(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2014-529870
(P2014-529870A)
(43)公表日　平成26年11月13日(2014.11.13)

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード（参考）
H01B	***3/50***	***(2006.01)***	H01B	3/50	A	4L047
D04H	***3/147***	***(2012.01)***	D04H	3/147		5G305
H01B	***3/20***	***(2006.01)***	H01B	3/20	N	
D04H	***3/011***	***(2012.01)***	D04H	3/011		

審査請求 未請求　予備審査請求 未請求　（全 51 頁）

(21)出願番号　特願2014-528477 (P2014-528477)
(86)(22)出願日　平成24年8月24日 (2012.8.24)
(85)翻訳文提出日　平成26年4月28日 (2014.4.28)
(86)国際出願番号　PCT/US2012/052290
(87)国際公開番号　WO2013/032912
(87)国際公開日　平成25年3月7日 (2013.3.7)
(31)優先権主張番号　61/527,886
(32)優先日　平成23年8月26日 (2011.8.26)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(71)出願人　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 NEMOURS 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　１００７
(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　100084663
弁理士　箱田　篤

最終頁に続く

(54)【発明の名称】不織ウェブを含む絶縁材料

(57)【要約】
複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む不織ウェブを含む絶縁材料が提供される。複数の２成分繊維のそれぞれは、ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、ｂ）芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）とを含み、質量パーセントで表される量は、複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする。また、絶縁材料および誘電流体を含む電気装置、ならびに少なくとも１０質量パーセントの誘電流体が含侵された不織ウェブを含む誘電材料も提供される。

【特許請求の範囲】
【請求項１】
複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む不織ウェブを含む絶縁材料であって、前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含み、質量％で表される前記量が前記複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする、絶縁材料。
【請求項２】
前記不織ウェブが、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬した後、少なくとも約７０％である縦方向の破断点引張強さ保持率を有する、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項３】
前記不織ウェブが、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬した後、少なくとも約５５％である縦方向の伸び保持率を有する、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項４】
前記不織ウェブが約２５ｇｓｍ～約５００ｇｓｍの範囲の坪量を有する、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項５】
前記不織ウェブがプレスまたはカレンダー加工される、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項６】
前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）前記芯の中の約２５質量％～約５０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の約７５質量％～約５０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含む、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項７】
前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）前記芯の中の７５質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の２５質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含む、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項８】
前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）前記芯の中の５０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の５０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含む、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項９】
クラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙をさらに含む、請求項１に記載の絶縁材料。
【請求項１０】
少なくとも１０ｗｔ％の誘電流体が含侵された不織ウェブを含む誘電材料であって、前記不織ウェブが複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含み、前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含み、質量％で表される前記量が前記複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする、誘電材料。
【請求項１１】
前記不織ウェブが、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬した後、少なくとも約７０％で

ある縦方向の破断点引張強さ保持率を有する、請求項１０に記載の誘電材料。
【請求項１２】
前記不織ウェブが、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬した後、少なくとも約５５％である縦方向の伸び保持率を有する、請求項１０に記載の誘電材料。
【請求項１３】
前記誘電流体がトリグリセリド油、ポリオールエステルを含む混合物、またはこれらの組み合わせを含み、
前記トリグリセリド油が植物油、植物油ベースの流体、藻類油、またはこれらの混合物を含み、
前記ポリオールエステルを含む混合物が、
ａ）ペンタエリトリトール、トリメチロールプロパン、ネオペンチルグリコール、またはこれらの組み合わせを含むポリオールと、
ｂ）脂肪酸部分を含む高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸エステルの混合物と
の反応から誘導され、前記高オレイン酸大豆油が、
ｉ）前記油中の脂肪酸部分の６５％よりも多いＣ１８：１含量と、
ｉｉ）前記油中の脂肪酸部分の２０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量と
を有する、請求項１０に記載の誘電材料。
【請求項１４】
誘電流体および絶縁材料を含む電気装置であって、
前記絶縁材料が、複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む不織ウェブを含み、前記複数の２成分繊維のそれぞれが、
ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、
ｂ）前記芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と
を含み、質量％で表される前記量が前記複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする、電気装置。
【請求項１５】
前記誘電流体がトリグリセリド油、ポリオールエステルを含む混合物、またはこれらの組み合わせを含み、
前記トリグリセリド油が植物油、植物油ベースの流体、藻類油、またはこれらの混合物を含み、
前記ポリオールエステルを含む混合物が、
ａ）ペンタエリトリトール、トリメチロールプロパン、ネオペンチルグリコール、またはこれらの組み合わせを含むポリオールと、
ｂ）脂肪酸部分を含む高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸エステルの混合物と
の反応から誘導され、前記高オレイン酸大豆油が、
ｉ）前記油中の脂肪酸部分の６５％よりも多いＣ１８：１含量と、
ｉｉ）前記油中の脂肪酸部分の２０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量と
を有する、請求項１４に記載の電気装置。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は電気絶縁のために有用な不織ウェブに関する。不織ウェブは複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む。
【背景技術】
【０００２】
変圧器は、通常、誘電（すなわち、非導電）材料によって隔てられなければならない導電ワイヤの巻線を有する。通常、コイルおよび誘電材料は、導体を絶縁するため、そして

動作中に発生する熱を消散するために流体誘電性伝熱媒体に浸漬される。伝熱媒体は誘電体としての役割も果たさなければならない。通常の構成では、誘電材料としてセルロースおよび／またはアラミド紙もしくは板が使用される。セルロース／アラミド材料は導電性ワイヤに巻き付けられ、巻線を誘電的に隔てるために使用され、そして巻線または芯などの他の要素のための構造的な支持体としても使用され得る。流体伝熱媒体は通常は油であり、例えば、鉱油また十分に頑強な（ｒｏｂｕｓｔ）植物油であり得る。

【０００３】

変圧器の使用中、誘電材料および伝熱流体は、著しい電磁場および著しい温度変化、ならびに電力サージおよび絶縁破壊にさらされる。時間と共に、比較的極端な条件は、誘電材料の障害および／または伝熱流体の劣化をもたらし得る。誘電体および伝熱流体はさらに、変圧器内の酸素の移動および水の形成または進入によって直接および間接的に分解され得る。延長された有用寿命を有する頑強な誘電材料および伝熱流体は、経済的利点を提供することができる。

【０００４】

変圧器用途において有用であるとして様々な材料が開示されている。例えば、公開特許出願の国際公開第２０１０／１５１５４８号パンフレットには、油充填変圧器のための布地は、紙、ポリエステル、ポリエステルフィルム、Ｎｏｍｅｘ（登録商標）などのアラミド紙、セルロース、クラフト紙、有機および無機紙、織布または不織布材料、ならびにＤＭＤなどの積層体が含み得ると開示されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

変圧器における高温および長期間の使用に適した物理特性を有する代替のより低コストの絶縁材料が依然として必要とされている。同様に、このような絶縁材料を含む電気装置が必要とされている。誘電流体が含侵された代替の絶縁材料を含む誘電材料も同様に必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【０００６】

一実施形態では、複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む不織ウェブを含む絶縁材料が記載されており、複数の２成分繊維のそれぞれは、

ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、

ｂ）芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と

を含み、質量％で表される量は複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする。

【０００７】

一実施形態では、少なくとも１０ｗｔ％の誘電流体が含侵された不織ウェブを含む誘電材料が記載されており、不織ウェブは複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含み、複数の２成分繊維のそれぞれは、

ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、

ｂ）芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と

を含み、質量％で表される量は、複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする。

【０００８】

一実施形態では、誘電流体および絶縁材料を含む電気装置が記載されており、絶縁材料は、複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含む不織ウェブを含み、複数の２成分繊維のそれぞれは、

ａ）芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、

ｂ）芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）と

を含み、質量％で表される量は複数の２成分繊維のそれぞれの全質量を基準とする。

【発明を実施するための形態】
【０００９】
複数の連続スパンボンド繊維を含む不織ウェブを含む絶縁材料が開示されており、複数の連続スパンボンド繊維のそれぞれは、芯の中のポリ（エチレンテレフタレート）（ＰＥＴ）と、芯を包囲する鞘の中のポリ（トリメチレンテレフタレート）（ＰＴＴ）とを含む。また、誘電流体および絶縁材料を含む電気装置も開示されており、絶縁材料は、複数の連続スパンボンド繊維を含む不織ウェブを含み、複数の連続スパンボンド繊維のそれぞれは、芯の中のポリ（エチレンテレフタレート）と、芯を包囲する鞘の中のポリ（トリメチレンテレフタレート）とを含む。さらに、少なくとも１０ｗｔ％の誘電流体が含侵された不織ウェブを含む誘電材料が開示されており、不織ウェブは複数の連続スパンボンド繊維を含み、複数の連続スパンボンド繊維のそれぞれは、芯の中のポリ（エチレンテレフタレート）と、芯を包囲する鞘の中のポリ（トリメチレンテレフタレート）とを含む。
【００１０】
本明細書中に記載される方法、組成物、および物品は、以下の用語に関連して記載される。
【００１１】
本明細書で使用される際、本発明のプロセス中のステップの存在の記述または記載に関して不定冠詞「ａ」または「ａｎ」が使用される場合、記述または記載が反対のことを明確に規定しない限り、このような不定冠詞の使用は、プロセス中のステップの存在の数を１つに限定しないと理解されるべきである。
【００１２】
本明細書で使用される際、量、濃度、またはその他の値もしくはパラメータが、範囲、好ましい範囲、または好ましい上限値および好ましい下限値のリストのいずれかとして与えられる場合、これは、範囲が別々に開示されているかどうかにかかわらず、任意の範囲の上限または好ましい値と、任意の範囲の下限または好ましい値との任意の対から形成される全ての範囲を具体的に開示すると理解されるべきである。本明細書において数値の範囲が列挙される場合、他に記載されない限り、その範囲は、その両端点ならびにその範囲内の全ての整数および分数を含むことが意図される。本発明の範囲は、範囲を定義する場合に列挙された特定の値に限定されることは意図されない。
【００１３】
本明細書で使用される際、「ｃｏｍｐｒｉｓｅｓ（含む）」、「ｃｏｍｐｒｉｓｉｎｇ（含んでいる）」、「ｉｎｃｌｕｄｅｓ（包含する）」、「ｉｎｃｌｕｄｉｎｇ（包含している）」、「ｈａｓ（有する）」、「ｈａｖｉｎｇ（有している）」、「ｃｏｎｔａｉｎｓ（含有する）」もしくは「ｃｏｎｔａｉｎｉｎｇ（含有している）」という用語、またはこれらの他のあらゆる変化形は、非排他的な包含を含むことが意図される。例えば、要素のリストを含む組成物、混合物、プロセス、方法、物品、または装置は、必ずしもこれらの要素だけに限定されるわけではなく、明確に記載されていないか、あるいはこのような組成物、混合物、プロセス、方法、物品、または装置に固有である他の要素も含み得る。
【００１４】
本明細書で使用される際、「ｗｔ％」という用語は、質量パーセントを意味する。
【００１５】
本明細書で使用される際、「クラフト紙」という用語は、クラフトパルプ化プロセスによって作られた紙を意味し、ここで、紙はパルプ繊維（普通は木または他の植物繊維から）のウェブからなり、通常ワイヤまたはスクリーン上の水性スラリーから形成され、水素結合によって結び付けられる。クラフト紙は様々な添加剤および充填剤も含有し得る。例えば、Ｈａｎｄｂｏｏｋ ｏｆ Ｐｕｌｐｉｎｇ ａｎｄ Ｐａｐｅｒｍａｋｉｎｇ，Ｃｈｒｉｓｔｏｐｈｅｒ Ｊ．Ｂｉｅｒｍａｎ，Ａｃａｄｅｍｉｃ Ｐｒｅｓｓ，１９９６を参照されたい。
【００１６】

本明細書で使用される際、「熱的に改善された（ｔｈｅｒｍａｌｌｙ　ｕｐｇｒａｄｅｄ）クラフト紙」という用語は、紙の熱性能を改善するためにエポキシ樹脂が紙の片面または両面に適用されたクラフト紙を意味する。

【００１７】

本明細書で使用される際、「不織ウェブ」という用語は、「不織シート」、「不織層」および「不織布」と交換可能に使用される。本明細書で使用される際、「不織布」という用語は、認識可能なパターンを持たない平面材料を形成するように配置されたランダム配向の繊維、フィラメント、または糸から製造されたシート、ウェブまたはバット（ｂａｔｔ）を意味する。不織ウェブの例としては、メルトブローンウェブ、スパンボンドウェブ、カードウェブ、エアレイドウェブ、ウェットレイドウェブ、およびスパンレースウェブ、ならびに２つ以上の不織層を含む複合ウェブが挙げられる。本明細書中で開示されるプロセスおよび物品のための不織ウェブは、「直接レイダウン」プロセスを用いて作製されるのが望ましい。「直接レイダウン」は、フィラメントをパッケージに巻き付けたりトウを捕集したりすることなく、個々の繊維またはプレキシフィラメントをウェブまたはシートに直接紡糸および捕集することを意味する。

【００１８】

「スパンボンド繊維」という用語は、本明細書で使用される場合、スピナレットの複数の細い（通常は円形の）毛細管から、溶融した熱可塑性ポリマー材料を繊維として押出すことによって形成される繊維を意味し、押出された繊維の直径は、次に、繊維を延伸してから急冷することにより急速に減少される。楕円形、多葉形などのその他の繊維断面形状を使用することもできる。スパンボンド繊維は通常連続的であり、そして通常、約５マイクロメートルよりも大きい平均直径を有する。スパンボンド不織ウェブは、小孔のあるスクリーンまたはベルトなどの捕集表面に繊維をランダムに置き、ホットロールカレンダー加工による、あるいは高圧でウェブに飽和水蒸気チャンバを通過させることによるなどの、当該技術分野において既知の方法で繊維をスパンボンドすることによって形成される。例えば、不織ウェブは、不織ウェブの全体にわたって位置する複数の熱結合点で熱的に点結合され得る。

【００１９】

本明細書で使用される際、「２成分繊維」という用語は、繊維の断面が、例えば，サイドバイサイド、鞘－芯またはその他の適切な断面であるように、繊維の長さに沿って互いに密接に接着された一対のポリマー組成物を含む繊維を指す。２成分鞘／芯高分子繊維は、断片が円形、三葉形、五葉形、クリスマスツリーのような八葉形、ダンベル形、海の中の島（ｉｓｌａｎｄ－ｉｎ－ｔｈｅ－ｓｅａ）、あるいは星形であり得る。繊維は、サイドバイサイド構成であってもよい。

【００２０】

本明細書で使用される際、「連続繊維」という用語は、不定または極度の長さを有する繊維を指す。実際には、「連続繊維」には製造プロセスに起因して１つまたは複数の断絶が存在し得るが、「連続繊維」は、所定長さに切断されるステープル繊維とは区別される。

【００２１】

複数の鞘－芯構造の連続スパンボンド２成分繊維を含む不織ウェブは、２０１０年１２月１７日に出願された共同所有の米国特許出願第１２／９７１４１５号明細書に開示されており、これは参照によってその全体が本明細書中に援用される。スパンボンド２成分繊維の鞘成分と芯成分との質量比は、好ましくは、２５：７５である。２成分繊維は、２ミクロン～２０ミクロンの範囲の平均繊維直径を有する。一実施形態では、各２成分繊維は、芯の中の７５質量％のＰＥＴと、芯を包囲する鞘の中の２５質量％のＰＴＴとを含む。別の実施形態では、各２成分繊維は、芯の中の５０質量％のＰＥＴと、芯を包囲する鞘の中の５０質量％のＰＴＴとを含む。

【００２２】

別の実施形態では、各２成分繊維は、芯の中の約２０質量％～約８０質量％のＰＥＴと

、芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のＰＴＴとを含む。別の実施形態では、各２成分繊維は、芯の中の約２５質量％～約５０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）と、芯を包囲する鞘の中の約７５質量％～約５０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）とを含む。

【００２３】

開示される不織ウェブのスパンボンド繊維の鞘成分において使用されるＰＴＴは、０．９ｄｌ／ｇ～１．３ｄｌ／ｇまたは０．９５ｄｌ／ｇ～１．０５ｄｌ／ｇの範囲の固有粘度を有する。

【００２４】

実施形態では、「ポリ（トリメチレンテレフタレート）」（ＰＴＴ）はホモポリマーであるか、あるいは少なくとも７０モルパーセントのトリメチレンテレフタレート繰り返し単位を含むコポリマーである。好ましいポリ（トリメチレンテレフタレート）は、少なくとも８５モルパーセント、より好ましくは少なくとも９０モルパーセント、さらにより好ましくは少なくとも９５または少なくとも９８モルパーセント、そして最も好ましくは約１００モルパーセントのトリメチレンテレフタレート繰り返し単位を含有する。

【００２５】

コポリマーの例としては、２つのエステル形成基をそれぞれが有する３つ以上の反応物を用いて製造されたコポリマーが挙げられる。例えば、コポリ（トリメチレンテレフタレート）は、４～１２個の炭素原子を有する線状、環状、および分枝状の脂肪族ジカルボン酸（例えば、ブタン二酸、ペンタン二酸、ヘキサン二酸、ドデカン二酸、および１，４－シクロ－ヘキサンジカルボン酸）；テレフタル酸以外の８～１２個の炭素原子を有する芳香族ジカルボン酸（例えば、イソフタル酸および２，６－ナフタレンジカルボン酸）；２～８個の炭素原子を有する線状、環状、および分枝状脂肪族ジオール（１，３－プロパンジオール以外、例えば、エタンジオール、１，２－プロパンジオール、１，４－ブタンジオール、３－メチル－１，５－ペンタンジオール、２，２－ジメチル－１，３－プロパンジオール、２－メチル－１，３－プロパンジオール、および１，４－シクロヘキサンジオール）からなる群から選択されるコモノマーを用いて製造することができる。コモノマーは、通常、約０．５～約１５モルパーセントの範囲のレベルでコポリエステル中に存在し、最大３０モルパーセントまでの量で存在することができる。

【００２６】

一実施形態では、ＰＴＴは、再生可能資源に由来する１，３－プロパンジオールと、テレフタル酸または酸等価物との重縮合によって製造される。一実施形態では、ＰＴＴは、少なくとも２０質量％、場合により少なくとも３０質量％の再生可能資源による材料を含有する。開示される不織ウェブのために適切である例示的なＰＴＴは、ＤｕＰｏｎｔ　Ｃｏｍｐａｎｙ（Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ，ＤＥ）からＳｏｒｏｎａ（登録商標）という商標で入手可能である。実施形態では、開示される不織ウェブは、ウェブの全質量により少なくとも５％の再生可能資源による含量を有する。

【００２７】

再生可能資源による１，３－プロパンジオールは、１，３－プロパンジオールの生成のための原料を構成する植物によって包含される大気二酸化炭素からの炭素を含有する。言い換えると、再生可能資源による１，３－プロパンジオールは再生可能な炭素だけを含有し、化石燃料ベースまたは石油ベースの炭素を含有しない。

【００２８】

特に好ましい１，３－プロパンジオールの再生可能資源は、トウモロコシ原料などの再生可能な生物資源を用いる発酵プロセスによるものである。例えば、クレブシエラ（Ｋｌｅｂｓｉｅｌｌａ）種、シトロバクター（Ｃｉｔｒｏｂａｃｔｅｒ）種、クロストリジウム（Ｃｌｏｓｔｒｉｄｉｕｍ）種、およびラクトバチルス（Ｌａｃｔｏｂａｃｉｌｌｕｓ）種において、グリセロールを１，３－プロパンジオールに転化することができる菌種が見出されている。技術は、米国特許第５，６３３，３６２号明細書、米国特許第５，６８６，２７６号明細書および米国特許第５，８２１，０９２号明細書を含むいくつかの公報

において開示されている。米国特許第５，８２１，０９２号明細書は、とりわけ、組換え生物を用いたグリセロールからの１，３－プロパンジオールの生物学的産生のためのプロセスを開示する。プロセスは、１，２－プロパンジオールに対する特異性を有する異種ｐｄｕジオールデヒドラターゼ遺伝子で形質転化された大腸菌（Ｅ．ｃｏｌｉ）細菌を組み込む。形質転化された大腸菌（Ｅ．ｃｏｌｉ）は炭素源としてのグリセロールの存在下で増殖され、増殖培地から１，３－プロパンジオールが単離される。細菌および酵母はいずれもグルコース（例えば、トウモロコシ糖）または他の炭水化物をグリセロールに転化することができるので、これらの公報で開示されるプロセスは、１，３プロパンジオールモノマーの再生可能資源を提供する。

【００２９】

従って、組成物中で使用される１，３プロパンジオールは減りつつある化石燃料を枯渇させず、分解されると、植物により再度使用されるために大気中へ戻される炭素を放出するので、再生可能資源による１，３－プロパンジオールに由来するＰＴＴは環境に対する影響が少ない。従って、本発明の組成物はより自然であり、石油ベースの１，３プロパンジオールを含む類似の組成物よりも環境影響が少ないと特徴付けることができる。

【００３０】

ポリ（エチレンテレフタレート）（ＰＥＴ）は、ジエチレングリコール、シクロヘキサンジメタノール、ポリ（エチレングリコール）、グルタル酸、アゼライン酸、セバシン酸、イソフタル酸などを含む様々なコモノマーを含むことができる。これらのコモノマーに加えて、トリメシン酸、ピロメリット酸、トリメチロールプロパンおよびトリメチロールエタン（ｔｒｉｍｅｔｈｙｌｏｌｏｅｔｈａｎｅ）、ならびにペンタエリトリトールのような分岐剤が使用されてもよい。ポリ（エチレンテレフタレート）は、既知の重合技術によってテレフタル酸またはその低級アルキルエステル（例えば、ジメチルテレフタレート）のいずれかおよびエチレングリコールまたはこれらのブレンドもしくは混合物から得ることができる。開示される不織ウェブのスパンボンド繊維の芯成分において使用されるＰＥＴは、０．５８ｄｌ／ｇ～０．７５ｄｌ／ｇまたは０．６２ｄｌ／ｇ～０．６９ｄｌ／ｇの範囲の固有粘度を有する。

【００３１】

鞘－芯スパンボンド繊維の鞘成分および／または芯成分は、染料、顔料、酸化防止剤、紫外線安定剤、紡糸仕上げ剤などの他の従来の添加剤を含むことができる。実施形態では、鞘はＰＴＴ中に分散された０．１％～０．３３質量％の二酸化チタンを含み、二酸化チタンは、約３００ｎｍの平均粒径を有する。

【００３２】

上文で開示される不織ウェブは、例えば、参照によって本明細書に援用される８／２／１９９９に出願されたＲｕｄｉｓｉｌｌらの米国特許出願第６０／１４６，８９６号明細書（ＰＣＴ出願の国際公開第０１／０９４２５号パンフレットとして公開）に記載されるような当該技術分野において知られているスパンボンド法を用いて作製することができる。スパンボンドプロセスは、別個の高分子成分が押出オリフィスからの押出の前に接触される前合着（ｐｒｅ－ｃｏａｌｅｓｃｅｎｔ）ダイか、あるいは別個の高分子成分が別々の押出オリフィスから押出され、毛細管から出た後に接触されて２成分繊維を形成する後合着（ｐｏｓｔ－ｃｏａｌｅｓｃｅｎｔ）ダイのいずれかを用いて実施することができる。

【００３３】

開示される不織ウェブは、任意の適切な２成分紡糸システム、例えば、Ｎｏｒｄｓｏｎ Ｆｉｂｅｒ Ｓｙｓｔｅｍｓ Ｉｎｃ．（Ｄｕｌｕｔｈ，ＧＡ）およびＨｉｌｌｓ Ｉｎｃ．（Ｗ．Ｍｅｌｂｏｕｒｎｅ，ＦＬ）によって製造されるＭｏｄｅｌ＃ＮＦ５を用いて製造することができる。最初に、２つのポリマーＰＥＴおよびＰＴＴは、９０℃～１２０℃の範囲の温度で、５０ｐｐｍ未満の水分含量まで乾燥される。乾燥の後、２つのポリマーは、その融点よりも高くそして最低分解温度よりも低い温度で別々に押出される。ＰＴＴは２４５℃～２６５℃で押出することができ、ＰＥＴは２８０℃～２９５℃で押出す

ることができる。押出の後、２つのポリマーはスピン－パックアセンブリに計量供給され、そこで２つの溶融ストリームは別々にろ過されてから、分配プレートのスタックを通して結合されて、多数の列の鞘－芯繊維断面を提供する。スピン－パックアセンブリは、２８５℃～２９５℃に保持される。ＰＴＴおよびＰＥＴポリマーは、０．５ｇ／孔／分～３ｇ／孔／分のポリマー処理速度で、各毛細管を通して紡糸することができる。短形スロットジェットを用いて繊維の束に減衰力を提供することができる。ジェットを出る２成分繊維は形成ベルト上に捕集されて、２成分繊維の不織ウェブを形成する。ベルトの下に真空を適用して、不織ウェブをベルトに固定するのを助けることができる。ベルトの速度を変更して種々の坪量の不織ウェブを得ることができる。

【００３４】

不織ウェブは、当該技術分野において知られている方法を用いて熱的に結合させることができる。一実施形態では、不織ウェブは、当該技術分野において知られている方法を用いて点、線の不連続パターン、または他の断続的な結合のパターンで熱的に結合される。断続的な熱結合は、スパンボンドウェブの表面の不連続のスポットに熱および圧力を加えることによって、例えば、パターン化カレンダーロールおよび平滑ロールまたは２つのパターン化ロールの間に形成されるニップに層状構造を通過させることによって形成することができる。ロールの一方または両方が加熱されて、ウェブを熱的に結合させる。衣類の最終用途などにおいてウェブの通気性が重要である場合、より通気性のウェブを提供するために、ウェブは断続的に結合されるのが好ましい。

【００３５】

１つの方法では、不織ウェブは、１１０℃～１３０℃の範囲の結合温度および５００Ｎ／ｃｍ～１５００Ｎ／ｃｍの範囲の結合ニップ圧力で、２つの平滑金属ロール間に形成されたニップ内で熱的に結合される。最適な結合温度および圧力は結合の間の線速度の関数であり、通常、より速い線速度はより高い結合温度を必要とする。熱結合されたシートは次にロールに巻き付けられる。

【００３６】

スパンボンド繊維の鞘成分中のＰＴＴは、熱的なパターン結合の間に、パターン化ロール上の隆起した突起部に対応する不連続な領域で部分的に溶融されて融着を形成し、スパンボンド繊維を一緒に結合させて密接に結合したスパンボンドシートを形成する。結合条件および鞘成分において使用されるポリマーに応じて、鞘成分中のポリエチレンも熱的なパターン結合の間に部分的に溶融され得る。ＰＥＴ芯成分は熱結合の間に溶融されず、ウェブの強度に寄与する。結合ロールのパターンは当該技術分野において知られているパターンのいずれであってもよく、好ましくは、不連続な点または線結合のパターンである。また不織ウェブは、超音波エネルギーを用いて、例えば、ホーンと回転アンビルロール、例えば突起部のパターンをその表面に有するアンビルロールとの間にウェブを通過させることによって熱的に結合させることもできる。

【００３７】

あるいは、不織ウェブは、当該技術分野において知られているスルーエアー結合法を用いて結合させることができ、ウェブを多孔質表面に支持しながら、繊維がその交差点で互いに接触するところで繊維を一緒に結合させるのに十分な温度で、空気などの加熱ガスがウェブを通される。

【００３８】

鞘－芯繊維としてＰＴＴ－ＰＥＴを含むスパンボンド不織ウェブは、鞘－芯繊維としてＰＥＴ－ＰＴＴまたは１００％のＰＴＴ繊維または１００％のＰＥＴ繊維を有する同等の不織ウェブよりも驚くほど高い強度（引張強さ、グラブ（ｇｒａｂ）引裂強さ、およびミューレン（Ｍｕｌｌｅｎ）破裂）を有する。不織ウェブは、２５ｇｓｍ～５００ｇｓｍまたは４０ｇｓｍ～２００ｇｓｍまたは５０ｇｓｍ～１５０ｇｓｍの範囲の坪量を有する。本明細書で使用される際、「縦方向（ｍａｃｈｉｎｅ　ｄｉｒｅｃｔｉｏｎ）」（ＭＤ）という用語は、不織ウェブが製造される方向（例えば、不織ウェブの形成中に繊維が置かれる支持表面の移動方向）を指す。「横方向（ｃｒｏｓｓ　ｄｉｒｅｃｔｉｏｎ）」（Ｘ

Ｄ）という用語は、ウェブの平面において縦方向に略垂直な方向を指す。

【００３９】

不織ウェブは、ウェブの縦方向および横方向の両方で（ＡＳＴＭ　Ｄ１１１７－０１およびＤ５０３５－９５に従って）測定される単位坪量当たりの引張強さが、０．７Ｎ／ｇｓｍ～５Ｎ／ｇｓｍまたは０．７５Ｎ／ｇｓｍ～２Ｎ／ｇｓｍの範囲であり得る。不織ウェブは、ウェブの縦方向および横方向の両方で（ＡＳＴＭ　Ｄ１１１７－０１に従って）測定される単位坪量当たりのグラブ引裂強さが、１．５Ｎ／ｇｓｍ～１０Ｎ／ｇｓｍまたは１．５Ｎ／ｇｓｍ～５Ｎ／ｇｓｍの範囲であり得る。不織ウェブは、ウェブの縦方向および横方向の両方で測定される単位坪量当たりのミューレン破裂が、３．５ＫＰａ／ｇｓｍ～１０ＫＰａ／ｇｓｍまたは３．５ＫＰａ／ｇｓｍ～５ＫＰａ／ｇｓｍの範囲であり得る。不織ウェブは、ウェブの縦方向および横方向の両方で（ＡＳＴＭ　５７３３に従って）測定される単位坪量当たりのトラペゾイド（ｔｒａｐｅｚｏｉｄａｌ）引裂強さが、０．４Ｎ／ｇｓｍ～５Ｎ／ｇｓｍまたは０．４Ｎ／ｇｓｍ～０．７５Ｎ／ｇｓｍの範囲であり得る。不織ウェブは、プレスまたはカレンダー加工することができる。

【００４０】

本明細書に記載される不織ウェブを含む絶縁材料は、植物油、植物油ベースの流体、および藻類油などのトリグリセリド油を含む誘電流体と共に使用することができる。鉱油、合成エステル、ケイ素流体、およびポリアルファオレフィンなどの誘電流体も使用され得る。通常、誘電流体は、約５００ｐｐｍ以下の含水量を有する。植物油の例としては、ヒマワリ油、キャノーラ油、菜種油、トウモロコシ油、オリーブ油、ココナッツ油、ヤシ油、高オレイン酸大豆油、商品（ｃｏｍｍｏｄｉｔｙ）大豆油、ヒマシ油、およびこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。使用可能な植物油ベースの流体の例は、Ｅｎｖｉｒｏｔｅｍｐ（登録商標）ＦＲ３（商標）流体（Ｃｏｏｐｅｒ　Ｉｎｄｕｓｔｒｉｅｓ，Ｉｎｃ．）およびＢＩＯＴＥＭＰ（登録商標）Ｂｉｏｄｅｇｒａｄａｂｌｅ　Ｄｉｅｌｅｃｔｒｉｃ　Ｉｎｓｕｌａｔｉｎｇ　Ｆｌｕｉｄ（ＡＢＢ）である。「藻類油」という用語は、例えば、米国特許出願公開第２０１０／０３０３９５７号明細書に開示されるように、クロレラ（Ｃｈｌｏｒｅｌｌａ）、パラクロレラ（Ｐａｒａｃｈｌｏｒｅｌｌａ）、ドナリエラ（Ｄｕｎａｌｉｅｌｌａ）などの微細藻類（ｍｉｒｏａｌｇａｌ）細胞によって産生されるトリアシルグリセロールを含む脂質成分を指す。使用可能である高燃焼点炭化水素油の例は、Ｒ－Ｔｅｍｐ（登録商標）炭化水素油（Ｃｏｏｐｅｒ　Ｉｎｄｕｓｔｒｉｅｓ，Ｉｎｃ．）である。合成エステルの例としては、鎖長内に約１０個未満の炭素原子の脂肪酸部分を含有するポリオールエステルが挙げられる。使用可能である市販の合成エステルには、商品名Ｍｉｄｅｌ（登録商標）７１３１（Ｔｈｅ　Ｍｉｃａｎｉｔｅ　ａｎｄ　Ｉｎｓｕｌａｔｏｒｓ　Ｃｏ．，Ｍａｎｃｈｅｓｔｅｒ　ＵＫ）、ＲＥＯＬＥＣ（登録商標）１３８流体（ＦＭＣ，Ｍａｎｃｈｅｓｔｅｒ，ＵＫ）、およびＥＮＶＩＲＯＴＥＭＰ２００耐火性流体（Ｃｏｏｐｅｒ　Ｐｏｗｅｒ　Ｆｌｕｉｄ　Ｓｙｓｔｅｍｓ）で販売されるものが含まれる。

【００４１】

一実施形態では、誘電流体はトリグリセリド油を含む。一実施形態では、トリグリセリド油は、植物油、植物油ベースの流体、藻類油、またはこれらの混合物を含む。一実施形態では、植物油は高オレイン酸大豆油を含む。

【００４２】

また本明細書に記載される不織ウェブを含む絶縁材料は、ペンタエリトリトール、トリメチロールプロパン（ｔｒｉｍｅｔｈｏｌｐｒｏｐａｎｅ）、ネオペンチルグリコール、またはこれらの組み合わせを含むポリオールと、脂肪酸部分を含む高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸エステルの混合物との反応から誘導されるポリオールエステルの混合物を含む誘電流体と共に使用することもでき、高オレイン酸大豆油は、ｉ）油中の脂肪酸部分の６５％よりも多いＣ１８：１含量と、ｉｉ）油中の脂肪酸部分の２０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。このような誘電流体は、良好な酸化安定性を含む様々な種類の望ましい特性を有する。酸化安定性は誘電流体中の不飽和の

度合いに関連し、例えば、油の安定性指数を決定するための標準的な方法を用いることによって測定することができる。ポリオールエステルの混合物を調製するために使用される大豆油の高オレイン酸含量は、誘電流体に良好な酸化安定性を提供するのに役立つ。さらに、このような誘電流体は易生分解性である植物油に由来するので、生分解性であることが期待される。粗製ＨＯＳ油の脂肪酸に由来するＴＭＰエステルの混合物を含む誘電流体は、ＯＥＣＤガイドライン３０１Ｂに従う２８日間のCO_2発生試験の条件下で「易生分解」の基準を満たすことが見出された。公開されたカナダ特許出願ＣＡ２５９４７６５号明細書には、トリメチロールプロパンのトリオレイン酸エステルの７２％の生分解性（２８ｄ　ＢＯＤ／ＣＯＤ）が開示されている。好ましい実施形態では、誘電流体は、少なくとも約３０ｗｔ％、または少なくとも約５０ｗｔ％、または少なくとも約７０質量パーセント、または少なくとも約８０ｗｔ％、または少なくとも約９０ｗｔ％～約１００ｗｔ％の、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むポリオールエステルの混合物を含む。

【００４３】

一実施形態では、誘電流体は、トリグリセリド油、ポリオールエステルを含む混合物、またはこれらの組み合わせを含み、トリグリセリド油は、植物油、植物油ベースの流体、藻類油、またはこれらの混合物を含み、ポリオールエステルを含む混合物は、ａ）ペンタエリトリトール、トリメチロールプロパン、ネオペンチルグリコール、またはこれらの組み合わせを含むポリオールと、ｂ）脂肪酸部分を含む高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸エステルの混合物との反応から誘導され、高オレイン酸大豆油は、ｉ）油中の脂肪酸部分の６５％よりも多いＣ１８：１含量と、ｉｉ）油中の脂肪酸部分の２０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。

【００４４】

植物油は、通常、飽和および不飽和有機酸のトリグリセリドエステルを高い割合で有する。オレイン酸は、ヒマワリ、オリーブ油、ベニバナ、キャノーラ油、および大豆油を含む多数の天然油においてトリグリセリドエステルとして見出される一価不飽和酸である。高オレイン酸大豆（ＨＯＳ）油は、参照によってその全体が本明細書に援用される国際特許公報の国際公開第９４／１１５１６号パンフレットに開示されるような、高オレイン酸含量をもたらすように遺伝子改変された高オレイン酸大豆種子に由来し得る。高オレイン酸大豆種子は、オレイン酸が油中の脂肪酸部分の６５パーセントよりも多く、好ましくは油中の脂肪酸部分の７５パーセントよりも多くを占める大豆種子である。高オレイン酸大豆油は、参照によってその全体が本明細書に援用される米国特許第５，９８１，７８１号明細書に開示されるような高オレイン酸大豆種子に由来し得る。高オレイン酸大豆油は、米国特許第５，９８１，７８１号明細書に記載されるように、精製、漂白、および脱臭された高オレイン酸大豆油（ＲＢＤ　ＨＯＳ油）を得るために精製、漂白、および脱臭などのプロセスステップによって純化され得る。ＨＯＳ油および／またはＲＢＤ　ＨＯＳ油は本明細書に開示されるプロセスにおいて使用されて、ポリオールエステルの混合物を含む誘電流体を調製することができる。一実施形態では、ＨＯＳ油は、精製、漂白、および脱臭された高オレイン酸大豆油を含み得る。

【００４５】

トリグリセリド組成物は、３つの脂肪酸分子に結合されたグリセロール骨格である。純粋な植物油は、通常１６～２２個の範囲の炭素原子の炭素鎖を有する特定の脂肪酸のトリグリセリドであるが、より短いおよび／またはより長い炭素鎖が少量存在することもできる。炭素鎖が二重結合を有さない場合には飽和油であり、Ｃｎ：０（ｎは炭素原子の数である）で示される。１つの二重結合を有する炭素鎖は一価不飽和であり、Ｃｎ：１で示され、２つの二重結合を有する炭素鎖はＣｎ：２で示され、３つの二重結合を有する炭素鎖はＣｎ：３で示される。例として、パルミチン酸はＣ１６：０酸であり、ステアリン酸はＣ１８：０酸であり、オレイン酸はＣ１８：１酸であり、リノール酸はＣ１８：２酸であり、リノレン酸はＣ１８：３酸である。酸はトリグリセリドとの結合状態にあり、油は、加水分解されると酸成分およびグリセロール成分に分離される。

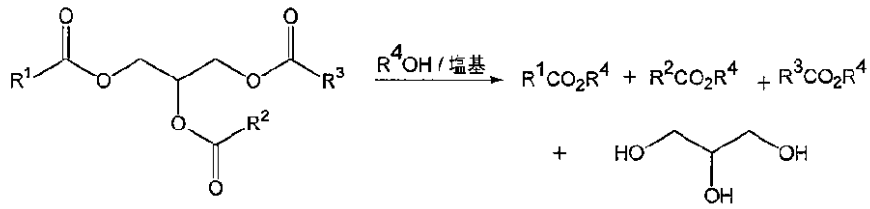
【００４６】

高オレイン酸大豆油は、油中の脂肪酸部分の６５％よりも多いＣ１８：１含量と、油中の脂肪酸部分の２０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。一実施形態では、ＨＯＳ油は、脂肪酸部分の約７０％よりも多いＣ１８：１含量と、脂肪酸の１５％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。一実施形態では、ＨＯＳ油はさらに、脂肪酸部分の１５％よりも少ないＣ１６：０およびＣ１８：０の合わせた含量を含む。一実施形態では、ＨＯＳ油は、脂肪酸部分の約７５％よりも多いＣ１８：１含量と、脂肪酸部分の１０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。一実施形態では、ＨＯＳ油は、脂肪酸部分の約８０％よりも多いＣ１８：１含量と、脂肪酸の１０％よりも少ないＣ１８：２およびＣ１８：３の合わせた含量とを有する。

【００４７】

ポリオールエステルの混合物はＨＯＳ油から２つの合成ステップで得ることができる。第１の合成ステップにおいて、脂肪酸部分を含むＨＯＳ油は、アルコールとの塩基触媒反応によってグリセロールおよび脂肪酸エステル混合物に転化される。脂肪酸エステル混合物はＨＯＳ油の脂肪酸部分を含む。第１の合成ステップは以下のスキームＩで表されており、アルコールはR^4OHで示され、R^1、R^2、およびR^3は、トリグリセリド出発材料中ならびに脂肪酸エステル生成物$R^1CO_2R^4$、$R^2CO_2R^4$、および$R^3CO_2R^4$中の脂肪酸部分の同一または異なるC_{15}～C_{21}炭素鎖を表す。スキームＩでは、出発材料としてただ１つのＨＯＳ油のトリグリセリドが示されているが、ＨＯＳ油は、本明細書中の上記の高オレイン酸大豆油の実施形態において記載される脂肪酸部分のＣ１６：０、Ｃ１８：０、Ｃ１８：１、Ｃ１８：２、およびＣ１８：３含量を満たすようなトリグリセリドの混合物を含有することに注意する。

【化１】



スキームI

【００４８】

第２の合成ステップにおいて、脂肪酸エステルの混合物$R^1CO_2R^4$、$R^2CO_2R^4$、および$R^3CO_2R^4$はグリセロール以外のポリオールと反応されて、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むポリオールエステルの混合物を生じる。ポリオールエステルの混合物を調製するためのプロセスは次のように実施することができる。

【００４９】

ＨＯＳ油は第１の塩基触媒の存在下で１～５個の炭素の鎖長を有する脂肪族モノアルコールと反応されて、グリセロールと、ＨＯＳ油の脂肪酸部分に対応する脂肪酸エステルの混合物とを含む反応混合物を生じる。スキームＩにおいて、モノアルコールはR^4OHで示されており、式中、R^4は１～５個の炭素を含有するアルキル基を表す。このエステル交換反応は、（１）過剰のモノアルコール（ＨＯＳ油を基準として約２５～５０質量％）の使用と、（２）ＨＯＳ油の脂肪酸部分のエステル交換反応の間に形成されるグリセロールの分離および除去とによって完了まで駆り立てることができる。グリセロールの分離および除去によって、このステップで得られるエステル混合物がＨＯＳ油のトリグリセリドをできるだけ含まないことも可能になる。グリセロールは、例えば、反応混合物を冷却し、グリセロールが反応混合物よりも高い密度を有することに起因して底部グリセロール層の形成を可能にすることによって分離され得る。液／液抽出、溶媒抽出、塩析、またはエステル化生成物の破壊を生じ得ない他の分離方法などの他の従来の分離手段を使用することができる。分離の後、グリセロール底層は、当該技術分野において知られている任意の

従来の方法によって物理的に除去することができる。

【００５０】

モノアルコールは、メタノール、エタノール、プロパノール異性体、ブタノール異性体、ペンタノール異性体、またはこれらの組み合わせを含む。一実施形態では、モノアルコールはメタノールを含む。第１の塩基触媒は、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、ナトリウムメトキシド、またはこれらの組み合わせを含むことができる。同じ結果を得るために、当業者に知られているその他の塩基触媒を使用することができ、このような触媒はどれも本発明の実施において有用であり得る。使用される第１の塩基触媒の量は、使用されるＨＯＳ油の量を基準として、通常約０．１ｗｔ％～約１．０ｗｔ％であり、例えば約０．１ｗｔ％～約０．５ｗｔ％である。これよりも多い量の塩基を使用することができるが、必要でも経済的でないこともある。一実施形態では、第１の塩基触媒は炭酸ナトリウムを含む。一実施形態では、第１の塩基触媒は炭酸カリウムを含む。植物油から対応するメチルエステルへのエステル交換反応は周知であり、バイオディーゼルを製造するために広く使用されている。例えば、［Ｊ．Ｂｒａｚ．Ｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．，１９９８，９，１９９－２１０］を参照されたい。

【００５１】

ＨＯＳ油を脂肪族モノアルコールと反応させるための適切な反応条件には、約２５℃～約１５０℃、例えば約５０℃～約１００℃の反応温度と、約３０分～約４時間の反応時間とが含まれる。一実施形態では、反応は、大気圧および還流条件下で約３時間以上実行することができる。

【００５２】

一実施形態では、ＨＯＳ油と脂肪族モノアルコールとの反応は、多段階プロセスにおいて２回以上繰り返すことができる。第１段階は、上記において本明細書中に記載されるように実施される。第１段階の最後に、グリセロール副生成物の底層が分離および除去され、トリグリセリドおよび脂肪酸エステルを含む混合物に追加のメタノールおよび塩基触媒が添加され、反応混合物の加熱が継続されて、グリセロールと脂肪酸エステルの混合物とを含む第２の反応混合物を生じる。グリセロールの除去、追加のメタノールおよび塩基の添加、ならびに加熱ステップは、ＨＯＳ油中に含有されるトリグリセリドが脂肪酸エステルにエステル交換されるまで繰り返される。一実施形態では、ＨＯＳ油と脂肪族モノアルコールとの反応は２段階で実施される。２段階プロセスでは、使用されるＨＯＳ油の量を基準として、全部で約３０質量％のモノアルコールと、全部で約０．１ｗｔ％～約１．０ｗｔ％、例えば約０．１ｗｔ％～約０．５ｗｔ％の塩基触媒とが使用される。

【００５３】

グリセロールおよび過剰の脂肪族モノアルコールを除去した後、得られた脂肪酸エステルの混合物は、さらに処理することなくプロセスの次のステップで使用することができる。このエステル交換反応の収率はほぼ定量的である。しかしながら、得られる脂肪酸エステルの混合物は、残りのグリセロールおよび／またはグリセロールエステル（トリグリセリド）をいくらか有していてもよい。一実施形態では、１０％の未満のグリセロールおよび／またはグリセロールエステルが混合物中に存在している。別の実施形態では、５％未満、３％未満、または１％未満のグリセロールおよび／またはグリセロールエステルが脂肪酸エステル混合物中に存在している。一実施形態では、脂肪酸エステルの混合物は、グリセロールおよび／またはグリセロールエステルを本質的に含まない。脂肪酸エステルの混合物中の脂肪酸部分の組成は、ＨＯＳ油の脂肪酸部分の組成に対応する。

【００５４】

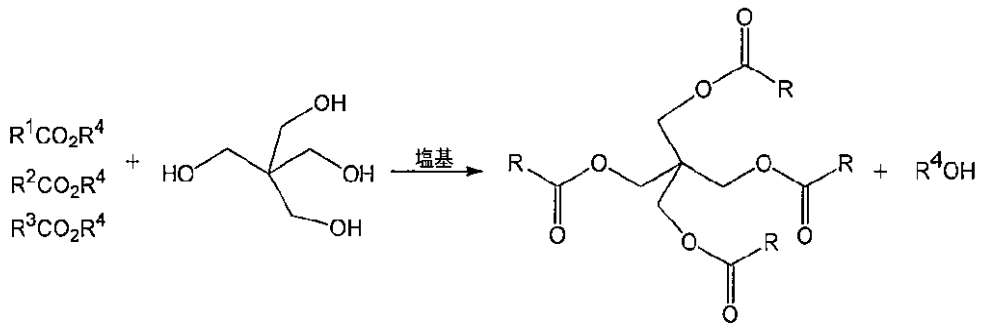
次に、脂肪酸エステルは第２の塩基触媒の存在下でポリオールと反応されて、第１の合成ステップにおいて使用される脂肪族モノアルコールと、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含有するポリオールエステルの混合物とを含む反応混合物を生じる。第２の塩基触媒は、第１の触媒と同じ群の触媒から選択することができ、第１の触媒と同じであってもよいし、第１の触媒とは異なっていてもよい。ポリオールは、ペンタエリトリトール、トリメチロール

プロパン、ネオペンチルグリコール、またはこれらの組み合わせを含む。このエステル交換反応は、わずかに過剰のＨＯＳ油の脂肪酸エステル、例えば、ポリオールの全ヒドロキシル基に関して約１．１５～約１．５当量のＨＯＳ油の脂肪酸エステルの使用によって、そしてポリオールとのエステル交換反応の間に形成されるモノアルコールの除去によって、より高い転化率まで駆り立てることができる。蒸留によって、未反応脂肪酸エステルが除去されてもよい。

【００５５】

一実施形態では、ポリオールはペンタエリトリトールを含み、第２の合成ステップは以下のスキームＩＩに示されるように表すことができ、R^1、R^2、R^3、およびR^4は上記の定義と同じ意味を有する。スキームＩＩでは、出発混合物の脂肪酸エステルは３つだけが示されているが、混合物は、本明細書中の上記のＨＯＳ油の脂肪酸部分のＣ１６：０、Ｃ１８：０、Ｃ１８：１、Ｃ１８：２、およびＣ１８：３含量を満たすような様々な脂肪酸エステルを含有することに注意する。さらに、ただ１つの一般化されたポリオールエステル生成物が示されるが、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むペンタエリトリトールエステルの混合物が生成され、ＲはR^1、R^2、およびR^3、または任意の組み合わせであり得る。

【化２】



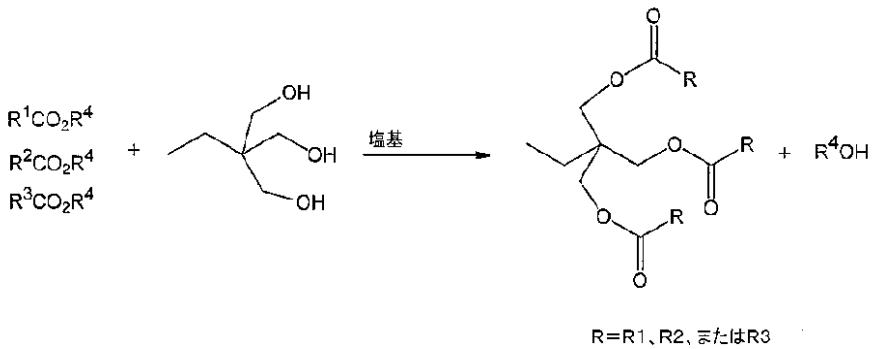
R=R1、R2、またはR3

スキームII

【００５６】

一実施形態では、ポリオールはトリメチロールプロパンを含み、第２の合成ステップは以下のスキームＩＩＩに示されるように表すことができ、R^1、R^2、R^3、およびR^4は上記の定義と同じ意味を有する。スキームＩＩＩでは、出発混合物の脂肪酸エステルは３つだけが示されているが、混合物は、本明細書中の上記のＨＯＳ油の脂肪酸部分のＣ１６：０、Ｃ１８：０、Ｃ１８：１、Ｃ１８：２、およびＣ１８：３含量を満たすような様々な脂肪酸エステルを含有することに注意する。さらに、ただ１つの一般化されたポリオールエステル生成物が示されるが、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むトリメチロールプロパンエステルの混合物が生成され、ＲはR^1、R^2、およびR^3、または任意の組み合わせであり得る。

【化３】



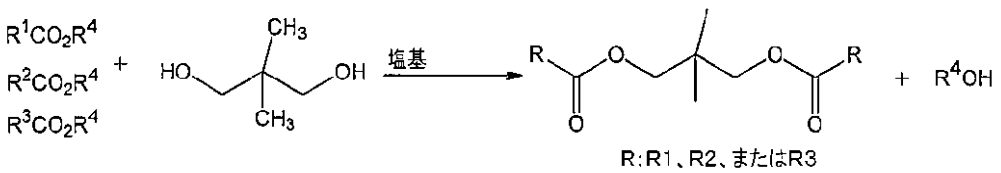
R=R1、R2、またはR3

スキームIII

【００５７】

一実施形態では、ポリオールはネオペンチルグリコールを含み、第２の合成ステップは以下のスキームＩＶに示されるように表すことができ、Ｒ[1]、Ｒ[2]、Ｒ[3]、およびＲ[4]は上記の定義と同じ意味を有する。スキームＩＶでは、出発混合物の脂肪酸エステルは３つだけが示されているが、混合物は、本明細書中の上記のＨＯＳ油の脂肪酸部分のＣ１６：０、Ｃ１８：０、Ｃ１８：１、Ｃ１８：２、およびＣ１８：３含量を満たすような様々な脂肪酸エステルを含有することに注意する。さらに、ただ１つの一般化されたポリオールエステル生成物が示されるが、ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むネオペンチルグリコールエステルの混合物が生成され、ＲはＲ[1]、Ｒ[2]、およびＲ[3]または意の組み合わせであり得る。

【化４】



R:R1、R2、またはR3

スキームIV

【００５８】

本発明のいずれのスキームにおいても、第２の塩基触媒は、第１の塩基触媒と同じ群の触媒から選択することができ、第１の触媒と同じであってもよいし、第１の触媒とは異なっていてもよい。第２の塩基触媒は、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、ナトリウムメトキシド、またはこれらの組み合わせを含むことができる。一実施形態では、第２の塩基触媒は水酸化カリウムを含む。通常、高い反応速度を維持しながらモノアルコール副生成物の活発な沸騰およびポリオールの損失を回避するために、反応温度はポリオールエステルへの転化が進行するにつれてゆっくり上昇される。より揮発性のモノアルコールＲ[4]ＯＨは、減圧下で蒸留によって除去することができる。脂肪酸エステルをポリオールと反応させるための適切な反応条件は、５トル～約１００トルの範囲の真空下で、約５０℃～約２００℃の反応温度と、約５時間～約１５０時間の反応時間を含む。高転化率におけるペンタエリトリトールエステルの調製は、より高い温度およびより長い反応時間を必要とし得る。

【００５９】

モノアルコールおよび場合により任意の未反応脂肪酸エステルを除去した後、ポリオールエステルの混合物は、例えば、混合物の遠心分離およびシリカゲル薄層の通過によって、任意のより高沸点の副生成物から分離することができる。次に、ポリオールエステルの混合物は１１０℃の完全真空（０．５トル以下）において通常は約１時間乾燥されて、ポリオールエステルの最終混合物を提供することができる。

【００６０】
同様に、ポリオールエステルの混合物は、例えば、ヒマワリ油、キャノーラ油、ベニバナ油、菜種油、トウモロコシ油、オリーブ油、ココナッツ油、ヤシ油、ヒマシ油、商品大豆油、高オレイン酸ヒマワリ油、高オレイン酸キャノーラ油、およびこれらの混合物を含むがこれらに限定されないその他の植物油から得ることができる。ポリオールエステルの混合物の特徴、例えば、Ｃ１８：１、Ｃ１８：２、Ｃ１３：３、Ｃ１６：０、およびＣ１８：０部分などの不飽和および飽和部分の含量は、これらが由来する植物油の組成を反映することができる。ポリオールエステルの混合物は、１つまたは複数のポリオールエステルを混合物から分離するため、あるいはポリオールエステルの１つまたは複数に関して混合物を濃縮または枯渇させるために、例えば蒸留によって精製されてもよい。ポリオールエステルの混合物の調製プロセスの一実施形態では、プロセスはさらに、高オレイン酸大豆油に加えて、高オレイン酸大豆油以外の少なくとも１つの植物油を提供することを含む。

【００６１】
Ｃａｒｇｉｌｌ，Ｉｎｃ．から入手可能なＩＭＣ－１３０キャノーラ油は、約７５％のオレイン酸含量と、約１４％の多価不飽和脂肪酸含量（Ｃ１８：２およびＣ１８：３）とを有する。米国特許第５，７６７，３３８号明細書には、ＩＭＣ－１３０の植物および種子が記載されている。また米国特許第５，８６１，１８７号明細書も参照されたい。例えば、約７７％～約８１％、または約８６％～約９２％のオレイン酸含量を有する高オレイン酸ヒマワリ油は、Ａ．Ｃ．Ｈｕｍｋｏ，Ｍｅｍｐｈｉｓ　ＴＮから得ることができる。米国特許第４，６２７，１９２号明細書には、高オレイン酸ヒマワリ油が記載されている。

【００６２】
誘電流体はさらに、誘電流体の全質量を基準として、約１ｗｔ％～約７０ｗｔ％、例えば約１ｗｔ％～約５０ｗｔ％、または約１ｗｔ％～約３０ｗｔ％、または約１ｗｔ％～約２０ｗｔ％、または約１ｗｔ％～約１０ｗｔ％の、植物油、植物油ベースの流体、ポリオールと高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸エステルの混合物との反応から誘導されるポリオールエステルの混合物、鉱油、合成エステル、ケイ素流体およびポリアルファオレフィンなどの他の誘電流体を含むブレンディング成分を含み得る。一実施形態では、誘電流体はさらに、植物油、鉱油、シリコーン流体、合成エステル、ポリアルファオレフィン、またはこれらの混合物からなる群から選択されるブレンド成分を含む。

【００６３】
誘電流体は、有用な添加剤、例えば、酸化防止剤、金属不動態化剤、金属不活性化剤、特に銅不活性化剤、防蝕剤、難燃剤、熱安定剤、粘度調整剤、流動点降下剤、消泡剤、酸塩基指示薬、酸捕捉剤、可塑剤、および染料を含有することができるが、ただし、添加剤は組成物中に可溶性であり、高温において熱安定性であり、そして誘電流体または絶縁材料の電気特性に悪影響を与えないものとする。一実施形態では、誘電流体はさらに、酸化防止剤、防蝕剤、金属不活性化剤、酸捕捉剤、および流動点降下剤からなる群から選択される少なくとも１つの添加剤を含む。

【００６４】
最も一般的な酸化防止剤は、天然または合成フェノール、ヒンダードフェノール、キノン、ヒドロキノン、およびこれらの誘導体である。植物油と容易にブレンドすることができる有用な酸化防止剤の例としては、ブチル化ヒドロキシアニソール（ＢＨＡ）、第３級ブチルヒドロキノン（ＴＢＨＱ）、ブチル化ヒドロキシルトルエン（ＢＨＴ）、ヒドロキノンモノメチルエーテル（ＭＥＨＱ）、Ｉｏｎｏｌ（登録商標）９２６、Ｉｏｎｏｌ（登録商標）ＬＣ、エトキシキン、フェノチアジン、Ｉｒｇａｎｏｘ（登録商標）２５９、Ｃｈｉｍａｓｓｏｒｂ（登録商標）９４４、Ｉｒｇａｎｏｘ（登録商標）１３３０、Ｉｒｇａｎｏｘ（登録商標）Ｅ２０１、ピロガロール、カテコール、カテシン（ｃａｔｈｅｃｉｎ）、メチルヒドロキノン、４－メトキシフェノール、２－フェニルヒドロキノン、カテシン（ｃａｔｈｅｃｉｎ）、メトキシヒドロキノン、ジメトキシフェノール、アスコルビ

ン酸、トコフェロール、およびトコトリエノールが挙げられる。酸化防止剤は、使用中の誘電流体および／または絶縁材料の分解を防止または低減するために、約１００ｐｐｍ～約１０，０００ｐｐｍ、例えば約５００ｐｐｍ～約５０００ｐｐｍ、または約８００ｐｐｍ～約２５００ｐｐｍの量で誘電流体に添加することができる。

【００６５】

一般に、流動点降下剤は、例えば、アクリレートもしくはメタクリレートコポリマー、またはステアリルメタクリレート、イソデシルアクリレート、ブチルメタクリレート、２－エチルヘキシルアクリレート、およびラウリルアクリレートなどのエステルであり得る。流動点降下剤の添加は誘電流体の流動点を効果的に低減することができ、その低温流動性を改善する。有用な流動点降下剤の例としては、Ｅｎｅｒｆｌｏｗ１０７６７１Ａ（Ｅｎｅｒｔｅｃｈ Ｌａｂｓ．Ｉｎｃ．，Ｂｕｆｆａｌｏ，ＮＹ）Ｉｎｆｉｎｅｕｍ Ｖ３８５、Ｉｎｆｉｎｅｕｍ３８７、（Ｏｘｆｏｒｄｓｈｉｒｅ，ＯＸ，Ｕｎｉｔｅｄ Ｋｉｎｇｄｏｍ）、Ａｃｌｕｂｅ Ｐ－Ｄ３０００、Ａｃｌｕｂｅ Ｐ－Ｄ４０７０（Ｓａｎｙｏ Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ，Ｔｏｋｙｏ，Ｊａｐａｎ）が挙げられる。流動点降下剤は、誘電流体の質量を基準として、約１ｗｔ％～約１５ｗｔ％、または約１ｗｔ％～約１０ｗｔ％、または約１ｗｔ％～約５ｗｔ％の量で誘電流体に添加することができる。

【００６６】

金属不動態化剤および金属不活性化剤は、一般に、窒素、酸素、硫黄およびジスルフィドなどのヘテロ原子を含有する有機材料であり、金属または金属酸化物表面に結合して、不動態化防蝕効果を提供することができる。また、不活性金属キレートの形成によって液相における金属触媒による酸化を遅くすることができる化合物も存在し、電気装置において銅などの金属の望ましくない溶解を低減することができる。適切な金属不動態化剤および金属不活性化剤の例としては、ジサリチリデンジアミン、アントラニル酸、ベンゾトリアゾールおよびトリルトリアゾールが挙げられる。

【００６７】

酸捕捉剤は、変圧器などの電気装置において酸が金属または固体絶縁材料と反応しないように、誘電流体の熱分解により生じ得る酸を中和するために誘電流体に添加することができる。有用な酸捕捉剤の例としては、ハイドロタルサイト、金属脂肪酸エステル（例えば、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、２－エチルヘキサン酸ナトリウム）、エポキシエステル、ゼオライト、イオン性液体、イミダゾール、Ｈｙｓａｆｅ（登録商標）５３９、Ｓｉｐａｘ（登録商標）ＡＣ－２０７、Ｈｙｃｉｔｅ（登録商標）７１３、Ｃｅａｓｉｔ（商標）ＡＶ、Ｃａｒｄｕｒａ Ｅ１０Ｐ、およびＢａｓｉｌ（商標）が挙げられる。酸捕捉剤は、誘電流体の質量を基準として、約０．０１ｗｔ％～約５ｗｔ％、または約０．０５ｗｔ％～約２ｗｔ％の量で誘電流体に添加することができる。

【００６８】

本明細書で開示される絶縁材料は、本明細書に開示される不織ウェブの特性を有する電気絶縁材料を必要とする用途、例えば、液体充填電力変圧器、配電変圧器、牽引変圧器、リアクタ、ならびにスイッチおよびタップ切替器などのこれらの付属設備（これらは全て流体充填されている）などにおける使用に適している。誘電流体と、本明細書に記載される不織ウェブを含む固体絶縁材料との組み合わせは、電気装置のための電気絶縁を提供する。一実施形態では、本明細書に開示される絶縁材料を含む電気装置は、電気変圧器、電気コンデンサー、流体充填伝送線、電力ケーブル、電気インダクタ、または高圧スイッチである。一実施形態では、電気装置は閉鎖型変圧器である。一実施形態では、電気装置は、不活性ガスを含有するヘッドスペースを有する開放型変圧器である。一実施形態では、誘電材料は、少なくとも約５質量パーセント、または少なくとも約１０質量パーセント、または少なくとも約１５質量パーセント、または少なくとも約２０質量パーセントの誘電流体が含侵された本明細書に記載される不織ウェブを含む。誘電材料は、誘電流体で飽和されるように、誘電流体によって含侵され得る。一実施形態では、不織ウェブは、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬した後、少なくとも約７０％である縦方向の破断点引張強さ保持率を有する。一実施形態では、不織ウェブは、約１６０℃の植物油に約４週間浸漬し

た後、少なくとも約５５％である縦方向の伸び保持率を有する。

【００６９】

液体充填変圧器のための安価な絶縁材料として使用される場合、本明細書に開示される不織ウェブは高い引張強さを保持し、次に変圧器の延長された寿命を提供するので、不織ウェブは製造業者および消費者の両方に長期的な利益を提供することができる。有利には、不織ウェブはセルロース絶縁材料とは違って老化中に水を放出しない。また不織ウェブは良好な柔軟性および弾性特性を保持することができるが、セルロース絶縁材料は分解の間に脆くなる可能性があり、セルロース分解の小さい浮遊副生成物は変圧器の絶縁破損を引き起こし得る。

【００７０】

本明細書に開示される絶縁材料は、誘電媒体が空気である乾式変圧器においてもうまく機能し得ると考えられる。

【００７１】

酸化防止剤、流動点降下剤、酸捕捉剤、および可塑剤などの特定の添加剤は誘電流体の熱容量をさらに改善することができ、同時に、不織ウェブ、不織ウェブを含む絶縁材料、および不織ウェブを含む誘電材料の機械性能に対してプラス効果を有し得る。

【００７２】

本明細書に開示される絶縁材料、誘電装置、および誘電材料は、クラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙をさらに含むことができる。複数の連続スパンボンドポリエステル２成分繊維を含み、複数の２成分繊維のそれぞれが、芯の中の約２０質量％～約８０質量％のポリ（エチレンテレフタレート）、および芯を包囲する鞘の中の約８０質量％～約２０質量％のポリ（トリメチレンテレフタレート）を含む不織ウェブと、クラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙との組み合わせは、必要とされる電気特性を低コストで提供することによって有利であり得る。一実施形態では、不織ウェブならびにクラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙は、変圧器コイルおよび芯、コネクタ、ならびにワイヤの多層ラッピングを提供するために使用され得る。一実施形態では、不織ウェブは、変圧器のほぼ円筒形の部分に初期層を巻き付けるために使用され、クラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙は付加的な層を巻き付けるために使用され得る。不織ウェブの使用は、より高い引裂抵抗および曲率半径に対するより良い一致を提供することができる。一実施形態では、変圧器の絶縁は不織ウェブならびにクラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙の層を含むことができ、不織ウェブまたはクラフト紙は、変圧器において発生される熱および磁束の勾配に応じて、最初または最後の層として使用され得る。一実施形態では、変圧器の周りの絶縁は、クラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙を含むことができ、機械的により強い不織ウェブがクラフト紙上の外層としてそれを保護するために使用され得る。一実施形態では、絶縁を通る誘電流体の浸透性を制御するために、不織ウェブとクラフト紙および／または熱的に改善されたクラフト紙との組み合わせを使用することができ、より低い浸透性を有する材料は変圧器のより高温の表面に対して配置されて、誘電流体のより良好な流動性を提供することができる。

【実施例】

【００７３】

実施例において以下の材料を使用した。市販の試薬は全て、他に記載されない限りは入手したままの状態で使用した。

【００７４】

以下の脂肪酸：パルミチン酸（６．５ｗｔ％）、ステアリン酸（４．１５ｗｔ％）、オレイン酸（７３．９ｗｔ％）、リノール酸（８．７７ｗｔ％）、およびリノレン酸（２．９４ｗｔ％）のトリグリセリドを含有する、精製、漂白、および脱臭された高オレイン酸大豆油（ＲＢＤ　ＨＯＳ油、本明細書では「ＨＯＳ油」と称される）は、米国特許第５，９８１，７８１号明細書に従って得た。５０ミリトルの真空を適用して、ロータリーエバポレータ（ｒｏｔｏｖａｐ）により油を９０℃で４時間注意深く乾燥させた。

【００７５】
市販の鉱油ＵＮＩＶＯＬＴ　Ｎ６１Ｂ（ＥｘｘｏｎＭｏｂｉｌ，Ｆａｉｒｆａｘ　ＶＡ）は、加速安定性試験の前に乾燥させることなく、入手したままの状態で使用した。ＵＮＩＶＯＬＴ　Ｎ６１Ｂは、水素処理された軽質ナフテン酸留出物（石油）であると説明することができる。これを使用する実施例および比較例では「鉱油」と呼ばれる。
【００７６】
市販のクラフト紙および市販の熱的に改善されたクラフト紙（２２ＨＣＣ）は、Ｗｅｉｄｍａｎｎ　Ｅｌｅｃｔｒｉｃａｌ　Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｙ　Ｉｎｃ．（Ｓｔ．Ｊｏｈｎｓｂｕｒｙ，ＶＴ）から入手した。エポキシド化大豆油（Ｖｉｃｏｆｌｅｘ７１７０）は、Ａｒｋｅｍａ　Ｉｎｃ．（Ｂｌｏｏｍｉｎｇ　Ｐａｉｒｉｅ，ＭＮ）から入手した。第３級ブチルヒドロキノン（ＴＢＨＱ、９５％、カタログ＃１１２９４１）、カテキン、およびエポキシド化大豆アクリレート（カタログ＃４１２３３３）は、Ａｌｄｒｉｃｈ（Ｓｔ．Ｌｏｕｉｓ，ＭＯ）から入手した。Ｉｒｇａｎｏｘ２５９は、Ｃｉｂａ　Ｓｐｅｃｉａｌｔｙ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｉｎｃ．（Ｔａｒｒｙｔｏｗｎ，ＮＹ）から入手した。Ｎ，Ｎ’－ビス（サリチリデン）－１，２－プロパンジアミンは、ＴＣＩ（Ａｍｅｒｉｃａ，（Ｐｏｒｔｌａｎｄ，ＯＲ）から入手した。銅片は、Ａ．Ｊ．Ｏｓｔｅｒ　Ｆｏｉｌｓ（Ａｌｌｉａｎｃｅ，ＯＨ）から入手した。ステアリルメタクリレート、イソデシルアクリレート、ブチルメタクリレート、２－エチルヘキシルアクリレート、ラウリルメタクリレート、およびＶａｚｏ（登録商標）６４は、Ａｌｄｒｉｃｈ（ｓｉｇｍａａｌｄｒｉｃｈ．ｃｏｍ）から購入した。トルエンは、ＥＤＭ（ｅｄｍｃｈｅｍｉｃａｌｓ．ｃｏｍ）から入手した。
【００７７】
スパンボンド不織ウェブの作製
２成分繊維を含む不織ウェブを、ポリ（エチレンテレフタレート）（ＰＥＴ）成分およびポリ（トリメチレンテレフタレート）（ＰＴＴ）成分から作った。ＰＥＴ成分は、Ｄｕｐｏｎｔ　Ｃｏｍｐａｎｙ（Ｏｌｄ　Ｈｉｃｋｏｒｙ，ＴＮ）からＰＥＴ樹脂グレード４４３４として入手され、０．６７ｄｌ／ｇの固有粘度（ＩＶ）を有した。ＰＴＴ成分Ｄ１３４５４７０９Ｓｏｒｏｎａ（登録商標）Ｊ２２４１セミダル（ｓｅｍｉ－ｄｕｌｌ）もＤｕｐｏｎｔ　Ｃｏｍｐａｎｙ（Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ，ＤＥ）から入手可能である。使用したＰＴＴは、１．０２ｄｌ／ｇのＩＶ、約２８０００のＭｎ、および約３７質量％の再生可能資源による材料を有した。
【００７８】
ＰＥＴ樹脂およびＰＴＴ樹脂はいずれも、１００℃の温度のスルーエアー乾燥器において、５０ｐｐｍ未満の水分含量まで乾燥させた。
【００７９】
Ｎｏｒｄｓｏｎ　Ｆｉｂｅｒ　Ｓｙｓｔｅｍｓ　Ｉｎｃ．（Ｄｕｌｕｔｈ，ＧＡ）およびＨｉｌｌｓ　Ｉｎｃ．（Ｗ．Ｍｅｌｂｏｕｒｎｅ，ＦＬ）によって製造される２成分紡糸システムＭｏｄｅｌ＃ＮＦ５を、スパンボンド構造を形成するために使用した。２つの成分は別々に押し出され、スピン－パックアセンブリに計量供給され、そこで２つの溶融ストリームは別々にろ過されてから、分配プレートのスタックを通して結合されて、多数の列の鞘－芯繊維断面を提供する。スピン－パックアセンブリは全部で１１６２の円形毛細管開口部で構成された。形成ゾーンの幅は５６ｃｍであった。スピン－パックアセンブリを２９５℃に加熱した。各毛細管を通して１．０ｇ／孔／分のポリマー処理速度でＰＴＴおよびＰＥＴポリマーを紡糸した。
【００８０】
７５ｃｍの長さにわたって延在するクロスフロークエンチにおいて繊維の束を冷却した。矩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。スピンパックとジェット入口の間の距離は６３ｃｍであった。
【００８１】
ジェットから出る繊維を形成ベルト上に捕集した。ベルトの下に真空を適用して、繊維

をベルトに固定するのを助けた。次に繊維を２つの平滑金属ロール間に形成されたニップ内で熱結合させた。両方のロールを１５５℃に加熱し、ニップ圧力は７１４Ｎ／ｃｍであった。熱結合したシートを次にロールに巻き付けた。

【００８２】

種々の坪量のスパンボンドを得るようにベルトの速度を変更した。ベルト速度を４２ｍ／分に設定して５０ｇｓｍのスパンボンドを得た。１００ｇｓｍのシートを得るために速度を２１ｍ／分に低下させ、１５０ｇｓｍのシートを得るために速度をさらに１４ｍ／分まで低下させた。

【００８３】

坪量はウェブまたはシートの単位面積当たりの質量の尺度であり、ＡＳＴＭ　Ｃ－３７７６により決定され、ｇ／m^2（ｇｓｍと略される）で報告される。

【００８４】

表ＮＷ－１は、２成分スパンボンド不織ウェブの組成および坪量を要約する。鞘および芯は、それぞれＰＴＴまたはＰＥＴのいずれかである１つの高分子成分を含む。従って、１で示されるスパンボンド不織ウェブの場合、鞘の中の５０質量％のＰＴＴおよび芯の中の５０質量％のＰＥＴは、鞘対芯の質量比が５０：５０であるように、鞘が純粋なＰＴＴを含み、芯が純粋なＰＥＴを含むことを意味する。２で示されるスパンボンド不織ウェブの場合、鞘の中の２５質量％のＰＴＴおよび芯の中の７５質量％のＰＥＴは、鞘対芯の質量比が２５：７５であるように、鞘が純粋なＰＴＴを含み、芯が純粋なＰＥＴを含むことを意味する。５０ｇｓｍの坪量を有する不織ウェブ１のサンプルは本明細書では不織ウェブ１－１と呼ばれ、１００ｇｓｍの坪量を有する不織ウェブ１のサンプルは本明細書では不織ウェブ１－２と呼ばれ、１５０ｇｓｍの坪量を有する不織ウェブ１のサンプルは本明細書では不織ウェブ１－３と呼ばれる。同様に、５０、１００、または１５０ｇｓｍの坪量を有する不織ウェブ２のサンプルは、本明細書では、それぞれ不織ウェブ２－１、２－２、および２－３と呼ばれる。

【００８５】

表ＮＷ－１：例示的な２成分スパンボンドウェブの組成

スパンボンド不織ウェブ		組成（繊維の全質量を基準とした質量%）		坪量(gsm)
		鞘	芯	
1	1–1	50% PTT	50% PET	50
	1–2	50% PTT	50% PET	100
	1–3	50% PTT	50% PET	150
2	2–1	25% PTT	75% PET	50
	2–2	25% PTT	75% PET	100
	2–3	25% PTT	75% PET	150

【００８６】

不織ウェブの強度および摩耗の測定

以下のような不織布のための標準ＡＳＴＭ（米国材料試験協会）法を用いて、スパンボンド不織ウェブ１および２を、強度（グラブ引裂き、トラペゾイド引裂き、ストリップ引張りおよびミューレン破裂）について試験した。

【００８７】

ストリップ引張強さはシートの破壊強度の尺度であり、ＡＳＴＭ　Ｄ１１１７－０１、Ｄ５０３５－９５に従い、２．５４ｃｍ（１インチ）の幅広ストリップにおいて実施され、表ＮＷ－２に報告される。

【００８８】

表ＮＷ－２：例示的な２成分スパンボンドウェブのストリップ引張強さ

坪量 (gsm)	サンプル#	ストリップ引張，MD			ストリップ引張，XD		
		負荷 (N)	ひずみ (%)	負荷/坪量 (N/gsm)	負荷 (N)	ひずみ (%)	負荷/坪量 (N/gsm)
50	1-1	54.47	50.23	1.0894	51.21	57.95	1.0242
50	2-1	64.17	58.24	1.2834	43.69	52.62	0.8738
100	1-2	90.94	36.6	0.9094	81.7	54.77	0.8170
100	2-2	133.99	59.89	1.3399	125.05	77	1.2505
150	1-3	174.94	52.44	1.1663	168.89	73.52	1.1259
150	2-3	257.75	85.31	1.7183	205.88	82.68	1.3725

【００８９】

表ＮＷ－２は、１００ｇｓｍおよび１５０ｇｓｍにおいて、鞘の中に２５質量％のＰＴＴを含有するスパンボンドウェブ（サンプル２－２および２－３）が、鞘の中に５０質量％のＰＴＴを含有するもの（サンプル１－２および１－３）よりも強いことを示唆する。

【００９０】

ミューレン破裂試験はウェブを破裂させるために必要とされる圧力を測定し、ＡＳＴＭ Ｄ１１１７－０１、Ｄ５０３５－９５に従って実施され、表ＮＷ－３において単位面積当たりの力の単位ＫＰａで報告される。

【００９１】

表ＮＷ－３：例示的な２成分スパンボンドウェブのミューレン破裂試験結果

[坪量(gsm)	サンプル#	ミューレン破裂 (KPa)	ミューレン破裂/坪量 (KPa/gsm)
50	1-1	267.53	5.3506
50	2-1	260.63	5.2126
100	1-2	479.89	4.7989
100	2-2	619.17	6.1917
150	1-3	714.322	4.7621
150	2-3	>827.4	-

【００９２】

１５０ｇｓｍにおいて、サンプル２－３（鞘中のＰＴＴ）のミューレン破裂は機器の限界を超えたので測定できなかった。

【００９３】

グラブ引裂強さは、ウェブ片を２つに引き裂くために必要とされる力の尺度である。グラブ引裂強さは、互いに協同して作用するウェブの個々の糸の破壊強度に基づく。グラブ引裂きは、ＡＳＴＭ Ｄ１１１７－０１、Ｄ５０３５－９５に従って、縦方向（ＭＤ）および縦方向に垂直な方向（ＸＤ）の２方向で実施され、ニュートンで報告される。結果は表ＮＷ－４に要約される。

【００９４】

表ＮＷ－４：例示的な２成分スパンボンドウェブのグラブ引裂試験

坪量 (gsm)	サンプル#	グラブ引裂強さ，MD			グラブ引裂強さ，XD		
		負荷 (N)	ひずみ (%)	負荷/坪量 (N/gsm)	負荷 (N)	ひずみ (%)	負荷/坪量 (N/gsm)
50	1−1	141.4	28.73	2.8280	141.4	46.51	2.8280
50	2−1	141.95	30.6	2.8390	126.78	44.93	2.5356
100	1−2	298.89	35.28	2.9889	297.2	55.01	2.9720
100	2−2	413.42	52.06	4.1342	337.51	53.22	3.3751
150	1−3	534.25	39.82	3.5617	495.36	52.85	3.3024
150	2−3	693.58	58.03	4.6239	618.28	68.47	4.1219

【００９５】
表ＮＷ－４は、１００ｇｓｍおよび１５０ｇｓｍにおいて、鞘の中に２５質量％のＰＴＴを含有するスパンボンドウェブ（サンプル２－２および２－３）が、鞘の中に５０質量％のＰＴＴを含有するもの（サンプル１－２および１－３）よりも強いことを示唆する。
【００９６】
トラペゾイド引裂強さは継続される引裂きに抵抗する能力の尺度である。試験片は、台形形状である。サンプルには引裂きのための切り込みが入れられ、ウェブを横切って引裂きを継続するために必要とされる力が測定される。トラペゾイド引裂きはＡＳＴＭ　５７３３に従って実施された。結果は、表ＮＷ－５に要約される。
【００９７】
表ＮＷ－５：例示的な２成分スパンボンドウェブのトラペゾイド引裂

坪量(gsm)	サンプル#	トラペゾイド引裂，MD (KPa)	トラペゾイド引裂 /坪量，MD (KPa/gsm)
50	1−1	267.53	5.3506
50	2−1	260.63	5.2126
100	1−2	479.89	4.7989
100	2−2	619.17	6.1917
150	1−3	714.322	4.7621
150	2−3	>827.4	−

【００９８】
それぞれ１００ｇｓｍの坪量であり、点結合もされたスパンボンド不織ウェブ１－２および２－２を用いて、加速老化研究を実施した。不織ウェブ１－２は、鞘対芯の質量比が５０：５０であるように、鞘の中に５０質量％のＰＴＴを含み、芯の中に５０質量％のＰＥＴを含んでいた。不織ウェブ２－２は、鞘対芯の質量比が２５：７５であるように、鞘の中に２５質量％のＰＴＴを含み、芯の中に７５質量％のＰＥＴを含んでいた。各ウェブサンプルの厚さは結果の表に示される。以下の実施例および比較例に記載されるように、添加剤を含むおよび添加剤を含まない植物油（ＨＯＳ油）ならびに鉱油中で不織ウェブを試験した。オーブン内で不織ウェブを１１０℃で２４時間乾燥させた後、加速老化研究で使用した。
【００９９】
以下に提供される実施例において以下の試験方法を用いた。
【０１００】

高オレイン酸大豆油サンプルの含水量は、カールフィッシャー容量滴定法（ＥＭＤ Ａｑｕａｓｔａｒ ＡＱＶ３３、ＥＭＤ ＣｏｍｂｉＴｉｔｔｒａｎｔ ５、５０：５０メタノールトルエン溶媒中）を用いて決定した。通常、高オレイン酸大豆油の水分含量は乾燥後に約１６０ｐｐｍの水であった。同じ方法により、鉱油ＵＮＩＶＯＬＴ Ｎ６１Ｂの含水量を決定した。鉱油は、通常、約３０ｐｐｍの水を含有した。

【０１０１】

ＡＳＴＭ Ｄ８２８－９７に従い、修正されたＭＴＳ Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ Ｔｅｓｔｗｏｒｋｓ ４ Ｓｏｆｔｗａｒｅと共に、Ｉｎｓｔｒｏｎ Ｍｏｄｅｌ １１２５（Ｉｎｓｔｒｏｎ Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ，Ｃａｎｔｏｎ，ＭＡ）を用いて、２．５４ｃｍ（１インチ）幅および１２．７０ｃｍ長（５インチ）の試験片において、実施例１～２５の不織ウェブについての引張りおよび伸び特性を測定した。実施例２６～２８ならびに比較例Ｇ、Ｈ、Ｉ、およびＪにおいて、引張り特性および伸びは、フラットーフェースグリップ（Ｉｎｓｔｒｏｎ Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ，Ｃａｎｔｏｎ，ＭＡ）およびＢｌｕｅｈｉｌｌソフトウェアと共に、Ｉｎｓｔｒｏｎ Ｍｏｄｅｌ １１２２／８５００Ｒにおいて４回繰り返して、ＡＳＴＭ Ｄ８２８－９７に従い、２．５４ｃｍ（１インチ）幅および１０．１６ｃｍ長（４インチ）試験片において測定した。引張りおよび伸び特性の測定の前に、過剰の油を不織布サンプルから拭き取った。

【０１０２】

老化した不織ウェブの引張強さ保持率は、以下のように計算した。

【数１】

$$\text{引張保持率}(\%) = \frac{\text{老化サンプルの引張強さ}}{\text{基準サンプルの引張強さ}} \times 100$$

【０１０３】

同様に、破断伸び保持率（縦方向または横方向）は、以下のように計算した。

【数２】

$$\text{伸び保持率}(\%) = \frac{\text{老化サンプルの破断点伸び}}{\text{基準サンプルの破断点伸び}} \times 100$$

【０１０４】

クラフト紙、熱的に改善されたクラフト紙、および不織ウェブの厚さは、カリパスを用いてミリメートルで測定して、ミクロンに変換した。

【０１０５】

実施例１～２４および比較例Ａ～Ｊについて、１６０℃または１８０℃または２００℃で４週間（６７２時間）、８週間（１３４４時間）、または１６週間（２６８８時間）の加速老化研究を実施して、高温での誘電流体への暴露が不織ウェブ絶縁材料に与える効果を決定し、液体充填変圧器中の材料の予想される潜在的な寿命を推定した。試験の前に不織ウェブサンプル、ガラス試験管および油を注意深く乾燥させた。オーブン内で不織ウェブを１１０℃で２４時間乾燥させた。ガラス容器を５５０℃で２４時間乾燥させ、室温まで冷却し、不織ウェブおよび油を入れてから、窒素雰囲気中で密封した。各管に約８４ｃｍ^{3}の油を充填し、平均不織布サンプル質量は１．８ｇであり、ヘッドスペースは約３０～３９ｃｍ^{3}であった。油（添加剤を含むまたは含まない）中に浸漬された不織布サンプルを含有する試験管を、所望の温度に維持したオーブンに入れた。４、８、または１６週間の所望される老化の後、試験管をオーブンから取り出し、過剰の油を不織ウェブサンプルから拭き取り、老化試験片において物理的測定を実施した。４、８、および１６週間の老化試験のために別箇の不織布サンプルを使用した。

【０１０６】

実施例２５および２６ならびに比較例ＫおよびＬについては、以下の相違点を除いて上

記のとおりに加速老化研究を実施した。２日間（４８時間）および４週間（６７２時間）の間、温度は２００℃であった。老化研究を実施する前に、不織ウェブ２－２サンプルをガラス管中、－８０ｋＰａの真空下で２４時間、１１５℃において乾燥させてから、８５ｇの油を添加し、油／不織布混合物を同じ条件下で８時間さらに乾燥させた後、N_2（１６時間）下で室温まで冷却した。ガラス管を空気にさらしてから、約２０ｃｍ^{3}のヘッドスペースと共に密封した。

【０１０７】

ポロシメトリー－窒素吸着／脱着測定は、ＡＳＴＭ Ｄ４６４１（Ｍｉｃｒｏｍｅｔｒｉｃｓ ＡＳＡＰモデル２４００ポロシメータ、Ａｔｌａｎｔａ ＧＡ）に定義されるように７７．３Ｋで実施した。Ｌ．Ａｂｒａｍｓ ｅｔ．ａｌ，Ｔａｐｐｉ Ｐｒｏｃｅｅｄｉｎｇｓ １９９６ Ｃｏａｔｉｎｇ Ｃｏｎｆｅｒｅｎｃｅ，ｐ１８５－１９２（Ｍｉｃｒｏｍｅｔｒｉｃｓ Ａｕｔｏｐｏｒｅモデル９２２０ポロシメータ、Ａｔｌａｎｔａ ＧＡ）において定義されるように、水銀ポロシメトリーを実施することによって圧縮率を補正し、補正された骨格密度、圧縮率、侵入容積（ｉｎｔｒｕｓｉｏｎ ｖｏｌｕｍｅ）および表面積が示される。

【０１０８】

交流電流絶縁耐力（ＡＣＤＳ）は、ＡＳＴＭ Ｄ１４９に従って測定した。真空（１１５℃、＜５トル）下で２４時間加熱することによりサンプルを前処理してから、窒素（１１５℃）下で８時間鉱油中に沈めて加熱し、窒素下で１６時間冷却した。試験は、Ｐｈｅｎｉｘ ６ＴＣＥ４１００／５０－５／Ｄ１４９Ｘにおいて１／４インチ半径の２インチ電極を用いて２３℃で実施した。

【０１０９】

比較例Ａ

任意の油中に浸漬されたクラフト紙を断片（２．５ｃｍ×７．５ｃｍ）に切断し、引張り特性を測定した。結果は表１および２に示される。

【０１１０】

比較例Ｂ

クラフト紙を断片（２．５ｃｍ×７．５ｃｍ）に切断してガラス容器に入れ、次にこれに高オレイン酸大豆油（ＨＯＳ油）を充填した。容器を１６０℃のオーブンに２週間（３３６時間）入れた。容器を取り出し、冷却し、紙サンプルから過剰の油を拭き取った後、引張り特性を測定した。結果は表１および２に示される。

【０１１１】

比較例Ｃ

比較例Ｃは、ＨＯＳ油の代わりに鉱油を使用したことを除いて、比較例Ｂと同じ方法で実施した。結果は表２に示される。

【０１１２】

比較例Ｄ

どの油にも浸漬されていない熱的に改善されたクラフト紙を断片（２．５ｃｍ×７．５ｃｍ）に切断し、引張り特性を測定した。結果は表１および２に示される。

【０１１３】

比較例Ｅ

熱的に改善されたクラフト紙を断片（２．５ｃｍ×７．５ｃｍ）に切断してガラス容器に入れ、次にこれにＨＯＳ油を充填した。容器を１６０℃のオーブンに２週間（３３６時間）入れた。次に、容器を取り出し、冷却し、紙サンプルから過剰の油を拭き取った後、引張り特性を測定した。結果は表１および２に示される。

【０１１４】

比較例Ｆ

比較例Ｆは、ＨＯＳ油の代わりに鉱油を使用したことを除いて、比較例Ｅと同じ方法で実施した。結果は表２に示される。

【０１１５】

実施例１

どの油にも浸漬されていないスパンボンド不織ウェブ１－２のストリップを「乾燥」対照サンプルとして使用した。不織ウェブの引張り特性を縦方向（ＭＤ）および横または横断方向（ＸＤ）で測定した。結果は表１に示される。

【０１１６】

実施例２

スパンボンド不織ウェブ１－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を添加剤として含有するＨＯＳ油中に浸漬した。室温で２４時間後、過剰の油を不織ウェブサンプルから拭き取り、引張り特性を測定した。結果は表１に示される。

【０１１７】

実施例３

スパンボンド不織ウェブ１－２のストリップをＨＯＳ油中に１６０℃で４週間（６７２時間）浸漬した。そのときに、サンプルをオーブンから取り出し、引張り特性を測定した。結果は表１に示される。

【０１１８】

実施例４

スパンボンド不織ウェブ１－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を添加剤としてを含有するＨＯＳ油中に１６０℃で４週間（６７２時間）浸漬した。引張り特性は表１に示される。

【０１１９】

表１．選択された比較例（紙）および実施例１～４
（鞘の中に５０ｗｔ％のＰＴＴおよび芯の中に５０ｗｔ％のＰＥＴを含む不織ウェブ）の引張り特性

実施例	液体媒体	老化時間	厚さ (MD)	破断点引張強さ (MD)	引張強さ保持率 (MD)	破断点引張強さ (XD)	引張強さ保持率 (XD)	破断点伸び (MD)	破断点伸び保持率 (MD)	破断点伸び (XD)	破断点伸び保持率 (XD)
		hr	μm	N/cm (標準偏差)	%	N/cm (標準偏差)	%	% (標準偏差)	%	% (標準偏差)	%
比較例 A	なし	n/a	88	90.7 (+/−) 2.0)	n/a	14.5 (+/−0.5)	n/a	21.1 (+/−0.6)	n/a	8.5 (+/−0.6)	n/a
比較例 B +	HOS 油	336	83	28.7 (+/−) 0.5)	31.6	17.2 (+/−0.5)	118.6	4.8 (+/−0.9)	22.7	1.3 (+/−0.4)	15.3
比較例 D	なし	n/a	88	94.2 (+/−2.7)	n/a	14.6 (+/−0.4)	n/a	27.3 (+/−1.0)	n/a	8.7 (+/−0.9)	n/a
比較例 E #	HOS 油	336	80	31.9 (+/−0.9)	33.9	18.6 (+/−0.5)	127.4	3.6 (+/−0.9)	13.2	1.4 (+/−0.2)	16.1
実施例 1	なし	n/a	~250	39.9 (+/−3.2)	n/a	38.5 (+/−0.6)	n/a	31.2 (+/−5.2)	n/a	44.1 (+/−3.9)	n/a
実施例 2	HOS 油 + 10% エポキシド化大豆油	24	270	42.7 (+/−3.9)	n/a	35.2 (+/−2.1)	n/a	45.4 (+/−9.9)	n/a	57.5 (+/−0.5)	n/a
実施例 3 *	HOS 油, 添加剤なし	672	~250	28.5 (+/−0.5)	71.4	31.3 (+/−0.4)	81.3	17.9 (+/−3.9)	57.4	19.8 (+/−3.5)	44.9
実施例 4 **	HOS 油 + 10wt% エポキシド化大豆油	672	243	40.8 (+/−4.5)	95.6	33.6 (+/−3.3)	95.5	32.5 (+/−16.4)	71.6	38.2 (+/−5.2)	66.4

注：保持パーセント値は、以下のサンプルに対して計算した：
+ 比較例Ｂの値は、比較例Ａに対して計算した
# 比較例Ｅの値は、比較例Ｄに対して計算した
* 実施例３の値は、実施例１に対して計算した
** 実施例４の値は、実施例２に対して計算した

表１の結果が示すように、１６０℃のＨＯＳ油中における２週間の熱老化の後、クラフト紙（比較例Ｂ）の縦方向の引張強さ保持率は約３２％であり、熱的に改善されたクラフト紙（比較例Ｅ）の縦方向の引張強さ保持率は約３４％であった。対照的に、実施例３および４の不織ウェブは両方共、１６０℃における４週間の老化の後でも、約７０％よりも大きい縦方向の引張保持率を示した。実施例４のデータは、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を誘電流体に添加すると、縦方向および横方向の両方において不織ウェブの引張強さ保持率および伸び保持率が改善されることを示した。

【０１２１】

実施例５

どの油にも浸漬されていないスパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを「乾燥」対照サンプルとして使用した。不織ウェブの引張り特性を縦方向（ＭＤ）および横方向（ＸＤ）で測定した。結果は表２に示される。

【０１２２】

実施例６

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を添加剤として含有するＨＯＳ油中に浸漬した。室温で２４時間後、引張り特性を測定した。結果は表２に示される。

【０１２３】

実施例７

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップをＨＯＳ油中に１６０℃で４週間（６７２時間）浸漬した。引張り特性は表２に示される。

【０１２４】

実施例８

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油、１０００ｐｐｍのＴＢＨＱ、および１０００ｐｐｍのカテキンを含有するＨＯＳ油中に浸漬した。１６０℃で４週間（６７２時間）後、引張り特性を測定した。結果は表２に示される。

【０１２５】

実施例９

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油、１０００ｐｐｍのＴＢＨＱ、および１０００ｐｐｍのカテキンを含有するＨＯＳ油中に浸漬した。１６０℃で８週間（１３４４時間）後、引張り特性を測定した。結果は表２に示される。

【０１２６】

実施例１０

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を添加剤として含有するＨＯＳ油中に１６０℃で４週間（６７２時間）浸漬した。引張り特性は表２に示される。

【０１２７】

実施例１１

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油を添加剤として含有するＨＯＳ油中に１６０℃で８週間（１３４４時間）浸漬した。引張り特性は表２に示される。

【０１２８】

実施例１２

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを鉱油中に浸漬し、１６０℃で２週間（３３６時間）試験した。引張り特性は表２に示される。

【０１２９】

【表２】

表２．比較例Ａ～Ｆ（紙）および実施例５～１２

（鞘の中に２５ｗｔ％のＰＴＴおよび実施例５～１２の芯の中に７５ｗｔ％を含む不織ウェブ）の引張り特性

実施例	液体媒体	老化時間	厚さ（MD）	破断点引張強さ，（MD）	引張強さ保持率（MD）	破断点引張強さ（XD）	引張強さ保持率（XD）	破断点伸び（MD）	破断点伸び保持率（MD）	破断点伸び（XD）	破断点伸び保持率（XD）
		hr	μm	N/cm（標準偏差）	%	N/cm（標準偏差）	%	%（標準偏差）	%	%（標準偏差）	%
比較例A	なし	n/a	88	90.7（+/−）2.0）	n/a	14.5（+/−0.5）	n/a	21.1（+/−0.6）	n/a	8.5（+/−0.6）	n/a
比較例B ＋	HOS 油	336	83	28.7（+/−）0.5）	31.6	17.2（+/−0.5）	118.6	4.8（+/−0.9）	22.7	1.3（+/−0.1）	15.3
比較例C ＋	鉱油	336	82	34.0（+/−1.1）	37.5	17.1（+/−0.8）	117.9	8.6（+/−1.3）	40.8	1.6（+/−0.2）	18.8
比較例D	なし	n/a	88	94.2（+/−2.7）	n/a	17.0（+/−0.4）	n/a	27.3（+/−1.0）	n/a	8.7（+/−0.9）	n/a
比較例E ＃	HOS 油	336	80	31.9（+/−0.9）	33.9	18.6（+/−0.5）	109.4	3.6（+/−0.9）	13.2	1.4（+/−0.2）	16.1
比較例F ＃	鉱油	336	80	34.2（+/−0.8）	36.3	19.6（+/−0.3）	115.3	4.8（+/−0.6）	17.6	1.9（+/−0.1）	21.8
実施例5	なし	n/a	250	51.8（+/−2.7）	n/a	39.9（+/−1.0）	n/a	42.3（+/−4.7）	n/a	36.8（+/−4.6）	n/a
実施例6	HOS 油 ＋ 0wt% エポキシド化大豆油	24	273	41.7（+/−4.2）	n/a	40.1（+/−2.1）	n/a	50.0（+/−0.4）	n/a	53.8（+/−6.0）	n/a
実施例7 **	HOS 油	672	250	43.8（+/−1.0）	84.6	33.6（+/−1.1）	84.2	40.5（+/−6.7）	95.7	23.8（+/−8.1）	64.7

実施例8 *	HOS 油 + エポキシド化大豆油, TBHQ およびカテキン	672	280	41.7 (+/-2.7)	80.5 100.0	35.9 (+/-1.6)	104.6	25.6 (+/-5.4)	60.5 51.2	22.9 (+/-4.1)	62.2 42.6
実施例9 *	HOS 油 + エポキシド化大豆油, TBHQ およびカテキン	1344	285	34.1 (+/- 2.5)	65.8 81.8	29.9 (+/-2.2)	74.9 74.6	7.1 (+/-1.8)	16.8 14.2	9.2 (+/-1.4)	25.0 17.1
実施例10 *	HOS 油 + 0wt% エポキシド化大豆油	672	273	49.7 (+/-3.3)	95.9 119.2	43.9 (+/-2.4)	110.0 109.5	42.0 (+/-4.2)	99.3 84.0	45.9 (+/-7.4)	124.7 85.3
実施例11 *	HOS 油 + 10wt% エポキシド化大豆油	1344	263	48.8 (+/-5.9)	94.2 117.0	39.7 (+/-2.9)	99.5 99.0	45.0 (+/-9.2)	106.7 90.0	37.1 (+/-4.0)	100.8 69.0
実施例12 **	鉱油	336	250	12.8 (+/-1.5)	24.7	9.5 (+/-1.1)	23.8	0.82 (+/-0.1)	1.9	0.84 (+/-0.1)	2.3

注：保持パーセント値は、以下のサンプルに対して計算した：

+ 比較例ＢおよびＣの値は、比較例Ａに対して計算した

比較例ＥおよびＦの値は、比較例Ｄに対して計算した

* 実施例８、９、１０、および１１の値は、実施例６に対して計算した

** 実施例７および１２の値は、実施例５に対して計算した

表２の結果が示すように、１６０℃のＨＯＳ油中に浸漬した後の不織ウェブの引張強さ保持率は、誘電流体に添加剤を加えなくても４週間後に非常に良好であった。実施例７は４週間の老化後にはるかに良好な引張強さ保持率（８４．６％）を有したが、ＨＯＳ油中で２週間の老化後に、比較例Ｂは３１．６％の保持率を有し、比較例Ｅは３３．９％の引張強さ保持率を有した。添加剤を含有するＨＯＳ油中に４週間浸漬したウェブは、同じ温度のＨＯＳ油中で２週間の熱老化の後のクラフト紙（比較例Ｂ、３１％の保持率）および熱的に改善されたクラフト紙（比較例Ｅ、３４％の保持率）と比較して、非常に良好で改善された縦方向の引張強さ保持率、少なくとも約８０％の保持率（実施例８）およびそれ以上の保持率を有した。添加剤を含有するＨＯＳ油中に８週間浸漬したウェブは、少なくとも約６５％（実施例９）の縦方向の引張強さの保持率を示した。実施例１２は、鉱油中に２週間浸漬した後の不織ウェブの機械特性を示す。表２において、いくつかの場合には、計算された保持パーセントは、恐らく紙または不織ウェブの厚さが不均一であるために１００％を超えていた。

【０１３１】

比較例Ｇ

クラフト紙を用いて、比較例Ｇは、温度が１８０℃であることを除いて、比較例Ｂと同じ方法で実施した。データは表３に示される。

【０１３２】

比較例Ｈ

クラフト紙を用いて、比較例Ｈは、ＨＯＳ油の代わりに鉱油を使用し、温度が１８０℃であることを除いて、比較例Ｂと同じ方法で実施した。データは表３に示される。

【０１３３】

比較例Ｉ

熱的に改善されたクラフト紙を用いて、比較例Ｉは、温度が１８０℃であることを除いて、比較例Ｅと同じ方法で実施した。データは表３に示される。

【０１３４】

比較例Ｊ

熱的に改善されたクラフト紙を用いて、比較例Ｊは、ＨＯＳ油の代わりに鉱油を使用し、温度が１８０℃であることを除いて、比較例Ｅと同じ方法で実施した。データは表３に示される。

【０１３５】

実施例１３

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップをＨＯＳ油中に１８０℃で２週間（３３６時間）浸漬した。引張り特性は表３に示される。

【０１３６】

実施例１４

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として２０００ｐｐｍのＴＢＨＱを含有するＨＯＳ油中に浸漬した。１８０℃で４週間（６７２時間）後、引張り特性を測定した。結果は表３に示される。

【０１３７】

実施例１５

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、１０ｗｔ％のエポキシド化大豆油アクリレートを添加剤として含有するＨＯＳ油中に浸漬した。１８０℃で８週間（１３４４時間）後、引張り特性を測定した。結果は表３に示される。

【０１３８】

実施例１６

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として０．３２ｗｔ％のＴＢＨＱ、０．９２ｗｔ％のＩｒｇａｎｏｘ２５９、および２ｗｔ％のエポキシド化大豆油アクリレートを含有するＨＯＳ油中に浸漬した。１８０℃で４週間（６７２時間）後、引張り特性を測定した。結果は表３に示される。

【０１３９】
実施例１７
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例１７は、実施例１６と同じ方法であるが、８週間（１３４４時間）実施した。引張り特性は表３に示される。
【０１４０】
実施例１８
流動点降下剤として使用するためにポリ（メタ）アクリレートのサンプルを以下のように調製した。ステアリルメタクリレート（５１ｇ）、イソデシルアクリレート（３１．８ｇ）、ブチルメタクリレート（１０．７ｇ）、２－エチルヘキシルアクリレート（２９．７ｇ）、ラウリルメタクリレート（５４ｇ）およびトルエン（３５０ｍＬ）の混合物を９０℃に加熱した。３０ｍＬのトルエン中の１．０ｇのＶａｚｏ（登録商標）６４の溶液を１時間にわたって上記の反応溶液に添加した。得られた混合物を９０℃でさらに１６時間攪拌した。反応混合物を真空下で蒸留して、溶媒および未反応モノマーを除去した。最後の蒸留期間を１５０℃のポット温度および３０ｍｍｔｏｒｒの真空下で１時間実行し、蒸留ポットの残留物としてコポリマー（１７５．８ｇ）を得た。^{1}ＨＮＭＲ分析によりコポリマーの形成を確認した。サイズ排除クロマトグラフィによる分析により、このコポリマーは約５５，６００の分子量を有することが示された。
【０１４１】
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として０．３２ｗｔ％のＴＢＨＱ、０．９２ｗｔ％のＩｒｇａｎｏｘ２５９、および２ｗｔ％のポリ（メタ）アクリレート流動点降下剤（ＰＰＤ）を含有するＨＯＳ油中に浸漬した。銅片（０．１１ｇ）もＨＯＳ油に入れた。１８０℃で２週間（３３４時間）後、引張り特性を測定した。結果は表３に示される。
【０１４２】
実施例１９
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例２０は、実施例１８と同じ方法であるが、４週間（６７５時間）実施した。引張り特性は表３に示される。
【０１４３】
実施例２０
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例２０は、実施例１８と同じ方法であるが、以下の差異を有して実施した。ＨＯＳ油は、１００ｐｐｍの金属不活性化剤Ｎ，Ｎ’－ビス（サリチリデン）－１，２－プロパンジアミンも含有した。１８０℃で２週間（３３４時間）後に引張り特性を測定した。結果は表３に示される。
【０１４４】
実施例２１
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例２１は、実施例２０と同じ方法であるが、４週間（６７５時間）実施した。引張り特性は表３に示される。
【０１４５】
実施例２２
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤として０．３２ｗｔ％のＴＢＨＱおよび０．９２ｗｔ％のＩｒｇａｎｏｘ２５９を含有するＨＯＳ油中に浸漬した。銅片（０．１１ｇ）もＨＯＳ油に入れた。１８０℃で１６週間（２６８４時間）後、引張り特性を測定した。結果は表３に示される。
【０１４６】
実施例２３
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを、添加剤を含まないＨＯＳ油中に１８０℃で１６週間（２６８４時間）浸漬した。引張り特性は表３に示される。
【０１４７】
実施例２４
スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例２４は、実施例１３と同

じ方法であるが、ＨＯＳ油の代わりに鉱油を用いて実施した。結果は表３に示される。
【０１４８】

【表３】

表３．選択された比較例（紙）ならびに実施例５および１３～２４

（鞘の中に２５ｗｔ％のＰＴＴおよび芯の中に７５ｗｔ％のＰＥＴを含む不織ウェブ）の引張り特性

実施例	液体媒体	老化時間	厚さ MD, (XD)	破断点引張強さ（MD）	引張強さ保持率(MD)	破断点引張強さ（XD）	引張強さ保持率(XD)	破断点伸び（MD）	破断点伸び保持率	破断点伸び(XD)	破断点伸び保持率(XD)
		hr	μm	N/cm (標準偏差)	%	N/cm (標準偏差)	%	% (標準偏差)	%	% (標準偏差)	%
比較例A	なし	n/a	88	90.7 (+/-) 2.0)	n/a	14.5 (+/-0.5)	n/a	21.1 (+/-0.6)	n/a	8.5 (+/-0.6)	n/a
比較例G	HOS 油	336	88	18.0 (+/-) 0.3)	19.8	10.5 (+/-0.7)	72.4	1.2 (+/-0.1)	5.7	0.75 (+/-0.1)	8.8
比較+	鉱油	336	83	10.2 (+/-3.9)	11.2	4.3 (+/-1.3)	29.7	0.6 (+/-0.4)	2.8	0.4 (+/-0.1)	4.7
比較例	なし	n/a	88	94.2 (+/-2.7)	n/a	17.0 (+/-0.4)	n/a	27.3 (+/-1.0)	n/a	8.7 (+/-0.9)	n/a
比較例I	HOS 油	336	83	15.8 (+/-2.2)	16.8	12.3 (+/-0.2)	72.4	0.7 (+/-0.3)	2.6	0.8 (+/-0.0)	9.2
比較#	鉱油	336	83	8.4 (+/-4.1)	8.9	3.1 (+/-0.9)	18.2	0.4 (+/-0.4)	1.5	0.4 (+/-0.1)	4.6
実施例5	なし	n/a	~250	51.8 (+/-2.7)	n/a	39.9 (+/-1.0)	n/a	42.3 (+/-4.7)	n/a	36.8 (+/-4.6)	n/a
実施例13	HOS 油，添加剤なし	336	250	45.9 (+/-1.1)	88.6	41.8 (+/-2.5)	104.8	17.1 (+/- 5.8)	40.4	22.3 (+/-5.1)	60.6
実施例14	HOS 油 + 2000ppm TBHQ	672	298 (317.5)	54.3 (+/-3.0)	104.8	45.0 (+/-2.2)	112.8	27.7 (+/-2.8)	65.5	25.1 (+/-1.8)	68.2

実施例15	HOS 油 + 10wt% アクリレート化エポキシド化大豆油	1344	288 (308)	48.1 (+/−2.2)	92.9	38.0 (+/−1.5)	95.2	23.7 (+/−5.4)	56.0	24.0 (+/−10.8)	65.2
実施例16	HOS 油 + 2wt% アクリレート化エポキシド化大豆油, 0.32%wtTBHQ および 0.92wt% Irganox 259	672	250, (250)	43.9 (+/−1.1)	84.7	37.6 (+/−4.1)	94.2	10.1 (+/−1.4)	23.9	18.0 (+/−3.6)	48.9
実施例17	HOS 油 + 2% アクリレート化エポキシド化大豆油, 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259	1344	250, (250)	37.7 (+/−4.2)	72.8	39.4 (+/−2.7)	98.7	8.2 (+/−4.8)	19.4	14.9 (+/−3.3)	40.5
実施例18	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259, 2wt% PPD, Cu 片	334	250	47.8 (+/−4.2)	92.3	37.1 (+/−0.8)	93.0	15.8 (+/−6.1)	37.4	20.4 (+/−3.2)	55.4
実施例19	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259, 2wt%PPD, Cu 片	675	250	39.7 (+/−2.8)	76.6	36.9 (+/−3.6)	92.5	9.6 (+/−1.0)	22.7	10.6 (+/−1.9)	28.8

実施例20	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259，2wt%PPD，100ppm 金属不活性化剤，Cu 片	334	250	42.4 (+/−3.1)	81.9	42.2 (+/−1.7)	105.8	11.3 (+/−2.7)	26.7	22.4 (+/−3.4)	60.9
実施例21	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259，2wt%PPD，100ppm 金属不活性化剤 Cu 片	675	250	40.6 (+/−2.4)	78.4	34.0 (+/−1.7)	85.2	11.4 (+/−3.6)	27.0	9.9 (+/−2.6)	26.9
実施例22	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259，Cu 片	2684	250	15.8 (+/−0.3)	30.5	14.9 (+/−1.3)	37.3	1.6 (+/−0.1)	3.8	1.8 (+/−0.1)	4.9
実施例23	HOS 油 添加剤なし	2684	250	9.8 (+/−0.7)	18.9	9.8 (+/−0.5)	24.6	1.1 (+/−0.3)	2.6	1.1 (+/−0.2)	3.0
実施例24	鉱油	336	250	1.9 (+/−0.6)	4.0	3.9 (+/−1.4)	9.8	0.2 (+/−0.1)	0.5	0.3 (+/−0.1)	0.8

注：保持パーセント値は、以下のサンプルに対して計算した：

+ 比較例ＧおよびＨの値は、比較例Ａに対して計算した

比較例Ｉおよびｊの値は、比較例Ｄに対して計算した

実施例１３～２４の値は、実施例５に対して計算した

表３の結果が示すように、不織ウェブは、１８０℃のＨＯＳ油中に数週間浸漬した後でも非常に良好な引張り特性を保持した。添加剤を含有するＨＯＳ油中に４週間浸漬したウェブは、同じ温度のＨＯＳ油中で２週間の熱老化の後のクラフト紙（比較例Ｇ、１９．８％の保持率）および熱的に改善されたクラフト紙（比較例Ｉ、１６．８％の保持率）と比較して、非常に良好で改善された縦方向の引張強さ保持率、少なくとも約７６％の保持率（実施例１９）およびそれ以上の保持率を有した。添加剤を含有するＨＯＳ油中に８週間浸漬した不織ウェブは同様に非常に良好な縦方向の引張強さ保持率を示した。添加剤を含まないＨＯＳ油中に１６週間浸漬した不織ウェブは、約１９％の縦方向の引張強さを保持した（実施例２３）が、酸化防止剤および銅片を含有するＨＯＳ油中に浸漬した不織ウェブは同じ期間の後に約３０．５％の縦方向の引張強さを保持した。このことは、試験条件下における不織ウェブの機械的安定性に対する添加剤のプラス効果を示す。不織ウェブは、鉱油よりもＨＯＳ油中で良好な安定性を示した（実施例２４）。

【０１５０】

比較例Ｋ

２００℃の加速老化研究において市販の熱的に改善されたクラフト紙を使用した。紙のストリップを、ＨＯＳ油を含有する中に２、４、７、１４、および２８日間浸漬した。それぞれの期間に対して異なる容器を使用し、各容器は５つの紙ストリップを含有した。老化後の紙の引張強さおよび伸び特性は表４において、それぞれの期間に対して評価された５つのサンプルのデータの平均値で報告される。同一の乾燥および紙浸漬ステップを経験したがオーブンで加熱されなかった対照サンプルは油に対して７９．０±７．３ｐｐｍの平均含水量を有することが見出され、対照サンプルの紙の引張り特性は室温データとして表で与えられる。

【０１５１】

比較例Ｌ

市販の熱的に改善されたクラフト紙を用いて、比較例Ｌは、ＨＯＳ油が添加剤として０．３２ｗｔ％のＴＢＨＱおよび０．９２ｗｔ％のＩｒｇａｎｏｘ２５９を含有したことを除いて、比較例Ｋと同じ方法で実施した。引張強さおよび伸びの結果は表４に示される。

【０１５２】

実施例２５

実施例２５は、熱的に改善されたクラフト紙の代わりにスパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを使用したことを除いて、比較例Ｋと同じ方法で実施した。老化ウェブの引張強さおよび伸び特性は表４に示される。同一の乾燥および不織ウェブ浸漬ステップを経験したがオーブンで加熱されなかった対照容器は、９９．１±５．５ｐｐｍの平均含水量を有することが見出された。

【０１５３】

実施例２６

スパンボンド不織ウェブ２－２のストリップを用いて、実施例２６は、ＨＯＳ油が添加剤として０．３２ｗｔ％のＴＢＨＱおよび０．９２ｗｔ％のＩｒｇａｎｏｘ２５９を含有したことを除いて、実施例２５と同じ方法で実施した。引張強さおよび伸びの結果は表４に示される。

【０１５４】

表４．比較例ＫおよびＬ（紙）ならびに実施例２５および２６

（鞘の中に２５ｗｔ％のＰＴＴおよび芯の中に７５ｗｔ％のＰＥＴを含む不織ウェブ）の引張り特性

実施例	媒体	温度	時間	厚さ	最大負荷における引張強さ（MD）	引張強さ保持率(MD)	最大負荷における伸び（MD）	最大負荷における伸びの保持率(MD)
		°C	hr	μm (標準偏差)	N/cm (標準偏差)	%	% (標準偏差)	%
比較例 K	HOS 油	室温	n/a	76	45.3 (1.4)	n/a	10.2 (1.0)	n/a
		200	48	75	23.1 (0.6)	51.0	1.4 (0.1)	13.7
		200	96	75	19.7 (1.5)	43.5	1.1 (0.0)	10.8
		200	168	74	13.3 (5.9)	29.4	0.8 (0.3)	7.8
		200	336	74	10.0 (5.1)	22.1	0.6 (0.3)	5.9
		200	672	75	7.5 (0.2)	16.6	0.7 (0.2)	6.9
比較例 L	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259	室温	n/a	77	45.9 (1.3)	n/a	8.4 (1.0)	n/a
		200	48	75	24.0 (1.3)	52.3	1.4 (0.1)	16.7
		200	96	76	14.6 (6.9)	31.8	0.8 (0.4)	10.5
		200	168	74	15.6 (2.0)	34.0	0.9 (0.1)	10.7
		200	336	72	12.7 (0.9)	27.7	0.7 (0.1)	8.3
		200	672	71	8.9 (2.6)	19.4	0.4 (0.1)	4.8

【0155】

実施例 25	HOS 油	室温	n/a	246 (15)	59.0 (2.6)	n/a	59.6 (6.2)	n/a
		200	48	257 (13)	56.3 (4.3)	95.4	29.1 (5.4)	48.8
		200	96	264 (10)	52.6 (7.0)	89.2	19.8 (7.2)	34.8
		200	168	259 (10)	54.1 (4.3)	91.7	22.3 (3.7)	37.4
		200	336	262 (23)	54.0 (5.2)	91.5	18.8 (3.3)	31.5
		200	672	236 (15)	50.4 (2.1)	85.4	20.4 (6.6)	34.2
実施例 26	HOS 油 0.32wt%TBHQ および 0.92wt% Irganox 259	室温	n/a	262 (15)	58.0 (0.7)	n/a	57.7 (3.0)	n/a
		200	48	259 (8)	51.3 (3.9)	88.4	18.6 (2.2)	32.2
		200	96	251 (3)	49.2 (5.7)	84.8	17.0 (10.0)	29.5
		200	168	241 (15)	47.1 (5.7)	81.2	15.7 (5.3)	27.2
		200	336	249 (8)	49.8 (6.2)	85.9	16.6 (4.5)	28.8
		200	672	244 (15)	35.3 (2.6)	60.9	4.6 (0.6)	8.0

注：各比較例または実施例について、保持パーセント値は油浸漬室温サンプルのデータに対して計算した。

10 20 30 40 50

表４の結果が示すように、実施例２５および２６の不織ウェブは、それぞれ比較例ＫおよびＬのクラフト紙および熱的に改善されたクラフト紙（同一条件下で機械特性の持続した損失を示す）と比較して、２００℃で４８～３３６時間の老化の間、持続して良好な引張強さおよび伸びなどの機械特性を示した。

【０１５６】

実施例２７

鞘の中に２５質量％のＰＴＴおよび芯の中に７５質量％を含み、点結合を有さない（他の実施例で使用した不織ウェブとは対照的）スパンボンド不織ウェブについて、ポロシメトリー、絶縁耐力および引張強さを測定した。結果は表５に示される。

【０１５７】

スパンボンド不織ウェブをポリイミドフィルム（Ｋａｐｔｏｎ３００、ＤｕＰｏｎｔ，Ｗｉｌｍｉｎｇｔｏｎ　ＤＥ）の間に挟み、これを、８’’×８’’の２１８℃に予熱したアルミニウムプレート（２０３．２ｍｍ×２０３．２ｍｍ）の間に挿入した。これを、Ｐａｓａｄｅｎａ　Ｈｙｄｒａｕｌｉｃプレスの８’’×８’’（２０３．２ｍｍ×２０３．２ｍｍ）面の間に配置し、２１８℃および３２，０００ｌｂｆ（１４２ｋＮ）にし、５分間放置して不織ウェブをプレスした。次に、プレートを除去し、プレスされた不織布を回収した。プレスした不織布においてポロシメトリー、絶縁耐力および引張強さを測定した。結果は表５に示される。

【０１５８】

表５．鞘の中に２５ｗｔ％のＰＴＴおよび芯の中に７５ｗｔ％のＰＥＴを含む不織ウェブのプレス前後のポロシメトリー、絶縁耐力、および引張強さデータ

実施例	厚さ	最大負荷における引張強さ（MD）	最大負荷における伸び（MD）	絶縁耐力	骨格密度	圧縮率	侵入容積	表面積
	μm（標準偏差）	N/cm（標準偏差）	%（標準偏差）	V/μm（標準偏差）	g cm^{-3}	$x10^{-10}$/Pa	cm^3 g^{-1}	m^2 g^{-1}
プレス前	248（6）	9.90（0.68）	16.0（0.6）	29.4（6.3）	1.068	-1.32	3.675	17.4
プレス後	107（13）	57.8（8.9）	35.4（7.6）	34.1（8.3）	1.357	-1.03	0.471	3.5

鞘の中に２５質量％のＰＴＴおよび芯の中に７５質量％を含む不織ウェブをプレスすることによって得られる絶縁耐力の増大および侵入容積の低下は、カレンダー加工された不織ウェブがより高電圧の油充填変圧器における有用性を有し得ることを示唆する。侵入容積および表面積は不織ウェブの多孔率に関連する。例えば、プレスまたはカレンダー加工による絶縁材料の多孔率の低下は、油充填変圧器において、適切な電気性能のために必要である効果的な空気置換を可能にし得る。

【０１６０】

実施例２８

４ミルのシン（ｓｈｉｎ）を用い、２５ｍｍ／分の速度、４０ｐｓｉにおいて、２１８℃のローラー間で不織ウェブをカレンダー加工したことを除いて、実施例２７を繰り返した。カレンダー加工の前、不織ウェブは、厚さ、最大負荷における引張強さ（ＭＤ）、および最大負荷における伸び（ＭＤ）がそれぞれ２４８ミクロン、９．９０Ｎ／ｃｍ、および１６．０％であった。カレンダー加工の後、不織ウェブは、厚さ、最大負荷における引張強さ（ＭＤ）、および最大負荷における伸び（ＭＤ）がそれぞれ９５ミクロン、５７．３７Ｎ／ｃｍ、および３８．５１％であった。

【０１６１】

実施例２９～実施例３６ならびに比較例ＭおよびＮにおいて以下の材料を使用した。市販試薬は全て入手したままの状態で使用した。シリカゲルは、使用前に、２００℃の真空オーブンにおいて約２００トルの真空下で３日間乾燥させた。

【０１６２】

以下の脂肪酸：パルミチン酸（６．５ｗｔ％）、ステアリン酸（４．１５ｗｔ％）、オレイン酸（７３．９ｗｔ％）、リノール酸（８．７７ｗｔ％）、およびリノレン酸（２．９４ｗｔ％）のトリグリセリドを含有する、精製、漂白、および脱臭された高オレイン酸大豆油（ＲＢＤ　ＨＯＳ油）は、米国特許第５，９８１，７８１号明細書に従って得た。パルミチン酸（６．５ｗｔ％）、ステアリン酸（４．１ｗｔ％）、オレイン酸（７４．８ｗｔ％）、リノール酸（７．６ｗｔ％）、およびリノレン酸（２．８ｗｔ％）を含有する粗製高オレイン酸大豆油（ＨＯＳ油）は、米国特許第５９８１７８１号明細書に従って得た。以下の脂肪酸：パルミチン酸（１０．３ｗｔ％）、ステアリン酸（４．６ｗｔ％）、オレイン酸（２２．７ｗｔ％）、リノール酸（５３．５ｗｔ％）、およびリノレン酸（７．２ｗｔ％）のトリグリセリドを含有する、Ｃｏｍｍｏｄｉｔｙ　Ｍａｒｋｅｔ　Ｐａｎｔｒｙ（商標）商標名の大豆油は、Ｔａｒｇｅｔストアから購入した。

【０１６３】

メタノール（９９．８％）、炭酸ナトリウム（９９．５％）、水酸化カリウム（＞８５％）、ヘキサン（９９．９％）、シリカゲル６０および炭酸カリウム（９９．９％）は、ＥＭＤ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｉｎｃ．（Ｇｉｂｂｓｔｏｗｎ，ＮＪ）から入手した。ネオペンチルグリコール（９９％）、トリメチロールプロパン（９７％）、およびペンタエリトリトール（９８％）は、Ａｌｄｒｉｃｈ　Ｃｏｍｐａｎｙ（Ｍｉｌｗａｕｋｅｅ，ＷＩ）から入手した。

【０１６４】

以下の略語が使用される：「ＧＣ」はガスクロマトグラフィ、「Ｃ」はセ氏、「ｍｍ」はミリメートル、「ｍＬ」はミリリットル、「Ｌ」はリットル、「ｍｉｎ」は分、「ｃｍ」はセンチメートル、「ｇ」はグラム、「ｍｇ」はミリグラム、「ｈ」は時間、「ｔｅｍｐ」または「Ｔ」は温度、「Ｃｏｍｐ．Ｅｘ．」は比較例、「ＩＤ」は内径、「ＮＰＧ」はネオペンチルグリコール、「ＴＭＰ」はトリメチロールプロパン、そして「ＰＥ」はペンタエリトリトールである。「ＡＳＴＭ」は材料評価のための標準プロトコルを提供する米国材料試験協会（Ａｍｅｒｉｃａｎ　Ｓｏｃｉｅｔｙ　ｆｏｒ　Ｔｅｓｔｉｎｇ　ａｎｄ　Ｍａｔｅｒｉａｌｓ）を表し、「ＡＯＣＳ」は材料評価のための標準方法を提供する米国油化学協会（Ａｍｅｒｉｃａｎ　Ｏｉｌ　Ｃｈｅｍｉｓｔｓ’Ｓｏｃｉｅｔｙ）を表し、「ＯＥＣＤ」は経済協力開発機構（Ｏｒｇａｎｉｚａｔｉｏｎ　ｆｏｒ　Ｅｃｏｎｏｍｉｃ　Ｃｏ－ｏｐｅｒａｔｉｏｎ　ａｎｄ　Ｄｅｖｅｌｏｐｍｅｎｔ）を表す。

【０１６５】
メチルエステルは、Ｏｍｅｇａｗａｘ（商標）３２０カラム、３０ｍ長、直径３２０μｍ、膜厚０．３０μｍを有するＡｇｉｌｅｎｔ　６８９０　Ｓｅｒｉｅｓ　ＧＣを用いて分析した。オーブンの傾斜：初期温度１６０℃を５分間保持してから、２℃／分で２２０℃まで上昇させて１０分間保持し、次に２０℃／分で２４０℃まで上昇させて５分間保持する。キャリアガスはヘリウムであった。注入ポート２５０℃、圧力１１．５５ｐｓｉ。スリット比５０：１、スリット流量：７７．８ｍＬ／分、総流量：８２．３ｍＬ／分。初期流量１．６ｍｌ／分、１１．５６ｐｓｉ。水素炎イオン化型検出器は、２７０℃、水素流量３５ｍＬ／分、空気流量４００ｍＬ／分、モードコンスタントカラム＋メークアップフロー、合わせた流量３２．０における設定で使用し、メークアップガスはヘリウムであった。Ｎｕ－Ｃｈｅｋ　Ｐｒｅｐ，ＩＮＣ．（Ｅｌｙｓｉａｎ，ＭＮ）からの参照基準ＧＬＣ－４６１（３２種の異なるメチルエステルＣ４：０～Ｃ２４：１の混合物）を使用して、メチルエステルの保持時間を同定した。

【０１６６】
ポリオールエステル混合物の特性は、以下の試験方法に従って評価した。

【０１６７】
【表６】
表６：測定した特性および使用した試験方法

特性	試験方法
引火点	ＡＳＴＭ　Ｄ－９２
燃焼点	ＡＳＴＭ　Ｄ－９２
流動点	ＡＳＴＭ　Ｄ－９７
油中の水分	ＡＳＴＭ　Ｄ－１５３３
酸価	ＡＳＴＭ　Ｄ－９７４
絶縁破壊電圧	ＡＳＴＭ　Ｄ－１８１６
力率	ＡＳＴＭ　Ｄ－９２４
抵抗	ＡＳＴＭ　Ｄ－１１６９
粘度	ＡＳＴＭ　Ｄ－４４５または２８ｍｍのＤＩＮ同心円筒形状を有するＴＲ２０００回転式レオメータを用いることにより得られる
油の安定性指数	ＡＯＣＳ　Ｃｄ　１２ｂ－９２（１９９７）

【０１６８】
実施例２９
ＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物の調製
オーバーヘッド撹拌器、コンデンサー、および窒素ブランケットを備えた２Ｌのフラスコに、ＲＢＤ　ＨＯＳ油（１００７ｇ）、メタノール（２４９ｇ）、および炭酸ナトリウム（２ｇ）を入れた。３６０ｒｐｍで攪拌しながら反応混合物を６．５時間加熱還流させた（最終温度は約７６℃であった）。室温まで冷却した後、反応混合物を分液漏斗に移し、室温で一晩放置した。得られたグリセロール（１７０ｇ）を含有する底層を除去した。上層を減圧下（１トル）、６０℃で４０分間蒸留して、残存したメタノール（５６．７ｇ）を除去した。分液漏斗中の付加的なグリセロール層（約１ｇ）を除去した後、メチルエステルの混合物（１００６ｇ）を残留物として得た。ＧＣ分析により、パルミチン酸メチル（６．４ｗｔ％）、ステアリン酸メチル（４．０ｗｔ％）、オレイン酸メチル（７３．６ｗｔ％）、リノール酸メチル（８．６ｗｔ％）、およびリノレン酸メチル（２．７ｗｔ％）を含有することが示された。

【０１６９】
実施例３０
粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物の調製
機械的攪拌、還流冷却器、内部熱電対、窒素入口、およびドレインを備えた２０リットルの被覆されたＰｙｒｅｘ（登録商標）反応器を、窒素で一晩掃引することによって乾燥

させた。反応器に組成ＨＯＳ油（１２．０ｋｇ）、メタノール（３．０ｋｇ）および炭酸カリウム（４５ｇ）を入れた。混合物を窒素下で３時間加熱還流させた。反応混合物を２５℃に冷却した。グリセロール（１．９ｋｇ）を含有する底層をドレインにより除去した。上層を含有する反応器にメタノール（４００ｇ）および炭酸カリウム（２．０ｇ）を入れた。混合物を２時間加熱還流させた。室温まで冷却した後、反応混合物の上層を２２リットルのＲＢフラスコに移した。残存するメタノールを５０℃、真空（２００～５トル）下で留去して、１１．４８ｋｇの粗製メチルエステルの混合物を得た。ＧＣ分析により、パルミチン酸メチル（６．５ｗｔ％）、ステアリン酸メチル（３．９ｗｔ％）、オレイン酸メチル（７６．１ｗｔ％）、リノール酸メチル（７．０ｗｔ％）、およびリノレン酸メチル（２．８ｗｔ％）を含有することが示された。

【０１７０】

実施例３１

ＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＮＰＧエステルの混合物の調製

実施例２９からのＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（９１７ｇ）、ＫＯＨ（２．０ｇ）、およびネオペンチルグリコール（１３９ｇ）を２トルの真空下で３時間４０～５０℃に加熱してから、５０～１００℃で１時間加熱し、次に１００～１６０℃で３時間加熱した。加熱期間中、温度は徐々に上昇し、沸騰は減速した。反応中、液体窒素トラップに全部で約８６．２ｇのＭｅＯＨが回収された。反応混合物を３０ミリトルの真空下で２１０℃まで蒸留して、留出物（９５ｇ）として未反応メチルエステルを回収した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム［２’’（ＯＤ）Ｘ４’’］を通過させて、ＮＰＧエステルの混合物を生成物（７３２．６ｇ）として得た。遠心分離からの固形分をヘキサンで抽出した（２Ｘ１５０ｍＬ）。ヘキサン抽出物および追加のヘキサン（３００ｍＬ）を合わせたものでシリカゲルカラムを洗浄した。合わせたヘキサン洗浄液を濃縮し、真空下で乾燥させて、付加的な量のＮＰＧエステルを生成物（９３．５ｇ）として得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、ネオペンチルグリコールおよびＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は１％のＮＰＧモノエステル、９７％のＮＰＧジエステル、および２％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。

【０１７１】

実施例３２

粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＮＰＧエステルの混合物の調製

実施例３０からの粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（１１９６ｇ）、ＫＯＨ（２．３８ｇ）、およびネオペンチルグリコール（１７８ｇ）を３０～５トルの真空下で１４時間５０～２０５℃に加熱した。約１５ミリトルにおける減圧蒸留によって未反応メチルエステル（１６３ｇ）を回収した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム（２２ｇのシリカゲル）を通過させ、２０ミリトルの真空下、１１０℃で１時間乾燥させた後、ＮＰＧエステルの混合物が生成物（９１０ｇ）として得られた。遠心分離からの固形分をヘキサン（２Ｘ１５０ｍＬ）で抽出した。ヘキサン抽出物および追加のヘキサン（３００ｍＬ）を合わせたものでシリカゲルカラムを洗浄した。合わせたヘキサン洗浄液を濃縮し、真空下で乾燥させて、付加的な量のＮＰＧエステル生成物（１７０ｇ）を得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、ネオペンチルグリコールおよび粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は２％のＮＰＧモノエステル、９３％のＮＰＧジエステル、および５％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。

【０１７２】

生成物を誘電流体として使用することの適切性は、表６に記載される方法を用いてその電気特性および物理特性を測定することによって評価した。結果は表７で与えられる。

【０１７３】

実施例３３
ＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＴＭＰエステルの混合物の調製
実施例２９からのＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（１０９４ｇ）、ＫＯＨ（２．２ｇ）、およびトリメチロールプロパン（１４０ｇ）を１０トル下で６時間にわたって９５℃に加熱してから、さらに４．５時間にわたって１５４℃に加熱した。付加的なＫＯＨ（０．４７ｇ）を添加し、混合物を０．８トル下、１２３～１５０℃で８時間以上加熱した。加熱期間中、温度は徐々に上昇し、沸騰は減速した。全部で約８６．２ｇのＭｅＯＨが液体窒素トラップに回収された。反応混合物を４５ミリトルの真空下で２３９℃まで蒸留した。未反応メチルエステルを留出物（５７．８ｇ）として捕集した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム（約１４ｇ）を通過させて、ＴＭＰエステルの混合物を生成物（９７０ｇ）として得た。遠心分離からの固形分をヘキサンで抽出した。ヘキサン抽出物および追加のヘキサン（３００ｍＬ）を合わせたものでシリカゲルカラムを洗浄した。合わせたヘキサン洗浄液を濃縮し、真空下で乾燥させて、付加的な量のＴＭＰエステル生成物の混合物（７５ｇ）を得た。
【０１７４】
得られた生成物の一部（８４７ｇ）を漂白クレイグレードＦ－１１５ＦＦ（ＢＡＳＦから、８．８ｇ）、およびセライト（２．２ｇ）と混合し、真空（１トル）下、室温で１時間攪拌してから、０．５トル下で１時間、１１０℃に加熱した。混合物を室温まで冷却し、１／２’’シリカゲルカラム（ＩＤ１．５’’）を通過させた。捕集した生成物を０．１トル下で１時間、１１０℃に加熱した後、評価した。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、トリメチロールプロパンおよびＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は２％のＴＭＰジエステル、９０％のＴＭＰトリエステル、および８％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。
【０１７５】
生成物を誘電流体として使用することの適切性は、表６に記載される方法を用いてその電気特性および物理特性を測定することによって評価した。結果は表７で与えられる。
【０１７６】
実施例３４
粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＴＭＰエステルの混合物の調製
実施例３０からの粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（１２１３ｇ）、ＫＯＨ（２．４ｇ）、およびトリメチロールプロパン（１５６ｇ）を２時間にわたって１０トル下で１０３℃に加熱した。次に、圧力を１５トルまで低下させ、反応混合物を７．５時間にわたって１９３℃に加熱した。次に、反応混合物を４０ミリトルの真空下で蒸留して、未反応メチルエステルを留出物として回収した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム（１８ｇのシリカゲル）を通過させて油が得られ、これをさらに、３０ミリトル下、１１０℃で１時間乾燥させて、ＴＭＰエステルの混合物を生成物（９６２ｇ）として得た。遠心分離からの固形分をヘキサンで抽出した。ヘキサン抽出物および追加のヘキサンを合わせたものでシリカゲルカラムを洗浄した。合わせたヘキサン洗浄液を濃縮し、乾燥させて、付加的な量の生成物（１０８ｇ）を得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、トリメチロールプロパンおよび粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は１．４％のＴＭＰジエステル、９７．４％のＴＭＰトリエステル、および１．２％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。
【０１７７】
生成物を誘電流体として使用することの適切性は、表６に記載される方法を用いてその電気特性および物理特性を測定することによって評価した。結果は表７で与えられる。
【０１７８】
生分解性試験のために、粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物から

、ＴＭＰエステルの混合物の別のサンプルを調製した。実施例６のＴＭＰエステル混合物と同様にサンプルを調製し、^{1}ＨＮＭＲ分析により、その組成は、９０．２％のＴＭＰトリエステル、２％のＴＭＰジエステル、および７．８％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。

【０１７９】

ＴＭＰエステル混合物の易生分解性は、１９９２年７月１７日付のバージョンのＯＥＣＤガイドライン３０１Ｂに従う「易生分解」についての２８日間CO_2発生試験を用いて評価した。使用した生物系は、Ｅｌｋｔｏｎ，Ｍａｒｙｌａｎｄ（ＵＳＡ）Ｐｕｂｌｉｃｌｙ－Ｏｗｎｅｄ　Ｔｒｅａｔｍｅｎｔ　Ｗｏｒｋｓからの二次活性化スラッジであった。ＴＭＰエステル混合物は、試験条件下で「易生分解」の基準を満たすことが見出された。試験材料は最大７４％の生分解性に達した。１０％を超える生分解の１０日以内に６０％よりも高い生分解性に到達した。

【０１８０】

実施例３５

ＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＰＥエステルの混合物の調製

実施例２９からのＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（１００．６ｇ）、ＫＯＨ（０．２ｇ）、およびペンタエリトリトール（９．８ｇ）を5トル下で１．５時間にわたって８０℃に加熱し、８０℃で１．５時間保持してから、４．５時間にわたって１６０℃に加熱した。次に、反応混合物を１８ミリトルの真空下で蒸留して、未反応メチルエステルを留出物として回収した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体に短いシリカゲルカラムを通過させて、ＰＥエステルの混合物を生成物（６０．４ｇ）として得た。遠心分離からの固形分をヘキサンで抽出した。ヘキサン抽出物および追加のヘキサンを合わせたものでシリカゲルカラムを洗浄した。合わせたヘキサン洗浄液を濃縮し、乾燥させて、付加的な量のＰＥエステル生成物の混合物（２１．６ｇ）を得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、ペンタエリトリトールおよびＲＢＤ　ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は１．５％のＰＥトリエステル、９４％のＰＥテトラエステル、および４．５％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。

【０１８１】

実施例３６

粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＰＥエステルの混合物の調製

実施例３０からの粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（１１９０ｇ）、ＫＯＨ（２．４１ｇ）、およびペンタエリトリトール（１１６ｇ）を1～100トル下、８０～２０５℃で６５時間加熱した。さらなるＫＯＨ（１．３ｇ）を添加し、反応混合物をさらに、5トル下、２００～２２０℃で３４時間加熱した。1トル真空下、２３５～３３０℃のポット温度における蒸留によって過剰のメチルエステルを除去した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム（１４ｇ）を通過させてから、１１０℃、０．１トル真空下で1時間乾燥させて、ＰＥエステルの混合物を生成物（９３０ｇ）として得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、ペンタエリトリトールおよび粗製ＨＯＳ油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。組成物は４％のＰＥトリエステル、９０％のＰＥテトラエステル、および６％のトリグリセリド（ＨＯＳ油）を含むことが見出された。

【０１８２】

生成物を誘電流体として使用することの適切性は、表６に記載される方法を用いてその電気特性および物理特性を測定することによって評価した。結果は表７で与えられる。

【０１８３】

比較例Ｍ

商品大豆油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物の調製

オーバーヘッド撹拌器、コンデンサー、および窒素ブランケットを備えた２Ｌのフラスコに、Ｍａｒｋｅｔ　Ｐａｎｔｒｙ（商標）商標名の大豆油（１００９ｇ）、メタノール（２５０ｇ）、および炭酸カリウム（３．１ｇ）を入れた。反応混合物を３．５時間加熱還流させた。得られたグリセロールを含有する底層を除去し、さらなるメタノール（５０ｇ）および炭酸カリウム（０．２ｇ）を添加した。反応混合物をさらに３．５時間還流させた。反応混合物を室温まで冷却した後、２５℃で１時間の真空蒸留によって過剰のメタノールを除去した。生成物層をシリカの薄層によりろ過し、商品大豆油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物を得た（９６８ｇ）。

【０１８４】

比較例Ｎ

商品大豆油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物からのＴＭＰエステルの混合物の調製

比較例Ｍからの商品大豆油の脂肪酸部分を含むメチルエステルの混合物（９６８ｇ）、トリメチロールプロパン（９７．９ｇ）、およびナトリウムメトキシド（１．８ｇ）を5トル真空下で１時間６８℃に加熱した。次に、反応温度をゆっくり６時間かけて１８５℃まで上昇させた。真空（約２０ミリトル）下、２２５℃のポット温度における蒸留によって過剰のメチルエステルを除去した。蒸留残渣を遠心分離し、得られた液体にシリカゲルカラム（１４ｇ）を通過させてから、１１０℃、０．１トル真空下で１時間乾燥させて、ＴＭＰエステルの混合物を生成物（５９７ｇ）として得た。生成物の^{1}ＨＮＭＲ分析により、トリメチロールプロパンおよび商品大豆油の脂肪酸部分を含むエステルの混合物としてのその同一性を確認した。

【０１８５】

生成物を誘電流体として使用することの適切性は、表６に記載される方法を用いてその電気特性および物理特性を測定することによって評価した。結果は表７で与えられる。

【０１８６】

実施例３２、実施例３３、実施例３４、実施例３６、および比較例Ｎにおいて得られたポリオールエステル混合物を、表６に記載される方法を用いて評価した。商品大豆油から配合された植物油ベースの流体であるＥｎｖｉｒｏｔｅｍｐ（登録商標）ＦＲ３（商標）流体（Ｃｏｏｐｅｒ　Ｉｎｄｕｓｔｒｉｅｓ，Ｉｎｃ．）のサンプルと、ペンタエリトリトールとの混合エステルとしての線状および分枝状の$Ｃ_{5}$～$Ｃ_{10}$脂肪酸の合成エステル組成物であるＭｉｄｅｌ（登録商標）７１３１（Ｔｈｅ　Ｍｉｃａｎｉｔｅ　ａｎｄ　Ｉｎｓｕｌａｔｏｒｓ　Ｃｏ．，Ｍａｎｃｈｅｓｔｅｒ　ＵＫ）のサンプルも、同じ方法を用いて評価した。データは表７に表される。

【０１８７】

【表７】

表７：測定された誘電流体特性の要約

測定された特性	Envirotemp FR3™	Midel® 7131	実施例 32	実施例 33	実施例 34	実施例 36	比較例 N
引火点(° c)	328	263	288	318	324	338	320
燃焼点(° c)	352	306	330	374	378	378	382
流動点(° c)	−20	−50	−14	−38	−38	−14	−41
H_2O (ppm)	281	77	43	25	23	19	18
力率(%) 25°C	0.164	0.023	0.132	0.022	0.023	0.149	2.02
力率(%) 100°C	3.01	0.75	4.8	0.9	0.81	2.98	19.6
絶縁破壊電圧(KV) (1mm 間隙 @25°C)	30	43	36	45	39	48	測定なし
抵抗(E12 ohm-cm)	5.65	0.231	10.9	6.02	4.64	12.4	1.59
酸価(mg KOH/g)	0.037	0.03	0.165	0.015	0.007	0.516	0.022
粘度(cST) 40°C	34	28*	24	41.8*	41.8*	23.6	36
粘度(cST) 100°C	8	5*	6	9*	9*	13.6	8.4
OSI (時間 at 110°C)	9.7	>100	28.2	14	8.5	26	1.4

*ＴＲ２０００回転式レオメータによって測定

【０１８８】

表７のデータは、実施例のポリオールエステルの混合物が誘電流体として使用するために望ましい特性を有することを示す。実施例の流体の引火点および燃焼点は適切に高く、合成エステル組成物Ｍｉｄｅｌ（登録商標）７１３１よりも著しく高い。またこれらは、Ｍｉｄｅｌ（登録商標）７１３１および植物油ベースのＥｎｖｉｒｏｔｅｍｐ（登録商標）ＦＲ３（商標）よりも著しく低い水分含量を有する。比較例Ｎのポリオールエステル（

トリメチロールプロパンと、商品大豆油に由来する脂肪酸部分のメチルエステルの混合物との反応から誘導される）と比べて、実施例３３の類似したポリオールエステル（トリメチロールプロパンと、高オレイン酸大豆油に由来する脂肪酸部分のメチルエステルの混合物との反応から誘導される）は、２５℃で測定した場合および１００℃で測定した場合の両方で、力率に関してより良好な電気特性を示す。比較例Ｎの流体の極めて高い力率は、誘電流体としてのその使用を除外するであろう。対照的に、実施例３３の流体の特徴は、誘電流体としての使用に適していることを示す。酸化安定性を反映するＯＳＩ値に関して、Ｅｎｖｉｒｏｔｅｍｐ（登録商標）ＦＲ３（商標）およびＭｉｄｅｌ（登録商標）７１３１流体はいずれも添加された酸化防止剤を含有するので、より意味のある比較は、実施例３２～３６と比較例Ｎの誘電流体の間で行われる（これらの材料は添加された酸化防止剤を含有しなかったので）。実施例３２～３６の流体は比較例Ｎよりも著しく長い誘導期（ｉｎｄｕｃｔｉｏｎ　ｐｅｒｉｏｄ）を実証し、これは、より高い不飽和部分の含量によって提供されるより大きい酸化安定性を反映する。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2012/052290

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. D04H3/16 D04H3/011
ADD.

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)
D04H D01F D01D H01F

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 practicable, 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 Y	US 2003/124941 A1 (HWO CHARLES CHIU-HSIUNG [US] ET AL) 3 July 2003 (2003-07-03) paragraphs [0003], [0006], [0007], [0011], [0009] -----	1,4-8 1-15
Y	WO 2010/151548 A1 (ENGINEERED PRODUCTS OF VIRGINIA LLC [US]; FRYE CURTIS [US]) 29 December 2010 (2010-12-29) paragraph [0012] -----	1-15

☐ 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	Date of mailing of the international search report
8 February 2013	15/02/2013

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Van Beurden-Hopkins

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2012/052290

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2003124941 A1	03-07-2003	US 2003124941 A1	03-07-2003
		WO 03040454 A1	15-05-2003
WO 2010151548 A1	29-12-2010	EP 2446451 A1	02-05-2012
		KR 20120093813 A	23-08-2012
		US 2011006871 A1	13-01-2011
		WO 2010151548 A1	29-12-2010

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,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,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,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,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN

(74)代理人 100093300
弁理士 浅井 賢治
(74)代理人 100119013
弁理士 山崎 一夫
(74)代理人 100123777
弁理士 市川 さつき
(74)代理人 100154988
弁理士 小林 真知
(72)発明者 フェニベシ ジェルジ
アメリカ合衆国 デラウェア州 １９８０３ ウィルミントン デボンシャー ロード １１２
(72)発明者 ハーマー マーク アンドリュー
アメリカ合衆国 ペンシルバニア州 １９３５０ ランデンバーグ サウサンプトン パリッシュ ロード ５
(72)発明者 カン ビョン サム
アメリカ合衆国 ヴァージニア州 ２３１１２ ミドロジアン ウォーターズ ショア ドライブ １４６０１
(72)発明者 クリシュナムールティー ラクシュミー
アメリカ合衆国 デラウェア州 １９８０８ ウィルミントン ビディア ドライブ ２８２５
(72)発明者 ルブイア セルジュ
フランス エフ－０１１７０ エシュネベ シュマン ドゥ シャトー ６８

Ｆターム(参考) 4L047 AA21 AA27 AB03 BA08 CA19 CB01 CC14 DA00
5G305 AA02 AA03 AB01 BA18 CA11 CB29