

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5514730号
(P5514730)

(45) 発行日 平成26年6月4日 (2014.6.4)

(24) 登録日 平成26年4月4日 (2014.4.4)

(51) Int. Cl.

F I

D O 4 H 1/4326 (2012.01)

D O 4 H 1/4326

C O 8 G 77/04 (2006.01)

C O 8 G 77/04

D O 1 D 5/04 (2006.01)

D O 1 D 5/04

D O 1 F 6/76 (2006.01)

D O 1 F 6/76

Z

D O 4 H 1/728 (2012.01)

D O 4 H 1/728

請求項の数 10 (全 27 頁)

(21) 出願番号 特願2010-534963 (P2010-534963)
 (86) (22) 出願日 平成20年11月20日 (2008.11.20)
 (65) 公表番号 特表2011-503387 (P2011-503387A)
 (43) 公表日 平成23年1月27日 (2011.1.27)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2008/012962
 (87) 国際公開番号 W02009/067232
 (87) 国際公開日 平成21年5月28日 (2009.5.28)
 審査請求日 平成23年11月21日 (2011.11.21)
 (31) 優先権主張番号 61/003,793
 (32) 優先日 平成19年11月20日 (2007.11.20)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 596012272
 ダウ・コーニング・コーポレーション
 アメリカ合衆国48686ミシガン州ミド
 ランド、ウェスト・サルツバーグ・ロード
 2200
 (74) 代理人 100108453
 弁理士 村山 靖彦
 (74) 代理人 100064908
 弁理士 志賀 正武
 (74) 代理人 100089037
 弁理士 渡邊 隆
 (74) 代理人 100110364
 弁理士 実広 信哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 繊維を含む物品およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

0.01 μm から 100 μm の平均直径を有する繊維を含む物品であって、前記繊維が、
 - (i) 式：

$$(R_3 SiO_{1/2})_w (R_2 SiO_{2/2})_x (R SiO_{3/2})_y (SiO_{4/2})_z \quad (I)$$

(式中、各 R は、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、w は 0 から 0.95 であり、x は 0 から 0.95 であり、y は 0 から 1 であり、z は 0 から 0.9 であり、w + x + y + z = 1 であり、および y + z が 0.1 から 1 である) を有するオルガノポリシロキサンと、(ii) 式 (I) (式中、各 R は、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、w および x はそれぞれ独立に 0 よりも大きく、w + x + y + z = 1 であり、y + z は 0.1 未満である) を有するオルガノポリシロキサンのブレンド、

- (ii) 式 (I) (式中、各 R は、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、w および x はそれぞれ独立に 0 よりも大きく、w + x + y + z = 1 であり、y + z は 0.1 未満である) を有するオルガノポリシロキサン、

- (iii) オルガノポリシロキサン (i) および (ii) の硬化生成物、

- (iv) オルガノポリシロキサン (ii) の硬化生成物、ならびに

- (i)、(ii)、及び (iii) の組合せ

から選択されるオルガノポリシロキサン成分を含む (ただし、前記繊維が、有機ポリマー

10

20

、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン-有機コポリマーを含まず、前記オルガノポリシロキサン成分のガラス転移温度（ T_g ）が、50 から300 であることを条件とする）、物品。

【請求項2】

オルガノポリシロキサン（ $i i$ ）が、少なくとも50,000 g / モルの数平均分子量（ M_n ）を有する、請求項1に記載の物品。

【請求項3】

前記繊維が、（ $i i i$ ）オルガノポリシロキサン（ i ）および（ $i i$ ）の硬化生成物、または（ $i v$ ）オルガノポリシロキサン（ $i i$ ）の硬化生成物を含み、前記硬化生成物（ $i i i$ ）または前記硬化生成物（ $i v$ ）中の少なくとも1個のRが架橋反応によって生成した部分を表す、請求項1または2に記載の物品。

10

【請求項4】

前記オルガノポリシロキサン成分が、前記繊維中に、前記物品中の前記繊維の全質量に基づいて少なくとも1質量%の量で存在する、請求項1～3のいずれか一項に記載の物品。

【請求項5】

前記繊維が、導電性改良剤成分をさらに含む、請求項1～4のいずれか一項記載の物品。

【請求項6】

前記物品が、前記オルガノポリシロキサン成分を含む組成物のエレクトロスピニングによって形成される不織マットとしてさらに定義される、請求項1～5のいずれか一項に記載の物品。

20

【請求項7】

繊維を含む物品を形成させる方法であって、組成物のエレクトロスピニングにより繊維を形成させる工程を含み、前記組成物が、

- （ i ）式：

$$(R_3SiO_{1/2})_w(R_2SiO_{2/2})_x(RSiO_{3/2})_y(SiO_{4/2})_z \quad (I)$$

（式中、各Rは、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、 w は0から0.95であり、 x は0から0.95であり、 y は0から1であり、 z は0から0.9であり、 $w + x + y + z = 1$ であり、かつ、 $y + z$ は0.1から1である）

を有するオルガノポリシロキサンと、（ $i i$ ）式（ I ）（式中、各Rは、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、 w および x はそれぞれ独立に0よりも大きく、 $w + x + y + z = 1$ であり、 $y + z$ は0.1未満である）を有するオルガノポリシロキサンとのブレンド、

30

- （ $i i$ ）式（ I ）（式中、各Rは、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、 w および x はそれぞれ独立に0よりも大きく、 $w + x + y + z = 1$ であり、かつ、 $y + z$ は0.1未満である）を有するオルガノポリシロキサン

の群から選択されるオルガノポリシロキサン成分を含む（ただし、前記組成物が、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーを含まず、前記オルガノポリシロキサン成分のガラス転移温度（ T_g ）が、50 から300 であることを条件とする）、方法。

40

【請求項8】

少なくとも1個のRが架橋可能な官能基を表す、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

前記組成物がキャリア溶媒をさらに含む、請求項7または8に記載の方法。

【請求項10】

1種または複数種の前記オルガノポリシロキサンが、前記組成物中に、組成物の全質量に基づいて5質量%から95質量%の量で存在する、請求項9に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は繊維を含む物品および繊維を含む物品の形成方法に関する。より詳細には、本発明は、ポリマーを含む繊維を含む物品に関する。

【背景技術】

【0002】

不織繊維マットは、その不織繊維マットの形成方法とともに当技術分野で知られている。特に、本出願が主に関係している不織繊維マットは、高分子ナノ繊維またはマイクロ繊維、すなわちナノメートルまたはミクロンのオーダーの平均直径を有し、ポリマーから形成される繊維を含む。このような不織繊維マットは、多種多様な潜在的な用途、その中でも例えば、濾過、医療、繊維製品、および触媒用途に起因して、産業界、学界、政府プログラムにおける活発な研究開発のテーマである。

10

【0003】

エレクトロスピニングは、不織繊維マット形成に用いられてきた方法の一つである。エレクトロスピニングは、溶液をシリンジに投入する工程、この溶液をシリンジポンプによりシリンジの先端に押しやる工程、および先端で液滴を形成させる工程を含む。電圧をシリンジに印加して、溶液の帯電ジェットを形成させる。このジェットは、接地コレクターに堆積されるまで、静電反発力により連続的に長く伸ばされ、吹き付けられ、これによって不織繊維マットが形成される。

【0004】

高分子のナノ繊維またはマイクロ繊維を含む公知の不織繊維マットは、種々の有機および無機高分子物質から形成されてきた。これらの物質には、ケイ素、二酸化ケイ素、炭化ケイ素、窒化ケイ素、カーボン（例えば、カーボンナノチューブ）、酸化アルミニウム、窒化アルミニウム、酸化ホウ素、窒化ホウ素、二酸化チタン、酸化亜鉛、および他の酸化金属および窒化金属、ナイロン（登録商標）6およびその誘導体、ポリアルケン、ポリスチレン、ポリスルホン、ならびにポリウレタンが挙げられる。繊維は、ポリエチレンおよび合成親水性高分子（例えば、ポリエチレンオキシドなど）に加えて、親水性生体高分子（例えば、タンパク質、多糖類、コラーゲン、フィブリノーゲン、シルク、およびヒアルロン酸など）から形成されてきた。

20

【0005】

これらの不織繊維マットのぬれ挙動は、種々の商業的用途において重要であり、不織繊維マットの表面のエネルギーまたは化学と、ナノスケールでの表面粗度との両方に依存する。特に、不織繊維マットでの優れた疎水性を達成して、その疎水性により、不織繊維マットを防水および自浄式用途に適するようにすることが一般に望まれている。ある種のコポリマーから形成された高分子繊維を含む不織繊維マットは、優れた疎水性を示したが、そのようなコポリマーは有機高分子を含み、このことにより、多くの用途において不十分である耐火性を示す。このように、繊維製品などの多くの用途で、このような不織繊維マットの耐火性を増加させることが一般に要望されている。

30

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献1】Rosati, D.; Perrin, P.; Navard, P.; Harabagiu, V.; Pinteala, M.; Simionescu, B. C. *Macromolecules*, 1998, 31, 4301

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

上述の点を考慮すると、これまでまだ達成されることがない程度に物品の耐火性を増加させながら、物理特性の中でも、優れた疎水性を達成するという要望に基づいた繊維を含む物品が形成される可能性が残されている。このような物品の形成方法を開発する余地も残されている。

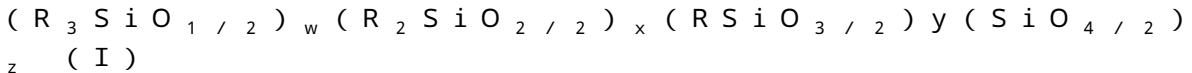
【課題を解決するための手段】

50

【 0 0 0 8 】

本発明は、繊維を含む物品およびその物品の形成方法を提供する。この繊維は：

(i) 式：



(式中、R は、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、w は 0 から約 0.95 であり、x は 0 から約 0.95 であり、y は 0 から 1 であり、z は 0 から約 0.9 であり、および $w + x + y + z = 1$ である)

を有するオルガノポリシロキサン、

(i i) 式 (I) を有する前記オルガノポリシロキサンの硬化生成物、ならびに

(i) および (i i) の組合せ

の群から選択される (ただし、この繊維が、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーを含まないことを条件とする)。この物品の形成方法は、組成物から繊維を形成させる工程を含む。繊維を形成させるために用いる組成物は、オルガノポリシロキサン (I) を含む (ただし、この組成物が、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーを含まないことを条件とする)。

【 0 0 0 9 】

オルガノポリシロキサン (I)、(I) の硬化生成物、またはこれらの組合せを含む繊維を含む物品は、優れた疎水性と、まだ達成されることがない程度に最大化された耐火性を示し、これによって、物品を、用途の中でもとりわけ防水性繊維製品に理想的なものとする。

本発明のその他の利点は、添付の図面と関連させて考察しながら以下の詳細な記述を参照することによってより深く理解され、その真価が容易に認められるであろう。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 0 】

【 図 1 】 図 1 は、エレクトロスピンニング方法の概略図である。

【 図 2 】 図 2 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン / ジメチルホルムアミドの 9 : 1 混合物 (質量基準) と、2) 一般式： $R Si O_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、メチル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、37 質量 % の固形分を有する組成物から形成される。

【 図 3 】 図 3 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン / ジメチルホルムアミドの 9 : 1 混合物 (質量基準) と、2) 一般式： $R Si O_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、メチル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、45 質量 % の固形分を有する組成物から形成される。

【 図 4 】 図 4 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン / ジメチルホルムアミドの 9 : 1 混合物 (質量基準) と、2) 一般式： $R Si O_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、メチル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、52 質量 % の固形分を有する組成物から形成される。

【 図 5 】 図 5 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン / ジメチルホルムアミドの 9 : 1 混合物 (質量基準) と、2) 一般式： $R Si O_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、メチル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、64 質量 % の固形分を有する組成物から形成される。

【 図 6 】 図 6 は、1) トリクロロメタン / ジメチルホルムアミドの 9 : 1 混合物 (質量基準) と、2) 一般式： $R Si O_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、メチル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物の、粘度と質量 % 固形分との相関を示すグラフである。

【図 7】図 7 は、繊維を含む物品の 2000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン/ジメチルホルムアミドの 9:1 混合物(質量基準)と、2) 一般式: $RSiO_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、プロピル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、70 質量%の固形分を有する組成物から形成される。

【図 8】図 8 は、1) トリクロロメタン/ジメチルホルムアミドの 9:1 混合物(質量基準)と、2) 一般式: $RSiO_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、プロピル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物(固形分 70 質量%である) から形成される、繊維の横断面の 20,000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。

10

【図 9】図 9 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン/ジメチルホルムアミドの 9:1 混合物(質量基準)と、2) 一般式: $RSiO_{3/2}$ (式中、R は、フェニル基、プロピル基、およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有するオルガノポリシロキサンとを含む組成物であって、60 質量%固形分を有する組成物から形成される。

【図 10】図 10 は、繊維を含む物品の 1000X に拡大した走査型電子顕微鏡画像である。この繊維は、1) トリクロロメタン/ジメチルホルムアミドの 9:1 混合物(質量基準)と、2) トリメチル末端封鎖 MQ 樹脂であるオルガノポリシロキサンおよび直鎖状オルガノポリシロキサンである追加のオルガノポリシロキサンの 4:1 ブレンド(質量比)とを含む組成物であって、50 質量%の固形分を有する組成物から形成される。

20

【発明を実施するための形態】

【0011】

本発明の詳細な説明

本発明は、繊維 14 を含む物品 10 および物品 10 の形成方法を提供する。物品 10 は繊維 14 だけを含むこともでき、あるいは繊維 14 と他の要素とを含むこともできる。例えば、繊維 14 は、織物でも不織でもよく、物品 10 自体が織物となっても不織マットとなってもよい。一つの実施態様では、図 2 ~ 5、7、9、および 10 で示すように、繊維 14 および物品 10 は不織であり、物品 10 は、不織マットとしてさらに定義される。別の実施態様では(図示せず)、繊維 14 および物品 10 は不織であり、物品 10 は織布ウェブとしてさらに定義される。あるいは物品 10 は膜(図示せず)であってもよい。繊維 14 は、均一であっても不均一であってもよく、任意表面粗度を有していてもよい。一つの実施態様では、物品 10 は基材上のコーティング(図示せず)である。あるいは、物品 10 は、基材上に堆積された繊維マット(図示せず)を含んでもよい。物品 10 は、布地、通気性布地、フィルター、またはこれらの組合せであってもよいこともまた意図している。さらに、物品 10 は、種々の産業、例えば触媒、フィルター、太陽電池、電気部品、および抗菌剤用途に用いることができる。物品 10 のその他の潜在的用途として、油と水の分離用または生体医用デバイス用(例えば血管代替デバイス用など)の超疎水性多孔質膜としての使用、および非粘着性通気性を与える熱傷包帯における使用が挙げられる。

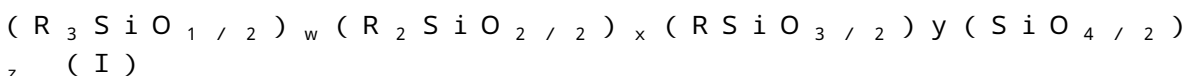
30

【0012】

繊維 14 はオルガノポリシロキサン成分を含む。このオルガノポリシロキサン成分は、

40

(i) 式:



(式中、R は、無機基、有機基、およびこれらの組合せの群から選択され、w は 0 から約 0.95 であり、x は 0 から約 0.95 であり、y は 0 から 1 であり、z は 0 から約 0.9 であり、および $w + x + y + z = 1$ である) を有するオルガノポリシロキサン、

(ii) 式(i)の硬化生成物、ならびに

(i) および(ii)の組合せ

から選択される。

式(I)中、下付き文字 w、x、y、および z はモル分率である。下付き文字 w は、あ

50

るいは0から約0.8、あるいは0から約0.2の値を有し；下付き文字xは、あるいは0から約0.8、あるいは0から約0.5の値を有し；下付き文字yは、あるいは0.3から1、あるいは約0.5から1の値を有し；下付き文字zは、あるいは0から約0.5、あるいは0から約0.1の値を有する。当技術分野では知られているとおり、M単位は一般式： $R_3SiO_{1/2}$ で表され、D単位は一般式： $R_2SiO_{2/2}$ で表され、T単位は一般式： $R_1SiO_{3/2}$ で表され、およびQ単位は一般式： $SiO_{4/2}$ で表される。このように、上記一般式：(I)は、M、D、T、および/またはQ単位を含んでいてよく、このような単位の任意の組合せを含んでいてよいオルガノポリシロキサンを表す。

【0013】

一つの実施態様では、上記式(I)で $y+z$ は約0.1から1である。この実施態様では、したがって、Qおよび/またはT単位が存在し、これによってこのオルガノポリシロキサンが樹脂状成分（すなわち、M単位で末端封鎖された骨格を有し、主にD単位を含む純直鎖状オルガノポリシロキサンとは対照的な、分岐状オルガノポリシロキサン）となることが明らかである。特に、Qおよび/またはT単位は、ほとんどの場合、この実施態様のオルガノポリシロキサンだけから形成され且つ繊維14がその構造を長時間保持できる十分な物理特性を有する繊維14を提供するために十分な量で存在する。繊維14はこの実施態様のオルガノポリシロキサンだけから形成することができるが、以下に詳述するとおり、追加のオルガノポリシロキサンを含む追加成分から形成させることができることは十分に理解されるであろう。一つの具体的実施態様では、オルガノポリシロキサンは、上記式(I)で $y=1$ の場合であるT単位のみを含んでいる。別の具体的実施態様では、オルガノポリシロキサンは、wおよびzの両方が0より大きい場合であるMおよびQ単位のみを含む。当然ながら、オルガノポリシロキサンはM、D、T、およびQ単位の任意の組合せを含むことができる。

【0014】

他の実施態様では、 $y+z$ が約0.1未満であり、wおよびxは、それぞれ独立に、0よりも大きい。この実施態様では、オルガノポリシロキサンは、Tおよび/またはQ単位をいずれも全く含まない（この場合、オルガノポリシロキサンは直鎖状MDポリマーである）か、あるいはこのような単位を非常に少ない量で含む。この実施態様では、オルガノポリシロキサンは、少なくとも約50,000g/mol、より典型的には少なくとも100,000g/mol、最も典型的には少なくとも300,000g/molの数平均分子量(Mn)を有して、この実施態様のオルガノポリシロキサンから形成される繊維14がその構造を長時間保持できるような十分な物理特性を有するこの実施態様のオルガノポリシロキサンを提供する。この実施態様において、wおよびxの値に関しては、wは0.003以下であり、より典型的には0.002以下であり、最も典型的には0.001以下であり、xは、典型的には少なくとも0.997、より典型的には少なくとも0.998、最も典型的には少なくとも0.999である。再び、繊維14はこの実施態様のオルガノポリシロキサンだけから形成させることができるが、以下に詳述する追加のオルガノポリシロキサンを含む追加の成分から形成することは十分に理解されるであろう。

【0015】

上記一般式：(I)で、Rは、酸素含有基、酸素を含まない有機基、およびこれらの組合せの群から選択されることができる。例えば、Rは、直鎖状または分岐状の C_1 から C_{10} のヒドロカルビル基の群から選択される置換基を含んでいてよい。あるいは、Rは、直鎖状または分岐状の C_1 から C_{10} の置換されたヒドロカルビル基の群から選択される置換基を含んでいてもよい。Rによって表される置換された基は、1個以上の同じであるかまたは異なる置換基を含有することができる（ただし、繊維の形成を妨げない基であることを条件とする）。置換基の例として、以下に限定されないが、F、Cl、Br、I、OH、 OR^2 、 $OCH_2CH_2OR^3$ 、 CO_2R^3 、 $OC(=O)R^2$ 、 $C(=O)NR^3$ （式中、 R^2 は、 C_1 から C_8 のヒドロカルビルであり、 R^3

10

20

30

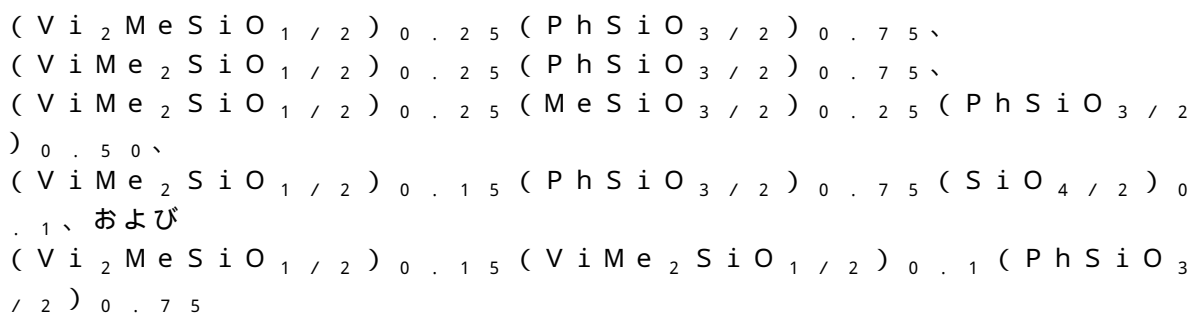
40

50

は、 R^2 または H である) が挙げられる。あるいは、 R は、芳香族基の群から選択される置換基を含んでいてもよい。当然ながら、 R は、 R として適すると説明した上記置換基の任意の組合せを含んでいてもよいことは理解されよう。例えば、 R としては、以下に限定されないが、1 から 5 個の炭素原子 ($C_1 \sim C_5$) の鎖を有する直鎖状および分岐状ヒドロカルビル基 (例えば、メチル、エチル、プロピル、ブチル、イソプロピル、ペンチル、イソブチル、sec ブチル基など)、炭素およびフッ素原子を有する直鎖状または分岐状の C_1 から C_5 のヒドロカルビル基、芳香族基 (フェニル、ナフチルおよび縮合環システムを含む基)、 C_1 から C_5 のエーテル、 C_1 から C_5 の有機ハロゲン、 C_1 から C_5 の有機アミン、 C_1 から C_5 の有機アルコール、 C_1 から C_5 の有機ケトン、 C_1 から C_5 の有機アルデヒド、 C_1 から C_5 の有機カルボン酸、および C_1 から C_5 の有機エステルが挙げられ得る。より典型的には、 R としては、以下に限定されないが、1 から 3 個の炭素原子 ($C_1 \sim C_3$) の鎖を有する直鎖状および分岐状ヒドロカルビル基 (例えば、メチル、エチル、プロピル、およびイソプロピル)、炭素およびフッ素原子を有する直鎖状または分岐状の C_1 から C_3 のヒドロカルビル基、フェニル、 C_1 から C_3 の有機ハロゲン、 C_1 から C_3 の有機アミン、 C_1 から C_3 の有機アルコール、 C_1 から C_3 の有機ケトン、 C_1 から C_3 の有機アルデヒド、および C_1 から C_3 の有機エステルが挙げられる。一つの具体的実施態様では、 R は、独立に、芳香族基および C_1 から C_3 のヒドロカルビル基の群から選択される、ただし、芳香族基および C_1 から C_3 のヒドロカルビル基の両方がオルガノポリシロキサン成分に存在することを条件とする。加えて、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの少なくとも 1 個の R が触媒の存在下で反応して、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの硬化生成物を形成することができる架橋性官能基であってよい。このような架橋性官能基の例として、以下に限定されないが、ケイ素結合水素、アルケニル、アルキニル、 OH 、加水分解性基、アルケニルエーテル、アクリロイルオキシアルキル、置換アクリロイルオキシアルキル、およびエポキシ置換有機基が挙げられる。架橋性基が硬化生成物を形成することができるが、繊維 14 中に架橋性基が未反応で残存し、後でさらなる反応に使用可能であってもよいことは十分に理解されるであろう。あるいは、繊維 14 が上記式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの硬化生成物を含む場合、硬化生成物中の少なくとも 1 個の R は、架橋反応によって生成した基を表し、この場合において R は、架橋基に加えて別のオルガノポリシロキサン鎖を表すことができる。

【0016】

本発明の目的に好適な式 (I) で表されるオルガノポリシロキサンの一つの例は、一般式： $RSiO_{3/2}$ (式中、 R はフェニル基、メチル基およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有する。本発明の目的に好適な式 (I) で表されるオルガノポリシロキサンの別の例は、一般式： $RSiO_{3/2}$ (式中、 R はフェニル基、プロピル基およびこれらの組合せの群から選択される) で表される単位を有する。本発明の目的に好適な式 (I) で表されるオルガノポリシロキサンの別の例は、トリメチル末端封鎖 MQ 樹脂である。式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの具体例として、以下に限定されないが、以下の式を有するものが挙げられる：



(式中、 Me はメチルであり、 Vi はビニルであり、 Ph はフェニルであり、括弧の外的下付き数字はモル分率を示す。また先の式において、単位の順序は特定されていない。本発明の目的に好適な式 (I) で表されるオルガノポリシロキサンの硬化生成物の例は、ト

リメチル末端封鎖MQ樹脂とSi—H官能性直鎖状オルガノポリシロキサンとの硬化生成物である。ここで記述するオルガノポリシロキサン成分の製造方法は当技術分野で公知である。

【0017】

オルガノポリシロキサン成分に関する化学式パラメーターに加えて、オルガノポリシロキサン成分は、典型的には、繊維14が形成される温度の60℃以内の温度では固体または半固体状態である。より典型的には、オルガノポリシロキサン成分は、周辺温度の60℃以内で固体または半固体状態である。最も典型的には、オルガノポリシロキサン成分は繊維14が形成される温度付近では固体または半固体状態である。さらに、オルガノポリシロキサン成分は、典型的には少なくとも25℃、より典型的には約30℃から約50℃、最も典型的には約50℃から約300℃のガラス転移温度 T_g を有する。オルガノポリシロキサン成分の所望の物理状態を得るためには、オルガノポリシロキサン成分は、典型的には、少なくとも約300g/mol、より典型的に約1,000から約2,000,000g/mol、最も典型的には約2,000g/molから約2,000,000g/molの数平均分子量(M_n)を有する。当然ながら、 $y+z$ が約0.1未満である実施態様では、オルガノポリシロキサン成分には、上述したとおり、所望の物理状態を得るために、高い M_n 値が求められることが十分に理解されよう。

【0018】

繊維14は、式(I)を有するオルガノポリシロキサンのブレンドを含むことができる。一つの実施態様では、オルガノポリシロキサンのブレンドは、上述した式(I)を有するオルガノポリシロキサンを含む。別の実施態様では、ブレンドは、式： $(R^1)_3SiO_{1/2})_w \cdot (R^1)_2SiO_{2/2})_x \cdot (II)$ （式中、 R^1 は、無機基、有機基、およびこれらの組合せから選択され、 w' および x' は独立に0より大きく、かつ、 $w' + x' = 1$ である）をさらに満たすオルガノポリシロキサンを含むことができる。実際には、式(II)を有するこの実施態様のオルガノポリシロキサンは、上述した直鎖状MDポリマーと同じでよい直鎖状オルガノポリシロキサンであってよい。しかし、式(II)で、 w' は典型的に約0.003から約0.5、より典型的に約0.003から約0.05であり、 x' は典型的に約0.5から約0.999、より典型的に約0.95から約0.999であり、この場合この直鎖状オルガノポリシロキサンは「追加の」オルガノポリシロキサンとみなされ、上述の直鎖状MDポリマー（他のオルガノポリシロキサンを含むことなく繊維14に単独で含まれていてよいMDポリマー）とは異なる。あるいは、式(II)で表される追加の直鎖状オルガノポリシロキサンは、約350g/molから約50,000g/mol、より典型的に約5,000から約50,000g/molの分子量を有することによって特徴づけられ得る。 R^1 は、上記式(I)を有するオルガノポリシロキサンのRと同じであっても異なってもよい。上記式(I)で表されるオルガノポリシロキサンが直鎖状MDポリマーである場合であっても、式(II)を有する追加のオルガノポリシロキサンが、このオルガノポリシロキサンが分子量 M_n または w' および x' の値により区別可能な状態で、なお存在してよいことを理解されたい。

【0019】

一つの実施態様で、繊維14は、樹脂状成分である式(I)を有するオルガノポリシロキサンと、式(II)を有する直鎖状オルガノポリシロキサンとを含む。一つの具体的例は、トリメチル末端封鎖MQ樹脂および直鎖状オルガノポリシロキサンの4:1（質量比）ブレンドであり、ここでMQ樹脂および直鎖状オルガノポリシロキサンは未架橋のままである。式(I)を有する樹脂状成分と式(II)を有する直鎖状オルガノポリシロキサンとのブレンドは、特に、優れた機械特性（高降伏応力・引裂きを含む）を有するが、同時に有意に低い弾性率を有する物品10をもたらす、これにより脆弱性が最小化され且つ弾性が最大化された物品10（特に繊維14を含む不織マット）をもたらす。当然ながら、繊維14は、MおよびD単位のみ、MおよびT単位のみ、M、DおよびT単位のみ、MおよびQ単位のみ、M、D、およびQ単位のみ、あるいはM、D、T、およびQ単位のみを含む別々のオルガノポリシロキサンの任意の組合せを含んでいてもよいことが理解され

10

20

30

40

50

よう。

【 0 0 2 0 】

すべてのオルガノポリシロキサン（オルガノポリシロキサン成分および任意の追加のオルガノポリシロキサンを含む）は、典型的には、物品 1 0 中の繊維 1 4 の全質量に基づいて少なくとも 9 5 質量％、より典型的には約 9 7 から約 1 0 0 ％の量で、繊維 1 4 中に存在する。一つの実施態様では、繊維 1 4 は、本質的にオルガノポリシロキサンからなる。典型的には、オルガノポリシロキサン成分（すなわち、式（I）を有するオルガノポリシロキサンおよび／またはそれらの硬化生成物）は、繊維 1 4 中に、物品 1 0 中の繊維 1 4 の全質量に基づいて少なくとも 1 質量％の量で存在する。

【 0 0 2 1 】

本発明は、繊維 1 4 が、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン有機コポリマーを含まないというただし書に従っている。本明細書で用いる有機ポリマーとは、炭素 炭素結合のみからなる骨格を有するポリマーである。本明細書において用いる用語、ポリマーの「骨格」とは、重合の結果として生成する鎖およびこの鎖に含まれる原子を指す。したがって、有機ホモポリマー、ならびに全有機コポリマーは、本発明の繊維 1 4 から特に除外される。加えて、オルガノシロキサン 有機コポリマー、すなわちポリマーの骨格に炭素原子およびシロキサン結合両方を有するものは、本発明の繊維 1 4 から除外される。しかし、繊維 1 4 は、含まれるポリマー間の架橋で形成された炭素炭素結合（例えば、R が架橋反応によって生成した基を表し、少なくとも 1 個の追加のオルガノポリシロキサン鎖が組み込まれる場合の、オルガノポリシロキサンポリマー鎖間の炭素炭素結合）を、繊維 1 4 中に含まれるポリマーの骨格に炭素炭素結合が存在しない限り、含むことができることは理解されたい。ポリマー間の架橋部分の炭素炭素結合の存在は容認される。なぜなら、架橋部分のそのような結合の存在は、繊維 1 4 中の有機物含量が低いこと、より具体的には C - H 含量が低いことに起因して、繊維 1 4 の耐火性に無視できる影響しか与えないからである。

【 0 0 2 2 】

オルガノポリシロキサン成分および追加のオルガノポリシロキサンに加えて、繊維 1 4 は、添加剤成分、ならびに／または、上述により説明したオルガノポリシロキサン成分および追加のオルガノポリシロキサン以外の高分子成分をさらに含んでもよい（ただし繊維 1 4 は有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーを含まないことを条件とする）。添加剤成分が繊維 1 4 中に存在する場合、添加剤成分は、物品 1 0 中の繊維 1 4 の全質量に基づいて、約 0 . 0 0 1 から約 5 . 0 質量％の量で存在することができる。

【 0 0 2 3 】

繊維 1 4 に含ませることができる具体的な添加剤成分に関して、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーが存在しないという上記条件が満たされることを条件として制限は全くないが、繊維 1 4 に含ませることができる添加剤成分の一つの例は、導電性改良剤成分である。この導電性改良剤成分は、優れた繊維の形成に貢献し得、特に繊維 1 4 がエレクトロスピンニング工程（以下にさらに詳述する）によって形成される場合には、繊維 1 4 の直径を最小限にすることをさらに可能にする。典型的に、導電性改良剤成分はイオン性化合物を含む。これらの導電性改良剤成分は、一般に、アミン、有機塩、および無機塩、ならびにこれらの組合せの群から選択される。典型的な導電性改良剤として、アミン、第四級アンモニウム塩、第四級ホスホニウム塩、第三級スルホニウム塩、および無機塩と有機クリプタンドとの混合物が挙げられる。より典型的な導電性改良剤として、第四級アンモニウムをベースとした有機塩、以下に限定されないが、塩化テトラブチルアンモニウム、臭化テトラブチルアンモニウム、ヨウ化テトラブチルアンモニウム、塩化フェニルトリメチルアンモニウム、塩化フェニルトリエチルアンモニウム、臭化フェニルトリメチルアンモニウム、ヨウ化フェニルトリメチルアンモニウム、塩化ドデシルトリメチルアンモニウム、臭化ドデシルトリメチルアンモニウム、ヨウ化ドデシルトリメチルアンモニウム、塩化テトラデシルトリメチルアンモニウム、臭化テト

10

20

30

40

50

ラデシルトリメチルアンモニウム、ヨウ化テトラデシルトリメチルアンモニウム、塩化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム、臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム、およびヨウ化ヘキサデシルトリメチルアンモニウムが挙げられる。添加剤成分は、繊維 14 に存在する場合、物品 10 中の繊維 14 の全質量に基づいて約 0.0001 から約 25%、典型的には約 0.001 から約 10%、より典型的には約 0.01 から約 1% の量で存在することができる。

【0024】

本発明による繊維 14 は、任意の大きさおよび形状であってもよい。本発明の繊維 14 の走査型電子顕微鏡画像を、図 2 ~ 5 および 7 ~ 10 に示す。典型的には、繊維 14 は、約 0.01 ミクロン (μm) から約 100 μm 、より典型的には約 0.1 μm から約 10 μm 、最も典型的には約 0.2 μm から約 5 μm の平均直径を有する。このような繊維 14 は、ミクロンスケールの直径を有する繊維 14 (すなわち、少なくとも 1 ミクロンの直径を有する繊維) と、ナノメートルスケール直径を有する繊維 14 (すなわち、1 μm 未満の直径を有する繊維) との両方を包含する「細繊維 (fine fiber)」としばしば呼ばれる。繊維 14 は、一般に、リボン状、長円形、または円形の断面プロファイルを有する。例えば、図 8 は概ね円形の外形を有する繊維 14 を示す。図 2 ~ 4 では、繊維 14 のいくつかの「ビーズ」が図 3 中の 16 で観察することができ、これらは多くの用途で許容可能である。ビーズ 16 の存在、繊維 14 の断面形状 (円形からリボン状までさまざまである)、および繊維直径は、繊維 14 が形成される以下に詳述する方法の条件の関数である。典型的には、繊維 14 は、ビーズ 16 を実質的に含まない。これによって、以下にさらに詳述するように、それから形成された物品 10 の疎水性の最大化がもたらされる。

【0025】

繊維 14 は、図 4、7、および 9 中の 18 で示すとおり、繊維の重なり合ったところで一体に融合してもよいし、あるいは、物理的に別々であって、物品 10 中で繊維 14 が単に互いに重なり合っているだけでもよい。繊維 14 は、連結される場合、0.01 から 1000 μm の細孔径を有する不織マットを形成することが想定される。種々の実施態様では、この細孔径は、約 0.1 から約 1000 μm 、典型的には約 1.0 から約 500 μm 、より典型的には約 2.0 から約 100 μm 、最も典型的には約 2.0 から約 50 μm であってよい。細孔径が均一であっても不均一であってもよいことが理解されるであろう。すなわち、不織マットは、それぞれの領域にまたは領域間にさまざまな細孔径を有するさまざまな領域を含んでいてよい。

【0026】

繊維 14 を含む物品 10 は、繊維 14 の一層以上の厚さを有することができる。したがって、物品 10 は、少なくとも 0.01 μm の厚さを有してよい。より典型的には、物品 10 は、約 1 μm から約 100 μm 、より典型的には約 25 μm から約 100 μm の厚さを有する。

【0027】

繊維 14 を含む物品 10 は、典型的には、優れたレオロジー特性とともに優れた疎水性および優れた耐火性を示す。例えば、物品 10、特に繊維 14 を含む不織マットは、少なくとも約 130 度、典型的には約 130 から約 175 度、より典型的には約 140 から約 160 度の水接触角を示す。少なくとも約 150 度である水接触角を示す繊維 14 を含む部品 10 は、一般に、「超疎水性」と呼ばれる。超疎水性材料は、液体流抵抗低減物品 10 または「自浄式」物品 10 として有用である。種々の実施態様において、物品 10 は 140 から 180 度、および 145 から 160 度の水接触角を示す。不織マット中の定義した狭い直径の繊維 14 は、低表面エネルギー繊維成分材料と協調して表面の疎水性を実質的に増加させる、ナノ またはミクロン スケールの表面粗度の効果を引き起こす。ケイ素原子に対して低い割合の有機基を有するポリオルガノシロキサンは、19 から 25 (ergs/cm^2) の範囲のエネルギーを有する低表面エネルギー材料であると考えられる。本発明に照らして、物品 10 は、繊維 14 中に有機ポリマー、全有機ポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーが存在しないことに起因して、最小化された表面エ

ネルギーを有する。本発明の物品 10 は、15 度以下の水接触角ヒステリシスも示し得る。種々の実施態様で、物品 10 は、0 から 15、5 から 10、8 から 13、および 6 から 12 の水接触角ヒステリシスを示し得る。物品 10 は、水接触角および / または水接触角ヒステリシスの等方性または異方性の性質も示し得る。

【0028】

繊維 14、特に繊維 14 を含む不織マットの耐火性は、アルミ箔基材上に堆積させた不織マットの材料見本で UL - 94 V - 0 垂直燃焼試験法を用いて試験する。このテストでは、不織マットの細長い一片を、炎の上で約 10 秒間保持する。炎をその後 10 秒間取り去り、さらに 10 秒間再び炎を適用する。サンプルは、その間、火災を拡げる熱い滴下物、残炎、および残じん、ならびにサンプルの高方向の燃焼距離について観察される。本発明による繊維 14 を含む不織マットでは、損傷を受けていない繊維 14 が、典型的に、燃焼した繊維の下に観測される。この不織マットの不完全燃焼は、難燃性物質の典型的な挙動であり、優れた耐火性とみなされる自己消火性を実証するものである。多くの場合、この不織マットは、UL 94 V - 0 等級を達成することさえできる。この優れた耐火性は、繊維 14 中のケイ素原子に対する有機基の割合の低さに起因する。ケイ素原子に対する有機基の割合の低さは、繊維 14 中に、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーが存在しないことに起因する。

【0029】

繊維 14 を含む物品 10 は、当技術分野で知られている任意の方法によって形成させることができる。いずれの場合も、本方法は、組成物から繊維 14 を形成する工程を含む。この組成物は、上述した式 (I) を有するオルガノポリシロキサンを、式 (II) を有する追加のオルガノポリシロキサンを含む任意の追加のオルガノポリシロキサンと共に含む成分を、その他の任意の添加剤と共に含むことができる。このオルガノポリシロキサン成分が、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの硬化生成物を含む場合、繊維 14 を形成するために用いる組成物中の式 (I) を有するオルガノポリシロキサンは、架橋性官能基を有することがある。この架橋性官能基は、オルガノポリシロキサン成分中の個々のポリマーを架橋し、またはオルガノポリシロキサン成分中の個々のポリマーと、組成物中に存在するその他のポリマー（例えば式 (II) を有する追加のオルガノポリシロキサンなど）とを架橋する、公知の架橋機構により機能することができる。例えば、架橋は、アミノ官能性シランを、繊維 14 を形成するために用いる組成物に添加することによって達成することができる。あるいは、式 (I) 中の少なくとも 1 個の R が、例えばビニル官能性を含むかまたは水素原子であることができ、架橋は、その反応機構次第で、それぞれビニル官能性または水素原子の反応によって達成される。代替的に、あるいは式 (I) を有するオルガノポリシロキサン中の架橋性官能基に加えて、追加のオルガノポリシロキサンも、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンとの架橋を可能にする架橋性官能基を有していてもよい。オルガノポリシロキサン成分が式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの硬化生成物を含む場合は、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの硬化生成物を、繊維 14 の形成中または形成後に形成させることもできることを理解されたい。

【0030】

一つの実施態様では、繊維 14 を形成するために用いる組成物は、式 (I) を有するオルガノポリシロキサン（または式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの組合せ）と、任意の追加のオルガノポリシロキサンおよび / または添加剤もしくはその他のポリマー成分とだけを含んでいてよい（但し、当然ながら、組成物は、有機ポリマー、全有機コポリマー、およびオルガノシロキサン 有機コポリマーを含まないことを条件とする）。この実施態様では、組成物を溶解させて、組成物を、繊維 14 に形成させることができる液体状態にすることができ、この場合繊維 14 中の組成物は、黒色固体状態に固化して、繊維 14 の構造を維持する。

【0031】

別の実施態様では、繊維 14 を形成するために用いる組成物は、キャリア溶媒を、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンおよび / または追加のオルガノポリシロキサン、お

よび任意の添加剤および／または繊維 1 4 の形成後繊維 1 4 中に留まる組成物の固体部分を形成するポリマー成分と共に、さらに含んでもよい。この実施態様では、組成物は、オルガノポリシロキサンおよび／または追加のオルガノポリシロキサンならびに任意の添加剤および／または他のポリマー成分の、キャリア溶媒中の分散液として特徴付けられる。このキャリア溶媒の機能は、単に固体部分を運ぶことである。繊維 1 4 の形成中に、キャリア溶媒は、繊維 1 4 形成に用いる組成物から蒸発し、それにより組成物の固体部分を残す。本発明の目的に好適なキャリア溶媒には、固体部分との均質な分散液または溶液混合物の形成を可能にする任意の溶媒が含まれる。典型的には、キャリア溶媒は、固体部分を分散または溶解することができ、かつ、約 25 の温度で約 1 から約 760 torr の範囲の蒸気圧を有する。典型的なキャリア溶媒は、（繊維 1 4 が形成される温度で）約 2 から約 100 の誘電率も有する。適するキャリア溶媒の具体例として、エタノール、イソプロピルアルコール、トルエン、クロロホルム、テトラヒドロフラン、メタノール、およびジメチルホルムアミドが挙げられる。加えて、水は適するキャリア溶媒である。本発明の目的に好適な、一般的なキャリア溶媒およびそれらの物理特性を表 1 に示す。キャリア溶媒のブレンドを用いて、固体部分の溶解度、蒸気圧および誘電率の最も好ましい組合せを得ることができる。

【 0 0 3 2 】

【 表 1 】

表 1.

キャリア溶媒	分子式	誘電率	蒸気圧、25℃(torr)
トルエン	C ₇ H ₈	2.5	22(20℃)
クロロホルム	CHCl ₃	4.8	~250
テトラヒドロフラン (THF)	C ₄ H ₈ O	7.5	~200
メタノール	CH ₃ OH	32.6	94(20℃)
ジメチルホルムアミド (DMF)	C ₃ H ₇ NO	36.7	~10
水	H ₂ O	80.2	24

【 0 0 3 3 】

繊維 1 4 の構造および物品 1 0 中の繊維 1 4 同士の相互作用に影響することがあり得る、一つのプロセス変数は、繊維 1 4 を形成するために用いる組成物の固形濃度である。典型的には、繊維 1 4 に用いる組成物は、組成物の全質量に基づいて、約 1 質量% から約 100 質量%、より典型的には約 30 % から約 95 %、最も典型的には約 50 質量% から約 70 質量% の固形分を有する。繊維 1 4 を形成するために用いる組成物の固形分は、種として、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンに起因し、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンは、組成物の全質量に基づいて、典型的に約 1 % から約 100 質量%、より典型的には約 30 % から約 95 質量%、最も典型的には約 50 % から約 70 質量% の量で組成物中に存在する。例えば、一つの具体的実施態様では、繊維 1 4 を形成するために用いる組成物は、添加剤またはキャリア溶媒を除外して、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンのみを含む。この実施態様では、式 (I) を有するオルガノポリシロキサンの濃度は事実上 100 % である。

【 0 0 3 4 】

繊維 1 4 を形成するために用いる組成物の粘度は、繊維 1 4 の構造および物品 1 0 中の繊維 1 4 同士の相互作用に影響することがあり得る、別の変数である。特に、繊維 1 4 を形成するために用いる組成物の粘度は、繊維 1 4 中のビーズ形成に影響を与え得る。少ないビーズは向上された疎水性に対応する。典型的には、組成物は、25 の定温で 5 r p

mの回転速度で稼働する、熱電池およびSC4-31スピンドルを備えたブルックフィールド回転ディスク粘度計を用いて、少なくとも20センチストークス、より典型的には約30から約100センチストークス、最も典型的には約40から約75センチストークスの粘度を有する。

【0035】

本発明は、物品10のいかなる特別な製造方法にも限定されないが、繊維14を形成する工程は、組成物のエレクトロスピンニングによって繊維14を形成させる工程を含むことができる。エレクトロスピンニング工程は、当技術分野で知られている任意の方法により行うことができる。典型的なエレクトロスピンニング装置を、図1中の20で示す。当技術分野で知られているように、エレクトロスピンニング工程は、繊維14を形成させるために電荷を使用することを含む。典型的には、繊維14を形成するために用いる組成物を、シリンジ22に投入し、その組成物を、シリンジポンプを有するシリンジ22の先端に押しやり、液滴を、シリンジ22の先端24で形成させる。シリンジ22の先端24は、最上板40から伸びている。ポンプは、繊維14を形成するために用いる組成物のシリンジ22の先端24への流速の制御を可能にする。繊維14を形成するために用いる組成物のシリンジ22の先端24への流速は、繊維14の形成に影響を与え得る。シリンジ22の先端24への組成物の流速は、約0.005ml/分から約0.5ml/分、典型的には約0.005ml/分から0.1ml/分、より典型的には約0.01ml/分から0.1ml/分、最も典型的には0.02ml/分から約0.1ml/分であり得る。一つの具体的実施態様では、シリンジ22の先端24への組成物の流速は、約0.05ml/分であってよい。

【0036】

その後、液滴は、高圧電場に曝される。高圧電場の非存在下では、液滴は、その表面張力の結果として、半球状にシリンジ22の先端24から射出する。電場を適用すると、球状から円錐形状へのねじれが引き起こされる。液滴形状でのこのねじれについて一般に認められた説明は、液滴内の表面張力が電気力で中和されるということである。組成物の狭い直径のジェット28がこの円錐の先端から放射される。特定のプロセス条件下で、組成物のジェット28は、図1中の30で示される「ホイッピング(吹き付け:whipping)」の不安定性の現象を受ける。このホイッピング不安定性により、ジェット28の分岐の繰り返しを生じ、繊維14の網目構造を産出する。繊維14は最終的にはコレクター板36上に集められる。組成物がキャリア溶媒を含む場合、キャリア溶媒は急激にエレクトロスピンニング工程中に蒸発し、繊維14を形成するために用いる組成物の固体部分を残す。

【0037】

コレクター板36は、典型的には、固体の導電性材料、例えば以下に限定されないが、アルミニウム、スチール、ニッケル合金、シリコンウエハー、ナイロン(登録商標)布地、およびセルロース(例、紙)などから形成される。コレクター板36は、繊維14のエレクトロスピンニングの間、繊維14を通る電子流のためのアースとしての役割を果たす。時間が経つにつれて、コレクター板36上に集められた繊維14の数が増加し、不織繊維マットがコレクター板36上に形成される。あるいは、固体コレクター板36の使用に代えて、繊維14を、電気を通し、オルガノポリシロキサン成分の非溶媒である液体の表面で集め、これによって自立性不織マットを実現することができる。繊維14を集めるために用いることができる液体の一例は、水である。

【0038】

種々の実施態様では、エレクトロスピンニング工程は、約10から約100キロボルト(kV)の発電能力を有する直流発電機26からの電気の供給を含む。特に、シリンジ22は電氣的に発電機26に接続される。液滴を高圧電場に曝す工程は、典型的には、シリンジ22に電圧を印加し、電流を流す工程を含む。印加電圧は、約5kVから約100kV、典型的には約10kVから約40kV、より典型的には約15kVから約35kV、最も典型的には約20kVから約30kVであり得る。一つの具体例では、印加電圧は、約

30 kVであり得る。流れる電流は、約0.01 nAから約100,000 nA、典型的には約10 nAから約1000 nA、より典型的には約50 nAから約500 nA、最も典型的には約75 nAから約100 nAであり得る。一つの具体例では、電流は約85 nAである。

【0039】

図1で示すように、コレクター板36は第一電極としての役割を果たし、第二電極として役割する最上板40と組み合わせて用いることができる。最上板40とコレクター板36とは、典型的には、約0.001 cmから約100 cm、典型的には約20 cmから約75 cm、より典型的には約30 cmから約60 cm、最も典型的には約40 cmから約50 cmの距離で、互いに対して隔たっている。一つの実施態様では、最上板40とコレクター板36とは約50 cmの距離で隔たっている。

10

【0040】

この方法は、繊維14を含む物品10のアニーリング工程を含むこともできる。この工程は、当技術分野で知られている任意の方法により達成することができる。一つの実施態様では、このアニーリング工程は、物品10中の繊維14の疎水性および耐火性を向上させるために用いることができる。アニーリング工程は、繊維14を含む物品10の加熱する工程を含んでいてよい。典型的には、アニーリング工程を実施するために、繊維14を含む物品10を、約20の周囲温度以上の温度に加熱する。より典型的には、繊維14を含む物品10を、約40から約400、最も典型的には約40から約200の温度に加熱する。繊維14を含む物品10の加熱は、物品10内の繊維接合部の融解物の増大、繊維14内で化学的または物理的結合の生成（一般に「架橋」と呼ばれる）、繊維14の1種以上の成分の蒸発、および/または繊維14の表面モルホロジーでの変化をもたらすことになる。

20

【0041】

繊維14の良好な形成は、不織マットが形成されること、および個々の繊維14を少なくとも1000倍率での電子顕微鏡で確認することによって認識することができる。電子顕微鏡下の典型的な不織マットを図2～5および7～10に示す。

【0042】

以下の実施例は本発明を例証するものであり、本発明を制限するものではない。

【実施例】

30

【0043】

繊維マットを、シリコーン樹脂（すなわち、分岐状シロキサン）を含む、種々のオルガノポリシロキサン成分を含む組成物から形成する。繊維マットは、シリコーン樹脂（すなわち、オルガノポリシロキサン成分）と直鎖状シリコーン（すなわち、追加のオルガノポリシロキサン）とのブレンドを含む組成物からも形成する。

【0044】

実施例1：MQ樹脂を含むオルガノポリシロキサン成分から形成された繊維

この実施例で用いたオルガノポリシロキサン成分は、一般式： $(R_3SiO_{1/2})(SiO_{4/2})$ （式中、Rはメチル基である）で表される。このオルガノポリシロキサン成分は200の T_g および $4000 < M_n < 6000$ を有する。このオルガノポリシロキサン成分を、クロロホルムおよびDMFの混合物を含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、クロロホルムとDMFとの質量比9：1で調製した。組成物の固形分は50質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに0.07 mL/分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、25 cmの電極ギャップ距離の間の20 kVの電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約10分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。マットは無色（白色）であった。走査電子顕微鏡（SEM）分析は、直径およそ10 μm の均なりボン状の繊維を示した。マット上に置いた水滴の接触角の測定値は、156°であった。

40

50

【 0 0 4 5 】

実施例 2 : T 樹脂を含むオルガノポリシロキサン成分からの繊維

この実施例で用いたオルガノポリシロキサン成分は、一般式： $R Si O_{3/2}$ （式中、 R = メチル基またはフェニル基）で表され、 52 の T_g および $2500 < M_w < 3500$ を有する。このオルガノポリシロキサン成分を、クロロホルムおよび DMF の混合物を含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、クロロホルムと DMF との質量比 9 : 1 で調製した。組成物の固形分は 64 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0.1 mL / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、25 cm の電極ギャップ距離の間の 20 kV の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 10 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。マットは無色（白色）であった。マットの SEM 分析は、直径およそ 10 μm の均一なりボン状の繊維を示した。マット上に置いた水滴の接触角の測定値は、157°であった。

10

【 0 0 4 6 】

実施例 3 : 繊維直径の低減制御

この実施例は、実施例 2 で記述した同じオルガノポリシロキサン成分を用いた。このオルガノポリシロキサン成分を、クロロホルムおよび DMF の混合物を含むキャリア溶媒に溶解し、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、クロロホルムと DMF との質量比 4 : 1 で調製した。キャリア溶媒には、塩化テトラブチルアンモニウムも含ませた。この塩化テトラブチルアンモニウムは、導電性改良剤成分であり、キャリア溶媒の質量に基づいて 1 質量%の量で存在させて、繊維を形成するために用いる組成物の導電性を向上させ、小さい直径を有する繊維を集めるための成分である。この組成物の固形分は、60 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0.005 mL / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、50 cm の電極ギャップ距離の間の 30 kV の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 10 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。マットは無色（白色）であった。マットの SEM 分析は、直径分布が 0.5 μm ~ 1 μm である細繊維を示した。

20

30

【 0 0 4 7 】

実施例 4 : MQ 樹脂と直鎖状オルガノポリシロキサンとのブレンドを含むオルガノポリシロキサン成分から形成された繊維

この実施例は、一般式： $(R_3 Si O_{1/2}) (Si O_{4/2})$ （式中、 R はメチル基である）で表される MQ 樹脂（すなわち、オルガノポリシロキサン）、一般式： $(R_3 Si O_{1/2}) (R_2 Si O_{2/2})$ （式中、 R はメチル基である）で表される高分子量直鎖状オルガノポリシロキサン、および直鎖状オルガノポリシロキサン（すなわち、追加のオルガノポリシロキサン）のブレンドとを含む組成物を用いる。この MQ 樹脂は、実施例 1 の MQ 樹脂と同じ T_g および M_n を有する。直鎖状オルガノポリシロキサンは、約 300 cSt の粘度、 -50 の流動点、および $10,000 < M_n < 13,000$ を有する。この MQ 樹脂と直鎖状オルガノポリシロキサンとを含む組成物を、4 : 1 の質量比で混合し、クロロホルムおよび DMF の混合物を含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、クロロホルムと DMF との質量比 9 : 1 で調製した。組成物の固形分は 50 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0.05 mL / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、25 cm の電極ギャップ距離の間の 30 kV の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 10 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。マットは銀色であった。マットの SEM 分析は、直径およそ 10 μm の均一なりボン状の繊維を示した。

40

50

【 0 0 4 8 】

実施例 5： 急速な繊維の製造のための処理能力の増大

この実施例で用いるオルガノポリシロキサン成分は、実施例 1 で用いたオルガノポリシロキサン成分と同一である。このオルガノポリシロキサン成分を、イソプロピルアルコールおよび DMF の混合物を含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる、かすんだ、無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、イソプロピルアルコールと DMF との質量比 1 : 1 で調製した。組成物の固形分は 5 0 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 1 m L / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、2 5 c m の電極ギャップ距離の間の 2 5 k V の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 1 0 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。繊維はコレクター板から樹木状に成長したような外観の、フワフワとした白色マウンド (mound) として急速に堆積した。そのフワフワの S E M 分析は、円筒状かつ多孔質の 1 ~ 1 0 μ m の範囲の直径を有する繊維を示した。

10

【 0 0 4 9 】

実施例 6： エレクトロスピンニング後化学的に架橋され、物理的に融解された繊維

この実施例で繊維を形成するために用いる組成物は、実施例 1 と同じ M Q 樹脂を含み、加えて、一般式： $(R_3SiO_{1/2})(R_2SiO_{2/2})$ (式中 R はメチル基である) で表される高分子量直鎖状オルガノオルガノポリシロキサン「ガム」を含む。直鎖状オルガノポリシロキサンは、0 . 0 4 5 から 0 . 5 5 5 の範囲の塑性係数を有する。M Q 樹脂および直鎖状オルガノポリシロキサンを、キシレンを含むキャリア溶媒に溶解させた。アミノ官能性シランを、オルガノポリシロキサン成分およびキシレンに、架橋剤として 0 . 5 質量%で加え、ストック溶液を生成させた。このストック溶液を、2 ブタノンを追加溶媒としてさらに用いて希釈し、これにより繊維形成に用いる組成物を形成させる。2 ブタノンの量は組成物の 1 0 質量%であった。キシレンの量は組成物の 3 0 質量%であった。組成物の固形分は 6 0 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに、1 m L / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、2 0 c m の電極ギャップ距離の間の 3 5 k V の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 1 0 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター板上に不織マットを形成した。エレクトロスピンニングジェットが動き、変化すると、繊維がシリンジの先端とコレクター板との間で蓄積する。得られた繊維マットは乳白色、柔軟、かつ、粘着性であった。繊維マットの S E M 分析は、1 ~ 1 5 μ m の範囲の直径を有する丸い繊維を示した。8 0 にて 2 0 分間この繊維を加熱すると、架橋剤が活性化され、繊維内のオルガノポリシロキサン成分内の化学結合が形成された。この化学反応は、乳白色から透明への繊維に視認可能な変化として観察することができた。周囲圧下で加熱すると、主として個別の繊維が得られる一方、真空オーブン中で加熱すると、網状構造に接触点での完全な溶着がもたらされた。繊維マットは、触れると粘着性があり、元の状態のままに保たれ、曲げるとコレクター板に接着していた。

20

30

【 0 0 5 0 】

実施例 7： 高 T_g を有するオルガノポリシロキサン成分から形成された自立性繊維マット

40

この実施例で用いたオルガノポリシロキサン成分は、一般式： $RSiO_{3/2}$ 、(式中、R = フェニル基である) で表され、1 7 0 の比較的高い T_g および $2000 < M_w < 4000$ を有する。このオルガノポリシロキサン成分を、DMF を含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。組成物の固形分は 6 0 質量%であった。この組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0 . 0 5 m L / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、3 5 c m の電極ギャップ距離の間の 3 0 k V の電位差に曝した。繊維を、ガラス皿内に入れた電気接地した水の表面で約 1 0 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維は、コレクター上に不織マットを形成した。マットはもろく、白色であった。このマ

50

ットを、水の表面に平行に動かしてマットを取り除くことによって水から回収して、自立性の繊維マットを得た。原子間力顕微鏡および共焦点顕微鏡は、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ から $5\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の直径を有するリボン状の繊維を示した。

【0051】

実施例8： 反応性樹脂と直鎖状オルガノポリシロキサンとのブレンドを含むオルガノポリシロキサン成分から形成された繊維

この実施例で繊維を形成するために用いた組成物は、実施例1と同じMQ樹脂を含み、加えて、一般式： $(R_3SiO_{1/2})(R_2SiO_{2/2})$ （式中、Rはメチル基または水素原子である）で表されるSi-H官能性直鎖状オルガノオルガノポリシロキサンを含む。この直鎖状オルガノポリシロキサンは、 30 cSt の粘度および $2000 < Mn < 6000$ を有する。Si-H結合は、アルコール、シラノール、酸、塩基、およびその他容易に還元される化合物と化学的反応性である。MQ樹脂とSi-H官能性直鎖状オルガノポリシロキサンの質量比は9：1であった。このMQ樹脂およびSi-H官能性直鎖状オルガノポリシロキサンを、イソプロピルアルコールおよびDMFを含むキャリア溶媒に溶解させ、これによって繊維を形成するために用いる無色の均質な組成物を形成させた。キャリア溶媒は、イソプロピルアルコールとDMFとの質量比1：1で調製した。組成物中のMQ樹脂およびSi-H官能性直鎖状オルガノポリシロキサンの含量は60質量%であった。組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 1 mL/分 の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、 20 cm の電極ギャップ距離の間の 35 kV の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約10分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維がコレクター板上にフワフワした、もろいマウンドを形成した。このフワフワした、もろいマウンドのSEM分析は、 $1\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の直径を有するシリンダー状多孔質繊維を示した。

【0052】

実施例9： 繊維マットの超疎水性の例証

繊維を形成させるために用いる所与の組成物において、繊維の形成は接触角の高い値を得ることと相互に関連しており、この高い接触角により、非常に疎水性である表面がもたらされる。図7および8に、一般式： $RSiO_{3/2}$ （式中、Rはフェニル基、プロピル基およびこれらの組合せの群から選択される）で表されるオルガノポリシロキサンを含み、トリクロロメタンおよびジメチルホルムアミドが9：1の質量比で存在するキャリア溶媒中、固形分70質量%を有する組成物から形成された繊維を示す。組成物は、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0.05 mL/分 の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、 25 cm の電極ギャップ距離の間の 30 kV の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約10分間集めた、その時点でエレクトロスピンニング停止させた。図7および8で分かるとおり、このように高い固形分で製造した繊維マットは、断面が円形である細繊維を示した。このような種類の繊維でできているマットは、 $145/145^\circ$ の高い接触角を有した。繊維は、直径が極めて均質であった。繊維を形成するために用いる組成物の固形分を60質量%に低くすると、繊維の形状は明確でなくなった。繊維直径の変動がより多く観察され、低濃度サンプルの断面は得なかったが、繊維は、シリンダー状ではなく平板状であるように見えた。70%のサンプルで観察した繊維接合部が、固形分60質量%を有する組成物から形成された繊維マット中ではフィルム状に融解されているように見えた。接触角も、固形分60質量%を有する組成物から形成された繊維マットではより低くなることが記録された（ $131/130^\circ$ ）。このことは、マット内の明確な繊維が表面粗度効果を生じ、それが表面の疎水性を増加することを明らかにしている。

【0053】

図2～5は、繊維を形成するために用いる組成物の固形分と繊維形成との間の関係も例証する。特に、図2～5は、繊維のモルホロジーの典型的な連鎖が、繊維を形成するために用いる組成物であって、一般式： $RSiO_{3/2}$ （式中、Rはフェニル基、メチル基およびこれらの組合せの群から選択される）で表されるオルガノポリシロキサンを含み、9

： 1 の質量比で存在するトリクロロメタンおよびジメチルホルムアミドを含むキャリア溶媒中の組成物の、固形分 % の関数として観察された。繊維を形成するために用いる種々の組成物の固形分を変化させた。図 2 ~ 5 は、それぞれ、37 %、46 %、56 %、および 64 % の固形分を有する組成物から形成された繊維を示す。

【 0 0 5 4 】

図 2 ~ 5 で示した繊維マットを形成するために用いる組成物を、エレクトロスピンニング装置のシリンジに 0 . 0 5 m L / 分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、25 cm の電極ギャップ距離の間の 30 k V の電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約 10 分間集めた。この時点で、エレクトロスピンニング停止させた。繊維がコレクター板上にフワフワした、もろいマウンドを形成した。

10

【 0 0 5 5 】

図 2 に示すように、37 % 固形分では、わずかな繊維しかはっきりと確認することができなかった。図 3 に示すように、固形分を 46 % に増加させると、多くの繊維形成が観察されるが、これらの繊維にビーズが観察される。図 4 に示すように、56 % 固形分をさらに増加させると、ほとんど完全なビーズの消失がもたらされ、繊維はでこぼこな端を有している。最後に、64 % 固形分では、ビーズ化の影響は完全になくなり、滑らかな半ば均一な繊維のみが観察され、これにより、ビーズを有する繊維と比較して高められた疎水性がもたらされる。

【 0 0 5 6 】

20

実施例 10 : 繊維を形成させるために用いる組成物および粘度と繊維形成との関係

図 6 では、繊維を形成するために用いる組成物の粘度の非線形増加が、組成物中の固形分が増加するに従って観察される。図 6 中のデータ点は、図 2 ~ 5 に示し、かつ実施例 10 で記述した不織マットを形成するために用いた組成物に、少なくとも一部は相当している。図 6 中のデータと図 2 ~ 5 の画像とを比較すると、繊維形成が繊維を形成するために用いる組成物の粘度に相関しており、組成物の理想的な粘度が、粘度が、固形分と共に非線形的に増加する点で表されることを示している。いかなる特異な理論にも拘束されないが、繊維形成は、反発力、具体的には表面張力、電場、および溶液粘度による影響を受けると考えられる。一旦繊維が引かれると、その後、表面張力が繊維を液滴に引き戻す役割を果たす（特に図 2 ~ 4 において多くの繊維に見られるビーズ化は、十分に引かれた繊維と液滴との間の中間状態である）。このビーズ / 液滴形成プロセスにおける液体の流れの速さは、繊維を形成するために用いる組成物の粘度の増加とともに減少する。繊維形成への固形分の影響との関連で上述したように、滑らかな半ば均一な繊維が、ビーズを有する繊維と比較して、高められた疎水性を提供する。

30

【 0 0 5 7 】

実施例 11 : 種々の繊維マットの難燃性

耐火性に関して繊維マットを分類する目的のために、繊維マットを種々の組成物から形成した。本発明に従っていない組成物から形成させた繊維マットの 2 つの比較例も含めた。一つの比較例では、繊維マットを、ポリ（スチレン コ ジメチルシロキサン）ジブロックコポリマーを含む組成物から調製した。このポリ（スチレン コ ジメチルシロキサン）ジブロックコポリマーは、Rosati, D.; Perrin, P.; Navard, P.; Harabagiu, V.; Pinteala, M.; Simionescu, B. C. *Macromolecules*, 1998, 31, 4301 の図 1; および Pantazis, D.; Chalaris, I.; Hadjichristidis, N. *Macromolecules*, 2003, 36, 3783 に開示されているとあり、スチレン、その後ヘキサメチルシクロトリシロキサン（D₃）の、逐次的制御アニオン重合によって合成した。すべての操作は、真空ポンプおよび乾燥室またはアルゴン下で操作するシュレンク（Schlenk）ラインで行った。ポリ（スチレン コ ジメチルシロキサン）ジブロックコポリマーの 21 質量 % 組成物を、テトラヒドロフラン（THF）：ジメチルホルムアミド（DMF）（Aldrich）の 3 : 1 質

40

50

量混合物を含むキャリア溶媒に溶解させることによって調製した。キャリア溶媒中のこのポリ(スチレン-コ-ジメチルシロキサン)ジブロックコポリマーを含む組成物は、乳白色、ゲル状であり、20℃の室温で安定(保管中さらなる固化または沈殿が起こらなかった)であった。この組成物を、Shin, Y. M.; Hohman, M. M.; Brenner, M. P.; Rutledge, G. C. Polymer 2001, 42, 9955に記載のと通りの平行板設定を用いてエレクトロスピニングした。電位差、溶液流速、最上板からシリンジの先端の突出、および毛細管先端とコレクター板との間の距離は、エレクトロスピニングが安定かつ乾燥したナノ繊維が得られるように調整した。上述したパラメーターについての具体的数値を下記の表2に示す。

【0058】

【表2】

表2.

流速	先端の突出	先端からコレクターまでの距離	電圧
0.05ml/分	2cm	50cm	30KV

【0059】

別の比較例では、繊維マットを、直鎖状シリコーンとポリエーテルイミドとのコポリマーを含む組成物から形成させる。直鎖状シリコーン/ポリエーテルイミドコポリマーは、Gel est社、米国ペンシルベニア州モーリスヴィルから市販されている。直鎖状シリコーン/ポリエーテルイミドコポリマーの報告されている T_g は168℃である。ジメチルホルムアミドキャリア溶媒中22質量%の直鎖状シリコーン/ポリエーテルイミドコポリマーを含む組成物を準備した。この組成物を、エレクトロスピニング装置のシリンジに0.03mL/分の速度にてポンプで送液した。シリンジの先端の液滴を、30cmの電極ギャップ距離の間の28kVの電位差に曝した。繊維を、アルミニウム箔から形成されたコレクター板の表面に、約10分間集めた。この時点でエレクトロスピニング停止させた。得られた繊維マットのSEM分析は、0.2μmから1.5μmの直径範囲の繊維を示した。

【0060】

実施例1、2、および4とともに比較例に関する耐火試験の結果を表3に示す。

【0061】

【表3】

表3.

繊維マット リファレンス	滴下物	残炎	残じん	燃焼率	分類
ポリ(スチレン-コ-ジメチルシロキサン)ジブロックコポリマー (比較例)	なし	なし	なし	8/10サンプル	未達
直鎖状シリコーン/ポリエーテルイミドコポリマー (比較例)	なし	なし	なし	0/10サンプル	UL94 V-0
実施例1	なし	なし	なし	2/10サンプル	未達
実施例2	なし	なし	なし	0/10サンプル	UL94 V-0
実施例4	なし	なし	なし	2/10サンプル	未達

【 0 0 6 2 】

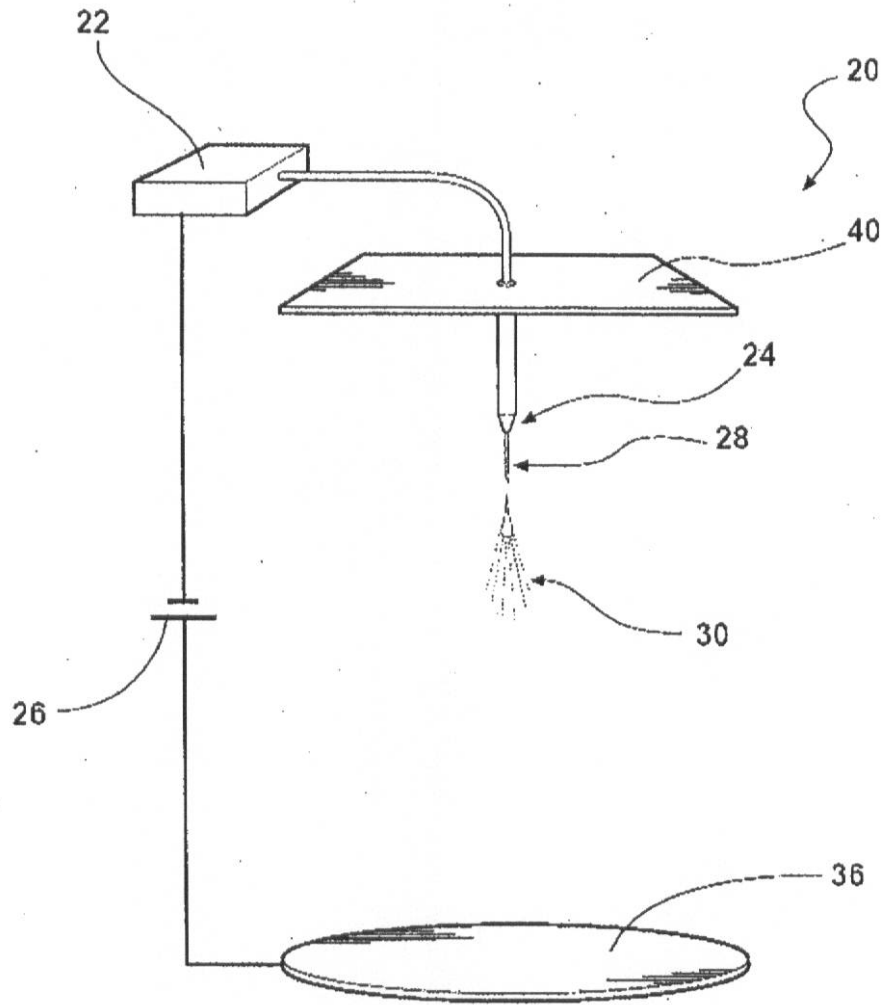
表 3 に示すように、繊維マットが高有機含量を有するポリ（スチレン コ ジメチルシロキサン）ジブロックコポリマーを含む組成物から形成された比較例は、低い耐火性を示した。繊維マットが直鎖状シリコン / ポリエーテルイミドコポリマーを含む組成物から形成された比較例は、ポリ（スチレン コ ジメチルシロキサン）ジブロックコポリマーを用いた比較例よりも良好な耐火性を示している。しかし、ポリエーテルイミドが U L 9 4 V - 0 に分類される難燃性有機高分子であることは知られており；直鎖状シリコンのポリエーテルイミドへの添加がポリマーの可燃性を増大しないと考えられる。U L 9 4 V - 0 分類は、繊維マットが M Q 樹脂を含む組成物から形成された二つのサンプル（実施例 1 および 4）については達成されなかったが、これらのサンプル上では、損傷を受けていない繊維が燃焼した繊維の下で観察された。これらのサンプルの不完全燃焼は、耐火性材料の典型的な挙動である自己消火性を実証している。

10

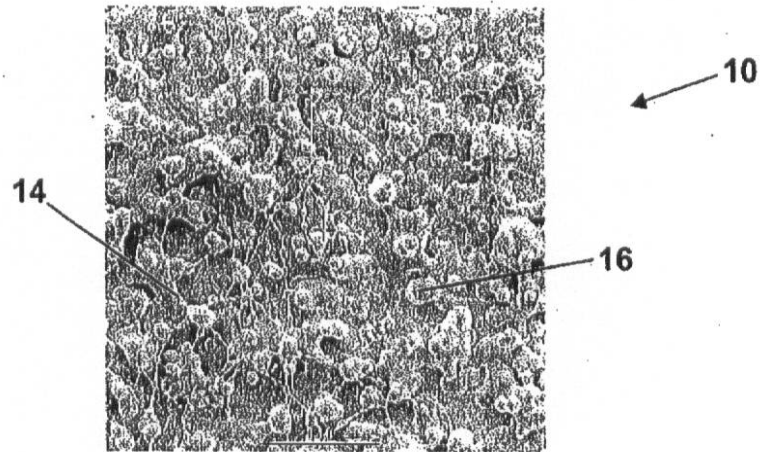
【 0 0 6 3 】

本発明を、実例によって記述してきたが、用いた用語は限定的ではなくむしろ描写的な性質を帯びることを意図していることを理解されたい。明らかに、本発明の多くの変更および変形が、上述した教示を踏まえると可能である。よって、特許請求の範囲内において、具体的に記述した方法とは別の方法で本発明を実施することができることが理解されるべきである。

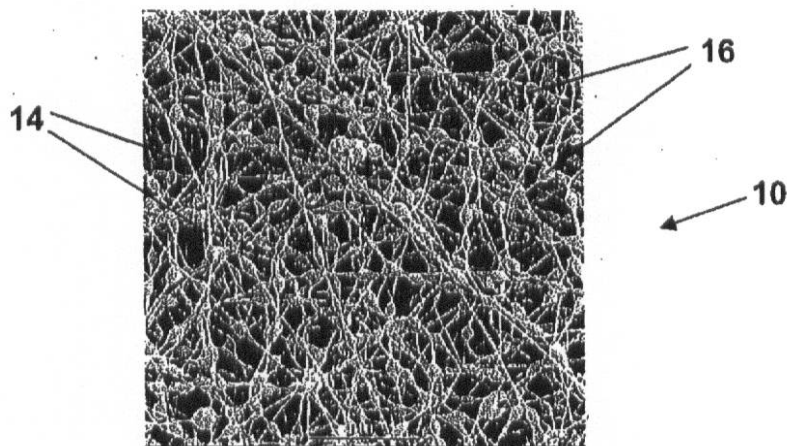
【図 1】

**Fig. 1**

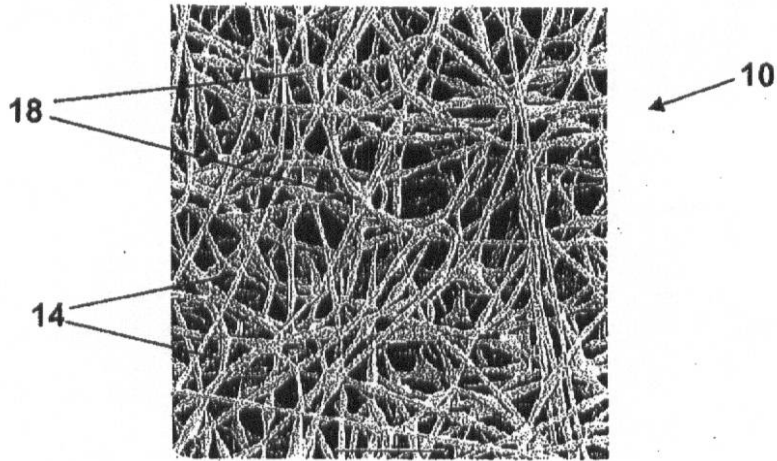
【 図 2 】

*Fig. 2*

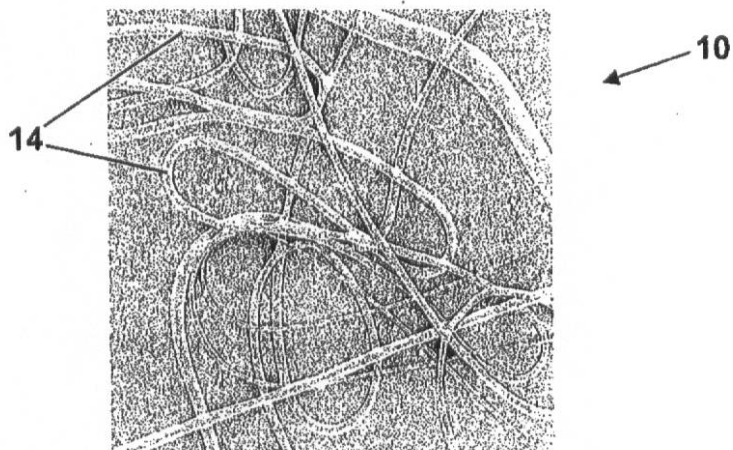
【 図 3 】

*Fig. 3*

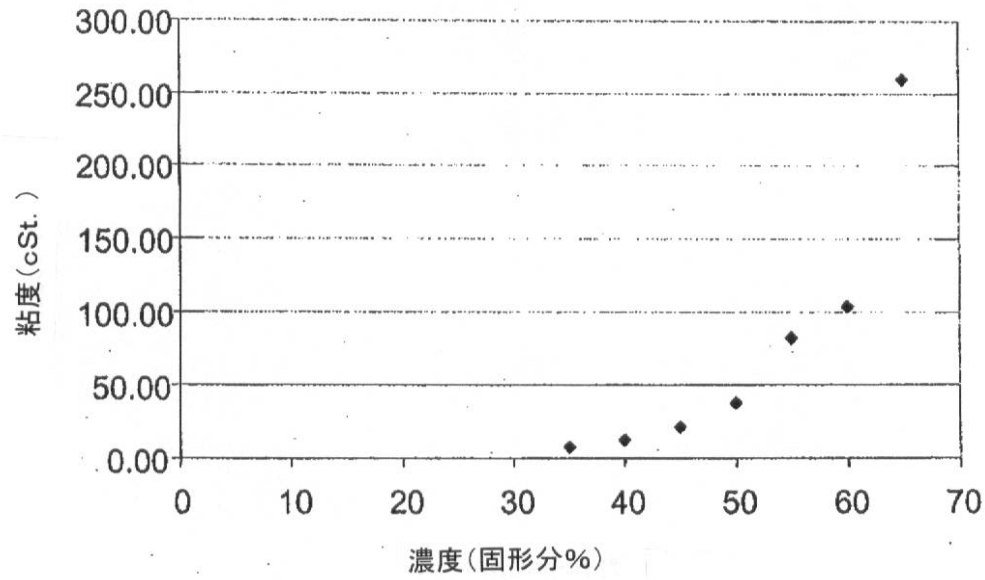
【 図 4 】

**Fig. 4**

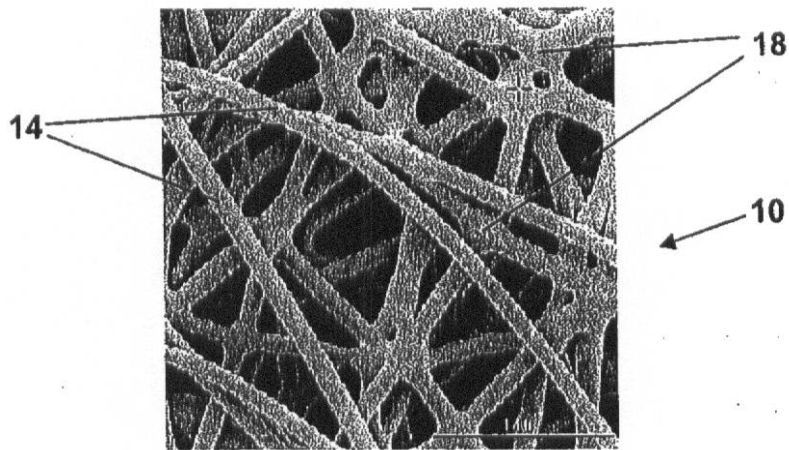
【 図 5 】

**Fig. 5**

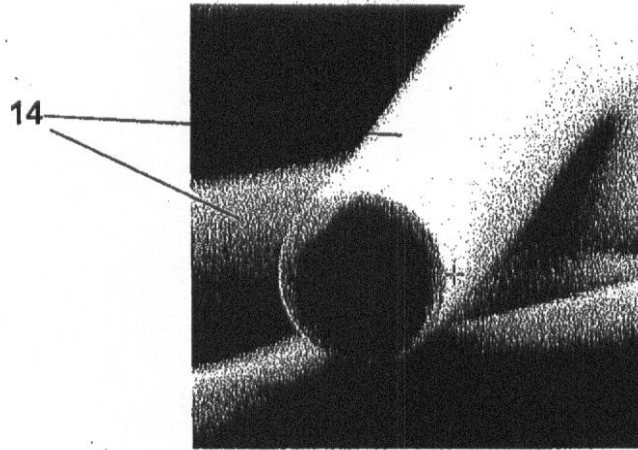
【図 6】

***Fig. 6***

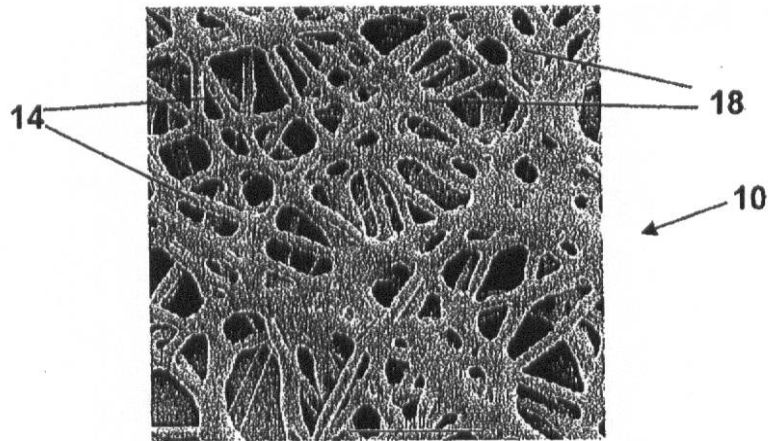
【図 7】

***Fig. 7***

【 図 8 】

Fig. 8

【 図 9 】

Fig. 9

【図 10】

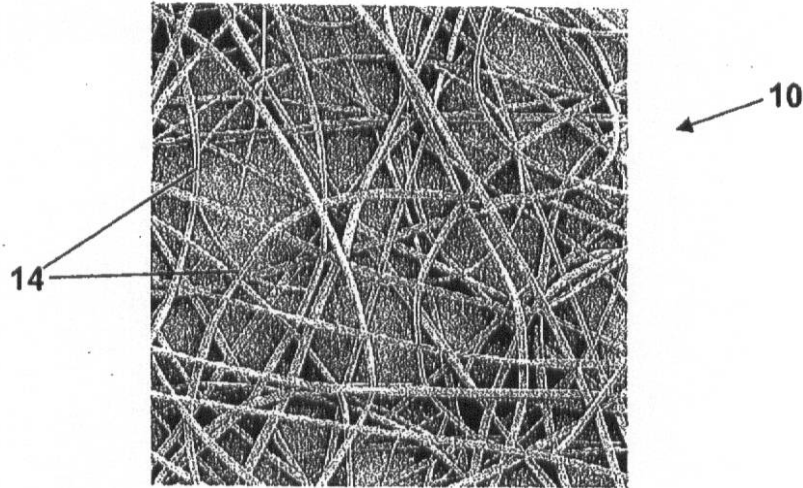


Fig. 10

フロントページの続き

- (72)発明者 アネタ・クラーク
アメリカ合衆国・ミシガン・４８７０６・ベイ・シティー・リサ・ドライブ・５３８８
- (72)発明者 ランダル・ヒル
アメリカ合衆国・マサチューセッツ・０２１４０・ケンブリッジ・ケンブロッジパーク・ドライブ
・３０
- (72)発明者 ランドール・シュミット
アメリカ合衆国・ミシガン・４８６４２・ミッドランド・ハニーサックル・サークル・８１３
- (72)発明者 スティーヴン・スノー
アメリカ合衆国・ミシガン・４８６５７・サンフォード・ビーチ・ストリート・４２

審査官 前田 知也

- (56)参考文献 特公平０７－０００８６６（ＪＰ，Ｂ２）
特開２００４－２１１２１６（ＪＰ，Ａ）
特開２００６－２８３２４０（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２００５／１００６５４（ＷＯ，Ａ１）
特開２００８－０８１９２０（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２００６／０９９１０７（ＷＯ，Ａ１）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)

D 0 4 H 1 / 0 0 - 1 8 / 0 4
D 0 1 F 1 / 0 0 - 6 / 9 6
D 0 1 F 9 / 0 0 - 9 / 0 4
D 0 1 D 1 / 0 0 - 1 3 / 0 2