流で処理する方法（特許文献1）、熱可塑性樹脂として、融点差が30～180℃ある繊維形成性低融点重合体と非相溶の繊維形成性高融点重合体を用いてなる交絡不織布（特許文献2）、あるいは相異なる2種類の樹脂を複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐出させて、延伸することにより所定の繊維度とした分割型複合繊維を捕集ベルト上に堆積させて不織布とし、さらに伸長力を加えることによって得られる繊維度0.01～2.0デニールの極細繊維不織布（特許文献3）など、種々の方法による不織布が提案されている。

[0008] しかしながら、特許文献1および特許文献2に具体的に記載された融点差が30℃を超える成分からなる分割型複合繊維は分割が不十分となることがあり、十分に分割させるためには工程が煩雑になる。また、不織布からのリントも少なくない。さらにまた

融点差が大きいため成形時に温度差が生じ、低融点側のポリマーの低分子量成分がガス化してノズル面に付着する、またノズル内での温度不均一が原因の糸切れが発生するなどにより生産性を大きく低減する問題がある。

[0009] また、特許文献2には、両重合体の融点差が30℃未満であると、ウェブを形成した後のポイント熱圧着工程において低融点重合体を融着処理する際、高融点重合体が悪影響を受けやすく、ウェブが収縮を起こしやすくなって寸法安定性が不良になったり、或いは熱圧着時の接着温度域が狭くなって温度制御が困難になるので、好ましくないと記載されており、また両重合体の融点差が30℃未満のものをを用いた具体例は一切記載されていない。

[0010] 特許文献3においては、実施例にあるようにギア延伸加工により分割される分割繊維不織布が開示されているが、例えばクリーンルーム内で使用される衣料あるいはワイピングクロスなどの用途としては、より改善された不織布の需要が高い。

特許文献1:特公平2-14458号公報

特許文献2:特公平7-49619号公報

特許文献3:国際公開公報 WO2005/042824

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0011] 本発明は、柔軟性に優れながら、例えばクリーンルーム内で使用される衣料あるいはワイピングクロスなど不織布表面が擦られる用途に用いる場合にもパーティクルの発生源とならず、繊維の脱落が少ない、即ち、リントフリー性に優れる分割繊維不織布を低コストで得ることを目的とし、種々検討した。その結果、意外なことに、融点差が30℃未満の範囲にあるポリエステル(A)とポリオレフィン(B)を用いることにより、分割性が極めて優れることが分かり、且つ得られる分割繊維不織布が、リントフリー性に優れることを見出した。

課題を解決するための手段

[0012] すなわち、本発明は、融点差が30℃未満の範囲にあるポリエステル(A)とポリオレフィン(B)とを、ポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とが互いに接するように、複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐出させて複合長繊維を紡出し、その紡出され

た複合長繊維を、冷却流体により、冷却しながら、さらにその流体または別の流体によって張力を加えて該長繊維を細くし、捕集ベルト上に堆積させて不織布とし、高圧液体流を用いて不織布中の複合長繊維をポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部に分割することを特徴とする分割繊維不織布の製造方法、当該製造方法で得られうる分割繊維不織布およびその用途を提供するものである。

- [0013] 上記ポリエステル(A)としては、上記ポリオレフィン(B)よりも高融点であることが好ましい。

発明の効果

- [0014] 本発明の分割繊維不織布は、複合長繊維を構成するポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)とに分割する際に、低エネルギーの高圧液体流で分割でき(分割性に優れ)、しかも複合長繊維を分割して得られる分割繊維不織布は、柔軟性、強度およびリントフリー性に優れるという特徴を有している。

図面の簡単な説明

- [0015] [図1]図1は、本発明に係る複合長繊維の横断面の一例を示した模式図である。(a)～(d)の5形態を挙げた。(e)は分割処理後の断面形態の一例である。図中、白塗り部分と黒塗り部分はそれぞれ組み合わせる樹脂を表す。

[図2]図2は、比較例で使用したギア延伸機の概略図である。(a)は不織布を加工した場合の概略図、(b)は不織布加工した場合の正面図、(c)正面図の一部を拡大したものを表す。図2(c)中、Wはギアピッチを表し、Hは噛合いを表す。

発明を実施するための最良の形態

- [0016] ポリエステル(A)

本発明に係る分割繊維不織布の複合長繊維を構成する成分の一つであるポリエステル(A)は、熔融紡糸が可能な種々公知のポリエステルである。

- [0017] これらポリエステル(A)の中でも、融点(T_m)が100～300℃の範囲にあるポリエステルが好ましく、融点(T_m)が150～300℃の範囲にあるポリエステルがより好ましい。融点(T_m)が低くなると、後述のポリオレフィン(B)と紡糸して複合長繊維を得る際に、ポリエステル部を固化させることが困難となることがあり、一方、融点(T_m)が高くなると、紡糸時に十分な冷却を行なえず、冷却遅れが原因のフィラメント同士

の融着が起こることがある。

[0018] 本発明に係るポリエステル(A)の融点(T_{me})および結晶化温度は、示差走査熱量計(DSC)を用いて、次の公知の方法で実施した。

[0019] まず、昇温速度;10℃/分で昇温したときの融解吸熱曲線の極値を与える温度より50℃程度高い温度まで昇温速度;10℃/分で昇温して、この温度で10分間保持する。

次いで、降温速度;10℃/分で30℃まで冷却して固化発熱曲線を求めた。再度、昇温速度;10℃/分で所定の温度まで昇温したときの融解曲線を求めた。ASTM D3419の方法にしたがって、かかる融解曲線から、融解吸熱曲線の極値を与える温度(T_p)を求め、かかる極値を与える温度の吸熱ピークを融点(T_{me})とし、固化発熱曲線の極値を与える温度を結晶化温度とした。

[0020] 本発明に係るポリエステル(A)は、溶融紡糸し得る限り、メルトフローレート(MFR、ASTM D-1238)は、特に限定はされない。例えば、ポリ乳酸を使用する場合は190℃、荷重2160g下におけるMFRが通常1~500g/10分、好ましくは5~100g/10分、さらに好ましくは10~50g/10分の範囲にある。また、ポリエチレンテレフタレートを使用する場合は、フェノール:テトラクロロエタン=1:1の混合溶媒中20℃で測定して得られる固有粘度[η]が通常0.1~1.2、好ましくは0.3~1.0、更に好ましくは0.5~0.8dl/gの範囲にある。

[0021] かかるポリエステル(A)は、脂肪族または脂環式ジカルボン酸成分(a1)、芳香族ジカルボン酸成分(a2)などのジカルボン酸成分(a)と脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物成分(b1)などのジヒドロキシ化合物成分(b)と、必要に応じて2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸成分(c1)とを重合させてなるポリエステル、あるいは2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸成分(c1)もしくはラクトン類(c2)を重合させてなるポリエステルである。

[0022] これらポリエステル(A)としては、具体的には、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート・イソフタレート共重合体、ポリエチレンナフタレート、ポリ1,4-シクロヘキシレンジメチレンテレフタレート等の芳香族ポリエステル、ポリ3-ヒドロキシブチレート、ポリ3-ヒドロキ

シバリレート、ポリカプロラクトン、ポリエチレンサクシネート、ポリブチレンサクシネート、ポリ乳酸、ポリグリコール酸あるいはその共重合体等の脂肪族ポリエステルなどを例示することができるが、かかるポリエステルに限定されることはない。

[0023] ポリエステル(A)には、本発明の目的を損なわない範囲で、通常用いられる酸化防止剤、耐候安定剤、耐光安定剤、帯電防止剤、防曇剤、ブロッキング防止剤、滑剤、核剤、顔料等の添加剤或いは他の重合体を必要に応じて配合することができる。

[0024] 脂肪族または脂環式ジカルボン酸成分(a1)

ポリエステル(A)を構成する成分の一つである脂肪族または脂環式ジカルボン酸成分(a1)は、特に限定はされないが、通常、脂肪族ジカルボン酸成分は2～10個の炭素原子(カルボキシル基の炭素も含めて)、好ましくは4～6個の炭素原子を有する化合物であり、線状であっても枝分かれしていてもよい。脂環式ジカルボン酸成分は、通常、7～10個の炭素原子、特に8個の炭素原子を有するものが好ましい。

[0025] また、脂肪族または脂環式ジカルボン酸成分(a1)は、2～10個の炭素原子を有するジカルボン酸を主成分とする限り、より大きい炭素原子数、例えば30個までの炭素原子を有するジカルボン酸成分を含むことができる。

[0026] かかる脂肪族または脂環式ジカルボン酸成分(a1)としては、具体的には、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、フマル酸、2, 2-ジメチルグルタル酸、スベリン酸、1, 3-シクロペンタジカルボン酸、1, 4-シクロヘキサンジカルボン酸、1, 3-シクロヘキサンジカルボン酸、ジグリコール酸、イタコン酸、マレイン酸および2, 5-ノルボルナンジカルボン酸等のジカルボン酸、かかるジカルボン酸のジメチルエステル、ジエチルエステル、ジ-n-プロピルエステル、ジ-イソプロピルエステル、ジ-n-ブチルエステル、ジ-イソブチルエステル、ジ-t-ブチルエステル、ジ-n-ペンチルエステル、ジ-イソペンチルエステルまたはジ-n-ヘキシルエステル等のエステル形成誘導体を例示できる。

[0027] これら、脂肪族または脂環式ジカルボン酸あるいはそのエステル形成誘導体は、単独かまたは2種以上からなる混合物として使用することもできる。

[0028] 芳香族ジカルボン酸成分(a2)

ポリエステル(A)を構成する成分の一つである芳香族ジカルボン酸成分(a2)は、

特に限定はされないが、通常、8～12個の炭素原子を有する化合物、とくに8個の炭素原子を有する化合物が挙げられる。

- [0029] かかる芳香族ジカルボン酸成分(a2)としては、具体的には、テレフタル酸、イソフタル酸、2,6-ナフトエ酸および1,5-ナフトエ酸並びにそのエステル形成誘導体を例示できる。芳香族ジカルボン酸のエステル形成誘導体としては、具体的には、芳香族ジカルボン酸のジ-C1～C6アルキルエステル、例えばジメチルエステル、ジエチルエステル、ジ-n-プロピルエステル、ジ-イソプロピルエステル、ジ-n-ブチルエステル、ジ-n-ブチルエステル、ジ-イソブチルエステル、ジ-t-ブチルエステル、ジ-n-ペンチルエステル、ジ-イソペンチルエステルまたはジ-n-ヘキシルエステル等を例示できる。これら芳香族ジカルボン酸またはそのエステル形成誘導体は、単独かまたは2種以上からなる混合物として使用することもできる。

[0030] 脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物成分(b1)

ポリエステル(A)を構成する成分の一つである脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物成分(b1)は、特に限定はされないが、通常、脂肪族ジヒドロキシ化合物成分であれば、2～12個の炭素原子、好ましくは4～6個の炭素原子を有する枝分かれまたは線状のジヒドロキシ化合物、脂環式ジヒドロキシ化合物成分であれば、5～10個の炭素原子を有する環状の化合物が挙げられる。

- [0031] かかる脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物成分(b1)としては、具体的には、エチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,2-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、2,4-ジメチル-2-エチルヘキサ-1,3-ジオール、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール、2-エチル-2-ブチル-1,3-プロパンジオール、2-エチル-2-イソブチル-1,3-プロパンジオール、2,2,4-トリメチル-1,6-ヘキサジオール、とくには、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオールおよび2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール(ネオペンチルグリコール)；シクロペンタンジオール、1,4-シクロヘキサジオール、1,2-シクロヘキサジメタノール、1,3-シクロヘキサジメタノール、1,4-シクロヘキサジメタノールおよび2,2,4,4-テトラメチル-1,3-シクロブタンジオール類およびジエチレングリコール、トリエチレ

ングリコールおよびポリオキシエチレングリコール等のポリオキシアルキレングリコール並びにポリテトラヒドロフラン等が例示でき、特に、ジエチレングリコール、トリエチレングリコールおよびポリオキシエチレングリコール又はこれらの混合物又は異なる数のエーテル単位を有する化合物が挙げられる。脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物成分は、異なる脂肪族または脂環式ジヒドロキシ化合物の混合物も使用することができる。

[0032] 2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸成分(c1)

ポリエステル(A)を構成する成分の一つである2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸成分(c1)は、特に限定はされないが、通常、1~10個の炭素原子を有する枝分かれまたは線状の二価脂肪族基を有する化合物が挙げられる。

[0033] かかる2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸成分(c1)としては、具体的には、例えば、グリコール酸、L-乳酸、D-乳酸、D, L-乳酸、2-メチル乳酸、3-ヒドロキシ酪酸、4-ヒドロキシ酪酸、2-ヒドロキシ-n-酪酸、2-ヒドロキシ-3, 3-ジメチル酪酸、2-ヒドロキシ-2-メチル酪酸、2-ヒドロキシ-3-メチル酪酸、ヒドロキシピバリン酸、ヒドロキシイソカプロン酸、ヒドロシカプロン酸等、かかる2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸のメチルエステル、エチルエステル、プロピルエステル、ブチルエステル、シクロヘキシルエステル等の2官能脂肪族ヒドロキシカルボン酸エステル形成誘導体を挙げることができる。

[0034] ラクトン類(c2)

ポリエステル(A)を構成する成分の一つであるラクトン類(c2)は、 ϵ -カプロラクトン、 δ -バレロラクトン、 β -メチル- δ -バレロラクトン等のラクトン類を挙げることができる。

[0035] ポリオレフィン(B)

本発明の複合繊維を構成する成分の一つであるポリオレフィン(B)は、溶融紡糸が可能な種々公知のポリオレフィン、具体的には、例えば、炭素数2~10の α -オレフィン、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテン、4-メチル-1-ペンテン、1-ヘキセン、1-オクテン、1-デセンなどの単独重合体あるいは共重合体、炭素数2~10の α -オレフィンと少量の極性モノマー、例えば、酢酸ビニルなどのビ

ニルエステル、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチルなどの(メタ)アクリル酸エステルなどとの共重合体、あるいはスチレン、 α -メチルスチレンのようなビニル基を有する芳香族ビニル化合物から得られる重合体、例えば、ポリスチレン、エチレン・スチレン共重合体なども含む重合体である。これらポリオレフィンの中でも結晶性のポリオレフィンが好ましい。

[0036] これらポリオレフィン(B)の中でも、融点(T_m)が100~350℃の範囲にあるポリオレフィンが好ましく、融点(T_m)が100~300℃の範囲にあるポリオレフィンがより好ましい。融点(T_m)が低くなると、前記ポリエステル(A)と紡糸して複合繊維を得る際に、ポリオレフィン部を結晶化させることが困難となる場合があり、一方、融点(T_m)が高くなると紡糸時に十分な冷却を行うことが困難となり、冷却遅れが原因となり複合繊維同士の融着が懸念される。

[0037] 本発明に係るポリオレフィン(B)の融点(T_m)および結晶化温度は、示差走査熱量計(DSC)を用いて次の公知の方法で実施した。

[0038] まず、昇温速度;10℃/分で昇温したときの融解吸熱曲線の極値を与える温度より50℃程度高い温度まで昇温速度;10℃/分で昇温して、この温度で10分間保持する。次いで、降温速度;10℃/分で30℃まで冷却して固化発熱曲線を求めた。再度、昇温速度;10℃/分で所定の温度まで昇温したときの融解曲線を求めた。ASTM D3419の方法にしたがって、かかる融解曲線から、融解吸熱曲線の極値を与える温度(T_p)を求め、かかる極値を与える温度の吸熱ピークを融点(T_m)とし、固化発熱曲線の極値を与える温度を結晶化温度とした。

[0039] 本発明に係るポリオレフィン(B)は、溶融紡糸し得る限り、メルトフローレート(MFR:ASTM D-1238、荷重2160g、但し、エチレン系重合体、1-ブテン系重合体およびエチレン・酸(誘導体)共重合体は190℃、プロピレン系重合体は230℃、4-メチル・1-ペンテン系重合体は260℃で測定)は、特に限定はされないが、通常1~1000g/10分、好ましくは5~500g/10分、さらに好ましくは10~100g/10分の範囲にある。また、本発明に係るポリオレフィン(B)の重量平均分子量(M_w)と数平均分子量(M_n)の比 M_w/M_n は、通常1.5~5.0である。紡糸性が良好で、かつ繊維強度が特に優れる複合繊維が得られる点で、さらには1.5~3.0が好ましい。

本発明において、良好な紡糸性とは、紡糸ノズルからの吐き出し時および延伸中に糸切れを生じず、フィラメントの融着が生じないことをいう。本発明において、 M_w および M_n は、GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)によって、公知の方法で測定することができる。

[0040] これらポリオレフィン(B)としては、具体的には、エチレンの単独重合体、あるいはエチレンと、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、4-メチル・1-ペンテン、1-オクテン等の1種以上のエチレンを除く α -オレフィンとの共重合体(エチレン・ α -オレフィン共重合体)として知られる、高圧法低密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン(所謂LLDPE)、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレンなどのエチレン系重合体;プロピレンの単独重合体(ポリプロピレン)あるいはプロピレンと、エチレン、1-ブテン、1-ヘキセン、4-メチル・1-ペンテン、1-オクテン等の1種以上のプロピレンを除く α -オレフィンとの共重合体であるプロピレン・エチレンランダム共重合体、プロピレン・エチレン・1-ブテンランダム共重合体、プロピレン・1-ブテンランダム共重合体(ポリプロピレンランダム共重合体)などのプロピレン系重合体;ポリ1-ブテン、1-ブテン・エチレンランダム共重合体、1-ブテン・プロピレンランダム共重合体などの1-ブテン系重合体;ポリ4-メチル・1-ペンテン、4-メチル・1-ペンテン・1-デセンランダム共重合体、4-メチル・1-ペンテンと炭素数12~20の1種以上の α -オレフィンとの共重合体などの4-メチル・1-ペンテン系重合体;エチレン・酢酸ビニル共重合体(EVA)、エチレン・(メタ)アクリル酸共重合体、エチレン・(メタ)アクリル酸エステル共重合体、アイオノマー等のエチレン・酸(誘導體)共重合体;エチレン・スチレン共重合体、アイソタクチックポリスチレンなどの結晶性ポリスチレン;などを例示できる。これらポリオレフィンは単独でも2種以上の組成物であってもよい。なお、上記ポリオレフィンが共重合体の場合、最初に記載された単量体からなる構成単位が、この共重合体の主成分である。

[0041] ポリオレフィン(B)には、本発明の目的を損なわない範囲で、通常用いられる酸化防止剤、耐候安定剤、耐光安定剤、帯電防止剤、防曇剤、ブロッキング防止剤、滑剤、核剤、顔料等の添加剤或いは他の重合体を必要に応じて配合することができる。

[0042] ポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の選択

本発明は、前記ポリエステル(A)および前記ポリオレフィン(B)として、その融点差が30℃未満、好ましくは25℃以下の組合せになるように、夫々ポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)を選択することが必要である。この範囲内において、製造安定性(紡糸時の安定性)を考慮すれば、ポリエステル(A)はポリオレフィン(B)よりも高融点であることが好ましい。かかる温度範囲にあるポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)を選択することにより、得られる複合長繊維を高圧液体流で容易に分割することができる。

[0043] また、融点差が小さいほど、低融点側の樹脂の分解を防ぐ事が出来、樹脂の分解による不織布製造時のトラブルの発生を防ぐ事が出来る。さらに、不織布が有機性揮発成分を発生する原因となる事をも防ぐ事が出来る。

[0044] ポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)の融点差が30℃以上の場合、複合長繊維は、分割し難くなり、目的の繊維度まで分割させるには、製造工程が煩雑になる。しかも得られる分割繊維不織布はリントフリー性に劣る。その詳細な理由は明らかではないが、高融点側の樹脂が、溶融時の延伸においての固化が低融点側の樹脂よりも速くなり応力集中する為、得られる複合長繊維の高融点側の表面が低融点側の樹脂に覆われ易くなり、その結果、得られる複合長繊維の分割が難しくなるとともに、覆った部分を分割する為に、覆った部分が不必要に裂け、リントが発生するものと推定される。

[0045] また、高融点側の樹脂を溶融するために高温で成形することから、低融点側の樹脂が分解し易くなる。そのため、分解物が紡糸ノズルに付着し、生産性が低下することがある。

[0046] 更に、生産性が低下するだけでなく、分解により生じた低分子量成分が、不織布中で増加する。そのため、得られた不織布から有機性の揮発成分が発生しやすくなる可能性がある。この有機性の揮発成分は、特に半導体集積回路を製造する際の、素子形成工程において、素子形成不良の一因とされている。従って、特に該工程の周辺で使用する場合には、この有機性の揮発成分の発生を抑えることが好ましい。

[0047] かかる観点から、本発明に係る複合長繊維を形成するポリエステル(A)およびポリ

オレフィン(B)との組合せとしては、融点(Tme)が150～180℃の範囲にあるポリ-L-乳酸もしくはポリ-D-乳酸、L-乳酸と少量のD-乳酸とが共重合してなる共重合体、あるいはD-乳酸と少量のL-乳酸とが共重合してなる共重合体などのポリ乳酸系重合体と、融点(Tmo)が135～162℃の範囲にあるプロピレン・エチレンランダム共重合体、プロピレン・1-ブテンランダム共重合体、プロピレン・エチレン・1-ブテンランダム共重合体などのプロピレン・ α -オレフィンランダム共重合体およびプロピレン単独重合体などのプロピレン系重合体とを、[ポリエステル(A)の融点(Tme)-ポリオレフィン(B)の融点(Tmo)]が、30℃未満になるように、適宜選択したものが好ましい。中でも、ポリ乳酸系重合体とプロピレン・ α -オレフィンランダム共重合体との組合せが、ポリ乳酸系重合体を、後述する配向結晶化させ易いという観点から、最も好ましい。

[0048] その他のポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)との組合せは、融点(Tme)が260℃のポリエチレンテレフタレートと融点(Tmo)が238℃の4-メチル・1-ペンテン・1-デセンランダム共重合体など、ポリエステル(A)とポリオレフィン(B)との融点差が上記範囲に入る重合体を選択することが最も好ましい。

[0049] 複合繊維および分割繊維不織布の製造方法

本発明の複合繊維は、前記ポリエステル(A)からなる部と前記ポリオレフィン(B)からなる部とが互いに接してなる複合繊維であって、ポリエステル(A)とポリオレフィン(B)とが分割する性質を有する複合繊維(分割型複合繊維ともいう)である。

[0050] 複合繊維の形状(断面)は、ポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とが互いに接する限り、特に限定はされないが、[図1(a)～図1(d)]などのように分割しやすい性質を有することが特に好ましい。

[0051] 本発明の分割繊維不織布の製造方法は、前記ポリエステル(A)および前記ポリオレフィン(B)の中から、融点差が30℃未満の範囲にあるポリエステル(A)とポリオレフィン(B)とを、ポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とが互いに接するように、複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐出させて、紡出された複合長繊維を、冷却流体により冷却しながら、さらにその流体または別の流体によって張力を加えてその長繊維を細くし、捕集ベルト上に堆積させて不織布とし、高圧液体流を用いて不織布中の

複合長繊維をポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とに分割することを特徴とする方法である。

[0052] 本発明の分割繊維不織布の製造方法として、スパンボンド法を例にとって説明する。前記ポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)を、それぞれ別個に押出機等で熔融し、各熔融物を図1(a)～図1(d)に例示されるように、放射状または平行あるいは並列に断面構造を形成するようにされた複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐出させて、複合長繊維を紡出させる。

[0053] この際、ポリエステル(A)、ポリオレフィン(B)の分解を考慮すると、これら樹脂の熔融温度は、ポリエステル(A)およびポリオレフィン(B)の融点のうち、より高温のものの融点よりも20～40℃高い温度範囲であることが好ましい。

[0054] 紡出された複合長繊維を、エアなどの冷却流体により冷却し、さらに延伸エアなどの流体によって長繊維に張力を加えて所定の繊度まで細くし、そのまま捕集ベルト上に所定の厚さに堆積させる。なお、冷却流体と、長繊維に張力を加えて繊維を細くするための流体とは、同一であっても、異なってもよい。次いで、必要に応じて熱エンボスロールによる熱融着等による熱エンボス加工を行う。熱エンボスロールによる熱融着の場合、エンボスロールのエンボス面積率は適宜決められるが、通常5～30%が好ましい。熱エンボスロールによる熱融着等による熱エンボス加工を行うと、よりリントフリー性に優れる不織布が得られる為好ましい。

[0055] この際、紡糸性が良好な範囲で成形温度、紡糸速度、冷却エア温度を適宜選択することによりポリエステル(A)が配向結晶化する様に製造すれば、よりリントフリー性に優れる不織布が得られる為好ましい。ここでいう配向結晶化とは、公知のX線による結晶性評価方法より評価したものである。

[0056] 配向結晶化させた場合に、よりリントフリー性に優れる不織布が得られる理由に関しては、詳細は不明であるが、結晶が繊維軸方向に配向することにより、繊維構造がより強化されていることによると推定される。

[0057] 以下、本発明の配向結晶化、即ち、結晶性と配向特性につき詳述する。

[0058] X線による結晶性と配向特性の評価については古くから多くの公知文献に紹介されており、現在では高分子の構造解析として確立された評価方法である。例えば、高

分子学会編,「高分子実験学講座 第2巻」,共立出版(1958)。仁田勇監修,「X線結晶学,上」,丸善(1959)。角戸,河合,斎藤編「高分子の構造と物性」,呉祐吉、久保輝一郎,工化,39,929(1939)等に記載されている。本発明における配向結晶性評価はこれら公知文献の評価方法に準じ、具体的には結晶性については広角X線回折プロファイルのX線の全散乱強度曲線を結晶領域の散乱寄与と非晶領域の散乱寄与とに分離して、それぞれの面積の全面積に対する比を結晶性指標値として評価する。例えば、ポリ乳酸では $2\theta:16^\circ$ および 18° 付近に結晶性の回折ピークを有することが知られ、また例えば、ポリエチレンテレフタレートでは $2\theta:17^\circ$ 、 18° および 26° 付近に結晶性の回折ピークを有することが知られ、また例えば、ポリトリメチレンテレフタレートでは $2\theta:9^\circ$ 、 15° 、 17° 、 19° 、 23° 、 25° 、 28° 付近、 29° 付近に結晶性の回折ピークを有することが知られ、また例えば、ポリブチレンテレフタレートでは $2\theta:9^\circ$ 、 16° 、 17° 、 20° 、 23° 、 25° 、 29° 付近に結晶性の回折ピークを有することが知られており、これらの結晶性の回折ピークが寄与する領域を結晶領域として、非晶領域との分離を行うことより評価する。

[0059] 配向性については、結晶性評価における結晶面ピークの方位角分布強度を測定して得られた方位角分布曲線(X線干涉図)において、ピークの半価幅(α)から下記の式より繊維軸方向への配向度(一般的にc軸配向度)を算出して評価する。

[0060] 配向度(F) = $(180^\circ - \alpha) / 180^\circ$ (α は方位角分布曲線におけるピーク半価幅)

ポリエステル(A)とポリオレフィン(B)からなる複合繊維の結晶性についてはポリエステル側に結晶ピークが観察されていればよいが、X線回折で求められる結晶性指標値で通常5以上、好ましくは10以上、更に好ましくは20以上である。また、配向度は通常0.8以上、好ましくは0.85以上、更に好ましくは0.9以上である。

[0061] 分割繊維不織布の製造方法

本発明の分割繊維不織布は、前記複合繊維からなる不織布に高压液体流により応力を与えることにより製造し得る。この工程は、前記公知の熔融紡糸の製造方法で不織布を得た後に引き続き、連続して高压液体流による処理を施してもよい。

[0062] 複合繊維からなる不織布に高压水流を与える場合は、具体的には、例えば、高压

液体流による複合繊維の分割と交絡の付与工程の前に、交絡等を促進させるために、不織布の構成単糸間に存在する空気を水で置換するのが好ましい。具体的には、ウェブに水を付与すればよい。

- [0063] 高压液体流は液体をノズル孔に通して高压ポンプで昇圧して噴射ですれば得ることができる。ノズル孔としては、通常、孔径が0.05～1.0mmであり、更に好ましくは0.1～0.5mmの範囲にある。また、高压液体流の圧力としては、通常50～600kgf/cm²、好ましくは50～250kgf/cm²の範囲にある。また、液体としては取扱いの容易さから、水または温水が適用され、公知の水質測定装置で比抵抗値が10MΩ・cm以上が好ましく、更に好ましくは15MΩ・cm以上の純水を使用する。
- [0064] ノズル孔と不織布との距離は、1～15cm程度が好適である。この距離が15cmを超えると、液体が不織布に与えるエネルギーが低下し、複合繊維の分割や交絡の効果が低下する傾向となる。また、1cm未満となると、不織布の地合が乱れる傾向となる。
- [0065] 一般的に、高压液体流のノズル孔は不織布の進行方向と交差する方向に列状に配置される。片面処理の場合、複合繊維の均一な分割や緊密な交絡結合を得るためには、噴射孔を2列以上、好ましくは3列以上で行うのがよい。高压液体流の圧力は、前段側で低く、後段側で高くするのが、地合の均一化のために好ましい。
- [0066] 更に、本発明に係る不織布の柄は、高压液体流の処理時に使用するスクリーンベルトのパターンを適宜選択することより、変更可能である。
- [0067] 高压液体流で分割処理を施された不織布は、その後、過剰の水分を機械的絞りで除去した後、乾燥・熱処理されて最終製品となる。熱処理温度時間は、単に水分の除去に留まらず、適度の収縮および結晶化の促進を許容するように選択することも可能である。熱処理は乾熱処理や湿熱処理であってもよい。
- [0068] 次いで、必要に応じてカレンダーロールによるカレンダー加工を行ってもよい。カレンダー加工を行うことにより表面毛羽立ちが抑えられ、よりリントフリー性に優れる不織布が得られる為好ましい。
- [0069] 分割繊維不織布

本発明の分割繊維不織布は前記製造方法により得られうる複合長繊維を形成するポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とを分割してなる不織布であり、目付けが

通常 $3\sim 200\text{g}/\text{m}^2$ 、好ましくは $10\sim 150\text{g}/\text{m}^2$ の範囲にある。

[0070] 本発明の分割繊維不織布を形成する分割繊維の繊度は、通常、 $0.001\sim 2.0$ デニール、好ましくは $0.001\sim 1.2$ デニールの範囲にある。

[0071] 本発明の分割繊維不織布は、リントフリー性が優れ、具体的には実施例に記載のJIS-B-9923(タンブリング法)に準拠した試験における $25\mu\text{m}$ 以下の発塵粒子数が通常5000個以下、好ましくは3000個以下の範囲である。

[0072] 本発明に係る不織布は、その使用目的に応じて、他の不織布、спанボンド不織布やメルトブローン不織布、レーヨン不織布との積層してもよい。ウェットワイパーとしての使用目的の場合、レーヨン不織布と積層することにより親水性能が改善した不織布が得られる為好ましい。また、フィルムや多孔性フィルムと積層してもよい。例えば、繊維径の比較的太いспанボンド不織布と分割型複合繊維不織布の積層体は、粒径の大きな粉塵と粒径の小さな粉塵を同時に拭取るようなワイピングクロス用途において好ましい形態である。分割型複合繊維不織布と他の製法で製造された不織布の接合方法としては、前記のニードルパンチ、ウォータージェット、超音波シール等の手段による交絡処理、あるいは熱エンボスロールによる熱融着処理、および接着剤接合が等の公知の方法が挙げられる

ワイピングクロス

本発明のワイピングクロスは、前記分割繊維不織布を拭取り面に有する。かかる分割繊維不織布をワイピングクロスの拭取り面に用いることによりリントの発生が少なく、拭取り性に優れたワイピングクロスを得られる。

[0073] クリーンルーム用物品

本発明の不織布はリントフリー性に優れ、パーティクルの発生源になり難いことから、クリーンルーム内で使用される物品(不織布)、即ちクリーンルーム用物品として特に好適に使用される。クリーンルーム用物品としては、クリーンルーム用ワイピングクロス、クリーンルーム用衣料、クリーンルーム用マスク等が挙げられる。

[0074] クリーンルーム用として用いる場合には、付着している大気塵等を除去するため洗浄処理を行う事が好ましく、該処理としては、例えば、ISOクラス5(FDIS14644-1, 1997年)のクリーンルーム内で非イオン性表面活性剤を用い、逆浸透処理で予め

生成された水又は温水(伝導度が4~6マイクローム/cm)で洗浄し、さらに比抵抗値が15MΩ・cm以上の半導体製造工程で使用する、いわゆる超純水と同スペックの水により十分な洗浄を行った後に、乾燥後、該雰囲気下でパッキングする等の工程が挙げられる。

- [0075] また、不織布の製造環境をクリーンルームとし、分割時の高圧水流を半導体製造工程で用いる超純水とすることにより、不織布の製造工程に洗浄工程を取り入れる方法でも良い。

実施例

- [0076] 以下、本発明を実験例により示すが、本発明は以下の実験例により限定されるものではない。なお、実験例で得られた不織布の分割率の測定、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性に関する評価、および繊維構造の解析は次の方法より行った。

- [0077] (1)分割率

得られた分割繊維不織布をエポキシ樹脂に包埋して、次いでミクロームで切断し、試料片を得る。これを電子顕微鏡[(株)日立製作所製S-3500N形 走査型電子顕微鏡]で観察し、得られた断面像より観察された分割繊維断面のセグメント数が1つの場合は分割率を100%とし、観察された分割繊維断面のセグメント数が2つ以上の場合は分割率を以下の式で算出した。これを繊維50本分観察し、その平均値を該分割繊維不織布の分割率とした。

- [0078] 分割率[%] = (総セグメント数 - 観察された分割繊維断面のセグメント数) / 総セグメント数 × 100

ここで、総セグメント数とは、分割型複合繊維のフィラメント横断面を形成するセグメントの総和のことである。例えば、図1(a)~(d)のようなフィラメント横断面を有する分割型複合繊維の場合は、総セグメントを8とする。

- [0079] 例えば、図1(a)のような総セグメント数8のフィラメントにおいて図1(e)のような分割繊維断面が観察された場合は、観察された分割繊維断面のセグメント数は3として、上式より分割率は62.5%とする。

- [0080] (2)繊度

得られた分割繊維不織布をエポキシ樹脂に包埋して、次いでミクロームで切断し

て試料片を得る。次いで、電子顕微鏡[(株)日立製作所製S-3500N形 走査型電子顕微鏡]で観察し、得られた断面像から未分割フィラメント30本を選び、その断面積を算出し、それらの平均値より未分割フィラメントの繊維度を求め、分割率をもちいて次の式により分割繊維の繊維度を算出した。

[0081] 分割繊維の繊維度＝未分割フィラメント繊維度／(総セグメント数×分割率／100)

(3) 剛軟性(45°カンチレバー法)

JIS L1096(6. 19. 1 A法 項)に準拠して、JIS Z8703(試験場所の標準状態)に規定する温度 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $65 \pm 2\%$ の恒温室内で幅20mm×150mmの試験片を流れ方向(MD)と横方向(CD)でそれぞれ5枚採取し、45°の斜面をもつ表面の滑らかな水平台の上に試験片の短辺をスケール基線に合わせて置く。次に、手動により試験片を斜面の方向に緩やかに滑らせて試験片の一端の中央点が斜面と接したとき他端の位置の移動長さをスケールによって読む。剛軟性(剛軟度)は試験片の移動した長さ(mm)で示され、それぞれ5枚の裏表について測定し、流れ方向(MD)および横方向(CD)それぞれの平均値で表した。

[0082] 剛軟度が低いほど不織布に柔軟性があると判断される。一般に流れ方向(MD)および横方向(CD)ともに剛軟度の値が50mm以下の場合に、柔軟性が良好と判断される。但し、必要な柔軟性は使用目的等によっても異なる為、必ずしもこの数値に制限されるものではない。

[0083] (4) 引張強度

JIS L1906(6. 12. 1 A法)に準拠して、JIS Z8703(試験場所の標準状態)に規定する温度 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $65 \pm 2\%$ の恒温室内で流れ方向(MD)に25cm、横方向(CD)に2. 5cmの不織布試験片を3枚採取し、チャック間200mm、引張速度200mm/分の条件で引張り試験機(インストロン ジャパン カンパニイリミテッド製 インストロン5564型)を用いて引張試験を行い、3枚の試験片について引張荷重を測定し、それらの最大値の平均値を引張強度とした。

[0084] (5) リントフリー性

付着している大気塵等を除去するための前処理として、ISOクラス5 (FDIS14644-1, 1997年)のクリーンルーム内で非イオン性表面活性剤を用いて不織布を60℃

の高温の水(不織布1kg当たり15リットル)で攪拌することより洗浄する。高温の水は逆浸透処理で予め生成された水で、伝導度が4~6マイクロオーム/cmである。次いで、比抵抗値が $15\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の水(不織布1kg当たり10リットル)により十分な洗浄を行い、70°Cで40分間乾燥を実施して、パッキング処理をした。

- [0085] この後、JIS-B-9923(タンブラリング法)に準拠して、ISOクラス5のクリーンルーム(FDIS14644-1, 1997年)中に設置したタンブラリング式発塵試験機(CW-HDT-102 赤土製作所製)を空運転し、試験機内が無塵状態であることを確認した。その後、パッキングされた25cm×25cmの試験片を開封して、試験片10枚をドラムのなかに投入し、ドラムを46回転/分で回転させた。試験機の運転開始30秒後から粒子計数器(Met One A2400B Hach Ultra Analytics製)を用いて、1立方フィート/分の吸引速度で1分間吸引し、試験機内雰囲気中のパーティクル(粒子)を測定した。測定値は、1立方フィート中のパーティクル数として評価した。この吸引操作を連続して行い計5回測定した。5回の測定値のうち、合計カウント数が最大値になる場合と、最小値になる場合を除き、残りの測定値(3回分)につき評価した。評価方法は、 $25\mu\text{m}$ 以下の粒子数について、粒子の大きさ毎に区分けして、それぞれの平均値(3回分)を求めた。パーティクル(粒子)数が少ないほど、不織布からの発塵粒子が少なく、リントフリー性に優れていると判断した。

- [0086] (6)繊維構造の解析

[結晶/非晶の有無の確認]

広角X線装置(リガク社製 RINT2500、付属装置:回転試料台、X線源:CuK α 、出力:50kV 300mA、検出器:シンチレーションカウンター)を用いて、光学系上、試料の手前にアルミニウム製薄膜を配し、常に試料重量が0.2gになるように秤量して充填ホルダーに詰め、試料全量にX線を照射し、ホルダーを回転しながら測定した広角X線回折プロファイルより以下の観点から複合繊維の結晶性を評価した。

- [0087] (イ)プロピレン単独重合体およびプロピレン・エチレン共重合体部の結晶の確認:
2 θ :15° および22° 付近にブロードなピークが観察される場合をスメチカ晶とし、
2 θ :14°、17°、18°、21°の全てにピークが観察される場合を α 晶とした。

- [0088] (ロ)ポリ乳酸重合体部の結晶の確認:

$2\theta:16^\circ$ および 18° 付近にピークが観察される場合を結晶質とし、
当該領域にピークが観察されない場合を非晶質とした。

[0089] (ハ) ポリエチレンテレフタレート部の結晶の確認:

$2\theta:17^\circ$ 、 18° および 26° 付近にピークが観察される場合を結晶質とし、
当該領域にピークが観察されない場合を非晶質とした。

[0090] [配向性の評価]

広角X線回折装置(リガク社製 RINT2550、付属装置:繊維試料台、X線源:Cu K α 、出力:40kV 370mA、検出器:シンチレーションカウンタ)を用いて、試料を繊維軸方向に並べて試料ホルダーに固定し、結晶面ピーク[ポリプロピレン系重合体:(110)]面、ポリ乳酸重合体部:(110)面及び(200)面)の方位角分布強度を測定して得られた方位角分布曲線(X線干渉図)において、ピークの半価幅(α)から下記の式より繊維軸方向の配向度(c軸配向度)を算出して評価した。下記式で求められる配向度において、下記式で求められる配向度において、0.8未満の場合は配向性が非常に低いと判断し、無配向とした。

[0091] 配向度(F) = $(180^\circ - \alpha) / 180^\circ$

(α は方位角分布曲線におけるピーク半価幅)

[結晶性の評価]

ポリ乳酸重合体部の結晶性の評価については以下のように実施した。回折プロファイルの $2\theta = 5^\circ$ 及び 35° を直線で結びベースラインとする。回折プロファイルのベースライン以下を除去した全強度をIとする。次に $2\theta = 16^\circ$ および 18° 付近のピークをピークとし、ポリプロピレン系重合体スメチカ晶ピークとポリ乳酸重合体ピークの谷を接線で結び、ポリ乳酸重合体ピークを分離し、両ピークの合せた強度を I_0 とする。次式よりポリ乳酸重合体結晶性指標値を求める。

[0092] ポリ乳酸重合体結晶性指標値 = $I_0 / I \times 100$

結晶性指標値が1未満の場合は、非晶質とした。

[0093] (7) 保水性

得られた分割繊維不織布を50mm×200mmの大きさに切断し、試験片を得る。この試験片重量 W_0 を量り、水中に3秒間浸漬する。次いで、30秒間大気中に保持して

付着した水分を滴下させ除去したのち、試験片重量 W_1 を量り、次式より吸水率を算出した。これを試験回数3回繰り返し、その平均値を吸水率とした。

$$\text{保水率}[\%] = (W_1 - W_0) / W_0 \times 100$$

実施例1

ポリエステル(A)として重量平均分子量 M_w :117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEA H-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(T_m);165℃]を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃のMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体($M_w/M_n=2.4$ 、融点(T_m);143℃、エチレン含有量;4mol%)を用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維を分割させるために孔径 $\phi 0.11\text{mm}$ のノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、60kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、織度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0094] 実施例2

ポリエステル(A)として重量平均分子量 M_w :117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEA H-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(T_m);165℃]を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃でのMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体(M_w/M_n ;2.4、融点(T_m);143℃、エチレン含有量;4mol%)を用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグ

メント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度1500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維を分割させるために孔径 $\phi 0.11\text{mm}$ のノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、 $60\text{kgf}/\text{cm}^2$ の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が $50\text{g}/\text{m}^2$ の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0095] 実施例3

ポリエステル(A)として重量平均分子量 M_w :117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEAH-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(T_m);165℃]を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃でのMFRが60g/10分のプロピレン単独重合体〔 M_w/M_n ;2.75、融点(T_m);163℃]を用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸系重合体の成形温度を190℃、プロピレン単独重合体の成形温度を200℃で溶融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用い第一樹脂と第二樹脂の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維の分割させるために孔径 $\phi 0.11\text{mm}$ のノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、 $60\text{kgf}/\text{cm}^2$ の水圧、ライン速度5m/minでウォータージェット加工を不織布表面と裏面に1回ずつ施し、目付量が $50\text{g}/\text{m}^2$ の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0096] 実施例4

ポリエステル(A)として重量平均分子量 M_w :117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEA H

-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(T_{me});165℃]を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃のMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体[M_w/M_n=2.4、融点(T_{mo});143℃、エチレン含有量;4mol%]にアルキルポリオキシエチレンアルコール($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{2.5}\text{OH}$)を2.5重量%練り込み添加したものを用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維を分割させるために孔径φ0.11mmのノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、60kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0097] 実施例5

ポリエステル(A)として重量平均分子量M_w:117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体[三井化学(株)製、商品名:LACEA H-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(T_{me});165℃]を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃のMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体[M_w/M_n=2.4、融点(T_{mo});143℃、エチレン含有量;4mol%]にアルキルポリオキシエチレンアルコール($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{2.5}\text{OH}$)を2.5重量%練り込み添加したものを用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複

合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積して目付量が20g/m²の分割型複合長繊維不織布を得た。次いで、1.7dtexで繊維長が40mmのレーヨンを用いてカード機で作成した10g/m²のレーヨン不織布を目付量が20g/m²の分割型複合長繊維不織布の間に積層させて、繊維を分割させるために孔径φ0.11mmのノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、60kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布とレーヨン不織布の積層体を作製した。得られた不織布について、分割率、織度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0098] 実施例6

ポリエステル(A)として重量平均分子量Mw:117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEA H-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(Tme);165℃〕を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃のMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体〔Mw/Mn=2.4、融点(Tmo);143℃、エチレン含有量;4mol%〕にアルキルポリオキシエチレンアルコール($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2)_{13}\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{2.5}\text{OH}$)を2.5重量%練り込み添加したものを用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、これをエンボスロールで加熱加圧処理(エンボス面積率18%、エンボス温度120℃)した。次いで、繊維を分割させるために孔径φ0.11mmのノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、60kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布につ

いて、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0099] 実施例7

ポリエステル(A)として重量平均分子量Mw:117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEA H-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(Tme);165℃〕を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃のMFRが60g/10分のプロピレン・エチレンランダム共重合体〔Mw/Mn=2.4、融点(Tmo);143℃、エチレン含有量;4mol%〕にアルキルポリオキシエチレンアルコール($\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2)_{13}\text{C}_2\text{H}_4(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{2.5}\text{OH}$)を2.5重量%練り込み添加したものを用い、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸の成形温度を190℃およびプロピレン・エチレンランダム共重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維を分割させるために孔径φ0.11mmのノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、60kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分で不織布表面と裏面にウォータージェット加工を1回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布を作製した。

[0100] 次いで、得られた分割繊維不織布にカレンダーロールで加熱加圧処理(100℃)を行った。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0101] 比較例1

ポリエステル(A)として固有粘度が0.77のポリエチレンテレフタレート〔三井化学(株)製、商品名:三井PET、融点(Tme);258℃〕とし、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、230℃でのMFRが15g/10分のプロピレン単独重合体〔Mw/Mn;3.0、融点(Tmo);163℃〕とし、それぞれ別個の押出機で熔融し、それぞれ別個の押出機でポリエチレンテレフタレートの成形温度を310℃、プロピレン単独重合体の成形

温度を270℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、繊維の分割処理のため孔径φ0.11mmのノズルを使用してノズルから不織布までの距離を10cmとして、100kgf/cm²の水圧、ライン速度5m/分でウォータージェット加工を不織布表面と裏面に4回ずつ施し、目付量が50g/m²の分割繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0102] 比較例2

ポリエステル(A)として重量平均分子量Mw:117000、荷重2160g、190℃でのMFRが47g/10分のポリL乳酸系重合体〔三井化学(株)製、商品名:LACEAH-900、L-乳酸/D-乳酸(共重合比)=98.5/1.5mol%、融点(Tme);165℃〕を、ポリオレフィン(B)として荷重2160g、MFR;60g/10分のプロピレン単体重合体〔Mw/Mn;2.75、融点(Tmo);163℃〕を用い、それぞれ別個の押出機で熔融し、それぞれ別個の押出機でポリL乳酸系重合体の成形温度を190℃、プロピレン単体重合体の成形温度を200℃で熔融し、総セグメント数が16である図1(a)のような断面形状となる分割型複合繊維紡糸用口金を用いて、ポリエステル(A)とポリオレフィン(B)の重量比が50/50である分割型複合長繊維を紡出し、その紡出された分割型複合長繊維を空気(25℃)により冷却しながら、糸速度2500m/分で延伸したのち、捕集ベルト上に堆積した。次いで、これをエンボスロールで加熱加圧処理(エンボス面積率18%、エンボス温度100℃)して目付量が50g/m²の分割型複合繊維不織布を作製した。

[0103] 次いで得られた不織布を図2に示すギア延伸機(ギアピッチ;5mm、ギア深さ;3.0mm)に通して横方向延伸処理をし、繊度;0.25デニールの極細繊維不織布を作製した。得られた不織布について、分割率、繊度、剛軟性、引張強度、リントフリー性、繊維構造、保水性を測定して評価した。結果を表1に示す。

[0104] [表1]

[illegible]

[0105] 表1から明らかなように、ポリエステル(ポリ乳酸系重合体)およびポリオレフィン(プロピレン系重合体)として、融点差が22℃(実施例1および実施例2)および融点差が2℃(実施例3)の重合体を用いてなる複合長繊維不織布は、ウォータージェット加工による分割性が90%以上と容易に分割でき、得られる分割繊維の繊度も細く、柔軟性に優れ、且つ当該分割繊維不織布はリントフリー性(実施例1:粒子数;1940個/ft³、実施例2:粒子数;2856個/ft³、実施例3:粒子数;4939個/ft³)に極めて優れていた。

[0106] それに対し、ポリエステル部とポリオレフィン部の融点差が101℃と大きい分割繊維(比較例2)は、分割性を上げるためにはウォータージェット加工を不織布表面と裏面に4回ずつ施す必要(比較例2)があり、さらに得られる分割繊維の繊度は細くなるが柔軟性は劣り、リントフリー性も(粒子数;5699個/ft³)と劣ったものとなった。

[0107] 一方、複合長繊維不織布をギア延伸機で分割して得られる分割繊維不織布(比較例2)は、リントフリー性(比較例3:粒子数;24695個/ft³)が極めて劣った。

産業上の利用可能性

[0108] 本発明の分割繊維不織布の製造方法により得られうる分割型複合繊維不織布は、柔軟性を有すると共に、衣料あるいはワイピングクロスなど不織布表面が擦られる用途に用いる場合に、繊維脱落がほとんどない。このため、半導体集積回路、ディスプレイ製品等に代表される電子製品や光学製品、等を製造する際のクリーンルーム内において使用される物品、即ち、クリーンルーム用衣料、マスク、ワイピングクロス等の材料として特に好適に使用できる。

[0109] また、高いリントフリー性を有する為、クリーンルーム内での用途以外の他の用途にも使用可能であり、各種ワイピングクロス、手術衣や医療用ガウンや産業用ガウンなどの衣料用不織布、包装布、使い捨てオムツやナプキンなどの衛生材料の表面材、ベッドシート、枕カバー等の寝具類、カーペットや人工皮革用基布等に幅広く使用することもできる。

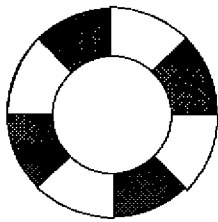
[0110] その他用途として、例えばVTRやコンパクト・ディスクのクリーニング布、ディスクの研磨、ろ過布、一般消費材としてはガラス、貴金属、高級置物品、窓ガラス、OA機器、自動車などのウインド、楽器、鏡などの汚れ落としや油膜取り、フローリング用、トイレ

レ用クリーナーなども挙げられる。

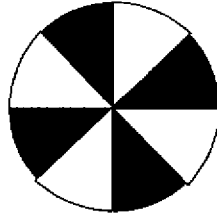
請求の範囲

- [1] 融点差が30℃未満の範囲にあるポリエステル(A)とポリオレフィン(B)とを、ポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)部とが互いに接するように、複合紡糸ノズルを有する紡糸口金から吐出させて複合長繊維を紡出し、その紡出された複合長繊維を、冷却流体により冷却しながら、さらにその流体または別の流体によって張力を加えて該長繊維を細くし、捕集ベルト上に堆積させて、次いで高圧流体流を用いて複合長繊維をポリエステル(A)部とポリオレフィン(B)とに分割することを特徴とする分割繊維不織布の製造方法。
- [2] ポリエステル(A)が、ポリオレフィン(B)よりも高融点である請求項1記載の分割繊維不織布の製造方法。
- [3] ポリエステル(A)がポリ乳酸系重合体である請求項1または2に記載の分割繊維不織布。
- [4] ポリオレフィン(B)がプロピレン・ α -オレフィンランダム共重合体である請求項1～3いずれかに記載の分割繊維不織布の製造方法。
- [5] 請求項1～5いずれかに記載の製造方法で得られる分割繊維不織布。
- [6] ポリエステル(A)部が配向結晶化してなることを特徴とする請求項5記載の分割繊維不織布。
- [7] JIS-B-9923(タンブリング法)に基づき、25cm×25cmの不織布片10枚を用いて測定される25 μ m以下の粒子数が5000個/ft³以下であることを特徴とする分割繊維不織布。
- [8] 分割繊維の繊維度が0.001～2.0デニールの範囲にある請求項6または7いずれかに記載の分割繊維不織布。
- [9] 請求項5～8いずれかに記載の分割繊維不織布を含むワイピングクロス。
- [10] 請求項5～8いずれかに記載の分割繊維不織布を含むクリーンルーム用物品。

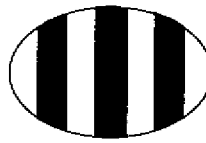
[図1]



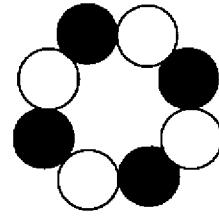
(a)



(b)



(c)

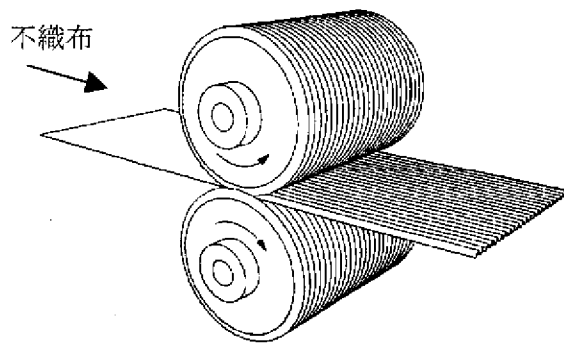


(d)

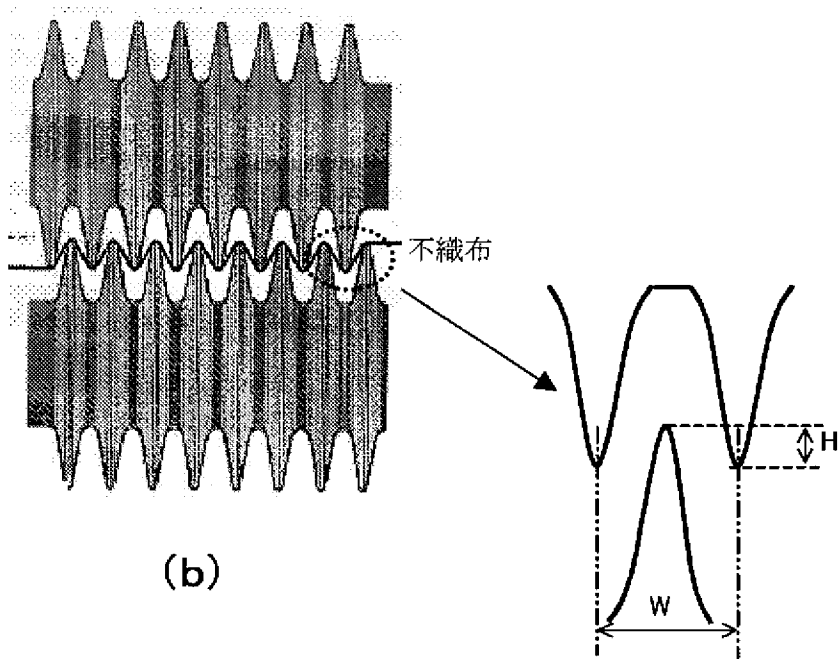


(e)

[図2]



(a)



(b)

(c)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/054027

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

D04H3/16(2006.01)i, A47L13/16(2006.01)i, D01F8/06(2006.01)i, D01F8/14(2006.01)i, D04H3/10(2006.01)i

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)

D04H1/00-18/00, D01F8/00-8/18, A47L13/16

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2007	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2007

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2-169720 A (Nippon Ester Kabushiki Kaisha), 29 June, 1990 (29.06.90), Full text (Family: none)	1-10
A	JP 10-204764 A (Chisso Corp.), 04 August, 1998 (04.08.98), Full text (Family: none)	1-10
A	JP 10-140471 A (Unitika Ltd.), 26 May, 1998 (26.05.98), Full text (Family: none)	1-10

☒ 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 application or patent 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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
10 May, 2007 (10.05.07)

Date of mailing of the international search report
22 May, 2007 (22.05.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/054027

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-313215 A (Ube-Nitto Kasei Co., Ltd.), 08 November, 1994 (08.11.94), Full text (Family: none)	1-10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. D04H3/16(2006.01)i, A47L13/16(2006.01)i, D01F8/06(2006.01)i, D01F8/14(2006.01)i, D04H3/10(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. D04H1/00-18/00, D01F8/00-8/18, A47L13/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2007年
日本国実用新案登録公報	1996-2007年
日本国登録実用新案公報	1994-2007年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 2-169720 A (日本エステル株式会社) 1990.06.29, 全文 (ファミリーなし)	1-10
A	J P 10-204764 A (チッソ株式会社) 1998.08.04, 全文 (ファミリーなし)	1-10
A	J P 10-140471 A (ユニチカ株式会社) 1998.05.26, 全文 (ファミリーなし)	1-10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10.05.2007

国際調査報告の発送日

22.05.2007

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

4 S

3 6 4 7

加賀 直人

電話番号 03-3581-1101 内線 3474

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 6 - 3 1 3 2 1 5 A (宇部日東化成株式会社) 1 9 9 4 . 1 1 . 0 8 , 全文 (ファミリーなし)	1 - 1 0