

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4614606号
(P4614606)

(45) 発行日 平成23年1月19日(2011.1.19)

(24) 登録日 平成22年10月29日(2010.10.29)

(51) Int.Cl.

F I

DO4H 3/14 (2006.01)
DO1D 5/098 (2006.01)DO4H 3/14 Z
DO1D 5/098

請求項の数 24 (全 22 頁)

(21) 出願番号 特願2001-546995 (P2001-546995)
 (86) (22) 出願日 平成12年12月20日(2000.12.20)
 (65) 公表番号 特表2003-518206 (P2003-518206A)
 (43) 公表日 平成15年6月3日(2003.6.3)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2000/034622
 (87) 国際公開番号 W02001/046507
 (87) 国際公開日 平成13年6月28日(2001.6.28)
 審査請求日 平成19年9月7日(2007.9.7)
 (31) 優先権主張番号 09/467,166
 (32) 優先日 平成11年12月20日(1999.12.20)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 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 NEMO
 URS AND COMPANY
 アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイلم
 ントン、マーケット・ストリート 100
 7
 (74) 代理人 100082005
 弁理士 熊倉 禎男
 (74) 代理人 100084009
 弁理士 小川 信夫
 (74) 代理人 100084663
 弁理士 箱田 篤

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熔融紡糸ポリエステル不織布シート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

実質的に連続した熔融紡糸繊維の不織布シートの製造法において、該製造法は
 固有粘度が 0.62 dl/g よりも低いポリ(エチレンテレフタレート)を少なくとも
 30重量%含む熔融紡糸可能な重合体を紡糸ブロックの多数の毛管の孔を通して押出して
 実質的に連続した繊維のフィラメントをつくり、

該押出された繊維のフィラメントを該繊維のフィラメントに延伸張力を与えるように延
 伸ジェットの中に供給することにより該押出された繊維のフィラメントを延伸し、ここで
 該延伸ジェットは繊維の入口、フィラメントが進行する方向にフィラメントを空気ジェッ
 トによって引張る繊維の通路、および延伸ジェットから延伸されたフィラメントが取り出
 される繊維の出口を含むものを使用し、

延伸された繊維のフィラメントを実質的に連続した繊維のフィラメントとして延伸ジェ
 ットの繊維の出口から下方へ少なくとも 6000 m/分 の速度で取り出し、

延伸ジェットの繊維の出口から取り出された平均の断面積が $90 \mu^2$ 以下の繊維のフィ
 ラメントを捕集面の上に層状に重ね、

該繊維のフィラメントを一緒に接合して不織布シートをつくる工程から成り、この際該
 不織布シートは坪量が 125 g/m^2 より少なく、該不織布シートは機械方向および交叉
 方向を有し、また該不織布シートは機械方向および交叉方向の両方においてGrab引張り
 強さがASTM D5034に従って測定し坪量に対して正規化した場合少なくとも $0.7 \text{ N/(g/m}^2)$
 であることを特徴とする方法。

10

20

【請求項 2】

該不織布シートの繊維のフィラメントの少なくとも 75 重量%は固有粘度が 0.62 dl/g よりも低い該ポリ(エチレンテレフタレート)を主成分として含んでいることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

該ポリ(エチレンテレフタレート)の固有粘度は $0.40 \sim 0.60 \text{ dl/g}$ の範囲であることを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 4】

該ポリ(エチレンテレフタレート)の固有粘度は $0.45 \sim 0.58 \text{ dl/g}$ の範囲であることを特徴とする請求項 3 記載の方法。

10

【請求項 5】

該不織布シートの繊維のフィラメントは変動係数によって測定された平均のデニールの変動度が 25% よりも大きいことを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】

シートのボイル・オフ収縮は 5% よりも小さいことを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 7】

固有粘度が 0.62 dl/g よりも低い該ポリ(エチレンテレフタレート)を主成分として含んでいる該不織布シートのフィラメントの少なくとも 75 重量%はボイル・オフ収縮が 5% よりも小さいことを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 8】

延伸された繊維のフィラメントは少なくとも 7000 m/分 の速度で延伸ジェット of 繊維の出口から下方へ取り出される請求項 1 記載の方法。

20

【請求項 9】

延伸された繊維のフィラメントは少なくとも 8000 m/分 の速度で延伸ジェット of 繊維の出口から下方へ取り出される請求項 1 記載の方法。

【請求項 10】

該延伸ジェットの繊維の入口は該紡糸ブロックの該毛管の孔から少なくとも 30 cm の距離だけ離されていることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 11】

繊維のフィラメントが該紡糸ブロックの毛管の孔から延伸ジェットの繊維の入口へと通過する際 $5 \sim 25$ の範囲の温度の急冷用の空気流によって繊維のフィラメントを急冷することを特徴とする請求項 10 記載の方法。

30

【請求項 12】

延伸ジェットの繊維の出口から取り出される繊維のフィラメントは、繊維が延伸ジェットの繊維の出口から取り出される方向に対して平行な方向に延びた延長板によって案内されることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 13】

固有粘度が 0.62 dl/g より低いポリ(エチレンテレフタレート)を少なくとも 30 重量%含む熔融紡糸された実質的に連続した繊維(A)を少なくとも 75 重量%含有する不織布シートにおいて、該繊維の平均の断面積は $9.0 \mu^2$ 以下であり、該不織布シートは坪量が 125 g/m^2 よりも少なく、該不織布シートは機械方向および交叉方向を有し、また該不織布シートは機械方向および交叉方向の両方においてグラブ引張り強さが ASTM D5034 に従って測定し坪量に対して正規化した場合少なくとも $0.7 \text{ N/(g/m}^2)$ であることを特徴とする不織布シート。

40

【請求項 14】

該繊維(A)は固有粘度が 0.62 dl/g よりも低い該ポリ(エチレンテレフタレート)を主成分として含んでいることを特徴とする請求項 13 記載の不織布シート。

【請求項 15】

該ポリ(エチレンテレフタレート)の固有粘度は $0.40 \sim 0.60 \text{ dl/g}$ の範囲であることを特徴とする請求項 14 記載のシート。

50

【請求項 16】

該ポリ(エチレンテレフタレート)の固有粘度は0.45～0.58 dl/gの範囲であることを特徴とする請求項15記載のシート。

【請求項 17】

該繊維(A)のフィラメントは変動係数によって測定された平均のデニールの変動度が25%よりも大きいことを特徴とする請求項13記載のシート。

【請求項 18】

シートのボイル・オフ収縮は5%よりも小さいことを特徴とする請求項13記載のシート。

【請求項 19】

該繊維(A)のボイル・オフ収縮は5%よりも小さいことを特徴とする請求項13記載のシート。

【請求項 20】

該繊維(A)は多成分繊維であり、その一成分が該ポリ(エチレンテレフタレート)であることを特徴とする請求項13記載のシート。

【請求項 21】

該繊維(A)の一成分はポリエチレンであることを特徴とする請求項13記載のシート。

【請求項 22】

請求項13記載の不織布シートからつくられた拭き取り材料。

【請求項 23】

請求項13記載の不織布シートから成る第1のシート層、および合成重合体からメルトブローされた繊維から主として成る第2のシート層から構成され、該第2のシート層は第1および第2の相対する側面をもち、該第2のシート層の第1の側面は該第1のシート層に接合されていることを特徴とする複合シート。

【請求項 24】

請求項13の不織布シートから成る第3のシート層を具備し、該第2のシート層の第2の側面は該第3のシート層に接合されていることを特徴とする請求項23記載の複合シート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(本発明の背景)

本発明は不織布繊維構造物、特に一緒に保持された細い熔融紡糸ポリエステル繊維から織物または編物にする操作を行わずにつくられた繊維布およびシート構造物に関する。

【0002】

(関連技術の説明)

不織布繊維構造物は多年に亘ってつくられており、現在では工業的に使用される異なった多様な繊維布技術が存在している。繊維布技術はなお新しい用途および競合的な利点を探求する人々によって開発が続けられている。繊維布シートは通常熔融紡糸した熱可塑性重合体繊維からつくられる。

【0003】

熔融紡糸された繊維は多数の細い通常は円形の紡糸口金の毛管からフィラメントとして熔融した熱可塑性重合体材料を押し出すことによってつくられた小さい直径の繊維である。熔融紡糸された繊維は一般に連続しており、通常は約5 μ以上の平均直径をもっている。実質的に連続なスパンボンド繊維は高速熔融紡糸法、例えば米国特許3,802,817号、5,545,371号、および5,885,909号記載のような高速紡糸法を用いて製造されてきた。高速熔融紡糸法においては、1個またはそれ以上の押出し機によって熔融した重合体を紡糸パックに供給し、ここで重合体を一連の毛管の孔に通しながら繊維化してフィラメントのカーテンをつくる。フィラメントは毛管を出た後、空気急冷区域の中で部分的に冷却される。フィラメントを空気によって延伸して太さを減少し、フィラメ

10

20

30

40

50

ントに強度を増加させる。

【 0 0 0 4 】

繊維布シートは熔融紡糸可能な重合体、例えばポリエチレン、ポリプロピレンおよびポリエステルを熔融紡糸することによって製造されてきた。熔融紡糸法によれば、熔融紡糸された繊維を通常動いているベルと、スクリム（目の粗い布）または他の繊維性の層の上に沈積させる。沈積された繊維は通常互いに接合させて実質的に連続な繊維から成るシートをつくる。

【 0 0 0 5 】

熔融紡糸して繊維布シートにするのに用いられてきたポリエステル重合体にはポリ（エチレンテレフタレート）が含まれる。このような繊維布シート構造物を熔融紡糸するのに用いられてきたポリ（エチレンテレフタレート）の固有粘度は $0.65 \sim 0.70 \text{ dl/g}$ の範囲にある。重合体の固有粘度または「 IV 」は重合体の分子量の目安であり、 IV が高いことは高分子量の証左である。 IV が約 0.62 dl/g 以下のポリ（エチレンテレフタレート）は「低 IV 」のポリエステルである。低 IV のポリエステルは歴史的には繊維布シート材料を熔融紡糸するには使用されてこなかった。これは、効率的に沈積させ接合して繊維布シートをつくることのできるフィラメントを熔融紡糸するには低 IV ポリエステルはあまりにも弱いと考えられているためである。低 IV ポリエステルから熔融紡糸された繊維はあまりにも弱く不連続的であるため、熔融紡糸シートを製造する高速度の工程に耐えることができないと考えられてきた。また低 IV ポリエステルから熔融紡糸された繊維布シートは殆ど強度をもっていないと考えられてきた。何故なら低 IV ポリエステルの短い重合鎖は通常の IV をもったポリエステルから紡糸された繊維の長い重合鎖とはお互いの間の相互作用が殆どないからである。

【 0 0 0 6 】

従来、固有粘度の低いポリ（エチレンテレフタレート）繊維は押出された後巻取り機を用いて糸巻きに捕集されてきた。例えば米国特許 5,407,621 号には紡糸速度 4.1 km/分 で 0.60 dl/g の固有粘度をもったポリ（エチレンテレフタレート）から紡糸された 0.5 デニール/フィラメント（ dpf ）の糸束が記載されている。米国特許 4,828,456 号には紡糸速度 5.8 km/分 で 0.58 dl/g の固有粘度をもったポリ（エチレンテレフタレート）から紡糸された 2.2 デニール/フィラメント（ dpf ）の糸束が記載されている。従来でもポリ（エチレンテレフタレート）の繊維および糸は低 IV ポリエステルからつくられてきたが、低 IV ポリ（エチレンテレフタレート）ポリエステルからは低デニールのフィラメントをもった強い繊維布シートはこれまで熔融紡糸されていない。

【 0 0 0 7 】

（本発明の概要）

本発明においては、実質的に連続した熔融紡糸繊維の不織布シートの製造法において、該製造法は、固有粘度が 0.62 dl/g よりも低いポリ（エチレンテレフタレート）を少なくとも 30 重量%含む熔融紡糸可能な重合体を紡糸ブロックの多数の毛管の孔を通して押出して実質的に連続した繊維のフィラメントをつくり；該押出された繊維のフィラメントを該繊維のフィラメントに延伸張力を与えるように延伸ジェットの中に供給することにより該押出された繊維のフィラメントを延伸し、ここで該延伸ジェットは繊維の入口、フィラメントが進行する方向にフィラメントを空気ジェットによって引張る繊維の通路、および延伸ジェットから延伸されたフィラメントが取り出される繊維の出口を含むものを使用し；延伸された繊維のフィラメントを実質的に連続した繊維のフィラメントとして延伸ジェットの繊維の出口から下方へ少なくとも 6000 m/分 の速度で取り出し；延伸ジェットの繊維の出口から取り出された平均の断面積が約 $90 \mu^2$ 以下の繊維のフィラメントを捕集面の上に層状に重ね；該繊維のフィラメントを一緒に接合して不織布シートをつくる工程から成る方法が提供される。この不織布シートは坪量が 125 g/m^2 より少なく、該不織布シートは機械方向および交叉方向を有し、また該不織布シートは機械方向および交叉方向の両方においてグラブ引張り強さが ASTM D 5034 に従って測定し坪量

10

20

30

40

50

に対して正規化した場合少なくとも $0.7 \text{ N} / (\text{g} / \text{m}^2)$ である。

【0008】

好ましくは、該不織布シートの繊維のフィラメントの少なくとも75重量%は固有粘度が $0.62 \text{ dl} / \text{g}$ よりも低い該ポリ(エチレンテレフタレート)を主成分として含んでいる。該ポリ(エチレンテレフタレート)の固有粘度はさらに好ましくは $0.40 \sim 0.60 \text{ dl} / \text{g}$ 、最も好ましくは $0.45 \sim 0.58 \text{ dl} / \text{g}$ の範囲である。該不織布シートの繊維のフィラメントは変動係数によって測定された平均のデニールの変動度が25%よりも大きい。不織布シートのボイル・オフ収縮は5%よりも小さいことが好ましい。

【0009】

本発明方法においては、延伸された繊維のフィラメントは7000または8000m/分の速度で延伸ジェット of 繊維の出口から下方へ取り出される。該延伸ジェットの繊維の入口は該紡糸ブロックの該毛管の孔から少なくとも30cmの距離だけ離され、繊維のフィラメントが該紡糸ブロックの毛管の孔から延伸ジェットの繊維の入口へと通過する際5~25の範囲の温度の急冷用の空気流によって繊維のフィラメントを急冷することが好ましい。また、延伸ジェットの繊維の出口から取り出される繊維のフィラメントは、繊維が延伸ジェットの繊維の出口から取り出される方向に対して平行な方向に延びた延長板によって案内され、該繊維のフィラメントは該延長板の1cm以内の所を少なくとも5cmの距離に亘って通過することが好適である。

【0010】

さらに本発明においては、固有粘度が $0.62 \text{ dl} / \text{g}$ より低いポリ(エチレンテレフタレート)を少なくとも30重量%含む熔融紡糸された実質的に連続した繊維(A)を少なくとも75重量%含有する不織布シートにおいて、該繊維の平均の断面積は約 $90 \mu^2$ 以下である不織布シートが提供される。この不織布シートは坪量が $125 \text{ g} / \text{m}^2$ よりも少なく、該不織布シートは機械方向および交叉方向の両方においてグラブ引張り強さがASTM D5034に従って測定し坪量に対して正規化した場合少なくとも $0.7 \text{ N} / (\text{g} / \text{m}^2)$ である。好ましくは、該繊維(A)は固有粘度が $0.62 \text{ dl} / \text{g}$ よりも低い、さらに好ましくは $0.40 \sim 0.60 \text{ dl} / \text{g}$ の範囲の、最も好ましくは $0.45 \sim 0.58 \text{ dl} / \text{g}$ の範囲のポリ(エチレンテレフタレート)を主成分として含んでいる。

【0011】

本発明の不織布シートの繊維(A)は多成分繊維であり、その一成分が該ポリ(エチレンテレフタレート)であることができる。繊維(A)の他の成分はポリエチレンであることもできる。本発明の不織布シートは拭き取り材料として使用することができる。また本発明はシートの一つの層が上記本発明の不織布シートから成る複合シートに関する。

【0012】

本発明は添付図面を含めて行う詳細な説明によってさらに容易に理解されるであろう。従って本発明を説明するのに特に適した図面を添付する。これらの図面は単に説明を行うことが目的であり、また正確な尺度に合わせられていないことを理解されたい。

【0013】

(定義)

本明細書において使用される「重合体」という言葉は、一般に単独重合体、共重合体(例えばブロック、グラフト、不規則および交替共重合体)、三元重合体等、およびこれらの配合物および変性物を含んでいるが、これだけに限定されるものではない。さらに特記しない限り「重合体」という言葉はこれらの材料のすべての可能な形態を含むものとする。これらの形態にはアイソタクティック、シンジオタクティックおよび不規則な対照性をもったものが含まれるが、これだけに限定されない。

【0014】

本明細書において使用される「ポリエチレン」という言葉は、エチレンの単独重合体ばかりでなく、少なくとも75%の反復単位がエチレン単位である共重合体も含むものとする。

【0015】

10

20

30

40

50

本明細書において使用される「ポリエステル」という言葉は、反復単位の少なくとも85%がカルボン酸とジヒドロキシアルコールとの縮合生成物であってエステル単位をつくることによって重合体の結合が形成されている重合体を含むものとする。この中には芳香族、脂肪族の飽和および不飽和酸並びにジアルコールが含まれるが、これだけには限定されない。本明細書において使用される「ポリエステル」という言葉はまた共重合体（ブロック、グラフト、不規則および交替共重合体、配合物およびその変性物を含んでいるが、それがけには限定されない。ポリエステルの通常の例はエチレングリコールとテレフタル酸との縮合生成物であるポリ（エチレンテレフタレート）である。

【0016】

本明細書において使用される「ポリ（エチレンテレフタレート）」という言葉は、反復単位の大部分がエチレングリコールとテレフタル酸との縮合生成物であってエステル単位の生成によって重合体の結合がつけられている重合体および共重合体を含むものとする。

10

【0017】

本明細書において使用される「熔融紡糸繊維」という言葉は、紡糸口金の通常は円形の多数の細い毛管から熔融した熱可塑性重合体材料をフィラメントとして押出し、次いで押出されたフィラメントの直径を迅速に減少させることによりつくられた小さい直径の繊維を意味する。熔融紡糸繊維は一般に連続繊維であり、平均直径は約5 μ以上である。

【0018】

本明細書において使用される「不織布、シートまたはウエップ」という言葉は、不規則な方法で配置され編物繊維布におけるような識別し得るパターンをもたない平らな材料をつくっている個々の繊維または糸の構造物を意味する。

20

【0019】

本明細書において使用される「機械方向」という言葉は、シートの面内における長手方向、即ちシートがつけられた方向である。「交叉方向」という言葉はシートの面内において機械方向に実質的に垂直な方向である。

【0020】

本明細書において使用される「一体となった繊維シート」という言葉は、構造物全体を通じて同じ種類の繊維または繊維配合物からつくられた織物繊維布または不織布であって、該繊維が区別し得るような積層物または他の支持構造物をもたない実質的に均一な層をなしている繊維布を意味する。

30

【0021】

本明細書において使用される「拭き取り材料」という言葉は、対象物から粒子または液体を除去するのに使用される一つまたはそれ以上の繊維の層からつくられた織物繊維布または不織布を意味する。

【0022】

（試験法）

上記の説明および下記の本発明を限定しない実施例において、下記の試験法を使用して種々の報告された特性および性質を決定した。ASTMはAmerican Society for Testing and Materialsを意味し、INDAはNonwovens Fabric Industryを意味し、IESTはInstitute of Environmental Sciences and Technologyを意味し、AATCCはAmerican Association of Textile Chemists and Coloristsを意味する。

40

【0023】

繊維の直径は随時顕微鏡を用いて測定し、平均値としてμ単位で報告する。

【0024】

変動係数（CV）は一連の数値における変動の目安であり、下記式に従って計算される：

$$CV = (\text{標準偏差} / \text{平均値}) \times 100\%$$

繊維の太さは繊維9000mのg数であり、随時顕微鏡を用いて測定された直径および重合体の密度を用いて計算され、デニール単位で報告される。

50

【 0 0 2 5 】

繊維の断面積は円形の繊維の断面に基づいて随時顕微鏡を用いて測定された繊維の直径を使用して計算され、平方 μ (μ^2) 単位で報告される。

【 0 0 2 6 】

紡糸速度は紡糸工程中の繊維のフィラメントが到達する最高速度である。紡糸速度は g / 分単位で表された毛管の孔 1 個当たりの重合体の通過量および g / 9 0 0 0 m で表される繊維の太さ (1 デニール = 1 / 9 0 0 0 m) から次式によって計算される。

【 0 0 2 7 】

紡糸速度 (m / 分) = [孔 1 個当たりの重合体の通過量 (g / 分)]

$\times (9 0 0 0) / [\text{繊維の太さ} (g / 9 0 0 0 m)]$

10

厚さはシートの片側の表面およびシートの反対側の表面の間の距離であり、A S T M D 5 7 2 9 - 9 5 に従って測定される。

【 0 0 2 8 】

坪量は繊維布またはシートの単位面積当たりの重量の目安であり、A S T M D 3 7 7 6 によって決定され、g / m²単位で報告される。この文献は参考のために添付されている。

【 0 0 2 9 】

グラブ引張り強さはシートの破断強度であり、A S T M D 5 0 3 4 に従って試験され、Newton (N) 単位で報告される。この文献は参考のために添付されている、

シートの伸びはグラブ引張り試験において破断が起こる前にシートが伸長する量の目安であり、A S T M D 5 0 3 4 に従って試験され、% 単位で報告される。この文献は参考のために添付されている。

20

【 0 0 3 0 】

静水頭は静止圧がかかった状態において液体の水による透過に対するシートの抵抗性の目安である。この試験は A A T C C - 1 2 2 に従って試験され、cm 単位で報告される。この文献は参考のために添付されている。本明細書においては、シートが十分な数の強い繊維から構成されていない場合には測定を行わない方法で種々の例のシートに関し支えられていないシートについて静水頭の測定を行った。従って支えられていないシートについての静水頭の測定値が存在することだけでそのシートが静水頭の圧力を支持する固有の強度をもっていることを示している。

30

【 0 0 3 1 】

F r a z i e r 透過度はシートの両側の表面の間の標準的な圧力差の下でシートを通る空気流の目安であり、A S T M D 7 3 7 に従って試験され、m³ / 分 / m² の単位で報告される。この文献は参考のために添付されている。

【 0 0 3 2 】

水衝撃耐性は衝撃による水の透過にシートが抵抗する目安であり、A A T C C 4 2 - 1 9 8 9 に従って試験され、g 単位で報告される。この文献は参考のために添付されている。

【 0 0 3 3 】

血液衝撃透過性は機械的な圧力を連続的に増加させる条件下においてシートが合成血液の透過に抵抗する目安であって、A S T M F 1 8 1 9 - 9 8 に従って試験される。

40

【 0 0 3 4 】

アルコール反撥性はアルコールおよびアルコール水溶液による湿潤および透過に対してシートが抵抗する目安であり、繊維布が透過に抵抗できるイソプロピルアルコールの最高 % によって表され (1 0 点の尺度で表され、1 0 は純粋なイソプロピルアルコールである) 、I N D A I S T 8 0 . 6 - 9 2 に従って試験される。

【 0 0 3 5 】

噴霧率はシートが水による湿潤に抵抗する目安であり、A A T C C 2 2 - 1 9 9 6 に従って試験され、% 単位で報告される。

【 0 0 3 6 】

50

水蒸気透過速度は水蒸気が繊維布を通して拡散する速度の目安であり、ASTM E 96 - 92、B 直立コップに従って試験され、 $g/m^2/24$ 時間の単位で報告される。

【0037】

台形引裂き強さは既に引裂きが起こっている繊維布の引裂き強さの目安であり、ASTM D 5733に従って試験され、ニュートン単位で報告される。

【0038】

固有粘度 (IV) は重合体溶液が流動することに対する固有の抵抗の目安である。IV は毛管粘度計の中で 25 において測定された o - クロロフェノール中の重合体の 1 % 溶液の試料の粘度を、純粋な溶媒の粘度と比較することによって決定される。IV は dl/g 単位で報告され、次式を用いて計算される。

【0039】

$$IV = s / c$$

但し s = 比粘度 = $[(\text{溶液の流動時間}) / (\text{溶媒の流動時間})] - 1$

c = $g/100ml$ 単位の溶液の濃度

GATS はシートの吸収率および吸収容量の目安であり、% 単位で報告される。試験は米国マサチューセッツ州 Danvers の M / K Systems, Inc. 製の Gravimetric Absorbency Testing System (GATS)、Model M / K 201 により行われる。直径 2 インチの丸い試験試料について、712 g の圧縮、中立的な圧力差、単一の孔の試験板、および脱イオン水を用いて試験を行った。GATS 吸収率は全吸収能力の 50 % の所で報告される。

【0040】

ウィッキング (吸上げ性) は試験片の底部の 3 mm を液の中に浸漬して垂直に吊るされた不織布のシートの試験片 (幅 25 mm、長さ 100 ~ 150 mm) が種々の液を垂直方向に 25 mm だけ上方に吸上げるのに要する時間の目安であり、IST 10.1 - 92 に従って試験される。

【0041】

繊維の本数は脱イオン水中で応力をかけた不織布の試料から抜け落ちる $10 \mu m$ より長い長さの繊維の本数の目安である。脱イオン水 600 ml を含むジャーの中に試料を入れる。米国ノースカロライナ州 Gastonia の W. S. Tyler 社製の RX - 86 型二軸振盪機の中にジャーを入れ、5 分間振盪する。液から分け採った 100 ml の試料を、予め脱イオン水で洗滌した格子付きの $0.45 \mu m$ 、 $47 \mu m$ 、黒色の濾過膜 (Millipore H A B G 04700) を通し真空濾斗を用いて濾過する。濾過膜上の内容物を攪乱しないように注意しながら濾斗の壁を脱イオン水で洗滌する。真空濾斗から濾過膜を外し、高温板上で $170^\circ C$ において乾燥する。濾過膜を顕微鏡下に置き、 $100 \mu m$ より長い繊維の数を数える。試料 $1 cm^3$ 当たりの $100 \mu m$ より長い繊維の数は下記式に従って計算する。

【0042】

$$\text{繊維の本数} (> 100 \mu m / cm^3) = (F) (V_t) / (V_s) (A)$$

但し F = 全繊維の数

V_t = 試料を振盪した際の液の容積

V_s = 試験した試料の液の容積

A = cm^2 単位の試料の面積

粒子の数 - 二軸振盪試験は脱イオン水の湿潤作用および振盪機の機械的な攪拌作用によって不織布の試料から放出された粒子の数の目安である。この試験は I E S T - R P - C C 004.2、Section 5.2 に従って行われた。最初ブランク試料について試験を行い、脱イオン水および装置による粒子のバックグラウンドの数を決定する。800 ml のきれいな脱イオン水をジャーの中に注ぎ、アルミ箔で密封する。米国ノースカロライナ州 Gastonia の W. S. Tyler 社製の RX - 86 型二軸振盪機の中にジャーを入れ、1 分間振盪する。アルミ箔を取り去り、試験のために 200 ml の液を取り出す。粒子計数器を用いこの液の三つの部分を試験して直径 $0.5 \mu m$ 以上の粒子の数を

10

20

30

40

50

決定した。この結果を平均し、ブランクの粒子のレベルを決定した。次いで残りの 600 ml の脱イオン水を含むジャーの中に試料を入れる。再びアルミ箔でジャーを密封する。二軸振盪機の中でジャーを 5 分間振盪する。アルミ箔を取り去り、試料からの水を 10 秒間ジャーの中にしたたせさせた後、試料をジャーから取り出す。粒子計数器を用いこの液の三つの部分を試験して直径 0.5 μm 以上の粒子の数を決定した。この結果を平均し、試料の粒子のレベルを決定した。湿った試料の長さおよび幅を cm 単位で測定し、面積を計算する。試料 1 cm^2 当たりの 0.5 μm 以上の粒子の数を下記式に従って計算する。

【0043】

粒子の数 (0.5 μm / cm^2) = (C - B) (V_t) / (V_s) (A)

但し C = 試料の数の平均

B = ブランクの数の平均

V_t = 試料を振盪した際の液の容積

V_s = 試験した試料の液の容積

A = cm^2 単位の試料の面積

吸収率は 1 分間の間不織布試料がどれだけの量の脱イオン水を保持できるかの目安であり、試料 1 m^2 当たりの保持された液の容積として cm^3 単位で表わされる。25 × 88 × 112 mm の台形の形に切断された面積 2500 m^2 の試料を、紙クリップからつくった二又に分かれた鉤に取り付ける。試料と鉤との重量を秤る。水の容器の中に試料を十分な時間浸漬して試料を完全に湿らせる。次に試料を水の中から取り出し、1 分間垂直に吊るして水を切り、なお鉤を取り付けたまま秤量する。さらに 2 回浸漬と秤量の過程を繰り返す。試料 1 m^2 当たりの水の cc 単位の吸収量を次式に従って計算する。

【0044】

吸収率 (cc / m^2)

= ([($M_1 + M_2 + M_3$) / 3] - M_0) / (D) (A)

但し M_0 = 湿潤前の試料と鉤との重量、g 単位

M_1 、 M_2 、 M_3 = 湿潤後の試料と鉤との重量、g 単位

D = 水の密度、g / m^3 単位

A = 試験試料の面積、 mm^2 単位

比吸収率は他の試料に比べ 1 分間において不織布試料がどれだけの量の脱イオン水を保持できるかの目安であり、試料 1 g 当たりの保持された液の容積として cm^3 単位で表わされる。試料 1 g 当たりの水の cc 単位の比吸収率は次式に従って計算される。

【0045】

比吸収率 (cc / g) = 吸収率 (cc / m^2) / 試料の坪量 (g / m^2)

1 / 2 吸収時間は不織布の試料が飽和能力または吸収率の半分に達するまでに要する時間の目安であり、秒単位で表される。試料の 1075 × 10⁻⁶ m^2 の面積を区別できる衣服監視用アダプターを用い、Millipore Clean Room Monitor Filter Holder (No. XX5004740) の中に試料をクランプする。上記試料の大きさを保持し得る水の容積の半分を下記式に従って計算する。

【0046】

μl = 1 / 2 (吸収率、cc / mm^2 単位)

× (1000 μl / cc) (1075 × 10⁻⁶ m^2)

計算した水の容積を μl 注射器を用いて試料の中心に送り込む。この流体は、「鏡面反射」が決して消失せず、同時に水滴が表面の底部に集まったりそこから落下することを防ぐ速度で送らなければならない。ストップウォッチを用いて「鏡面反射」が消失する前の時間を秒単位で測定する。さらに二つの部分の試料についてこの試験を繰り返す。測定値を平均して 1 / 2 吸収時間を秒単位で報告する。

【0047】

抽出可能物質は脱イオン水または 2 - プロパノール (IPA) の中で抽出し得る不織布試料の不揮発性の残渣の割合の目安である。試料を 2 × 2 インチの片に切断し秤量する。沸騰した溶媒 200 ml を含むビーカーの中に 5 分間試料を入れる。次いで試料を溶媒 20

10

20

30

40

50

0 m l を含む他のビーカーの中に移してさらに 5 分間保持する。第 1 のビーカーの溶媒を濾紙を通して濾過する。他の溶媒を用いてビーカーを洗浄する。同様に第 2 のビーカーの溶媒を濾過する。両方のビーカーの濾液を蒸発させて約 1 0 ~ 2 0 m l の小容積にする。残った溶媒を予め秤量したアルミナの皿の中に注ぎ込む。乾燥器の中または高温板上で溶媒を完全に蒸発させる。皿を室温に冷却し秤量する。濾紙に関してブランク試験を行い、この抽出試験に濾紙がどれだけの量寄与しているかを決定する。溶媒中に抽出し得る重量 % は次式に従って計算される。

【 0 0 4 8 】

% 抽出可能物質 = $[(A_1 - A_2 - B) / S] \times 100 \%$

但し A_1 = アルミナの皿と残渣の重さ

A_2 = アルミナの皿の重さ

B = ブランクによる残渣の重さ

S = 試料の重さ

金属イオン (ナトリウム、カリウム、カルシウムおよびマグネシウム) の量は不織布試料中に存在する金属イオンの数の p p m で表した測定値である。試料を 1 / 2 インチ平方に切断し秤量する。試料の重さは 2 ~ 5 g の範囲でなければならない。試料を試験管の中に入れる。試験管に 0 . 5 M の HNO_3 を 2 5 m l 加える。試験管の内容物を攪拌し、3 0 分間放置し、再び攪拌する。後で決定される濃度が高すぎる場合には溶液を希釈することができる。原子吸光分光法 (A A S) 用の試料を調製する場合には、測定すべき特定のイオンに対する適切な標準に対して測定を行う。或る一定容積の試料溶液を分光光度計の中に吸引し、特定の金属のイオンの数を p p m 単位で記録する。分光光度計の中に水を通した後、他の容積の試料を分光光度計の中に吸引する。金属イオンの量は下記の式に従って計算される。

【 0 0 4 9 】

金属イオン (p p m) = (A A S による p p m の平均値)

$\times (c c \text{ 単位の試料の容積 }) (D F) / g \text{ 単位の試料の重量 })$

但し D F = 存在するなら希釈因子

(本発明の詳細な記述)

本発明はポリ (エチレンテレフタレート) から熔融紡糸された低デニールの繊維から成る高強度を示す不織布シートに関する。また本発明はこのような不織布シートの製造法に関する。このようなシートは、その最終用途においてシートが良好な空気透過性と良好な液体障壁性を示さなければならないような保護衣服用繊維布に使用することができる。またこのシートは拭き取り材料、特に糸屑、粒子による汚染度が低く良好な吸収性が要求される、クリーンルームのような制御された環境における拭き取り材料として有用である。本発明の不織布シートはまた濾過媒体としてまたは他の最終用途にも使用することができる。

【 0 0 5 0 】

本発明の不織布シートは、固有粘度が約 0 . 6 2 d l / g 以下のポリ (エチレンテレフタレート) を少なくとも 3 0 重量 % 含む重合体から熔融紡糸された実質的に連続した重合体繊維を少なくとも 7 5 重量 % 含んでいる。シートの繊維は或る範囲の太さをもち、その平均断面積は約 9 0 μ^2 より小さい。このシートの坪量は 1 2 5 g / m^2 よりも少なく、シートの機械方向および交叉方向の両方においてグラブ引張り強さは A S T M D 5 0 3 4 に従って測定した場合、坪量に対して正規化して少なくとも 0 . 7 N / (g / m^2) である。このシートの繊維は変動係数によって測定した平均デニールの変動率が 2 5 % より大きいことが好ましい。さらに好ましくは、本発明の不織布シートは固有粘度が約 0 . 6 2 d l / g 以下のポリ (エチレンテレフタレート) を少なくとも 5 0 重量 % 含む重合体から熔融紡糸された実質的に連続した重合体繊維を少なくとも 7 5 重量 % 含んでいる。

【 0 0 5 1 】

本発明においては、固有粘度が約 0 . 6 2 d l / g 以下のポリ (エチレンテレフタレート) 重合体を使用して本発明の不織布シートの中で非常に細く且つ強い繊維をつくること

10

20

30

40

50

できることが見出された。固有粘度（ IV ）が約 0.62 dl/g 以下のポリ（エチレンテレフタレート）は低 IV ポリエステルと考えられ、歴史的には不織布シートの熔融紡糸には使用されてこなかった。本発明においては、低 IV ポリ（エチレンテレフタレート）を紡糸して細い繊維にし、沈積、接合して良好な強度をもった不織布シートを製造できる用途が見出された。低 IV ポリ（エチレンテレフタレート）を使用すると、 0.8 dpf より低いポリエステル繊維の不織布シートを熔融紡糸し、また繊維を 6000 m/分 を越える速度で紡糸することが可能になる。驚くべきことには、低 IV ポリ（エチレンテレフタレート）を熔融紡糸した繊維は繊維の太さに対して正規化した場合通常の IV ポリエステルから直接紡糸された大きなデニールのポリ（エチレンテレフタレート）と同等な良好な強度を示すことが見出された。

10

【0052】

本発明の不織布シートの繊維は低デニールの重合体繊維であり、これをシート構造物にした場合、多数の非常に小さい細孔が生じる。繊維の直径の変動は $4 \sim 12 \mu\text{m}$ の範囲にあり、これによって繊維はすべての繊維が同じ太さをもっている同様な太さの場合に比べて緻密な不織布シートをつくることができる。一般に本発明の不織布の熔融紡糸された繊維は糸の用途のために紡糸された繊維に比べ直径の変動が大きい。熔融紡糸された糸の繊維の直径の変動の目安である変動係数は一般に約 $5 \sim 15\%$ の範囲である。本発明の不織布の繊維の直径の変動係数は一般に約 25% 以上である。このような熔融紡糸された微小繊維を用いて不織布繊維構造物をつくった場合、シートが極めて高い空気透過性を示すと同時に優れた液体障壁性と強度とを与え得る細孔をもった繊維布シートをつくることができることが見出された。繊維布シート材料は一般に連続フィラメントから成っているから、このシート材料はまたクリーンルームにおける衣服および拭き取り材料のような最終用途に望ましい低系屑生成特性を示す。

20

【0053】

繊維布シートの特性は部分的には繊維の物理的な大きさによって決定され、また部分的には繊維布の中における異なった太さの繊維の分布によって決定される。本発明の繊維布シートの好適な繊維は断面積が約 $20 \sim 90 \mu\text{m}^2$ である。さらに好ましくは繊維の断面積は約 $25 \sim 70 \mu\text{m}^2$ であり、最も好ましくは約 $33 \sim 60 \mu\text{m}^2$ である。繊維の太さは通常デニールまたは decitex 単位で記述される。デニールと decitex とは繊維の長手方向の或る長さの重量に関係付けられているから、重合体の密度はデニールまたは decitex の値に影響を及ぼすことができる。例えば2本の繊維が同じ断面積をもっているが、片方がポリエチレンからつくられ他方がポリエステルから成っている場合、ポリエステル繊維はポリエチレンよりも密度が高い傾向があるので大きなデニールをもっているであろう。しかし一般的には繊維のデニールの好適な範囲は約1より小さいか殆ど1に等しいとすることができる。シートに使用する場合、繊維が或る範囲の異なった断面を示す時には、緻密な断面をもった繊維の方が小さいが閉じていない細孔をもったシートを与えるように思われる。本発明の繊維布シートは丸い断面で且つ上記の断面積をもった繊維を使用してつくられて来たが、本発明の繊維布シートは繊維の断面の形を変えることによって強化できることも期待される。

30

【0054】

非常に細い熔融紡糸されたポリエステル繊維の繊維布シートは、どのような型の支持用のスクリーンも必要とせず、十分な強度をもって障壁用繊維布をつくることができ、従ってこのような支持用の材料に対する余分な材料とコストを節約できることが見出された。これは、良好な引張り強さをもった繊維、例えば最低の引張り強さが少なくとも約 1.5 g/デニール の繊維を使用することにより達成することができる。この繊維の強さはポリ（エチレンテレフタレート）ポリエステル繊維に対しては約 182 MPa の繊維の強さに相当する。熔融紡糸された繊維は、繊維の中における配向が欠けているために、典型的には約 $26 \sim 42 \text{ MPa}$ の引張り強さをもつことが期待される。本発明の複合繊維布シートのグラブ引張り強さは使用する接合条件に依存して変化することができる。好ましくはシートの引張り強さ（機械方向および交叉方向の両方で）は坪量に対して正規化して 0.7

40

50

～ 5 N / (g / m²) であり、さらに好ましくは 0 . 8 ～ 4 N / (g / m²) であり、最も好ましくは 0 . 9 ～ 3 N / (g / m²) である。引張り強さが少なくとも 1 . 5 g / デニールの繊維は坪量に対して正規化して 0 . 7 N / (g / m²) を越えるシートのグラブ強さを与えなければならない。本発明のシートの強度は補強しなくても大部分の最終用途に適合している。

【 0 0 5 5 】

繊維の強度は重要な性質ではあるが、繊維の安定性もまた重要である。高速度で低 I V ポリ（エチレンテレフタレート）から熔融紡糸された細い繊維は低収縮性を示すものをつくり得ることが見出された。本発明の好適なシートは平均のボイル・オフ収縮が 1 0 % より低い繊維を用いてつくられる。図 1 に関して下記に説明するような高速熔融紡糸法でシートを製造する場合、ボイル・オフ収縮が 5 % よりも低い強い低デニールのポリ（エチレンテレフタレート）繊維のシートをつくり得ることが見出された。

10

【 0 0 5 6 】

本発明の一具体化例に従えば、シートの繊維を接合するために加熱したニップに繊維布シートを通すことができる。接合されたシート中の繊維は、その基本的な断面の形を失わずに互いに積み重ねられているような形をしている。このことは本発明の関連性をもった意味のある態様のように思われる。何故なら各繊維は歪んだり実質的に平らになったりして細孔を塞いでいるのではないように思われるからである。その結果、静水頭によって測定された障壁性が良好で、しかも高い空隙比、低密度、および高い F r a z z i e r 透過性を保持したシートをつくることができる。

20

【 0 0 5 7 】

本発明の繊維布シートの繊維はその実質的な部分が低固有粘度の熔融紡糸可能な合成ポリ（エチレンテレフタレート）から成っている。好適な繊維は少なくとも 7 5 % がポリ（エチレンテレフタレート）である。この繊維はポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ナイロン、エラストマー、および紡糸してフィラメント当たりのデニールが約 1 . 1 (1 . 2 d e c i t e x) 以下の繊維にし得る他の熔融紡糸可能な重合体を含む 1 種またはそれ以上の種々の重合体または共重合体を含んでいることができる。

【 0 0 5 8 】

不織布シートの繊維は、繊維重合体に 1 種またはそれ以上の添加物を配合して紡糸することができる。紡糸して繊維布シートの若干のまたは全部の繊維をつくる際に有利に使用できる添加物には、フルオロ炭素、紫外線エネルギー安定剤、工程安定剤、熱安定剤、酸化防止剤、湿潤剤、顔料、微生物防止剤および静電気蓄積防止剤が含まれる。微生物防止用の添加剤は或る種の健康管理の用途に適している。安定剤および酸化防止剤は日光等のような紫外線エネルギーに露出されるいくつかの用途に用いられる。静電気蓄積防止剤は静電気が蓄積する可能性がありそれが有害な用途に使用することができる。適当な他の添加剤には湿潤剤があり、これは拭き取り材または吸収材として適したシート材料をつくるか或いは繊維布の中に液を通して流しながら非常に細かい固体分をシート材料の細孔の中に捕集するのに適している。別法として、本発明の繊維布シートは繊維布シートの性質を変えるために仕上げ剤で局所的に処理することができる。例えば繊維布シートに含フッ素試薬の被覆を行い繊維表面の表面エネルギーを減少させ、特にシートが表面張力の低い液に対する障壁とならなければならない場合、液の浸透に対する繊維布の抵抗性を増加させることができる。適当な含フッ素試薬仕上げ剤には Z O N Y L ^(R) 含フッ素試薬（米国デラウェア州 W i l m i n g t o n の D u P o n t 社製）または R E P E A R L ^(R) 含フッ素試薬（米国ニューヨーク州ニューヨークの M i t s u b i s h i I n c . C o r p . 製）が含まれる。

30

40

【 0 0 5 9 】

本発明の繊維布シートにおいては、繊維は少なくとも 5 0 重量 % がポリ（エチレンテレフタレート）である 1 種の重合体成分および少なくとも 1 種の他の重合体成分から成っていることができる。これらの重合体成分は鞘と芯の配列、並列した配列、区画化されたパイの配列、「海の中の島嶼」状の配列、または多成分繊維に公知の他の形状で配列されてい

50

ることができる。多成分繊維が鞘と芯の配列をしている場合、鞘を構成する重合体は芯を構成する重合体よりも低い融点をもつように、例えば低ＩＶポリ（エチレンテレフタレート）の芯とポリエチレンの鞘との二成分繊維が得られるように重合体を選ぶことができる。このような繊維は繊維の引張り強さを犠牲にすることなく一層容易に加熱接合を行うことができる。また、多成分繊維として紡糸された低デニールの繊維は、繊維を紡糸した後にさらに細い繊維に分割することができる。多成分繊維を紡糸する利点の一つは、多成分繊維を分割する機構に依存して一層高速の生産速度が得られることである。このようにして得られた分割された繊維の各々はパイの形または他の形の断面をもっていることができる。

【 0 0 6 0 】

鞘と芯の型の二成分繊維を図 3 に示す。ここで繊維 8 0 はその断面が示されている。鞘の重合体 8 2 は芯の重合体 8 4 を取り囲み、重合体の相対的な量は芯の重合体 8 4 が繊維の全断面積のほぼ 5 0 % になるように調節することができる。この配列では、いくつかの魅力ある選択を行うことができる。例えば鞘の重合体 8 2 を芯の中に入れて行かない顔料と配合し、顔料のコストを低下させると同時に適当に着色した材料を得ることができる。フルオロ炭素のような疎水性の材料を鞘の重合体の中に混入して紡糸し、最低の価格で所望の液体反撥性を得ることができる。上記のように、接合中熔融し易くするために低い融点または低い融解温度をもった重合体を鞘として使用し、芯の重合体が軟化しないようにすることができる。一つの興味ある例は低ＩＶポリ（エチレンテレフタレート）ポリエステルを芯として用い、ポリ（トリメチレンテレフタレート）ポリエステルを鞘として用いる鞘と芯の配列である。このような配置は電子ビームによる滅菌および線による滅菌のような放射線による滅菌に適しており、劣化を起こすことがない。

【 0 0 6 1 】

本発明の不織布の多成分繊維は固有粘度が 0 . 6 2 d l / g よりも低いポリ（エチレンテレフタレート）を少なくとも 3 0 重量 % 含んでいる。鞘 - 芯型の繊維においては、芯は少なくとも 5 0 重量 % の低ＩＶポリ（エチレンテレフタレート）を含み、また芯は繊維全体の 4 0 ~ 8 0 重量 % をなしていることが好ましい。さらに好ましくは芯は少なくとも 9 0 重量 % の低ＩＶポリ（エチレンテレフタレート）を含み、また芯は繊維全体の 5 0 重量 % より多くを占めている。多成分繊維および繊維の配合物の他の組み合わせも考えることができる。

【 0 0 6 2 】

本発明の不織布シートの繊維は高強度繊維であることが好ましく、これは通常完全に延伸して焼き鈍まし、良好な強度と低い収縮をもつようにした繊維としてつくられる。また本発明の不織布シートは繊維を焼き鈍まし延伸する工程を経ずにつくることができる。本発明に対しては高速熔融紡糸法で強化された繊維が好適である。本発明の不織布シートは例えば加熱カレンダー掛け接合法、空気中に通過させる接合法、水蒸気接合法、超音波接合法、および接着剤による接合法のような公知方法によって一緒に接合することができる。

【 0 0 6 3 】

本発明の不織布シートは、例えばスパンボンド - 熔融吹込み - スパンボンド（ＳＭＳ）複合シートのような複合シート構造物の中のスパンボンド層として使用することができる。通常ＳＭＳ複合体においては、外側の層は複合体全体の強度に寄与するスパンボンドされた繊維層であり、他方芯の層は障壁特性を与える熔融吹込みされた繊維層である。本発明の不織布シートをスパンボンドされた層に使用した場合、スパンボンドされた層は強度に寄与する他に複合シートに対してさらに障壁特性を与える。

【 0 0 6 4 】

本発明の不織布シートは米国特許 3 , 8 0 2 , 8 1 7 号、同 5 , 5 4 5 , 3 7 1 号、および同 5 , 8 8 5 , 9 0 9 号記載の高速紡糸法のような高速熔融紡糸法を用いて製造することができる。これらの特許は参考のために添付されている。好適な高速熔融紡糸法に従えば、１個またはそれ以上の押出し機により熔融した低ＩＶポリ（エチレンテレフタレート）重合体を紡糸パックに供給し、重合体を孔に通して繊維化してフィラメントのカーテン

10

20

30

40

50

をつくる。空気急冷区域でフィラメントを部分的に冷却し、同時に空気によって延伸してその太さを減少させ強度を増加させる。動いているベルト、スクリーンまたは他の繊維層の上にフィラメントを沈積させる。好適な高速熔融紡糸法によって製造された繊維は実質的に連続しており、その直径は $5 \sim 11 \mu$ である。これらの繊維は単一成分繊維、多成分繊維、或いはこれらの何等かの組み合わせとして製造することができる。多成分繊維は並列型、鞘-芯型、区切られたパイ型、または海中の島嶼型の形状を含む種々の公知の形状でつくることができる。

【0065】

高強度の二成分熔融紡糸繊維を高速度でつくる装置を図1に模式的に示す。この装置では、2種の熱可塑性重合体をそれぞれホッパー140および142に供給する。ホッパー140の中の重合体は押出し機144に供給され、ホッパー142の中の重合体は押出し機146に供給される。押出し機144および146はそれぞれ重合体を熔融させて加圧し、それぞれフィルター148および150並びに計量ポンプ152および154の中に熔融物を押し込む。ホッパー140からの重合体は紡糸パック156の中で公知方法により、例えば米国特許5,162,074号記載のような多成分紡糸パックを使用してホッパー142からの重合体と一緒にされ、二成分フィラメントの上記のような所望の断面がつくられる。該特許は参考のために添付されている。フィラメントが鞘-芯型の断面をもっている場合、熱による接合を強化するために典型的には低融点の重合体が鞘の層に使用される。必要に応じホッパー140および142の両方に同じ重合体を入れることにより、図1に示した多成分装置から単一成分の繊維を紡糸することができる。

【0066】

熔融した重合体は紡糸口金158の面の上の多数の毛管の孔を通して紡糸パック156を出る。毛管の孔は通常のパターン(矩形、ずらされた形、等)で紡糸口金面の上に配列することができ、孔の間隔は生産性および繊維の急冷を最適化するように設定されている。孔の密度は典型的にはパックの幅1m当たり500~800個の範囲の孔が存在するような密度である。孔1個当たりの典型的な重合体の通過量は $0.3 \sim 5.0 \text{ g/分}$ の範囲である。毛管の孔は丸い繊維が望ましい場合には丸い断面をもっていることができる。

【0067】

紡糸パック156から押出されたフィラメント160は先ず急冷用の空気162で冷却され、次いで空気延伸ジェット164で延伸された後沈積される。急冷用の空気は約 $0.3 \sim 2.5 \text{ m/秒}$ の速度、 $5 \sim 25$ の範囲の温度でフィラメントの方へ空気を向かわせる1個またはそれ以上の通常の急冷箱によって与えられる。典型的にはフィラメントのラインの反対側に互に向き合った2個の急冷箱をいわゆる空気を向流にして用いる形で使用した。毛管の孔と延伸ジェットとの間の距離は所望の繊維の性質に依存して $30 \sim 130 \text{ cm}$ である。急冷されたフィラメントは空気延伸ジェット164に入り、ここでフィラメントは空気166により $6000 \sim 12000 \text{ m/分}$ の繊維速度まで延伸される。このようにフィラメントを引き込むことによってフィラメントが急冷区域を通過する際にフィラメントは延伸され伸長される。

【0068】

図2に示されているように、随時空気延伸ジェット164の端に延伸ジェット延長部188を取り付けることができる。延伸ジェット延長部188は延伸ジェット164から延伸ジェットを出るフィラメントのカーテン167に平行な方向に延びた滑らかな矩形の板であることが好ましい。延伸ジェット延長部188はフィラメントを沈積面へ案内し、フィラメントが同じ場所で一層確実に沈積面に衝突してシートの均一性が改善されるようにする。好適具体化例においては、延伸ジェット延長部は、フィラメントが沈積ベルト168の上に達した後フィラメントが動いて行くフィラメントのカーテンの側に存在している。好ましくは延伸ジェット延長部は延伸ジェットの端から約 $5 \sim 50 \text{ cm}$ 、さらに好ましくは約 $10 \sim 25 \text{ cm}$ 、最も好ましくは約 17 cm ほど下方へ延びている。別法として、延伸ジェット延長部をフィラメントのカーテンの他の側に置くか、或いは延伸ジェット延長部をフィラメントのカーテンの両側において使用することができる。本発明の好適具体化

例においては、フィラメントの方に面した延伸ジェット的面はテクスチャー加工されて溝または丸まった突起が付けられ、これによって細かい攪乱を生じ、フィラメントがかたまるのを減少させて一層均一なシートが得られるようにしてフィラメントの分散を助けることもできる。

【0069】

延伸ジェット164を出て行く延伸されたフィラメント167は、紡糸パック156から押出された状態のフィラメントに比べ細く且つ強くなっている。繊維のフィラメント167は低IVポリ(エチレンテレフタレート)から構成されているが、これらの繊維はなお実質的に連続フィラメントであり、引張り強さは少なくとも約1.5 gpdであって同時に有効直径は5~11 μである。フィラメント167は実質的に連続な繊維のフィラメントとして沈積ベルトまたは形成スクリーン168上に沈積する。延伸ジェット164の出口と沈積ベルトとの距離は不織布ウエップに望まれる性質に依存して変えられるが、一般的には13~76 cmの範囲である。沈積ベルト168を通して真空による吸引を行い、繊維のウエップをベルト上に固定する助けにすることができる。必要に応じ、得られたウエップ170を加熱接合ロール172および174の間に通した後、接合されたウエップ176としてロール178上に捕集することができる。好ましくは空気調節板を含む適当な案内を取り付け、繊維がベルト上に不規則に沈積する際若干の制御を行うようにすることができる。繊維を制御する他の一つの方法は、繊維を静電的に帯電させ、また恐らくはベルトを反対の電荷で帯電させ、沈積した後繊維をベルト上に固定する方法である。

【0070】

その後で繊維のウエップを一緒に接合して繊維布をつくる。接合は、加熱接合法または接着剤による接合法を含む任意の適当な方法によって達成することができる。高温空気による接合および超音波による接合も魅力ある代替法であるが、図示されたようなロール172および174を用いる加熱接合法が好適である。また、多くの用途においてはシート材料を点接合して繊維布に似た触感と風合いを得ることができるが、シートを全面に互って接合し滑らかな仕上げにするような他の最終用途も可能である。点接合の仕上げを用いる場合、接合のパターンおよび接合されたシート材料の割合は、繊維の単離およびピリング(pilling)を抑制し、またシートの掛け覆い性、柔らかさおよび強度のような他の要求を考慮して選ばれる。

【0071】

好ましくは、接合ロール172および174は加熱ロールであり、ウエップ中の最低融点をもつ重合体の融点±20の温度範囲に保たれ、接合ラインの速度は20~100 m/分である。良好な加熱接合を行うには、一般に105~260の範囲の接合温度および35~70 N/mmの範囲の接合圧力をかける。主として低IVポリ(エチレンテレフタレート)繊維から成る不織布シートに対しては、170~260の範囲の接合温度、35~70 N/mmの範囲の接合圧力を用いると良好な加熱接合が得られた。シートがかなりの量の低融点重合体、例えばポリエチレンを含んでいる場合には、良好な加熱接合を得るために105~135の範囲の接合温度、35~70 N/mmの範囲の接合圧力を用いることができる。

【0072】

ウエップに例えば含フッ素試薬の被覆のような局所的な処理を施す場合には、このような処理を施す公知の方法を使用することができる。このような被覆法には噴霧被覆法、ロール被覆法、発泡被覆法、および浸漬被覆法が含まれる。局所的な仕上げ工程は繊維布の生産ライン中において或いは別の工程として行うことができる。

【0073】

次に下記の本発明を限定しない実施例によって本発明を例示する。これらの実施例は本発明を例示するものであり、如何なる方法においても本発明を限定するものではない。

【0074】

(実施例)

以下の実施例において不織布シートは図1に示した方法に関連して上記に説明した高速熔

10

20

30

40

50

融紡糸法により製造した。

【0075】

実施例 1

図 1 に関連して上記に説明した方法および装置を用い製造した熔融紡糸繊維から不織布シートをつくった。DuPont 社から Crystar^(R) ポリエステル (Merge 1988) として市販されている固有粘度 0.58 dl/g のポリ (エチレンテレフタレート) ポリエステル樹脂から繊維を紡糸した。温度 180 においてポリエステル樹脂を結晶化させ、使用前に水分含量が 50 ppm より少なくなるまで温度 120 において乾燥した。ポリエステルを二つの別の押出し機の中で 290 に加熱した。このポリエステル重合体を各押出し機から押出し、濾過し、計量して 295 に保たれ鞘 - 芯型のフィラメントの断面をつくるように設計された二成分紡糸パックへ送る。しかし、両方の重合体の供給物は同じ重合体から成っているから一成分繊維が得られる。この紡糸パックは幅が 0.5 m、深さが 9 インチ (22.9 cm) であり、紡糸パックの幅を横切って 1 m 当たり 6720 個の毛管を備えていた。各毛管は円形で直径は 0.23 ~ 0.35 mm であった。紡糸パックの毛管 1 個当たりの重合体の全通過量は 0.5 g/分 であった。長さ 15 インチ (38.1 cm) の急冷区域の中で温度 12、速度 1 m/秒 で二つの相対する急冷箱から供給される急冷用の空気を用いてフィラメントを冷却した。紡糸パックの毛管の孔の下方 20 インチ (50.8 cm) の所にある空気延伸ジェットの中にフィラメントを通し、ここでフィラメントを約 9000 m/分の割合で延伸した。得られた細く且つ強くなった実質的に連続的なフィラメントを延伸ジェットの出口の下方 36 cm の所にある沈積ベルトの上に沈積させた。使用した沈積ベルトは真空吸引を用いて繊維をベルト上に固定する助けにした。90 フィラメントの直径は平均直径が 0.71 μm、標準偏差が 0.29 μm、変動係数が 41% になるような寸法をもっていた。(他の実施例のフィラメントの直径は 1 試料当たり 10 本の繊維についての測定値から計算した)。

【0076】

油で加熱された金属製の彫刻カレンダー・ロールおよび油で加熱された滑らかな表面をもったカレンダー・ロールの間でウェブを加熱接合した。両方のロールは直径が 466 mm であった。彫刻されたロールはクロムメッキの非硬化鋼の表面をもち、点の大きさが 0.466 mm²、点の深さが 0.86 mm、点の間隔が 1.2 mm で接合区域があり、14.6% のダイヤモンド形のパターンをもっていた。温度 250、ニップ圧力 70 N/mm、ライン速度 50 m/分 でウェブを接合した。接合されたシートをロー上に集めた。

【0077】

この不織布シートを、含フッ素試薬で処理して繊維表面の表面エネルギーを減少させ、これによって液の浸透に対する繊維布の抵抗性を増加させた。2% (w/w) の Zonyl 7040 (DuPont 社製)、2% (w/w) の Freepel 1225 (B.F. Goodrich 製)、0.25% (w/w) の Zelec TY 帯電防止剤 (Stepan 製)、0.18% (w/w) の Alkanol 6112 湿潤剤 (DuPont 製) から成る水性浴にシートを浸漬した。次いでシートを絞って過剰の液を除去して乾燥し、168 で 2 時間炉の中で硬化させた。

【0078】

繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【0079】

実施例 2

実施例 1 の方法に従って不織布シートをつくったが、使用した重合体樹脂は固有粘度が 0.58 dl/g で典型的な粒径が 100 μm よりも小さい炭酸カルシウムを 0.6 重量% 含むフィルム級のポリ (エチレンテレフタレート) ポリエステルであった。

【0080】

繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【0081】

10

20

30

40

50

対照例 A

実施例 1 の方法に従って不織布シートをつくったが、使用した重合体樹脂は固有粘度が 0.67 dl/g の DuPont 社製 C r y s t a r^(R) ポリエステル (M e r g e 3934) であった。またシートの接合温度は 250 ではなく 180 であった。繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【 0 0 8 2 】

実施例 1 および 2 並びに対照例 A でつくられた不織布シートの繊維を高速度で熔融紡糸して延伸し、全体的な紡糸の連続性を保持するようにしながら非常に細い繊維の太さを得た。実施例 1 および 2 で使用した低固有粘度ポリエステルからは低デニールの繊維が得られ、これは対照例 A の高固有粘度ポリエステルを用いてつくられた繊維に比べ急冷区域における攪乱に対して敏感性が少なかった。また、実施例 1 および 2 の低固有粘度ポリエステルを用いた場合には、対照例 A の高固有粘度ポリエステルを用いた場合に比べて紡糸が確実にできた (即ち切断したフィラメントが隣接したフィラメントを切断する原因になることはなかった)。低固有粘度ポリエステルを高速度で熔融紡糸した場合、低固有粘度ポリエステルを通常で速度で熔融紡糸した場合よりもフィラメントの強度が良好に保持された。実施例 1 および 2 において固有粘度が 0.58 dl/g のような低い値をもつポリエステルは、固有粘度がそれよりも高い 0.67 dl/g である対照例 A のポリエステル重合体に比べて細く且つ一般に強い繊維を生じた。

【 0 0 8 3 】

実施例 3

実施例 1 の方法に従って不織布シートをつくったが、二成分紡糸装置の鞘の部分の供給を行うための押出し機に供給される重合体の中に、アルミン酸コバルトをベースにした青色顔料 1.5 重量%を加えた。二つの押出し機からの重合体は、50 重量%が鞘であり 50 重量%が芯である二成分繊維をつくるような相対供給速度で紡糸バックに重合体を供給した。鞘の重合体に加えられた顔料のために着色した不透明の繊維布が得られた。繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【 0 0 8 4 】

実施例 4

実施例 1 の方法に従って不織布シートをつくったが、二成分の鞘 - 芯型の繊維が生じるように二つの押出し機に異なった重合体を加えた。DuPont により C r y s t a r^(R) ポリエステル共重合体 (M e r g e 4442) として製造されている固有粘度 0.61 dl/g の 17% のイソフタル酸ジメチルで変性された低融点ポリエステル共重合体を鞘に使用し、DuPont によりの C r y s t a r^(R) ポリエステル (M e r g e 3949) として市販されている固有粘度 0.53 dl/g のポリ (エチレンテレフタレート) ポリエステルを芯として使用した。鞘は繊維の断面の 30% を構成し、芯は繊維の断面の約 70% をなしていた。このシートは 250 ではなく 150 で接合をおこなった。繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【 0 0 8 5 】

実施例 5

実施例 4 記載の方法に従って不織布シートをつくったが、図 2 に関連して上記に説明した延伸ジェット延長部を付加した。この延伸ジェット延長部は長さが 17 cm であり、フィラメントが沈積ベルトの上に落ちた後フィラメントが動いて行く方向に面したフィラメントのカーテンの側にある、延伸ジェットの出口から下向きに延びた滑らかな表面をもつ矩形の板である。またシートは 150 ではなく 210 で接合を行なった。繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に報告する。

【 0 0 8 6 】

実施例 6

実施例 5 記載の方法に従って不織布シートをつくったが、延伸ジェット延長部を取り外した。繊維およびシートの紡糸速度および物理的性質を表 1 に示す。

【 0 0 8 7 】

実施例 5 および 6 では、不織布シートの紡糸中に延伸ジェット延長部を使用する（実施例 5）と、シートの静水頭および引張り特性が著しく改善されることが示された。

【 0 0 8 8 】

【表 1】

表 1

実施例	1	2	3	4	5	6	A	
紡糸速度(m/分)	6618	7714	6818	7258	8333	7895	4765	
繊維の鞘の重合体	2GT	2GT	2GT	Co-2GT	Co-2GT	Co-2GT	2GT	10
繊維の鞘のIV(dl/g)	0.58	0.58	0.58	0.61	0.61	0.61	0.67	
繊維の芯の重合体	2GT	2GT	2GT	2GT	2GT	2GT	2GT	
繊維の芯のIV(dl/g)	0.58	0.58	0.58	0.53	0.53	0.53	0.67	
繊維の直径(μm)	8.6	8.6	8.3	8.1	7.5	7.6	9.4	
繊維の太さ(デニール)	0.71	0.70	0.66	0.62	0.54	0.57	0.85	
繊維の断面積(μm^2)	58	58	54	51	44	45	70	
厚さ(mm)	0.36	0.30	0.36	0.34	0.33	0.31	0.30	
坪量(g/m^2)	71	58	71	73	78	78	62	20
静水頭(cm)	39	40	40	38	48	42	20	
血液衝撃透過性(psig)	2.0		1.8	2.2			1.2	
水衝撃耐性(g)	0.00		0.06	0.05	0.08	0.09	1.50	
アルコール反撥性	10		10	10			10	
噴霧率(%)	100		100	100			100	
Frazier空気透過度($\text{m}^3/\text{分}/\text{m}^2$)	24	39	21	23	18	24	61	
湿った空気の透過率($\text{g}/\text{m}^2/24\text{時間}$)	1338		1204	1425			1448	30
Mullen破裂強さ(N/m^2)	0.22		0.28	0.59			0.24	
グラブ引張り強さ、MD方向(N)	117	125	126	222	304	259	62	
グラブ引張り強さ/BW、MD方向($\text{N}/\text{g}/\text{m}^2$)	1.6	2.2	1.8	3.1	3.9	3.3	1.0	
伸び、MD(%)	23	48	21	17			27	
グラブ引張り強さ、XD方向(N)	82	82	69	129	228	175	62	
グラブ引張り強さ/BW、XD方向($\text{N}/\text{g}/\text{m}^2$)	1.2	1.4	1.0	1.8	2.9	2.2	1.0	
伸び、MD(%)	29	72	31	17			56	40
台形引裂き強さ、MD(N)	13		18	11			13	
台形引裂き強さ、XD(N)	8		7	8			12	

IV=固有粘度
2GT=ホリ(ホリ(エチレンテレフタレート))
co-2GT=他のホリエステルと配合されたホリ(ホリ(エチレンテレフタレート))

【 0 0 8 9 】

実施例 7

仕上げ剤を施さなかったこと以外実施例 3 記載の方法に従って不織布シートをつくった。

50

吸収性およびウィッキングのデータを表 2 に示す。

【 0 0 9 0 】

実施例 8

実施例 7 記載の方法に従って不織布シートをつくったが、表面活性仕上げ剤で処理して水によって湿潤できるようにした。0.6% (w/w) の Tergitol^(R) 15-S-12 (Union Carbide 社製) を含む水性浴の中にシートを浸漬する。次いでシートを絞って過剰の液を除去し、乾燥して 150 の炉の中で 3 分間硬化させた。吸収性およびウィッキングのデータを表 2 に示す。

【 0 0 9 1 】

実施例 9

実施例 4 記載の方法に従って不織布シートをつくったが、接合温度は 150 ではなく 190 であり、仕上げ剤は被覆しなかった。吸収性およびウィッキングのデータを表 2 に示す。

【 0 0 9 2 】

実施例 10

実施例 9 記載の方法に従って不織布シートをつくったが、表面活性仕上げ剤で処理して水で湿潤できるようにした。0.6% (w/w) の Tergitol^(R) 15-S-12 (Union Carbide 社製) を含む水性浴の中にシートを浸漬する。次いでシートを絞って過剰の液を除去し、乾燥して 150 の炉の中で 3 分間硬化させた。吸収性およびウィッキングのデータを表 2 に示す。

【 0 0 9 3 】

表 2

不織布シートの吸収性およびウィッキング特性

実施例	7	8	9	10
水に対する GATS 容量 (%)	0	416	0	493
水に対する GATS 吸収率 (容量 50% における g/g/秒)	0	0.39	0	0.52
ウィッキング (1 インチまでの秒)				
水に対し	wnw	8.8	wnw	7.1
料理用油に対し	317	365	396	336
10W-30 モーター油に対し	1375	1859	1637	1671
ヘキサンに対し	4.1	6.9	4.1	5.7

wnw = ウィッキング作用はないと思われる

実施例 11

下記の変更以外実施例 1 記載の方法に従って不織布シートをつくった。含フッ素試薬の仕上げ剤を施さなかった。接合ラインの速度は 28 m/分であり、122 g/m² の坪量を得た。このシートをクリーンルームで洗濯した。この過程は非イオン性の表面活性剤 (シート材料 1 ポンド当たり約 1.8 ガロン (15 リットル/kg)) を加えた高温の水 (最低 120 °F (49 °C)) 中でシートを攪拌する過程を含んでいる。高温の水は予め逆浸透法で精製し、伝導度は 4 ~ 6 μモ / cm であった。次いでシートを脱イオン水 (シート材料 1 ポンド当たり約 1.2 ガロン (10 リットル/kg)) 中で洗滌した。この脱イオン水は約 18 MΩ / cm の抵抗値をもっていた。両方の種類の水を 0.2 μm まで濾過した。拭き取り材料年手の性能に関するデータを含むシートの性質のデータを表 3 に示す。

【 0 0 9 4 】

実施例 12

下記の変更以外実施例 4 記載の方法に従って不織布シートをつくった。含フッ素試薬の仕上げ剤を施さなかった。接合ラインの速度は 28 m/分であり、129 g/m² の坪量を得た。このシートをクリーンルームで洗濯した。この過程は非イオン性の表面活性剤 (シート材料 1 ポンド当たり約 1.8 ガロン (15 リットル/kg)) を加えた高温の水 (最

低 120 ° F (49)) 中でシートを攪拌する過程を含んでいる。高温の水は予め逆浸透法で精製し、伝導度は 4 ~ 6 μ モー / c m であった。次いでシートを脱イオン水 (シート材料 1 ポンド当たり約 1 . 2 ガロン (10 リットル / k g)) 中で洗滌した。この脱イオン水は約 18 M Ω / c m の抵抗値をもっていた。両方の種類の水を 0 . 2 μ m まで濾過した。拭き取り材料年手の性能に関するデータを含むシートの性質のデータを表 3 に示す。

【 0095 】

表 3
不織布シートの拭き取り特性

実施例	11	12
繊維の本数 ($>100 \mu\text{m} / \text{cm}^2$)	0.37	0.16
粒子の数 ($\times 10^3 / \text{cm}^2$)	2.4	1.6
吸収率 (cc / m^2)	394	614
比吸収率 (cc / g)	3.0	4.2
1 / 2 吸収時間 (秒)	1	2
抽出可能物質 (重量% / 水)	0.03	0.03
抽出可能物質 (重量% / IPA)	0.27	0.51
ナトリウム (ppm)	1.3	1.2
カリウム (ppm)	0.15	0.07
カルシウム (ppm)	1.2	1.1
マグネシウム (ppm)	0.04	0.03

10

上記の説明および添付図面は公共の知識の基礎に寄与するように本発明のを説明し記述することを意図したものである。このような知識および理解の寄与を交換する際には、排他的な権利が探索され尊重されなければならない。このような排他的な権利の範囲は上記に示した特定の詳細点および好適な配置によりいかなる方法においても制限され狭められるべきではない。本明細書に対して認められるべき特許権の範囲は添付特許請求の範囲によって判断され決定されなければならない。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の不織布シートを製造する装置の模式図。

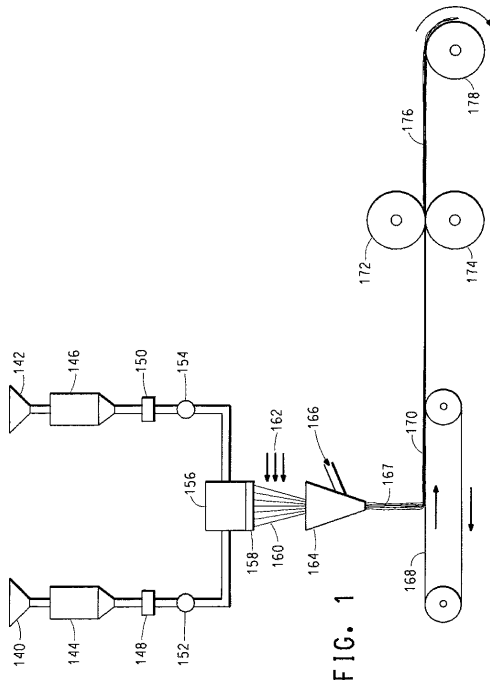
【図 2】 本発明の不織布シートを製造する本発明の装置の一部を示す模式図。

【図 3】 鞘 - 芯型の二成分繊維の芯の部分の拡大図。

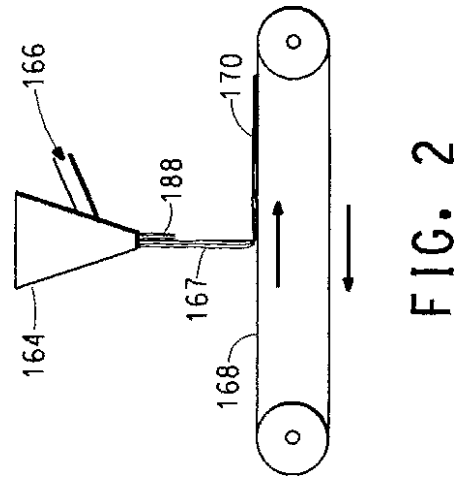
20

30

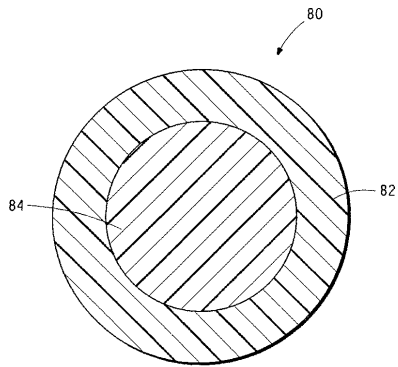
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

- (74)代理人 100093300
弁理士 浅井 賢治
- (74)代理人 100114007
弁理士 平山 孝二
- (74)代理人 100145953
弁理士 真柴 俊一郎
- (72)発明者 バンサル, ビシヤル
アメリカ合衆国バージニア州 2 3 1 1 2 ミドロシアン・ハントマスタードライブナンバーエフ 5 3
1 0
- (72)発明者 デイビス, マイケル・シー
アメリカ合衆国バージニア州 2 3 1 1 3 ミドロシアン・エツジビューレーン 2 3 0 0
- (72)発明者 ラデイシル, エドガー・エヌ
アメリカ合衆国テネシー州 3 7 2 0 4 ナツシユビル・リプスコームドライブ 1 1 2 3

審査官 斎藤 克也

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 3 0 2 9 5 9 (J P , A)
特開昭 6 4 - 0 0 6 1 6 0 (J P , A)
特表 2 0 0 0 - 5 0 6 9 4 2 (J P , A)
特開平 1 1 - 1 5 8 7 6 5 (J P , A)
特表 2 0 0 0 - 5 1 1 9 7 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

D01D 1/00 - 13/02
D04H 1/00 - 18/00