



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년12월11일

(11) 등록번호 10-1577089

(24) 등록일자 2015년12월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

*D04H 1/42* (2006.01) *B01D 39/02* (2006.01)

*D01F 1/10* (2006.01) *D04H 1/724* (2012.01)

(21) 출원번호 10-2010-7029709

(22) 출원일자(국제) 2009년05월04일

심사청구일자 2014년04월30일

(85) 번역문제출일자 2010년12월30일

(65) 공개번호 10-2011-0022645

(43) 공개일자 2011년03월07일

(86) 국제출원번호 PCT/US2009/042652

(87) 국제공개번호 WO 2009/148744

국제공개일자 2009년12월10일

(30) 우선권주장

61/058,041 2008년06월02일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020100092479 A

KR1020120006527 A

KR1020120006528 A

(73) 특허권자

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

리 푸밍 비

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

바이 팽

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 이근완

(54) 발명의 명칭 전하 증대 첨가제를 갖는 일렉트릿 웹

### (57) 요약

열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 블렌드를 포함하는 일렉트릿 웹이 제공된다. 전하 증대 첨가제는 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함한다. 블렌드로부터 제조된 웹은 필름 또는 부직 섬유 웹의 형태일 수 있다. 부직 미세섬유 웹이 여과 매체로서 유용하다.

(72) 발명자

**세바스티안 존 엠**

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

**존스 마빈 이**

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

---

## 명세서

### 청구범위

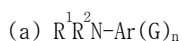
#### 청구항 1

열가소성 수지; 및

N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함하는 전하 중대 첨가제를 포함하는 일렉트릿 웹.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료는 하기 구조(a)를 포함하는 일렉트릿 웹:



[여기서, Ar은 아릴 기이고;

$\text{R}^1$  기는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고;

$\text{R}^2$  기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고;

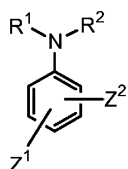
각각의 G는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬, 치환된 알킬, 또는  $-\text{NR}^3\text{R}^4$ 이며, 여기서 각각의  $\text{R}^3$ 는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고, 각각의  $\text{R}^4$ 는 독립적으로 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고;

Ar은 n이 5인 경우에 페닐 기, n이 7인 경우에 나프탈렌 기, 또는 n이 9인 경우에 안트라센 기임].

#### 청구항 3

제2항에 있어서, N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료는 하기 구조(b)를 포함하는 일렉트릿 웹:

(b)



[여기서,  $\text{Z}^1$  및  $\text{Z}^2$ 는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는  $-\text{NR}^3\text{R}^4$ 이고, 각각의  $\text{R}^3$ 는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고, 각각의  $\text{R}^4$ 는 독립적으로 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고;

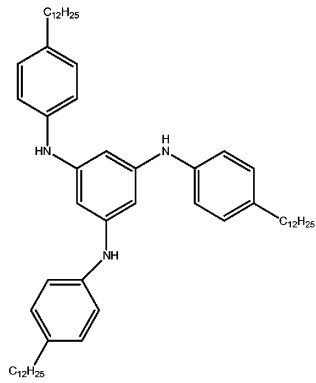
$\text{R}^1$ 은 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고;

$\text{R}^2$ 는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬임].

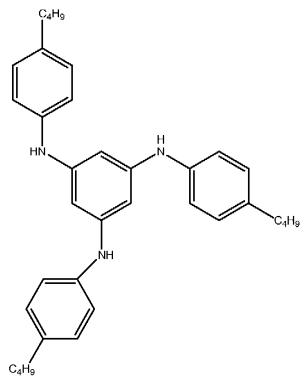
#### 청구항 4

제2항에 있어서, N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료는 하기 구조(c) 내지 구조(f) 또는 그 조합을 포함하는 일렉트릿 웹:

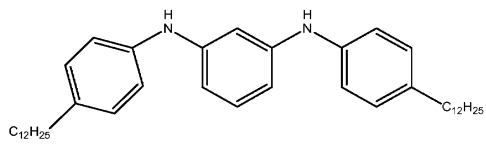
(c)



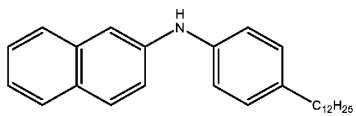
(d)



(e)



(f)



청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

**청구항 9**

삭제

**청구항 10**

삭제

**청구항 11**

삭제

**청구항 12**

삭제

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

삭제

**청구항 15**

삭제

**청구항 16**

삭제

**청구항 17**

삭제

**청구항 18**

삭제

**청구항 19**

삭제

**청구항 20**

삭제

**청구항 21**

삭제

**청구항 22**

삭제

**청구항 23**

삭제

**청구항 24**

삭제

## 청구항 25

삭제

## 청구항 26

삭제

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 전하 증대 첨가제를 함유하는 부직 섬유 웹(non-woven fibrous web), 예컨대, 부직 열가소성 미세 섬유(microfiber) 웹을 포함한 일렉트릿 웹 및 이의 용도에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 일렉트릿은 거의 영구적인 전기적 전하를 나타내는 유전체 물질이다. 일렉트릿은, 예를 들어, 클링 필름(cling film), 공기 필터, 필터링 페이스피스(filtering facepiece), 및 인공호흡기(respirator)를 비롯한 각종 장치에 유용하며, 전기음향장치, 예컨대, 마이크로폰, 헤드폰, 및 정전기 레코더의 정전기적 요소로서 유용하다.

[0003] 에어로졸 여과를 위해 사용되는 미세섬유 웹의 성능은 섬유에 전기적 전하를 부여하여, 일렉트릿 재료를 형성함으로써 개선될 수 있다. 특히, 일렉트릿은 에어로졸 필터의 입자 포획을 향상시키는 데 효과적이다. 미세섬유 웹에 일렉트릿 재료를 형성하기 위한 다수의 방법이 알려져 있다. 이러한 방법은, 예를 들어, 펄트-블로잉 섬유 형성시, 다이 오리피스로부터 방출될 때, 섬유에 전기적으로 대전된 입자, 예컨대 전자 또는 이온으로 충격을 가하는 것을 포함한다. 다른 방법은, 예를 들어, 웹이 형성된 후에 섬유를 DC 코로나 방전에 의해 대전시키거나, 또는 카딩(carding) 및/또는 니들 태킹(needle tacking)(마찰 대전(tribocharging))에 의해 전하를 섬유 매트에 부여하는 것을 포함한다. 최근에는, 여과 향상 일렉트릿 전하를 제공하기에 충분한 압력에서 분사수(jet of water) 또는 수적류(stream of water droplet)를 부직 웹에 충돌시키는 방법이 개시되었다(하이드로차징(hydrocharging)).

### 발명의 내용

#### 과제의 해결 수단

[0004] 본 발명은 전하 증대 첨가제를 함유하는 일렉트릿 웹을 제공한다. 이러한 전하 증대 첨가제는 여러가지 상이한 대전 메커니즘, 예컨대, 하이드로차징 또는 DC 코로나 방전과 하이드로차징의 조합에 의해 대전시키기가 용이한 일렉트릿 웹을 제공한다.

[0005] 본 명세서에 기재된 일부 실시 형태에 있어서, 일렉트릿 웹은 열가소성 수지, 및 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함하는 전하 증대 첨가제를 포함한다. 일렉트릿 웹은 부직 섬유 웹 또는 심지어는 부직 미세섬유 웹의 형태일 수 있다.

[0006] 본 명세서에 기재된 다른 실시 형태에 있어서, 일렉트릿 필터 매체는 열가소성 수지와, N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함하는 전하 증대 첨가제의 블렌드를 포함하는 부직 미세섬유 웹을 포함한다. 일렉트릿 필터 매체는 인공호흡기 필터, 실내 환기 시스템 필터, 차량 환기 시스템 필터, 공기 조화기 필터, 노(furnace) 필터, 실내 공기 청정기 필터, 진공청소기 필터, 또는 컴퓨터 디스크 드라이브 필터를 포함할 수 있다.

[0007] 열가소성 재료를 제공하는 단계; N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함하는 전하 증대 첨가제를 제공하는 단계; 열가소성 재료와 전하 증대 첨가제를 핫 펄트 혼합하여 열가소성 블렌드를 형성하는 단계; 열가소성 블렌드를 펄트 블로잉하여 미세섬유 웹을 형성하는 단계, 및 웹을 대전시키는 단계를 포함하는 일렉트릿 웹의 제조 방법이 또한 개시된다.

#### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0008] 본 발명에 유용한 일렉트릿 웹은 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 블렌드를 포함한다. 이러한 블렌드로

부터 제조된 웹브는 열가소성 수지 단독으로 제조된 웹브에 비해 개선된 특성을 나타낼 수 있다. 유용한 전하 증대 첨가제는 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료를 포함한다.

[0009] 일렉트릿 웹브는 다양한 형태의 것일 수 있다. 예를 들어, 웹브는 연속 또는 불연속 필름, 또는 섬유 웹브일 수 있다. 섬유 웹브는 여과 매체의 형성에 특히 유용하다. 일부 실시 형태에서, 웹브는 부직 미세섬유 웹브이다. 전형적으로, 미세섬유는 평균 직경이 1 내지 100 마이크로미터이며 미세섬유는 원형 단면을 갖지 않아도 된다.

[0010] 단수형 용어는 기술되는 요소들 중 하나 이상을 의미하기 위한 "적어도 하나"와 서로 교환가능하게 사용된다.

[0011] "알킬"이라는 용어는 포화 탄화수소인 알칸의 라디칼인 1가 기를 말한다. 알킬은 선형, 분지형, 환형 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는다. 일부 실시 형태에서, 알킬기는 1 내지 18개, 1 내지 12개, 1 내지 10개, 1 내지 8개, 1 내지 6개, 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬기의 예로는 메틸, 에틸, n-프로필, 아이소프로필, n-부틸, 아이소부틸, tert-부틸 (t-부틸), n-펜틸, n-헥실, 사이클로헥실, n-헵틸, n-옥틸, 및 에틸헥실이 포함되나, 이에 한정되지 않는다.

[0012] "알케닐"이라는 용어는 적어도 하나의 탄소-탄소 이중 결합을 갖는 탄화수소인 알켄의 라디칼인 1가 기를 말한다. 알케닐은 선형, 분지형, 환형 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 2 내지 20개의 탄소 원자를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 알케닐은 2 내지 18개, 2 내지 12개, 2 내지 10개, 4 내지 10개, 4 내지 8개, 2 내지 8개, 2 내지 6개, 또는 2 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 예시적인 알케닐 기에는 에테닐, n-프로페닐, 및 n-부테닐이 포함된다.

[0013] "알킬닐"이라는 용어는 적어도 하나의 탄소-탄소 삼중 결합을 갖는 탄화수소인 알킨의 라디칼인 1가 기를 말한다. 알킬닐은 선형, 분지형, 환형 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 2 내지 20개의 탄소 원자를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 알킬닐은 2 내지 18개, 2 내지 12개, 2 내지 10개, 4 내지 10개, 4 내지 8개, 2 내지 8개, 2 내지 6개, 또는 2 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 예시적인 알킬닐 기에는 에티닐, n-프로피닐, 및 n-부티닐이 포함된다.

[0014] "헤테로알킬"이라는 용어는 헤테로원자를 포함하는 알킬기를 말한다. 이러한 헤테로원자는 펜던트 원자, 예를 들어, 불소, 염소, 브롬, 또는 요오드와 같은 할로젠, 또는 카테나형(catenary) 원자, 예컨대, 질소, 산소 또는 황일 수 있다. 헤테로알킬기의 일례로는 폴리옥시알킬기, 예컨대,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_3$ 이 있다.

[0015] "치환된 알킬"이라는 용어는 탄화수소 골격을 따라 치환체를 포함하는 알킬 기를 말한다. 이러한 치환체는 알킬 기, 헤테로알킬 기 또는 아릴 기일 수 있다. 치환된 알킬 기의 일례로는 벤질 기가 있다.

[0016] "아릴"이라는 용어는 연결되거나 융합될 수 있는 1 내지 5개의 고리를 포함하는 라디칼인 방향족 탄소환식 기를 말한다. 아릴 기는 알킬 기 또는 헤테로알킬 기로 치환될 수 있다. 아릴 기의 예에는, 페닐 기, 나프탈렌 기 및 안트라센 기가 포함된다.

[0017] "N-치환된 아미노 탄소환식 방향족"이라는 용어는 연결되거나 융합될 수 있는 1 내지 5개의 고리를 포함하는 라디칼이며, 적어도 하나의 치환된 아미노 기로 치환된, 탄소환식 기, 즉, 고리 구조가 오직 탄소 원자 및 수소 원자만 포함하는 환형 기를 말한다. 치환된 아미노기는  $-\text{NR}^1\text{R}^2$  (여기서,  $\text{R}^1$  기는 수소, 알킬, 알케닐, 알킬닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $\text{R}^2$  기는 알킬, 알케닐, 알킬닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬임) 유형의 기이다.

[0018] "중합체" 및 "중합체성 재료"라는 용어는 둘 모두, 하나의 단량체로부터 제조되는 재료, 예컨대, 단일중합체, 또는 2종 이상의 단량체로부터 제조되는 재료, 예컨대, 공중합체 또는 삼원공중합체 등을 말한다. 마찬가지로, "중합한다"라는 용어는 단일중합체, 공중합체, 삼원공중합체 등일 수 있는 중합체성 재료를 제조하는 공정을 말한다. "공중합체" 및 "공중합체성 재료"라는 용어는 적어도 2종의 단량체로부터 제조되는 중합체성 재료를 말한다.

[0019] "실온" 및 "주위 온도"라는 용어는 20°C 내지 25°C 범위의 온도를 의미하는 것으로 서로 교환가능하게 사용된다.

[0020] 본 명세서에 사용되는 바와 같이 "핫 멜트 가공가능한"이라는 용어는 조성물이, 예를 들어, 열 및 압력에 의해 고체로부터 점성 유체로 변환될 수 있음을 말한다. 상기 조성물은 사실상 화학적으로 변환되거나, 분해되거나,

의도된 응용에 사용불가능하게 되지 않으면서 핫 멜트 가공될 수 있어야 한다.

[0021] 달리 표시되지 않는 한, 본 명세서 및 특허청구범위에 사용되는 특징부의 크기, 양 및 물리적 특성을 표현하는 모든 수치는 모든 경우에 "약"이라는 용어로 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 표시되지 않는 한, 설명된 수치는 본 명세서에 개시된 교시를 이용하여 원하는 특성에 따라 달라질 수 있는 근사치이다.

[0022] 본 발명에 유용한 열가소성 수지는 웨브로 형성되어 대전되는 경우에 다량의 포획 정전기 전하(trapped electrostatic charge)를 보유할 수 있는 임의의 열가소성 비전도성 중합체를 포함한다. 전형적으로, 이러한 수지는 의도된 용도의 온도에서 DC(직류) 저항률이  $10^{14}$  ohm-cm 초과이다. 포획 전하를 획득할 수 있는 중합체에는 폴리올레핀, 예컨대, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 및 폴리-4-메틸-1-펜텐; 폴리비닐 클로라이드; 폴리스티렌; 폴리카르보네이트; 폴리락타이드를 포함한 폴리에스테르; 및 퍼플루오르화된 중합체 및 공중합체가 포함된다. 특히 유용한 재료에는 폴리프로필렌, 폴리-4-메틸-1-펜텐, 이들의 블렌드, 또는 프로필렌과 4-메틸-1-펜텐 중 적어도 하나로부터 형성된 공중합체가 포함된다.

[0023] 전하 증대 첨가제는 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료이다. 전형적으로, 전하 증대 첨가제는 열적으로 안정하여 핫 멜트 가공가능한 조성물에 사용하기에 적합하다. N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료는 일반적으로 하기 화학식 I로 기술될 수 있다:

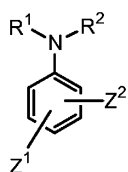
[0024] [화학식 I]

[0025]  $R^1R^2N-Ar(G)_n$

[0026] [여기서, Ar은 아릴 기이고,  $R^1$ 기는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $R^2$ 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고, n은 N-치환된 아미노 아릴 기 상의 치환체 자리의 개수를 나타내는 정수이고, G는 N-치환된 아미노 아릴 기 상의 치환체를 나타내고, 각각의 G는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬, 치환된 알킬, 또는  $-NR^3R^4$ 이며, 여기서,  $R^3$ 는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $R^4$ 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이다. 일부 실시 형태에서, 화학식 I의 Ar은 페닐기이고 n은 5이다. 다른 실시 형태에서, 화학식 I의 Ar은 나프탈렌 기이고 n은 7이다. 다른 실시 형태에서, 화학식 I의 Ar은 안트라센 기이고 n은 9이다.

[0027] 한 가지 유용한 부류의 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료는 화학식 II로 기술되는 것들이며, 여기서,  $Z^1$  및  $Z^2$ 는 독립적으로 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는  $-NR^3R^4$ 이고, 여기서,  $R^3$ 는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $R^4$ 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이다.  $R^1$ 기는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $R^2$ 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이다.  $Z^1$  및  $Z^2$ 기는 탄소환식 방향족 고리 상의 어디든지 위치할 수 있으나, 전형적으로 치환된 아미노 기에 대하여 3,5 위치에 위치한다.

[0028] [화학식 II]



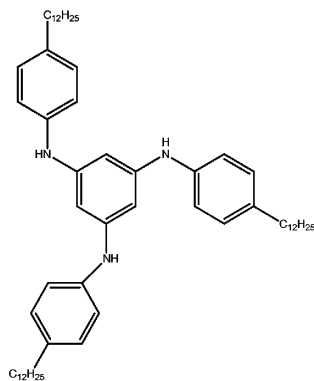
[0029]

[0030] 화학식 II로 기술되는 재료에 포함되는 적합한 전하 증대 첨가제의 한 부류에는, 예를 들어,  $Z^1$  및  $Z^2$ 기가 방향족 고리의 3 및 5 위치에 위치하는  $-NR^3R^4$  기인 것들(여기서,  $R^3$ 는 수소, 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬이고  $R^4$ 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 헤테로알킬 또는 치환된 알킬임)이 포함된다. 일부 경우에, 방향족 고리 상의 치환은 대칭적이며, 이는  $-NR^1R^2$  기, 및 (존재한다면)  $Z^1$  기 및  $Z^2$  기 각각이 동일함을 의미한다. 일부 실시 형태에서,  $R^1$ 은 수소이고  $R^2$ 는 아릴 기이다. 전형적으로,  $R^2$ 는 치환된 아릴 기이

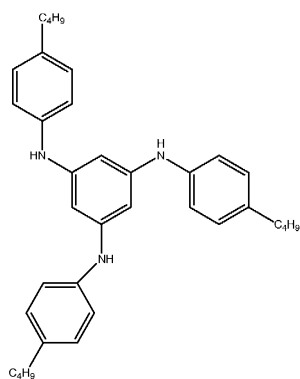


고, 여기서 치환체는 1 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이다. 일부 실시 형태에서,  $R^2$ 는 1 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기로 치환된 페닐 기이다. 다른 실시 형태에서,  $R^2$ 는 5 내지 25개의 탄소 원자 또는 10 내지 25개의 탄소 원자 또는 심지어 12 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기로 치환된 페닐기이다. 일부 이러한 실시 형태에서,  $Z^1$  및  $Z^2$ 는  $-NR^3R^4$  기이고, 여기서  $R^3$ 는  $R^1$ 과 동일하고  $R^4$ 는  $R^2$ 와 동일하다. 이러한 전하 증대 첨가제의 2가지 예가 하기에 화학식 III 및 화학식 IV로 나타나있다:

[화학식 III]

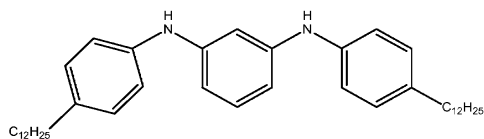


[화학식 IV]



화학식 II로 기술되는 재료에 포함되는 전하 증대 첨가제의 다른 적합한 부류에는, 예를 들어,  $Z^1$  기는 수소이고  $Z^2$  기는  $-NR^3R^4$ (여기서,  $R^1$  및  $R^3$ 는 수소이고  $R^2$  및  $R^4$ 는 아릴 기임)인 것들이 포함된다. 전형적으로,  $R^2$  및  $R^4$ 는 치환된 아릴 기이고, 여기서, 치환체는 1 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이다. 일부 실시 형태에서,  $R^2$  및  $R^4$ 는 1 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기로 치환된 페닐 기이다. 다른 실시 형태에서,  $R^2$  및  $R^4$ 는 5 내지 25개의 탄소 원자 또는 10 내지 25개의 탄소 원자 또는 심지어 12 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기로 치환된 페닐 기이다. 이러한 전하 증대 첨가제의 예가 하기에 화학식 V로 나타나있다.

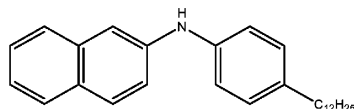
[화학식 V]



화학식 I로 기술되는 N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료의 다른 유용한 부류는, Ar이 나프탈렌 코리이고, n이 7이고, 각각의 G가 수소이고,  $R^1$ 이 수소이고  $R^2$ 가 아릴 기인 것들이다. 전형적으로,  $R^2$ 는 치환된 아릴 기이

고, 여기서 치환체는 1 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이다. 일부 실시 형태에서,  $R^2$ 는 5 내지 25개의 탄소 원자 또는 10 내지 25개의 탄소 원자 또는 심지어 12 내지 25개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기로 치환된 페닐기이다. 이러한 전하 증대 첨가제의 예가 하기에 화학식 VI로 나타나있다.

[0039] [화학식 VI]



[0040] 전형적으로, 전하 증대 첨가제는 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제 블렌드 중에, 블렌드의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 5 중량% 범위의 양으로 존재한다. 일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 0.1 내지 3 중량% 또는 0.25 내지 2 중량% 범위의 양으로 존재한다.

[0041] 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 블렌드는 잘 알려진 방법들에 의해 제조될 수 있다. 전형적으로, 블렌드는 용융 압출 기술을 사용하여 처리하므로, 배치(batch) 공정으로 블렌드를 예비블렌딩(preblend)하여 펠릿을 형성할 수 있거나, 또는 연속 공정으로 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제를 압출기에서 혼합할 수 있다. 연속 공정이 사용되는 경우, 열가소성 수지 및 전하 증대 첨가제를 고체로서 예비혼합하거나, 또는 압출기에 별도로 첨가하여 용융 상태에서 혼합할 수 있다.

[0042] 예비블렌딩된 펠릿을 형성하는 데 사용될 수 있는 용융 혼합기의 예로는 분산 혼합(dispersive mixing), 분배 혼합(distributive mixing), 또는 분산 혼합과 분배 혼합의 조합을 제공하는 것들이 포함된다. 배치(batch) 방법의 예로는 브라벤더(BRABENDER)(예를 들어, 미국 뉴저지주 사우스 핵센삭 소재의 씨.더블유. 브라벤더 인스트루먼트, 인크.(C.W. Brabender Instruments, Inc.)로부터 구매가능한 브라벤더 프레프 센터(BRABENDER PREP CENTER)) 또는 밴버리(BANBURY) 내부 혼합 및 롤 밀링 기기(예를 들어, 미국 코네티컷주 안소니아 소재의 페렐 컴퍼니(Farrel Co.)로부터 입수가 가능한 기기)를 사용하는 것들이 포함된다. 배치 혼합 후에, 생성된 혼합물을 즉시 켄칭하고(quenched) 후속 처리를 위해 혼합물의 용융 온도 미만으로 보관할 수 있다.

[0043] 연속 방법의 예로는 단축 압출, 이축 압출, 디스크 압출, 왕복동식(reciprocating) 단축 압출, 및 핀 배럴(pin barrel) 단축 압출이 포함된다. 연속 방법은 분배식 요소, 예컨대, 캐비티 트랜스퍼 혼합기(cavity transfer mixer)(예를 들어, 영국 쉬류스버리 소재의 라프라 테크놀로지, 리미티드(RAPRA Technology, Ltd.)로부터 구매가능한 CTM)와 핀 혼합 요소 둘 모두, 정전 혼합 요소 또는 분산 혼합 요소(예를 들어, 매드독(MADDOCK) 혼합 요소 또는 색슨(SAXTON) 혼합 요소로 구매가능)을 이용하는 것을 포함할 수 있다.

[0044] 배치 방법에 의해 제조되는 예비블렌딩된 펠릿을 압출하는 데 사용될 수 있는 압출기의 예로는 연속 처리에 관하여 상기에 기재된 것과 동일한 유형의 기기가 포함된다. 유용한 압출 조건은 통상 첨가제 없이 수지를 압출하는 데 적합한 것이다.

[0045] 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 압출된 블렌드는 필름 또는 시트로 캐스팅 또는 코팅될 수 있거나, 또는 알려진 기술을 사용하여 부직 섬유 웹으로 멜트-블로울될 수 있다. 멜트-블로온 부직 미세섬유 웹은 여과 매체로서 특히 유용하다.

[0046] 멜트-블로온 부직 미세섬유 일렉트릿 필터는 인공호흡기의 공기 필터 요소, 예컨대, 필터링 페이스피스로서, 또는 가정용 및 산업용 공기 조화기, 공기 청정기, 진공청소기, 의료용 공기 라인 필터, 및 차량용 및 통상적인 기기, 예컨대 컴퓨터, 컴퓨터 디스크 드라이브 및 전자 기기를 위한 공조 시스템과 같은 용도에 특히 유용하다. 인공호흡기에 사용되는 경우에는, 일렉트릿 필터는 성형되거나 접혀진 반면형(half-face) 인공호흡기, 교환식 카트리지 또는 캐니스터, 또는 프리필터(prefilter) 형태일 수 있다.

[0047] 본 발명에 유용한 멜트-블로온 미세섬유는 문헌[Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pp. 1342-1346] 및 문헌[Report No. 4364 of the Naval Research Laboratories, published May 25, 1954, entitled "Manufacture of Super Fine Organic Fibers" by Van A. Went et al.]에 기재된 바와 같이 제조될 수 있다.

[0048] 섬유 일렉트릿 필터용으로 유용한 멜트-블로온 미세섬유는 문헌 [Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles," Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952]에 설명된 방법에 따라 계산할 때, 전형적으로 유효 섬유 직경이 약 3 내지 30 마이크로미터, 일부 실시 형태에서는 약 7 내지

15 마이크로미터이다.

- [0050] 스테이플 섬유가 또한 웹에 존재할 수 있다. 스테이플 섬유의 존재는 통상 블로운 미세섬유만으로 된 웹보다 더욱 로프티(lofty)하고 덜 치밀한 웹을 제공한다. 바람직하게는, 약 90 중량% 이하, 더욱 바람직하게는 약 70 중량% 이하의 스테이플 섬유가 존재한다. 스테이플 섬유를 함유하는 웹의 예는 미국 특허 제4,118,531호(하우저(Hauser))에 개시되어 있다.
- [0051] 흡착제 입자 물질(sorbent particulate material), 예컨대 활성탄 또는 알루미늄이 또한 웹에 포함될 수 있다. 이러한 입자는 웹 내용물의 최대 약 80 부피%의 양으로 존재할 수 있다. 입자 로딩된(particle-loaded) 웹의 예는 예를 들어, 미국 특허 제3,971,373호(브라운(Braun)), 미국 특허 제4,100,324호(앤더슨(Anderson)) 및 미국 특허 제4,429,001호(콜핀(Kolpin) 등)에 기재되어 있다.
- [0052] 예를 들어, 안료, UV 안정제, 산화방지제 및 그 조합을 포함한 다양한 선택적인 첨가제가 열가소성 조성물과 블렌딩될 수 있다. 또한, N-치환된 아미노 탄소환식 방향족 재료의 기능을 방해하지 않거나 한다면, 필요한 경우 다른 유형의 전하 증대 첨가제가 첨가될 수 있다.
- [0053] 본 발명에 따라 제조되는 일렉트릿 필터 매체는 통상 평량이 약 10 내지 500 g/m<sup>2</sup>, 일부 실시 형태에서는, 약 10 내지 100 g/m<sup>2</sup>의 범위이다. 펄트-블로운 미세섬유 웹을 제조함에 있어서, 평량은 예를 들어, 콜렉터 속도 또는 다이 스트루트(die throughput)를 변화시켜 조절될 수 있다. 필터 매체의 두께는 전형적으로 약 0.25 내지 20 밀리미터, 일부 실시 형태에서는, 약 0.5 내지 2 밀리미터이다. 다중 층의 섬유 일렉트릿 웹이 필터 요소에 통상 사용된다. 섬유 일렉트릿 웹의 고형도(solidity)는 전형적으로 약 1% 내지 25%, 더욱 전형적으로 약 3% 내지 10%이다. 고형도는 웹의 고형물 분율을 정의하는 단위가 없는 파라미터이다. 일반적으로, 본 발명의 방법은 매체의 평량, 두께, 또는 고형도와 관계없이 웹 전반에 일반적으로 균일한 전하 분포를 갖는 일렉트릿 웹을 제공한다. 일렉트릿 필터 매체 및 이를 생성하기 위한 수지는 이의 전기 전도도를 증가시킬 수 있는 임의의 불필요한 처리, 예를 들어, 이온화 방사선, 감마선, 자외선 조사, 열분해, 산화 등에 대한 노출을 받아서는 안된다.
- [0054] 일렉트릿 웹은 웹이 형성될 때에 대전될 수 있거나, 웹은 웹이 형성된 후에 대전될 수 있다. 일렉트릿 필터 매체에서, 매체는 일반적으로 웹이 형성된 후에 대전된다. 일반적으로, 본 기술 분야에 알려진 임의의 표준 대전 방법이 사용될 수 있다. 예를 들어, 대전은 하이드로차징을 포함한 다양한 방식으로 행해질 수 있다. DC 코로나 방전과 하이드로차징의 조합이 또한 사용될 수 있다.
- [0055] 적합한 DC 코로나 방전 공정의 예는 미국 재등록 특허 제30,782호(반 턴호우트(van Turnhout)), 미국 재등록 특허 제31,285호(반 턴호우트), 미국 재등록 특허 제32,171호(반 턴호우트), 미국 특허 제4,215,682호(데이비스(Davis) 등), 미국 특허 제4,375,718호(워즈워스(Wadsworth) 등), 미국 특허 제5,401,446호(워즈워스 등), 미국 특허 제4,588,537호(클라세(Klaase) 등), 및 미국 특허 제4,592,815호(나카오(Nakao))에 기재되어 있다.
- [0056] 웹의 하이드로차징은 웹에 여과 향상 일렉트릿 전하를 제공하기에 충분한 압력에서 분사수 또는 수적류를 웹 상에 충돌시킴으로써 행해진다. 최적의 결과를 달성하는 데 필요한 압력은 사용된 분무기의 유형, 웹을 형성하는 중합체의 유형, 중합체에 대한 첨가제의 유형 및 농도, 웹의 두께 및 밀도, 및 전처리, 예컨대, DC 코로나 표면 처리가 하이드로차징 이전에 행해졌는 지의 여부에 따라 달라진다. 일반적으로, 약 69 내지 3450 kPa(10 내지 500 psi) 범위의 압력이 적합하다.
- [0057] 분사수 또는 수적류는 임의의 적합한 분무 수단에 의해 제공될 수 있다. 하이드로차징에서는 하이드로엔탱글링(hydroentangling)에서 일반적으로 사용되는 것보다 더 낮은 압력에서 작업이 행해지지만, 수압에 의해 얽힌(hydraulically entangling) 섬유에 유용한 장치가 일반적으로 본 발명의 방법에 유용하다. 하이드로차징은 미국 특허 제5,496,507호(안가디반드(Angadivand))에 기재된 방법, 그리고, 예를 들어, 일본 특허 출원 제2002161467호(호리구치(Horiguchi)), 일본 특허 출원 제2002173866호(타케다(Takeda)), 일본 특허 출원 제2002115177호(타케다), 일본 특허 출원 제2002339232호(타케다), 일본 특허 출원 제2002161471호(타케다), 일본 특허 제3,780,916호(타케다), 일본 특허 출원 제2002115178호(타케다), 일본 특허 출원 제2003013359호(호리구치), 미국 특허 제6,969,484호(호리구치), 미국 특허 제6,454,986호(에이즈먼(Eitzman)), 일본 특허 출원 제2004060110호(마스모리(Masumori)), 일본 특허 출원 제2005131485호(코다마(Kodama)), 및 일본 특허 출원 제2005131484호(코다마)에 기재된 것과 같은 유체 웨팅(wetting) 및 디웨팅(dewetting) 공정을 사용하여 일렉트릿 전하를 부여하기 위한 기타 각종 유도 방법을 포함하는 것으로 이해된다.
- [0058] 여과 성능을 모델링하기 위하여, 다양한 여과 시험 프로토콜이 개발되어 왔다. 이들 시험은 보통 필터 웹을

통한 에어로졸 침투의 퍼센트로서 나타내는, 다이옥틸프탈레이트(DOP)와 같은 표준 켈린지 에어로졸을 사용한 필터 웹의 에어로졸 침투(% Pen)의 측정치 및 필터 웹을 가로지르는 압력 강하( $\Delta P$ )의 측정치를 포함한다. 이들 두 측정치로부터, 품질 계수(quality factor; QF)로서 알려진 양을 하기 방정식에 의해 계산할 수 있다:

$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100) / \Delta P$$

여기서,  $\ln$ 은 자연 로그를 나타낸다. 더 높은 QF 값은 더 우수한 여과 성능을 나타내며, 감소된 QF 값은 감소된 여과 성능과 유효하게 상관관계가 있다. 이들 값을 측정하기 위한 세부 사항은 실시예 섹션에 나타난다. 전형적으로, 본 발명의 여과 매체는 6.9 센티미터/초의 면속도(face velocity)에서 측정된 QF 값이 0.3 이상이다.

[실시예]

이들 실시예는 단지 예시 목적만을 위한 것이며, 첨부된 특허청구범위의 범주를 제한하려는 것이 아니다. 실시예 및 나머지 명세서에서 모든 부, 백분율, 비 등은 달리 나타내지 않는 한 중량 기준이다. 사용한 용매 및 기타 시약들은 달리 지시되지 않는 한 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 입수하였다.

약어표

약어 또는 상표명	설명
전하 증대 첨가제-1	1,3,5-트리스(4-n-도데실아닐리노)벤젠, 합성은 합성에 섹션에 SE-1로 나타나있다.
전하 증대 첨가제-2	1,3,5-트리스(4-n-부틸아닐리노)벤젠, 합성은 합성에 섹션에 SE-2로 나타나있다.
전하 증대 첨가제-3	1,3-비스(4-n-도데실아닐리노)벤젠, 합성은 합성에 섹션에 SE-3으로 나타나있다.
전하 증대 첨가제-4	$\beta$ -(4-n-도데실아닐리노)나프탈렌, 합성은 합성에 섹션에 SE-4로 나타나있다.
PP-1	폴리프로필렌 수지 등급 1, 미국 텍사스주 어빙 소재의 엑손-모빌 코퍼레이션(Exxon-Mobil Corporation)으로부터 구매가능한, 에스코렌(ESCORENE) PP 3746G.
PP-2	폴리프로필렌 수지 등급 2, 미국 텍사스주 휴스턴 소재의 토틸 페트로케미칼스 유에스에이 인크.(Total Petrochemicals USA Inc.)로부터 구매가능한, 토틸(TOTAL) PP3960.

## 시험 방법

### 여과 시험

샘플을 % DOP 에어로졸 침투(% Pen) 및 압력 강하( $\Delta P$ )에 대해 시험하고, 품질 계수(QF)를 계산하였다. 부직 미세섬유 웹의 여과 성능(% Pen 및 QF)을, 켈린지 에어로졸로서 다이옥틸프탈레이트(DOP)를 사용한 자동화 필터 테스터 AFT 모델 8127(미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 티에스아이, 인크(TSI, Inc.)로부터 입수 가능) 및 필터를 가로지르는 압력 강하( $\Delta P$ (H<sub>2</sub>O의 mm))를 측정하는 MKS 압력 변환기를 사용하여 평가하였다. DOP 에어로졸은 공칭으로, 상류 농도가 100 mg/m<sup>3</sup>인 단분산된 0.3 마이크로미터 질량 중위 직경을 갖는다. 에어로졸 이온화 장치를 끈 채로, 42.5 리터/분의 보정된 유량(6.9 cm/s의 면속도)으로 필터 매체 샘플을 통해 에어로졸을 통과시켰다. 총 시험 시간은 23 초(15 초의 증가 시간(rise time), 4 초의 샘플 시간, 및 4 초의 퍼지 시간)이었다. 보정된 광도계를 사용하여, 필터 매체의 상류 및 하류 둘 모두를 광산란시켜 DOP 에어로졸의 농도를 측정하였다. DOP % Pen은 다음과 같이 정의된다: % Pen = 100 × (하류 DOP 농도/상류 DOP 농도). 각각의 재료에 대하여, BMF 웹의 상이한 위치에서 6회의 개별 측정을 행하고, 그 결과를 평균하였다.

% Pen 및  $\Delta P$ 를 사용하여 하기 식에 의해 QF를 계산하였다:

$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100) / \Delta P$$

여기서,  $\ln$ 은 자연 로그를 나타낸다. 더 높은 QF 값은 더 우수한 여과 성능을 나타내며 감소된 QF 값은 감소된 여과 성능과 유효하게 상관관계가 있다.

[0070] 원소 분석:

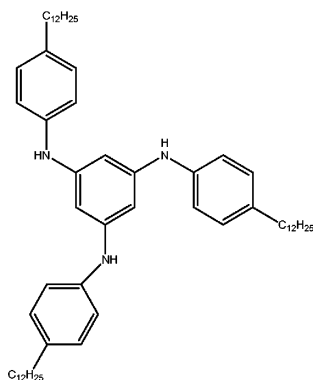
[0071] 레코(LECO) 932 CHNS 원소 분석기(미국 미시간주 세인트 조셉 소재의 레코 코퍼레이션(LECO Corp))를 사용하는 연소에 의해서, 탄소, 수소 및 질소의 중량 퍼센트에 대해 원소 분석 샘플을 분석하였다. 샘플은 3중복 분석하였다. 설파메타진 표준을 또한 분석하여 보정을 확인하였다. 각각의 개별 분석의 결과가 계산된 평균 및 표준 편차와 함께 나타나있다.

[0072] 열안정성 분석:

[0073] 미국 델라웨어주 뉴 캐슬 소재의 티에이 인스트루먼트(TA Instruments)로부터 입수가 가능한 열중량 분석기(TGA) 모델 2950을 사용하여 전하 증대 첨가제 샘플의 열안정성을 측정하였다. 대략 5 내지 10 밀리그램의 재료를 TGA에 넣고, 공기 환경 하에서 10℃/분의 비율로, 실온으로부터 500℃로 가열하면서 중량 손실을 측정하였다. 결과는 2%의 중량 손실이 발생하였을 때의 온도로서 나타낸다.

[0074] 합성예

[0075] 합성예 SE-1: 전하 증대 첨가제-1의 제조

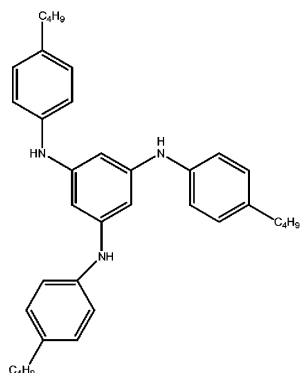


[0076]

[0077] 전하 증대 첨가제-1

[0078] 자석 교반 막대가 구비된 3구 둥근 바닥 플라스크에 플로로글루시놀 데하이드레이트(6.63 그램, 97%), 4-도데실아닐린(36.40 그램, 97%) 및 요오드(0.13 그램, 99%) 및 톨루엔(30 밀리리터)을 넣었다. 플라스크에 딘-스타크 트랩(Dean-Stark trap) 및 응축기를 설치한 후에, 이어서 일정하게 교반하면서 130℃에서 12시간 동안 가열하였다. 반응 혼합물의 온도가 약 60℃로 냉각되게 둔 후(혼합물은 점성 액체였음), 200 밀리리터의 에탄올에 천천히 부어서 침전시켰다. 여과를 통해 침전물을 분홍색 고체로서 얻었다. 에탄올(매회 150 밀리리터)로 2회 재결정하여, 진공(3.59 kPa(27 mmHg)) 하에 하룻밤 50℃에서 건조한 후에, 전하 증대 첨가제-1(31.0 그램, 87.8% 수율)을 밝은 분홍색 분말로서 제공하였다. 원소 분석 및  $^1\text{H}$  NMR 스펙트럼을 하기 결과로 얻었다: 원소 분석: (계산치: C, 84.15; H, 10.95; N, 4.91; 측정치: C, 84.28; H, 10.86, N, 4.85);  $^1\text{H}$  NMR(400MHz  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  7.07(d,  $J=8.32\text{Hz}$ , 6H), 7.02(d,  $J=8.32\text{Hz}$ , 6H), 6.21(s, 3H), 5.51(s, 3H), 2.53(t,  $J=7.6\text{Hz}$ , 6H), 1.65-1.50(m, 6H), 1.28-1.15(m, 54H), 0.88(t,  $J=7.6\text{Hz}$ , 9H). 상기한 열안정성 시험 방법을 사용하여 열안정성을 측정하였다. 그 결과를 하기 표 1에 나타낸다.

[0079] 합성예 SE-2: 전하 증대 첨가제-2의 제조



[0080]

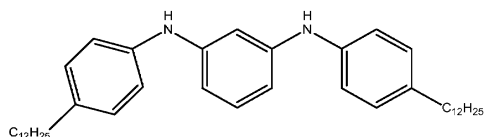
[0081] 전하 증대 첨가제-2

[0082]

자석 교반 막대가 구비된 3구 둥근 바닥 플라스크에 플로로글루시놀 데하이드레이트(20.00 그램, 97%), 4-부틸아닐린(73.63 그램, 97%) 및 요오드(0.40 그램, 99%)를 넣었다. 플라스크에 딘-스타크 트랩 및 응축기를 설치한 후에, 이어서 일정하게 교반하면서 150℃에서 20시간 동안 가열하였다. 반응 혼합물의 온도가 약 60℃로 냉각되게 둔 후(혼합물은 점성 액체였음), 200 밀리리터의 에탄올에 천천히 부어서 침전시켰다. 여과를 통해 침전물을 분홍색 고체로서 얻었다. 에탄올로 재결정하여, 진공(3.59 kPa(27 mmHg)) 하에 하룻밤 50℃에서 건조한 후에, 전하 증대 첨가제-2(42.0 그램, 67.5% 수율)를 밝은 분홍색 분말로서 제공하였다. 원소 분석 및  $^1\text{H}$  NMR 스펙트럼을 하기 결과로 얻었다: 원소 분석: (계산치: C, 83.19; H, 8.73; N, 8.08; 측정치: C, 83.08; H, 8.79, N, 8.00);  $^1\text{H}$  NMR(400MHz  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  7.08(d, J=8.24Hz, 6H), 7.02(d, J=8.24Hz, 6H), 6.21(s, 3H), 5.51(s, 3H), 2.55(t, J=7.6Hz, 6H), 1.65-1.53(m, 6H), 1.40-1.30(m, 6H), 0.93(t, J=7.60Hz, 9H). 상기한 열안정성 시험 방법을 사용하여 열안정성을 측정하였다. 그 결과를 하기 표 1에 나타낸다.

[0083]

합성예 SE-3: 전하 증대 첨가제-3의 제조



[0084]

[0085]

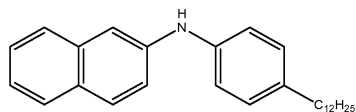
전하 증대 첨가제-3

[0086]

자석 교반 막대가 구비된 3구 둥근 바닥 플라스크에 레소르시놀(5.83 그램, 98%), 4-도데실아닐린(30.00 그램, 97%) 및 요오드(0.15 그램, 99%)를 넣었다. 플라스크에 응축기를 설치하고  $\text{N}_2$ 로 플러싱하여 공기를 제거한 후에, 플라스크를 오일조에 넣었다. 오일을 가열하고 혼합물이 액체가 되었을 때 자석 교반기를 켜다. 혼합물을 일정하게 교반하면서 190℃에서 24시간 동안 가열하였다. 실온으로 냉각하는 동안 반응 혼합물이 고화되었고, 에탄올(60 밀리리터)을 플라스크에 첨가하였다. 플라스크를 재가열하여 혼합물을 5분 동안 끓였다. 생성된 용액을 하룻밤 냉장고에 넣어서 짙은 적색 고체를 얻었고, 여과에 의해 수집하였다. 아세톤(100 밀리리터)에 용해하고 활성탄(2.0 그램)을 첨가하여 변색 제거를 행하였다. 이렇게 처리된 고체를 메틸렌 클로라이드를 용리액으로 사용하여 실리카 젤(70 내지 150 메시, 알파-에이서(Alfa Aesar)로부터 구매가능)에 통과시켜 크로마토그래피에 의해 추가로 정제하였다. 회전 증발기를 사용하여 용매를 제거하고 고체를 하룻밤 진공(3.59 kPa(27 mmHg)) 하에 50℃에서 건조한 후에, 순수한 생성물을 밝은 창백한 분말(6.50 그램, 20.6% 수율)을 얻었다. 원소 분석 및  $^1\text{H}$  NMR 스펙트럼을 하기 결과로 얻었다: 원소 분석: (계산치: C, 84.50; H, 10.81; N, 4.69; 측정치: C, 84.64; H, 10.52, N, 4.69);  $^1\text{H}$  NMR(400MHz  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  7.10-7.05(m, 5H), 7.02(d, J=8.36Hz, 4H), 6.67(s, 1H), 6.55(d, J=8.0Hz, 2H), 5.58(bs, 2H), 2.54(t, J=7.84Hz, 4H), 1.65-1.50(m, 4H), 1.40-1.20(m, 36H), 0.93(t, J=7.84Hz, 6H). 상기한 열안정성 시험 방법을 사용하여 열안정성을 측정하였다. 그 결과를 하기 표 1에 나타낸다.



[0087] 합성예 SE-4: 전하 증대 첨가제-4의 제조



[0088]

[0089] 전하 증대 첨가제-4

[0090] 자석 교반 막대가 구비된 3구 둥근 바닥 플라스크에 β-나프톨(20.60 그램), 4-도데실아닐린(35.00 그램, 97%) 및 요오드(0.50 그램, 99%)를 넣었다. 플라스크에 응축기를 설치하고 N<sub>2</sub>로 플러싱하여 공기를 제거한 후에, 플라스크를 오일조에 넣었다. 오일을 가열하고 혼합물이 액체가 되었을 때 자석 교반기를 켜다. 혼합물을 일정하게 교반하면서 190℃에서 48시간 동안 가열하였다. 실온으로 냉각하는 동안 반응 혼합물이 고화되었고, 에탄올(100 밀리리터)을 플라스크에 첨가하였다. 플라스크를 가열하여 혼합물을 5분 동안 끓였다. 생성된 용액을 하룻밤 냉장고에 넣어서 짙은 회색 고체를 얻었고, 여과에 의해 수집하였다. 에탄올(80 밀리리터)로 재결정하여, 진공(3.59 kPa(27 mmHg)) 하에 하룻밤 50℃에서 건조한 후에, 전하 증대 첨가제-4를 회색-녹색빛 분말(19.6 그램, 39% 수율)로서 산출하였다. 원소 분석 및 <sup>1</sup>H NMR 스펙트럼을 하기 결과로 얻었다: 원소 분석: (계산치: C, 86.76; H, 9.62; N, 3.61; 측정치: C, 86.32; H, 9.45, N, 3.59); <sup>1</sup>H NMR(400MHz CDCl<sub>3</sub>) δ 7.72(d, J=8.88 Hz, 2H), 7.62(d, J=8.24Hz, 1H), 7.40-7.35(m, 2H), 7.30-7.24(m, 1H), 7.20-7.08(m, 5H), 5.77(s, 1H), 2.58(t, J=7.04Hz, 2H), 1.70-1.50(m, 2H), 1.35-1.20(m, 18H), 0.93(t, J=7.04Hz, 3H). 상기한 열안정성 시험 방법을 사용하여 열안정성을 측정하였다. 그 결과를 하기 표 1에 나타낸다.

[0091] [표 1]

전하 증대 첨가제	2% 중량 손실에서의 온도 (°C)
1	371
2	324
3	222
4	268

[0092]

[0093] 실시예 1 내지 실시예 11 및 비교예 C1 내지 비교예 C6

[0094] 실시예 및 비교예 각각에 대하여, 하기에 기재된 절차를 따랐다. 이들 실시예에 대한 데이터는 표 2 및 표 3에 나타나있다.

[0095] 단계 A - 미세섬유 웹의 제조:

[0096] 각각의 실시예에 대해, 상기한 전하 증대 첨가제 중 하나(전하 증대 첨가제 1, 2, 3 또는 4 중 어느 하나)를 선택하고 표 2에 나타난 농도의 2개의 등급의 폴리프로필렌 중 하나와 건식 블렌딩하고, 문헌 [Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pp. 1342-1346 and Naval Research Laboratory Report 111437 (Apr. 15, 1954)]에 기재된 바와 같이 블렌드를 압출하였다. 압출 온도는 약 250℃ 내지 300℃의 범위이고 압출기는 약 2.5 내지 3 kg/hr(5 내지 7 lb/hr)의 속도로 작동하는 브라벤퍼 원추형 이축 압출기(브라벤퍼 인스트루먼트, 인크.로부터 구매가능)였다. 다이는 센티미터당 10개의 구멍(인치당 25개의 구멍)을 가지며, 폭이 25.4 cm(10 in)였다. 평량이 49 내지 97 g/m<sup>2</sup>이고, 유효 섬유 직경이 7.3 내지 14.1 마이크로미터이고 두께가 약 0.71 내지 1.55 밀리미터인 펠트-블로운 미세섬유(BMF) 웹를 형성하였다.

[0097] 유사하게, 각각의 비교예에 대하여, 상응하는 실시예 웹와 동일한 등급의 폴리프로필렌으로부터 BMF 웹를 제조하였으나, 전하 증대 첨가제는 첨가하지 않았다. 표 2는 각각의 실시예에 대한 특정 웹 특성을 요약한다.

[0098] 단계 B - 일렉트릿 제조

[0099] 상기 단계 A에서 제조된 BMF 웹 각각을 2가지 일렉트릿 대전 방법 중 하나에 의해 대전시켰다: 하이드로차징, 또는 코로나 전처리와 하이드로차징의 조합. 표 2는 각각의 샘플에 적용한 특정 대전 방법을 요약한다.

[0100] 대전 방법 1 - 하이드로차징:

[0101] 전도도가 5 microS/cm 미만인 고순도 물의 미세 스프레이를, 896 킬로파스칼(130 psig)의 압력 및 대략 1.4 리터/분의 유량에서 작동하는 노즐로부터 연속하여 발생시켰다. 진공에 의해 물을 아래로부터 웨브를 통과해 끌어 당기면서 동시에, 단계 A에서 제조된 선택된 BMF 웨브를 대략 10 센티미터/초의 속도로 물 스프레이를 통과해 다공성 벨트로 운반하였다. 각각의 BMF 웨브를 2회 (순차적으로 각 면에 1회씩) 하이드로차저(hydrocharger)에 통과시킨 다음, 여과 시험 전에 하룻밤 동안 완전히 건조시켰다.

[0102] 대전 방법 2 - 코로나 전처리 및 하이드로차징:

[0103] 상기 단계 A에서 제조된 선택된 BMF 웨브를 DC 코로나 방전에 의해 전처리하였다. 방전 소스(discharge source) 길이 센티미터당 약 0.01 밀리암페어의 코로나 전류를 갖는 코로나 브러시 소스(corona brush source) 하에서 약 3 센티미터/초의 속도로 접지 표면 상에 웨브를 통과시킴으로써, 코로나 전처리를 달성하였다. 웨브가 수송되는 접지 표면에서 약 3.5 센티미터 위쪽에 코로나 소스를 배치하였다. 코로나 소스는 양의 DC 전압으로 구동시켰다. 그 다음, BMF 웨브를 대전 방법 1에 기재된 바와 같이 하이드로차징에 의해 대전시켰다.

[0104] 여과 성능

[0105] 상기 단계 B에서 제조된 대전된 샘플 각각을 1 미터 조각으로 절단하였다. 상기에 제공한 시험 방법에 기재된 바와 같이, 각각의 조각을 % DOP 에어로졸 침투(% Pen) 및 압력 강하( $\Delta P$ )에 대해 시험하고, 품질 계수(QF)를 계산하였다. 이러한 결과를 하기 표 3에 % Pen,  $\Delta P$  및 QF로서 보고한다.

[0106] [표 2]

예	전하 증대 첨가제 실시예	대전 방법	수지 등급	첨가제 농도 (중량%)	유효 섬유 직경 ( $\mu\text{m}$ )	고형도 (%)	평량(g/ $\text{m}^2$ )	두께 (mm)
1	2	1	PP1	1	14.1	6.9	97	1.55
2	2	1	PP1	1	13.9	7.7	50	0.71
3	1	1	PP1	1	12.0	7.4	49	0.74
4	1	1	PP1	1	10.3	6.0	52	0.97
C1	없음	1	PP1	0	7.6	5.3	55	1.16
5	1	1	PP2	0.75	7.4	5.0	59	1.30
C2	없음	1	PP2	0	7.6	5.7	59	1.13
6	1	2	PP2	0.75	7.4	5.0	59	1.30
C3	없음	2	PP2	0	7.6	5.3	59	1.30
7	1	1	PP1	0.75	9.4	5.7	56	1.08
C4	없음	1	PP1	0	7.8	5.9	53	0.99
8	1	1	PP2	0.75	10.2	6.9	60	0.97
C5	없음	1	PP2	0	7.7	6.0	60	1.11
9	4	1	PP1	1	8.9	6.0	52	0.97
10	4	1	PP1	0.5	7.7	6.0	52	0.97
11	3	1	PP1	0.5	7.5	6.2	50	0.89
C6	없음	1	PP1	0	7.3	5.9	57	1.08

[0107]

[0108] [표 3]

예	대전 방법	% Pen	$\Delta P$ ( $\text{H}_2\text{O}$ 의 mm)	QF
1	1	9.39	1.2	1.99
2	1	31.68	0.56	2.07
3	1	13.10	0.78	2.61
4	1	6.17	1.06	2.64
C1	1	36.90	2.2	0.45
5	1	0.75	2.33	2.12
C2	1	52.82	2.07	0.31
6	2	1.52	2.32	1.83
C3	2	21.05	2.37	0.67
7	1	8.94	1.25	1.94
C4	1	21.85	1.83	0.83
8	1	3.67	1.50	2.22
C5	1	17.10	1.88	0.94
9	1	36.23	1.33	0.76
10	1	33.88	1.65	0.66
11	1	11.14	2.03	1.08
C6	1	43.48	1.82	0.46

[0109]