

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4706275号
(P4706275)

(45) 発行日 平成23年6月22日 (2011.6.22)

(24) 登録日 平成23年3月25日 (2011.3.25)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 D 39/16 (2006.01)

B O 1 D 39/16 A

B O 1 D 61/14 (2006.01)

B O 1 D 39/16 E

B O 1 D 71/26 (2006.01)

B O 1 D 61/14

B O 1 D 71/44 (2006.01)

B O 1 D 71/26

B O 1 D 71/48 (2006.01)

B O 1 D 71/44

請求項の数 4 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2005-40403 (P2005-40403)
 (22) 出願日 平成17年2月17日 (2005.2.17)
 (65) 公開番号 特開2005-270965 (P2005-270965A)
 (43) 公開日 平成17年10月6日 (2005.10.6)
 審査請求日 平成20年1月30日 (2008.1.30)
 (31) 優先権主張番号 特願2004-53447 (P2004-53447)
 (32) 優先日 平成16年2月27日 (2004.2.27)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000003159
 東レ株式会社
 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
 (72) 発明者 宝田 亘
 静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
 三島工場内
 (72) 発明者 越智 隆志
 静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
 三島工場内
 (72) 発明者 松名瀬 武雄
 滋賀県守山市岡町153の1 守山パーク
 ホームズ704

審査官 吉岡 沙織

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フィルターおよびフィルターエレメント

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

濾過層を形成する繊維が、易溶解性ポリマーの海と難溶解性ポリマーの島からなる海島型ポリマーアロイ繊維から易溶解性ポリマーを除去することにより得られるポリアミド繊維、ポリエステル繊維、ポリオレフィン繊維およびポリアリーレン繊維からなる群から選ばれた平均直径1～150nmの繊維であり、重量比率の60%以上が直径1～150nmの繊維であることを特徴とするフィルター。

【請求項 2】

重量比率で50%以上の繊維が直径差で30nmの幅に入ること特徴とする請求項1記載のフィルター。

【請求項 3】

平均直径が1～70μmの繊維で構成される支持層を有することを特徴とする請求項1または2記載のフィルター。

【請求項 4】

請求項1～3のいずれか1項記載のフィルターを使用したフィルターエレメント。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は動作圧力が低く、濾過精度の優れたフィルターに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、世界的な水の消費量増大を背景に、海水淡水化や汚排水の再利用など、水の浄化システムに関する要求が高まっている。この様な水浄化システムにおいては、プレフィルターとしての精密濾過膜や淡水化を行う逆浸透膜など、膜を利用したフィルターが大量に使用されている。しかし、このような膜を利用したフィルターは動作に必要な圧力が高く、大型の装置が必要となるため、動作圧力の低い濾過装置が求められている。また、大型プラントの普及に伴い、濾過効率の一層の向上が求められている。

【0003】

低圧力損失で動作圧力の低いフィルターとして、繊維のメッシュや不織布からなるフィルターが知られている。しかし、従来の繊維フィルターは濾過精度が低く、水中のウイルス等を除去できないため、水処理等の精密濾過の必要な分野では使用することができなかった。繊維フィルターの濾過精度を向上させるためには、フィルターを構成する繊維を細くする必要があるが、現在フィルタ用として広く用いられているメルトブロー不織布では、特開2002-201560号公報などに開示されるように樹脂の粘度等を工夫することにより極細化を図っても繊維径は1 μm 程度が下限であり、ウイルス等のnmサイズの異物を捕集できるフィルターを得ることはできなかった。

【0004】

一方で、極細繊維を製造する方法として、特開昭55-29166号公報に開示されるように2種類以上の樹脂のブレンド繊維を作成し、海成分樹脂を除去する方法が知られている。しかし、この方法においても得られる繊維の繊維度は約300nm(0.001d)が限界であり、濾過精度の高いフィルターを得ることは不可能であった。更に細い繊維を得るため、ブレンド繊維をメルトブロー法により作成し、海成分樹脂を除去することにより、極めて細い繊維から成る不織布を得る方法も開示されている(特許文献1)。この方法によると最も細い繊維の直径は5nmと非常に細くできる一方で、0.5 μm と非常に太い繊維も混入した不織布となった。このように非常に太い繊維が混入すると、その繊維の周囲に空間が生まれてしまうため、濾過精度は300nm程度となってしまう10~100nmの大きさである水中のウイルスを除去することができなかった。

【0005】

近年、細い繊維を得る方法として、高分子溶液を噴霧して極細繊維の不織布を成型する方法が開発されている(特許文献2)。これは、高分子を溶媒に溶解させることにより粘度を低下させ、引き延ばしやすくすることにより極細繊維の作製を試みたものである。しかし、高分子溶液を単純にスプレーするだけでは繊維径は0.1~100 μm と非常にばらつきが大きくなり、均一な極細繊維を得ることはできなかった。さらに繊維を極細化する方法として、電界を利用して高分子溶液を引き延ばすエレクトロスピニング法が知られている(非特許文献1)。同手法によれば高分子溶液を効果的に延伸することが可能であるためより細い繊維が得られる。ここで、エレクトロスピニング法により製造される繊維の形態は高分子溶液の粘度により形態が異なり、粘度の低い溶液を用いると超極細繊維である"string"が節のような"bead"により連結されている形態となり、不織布を構成する繊維の繊維度のばらつきが大きくなる。また、粘度の高い溶液を用いると"string"の分率が増加し繊維度のばらつきは小さくなるが、得られる繊維の直径は太くなる。このため、エレクトロスピニング法においても繊維度が細く繊維度のばらつきの小さな繊維は得られておらず、微小な異物を捕集するフィルターを得ることはできなかった。

【0006】

以上のように、動作圧力が低い繊維フィルターにおいて水中のウイルス等を除去可能な濾過精度の高いフィルターが求められていた

【特許文献1】特開平5-71006号公報(0008欄)

【特許文献2】特開2001-129331号公報(0007欄)

【非特許文献1】Polymer, Vol. 43, 4403(2002)

【発明の開示】

10

20

30

40

50

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は水中のウイルス等も除去可能な繊維製の濾過精度の高いフィルターを提供するものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記目的は、濾過層を形成する繊維が、易溶解性ポリマーの海と難溶解性ポリマーの島からなる海島型ポリマーアロイ繊維から易溶解性ポリマーを除去することにより得られるポリアミド繊維、ポリエステル繊維、ポリオレフィン繊維およびポリアリーレン繊維からなる群から選ばれた平均直径1～150nmの繊維であり、重量比率の60%以上が直径1～150nmの繊維であることを特徴とするフィルターによって達成される。

10

【発明の効果】

【0009】

本発明のフィルターは、水中のウイルス等も除去可能な繊維製で、かつ動作圧力の低い精密濾過フィルターである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明のフィルターは単一層から形成されていても複数の層から形成されていても良いが、最も細孔径が小さく、主な濾過を行う層（以下濾過層と記す）が極めて細く、太さの均一な極細繊維から構成されていることが重要である。ここで、フィルターを構成する繊維の繊維度はフィルター表面を走査型電子顕微鏡（SEM）により観察し、同一視野内で無作為に抽出した50本以上の繊維直径を測定するが、これを少なくとも5箇所以上で行い、合計250本以上の繊維直径を測定することで求めることができる。本発明の極細繊維から構成されるフィルターの濾過層表面の写真を図1に示す。ここで、フィルター表面の写真から繊維度を計算することが困難な場合は、フィルター断面のTEM写真から繊維の繊維度を計算することも可能である。この場合、同一横断面内で無作為抽出した50本以上の繊維の直径を測定し、これを少なくとも5箇所以上で行い、250本以上の繊維直径を測定することで求められる。平均値の計算方法には数平均、重量平均等いくつかの手法が存在するが、本発明において、直径のばらつきについては別に評価を行うため、平均繊維径の評価には単純な平均値である数平均を用いる。すなわち、測定された繊維の直径の総和を計算し、その値を測定した繊維の本数で除することにより平均直径とする。

20

30

【0011】

本発明のフィルターにおいて濾過層を構成する繊維は平均直径が1～150nm（繊維 $1 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-4}$ d t e x 相当）の超極細繊維であることが重要である。これは、従来のメルトブローによる極細繊維フィルターの $1/10 \sim 1/1000$ という細さであり、従来の繊維フィルターでは成し得なかった微細物質の除去が可能になるのである。繊維の平均直径は好ましくは1～100nm、より好ましくは1～80nmである。

【0012】

また、フィルターの濾過精度を向上させるためには、構成する繊維の平均直径が小さいだけでなく、極端に太い繊維が混入していないことが重要である。極端に太い繊維が存在すると、その周囲に空間が生じ欠陥となるだけでなく、太い繊維は質量が極めて大きいため、太い繊維が1本存在するだけで超極細繊維の本数は大幅に減少することとなり、フィルターの均一さが低下し、濾過精度の低下を招いてしまう。このため、本発明のフィルターは濾過層を構成する繊維の重量比率の多くが上記の超極細繊維で構成されていることが重要である。フィルター全体の重量に占める超極細繊維の重量が多いことで主要な濾過が超極細繊維で行われるようになる。同時に、超極細繊維の重量比率が大きいことは極端に太い繊維が存在しないことを示している。これにより、濾過層は緻密で欠陥の少ないフィルターとなり、微細物質を効率的に捕集することが可能となる。本発明のフィルターにおいて濾過層は重量比の60%以上が直径1～150nmの繊維（ $1 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-4}$ d t e x 相当）である事が重要であり、重量比率の60%以上が1～100nmの繊維

40

50

維であると好ましく、重量比率の60%以上が1～80nmの繊維であるとより好ましい。また、重量比率の75%以上が1～80nmの繊維で占められているとさらに好ましい。

【0013】

また、濾過層を構成する繊維の太さの均一性を表すもう一つの指標が単糸直径差が30nmの幅に入る繊維の重量比率である。これは、平均直径付近へのばらつきの集中度を意味しており、この重量比率が高いほど均一性が高いことを意味している。本発明では、直径差が30nmの範囲に入る繊維の重量比率が50%以上であることが好ましい。より好ましくは70%以上である。

【0014】

上記重量比率は以下のようにして計算できる。すなわち、写真により測定された繊維の直径から個々の繊維の繊維度($d t_i$)を計算しその総和を総繊維度($d t_1 + d t_2 + \dots + d t_n$)とする。その上で、直径が所定の範囲内にある繊維の繊維度の合計値を計算し、総繊維度に占める割合を算出する。繊維度と重量は比例関係にあることから、前記繊維度が重量比となる。

【0015】

のように、非常に細く、しかも均一な太さの超極微繊維から濾過層を形成することで、孔径が非常に小さく、均一で、欠陥の少ないフィルターとなり、これまで繊維フィルターでは捕集できなかったウイルスのような微細物質を捕集できるようになる。また、その動作圧力は従来の多孔膜を利用した精密濾過フィルターと比較して格段に低いものである。

【0016】

本発明のフィルターは濾過層のみから構成されていても良いが、繊維構成の異なる支持層と複合されていても良い。本発明の濾過層は極めて捕集効率に優れるため、薄くすることで圧力損失を低くし、高捕集効率と低圧力損失を両立させることが可能であるが、あまり薄いと形態保持性に劣るため、平均直径が1～70 μ mの繊維からなる支持層と積層する事もできる。この時、支持層は形態の保持が主目的であるから、目付を甘くし、圧力損失が低いことが好ましい。好ましくは、目付が30g/m²～500g/m²の支持層を用いることが好ましく、目付が50～200g/m²の支持層を用いることがより好ましい。積層された濾過層と支持層の結合方法は熱融着、ニードルや水流を利用した繊維同士の交絡等、公知の任意の手法を用いることができる。濾過層は支持層の上流側に設置しても下流側に設置しても良く、支持層で挟み込んでも良い。濾過層より上流側に支持層を設置すると、該層で粗大粒子を補足するために濾過層の目詰まりが抑制されフィルターライフが長くなる。その一方で振動や逆洗によりフィルター表面に捕集された粉塵を除去しフィルターを再生することが難しくなるため、設置場所や用途に応じてフィルター構成を変更することが望ましい。

【0017】

本発明の繊維フィルターの形状としてはメッシュフィルター、不織布フィルター等任意の形状とすることができるが、生産性の面から不織布フィルターであることが好ましい。

【0018】

本発明のフィルターは熱可塑性樹脂のみからなることが好ましい。熱可塑性樹脂のみからなることでヒートシールが可能となり、製造プロセスを簡略化し接着強度を向上させることができる。また、熱セットにより形態の保持性が高まることから、ブリーツ加工時の動作圧力を高く設定することが可能となり、単位時間当たりの処理量を増加させることが可能となる。また、熱可塑性樹脂のみからなることで、廃棄時のリサイクルが容易である点も環境保全の見地から好ましい。本発明でいう熱可塑性樹脂とは、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリ乳酸(PLA)等のポリエステル、ナイロン6(N6)、ナイロン6,6(N66)、ナイロン12(N12)等のポリアミド、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)等のポリオレフィン、ポリフェニレンスルフィド(PPS)等のポリアリーレン等が挙げられる。水処理の用途においては使用時の温度が100℃以下であるため汎用の熱可塑性樹脂であればよいが、

10

20

30

40

50

オイル等の高沸点の液体を処理する際には融点の高い樹脂を使用する必要がある。このため、熱可塑性樹脂の融点は160 を越えるものであるとフィルターの使用範囲に制約が少なく好ましい。例えば、PLAは170、PETは255、N6は220、PPSは280である。ここで、融点とは結晶性樹脂の場合結晶が融解する温度を指すが、明確な融点を示さない非晶性樹脂においてはピカット軟化点や熱変形温度などを融点の代わりとして用いる。また、フィルターを形成する樹脂の耐薬品性が高ければ薬品を含んだ廃液等の処理も可能となるため好ましい。例えば、N6やN66はアルカリに対して耐性があるため好ましく、PE、PP、PPSは酸・アルカリ両方に耐性があるためより好ましい。

【0019】

10

熱可塑性樹脂には必要に応じて粒子、難燃剤、耐電防止剤等の添加物を含有させていても良く、樹脂の性質を損なわない範囲で他の成分が共重合されていても良い。また、フィルターによる液体の処理においてはフィルター材と液体との親和性が圧力損失や捕集効率に大きな影響を与えるため、目的に応じて親水処理などの表面処理を行うことが好ましい。

【0020】

本発明のフィルターの製造方法としては、以下のような方法を採用することができる。

【0021】

超極細繊維の製造には、易溶解性ポリマーの海と難溶解性ポリマーの島からなる海島型ポリマーアロイ繊維を利用できる。これは、2種類以上の溶剤に対する溶解性の異なるポリマーをアロイ化したポリマーアロイ溶融体となし、これを紡糸した後、冷却固化して繊維化したもので、海成分の易溶解性ポリマーを溶剤で除去することにより超極細繊維を得ることができる。

20

【0022】

本発明のフィルターに使用される超極細繊維を得るためには、海島型ポリマーアロイ繊維中で易溶解性ポリマーが海（マトリックス）、難溶解性ポリマーが島（ドメイン）となし、その島サイズを制御することが重要である。島サイズに影響を与える因子としては、混練方法、ポリマーの組み合わせ、ポリマー粘度があり、これらを適切にコントロールすることが必要である。

【0023】

30

ポリマーの混練方法としては、混練押出機や静止混練器等によって高混練することが好ましい。混練押出機としては2軸混練押出機が好ましく、静止混練器を用いる場合は分割数を100万以上とするのが好ましい。

【0024】

ポリマーの組み合わせとしては、非相溶であり、かつ、島成分が円形状に微分散する組み合わせであることが重要である。このような分散状態は、ポリマー同士の相溶性が一定の範囲にある時に作製される。この相溶性を判断する方法の1つとして混練するポリマーの溶解度パラメータ（SP値）の差を調べる方法があるが、2つのポリマーのSP値の差が1～9（ MJ/m^3 ）であると、島ドメインが円形でかつ超微分散化させやすく好ましい。また、ポリマー同士の融点差が20以下であると混練時の微分散化が進みやすく、ポリマーアロイの成形性も優れるため好ましい。また、混練するポリマー同士の反応性が低い方が溶融時の安定性に優れるため好ましく、ポリエステル/ポリオレフィンのような異種ポリマの組み合わせや、ポリアミド/ポリ乳酸のような交換反応に不活性な組み合わせが好ましい。

40

【0025】

また、超微分散化されたポリマーアロイの溶融紡糸においては増大した界面の影響によりバラスの増大や周期的な直径変動が起こりやすく、得られる繊維の力学特性も低い物になりやすい。そこで、吐出孔での切断応力を低下し、冷却条件を整えてバラスを減少し直径変動を抑えることが好ましい。また、得られたポリマーアロイ繊維は延伸熱処理により強度を増加し強度を向上し収縮率を低下することが可能である。エレクトロスピニング法

50

など溶液から乾式法にてナノサイズの繊維を作成する方法では、溶媒が急激に脱離することから分子を配向させることが不可能であり、超極細繊維の力学特性が低く実用上問題となることがあるが、ポリマーアロイ繊維を出発点とする方法であればポリマーアロイ繊維の延伸時に繊維中の超極細繊維成分も延伸熱処理され、力学特性が改善されるため好ましい。作成されたポリマーアロイ繊維は伸度50%以下に延伸処理を施した際に1.0cN/dtex以上の強度を持つことが好ましく、繊維の直径のばらつきを表すウースター斑(U%)は5%以下であることが好ましい。また、ポリマーアロイ繊維の脱海処理を行い超極細繊維のみを取り出した時に、その超極細繊維の集合体の強度が1.0cN/dtex以上であることが好ましい。

【0026】

ポリマー粘度については、島を形成するポリマーの粘度が低いほうが混練時に剪断力で分割されやすくなり好ましいが、海ポリマーに対して島ポリマーの粘度が低くなりすぎると島ポリマーが海化しやすくなり、島ポリマーのブレンド比を高く設定できなくなるため、島ポリマー粘度は海ポリマー粘度の1/10以上とすることが好ましい。また、海ポリマーの粘度が高いとポリマーアロイの成形性が悪化する傾向にあることから、海ポリマーの粘度は100Pa・sec以下の低粘度ポリマーとすることが好ましい。なお、熔融粘度はキャピラリー式レオメーターを用いて、実際の成形温度で剪断速度1216sec⁻¹で測定される値である。

【0027】

上記のように設計されたポリマーアロイを繊維化することにより、島成分が非常に細かく、均一に分散した海島型ポリマーアロイ繊維を得ることができ、この海島型ポリマーアロイ繊維から海成分の易溶解性ポリマーを溶剤により溶出することで極めて細く、太さの均一な超極細繊維を得ることができる。溶剤としては例えば、海成分がポリエステルの場合には水酸化ナトリウム水溶液、ポリスチレンの場合にはトリクレンなどを用いることができるが、水溶液系のものを用いることが環境負荷を低減する観点から好ましい。特に、低濃度のアルカリで迅速に分解処理が可能であり、非石油系原料からなるポリ乳酸を用いると環境負荷が極めて小さくなるため好ましい。

【0028】

上記の超極細繊維を不織布に加工することで本発明のフィルターを得ることができる。超極細繊維から成る不織布を作製する方法としては、ポリマーアロイ繊維から超極細繊維を取り出し、その超極細繊維から不織布を作成しても良く、ポリマーアロイ繊維から成る不織布を形成し、その後海成分ポリマーを溶出することで超極細繊維不織布を作成しても良いが、超極細繊維を取り出した後に不織布を作成した方が超極細繊維一本一本が分散したフィルターを得やすいため好ましい。このような作製方法としては従来公知の方法を採用することができるが、代表的な作製方法として湿式抄紙法が挙げられる。

【0029】

湿式抄紙法では、まず上記の方法で得られた超極細繊維をカットし短繊維を作製する。カット長は特に限定されるものではないが、短繊維の分散性と不織布強力のバランスから、カット長は0.5~10mmとすることが好ましく、1~5mmとすることがより好ましい。こうして得られた短繊維を水等の液体に分散させ、湿式抄紙することで不織布を作製する。この時、カットされた短繊維は超極細繊維が凝集し束状になっているため、良好な地合の不織布を得るためには、超極細繊維集合体をパルパー、ピーター、リファイナー等の叩解機を用いて分散させることが望ましく、さらに分散性を向上させるため界面活性剤を用いることが好ましい。

【0030】

界面活性剤は、アニオン系、カチオン系、ノニオン系、両性に分類される。アニオン系界面活性剤としては、例えば、カルボン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸塩、リン酸エステル塩などが挙げられる。カチオン系界面活性剤としては、アミン塩、アンモニウム塩などが挙げられる。ノニオン系界面活性剤としては、エーテル型、エステル型、アミノエーテル型などが挙げられる。両性界面活性剤としては、ベタイン型などが挙げられる。こ

10

20

30

40

50

れらの中から、繊維の分散性の良好な物を適宜選択して用いればよい。また、均一に混合分散した繊維の分散安定性を向上させるために、アニオン性のポリアクリルアミド系粘剤等を繊維分散液に添加することにより、不織布の地合を更に向上させることができる。

【0031】

湿式抄紙は、一般紙や湿式不織布を製造するための抄紙機、例えば、長網抄紙機、円網抄紙機、傾斜ワイヤー式抄紙機などの湿式抄式で製造できる。この時、基材となる不織布を用いて抄紙を行い、直接複合不織布を作成することも可能である。乾燥には、シリンドライヤー、スルードライヤー、赤外線ドライヤーなどの乾燥機を用いることができる。

【0032】

得られた不織布は超極細繊維が非常に緻密に充填され単繊維の脱落が起こりにくいいため、そのままで十分にフィルターとして利用可能であるが、必要に応じて各種バインダーを付与し、強度、腰を向上させることもできる。

【0033】

バインダーとしては、例えば、アクリル系ラテックス、酢ビ系ラテックス、ウレタン系ラテックス、エポキシ系ラテックス、ポリエステル系ラテックス、エポキシ系ラテックス、SBR系ラテックス、NBR系ラテックス、エポキシ系バインダー、フェノール系バインダー、PVA、澱粉等の一般的に製紙工程で使用される紙力剤などが挙げられ、これらを単独、もしくは架橋剤と併用して使用できる。

【0034】

この時、付与するバインダー量は不織布の質量に対して20%未満が望ましく、10%未満とすることが好ましい。これにより、圧力損失の向上を押さえ、フィルター寿命の減少を小さく留めながら、フィルターの強度を向上させることが可能である。

【0035】

このようにして得られたフィルターはそのまま積層してモジュールとすることも可能であるが、ブリーツ加工や封筒状に加工してブリーツ型やスパイラル型のモジュールとすることが好ましい。本発明のフィルターは熱可塑性樹脂のみからなり形態保持性に優れるため、ブリーツ加工の形態保持性が高く、簡易なブリーツ型モジュールにおいても高い動作圧力で運転することが可能となる。また、スパイラル型のモジュールに加工する際は、リーフの3辺を接着する必要があるが、本発明のフィルターは熱可塑性樹脂のみからなるためヒートシール性を有することから、接着工程を簡素化することができる。また、接着剤を使用しないため、残留溶媒の流出が起こることもない。

【0036】

上記のように、本発明のフィルターを用いたフィルターエレメントは従来の湿式法で作製される膜を利用したモジュールと比較して加工性に優れており、モジュールの処理効率の向上や生産性の増加が可能である。

【実施例】

【0037】

以下、本発明を実施例を用いて詳細に説明する。なお、実施例中の測定方法は以下の方法を用いた。

【0038】

A．ポリマーの熔融粘度

東洋精機キャピログラフ1Bによりポリマーの熔融粘度を測定した。なお、サンプル投入から測定開始までのポリマーの貯留時間は10分とした。

【0039】

B．融点

Perkin Elmer DSC-7を用いて2nd runでポリマーの融解を示すピークトップ温度をポリマーの融点とした。この時の昇温温度は16 /分、サンプル量は10mgとした。

【0040】

C. SEMによるフィルター表面観察

フィルターに白金・パラジウム合金を蒸着し、走査型電子顕微鏡でフィルター表面を観察した。

【0041】

SEM装置 : 日立社製 S-4000 型

D. フィルターを構成する繊維の平均直径

繊維の平均直径は以下のようにして求める。すなわち、SEMによるフィルター表面写真から繊維の直径を計算し、その単純な平均値を求めた。この時、平均に用いる繊維数は同一視野内で無作為抽出した50本以上の繊維の直径を測定し、これをフィルターの異なる箇所から採取した5サンプルで行い、合計250本以上の繊維の直径を用いて計算した。

10

【0042】

E. フィルターを構成する繊維の重量比率

フィルターを構成する繊維の重量比率、以下のようにして評価する。すなわち、上記平均直径を求める際に使用したデータを用い、フィルターを構成する繊維それぞれの繊維度 ($d t_i$) を計算しその総和を総繊維度 ($d t_1 + d t_2 + \dots + d t_n$) とする。また、重量比率を計算したい直径を持つ繊維の繊維度の合計値を計算し、総繊維度との比率から重量比率を計算した。

【0043】

F. 30 nmの幅に入る繊維の重量比率

20

上記平均直径を求める際に使用したデータを用い、平均直径を含む30 nmの幅に入る繊維の繊維度をE.と同様に求めた。

【0044】

G. 繊維の力学特性

測定する繊維束10 mの重量を $n = 5$ 回測定し、これの平均から繊維束の合計繊維度 ($d t_{ex}$) を求めた。そして、室温 (25) で、初期試料長 = 200 mm 引っ張り速度 = 200 mm / 分とし、JIS L1013 に示される条件で荷重 - 伸度曲線をもとめた。次には男児の荷重値を初期の繊維度で割り、それを強度とし、破断時の伸びを初期試料長で割り伸度とした。

【0045】

30

H. 繊維のウースター斑 (U%)

ツェルベガーウースター株式会社製 USTER TESTER 4 を用いて給糸速度 200 m / 分でノーマルモードで測定を行った。

【0046】

I. 濾過精度

下記の3種類の直径の異なるラテックス粒子を用いて阻止率を測定し、濾過精度を評価した。

【0047】

a. 直径 132 nm、セラダイン社製、ポリスチレン系ポリマー

b. 直径 88 nm、ダウケミカル社製、ポリスチレン系ポリマー

40

c. 直径 42 nm、JSR社製、ポリスチレン系ポリマー

(1) ラテックス粒子を2部、ドデシル硫酸ナトリウムを20部、イオン交換水を978部の割合で混合する。

(2) 測定するフィルターを25 mmに打ち抜き、界面活性剤溶液に浸漬し、親水化を行い、次いで水と置換する。

(3) 試験片をフィルターホルダーに組み込み、均一分散液を差圧 49 kPa で供給し、その透過した濾液を10 ml 採取する。

(4) 得られた濾液をUV急行時計にて吸光度を測定 (260 nm) し、濾液中の粒子濃度を求める。同様の方法で測定される原液中の粒子濃度と濾液中の粒子濃度から、フィルターの粒子阻止率を計算する。

50

【 0 0 4 8 】

J . 透水量

濾過精度の測定と同様の手順でフィルターをフィルターホルダーに組み込み、25 のイオン交換水を差圧49 kPaで供給し、その透過流量を測定した。

【 0 0 4 9 】

実施例 1

熔融粘度200 Pa・s (245 、121.6 sec⁻¹)、融点225 のポリブチレンテレフタレート (PBT) と熔融粘度210 Pa・s (245 、121.6 sec⁻¹) の2-エチルヘキシルアクリレートを22%共重合したポリエスチレン (co-PS) とを、PBTの含有率を20重量%とし、混練温度を235 として2軸混練押出機を用いて熔融混練し、ポリマーアロイチップを得た。なお、このco-PSの245 、121.6 sec⁻¹での熔融粘度は60 Pa・sであった。

10

【 0 0 5 0 】

このポリマーアロイチップをプレッシャーメルタを備えた熔融紡糸装置に投入し、熔融温度260 、紡糸温度260 (口金面温度245)、単孔吐出量1.0 g/分、紡糸速度1200 m/分の条件で熔融紡糸を行った。ここで、口金としては吐出孔上部に直径0.3 mmの軽量部を備えた、吐出孔径が0.7 mmのものを用いた。得られた未延伸糸を延伸温度100 、延伸倍率2.49倍、熱セット温度115 の条件で延伸熱処理した。作成されたポリマーアロイ繊維は80 d tex、24フィラメントであり、強度1.0 cN/d tex、伸度33%、U%=2.0%であった。このポリマーアロイ繊維を4万d texに引きそろえ、枷に巻きつけた後、トリクロロエチレンに1時間浸漬することでポリマーアロイ繊維中のco-PS成分の99%以上を溶解除去した。さらに水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。得られた超極細繊維束の力学特性は、強度1.7 cN/d tex、伸度60%であった。

20

【 0 0 5 1 】

得られた極細繊維束を長さ2 mm長に切断して、超極細繊維のカット繊維を得た。タッピースタナードナイヤガラ試験ビータ (東洋精機製) に水23 Lと先ほど得られたカット繊維30 gを仕込み、5分間予備叩解し、その後余分な水を切って繊維を回収した。この繊維の重量は250 gであり、その含水率は88%であった。含水状態の繊維250 gをそのまま自動式PFIミル (熊谷理機製) に仕込み、回転数1500回転、クリアランス0.2 mmで6分間叩解した。ファイバーミキサーMX-X103 (ナショナル製) に叩解した繊維4.2 g、分散剤としてノイゲンEA-87 (第一工業製薬製) を0.5 g、水500 gを仕込み、5分間攪拌してPBTナノファイバーの水分散体を得た。上記で得られた水分散体250 g、水20 Lをセミオートマチック角型シートマシン (熊谷理機製) に仕込み、No. 2定性用紙 (アドバンテック製) の上に抄紙し、そのまま高温用回転型乾燥機 (熊谷理機製) を用いて110 で乾燥して、ろ紙から繊維シート部分をはがして厚さ1 μmの不織布を作成した。

30

【 0 0 5 2 】

この不織布の極細繊維側の表面をSEMにより解析した結果、繊維の平均直径直径は65 nm (2 × 10⁻⁵ d tex) と従来にない細さであり、また直径1 ~ 150 nmの繊維の重量比率は90%であり、特に直径60 ~ 89 nmの間の繊維の重量比率は60%であり、繊維直径のばらつきはごく小さいものであった。この不織布をフィルターとして濾過精度と透水量を測定した。結果を表1に示す。

40

【 0 0 5 3 】

この不織布を用いたフィルターは直径88 nm以上の粒子をほぼ完全に阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も0.042 l/hr・m²・Paと多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【 0 0 5 4 】

実施例 2

熔融粘度53 Pa・s (262 、剪断速度121.6 sec⁻¹)、融点220 の

50

ナイロン6 (N6) (20重量%)と熔融粘度 $310 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (262、剪断速度 121.6 sec^{-1})、融点 225°C のイソフタル酸を8mol%、ビスフェノールAを4mol%共重合した融点 225°C の共重合ポリエチレンテレフタレート (co-PET) (80重量%)を2軸混練押出機で260で混練してポリマーアロイチップを得た。なお、このco-PETの262、 1216 sec^{-1} での熔融粘度は $180 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ であった。

【0055】

このポリマーアロイチップを1軸押出機を備えた熔融紡糸装置に投入し、熔融温度 275°C 、紡糸温度 280°C (口金面温度 262°C)、単孔吐出量 2.9 g/分 、紡糸速度 900 m/分 の条件で熔融紡糸を行った。ここで、口金は実施例1と同じものを用いた。得られた未延伸糸を延伸温度 90°C 、延伸倍率3.2倍、熱セット温度 130°C の条件で延伸熱処理した。作成されたポリマーアロイ繊維は 240 dtex 、24フィラメント、強度 4.0 cN/dtex 、伸度35%、 $U\% = 1.5\%$ であった。このポリマーアロイ繊維を4万 dtex に引きそろえ、枷に巻きつけた後、 90°C の3重量%水酸化ナトリウム水溶液にて2時間浸漬することでポリマーアロイ繊維中のco-PET成分の99%以上を加水分解除去した。さらに酢酸で中和後、水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。この超極細繊維束の力学特性は、強度 2.0 cN/dtex 、伸度50%であった。

【0056】

得られた極細繊維束を長さ2mmにカットし、実施例1と同様に超極細繊維が単分散した水溶液を作製した。得られた水分散体 250 g 、水 20 L をセミオートマチック角型シートマシン (熊谷理機製) に仕込み、No. 2定性用紙の上に支持層とする単糸繊維 1.3 dtex 、目付 100 g/cm^2 の不織布を重ね、不織布上に超極細繊維を抄紙し、そのまま高温用回転型乾燥機 (熊谷理機製) を用いて 110°C で乾燥して、ろ紙から支持層と超極細繊維層をはがして支持層を有する超極細繊維不織布を作成した。この時、濾過層である超極細繊維不織布層の厚みは $1 \mu\text{m}$ であった。

【0057】

この濾過層表面をSEMにより解析した結果、繊維の平均は 56 nm ($3 \times 10^{-5} \text{ dtex}$)と従来にない細さであり、また直径が $1 \sim 150 \text{ nm}$ の繊維の比率は99%であり、直径 $1 \sim 80 \text{ nm}$ の繊維の重量比率も86%であった。また、直径 $55 \sim 84 \text{ nm}$ の間の繊維の重量比率は71%であり、繊維直径のばらつきはごく小さいものであった。得られたフィルターの濾過精度と透過流量を測定した結果を表1に示す。

【0058】

この不織布を用いたフィルターは直径 88 nm 以上の粒子をほぼ完全に阻止し、 42 nm の粒子の36%を阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も $0.036 \text{ l/hr} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{Pa}$ と多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【0059】

実施例3

熔融粘度 $300 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (220、剪断速度 121.6 sec^{-1})、融点 162°C のポリプロピレン (PP) (20重量%)と熔融粘度 $64 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (220、剪断速度 121.6 sec^{-1})、融点 170°C のポリL乳酸 (光学純度99.5%以上) (PLA) (80重量%)を2軸混練押出機で220で混練してポリマーアロイチップを得た。なお、このPLAの215、 1216 sec^{-1} での熔融粘度は $86 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ であった。

【0060】

このポリマーアロイチップを1軸押出機を備えた熔融紡糸装置に投入し、熔融温度 230°C 、紡糸温度 230°C (口金面温度 215°C)、単孔吐出量 0.94 g/分 、紡糸速度 3500 m/分 の条件で熔融紡糸を行った。ここで、口金は実施例1と同じものを用いた。得られた未延伸糸を延伸温度 90°C 、延伸倍率1.39倍、熱セット温度 130°C の条件で延伸熱処理した。得られたポリマーアロイ繊維は 92 dtex 、36フィラメント、強度 2.3 cN/dtex 、伸度40%、 $U\% = 2.3\%$ であった。このポリマーアロイ

繊維を4万d t e xに引きそろえ、枷に巻きつけた後、90の2重量%水酸化ナトリウム水溶液にて30分浸漬することでポリマーアロイ繊維中のP L A成分の99%以上を加水分解除去した。さらに酢酸で中和後、水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。この超極細繊維束の力学特性を測定したところ、強度1.2c N / d t e x、伸度80%であった。

【0061】

得られた超極細繊維束を長さ2mmにカットし、実施例2と同様に単系繊維度1.3d t e x、目付100g / c m²の支持層の表面に厚さ0.5μmの濾過層を形成した不織布を作製した。

【0062】

この濾過層表面をS E Mにより解析した結果、繊維の平均直径は76nm(5×10⁻⁵d t e x)と従来にない細さであり、また直径が1~150nmの繊維の比率は65%であった。また、直径55~84nmの間の繊維の重量比率は52%であり、繊維直径のばらつきは小さいものであった。得られたフィルターの濾過精度と透過流量を測定した結果を表1に示す。

【0063】

この不織布を用いたフィルターは直径132nm以上の粒子をほぼ完全に阻止し、88nmの粒子の43%を阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も0.045l / h r · m² · P aと多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【0064】

実施例4

超極細繊維束のカット長を7mmに変更した以外は実施例2と同様に支持層を有する不織布フィルターを作製した。このフィルターの濾過精度と濾過流量を測定した結果を表1に示す。

【0065】

実施例5

支持層の不織布を繊維度2.5d t e x、目付400g / m²のものに変えた以外は実施例2と同様に支持層を有する不織布フィルターを作製した。このフィルターの濾過精度と濾過流量を測定した結果を表1に示す。

【0066】

比較例1

プレッシャーメルタを2つ備えた複合紡糸装置を用いて、海成分がP S、島成分がP E Tで繊維全体における島成分の割合が35重量%である高分子配列体繊維を作製した。得られた繊維を液浴延伸機を用いて延伸温度90、熱セット温度130、延伸倍率3.0倍の条件で延伸し、58d t e x、24フィラメントの高分子配列体繊維とした。この時、該高分子配列体繊維中におけるP E T成分の単系繊維度は0.05d t e xである。この高分子配列体繊維を4万d t e xに引きそろえ、枷に巻きつけた後、トリクロロエチレンに1時間浸漬することでポリマーアロイ繊維中のP S成分の99%以上を溶解除去した。さらに水洗、乾燥することで極細繊維束を作製した。この極細繊維束の力学特性は、強度4.4c N / d t e x、伸度45%であった。この極細繊維束を長さ3mmにカットした以外は実施例1と同様に湿式抄紙を行い、厚さ1.5μmの不織布を作製した。

【0067】

この不織布表面をS E Mにより解析した結果、繊維の平均直径は2.2μm(0.05d t e x)であった。この不織布をフィルターとして濾過精度と透過流量を測定した。結果を表1に示す。

【0068】

この不織布を用いたフィルターは透過流量こそ15.2l / h r · m² · P aと非常に高い値をしめすものの、132nmの粒子すら阻止できない濾過精度の低いものであった。

【0069】

比較例 2

特開平 5 - 7 1 0 0 6 号公報の記載に従い、熱可塑性ポリビニルアルコール (MFR 190 : 50、重合度: 400、鹸化度: 62%) とポリプロピレン (MFR 230 : 80) をチップの状態等で等量混合してメルトブロー紡糸機に投入し、紡糸温度 230、単孔吐出量 0.3 g/min で吐出し、230、圧力 2.2 kg/cm² の空気を噴射して金網コンベアー上に目付 100 g/cm² のウェブを形成した。このウェブを 70 kg/cm² の高圧水流で処理して不織布としたのち、80 の温水浴中で 20 分間超音波を照射することにより、ポリビニルアルコールを溶出除去して極細繊維を発生させると共に、極細繊維の分散・交絡を行い、目付 50 g/cm² の不織布を作成した。

【0070】

10

この不織布表面を SEM により解析した結果、極細繊維の数平均による単糸直径は 43 nm (2×10^{-5} d tex) と細かったが、また単糸繊維度が $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-4}$ d tex の繊維度比率は 24% であり、特に単糸直径で 40 ~ 69 nm の間の単糸繊維度比率は 13% であり、単糸繊維度のばらつきの大きいものであった。この不織布をフィルターとして濾過精度と透過流量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0071】

この不織布を用いたフィルターは 132 nm の粒子の阻止率は 83% と比較的高い値を示したが、88 nm の粒子の阻止率は 47% と低く、濾過精度に劣るフィルターであった。

【0072】

20

比較例 3

アクリロニトリル 91.5 重量%、アクリル酸メチル 8.0 重量%、メタクリル酸ソーダ 0.5 重量% からなる極限粘度 1.2 の共重合体 16 重量% および重量平均分子量 3,000 のポリエチレングリコール (和光純薬社製、PEG 4000) 8 重量% を、N, N - ジメチルアセトアミド 76 重量% に溶解して均一溶液とした。この製膜をガラス基板上に厚さ 400 μ m に流延し、N, N - ジメチルアセトアミド 90% と水 10% との混合溶液からなる 60 の凝固浴中に流延面を浸漬し、凝固させて多孔質膜を形成した。この多孔質膜をフィルターとして濾過精度と透過流量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0073】

このフィルターは 132 nm の粒子をほぼ完全に阻止する濾過精度に優れたフィルターであったが、透水量は 0.031 l/hr \cdot m² \cdot Pa と低く、濾過効率に劣るものであった。

30

【0074】

比較例 4

溶剤に N - メチル - 2 - ピロリドンのみを用いた以外は比較例 3 と同様に多孔質膜を形成した。この多孔質膜をフィルターとして濾過精度と透過流量を測定した。結果を表 1 に示す。

【0075】

このフィルターは 42 nm の粒子も完全に阻止する濾過精度に優れたフィルターであったが、透水量は 0.011 l/hr \cdot m² \cdot Pa と極めて低く、濾過効率に劣るものであった。

40

【0076】

【表 1】

	阻止率 (132nm)	阻止率 (88nm)	阻止率 (42nm)	透過流量 (l/hr・m ² ・Pa)
実施例1	100%	85%	18%	0.042
実施例2	100%	97%	36%	0.036
実施例3	96%	43%	0%	0.083
実施例4	100%	79%	3%	0.045
実施例5	100%	85%	18%	0.039
比較例1	2%	0%	0%	1.52
比較例2	48%	2%	0%	0.132
比較例3	100%	8%	0%	0.039
比較例4	100%	100%	100%	0.011

10

【0077】

上記表から明らかなように、本発明の繊維フィルターは精密濾過膜として利用可能な 135 nm 以下の濾過精度を有しながら透水量が大きく、濾過精度と透水量のバランスに優れた濾過フィルターである。

20

【0078】

実施例 6

実施例 2 のフィルターに山高さ 20 mm、山間隔 8 mm のプリーツ加工を施し、150 分の熱セットを行った後、直径 10 cm、長さ 20 cm の円筒状フィルターハウジングに組み込みフィルターエレメントを作製した。このフィルターエレメントに 0.05 MPa / 分の割合で水圧を増加させながら通水を行い、透水量を測定したところ、0.46 MPa で最大透水量 5200 l / hr を示した。

【0079】

比較例 5

比較例 3 のフィルターを用いて実施例 6 と同様にフィルターエレメントを作製し、透水量を測定した。その結果、圧力 0.25 MPa で最大取水量 3100 l / hr を示した。

30

【0080】

実施例 6 および比較例 4 から明らかなように、本発明のフィルターを用いたフィルターエレメントは従来のフィルターを用いたフィルターエレメントよりも同じ処理圧力での透水量が高い上に、動作圧力を高くすることができるため、非常に効率の良いフィルターエレメントとなった。

【0081】

実施例 7

熔融粘度 280 Pa・s (300、1216 sec⁻¹) の PET を 80 重量%、熔融粘度 160 Pa・s (300、1216 sec⁻¹) の PPS を 20 重量%として、混練温度を 300 として 2 軸混練押出機を用いて熔融混練した。ここで、PPS は直鎖型で分子鎖末端がカルシウムイオンで置換された物を用いた。

40

【0082】

このポリマーアロイ熔融体を直接紡糸装置に導き、熔融紡糸を行った。この時、紡糸温度 315 (口金面温度 292)、単孔吐出量 1.1 g / 分、紡糸速度 1000 m / 分とした。このとき、口金には吐出孔上部に直径 0.3 mm の計量部を持つ吐出孔径 0.6 mm の物を用いた。得られた未延伸糸を延伸温度 100、熱セット温度 130、延伸倍率を 3.3 倍の条件で延伸熱処理した。得られたポリマーアロイ繊維は 400 dte

50

x、240フィラメント、強度4.4 cN/dtex、伸度27%、U% = 1.7%の優れた特性を示した。このポリマーアロイ繊維を4万dtexに引きそろえ、枷に巻きつけた後、98%、10重量%水酸化ナトリウム水溶液に減量促進剤として明成化学工業(株)社製「マーセリンPES」5%owfを併用してアルカリ加水分解処理し、ポリマーアロイ繊維中のPET成分の99%以上を溶解除去した。さらに酢酸で中和後、水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。得られた超極細繊維束の力学特性は、強度2.5 cN/dtex、伸度23%であった。

【0083】

得られた極細繊維束を長さ2mm長に切断して、実施例1と同様に湿式不織布を作成した。得られた不織布の極細繊維側の表面をSEMにより解析した結果、繊維の平均直径直径は76nm(2×10^{-5} dtex)と従来にない細さであり、また直径1~150nmの繊維の重量比率は99%で、特に直径70~99nmの間の繊維の重量比率は86%であり、繊維直径のばらつきはごく小さいものであった。

10

【0084】

この不織布をフィルターとして濾過精度と透水量を測定したところ、このフィルターは直径88nmの粒子を82%阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も0.048 l/hr・m²・Paと多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【0085】

実施例8

熔融粘度87 Pa・s(235℃、剪断速度121.6 sec⁻¹)、融点220℃のナイロン6(N6)(20重量%)と熔融粘度75 Pa・s(235℃、剪断速度121.6 sec⁻¹)、融点170℃のポリL乳酸(PLA)(80重量%)を230℃に設定した2軸混練押出機で混練してアロイ樹脂を得た。なお、このPLAの225℃、121.6 sec⁻¹での熔融粘度は52 Pa・sであった。

20

【0086】

このポリマーアロイチップを1軸押出機を備えた熔融紡糸装置に投入し、熔融温度230℃、紡糸温度230℃(口金面温度215℃)、単孔吐出量0.7g/分、紡糸速度1350m/分の条件で熔融紡糸を行った。ここで、口金には吐出孔径0.3mmのものをを用いた。得られた未延伸糸を延伸温度90℃、延伸倍率3.04倍、熱セット温度130℃

の条件で延伸熱処理した。作成したポリマーアロイ繊維は85dtex、48フィラメント、強度3.0 cN/dtex、伸度36%、U% = 1.8であった。このポリマーアロイ繊維を4万dtexに引きそろえ、枷に巻きつけた後、90%の3重量%水酸化ナトリウム水溶液にて2時間浸漬することでポリマーアロイ繊維中のPLA成分の99%以上を加水分解除去した。さらに酢酸で中和後、水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。この超極細繊維束の力学特性は、強度1.3 cN/dtex、伸度17%であった。

30

【0087】

得られた極細繊維束を長さ2mmにカットし、実施例1と同様に超極細繊維が単分散した水溶液を作製した。得られた水分散体250g、水20Lをセミオートマチック角型シートマシン(熊谷理機製)に仕込み、No.2定性用紙の上に支持層とする単糸繊維度1.3dtex、目付100g/cm²の不織布を重ね、不織布上に超極細繊維を抄紙し、そのまま高温用回転型乾燥機(熊谷理機製)を用いて110℃で乾燥して、ろ紙から支持層と超極細繊維層をはがして支持層を有する超極細繊維不織布を作成した。この時、濾過層である超極細繊維不織布層の厚みは1μmであった。

40

【0088】

この濾過層表面をSEMにより解析した結果、繊維の平均は66nm(4×10^{-5} dtex)と従来にない細さであり、また直径が1~150nmの繊維の比率は100%であった。また、直径60~89nmの間の繊維の重量比率は82%であり、繊維直径のばらつきはごく小さいものであった。

【0089】

得られたフィルターの濾過精度と透過流量を測定したところ、このフィルターは直径8

50

8 nmの粒子の90%を阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も $0.0401 / \text{hr} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{Pa}$ と多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【0090】

実施例9

熔融粘度 $296 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (235、剪断速度 121.6 sec^{-1})、融点220のナイロン6 (N6) (40重量%)と熔融粘度 $75 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (235、剪断速度 121.6 sec^{-1})、融点170のポリL乳酸 (PLA) (60重量%)を230に設定した2軸混練押出機で混練してアロイ樹脂を得た。なお、このPLAの225、 1216 sec^{-1} での熔融粘度は $52 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ であった。

【0091】

このポリマーアロイチップを1軸押出機を備えた熔融紡糸装置に投入し、熔融温度275、紡糸温度280 (口金面温度262)、単孔吐出量 $0.8 \text{ g} / \text{分}$ 、紡糸速度 $1350 \text{ m} / \text{分}$ の条件で熔融紡糸を行った。ここで、口金には吐出孔径 0.3 mm のものを用意した。得られた未延伸糸を延伸温度90、延伸倍率2.05倍、熱セット温度130の条件で延伸熱処理した。作成したポリマーアロイ繊維は 105 d tex 、36フィラメント、強度 $3.4 \text{ cN} / \text{d tex}$ 、伸度36%、 $U\% = 2.3$ であった。このポリマーアロイ繊維を4万 d tex に引きそろえ、枷に巻きつけた後、90の3重量%水酸化ナトリウム水溶液にて2時間浸漬することでポリマーアロイ繊維中のPLA成分の99%以上を加水分解除去した。さらに酢酸で中和後、水洗、乾燥することで超極細繊維束を作製した。この超極細繊維束の力学特性は、強度 $3.3 \text{ cN} / \text{d tex}$ 、伸度25%であった。

【0092】

得られた極細繊維束を長さ2 mmにカットし、実施例1と同様に超極細繊維が単分散した水溶液を作製した。得られた水分散体250 g、水20 Lをセミオートマチック角型シートマシン (熊谷理機製) に仕込み、No. 2定性用紙の上に支持層とする単糸繊維 1.3 d tex 、目付 $100 \text{ g} / \text{cm}^2$ の不織布を重ね、不織布上に超極細繊維を抄紙し、そのまま高温用回転型乾燥機 (熊谷理機製) を用いて110で乾燥して、ろ紙から支持層と超極細繊維層をはがして支持層を有する超極細繊維不織布を作成した。この時、濾過層である超極細繊維不織布層の厚みは $1 \mu\text{m}$ であった。

【0093】

この濾過層表面をSEMにより解析した結果、繊維の平均は 94 nm ($9 \times 10^{-5} \text{ d tex}$)と従来にない細さであり、また直径が $1 \sim 150 \text{ nm}$ の繊維の比率は94%であった。また、直径 $90 \sim 119 \text{ nm}$ の間の繊維の重量比率は37%であり、繊維直径のばらつきは小さいものであった。

【0094】

得られたフィルターの濾過精度と透過流量を測定したところ、このフィルターは直径8 nmの粒子の60%を阻止する、濾過精度に優れたフィルターとなった。また、透水量も $0.0531 / \text{hr} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{Pa}$ と多く濾過効率に優れたフィルターであった。

【図面の簡単な説明】

【0095】

【図1】本発明のフィルター濾過層の表面SEM写真

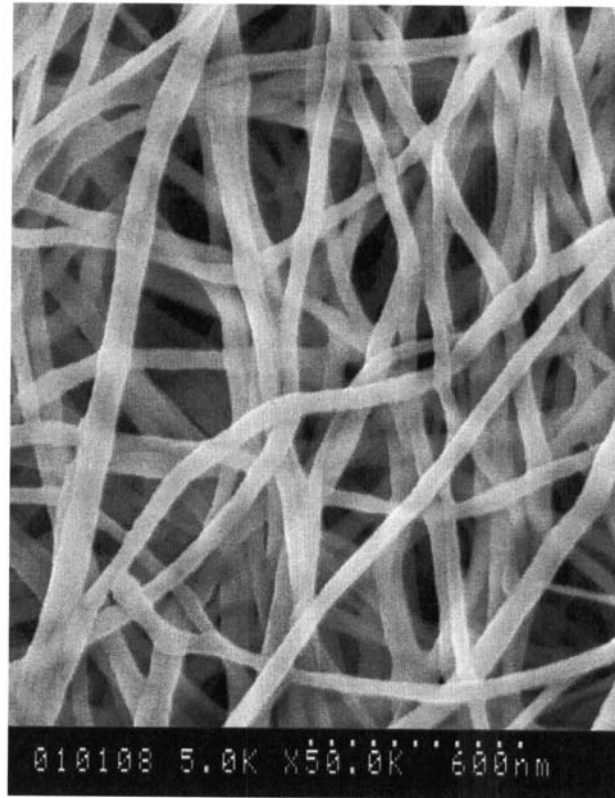
10

20

30

40

【図 1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

B 0 1 D	71/56	(2006.01)	B 0 1 D	71/48
B 0 1 D	71/72	(2006.01)	B 0 1 D	71/56
D 2 1 H	13/14	(2006.01)	B 0 1 D	71/72
D 2 1 H	13/24	(2006.01)	D 2 1 H	13/14
D 2 1 H	13/26	(2006.01)	D 2 1 H	13/24
D 2 1 H	27/08	(2006.01)	D 2 1 H	13/26
			D 2 1 H	27/08

(56)参考文献 特許第 4 1 0 0 3 2 7 (J P , B 2)

特開 2 0 0 4 - 2 4 4 7 5 8 (J P , A)

特許第 4 2 2 9 1 1 5 (J P , B 2)

特開 2 0 0 2 - 3 0 1 3 4 3 (J P , A)

特開 2 0 0 1 - 0 9 6 1 1 0 (J P , A)

特開平 1 0 - 3 1 4 5 2 0 (J P , A)

特開 2 0 0 1 - 1 5 1 8 3 4 (J P , A)

国際公開第 0 2 / 0 2 0 1 3 0 (W O , A 1)

国際公開第 9 7 / 0 2 3 2 6 6 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B 0 1 D 3 9 , 6 1 ~ 7 1

C 0 2 F 1 / 4 4

D 0 4 H

D 2 1 H