

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-238749  
(P2004-238749A)

(43) 公開日 平成16年8月26日(2004.8.26)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
DO1D 5/26	DO1D 5/26	4LO45
DO1D 5/00	DO1D 5/00	4LO47
DO4H 1/72	DO4H 1/72	B

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2003-27542 (P2003-27542)	(71) 出願人	000229542 日本バイリーン株式会社 東京都千代田区外神田2丁目14番5号
(22) 出願日	平成15年2月4日(2003.2.4)	(74) 代理人	100088155 弁理士 長谷川 芳樹
		(74) 代理人	100092657 弁理士 寺崎 史朗
		(74) 代理人	100113435 弁理士 黒木 義樹
		(72) 発明者	川部 雅章 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地 日本バイリーン株式会社内
		(72) 発明者	多羅尾 隆 茨城県猿島郡総和町大字北利根7番地 日本バイリーン株式会社内

最終頁に続く

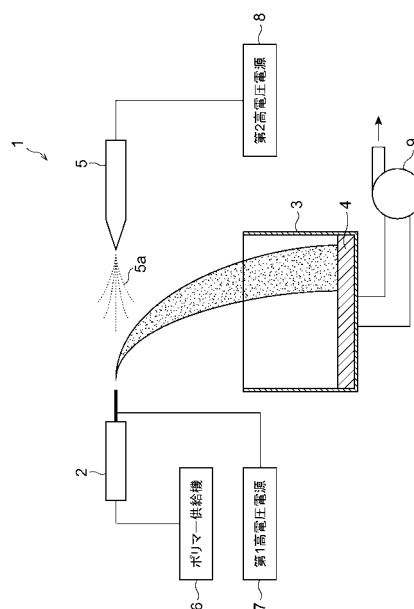
(54) 【発明の名称】 静電紡糸方法及び静電紡糸装置

(57) 【要約】

【課題】低密度で綿状の繊維集合体を製造することができる静電紡糸方法及び装置を提供する。

【解決手段】静電紡糸装置1は、繊維の原料となるポリマー溶液を吐出する紡糸ノズル2と、この紡糸ノズル2の先端下方に配置された繊維回収装置である繊維回収容器3内に配置された捕集部材(例えばネット、コンベアなど)4とを備えている。さらに、紡糸ノズル2に対向して配置され、吐出されて形成する繊維とは反対極性のイオンを発生するイオン発生手段であると共に、電氣的に繊維を吸引できる対向電極5を備えている。紡糸ノズル2には、ポリマー溶液を供給するポリマー溶液供給機6が接続されており、紡糸ノズル2及び対向電極5にはそれぞれ第1高電圧電源7及び第2高電圧電源8が接続されている。また、繊維回収容器3には、繊維を繊維回収容器3に吸引する吸引機9が設けられている。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

静電紡糸方法であって、  
 紡糸するポリマー溶液を紡糸空間へ供給するステップと、  
 前記供給して形成した繊維に、前記繊維とは反対極性のイオンを照射するステップと、及び  
 紡糸した繊維を回収するステップと  
 を含むことを特徴とする、静電紡糸方法。

## 【請求項 2】

静電紡糸方法であって、  
 対向した位置から、互いに反対極性のポリマー溶液を紡糸空間へ供給するステップと、及び  
 紡糸した繊維を回収するステップと  
 を含むことを特徴とする、静電紡糸方法。

## 【請求項 3】

前記繊維の回収を、紡糸空間を一方向に 5 ~ 100 cm / 秒で流れる空気により行うことを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の静電紡糸方法。

## 【請求項 4】

静電紡糸装置であって、  
 ポリマー溶液を紡糸空間へ供給できるポリマー供給部と、  
 前記ポリマー溶液に対して電荷を与えることのできる電荷付与手段と、  
 前記ポリマー供給部に対向しており、ポリマー溶液の供給により形成された繊維を電氣的に吸引することのできる対向電極と、  
 前記ポリマー供給部と前記対向電極間を飛翔中の繊維に対して、前記繊維の電荷と反対極性のイオンを照射できる手段と、及び  
 紡糸した繊維を回収できる繊維回収装置と  
 を備えることを特徴とする、静電紡糸装置。

## 【請求項 5】

前記イオン照射手段が電離放射線源である、請求項 4 に記載の静電紡糸装置。

## 【請求項 6】

前記イオン照射手段が交流放電素子である、請求項 4 に記載の静電紡糸装置。

## 【請求項 7】

静電紡糸装置であって、  
 ポリマー溶液を紡糸空間へ供給できる第 1 のポリマー供給部と、  
 前記第 1 のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液に対して電荷を与えることができる第 1 の電荷付与手段と、  
 前記第 1 のポリマー供給部に対向しており、ポリマー溶液を前記紡糸空間へ供給できる第 2 のポリマー供給部と、  
 前記第 2 のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液に対して前記第 1 のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液とは反対極性の電荷を与えることができる第 2 の電荷付与手段と、及び  
 紡糸した繊維を回収できる繊維回収装置と  
 を備えることを特徴とする、静電紡糸装置。

## 【請求項 8】

前記紡糸空間における、一方向への空気流速を 5 ~ 100 cm / 秒とすることができる手段をさらに備えることを特徴とする、請求項 4 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の静電紡糸装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

10

20

30

40

50

本発明は静電紡糸方法及び静電紡糸装置に関し、特に、繊維同士が接着していないか、或いは極めて弱く接着した低密度で綿状の繊維集合体を製造する静電紡糸方法及び静電紡糸装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、静電紡糸による高分子繊維集合体の製造は、原料となる高分子溶液を微細な孔を通して押し出しながら同時に電場を掛けると、高分子溶液中の溶媒が揮発し、凝固して高分子繊維を形成し、一定距離離れた場所に位置する回収装置等に集積される。この高分子繊維集合体は、数nm～数千nmの間の直径を有する繊維が3次元のネットワーク構造を成して集積した形態であり、単位体積当たりの表面積が非常に大きい。従って、他の製造方法により製造した高分子繊維集合体と比べて非常に大きな気孔度と比表面積を有する。

10

【0003】

このような繊維集合体の製造方法及び装置は、液状ポリマーを紡糸空間に供給できるノズル部を有する液だめ（高電圧に印加される、又は接地される）と、集積用対向電極（平板、ロール）とを備えている。ノズル部から電界により紡糸された繊維は、集積用対向電極上に集積され、その後、集積された繊維集合体を掻き取り装置等により回収している（例えば、特許文献1参照）。

【0004】

【特許文献1】

米国特許第2,048,651号明細書（第2-3頁、第2図）

20

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、この米国特許第2,048,651号明細書では、繊維が集積用対向電極上に直接電界の力で集積するので、帯電繊維による集積用対向電極との静電気力によりペーパー状の繊維集合体になり、低密度な綿状の繊維集合体として回収できないという問題点があった。また、電極上に掻きとり装置を設けた場合も、掻きとり後の繊維集合体は嵩高くはなく、断熱材などの嵩高な繊維集合体として利用できるものではない。さらに、集積した繊維同士が強固に接着している場合があった。

【0006】

本発明はこのような従来の問題点を解決するためになされたもので、繊維同士が接着していないか、或いは極めて弱く接着した低密度で綿状の繊維集合体を製造することができる静電紡糸方法及び静電紡糸装置を提供することを目的とする。

30

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明の請求項1に係る発明は、静電紡糸方法であって、紡糸するポリマー溶液を紡糸空間へ供給するステップと、前記供給して形成した繊維に、前記繊維とは反対極性のイオンを照射するステップと、及び紡糸した繊維を回収するステップとを含むことを特徴とする、静電紡糸方法である。

【0008】

請求項2に係る発明は、静電紡糸方法であって、対向した位置から、互いに反対極性のポリマー溶液を紡糸空間へ供給するステップと、及び紡糸した繊維を回収するステップとを含むことを特徴とする、静電紡糸方法である。

40

【0009】

請求項3に係る発明は、前記繊維の回収を、紡糸空間を一方向に5～100cm/秒で流れる空気により行う。

【0010】

請求項4に係る発明は、静電紡糸装置であって、ポリマー溶液を紡糸空間へ供給できるポリマー供給部と、前記ポリマー溶液に対して電荷を与えることのできる電荷付与手段と、前記ポリマー供給部に対向しており、ポリマー溶液の供給により形成された繊維を電氣的に吸引することのできる対向電極と、前記ポリマー供給部と前記対向電極間を飛翔中の繊

50

維に対して、前記繊維の電荷と反対極性のイオンを照射できる手段と、及び紡糸した繊維を回収できる繊維回収装置とを備えることを特徴とする、静電紡糸装置である。

【0011】

請求項5に係る発明は、前記イオン照射手段が電離放射線源である。

【0012】

請求項6に係る発明は、前記イオン照射手段が交流放電素子である。

【0013】

請求項7に係る発明は、静電紡糸装置であって、ポリマー溶液を紡糸空間へ供給できる第1のポリマー供給部と、前記第1のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液に対して電荷を与えることができる第1の電荷付与手段と、前記第1のポリマー供給部に対向してあり、ポリマー溶液を前記紡糸空間へ供給できる第2のポリマー供給部と、前記第2のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液に対して前記第1のポリマー供給部から供給されるポリマー溶液とは反対極性の電荷を与えることができる第2の電荷付与手段と、及び紡糸した繊維を回収できる繊維回収装置とを備えることを特徴とする、静電紡糸装置である。

10

【0014】

請求項8に係る発明は、前記紡糸空間における、一方向への空気流速を5～100cm/秒とすることができる手段をさらに備える。

【0015】

請求項1の発明によれば、紡糸空間へ供給して形成した繊維に、この繊維とは反対極性のイオンを照射するので、このイオンによって繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

20

【0016】

請求項2の発明によれば、対向した位置から、互いに反対極性のポリマー溶液を紡糸空間へ供給するので、反対の極性に帯電した繊維は互いに接触及び接近して電荷が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

【0017】

請求項3の発明によれば、前記繊維の回収を、紡糸空間を一方向にゆっくり流れる空気により行うので、繊維を効率的に回収できる。

30

【0018】

請求項4の発明によれば、ポリマー溶液の紡糸空間への供給により形成された繊維に、この繊維とは反対極性のイオンを照射できるため、このイオンによって繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

【0019】

請求項5の発明によれば、電離放射線源により紡糸ノズルと対向電極間の電位差の形成とは独立してイオンを発生させ照射することができるため、イオンの照射量の制御が容易であり、安定して低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

【0020】

請求項6の発明によれば、交流放電素子により紡糸ノズルと対向電極間の電位差の形成とは独立してイオンを発生させ照射することができるため、イオンの照射量の制御が容易であり、安定して低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

40

【0021】

請求項7の発明によれば、第1及び第2のポリマー供給部を使用することにより繊維量を増やすことができるため、繊維集合体の生産性に優れている。また、繊維径が異なる、繊維構成材の組成が異なるなど、異種の繊維が混在する繊維集合体を製造できる。

【0022】

請求項8の発明によれば、繊維の捕集性に優れ、安定して繊維集合体を製造することができる。

50

## 【0023】

## 【発明の実施形態】

## 実施形態 1

図1は、この発明の実施形態1による静電紡糸装置を示す概略図である。図において、静電紡糸装置1は、繊維の原料となるポリマー溶液を吐出する紡糸ノズル2と、この紡糸ノズル2の先端下方に配置された繊維回収装置である繊維回収容器3内に配置された捕集部材(例えばネット、コンベアなど)4とを備えている。さらに、紡糸ノズル2に対向して配置され、吐出されて形成する繊維とは反対極性のイオンを発生するイオン発生手段であると共に、電氣的に繊維を吸引できる対向電極5を備えている。紡糸ノズル2には、ポリマー溶液を供給するポリマー溶液供給機6が接続されており、紡糸ノズル2及び対向電極5にはそれぞれ第1高電圧電源7及び第2高電圧電源8が接続されている。また、繊維回収容器3には、繊維を繊維回収容器3に吸引する吸引機9が設けられている。

10

## 【0024】

紡糸ノズル2としては、内径0.01~5ミリ程度の金属・非金属パイプを使用できる。また、図2に示すように、ポリマー溶液21を収容したポリマー溶液容器22中に回転するノコギリ状歯車20を浸漬させ、対向電極5に向かうノコギリ状歯車20の先端部20aを電極とするエッジ電極を使用できる。同様に図3に示すように、ワイヤ20bをローラー23によってポリマー溶液容器22内を回転させ、ポリマー溶液を載せたコンベア状のワイヤ20bを電極として使用することもできる。なお、図3においては、対向電極(図示しない)は、紙面に垂直に配置されている。さらに、従来の種々の静電紡糸用電極を利用することもできる。

20

## 【0025】

対向電極5としては、コロナ放電用ニードル(高電圧印加あるいは接地でもよい)、コロナ放電用ワイヤ(高電圧印加あるいは接地でもよい)、交流放電素子などが使用できる。また、交流放電素子として、図4に示すような沿面放電素子を使用できる。すなわち図4において、沿面放電素子25は、誘電体基板26(例えば、アルミナ膜)を挟んで放電電極27及び誘起電極28を設け、これらの電極間に交流の高電圧を印加することにより、放電電極27部分で沿面放電を起こし、正及び負のイオンを生成させることができる。

## 【0026】

本発明の紡糸装置に使用可能なポリマーには、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、ポリフッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体、ポリアクリロニトリル(PAN)、ポリアクリロニトリル-メタクリレート共重合体、ポリメタクリル酸メチル、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン-アクリレート共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロン12、ナイロン-4,6などのナイロン系、アラミド、ポリベンズイミダゾール、ポリビニルアルコール、セルロース、酢酸セルロース、酢酸セルロースブチレート、ポリビニルピロリドン-酢酸ビニル、ポリ(ビス-(2-(2-メトキシ-エトキシエトキシ)ホスファゼン)(poly(bis-(2-(2-methoxy-ethoxy)ethoxy)phosphazene);MEEP)、ポリプロピレンオキサイド、ポリエチレンイミド(PEI)、ポリこはく酸エチレン(poly(ethylene succinate))、ポリアニリン、ポリエチレンサルファイド、ポリオキシメチレン-オリゴ-オキシエチレン(poly(oxymethylene-oligo-oxymethylene))、SBS共重合体、ポリヒドロキシ酪酸、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンオキサイド、コラーゲン、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリD,L-乳酸-グリコール酸共重合体、ポリアリレート、ポリプロピレンフマレート(poly(propylene fumarates))、ポリカプロラク톤などの生分解性高分子、ポリペプチド、タンパク質などのバイオポリマー、コールタールピッチ、石油ピッチなどのピッチ系などの熔融または適正溶媒に溶解可能な様々なポリマーが適用可能であり、これらの共重合体及び混合物なども使用可能である。また、金属アルコキシドを加水分解した曳糸性のゾル溶液も使用可能である。

30

40

## 【0027】

50

さらに、前記ポリマー溶液に合成樹脂などのエマルジョン或いは有機、無機物の粉末を混合して用いることも可能である。ポリマーの溶媒には、例えば、(a)揮発性の高いアセトン、クロロホルム、エタノール、イソプロパノール、メタノール、トルエン、テトラヒドロフラン、水、ベンゼン、ベンジルアルコール、1,4-ジオキサン、プロパノール、四塩化炭素、シクロヘキサン、シクロヘキサノン、塩化メチレン、フェノール、ピリジン、トリクロロエタン、酢酸などと、(b)揮発性が相対的に低いN,N-ジメチルホルムアミド(DMF)、ジメチルスルホキシド(DMSO)、N,N-ジメチルアセトアミド(DMAC)、1-メチル-2-ピロリドン(NMP)、エチレンカーボネート(EC)、プロピレンカーボネート(PC)、ジメチルカーボネート(DMC)、アセトニトリル(AN)、N-メチルモルホリン-N-オキシド、ブチレンカーボネート(BC)、1,4-ブチロラクトン(BL)、ジエチルカーボネート(DEC)、ジエチルエーテル(DEE)、1,2-ジメトキシエタン(DME)、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン(DMI)、1,3-ジオキソラン(DOL)、エチルメチルカーボネート(EMC)、メチルホルマート(MF)、3-メチルオキサゾリジン-2-オン(MO)、メチルプロピオネート(MP)、2-メチルテトラヒドロフラン(METHF)、スルホラン(SL)などがある。

10

20

30

40

50

#### 【0028】

好ましくは、ポリマーを溶解させる溶媒として、前記揮発性の高い溶媒または揮発性の高い溶媒と相対的に低い揮発性を有する溶媒とを混合した混合溶媒を用いれば、溶媒の揮発性を増加させたり溶液の粘度を低下させることができるので、個々のノズルからの吐出量を増加させて生産性を向上させることができる。

#### 【0029】

以上のような静電紡糸装置1により繊維を紡糸する方法は、次のように行われる。まず、紡糸する繊維の原料となるポリマー溶液をポリマー供給機6から紡糸ノズル2に供給する。次に、紡糸ノズル2及び対向電極5間に高電圧を印加した状態で、紡糸ノズル2先端からポリマー溶液を吐出する。すると、帯電した液状のポリマーはその溶媒が揮発し、凝固して繊維となり対向電極5に向かって進行する。このとき、紡糸ノズル2に対向して配置された対向電極5から、繊維に向かってイオン5aが照射される。このイオンによって繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力に従って落下、あるいは微風により繊維が繊維回収容器3で回収される。従って、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。

#### 【0030】

なお、イオンの発生及び照射は、連続的に又は不連続的に行うことができる。また、紡糸ノズル2と対向電極5との間に電界が生じれば良く、いずれか一方のみに高電圧を印加し、他方を接地しても良い。また、紡糸ノズル2は加熱されていても、加熱されていなくても良い。

#### 【0031】

##### 実施形態2

図5は、この発明の実施形態2による静電紡糸装置を示す概略図である。図において、静電紡糸装置1Aは、実施形態1におけるイオンを発生できると共に、繊維を吸引できる対向電極5に替えて、電離放射線を照射できる電離放射線源10と、繊維を吸引できるネット状の対向電極5(第3高電圧電源11に接続されている)を用いた以外は、静電紡糸装置1と同様な構成であり、重複する説明は省略する。

#### 【0032】

静電紡糸装置1Aにおいて、第1高電圧電源7及び/又は第3高電圧電源11により所定の電圧を紡糸ノズル2及び/又は対向電極5に印加することにより、紡糸ノズル2と対向電極5との間に電位差が生じ、繊維は電氣的に吸引されて、対向電極5に向かって飛翔する。この飛翔する繊維に対して、電離放射線10aが照射され、気体をイオン化し、イオン源として作用する。これにより、繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力に従って落下、あるいは微風により繊維が繊維回収容器3で回収される。従って、

低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。電離放射線源 10 を使用した場合には、その線量を紡糸ノズル 2 と対向電極 5 との間の電位差の形成とは独立して調節できるため、安定して繊維集合体を得ることが可能である。

【0033】

なお、電離放射線源 10 としては種々の放射線源を使用することができ、特に X 線照射装置が望ましい。なお、対向電極 5 は紡糸ノズル 2 との間に電位差が生じていれば良く、接地されていても電圧が印加されていても良い。また、電離放射線源 10 は、繊維に対して放射線を照射できれば良く、対向電極 5 の背後に位置している必要はない。さらに、対向電極 5 はネット状である必要はなく、電離放射線が透過できれば種々の部材が使用でき、蒸着フィルムであっても使用可能である。

10

【0034】

実施形態 3

図 6 は、この発明の実施形態 3 による静電紡糸装置を示す概略図である。図において、静電紡糸装置 1 B は、第 1 紡糸ノズル 2 a と第 2 紡糸ノズル 2 b とが、互いに対向して配置されている。第 1 紡糸ノズル 2 a には、ポリマー溶液を供給する第 1 ポリマー供給機 6 a 及び高電圧を印加する第 1 高電圧電源 7 が接続され、第 2 紡糸ノズル 2 b には、ポリマー溶液を供給する第 2 ポリマー供給機 6 b 及び第 1 高電圧電源 7 とは反対極性の高電圧を印加する第 2 高電圧電源 8 がそれぞれ接続されている。その他は実施形態 1 における静電紡糸装置 1 と同様な構成であり、重複する説明は省略する。

【0035】

静電紡糸装置 1 B において、第 1 高電圧電源 7 及び第 2 高電圧電源 8 により互いに反対極性の電圧をそれぞれ第 1 紡糸ノズル 2 a 及び第 2 紡糸ノズル 2 b に印加しながら、第 1 紡糸ノズル 2 a 及び第 2 紡糸ノズル 2 b からポリマー溶液を吐出する。すると、互いに反対極性に帯電された繊維は、対向して吐出されることにより接触及び接近して電荷が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力に従って落下、あるいは微風により繊維が繊維回収容器 3 で回収される。従って、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができる。また、第 1 紡糸ノズル 2 a からのポリマー溶液吐出条件と、第 2 紡糸ノズル 2 b からのポリマー溶液吐出条件とが異なるように調整することにより、繊維径が異なる、繊維構成材の組成が異なるなど、異種の繊維が混在する繊維集合体を製造できる。

20

【0036】

なお、第 1 紡糸ノズル 2 a 及び第 2 紡糸ノズル 2 b からのポリマー溶液の吐出は、連続的に又は不連続的に行うことができる。また、第 1 紡糸ノズル 2 a と第 2 紡糸ノズル 2 b との間に電界が生じれば良く、これらのいずれか一方のみに高電圧を印加し、他方を接地しても良い。また、第 1 紡糸ノズル 2 a 及び第 2 紡糸ノズル 2 b は加熱されていても、加熱されていなくても良い。

30

【0037】

上述した実施形態 1 ~ 3 においては、1 つの紡糸ノズル 2、2 a、2 b に対して 1 本の紡糸ノズルを使用した態様であるが、紡糸ノズルは 1 本である必要はなく、生産性を高めるために、2 本以上の紡糸ノズルを備えていることができる。

【0038】

また、実施形態 1 ~ 3 においては、紡糸空間における空気の速度を 5 ~ 100 cm / 秒、好ましくは 10 ~ 50 cm / 秒とすることができるように、捕集部材 4 の下方に吸引装置 9 を設けているが、吸引装置 9 に加えて、又はこれに替えて、送風装置を捕集部材 4 の上方に設けることができる。これによって、繊維の捕集性を向上させ、安定して繊維集合体を製造することができる。

40

【0039】

【実施例】

以下、実施例及び比較例に基づいて、本発明をさらに詳細に説明する。

【0040】

実施例 1 ~ 11 及び比較例 1

50

実施例 1 ~ 11 及び比較例 1 について、紡糸に使用したポリマー、紡糸条件及び回収方法などを以下の表にまとめて示した。紡糸ノズルとしては、内径 0.6 mm の金属製注射針（先端はカットしたもの）を使用した。また、対向電極 5 としては、次の A ~ E を用いた。

A : 先端の曲率半径が 5  $\mu$ m のタングステンニードル、

B : 直径 25  $\mu$ m のタングステンワイヤ、

C : 図 4 に示すように、ステンレス板 28 上に厚さ 1 mm のアルミナ膜 26 を溶射し、その上に直径 50  $\mu$ m のタングステンワイヤ 27 を 10 mm の等間隔で張った沿面放電素子（タングステンワイヤ 27 面を紡糸ノズルと対向させると共に接地し、ステンレス板 28 とタングステンワイヤ 27 間に交流高電圧電源 29 により 20 KHz の交流高電圧を印加）

10

D : 直径 0.1 mm、目開き 5 mm のステンレスメッシュ、

E : 内径 0.6 mm の金属製注射針（先端はカットしたもの）を使用した。

【0041】

また、イオン照射手段として、次の V ~ Z を使用した。すなわち、

V : 先端の曲率半径が 5  $\mu$ m のタングステンニードル（つまり対向電極とイオン照射手段とを兼ねる）、

W : 直径 25  $\mu$ m のタングステンワイヤ（つまり対向電極とイオン照射手段とを兼ねる）

、

X : ステンレス板上に厚さが 1 mm のアルミナ膜を溶射し、その上に直径 50  $\mu$ m のタングステンワイヤを 10 mm の等間隔で張った沿面放電素子（つまり対向電極とイオン照射手段とを兼ねる）、

20

Y : 9.5 keV の最大エネルギーをもつ軟 X 線（加速電子線平均出力 10 W）を照射可能な電離放射線源、

Z : 内径 0.6 mm の金属製注射針（先端はカットしたもの、つまり対向電極とイオン照射手段とを兼ねる）を使用した。

【0042】

紡糸した繊維の回収方法は、重力による自然落下、風速 10 cm / 秒程度の微風を電極間に送風し（表中、「気流」で示す）、間口 20 cm 角、風速 10 cm / 秒に設定した回収容器で回収した。

30

【0043】

【表 1】

実施例及び比較例	ポリマー	溶媒	濃度(重量%)	紡糸ノズルと対向電極との距離(mm)	吐出量(cc/時間)	対向電極	イオン発生電極	第1電源(KV)	第2電源(KV)	回収方法	繊維の回収状態など
実施例1	PAN	DMF	10	200	1	A	V	+10	-5	重力落下	綿状集合体
実施例2	PAN	DMF	10	200	1	A	V	+10	-5	気流	綿状集合体
実施例3	PAN	DMF	10	200	1	A	V	0(接地)	-15	気流	綿状集合体、紡糸ノズルの近くで繊維落下
実施例4	PAN	DMF	10	150	1	A	V	+20	0(接地)	気流	綿状集合体、イオン発生電極の近くで落下
実施例5	PAN	DMF	10	150	1	B	W	+10	-10	気流	綿状集合体
実施例6	PAN	DMF	10	200	1	C	X	+15	10W/DC0KV	気流	綿状集合体、イオン発生電極近くで落下
実施例7	PAN	DMF	10	200	1	C	X	+15	30W	気流	綿状集合体、中間付近で落下
実施例8	PAN	DMF	10	200	1	D	Y	+15	0(接地)	気流	綿状集合体
実施例9	SiO <sub>2</sub> ゾル	EtOH	*1	200	1	A	V	-15	+5	気流	綿状集合体
実施例10	SiO <sub>2</sub> ゾル	EtOH	*1	200	1	D	Y	-20	0(接地)	対向電極上	見掛密度約0.01g/cm <sup>3</sup> の綿状集合体
実施例11	PAN	DMF	10	200	1/1本当り	E	Z	+9	-9	気流	綿状集合体、電極間で衝突落下
比較例1	PAN	DMF	10	200	1	ステンレス平板	イオン発生電極なし	+15	0(接地)	ステンレス平板上	見掛密度約0.1g/cm <sup>3</sup> のシート状

\*1: 未確認

なお、表中、実施例9及び10における「SiO<sub>2</sub>ゾル」は、金属化合物としてテトラエトキシシラン、溶媒としてエタノール、加水分解のための水、及び触媒として1規定の塩酸を、1:5:2:0.003のモル比で混合し、温度78で10時間の還流操作を行い、次いで、溶媒をロータリーエバポレーターにより除去して濃縮した後、温度60に加熱して形成した、粘度が2ポイズのゾル溶液である。また、表中の「ポリマー」は、そ

れぞれ P A N : ポリアクリロニトリル、D M F : N , N - ジメチルホルムアミド、E t O H : エタノールである。

【 0 0 4 4 】

実施例 1 0 においては、図 7 に示すように、上方に紡糸ノズル 2 を配置し、下方に電離放射線源 1 0 を配置し、これらの紡糸ノズル 2 及び電離放射線源 1 0 の間の電離放射線源 1 0 近傍に対向電極 5 を設けた静電紡糸装置 1 C を使用した。電離放射線 1 0 a の照射により帯電が中和された繊維の回収方法は、重力に従って、対向電極 5 上に繊維を堆積させて繊維集合体 3 0 を回収した。

【 0 0 4 5 】

表から明らかのように、本発明による紡糸方法及び装置によれば、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができた。 10

【 0 0 4 6 】

実施例 1 2

実施例 9 及び 1 0 の繊維集合体を 1 日室温乾燥した後、8 0 0 で 2 時間焼成した。焼成後の繊維集合体も綿状の集合体であった。このように、本発明により紡糸された繊維集合体は、焼成後においても綿状の嵩高な状態を維持できることがわかった。

【 0 0 4 7 】

比較例 2

実施例 1 0 の条件で対向電極のみをロールにし、X 線を用いず対向電極上に繊維を集積した後に、米国特許第 2 , 0 4 8 , 6 5 1 号明細書に記載のような掻きとり装置で掻きとった。掻きとり後の繊維集合体は掻きとり時の接触圧でだま状になった。このものを 8 0 0 20 で焼成した後に電子顕微鏡で観察したところ、いたるところで繊維同士が接着した塊状のものであった。

【 0 0 4 8 】

【 発明の効果 】

以上説明したように、請求項 1 の発明によれば、紡糸空間へ供給して形成した繊維に、この繊維とは反対極性のイオンを照射するので、このイオンによって繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができるという効果を奏する。

【 0 0 4 9 】

請求項 2 の発明によれば、対向した位置から、互いに反対極性のポリマー溶液を紡糸空間へ供給するので、反対の極性に帯電した繊維は互いに接触及び接近して電荷が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができるという効果を奏する。 30

【 0 0 5 0 】

請求項 3 の発明によれば、前記繊維の回収を、紡糸空間を一方向にゆっくり流れる空気により行うので、繊維を効率的に回収できるという効果を奏する。

【 0 0 5 1 】

請求項 4 の発明によれば、ポリマー溶液の紡糸空間への供給により形成された繊維に、この繊維とは反対極性のイオンを照射できるため、このイオンによって繊維の帯電が中和され、静電気力による飛翔力を失い、重力によって落下し、低密度で綿状の繊維集合体を得ることができるという効果を奏する。 40

【 0 0 5 2 】

請求項 5 の発明によれば、電離放射線源により紡糸ノズルと対向電極間の電位差の形成とは独立してイオンを発生させ照射することができるため、イオンの照射量の制御が容易であり、安定して低密度で綿状の繊維集合体を得ることができるという効果を奏する。

【 0 0 5 3 】

請求項 6 の発明によれば、交流放電素子により紡糸ノズルと対向電極間の電位差の形成とは独立してイオンを発生させ照射することができるため、イオンの照射量の制御が容易であり、安定して低密度で綿状の繊維集合体を得ることができるという効果を奏する。 50

## 【0054】

請求項7の発明によれば、第1及び第2のポリマー供給部を使用することにより繊維量を増やすことができるため、繊維集合体の生産性に優れているという効果を奏する。また、繊維径が異なる、繊維構成材の組成が異なるなど、異種の繊維が混在する繊維集合体を製造できるという効果も奏する。

## 【0055】

請求項8の発明によれば、繊維の捕集性に優れ、安定して繊維集合体を製造することができるという効果を奏する。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の実施形態1による静電紡糸装置を示す概略図である。

10

【図2】ポリマー溶液中に浸したエッジ電極を示す概略図である。

【図3】ポリマー溶液中に浸したコンペア状のワイヤ電極を示す概略図である。

【図4】(a)は沿面放電素子を示す概略平面図であり、(b)は沿面放電素子を示す概略側面図である。

【図5】この発明の実施形態2による静電紡糸装置を示す概略図である。

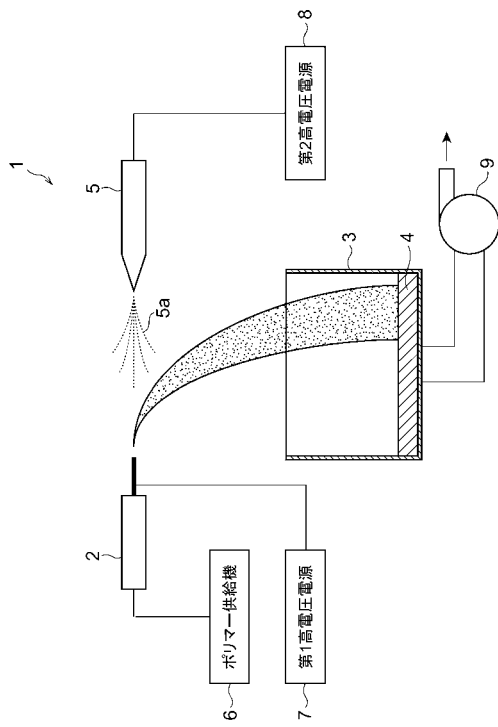
【図6】この発明の実施形態3による静電紡糸装置を示す概略図である。

【図7】実施例10で使用した静電紡糸装置を示す概略図である。

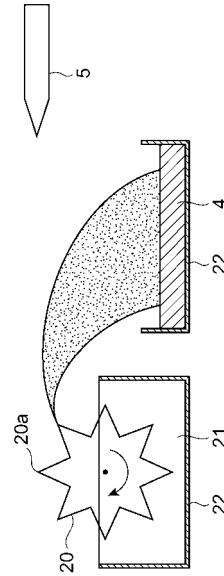
## 【符号の説明】

1、1A、1B、1C... 静電紡糸装置、2... 紡糸ノズル、2a... 第1紡糸ノズル、2b... 第2紡糸ノズル、3... 繊維回収容器、4... 捕集部材、5... 対向電極、5a... イオン、6... 20  
ポリマー供給機、6a... 第1ポリマー供給機、6b... 第2ポリマー供給機、7... 第1高電圧電源、8... 第2高電圧電源、9... 吸引機、10... 電離放射線源、10a... 電離放射線、  
11... 第3高電圧電源、20... ノコギリ状歯車、20a... 先端部、20b... ワイヤ、21...  
ポリマー溶液、22... ポリマー溶液容器、23... ローラー、25... 沿面放電素子、26... 誘電体基板、27... 放電電極、28... 誘起電極、29... 交流高電圧電源、30... 繊維集合体。

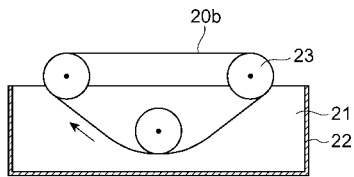
【 図 1 】



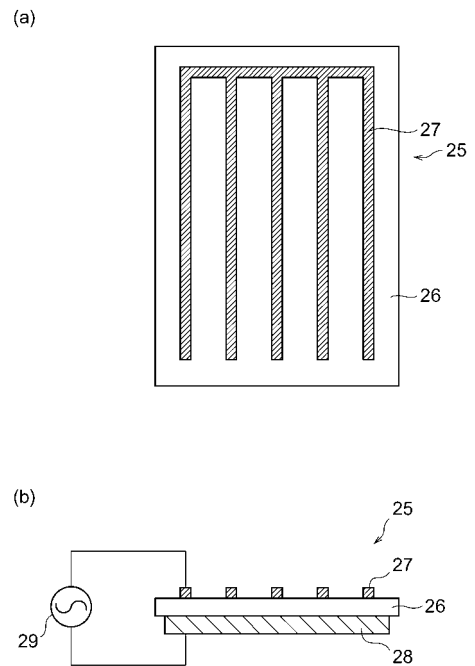
【 図 2 】



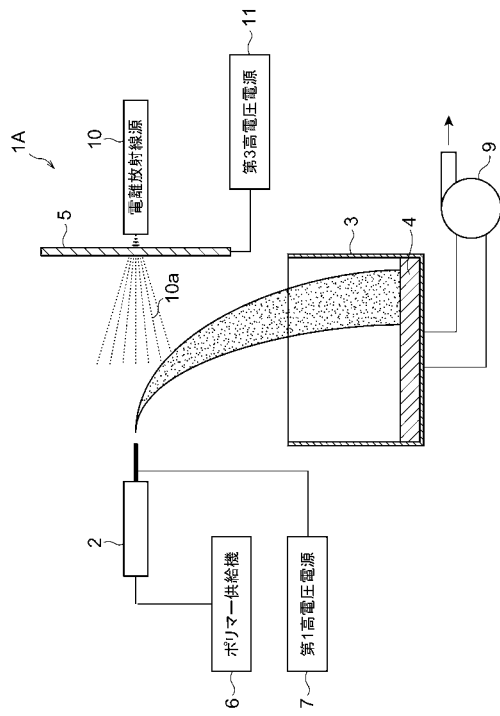
【 図 3 】



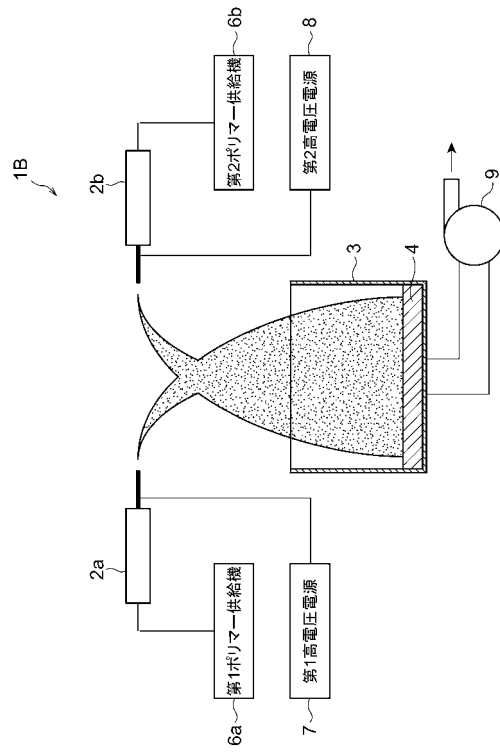
【 図 4 】



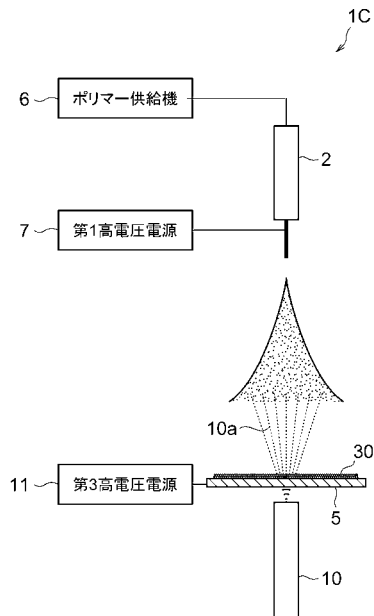
【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4L045 AA20 BA06  
4L047 EA05 EA22