

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D04H 1/00 D04H 13/00

A62B 23/02 A41D 13/00

B32B 5/26 B01D 39/16

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 98812907.8

[45] 授权公告日 2002 年 12 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1096513C

[22] 申请日 1998.4.13 [21] 申请号 98812907.8

[30] 优先权

[32] 1997.12.1 [33] US [31] 08/982,119

[86] 国际申请 PCT/US98/07529 1998.4.13

[87] 国际公布 WO99/28542 英 1999.6.10

[85] 进入国家阶段日期 2000.7.3

[73] 专利权人 美国 3M 公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 J·E·斯帕琳季特 L·W·贝瑞特

R·C·哈珀

[56] 参考文献

US4536440 1985.8.20 B32B5/06

US4807619 1989.2.28 A62B7/10

审查员 茅 红

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

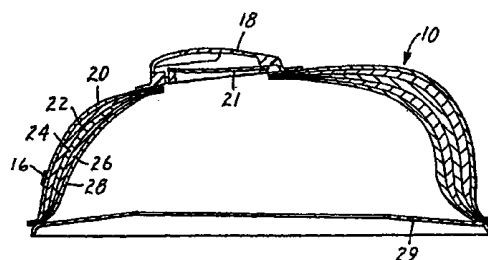
代理人 朱黎明

权利要求书 2 页 说明书 24 页 附图 4 页

[54] 发明名称 含吸着剂颗粒的模压面罩及其制造方法

[57] 摘要

一种模压面罩,它包含在透气的颗粒保持层之间的透气的含吸着剂颗粒层。在成形过程中该含颗粒层可被拉伸而不会被撕裂或明显损失颗粒。含颗粒层中的至少部分纤维本身在形成无颗粒的丝网并冷却至室温后具有足够的粘性,从而使该丝网能自身相互粘合。该面罩可由平的丝网模压而无需将含颗粒层制成成形的预制件。



ISSN 1008-4274

1. 一种多层面罩，它包括在透气的颗粒保持层之间的透气的含吸着剂颗粒层，这种面罩中的至少一层是形状保持层，其中所述含颗粒层是大致杯状的，其特征5 在于在成形过程中该含颗粒层可被拉伸成这种杯状而不会被撕裂或明显损失颗粒，含颗粒层中的至少部分纤维本身在形成无颗粒的丝网并冷却至室温后具有足够的粘性，从而使该丝网能自身相互粘合。

2. 如权利要求 1 所述的面罩，其特征还在于所述层中的一层或多层能捕获或用其它方式截留亚微米的颗粒。

10 3. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于通过加入驻极体电荷提高所述层中的一层或多层的过滤效率。

4. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于所述含颗粒层是具有弹性的。

15 5. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于含颗粒层是无弹性拉伸的。

6. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于成形前含颗粒层在纵向和横向的断裂点伸长率均至少约 25%。

7. 如权利要求 6 所述的面罩，其特征还在于成形前含颗粒层在纵向和横向中的至少一个方向上的断裂点伸长率至少约 50%。

20 8. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于在成形时面罩保持足够的颗粒，从而将面罩置于 50% 相对湿度和 35℃、流量为 20 升/分钟的含 60ppm 正己烷的气氛中时，至少需要 60 分钟才使面罩内正己烷达到 10ppm。

9. 如权利要求 8 所述的面罩，其特征还在于至少需要 90 分钟才使面罩内的正己烷达到 10ppm。

25 10. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于含颗粒层包括有效纤维直径小于约 10 微米的纤维。

11. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于在冲击介质存在下将含颗粒层置于筛网振摇器进行振摇后，该含颗粒层将保持至少约 90 重量%原来存在于丝网内的颗粒。

30 12. 如权利要求 11 所述的面罩，其特征还在于含颗粒层至少保持约 95 重量%原来存在于该层中的颗粒，并且这种层中纤维的有效纤维直径大于约 10 微米。

13. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于含颗粒层包括压敏

粘合剂纤维。

14. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于在收集器上形成含颗粒层并冷却至室温后，含颗粒层所含的纤维至少在约 2 小时内保持足够的粘性，从而使这种层能够本身相互粘合。

5 15. 如权利要求 14 所述的面罩，其特征还在于粘性保持时间至少约 1 天。

16. 如权利要求 14 所述的面罩，其特征还在于所述纤维包括聚 α -烯烃、贵金属催化的聚烯烃或聚氨酯。

17. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于含颗粒层所含的纤维包括可拉伸的嵌段共聚物、丙烯酸酯共聚物、聚烯烃或聚氨酯。

10 18. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于所述颗粒包括碳或氧化铝。

19. 如前面任何一项权利要求所述的面罩，其特征还在于模压前含颗粒层是有枕块的。

20. 一种面罩的制造方法，所述面罩包括透气的含吸着剂颗粒层和透气的颗粒保持层，这种面罩中的至少一层是形状保持层，其特征在于所述方法包括下列步骤：

a) 由热塑性纤维和所述颗粒形成含颗粒层，所述纤维本身在形成无颗粒的丝网并冷却至室温后具有足够的粘性，从而使丝网自身相互粘合；

b) 将所述含颗粒层和颗粒保持层组合在一起，使含颗粒层位于颗粒保持层之间；和

c) 将这些层成形成大致杯状的形状，其中在成形过程中含颗粒层可被拉伸至这种杯状形状而不会撕裂或明显损失颗粒。

含吸着剂颗粒的模压面罩及其制造方法

5 发明的领域

本发明涉及成形纤维面罩和这种面罩的制造方法，戴这种面罩能保护戴者或周围人员免遭空气污染和其它空气传播物的影响。本发明还涉及在一层或多层面罩层中含有活性吸附颗粒的多层成形面罩。

10 发明的背景

一次性杯状多层纤维面罩描述在例如美国专利 4,536,440(Berg)、4,807,619(Dyrud 等)和 5,307,796(Kronzer 等)中。防止有害气体或蒸气的面罩通常包括一层或多层含有吸附颗粒(如活性炭或氧化铝)的纤维丝网层，这些面罩描述在例如美国专利 3,971,373(Braun)、4,384,577(Huber 等)、4,454,881(Huber 等)、4,729,371(Krueger 等)和 4,873,972(Magidson 等)。

含吸附颗粒的纤维丝网已用于各种其它用途，包括真空吸尘器的过滤袋、尿片和油吸附剂。涉及这种含颗粒的纤维丝网的专利包括美国专利 2,988,469(Watson)、3,801,400(Vogt 等)、5,149,468(Hershelman)、5,486,410(Groeger 等)、5,662,728(Groeger)和 PCT 申请 WO 97/30199(Danaklon A/S 等)。含颗粒物质的弹性即可拉伸丝网描述在美国专利 4,741,949(Morman 等)、5,190,812(Joseph 等)、5,238,733(Joseph 等)、5,258,220(Joseph 等)、5,248,455(Joseph 等)和 5,560,878(Dragoo 等)中。含吸着颗粒的有枕块(Pillowed)微纤维丝网描述在美国专利 4,103,058(Humlíček)中。据说适合气体/蒸气过滤和/或吸附的一种载有颗粒的熔喷材料描述在美国专利 4,797,318(Brooker 等)中。据说适合作为吸收制品(如卫生巾、连裤内衬、失禁制品、尿片和与之有关的吸收制品)的一种使用压敏粘合剂微纤维的含颗粒涂料描述在美国专利 5,462,538(Korpman)中。

发明的概述

30 上述美国专利 3,971,373 断言，可使用与加入常规不含颗粒的丝网同样的方法将含颗粒的微纤维片产物加入杯状模压面罩中(参见第 7 栏，第 31 行以及以下内容)。本发明的受让人发现难以从含大量颗粒的丝网片材可靠地模压面罩。在

操作或储存过程中颗粒会从丝网上脱落，形成浪费和尘埃。另外，模压步骤会撕裂丝网，或者导致颗粒压实或通过其它方式重新分布在面罩中，产生较低颗粒含量的区域，有时会导致面罩出乎意料地过早失效。

5 将两层含颗粒的层沿一条正弦曲线形熔合线熔合在一起，随后切割并撑开得到的熔合部件，形成大致杯状的预制件可减少丝网的撕裂和颗粒损失、压实或再分布。使用不含颗粒的过滤层的相似方法描述在上述美国专利 4,807,619 的实施例 22 中。在配合的阳半模和阴半模中模压面罩的形状保持层。随后将撑开的预制件包覆在该模压的形状保持层上，并熔合或用其它方法装配在该模压层上，形成面罩产品。与包括模压常规含颗粒的平丝网的改装方法相比，使用这种预制件
10 的改装方法能减少撕裂、薄斑点和颗粒损耗。但是，制造预制件需要额外的制造设备和步骤，并造成不良的材料浪费。

本发明的一个方面提供一种多层面罩，它包括在透气的颗粒保持层之间的透气的含吸着剂颗粒层，这种面罩中的至少一层是形状保持层，其中所述含颗粒层是大致杯状的，在成形过程中该含颗粒层可被拉伸成这种杯状而不会被撕裂或明
15 显损失颗粒，含颗粒层中的至少部分纤维本身在形成无颗粒的丝网并冷却至室温后具有足够的粘性，从而使该丝网能自身相互粘合。

本发明另一方面提供一种这种面罩的制造方法。

附图简述

20 图 1 是本发明面罩的正视图；
图 2 是图 1 面罩沿 2-2 线的剖面图；
图 3 是用于制造本发明面罩的含颗粒丝网放大的剖面图；
图 4 是用于装配现有技术面罩的含颗粒丝网预制件的透视图；
图 5 是用于形成本发明面罩的模压层的分解透视图；和
25 图 6 是用于制造本发明面罩的有枕块丝网。

发明的详细描述

参见图 1，面罩 10 包括外壳即面罩体 12、用塑料或其它挠性材料制成的可松脱薄片固定就位的弹性系带 14、金属(如铝)制成的易弯曲的极软鼻衬垫 16 和
30 呼气阀 18。边缘熔合 19 将面罩的各层叠合在一起。

图 2 是图 1 面罩沿线 2-2 的剖面图。外成形层 20 是相对刚性的，帮助含颗粒层保持其杯状形状，从而使面罩适合具体戴者的嘴和鼻。过滤层 22 截获随空

气带来的颗粒，要求用具有驻极体电荷的熔喷微丝网制造该过滤层。过滤层 22 是透气性的，但是能保持从含吸着剂颗粒层 24 上偶尔脱落的颗粒(图中未表示)。透气的颗粒保持层 26 也能防止吸入从层 24 上偶尔脱落的颗粒。内成形层 28 帮助含颗粒层 24 保持其杯状形状。出口阀 21 能容易地逸出戴者吐出的气体。面部
5 垫圈 29 能改进面罩与戴者皮肤之间的空气密封。

图 3 显示可用于制造本发明面罩的较好的含颗粒丝网 30。丝网 30 包括粘附在一根或多根纤维 32、34 和 36 上的吸着剂颗粒 33a、33b、35a 和 35b。其它纤维 37 和 38 与吸着剂颗粒相互缠结，但是不与之相粘合。

图 4 是典型的含颗粒丝网预制件 40，在现有技术中用于装配面罩。两个半
10 预制件 42 和 44 沿熔合线 46 在弯曲边缘 43 和 45 处相接。当放在平表面上时，预制件 40 不能平放，而是采取稍微杯状的形状。这有助于将预制件 40 包覆在相邻的成形层和其它层上，制成完整的面罩。杯状预制件 40 能使装配操作中含颗粒层很少变形，从而减少丝网的撕裂、颗粒损失、颗粒压实、颗粒再分布或形成薄斑点。本发明方法取消预制件制造步骤并以大致平的含颗粒丝网代替之，从而
15 简化了制造步骤，并降低材料浪费。

图 5 所示的数层组合在一起能形成本发明面罩。分解图中所示的各层是在模压后，但是通过边缘熔合固定在一起并修整成所需的最终面罩结构前的各层。外成形层 50 具有大致光滑的外表面并能独立于 5 层模压层 52、53、54、56 和 58 进行单独模压。过滤层 51 是蓬松的并且相对无形状，在制造过程中被放置在层
20 50 和 52 之间。成形层 52 具有模压肋条 52a、52b 和 52c。带电荷的驻极体过滤层 53 具有模压的肋条 53a、53b 和 53c，用于截获气流中载带的颗粒并防止含颗粒层 54 的颗粒损失。含颗粒层 54 具有模压肋条 54a、54b 和 54c。带电荷保持颗粒的驻极体内纤维层 56 具有模压肋条 56a、56b 和 56c，用于防止偶尔吸入从层 54 上脱落的颗粒。内成形层 58 具有模压肋条 58a、58b 和 58c。

25 图 6 是可用于本发明面罩的典型的有枕块含颗粒丝网 60。丝网 60 包括密实的高密度区 62 包围的枕块低密度区 64。通过将吸着剂颗粒加入丝网中，以及通过使用下面将详细描述的材料和技术形成可拉伸的丝网(其中至少部分吸着剂颗粒粘附在丝网上)，来对上述美国专利 4,103,058 所述的方法进行改进，制得有枕块丝网 60。

30 在非强制状态下，本发明面罩保持通常非平面的结构并且不会放平。它们可如下制得：制得多层透气材料，使用例如模压方法使各层形成所需的形状，使用例如边缘熔合法任选地将各层固定在一起以帮助保持所需的形状，和附着其它所

需的部件，如系带、逸气阀门和鼻梁衬垫。可容易地省略图 1 和图 2 所示的零件，如面罩的挠性薄片 15、鼻梁衬垫 16、逸气阀门 18 和面部垫圈 29，但是使用这些零件能使戴者舒适、无泄漏地贴合并减少水汽凝结在面罩中或凝结在戴者的护目镜或眼镜上。

- 5 面罩各层无需都具有相同的透气性。只要在所需的穿戴期间它们总体上具有足够的透气性，使戴面罩者相对容易呼吸。同时，尽管使用术语“层”来描述用于形成面罩的材料，但是事实上各层可由数层亚层组成，这些亚层组合在一起得到所需的厚度或重量。面罩所列举的各层相互间无需相邻放置。例如，可使用起其它作用的层将透气的含颗粒层与一层或两层透气的颗粒保持层隔开。
- 10 透气的颗粒保持层相互之间可相同或不同。它们应捕获或用其它方法防止从透气的含吸着剂颗粒层上偶尔脱落的吸着剂颗粒的逃逸。要求一层或多层颗粒保持层具有足够的过滤效率，使其能捕获吸入的环境空气或呼出的逸出气体中载带的空气中的颗粒(如颗粒或纤维)。一层或多层颗粒保持层较好能截留或用其它方式捕获粒径小至 100 微米，更好小至 30 微米，最好小至亚微米的颗粒。颗粒保持层最好放置在含颗粒层的上游和下游(即相对于吸入气流)并靠近该含颗粒层放置。可使用各种材料制备透气的吸着剂颗粒保持层。较好是由非织造的天然或合成纤维或其混合物制得的丝网。合适的天然纤维包括毛、丝和纤维素纤维(如棉、木浆和纸浆)。合适的合成纤维包括聚烯烃，如聚乙烯和聚丙烯、聚酯、聚酰胺及其掺混物、层压物和共聚物。本文中术语“共聚物”是指含两种或多种单体的聚合物，包括三元共聚物、四元共聚物等。可使用热塑性或非热塑性材料，尽管热塑性材料一般较好，以便通过熔合装配面罩。可使用织造或非织造材料，对于大多数用途来说非织造材料是较好的。可使用熔喷或纺粘技术制造这种非织造丝网。还可在 Rando Webber(Rando Corporation, Macedon, N.Y.)气流铺置机或在梳理机上制备非织造丝网。较好例如通过加入驻极体电荷来增强颗粒保持层的过滤效率。当颗粒保持层仅需捕获从含颗粒层上脱落的颗粒时，则一般应将颗粒保持层的基重和材料成本保持在尽可能低的水平。但是，当颗粒保持层还起过滤层的作用时，应将所要求的过滤效率作为选择所需的丝网材料、基重和其它丝网特性的指标。例如，可选择不同的颗粒保持过滤层，以符合 42CFR 第 84 部分第 K 节所述的非粉末空气纯化颗粒面罩的 9 个现行的(美)全国职业安全与保健学会鉴定要求中的每一要求。
- 25 透气的含颗粒层在成形成杯状的过程中应可拉伸而不会撕裂或明显损失颗粒。该层可以是弹性的(即拉伸至小于断裂点的特定长度后能基本回复至其原来
- 30

尺寸)或者能无弹性拉伸(即能被拉伸,但是拉伸后一般不能基本回复至其原来尺寸)。一般来说,较好是无弹性拉伸的含颗粒层。尽管在微观上总会存在某种程度的撕裂,但是当将透气的含颗粒层拉伸至实际面罩定型加工所需的程度时,该层不应出现可察觉的撕裂。实际的定形条件各不相同,但是对于模压加工它一般包括如模压温度和压力、循环时间和模具形状之类的因素。作为需形成典型的杯状面罩的在线模压操作的一般规则,含颗粒层在纵向和横向较好均至少具有约 25 %的断裂伸长率,并且在纵向和横向中的至少一个方向较好具有至少约 30 %的断裂伸长率,更好至少具有约 50 %断裂伸长率。

拉伸时,含颗粒层还不应表现出明显的颗粒损失。实际允许的颗粒损失量取决于所需的面罩结构和将要使用的环境。例如,作为在典型的有机蒸气存在下使用的面罩的一般规则,在成形过程中面罩较好保留足量的颗粒,以便如下面实施例 1 所述用正己烷试验方法对面罩进行评价时,至少在 60 分钟,更好至少在 90 分钟以后面罩内测得正己烷量才达到 10ppm。使用下面实施例 1 所述的振摇试验对含颗粒丝网单独进行评价,无需制得面罩就可评价颗粒保持性。较好的是,当采用这种振摇试验进行评价时,该含颗粒层较好至少保持约 90 重量%,更好保持约 95 重量%,最好至少保持约 99 重量%该层制得时原来存在的颗粒量。

颗粒较好粘附在含颗粒层的纤维上。实际的粘性取决于所使用的颗粒和纤维以及将颗粒加入丝网的方式。粘附的颗粒最好与一根或多根相邻的纤维发生“面接触”,也就是说,在纤维与颗粒接触的区域它们会表现出比点接触更多的接触。通常面接触的结果例如如图 3 的纤维 32 和颗粒 33a 所示形成颈部。

含颗粒层中的纤维本身在形成无颗粒的丝网并冷却至室温(20℃)以后,至少部分纤维应具有足够的粘性,使得丝网本身能相互粘附。这种粘性可用手进行评价,但是应在丝网达到室温后迅速进行。可将冷却的丝网折叠,随后用手将其拉开以测定丝网层是否相互粘附在一起。

可使用例如 Wente, Van A 的“超细热塑性纤维”工业工程化学, Vol. 48, p1342-1346、Wente, Van A. 等在 1954 年 5 月 25 日出版的海军研究实验室的报告 No. 4354 中的“超细有机纤维的制造”以及美国专利 3,825,379(Lohkamp 等)和 3,849,241(Butin 等)所述的设备形成所需的含颗粒层。这些文献中将所述的微细纤维称为熔喷纤维,它一般是基本连续的,它在模头喷丝孔出口和凝聚面(收集器)之间通过微纤维的缠结而形成粘着的丝网,微纤维的缠结部分归因于夹带纤维的湍流气流。当用熔喷法制造时,单根纤维一般具有约 100 微米或更小,较好约 50 微米或更小,最好约 10 微米或更小的有效纤维

直径。还可用其它常规熔纺法，如纺粘法形成含颗粒层。当用熔纺法制备时，含颗粒层的纤维直径较好约 100 微米或更小。

含颗粒层中的纤维可包括压敏粘合剂纤维，这种纤维能使含颗粒层具有持久的粘性，足以使由这种纤维形成的无颗粒丝网暂时相互粘附在一起。但是，也可使用无耐久压敏粘合剂的纤维，只要在收集器上由这种纤维形成的无颗粒丝网在冷却至室温后的一段短暂的时间内（例如至少约 30 秒，较好至少约 2 小时，最好至少约一天或更多天），所述纤维具有足够的粘性，使得丝网能自身相互粘附即可。简单地说，可将压敏粘合剂纤维和暂时粘性的纤维通称为“粘合剂纤维”。

含颗粒层最好还包括与粘合剂纤维紧密合并的非粘合剂纤维材料。使含颗粒层总体上具有合适的拉伸强度、透气性、模塑性和其它所需的性能。合并的粘合剂纤维和非粘合剂纤维材料可以各自单独的纤维存在，或者作为在复合纤维中的不同区域或作为部分掺混物。例如，复合纤维的形状可以是两层或多层层状的纤维、皮芯纤维排列或者“海岛”状纤维结构。一般来说，对于任何形式的多组分复合纤维，粘合剂纤维组分应至少构成多组分复合纤维的部分露出外表面。较好的是，在离散的区域中（该区域最好沿纤维的整个长度方向延伸），多组分复合纤维中的单个组分沿纤维长度方向基本是连续的。

如例如美国专利 5,238,733、5,601,851(Terakawa)或 PCT 公布 WO 97/2375 所述，可将复合纤维制成多层纤维。多层的和皮芯熔喷微纤维描述在例如上述美国专利 5,238,733 中。该专利全文在此引为参考。该专利描述使两股分开的聚合物料流进入一个单独分流器或合并歧管，形成多组分熔喷微纤维丝网。一般在模头或模头喷丝孔前分流的或分开的料流立即合并在一起。分开的料流较好沿靠近的平行流动路径形成熔体料流并合并，在合并处分开的料流基本互相平行以及与形成的多层合并料流的流动路径平行。随后使这种多层料流进入模头或模头喷丝孔并使之通过模头喷丝孔。空气狭缝放置在一排模头喷丝孔的任何一侧，引导均匀加热的空气高速流向挤出的多组分熔体料流。高速热空气牵伸并拉细挤出的聚合物材料，在离开模头相对短的距离后该材料固化。在模头和收集器表面之间高速空气形成湍流，使在气流中夹带的熔喷纤维相互缠结并形成粘着的非织造丝网。将下面详细描述颗粒物质加入湍流的气流中，从而使之混入粘着的非织造丝网中，这可例如通过使用大点滴器或其它已知的方法实现。随后用已知的方法在收集器上形成该固化的或部分固化的含颗粒层。

或者，可使用例如美国专利 5,382,400(Pike 等)所述的纺粘法形成复合纤维，该方法通过分开的导管将分开的聚合物料流加入喷丝头，以制造常规结构的

复合纤维。一般来说，这种喷丝头包括一个含有带一叠金属板的喷丝组件的箱子，这些金属板形成的孔图案排列产生的流动路径能引导分开的聚合物组分分开地通过该喷丝头。可对喷丝头进行排列以一排或多排纤维的方式垂直或水平地挤出聚合物。

- 5 形成熔喷的复合纤维的另一种设备描述在例如美国专利 5,601,851 中。它使用在分布和/或分流板上切割的凹槽使聚合物料流分开进入各个单独的模头喷丝孔。可使用这种设备挤出来自各不同喷丝孔的不同聚合物，以形成分开的不同纤维，这种纤维形成具有不同纤维的基本均匀分布的粘着的缠结丝网。通过使两种分开的聚合物进入各模头喷丝孔，可形成复合纤维。所述设备适用于熔喷型排列，其中模头喷丝孔沿模头形成一排。

- 10 粘合剂纤维包括适合熔喷（例如，用毛细管流变仪测得的熔融加工条件下的表观粘度为 150-800 泊的材料）、纤维纺丝或纺粘法的可挤出的压敏粘合剂材料或暂时粘性的材料。对于用单个模头或喷丝头形成的不同聚合物或掺混物的复合纤维或共成形(co-formed)纤维，分开聚合物料流的粘度应相当接近地匹配，以便形成均匀的纤维和丝网，但是这不是必需的。一般来说匹配的粘度可确保对聚合物进行最少混合就可更均匀地形成复合纤维，所述混合会导致纤维断裂并起球
- 15 (shot)(小颗粒状的聚合物材料)，并降低丝网的拉伸性能。但是，存在不连续的纤维或起球不一定是合需求的，只要丝网具有所需的总体拉伸强度和粘合强度即可。

- 20 用于形成离散的压敏粘合剂纤维、复合纤维或掺混物(离散纤维或复合纤维的掺混物)的具体材料取决于面罩要求的用途，在聚合物掺混物或复合纤维的情况下，取决于所选的非粘合剂纤维材料。粘合剂纤维材料较好是任何可热熔挤出的共聚物或组合物，其熔体相的粘度适合于用熔融法形成纤维，或者适合在溶液相溶液纺丝纤维。合适的粘合剂纤维材料包括可拉伸的嵌段共聚物、丙烯酸酯类、某些聚烯烃和各种其它粘性或暂时粘性的粘合剂。暂时粘性的粘合剂(例如聚 α -烯烃、茂金属催化的聚烯烃和聚氨酯)令人惊奇地提供良好的颗粒保持性，尤其在在大于约 10 微米的有效纤维直径时，因此这种粘合剂是较好的。在本文中“有效纤维直径”是用实施例 1 方法估算的。当纤维直径增加时常规的熔喷微纤维材料会失去颗粒保持性。由于较大的纤维产生具有较低压力降的丝网，因此
- 25 使用暂时粘性的粘合剂纤维能制得兼有良好颗粒保持性和低压力降的过滤丝网。
- 30

可拉伸的嵌段共聚物

合适的可拉伸的嵌段共聚物包括用增粘的弹性体形成的共聚物，其中较好的弹性体是 A-B 型嵌段共聚物，其中 A 嵌段和 B 嵌段具有线型、辐射型或星型结构。A 嵌段由分子量为 4000-50,000，更好为 7000-30,000 的单烯基芳烃(较好是聚苯乙烯)嵌段组成。A 嵌段的含量较好占嵌段共聚物的约 10-50 重量%，更好约 10-30 重量%。其它合适的 A 嵌段可由 α -甲基苯乙烯、叔丁基苯乙烯和其它环烷基化的苯乙烯及其混合物形成。B 嵌段由弹性共轭二烯形成，一般是平均分子量约为 5000-500,000，较好约 50,000-200,000 的聚异戊二烯、聚丁二烯或其共聚物组成。B 嵌段二烯还可以是氢化的。B 嵌段的含量较好约占嵌段共聚物的 90-50 重量%，更好约占 90-70 重量%。

用于可拉伸的嵌段共聚物的增粘组分一般包括固体增粘树脂、液体增粘剂、增塑剂或其混合物。较好的是，增粘树脂选自与弹性体的聚二烯 B 嵌段部分至少部分相容的一组树脂。尽管不是最好，但是较少量的增粘树脂一般可包括与 A 嵌段相容的树脂，当存在这种树脂时，一般将其称为端基封闭增强树脂。一般来说，端基封闭树脂由芳族单体形成。用于粘合剂聚合物的合适的液体增粘剂或增塑剂包括环烷油、石蜡油、芳香油、矿物油或低分子量松香酯、聚萘烯和 C-5 树脂。某些合适的 B 嵌段相容的固体增粘剂树脂包括 C-5 树脂、树脂酯、聚萘烯等。粘合剂的增粘部分一般为每 100 份弹性体相 20-300 份。较好的是，这增粘部分主要是固体增粘剂，但是粘合剂组合物的 0-25 重量%，较好 0-10 重量%可以是液体增粘剂或增塑剂。

用于熔喷法的合适的可拉伸的嵌段共聚物描述在 EP 658351 中，该专利例举了熔喷纤维合成橡胶树脂型粘合剂，在一次性吸收制品中用来固定颗粒吸着剂或用作压敏粘合剂附件(例如用于卫生巾)。例举的合适的粘合剂材料包括苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯三嵌段共聚物，该共聚物具有 42-65%的偶合效率(例如存在 58-35%聚苯乙烯-聚异戊二烯二嵌段物质)，用 C-5 烃树脂(如购自 Goodyear 的 WINGTACK PLUS and WINGTACK 10 增粘剂)增粘并用抗氧剂稳定。其它市售的可拉伸嵌段共聚物包括“KRATON”嵌段共聚物，如购自 Shell Chemical Co. 的 KRATON D 1107、KRATON D 1112 和 KRATON G 1657 嵌段共聚物；购自 Fina Oil and Chemical 的 FINAPRENE 共聚物；购自台湾合成橡胶有限公司的 TAIPOLE 的苯乙烯-丁二烯可拉伸的嵌段共聚物；购自 Kuraray Co. 的 SEPTON SEPS 的三嵌段共聚物及其掺混合物(包括复合纤维)。

丙烯酸酯类

合适的丙烯酸酯类包括来自：(i)至少一种单官能的(甲基)丙烯酸烷酯单体(即丙烯酸烷酯和甲基丙烯酸烷酯单体)；和(ii)至少一种可自由共聚的单官能增强单体的聚丙烯酸酯。所述增强单体的均聚物玻璃化温度(T_g)高于单体(i)的均聚物玻璃化温度，它能增加形成的共聚物的玻璃化温度和模量。选择单体(i)和(ii)使之形成的共聚物可挤出并可形成纤维。较好的是，用于制造粘合剂纤维的单体包括均聚物的玻璃化温度一般不超过约 0°C 的单体(i)，和均聚物的玻璃化温度一般至少约 10°C 的单体(ii)。单体(i)和(ii)的玻璃化温度通常精确至 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，并用差示扫描量热法测得。

10 单体(i)提供挠性并增粘所述共聚物。较好的是，单体(i)的均聚物的玻璃化温度 T_g 不超过约 0°C 。单体(i)的烷基较好平均具有约 4-14 个碳原子。烷基链中可任选地含有氧原子，从而例如形成醚或烷氧基醚。单体(i)的例子包括，但不限于丙烯酸 2-甲基丁酯、丙烯酸异辛酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酸 4-甲基-2-戊酯、丙烯酸异戊酯、丙烯酸仲丁酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸正己酯、丙烯酸 2-乙基己酯、丙烯酸正辛酯、丙烯酸正癸酯、丙烯酸异癸酯、甲基丙烯酸异癸酯和丙烯酸异壬酯。单体(i)的其它例子包括，但不限于聚乙氧基化或聚丙氧基化的甲氧基(甲基)丙烯酸酯(即聚(环氧乙烷/环氧丙烷)单(甲基)丙烯酸酯)大单体(也称为大分子单体)，聚甲基乙烯基醚单(甲基)丙烯酸酯大分子单体和乙氧基化或丙氧基化的壬基酚丙烯酸酯大分子单体。这种大分子单体的分子量一般约 100-20 600g/mol，较好约 300-600g/mol。它们可通过由于分相形成增强微区而形成的物理交联而起交联剂的作用。可使用归为单体(i)的各种单官能单体的混合物制得制备本发明所用的纤维。

增强单体(ii)提高制得的共聚物的玻璃化温度和模量。单体(ii)的均聚物 T_g 较好至少约 10°C 。更好的是，单体(ii)是增强的单官能(甲基)丙烯酸类单体，包括丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酰胺和丙烯酸酯。单体(ii)的例子包括，但不限于丙烯酰胺类，如丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、N-甲基丙烯酰胺、N-乙基丙烯酰胺、N-羟甲基丙烯酰胺、N-羟乙基丙烯酰胺、双丙酮丙烯酰胺、N,N-二甲基丙烯酰胺、N,N-二乙基丙烯酰胺、N-乙基-N-氨乙基丙烯酰胺、N-乙基-N-羟乙基丙烯酰胺、N,N-二羟甲基丙烯酰胺、N,N-二羟乙基丙烯酰胺、叔丁基丙烯酰胺、二甲基氨基乙基丙烯酰胺、N-辛基丙烯酰胺和 1,1,3,3-四甲基丁基丙烯酰胺。单体(ii)的其它例子包括丙烯酸和甲基丙烯酸、衣康酸、巴豆酸、马来酸、富马酸、丙烯酸 2,2-(二乙氧基)乙酯、丙烯酸羟乙酯或甲基丙烯酸羟乙酯、丙烯酸 2-羟丙酯或甲

基丙烯酸 2-羟丙酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸异丁酯、甲基丙烯酸正丁酯、丙烯酸异冰片酯、丙烯酸 2-苯氧基乙酯或甲基丙烯酸 2-苯氧基乙酯、丙烯酸联苯酯、丙烯酸叔丁基苯酯、丙烯酸环己酯、丙烯酸二甲基金刚烷酯、丙烯酸 2-萘酯、丙烯酸苯酯、N-乙烯基吡咯烷酮和 N-乙烯基己内酰胺。可使用归为单体(ii)类的各种增强的单官能单体的混合物制备本发明所用的粘合剂纤维。

较好配制丙烯酸酯共聚物使得到的 T_g 小于约 25°C ，更好小于约 0°C 。每 100 份中，这种丙烯酸酯共聚物较好包括约 60-98 份至少一种(甲基)丙烯酸烷酯单体(i)，以及包括约 2-30 份至少一种可共聚的增强单体(ii)。较好的是，每 100 份中，丙烯酸酯共聚物约含 85-98 份至少一种(甲基)丙烯酸烷酯单体(i)和约 2-15 份至少一种可共聚的增强单体(ii)。

如有必要，可使用交联剂以增加共聚物的分子量和强度，并因此改进粘合剂纤维的完整性和形状。交联剂较好是可与单体(i)和单体(ii)共聚的试剂。交联剂可形成化学交联(如共价键)。或者，它可例如通过分相或酸碱相互作用形成增强微区而产生物理交联。合适的交联剂描述在美国专利 4,379,201(Heilman)、4,737,559(Kellen)、5,506,279(Babu 等)和 4,554,324(Husman)。

在挤出共聚物并形成纤维前，这种交联剂最好不活化产生交联。因此，交联剂可以是光交联剂，在紫外光照射(例如波长约 250-400nm 的紫外光照射)后它使共聚物产生交联。但是，较好无需进一步加工就可使交联剂产生交联，通常是物理交联。物理交联是通过微区分相，产生可逆热交联而实现的。因此，用产生可逆物理交联的交联剂制得的丙烯酸酯共聚物在使用熔融法制备纤维中特别有利。

较好的是，可共聚的交联剂是(1)丙烯酸类交联单体，或(2)具有可共聚的乙烯基基团的聚合交联物质。交联剂更好是具有可共聚乙烯基基团的聚合交联物质。较好的是，这些单体中的每一种均是能与单体(i)和(ii)共聚的可自由基聚合的交联剂。可使用各种交联剂的混合物制备丙烯酸类共聚物。但是应理解这种交联剂是任选的。

丙烯酸类交联单体较好是可与单体(i)和(ii)共聚并对聚合物进行辐照能在聚合物主链中产生自由基的单体。这种单体的一个例子例如是美国专利 4,737,559 所述的丙烯酸化的二苯甲酮。

具有可共聚的乙烯基基团的交联聚合物质(2)较好用通式 $X-(Y)_n-Z$ 表示，其中 X 是可共聚的乙烯基基团，Y 是二价连接基团，其中 n 为 0 或 1，Z 是 T_g 大于约 20°C 、重均分子量约为 2,000-30,000 并且在共聚条件下基本无活性的单价聚合

部分。适用于制造本发明所用的丙烯酸酯共聚物的更好的乙烯基封端的聚合单体(2)还可限定为具有：一个通式为 $\text{HR}^1\text{C}=\text{CR}^2-$ 的 X 基团，其中 R^1 是氢原子或 COOH 基团， R^2 是氢原子或甲基；或一个通式为 $-\text{[C(R}^3\text{)(R}^4\text{)CH}_2\text{]}_n-\text{R}^5$ 的 Z 基团，其中 R^3 是氢原子或低级烷基， R^4 是低级烷基， n 是 20-500 的整数， R^5 是选自 $-\text{C}_6\text{H}_4\text{R}^6$ 和 $-\text{CO}_2\text{R}^7$ 的单价基团，其中 R^6 是氢原子或低级烷基， R^7 是低级烷基。

有时将这种乙烯基封端的聚合交联单体称为大分子单体。一旦与(甲基)丙烯酸酯单体和增强单体聚合，这种类型的乙烯基封端的聚合单体形成具有侧接的聚合部分的共聚物，所述聚合部分会增强否则会变软的丙烯酸酯主链，使形成的共聚物粘合剂的剪切强度明显增加。这种交联聚合物质的具体例子描述在美国专利 4,554,324(Husman 等)中。

使用时，加入有效量的可共聚的交联剂，所述有效量是指足以使丙烯酸酯产生交联，从而在含颗粒层中产生所需的最终粘合性能的量。如果使用的话，按单体总量计，交联剂的用量较好约为 0.1-10 份。

如果使用光交联剂，可将纤维状的粘合剂置于波长约为 250-400nm 的紫外光中。在这种较好的波长范围中交联粘合剂所需的辐照能量约为 $100-1500\text{mJ}/\text{cm}^2$ ，较好约为 $200-800\text{mJ}/\text{cm}^2$ 。

可使用各种自由基聚合方法合成本发明丙烯酸酯共聚物，包括溶液聚合、辐照聚合、本体聚合、分散聚合、乳液聚合和悬浮聚合。还可使用本体聚合方法，如美国专利 4,619,979 或 4,843,134(均授予 Kotnour 等)所述的连续自由基聚合、美国专利 5,637,646(Ellis)所述的使用间歇反应器的基本绝热聚合法、和国际专利申请 No WO 96/07522 所述的描述聚合包装的预粘合剂组合物的方法，制备丙烯酸酯聚合物用于制造本发明粘合剂纤维。丙烯酸酯共聚物还可含有常规添加剂，如增粘剂(木松香、聚酯等)、增塑剂、流动改性剂、中和剂、稳定剂、抗氧化剂、填料、着色剂等，只要它们不影响形成纤维的熔融法即可。还可使用不能与制备丙烯酸酯共聚物的单体发生共聚的引发剂，以提高聚合和/或交联速率。这些添加剂的加入量不要对所需的丙烯酸酯共聚物性能或其形成纤维的性能产生显著的不利影响。通常，按粘合剂组合物的量计，它们在这种体系中的加入量约为 0.05-25 体积%。

30 聚烯烃

合适的聚烯烃粘合剂包括增粘的较高级聚烯烃弹性体型粘合剂(如聚丁烯粘合剂)，无规的或基本无规的聚丙烯，和适合形成热熔压敏粘合剂的加入或未加

入增粘剂的无定形聚 α -烯烃聚合物。较好是聚 α -烯烃。合适的聚 α -烯烃一般是一种或多种 C_3 - C_5 直链 α -烯烃与高级 α -烯烃(一般是 C_6 - C_{10} α -烯烃)的共聚物。较好是聚烯烃与聚己烯、聚庚烯、聚辛烯、聚壬烯和/或聚癸烯的共聚物。较好的聚 α -烯烃描述在美国专利 3,954,697 和 4,072,812(均授予 McConnell 等)和美国专利 4,684,576(Tabor)中,其中可不加入增粘剂使用无定形聚 α -烯烃共聚物直接形成压敏粘合剂。这些无定形共聚物一般含有 40-60 摩尔%一种或多种高级 α -烯烃共聚单体。但是,可使用合适的相容增粘树脂和增塑油,这些试剂通常相当于上述用于增粘合成 AB 嵌段共聚物弹性体的增粘树脂和增塑油。例如,合适的相容液态或固态增粘剂可包括烃树脂,如聚萘烯、C-5 烃树脂或聚异戊二烯。芳香酸或脂肪酸的树脂酯也是合适的。当使用足量的增粘剂时,高级 α -烯烃的含量可低至 15 摩尔%,并仍可形成合适的粘合剂纤维。

典型的市售聚烯烃包括购自 Dow Chemical Co. 的 ASPUN 6805 和 ASPUN 6806 乙烯/辛烯共聚物,购自 DuPont Dow Elastomers 的 ENGAGE 8400 乙烯/辛烯共聚物,购自 Exxon Chemical Co. 的 EXACT 4023 茂金属催化的乙烯/丁烯共聚物,购自 Eastman Chemical Co. 的 REXENE D 100、EASTOFLEX D 127 和 EASTOFLEX E 1200 聚 α -烯烃,购自 Huls America Inc. 的 VESTOPLAST V520 和 VESTOPLAST V750 聚 α -烯烃及其掺混物(包括复合纤维)。

其它粘性或暂时粘性的粘合剂

用于制造含颗粒层的其它粘性或暂时粘性的粘合剂材料包括聚氨酯,如购自 Morton International 的 MORTHANE 440 和 MORTHANE 455;购自 Dow Chemical Co. 的 PELLETHANE 聚酯基聚氨酯,如 PELLETHANE 2355-85 ABR 聚氨酯;购自 B. F. Goodrich Specialty Plastics 的 ESTANE 聚氨酯,如 ESTANE 58238 和 ESTANE 58661 聚酯基聚氨酯;1997 年 12 月 1 日提交的未审定美国专利申请(代理人卷宗号 53314USA6A)所述类型的聚二有机基硅氧烷聚脲共聚物,该申请所述内容在此引为参考;及其掺混物(包括复合纤维)。

非粘合剂纤维材料

如上所述,含颗粒层可包括非粘合剂纤维材料作为分开的单独纤维、或作为复合纤维中的特定区域和作为部分掺混物。合适的非粘合剂纤维材料包括低级聚烯烃,如聚乙烯和全同立构的聚丙烯、聚酯、聚酰胺、聚苯乙烯和非粘性聚氨酯。

非粘合剂纤维材料一般占含颗粒层中纤维基重的 0-约 90%,较好约占 60-

80%。当非粘合剂纤维材料以离散纤维的形式存在时，这些纤维一般与粘合剂纤维紧密地多根合并。这种多根合并纤维可用上述美国专利 5,601,851 所述的模头制成，或者在单独的模头中制成，该模头可在收集器上形成多根合并的纤维丝网以前，将非粘合剂纤维直接或依次导入含有粘合剂纤维的纤维料流中。使用多个模头形成其它类型多根合并纤维是本领域众所周知的。

一般来说，根据纤维的形成方法，可在本发明中使用合适的抗氧剂和热稳定剂，以防止在纤维成形过程中或使用过程中含颗粒层发生降解。同样，可使用其它常规添加剂，如 UV 吸收剂、颜料、颗粒、短纤维等。

在含颗粒层中可使用各种颗粒。颗粒最好能在预定使用条件下吸收或吸附预计会存在的气体、气溶胶或液体。所述颗粒可具有任何适用的形态，包括小球、小片、细粒或团聚物。合适的颗粒包括活性炭，氧化铝和其它金属氧化物，粘土，钴、铜、银、锰等氧化物的混合物(hopcalite)和其它催化剂，离子交换树脂，分子筛和其它沸石，氧化硅，碳酸氢钠，抗微生物剂，杀菌剂，和杀病毒剂。活性炭和氧化铝是较好的颗粒。可使用颗粒混合物用于例如吸附气体混合物，尽管在实践中一般使用单独的含颗粒层处理气体混合物是较好的。所需的粒径取决于预定的使用条件。作为一般规则，粒径较好约为 30-800 微米，更好约为 100-300 微米。

较好的是，颗粒的含量能使面罩具有所需的过滤和吸附度。其准确的用量取决于各种因素，如颗粒类型、表面积和所需的压力降、使用寿命和其它有关的面罩性能。作为一般规则，按含颗粒层的总重量计，使用含约 65-97%，较好约 70-80% 颗粒的含颗粒层可获得良好的结果。对于含碳颗粒的丝网，碳重量较好约 50-750g/m²，更好约 50-250g/m²。

通过改进上述美国专利 4,103,058(Humliceck)所述的制造方法，使用具有足够拉伸度的纤维并在能将颗粒粘附在丝网上的条件下制造丝网，可制得有枕块含颗粒丝网。有枕块丝网具有特别适用的模压性能，较好适用于本发明面罩。

面罩层中至少有一层是保形层(成形层)。成形层用作一层或两层颗粒保持层。但是，通常使用一层或多层成形功能与需要保持颗粒无关的单独的成形层来形成低重量或低成本面罩。然而，成形层可起成形以外的作用，例如保护面罩的其它层或者预过滤颗粒流。在一些实例中，面罩中仅需一层成形层，但是使用两层成形层(例如如图 2 和图 5 所示的内成形层和外成形层)可更长久和更方便地进行成形。

成形层较好包括含有粘结组分的纤维，在含颗粒层制成杯状形状后，所述粘

结组分能在纤维交点使纤维相互粘结在一起。例如，这可通过使用含粘结组分的纤维而实现，所述粘结组分能在加热和冷却后使相邻的接触纤维结合。这种热粘纤维通常具有单丝和双组分形态。双组分纤维是形成本发明成形层的较好的纤维。合适的双组分纤维包括，例如共延伸的并列型结构，共延伸的同心皮芯结构，
5 如购自 Unitika Limited 的 MELTY 纤维，购自 Kuraray 的 SOFFIT 纤维(在美国由 Chori America, Inc. 销售)和共延伸的椭圆皮芯结构，如购自 Chisso, Inc. 的 CHISSO ES(在美国由 Marubeni Corp. 销售)。用于制造成形层的一种特别有用的双组分纤维具有基本同心的皮芯结构，其结晶聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)芯被无定形共聚酯皮壳所包围。这种双组分纤维由 Unitika Limited 制造并以 4080
10 型 MELTY 纤维出售。另一种特别合适的双组分纤维是同心皮芯纤维，芯为结晶 PET 而皮壳为改性共聚烯烃(如上述美国专利 4,684,576 所述的共聚物)，例如 Hoechst Celanese 制造的 254 和 255 型 CELBOND 纤维。成形层中的纤维一般为 1-200 旦尼尔，较好平均大于 1 旦尼尔，但小于 50 旦尼尔。在较好的实例中，一层或多层成形层含有合成短纤维(较好卷曲的)和双组分粘合纤维的混合物。可根据上述美国
15 专利 5,307,796 所述制得保持表面起绒少和使戴者很舒适的成形层。

粘合纤维通常由加热会软化并在冷却后会粘结在其它纤维上的聚合物材料制得。粘结后粘合纤维通常会保留其纤维结构。粘合纤维的例子有 Eastman Chemical 制造的 444 型 KODEL 纤维和 Hoechst Celanese 制造的 259 型纤维。在
20 加热非织造丝网后，该粘合纤维软化并粘结在相邻接触的纤维上。在模压步骤该非织造丝网冷却后，在纤维交点处形成粘结。

可在丝网的纤维上施涂粘结组分，如丙烯酸胶乳以制造成形层。同样，可将粉末状热活化粘合剂树脂的粘结组分成瀑布状洒落在丝网纤维上，当加热丝网时，丝网中的纤维通过该加入的树脂在交点粘结在一起。本发明成形层最好不加入这种粘结组分，因为它们会提高材料成本和加工成本，并会增加面罩产品的可
25 燃性。

适合形成面罩成形层的短纤维是非热粘性纤维，通常是合成的单组分纤维，例如聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、尼龙和人造纤维制成的纤维。PET 纤维(如 Hoechst Celanese 制造的 121 型和 295 型 TREVIRA 纤维)是较好的短纤维。

外成形层和内成形层较好含有双组分纤维和短纤维的混合物。例如外成形层
30 较好含有约 70 重量%双组分纤维和约 30 重量%短纤维，内成形层较好含有约 60 重量%双组分纤维和 40 重量%短纤维。外成形层通过具有较大的基重或通过含有更高比例的双组分纤维而对面罩提供比内成形层更大的支承。

当仅需要少许过滤时,本发明面罩可使用上述各层而无需再用过滤层。颗粒保持层和含颗粒层通常在某种程度上可过滤吸入和吐出的空气,并能筛除戴者吐出的较大颗粒(如口水)和空气中相对较大的颗粒物质。但是,较好本发明面罩还含有过滤层,用于截留或用其它方法阻止不合需求的小颗粒(如锯屑、绝缘物质、煤灰颗粒等)进入。选用于过滤层中的纤维取决于要过滤的颗粒的类型。特别适用的过滤层可用熔喷纤维(参见 Wente, Van A “超细的热塑性纤维”, 1342 页以后部分所述)的丝网制得。如美国专利 4,215,682(Kubik 等)所述,当使用持久带电荷的熔喷纤维丝网时,该丝网是很好的过滤层。较好的是,这些熔喷纤维的平均直径小于约 10 微米。其它适用的过滤纤维是美国专利 RE 31,285(Van Turnhout)所述的带电荷的原纤化薄膜纤维,和市售的过滤材料,如购自 All Felt Products, Inc. 的 E200 型 TECHNOSTAT 丝网。当是溶液喷出,或者静电喷涂纤维,尤其是微纤维状时,松香羊毛(Rosinwool)纤维丝网和玻璃纤维丝网也是适用的过滤层。

较好的本发明面罩包括至少一层含有熔喷微纤维,较好是带电荷的熔喷微纤维的过滤层。该过滤层较好放置在两层成形层之间,较好放置在含颗粒层的上游,或者同时放置在上游和下游。最好面罩含有两层过滤层,每层过滤层均是带电荷的丝网,分别位于含颗粒层的上游和下游。制备一层或多层过滤层的丝网在与构成面罩的其它层组合在一起前,可使用放置在该丝网上面和下面的红外加热器任选地对其进行热定形(例如在 260-425℃ 的温度下)。

可使用常规的面罩制造技术将面罩层制成所需的最终的面罩结构。例如,可将各层叠在一起并在配合的阳模和阴模之间在室温或升温下对其进行模压。可将各层一起一次模压成形,或者在单独的局部装配中模压各层随后连接在一起。配合的半模具无需紧配合,在面罩表面上可具有均匀或不均匀的模具间隙。可使用例如约 1mm-8mm 模具间隙,从而使各层(如过滤层)能在模具中移动而不会撕裂相邻的各层。

可使用各种常规的装配技术将各层连接在一起形成完整的面罩。适用的技术包括超声波熔合、粘合剂粘结、热粘结、针订和线缝。

下面将通过实施例进一步说明本发明。除非另有说明,否则所有的份和百分数均是以重量计算的。

30 实施例 1 和比较例 1

如下制得含颗粒的丝网。如上述美国专利 5,238,733 所述用多层熔喷微纤维制得丝网。用各个挤出机将两种聚合物材料分开地引入一个共挤出供料头。第一

种材料是购自 Eastman Chemical Co. 的 EASTOFLEX D 127S 无定形聚烯烃。这种材料具有压敏粘合性,下面将其称为 PSA 组分。第二种材料是购自 Exxon Chemical Co. 的 ESCORENE 3505 G 全同立构的聚丙烯,下面将其称为聚丙烯组分。共挤出供料头将 PSA 组分分成两股料流并与聚丙烯组分的料流合并,形成一层聚丙烯夹在上下两层 PSA 中的叠层料流。立即使这种叠层料流进入带有长径比为 6.86:1 的圆形光滑表面喷丝孔的熔喷模头。最初(primary)空气保持在 285℃和 151KPa, 缝隙宽度为 0.076cm,以制得均匀的丝网。模头保持在 285℃并且模头在 187 克/小时/厘米模头宽度的速度下操作。在旋转的鼓收集器上收集丝网,该收集器与模头的间距为 30.4cm。

- 10 在纤维从模头上喷出但到达收集器以前,用美国专利 4,429,001(Kolpin 等)所述的通用方法使活性炭喷落在刚熔喷的熔喷纤维料流上,将其掺混在丝网中。该颗粒是购自 Calgon Carbon Corp., Pittsburgh, PA 的 Calgon 活性炭,40×140 目(105-379 微米)。形成的含颗粒丝网包括总体上具有 PSA/聚丙烯/PSA 叠层结构的双组分纤维,并包括 76%聚丙烯组分和 24% PSA 组分。丝网基重为 375g/m²,
15 含有 80%碳颗粒和 20%双组分纤维。

根据 Davies,C.N. “空气中的灰尘和颗粒的分离”,Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952 所述的方法评价丝网试样的有效纤维直径。

- 使用以 10mm/sec 十字头速度运行的 TA-XT2 型织物分析仪在 80mm 夹持间距
20 下评价 2.54cm 宽的丝网试样的纵向和横向拉伸强度和断裂伸长百分率。

- 使用如下进行的振摇试验评价丝网试样的颗粒保持性。将丝网试样放置在一
张纸上,使用圆形冲模切下三个 171.5mm 的丝网加纸张的圆形试样。在随后的称
重步骤中用纸收集从丝网试样上脱落的颗粒(如碳)。注意将试样去除的总量减至
最小。将试样和收集在纸上的颗粒一起称重。将试样放置在三个标准筛网(尺寸
25 在美国标准 No. 8 和 No. 14 之间)。用四个订书钉沿试样四周等距离地放置穿过筛
网并折叠进入试样,将该试样固定在筛网上。将 20 个美分硬币放置在各个试样
上作为冲击介质。然后将各个筛网叠合在一个内部衬有纸作为碳粒收集面的新筛
网上。将三套试样筛网和收集筛网相互堆叠成含 6 个筛网的堆叠物。在该堆叠物
上装上盖子和底部,在 B 型 RoTap 试验筛网振摇器(Tyler Industrial Products)
30 摇动 10 分钟。取出试样并称重,计算保持的颗粒的重量百分数。由于筛网堆顶
部的试样比筛网堆底部的试样更容易脱落颗粒,因此使用三个试样的平均值确定
颗粒的损失。

通过将 65% 15 旦尼尔的 254 型双组分纤维(Hoechst Celanese Corp)与 35% 15 旦尼尔的 295 型纤维(Hoechst Celanese Corp.)混合在 Double Rando Webber 气流铺置机上制得成形层。每层成形层的基重为 63g/m²。

从 ESCORENE 3505 G 聚丙烯(Exxon Chemical Co.)制得的熔喷微纤维丝网制得带电荷的过滤层,其基重为 56g/m²。如美国专利 5,496,507(Angadjivand 等)所述对该丝网进行电晕放电处理,随后用水流冲击而使丝网带电荷。

通过将一层成形层、含颗粒丝网、带电荷的过滤层和另一层成形层堆叠在一起制得模压面罩。这可通过在 Double Rando Webber 机上形成成形层时将含颗粒丝网和驻电体过滤丝网加入两层成形层之间而实现。

10 使用上述美国专利 4,536,440 所述的通用步骤由所述堆叠的丝网组件模压制得面罩。将模具加热至 114-118℃ 的温度,将丝网组件压缩至 0.13cm 的模具间隙。停留时间为 12-15 秒。观测模压面罩上丝网分离或撕裂的痕迹,未观察到有这种迹象。向该面罩再添加两层。外面一层是阻燃成形层,它是将 40% 15 旦尼尔的 295 型聚酯短纤维(Hoechst Celanese Corp.)、40% 50 旦尼尔的聚酯短纤维和 20% 3 旦尼尔的 259 型粘合纤维(Hoechst Celanese Corp.)混合,随后按
15 丝网总重量计以 37.5% 的添加重量在制得的丝网上涂覆 FYARESTOR 330B 阻燃剂(购自 Ferro Corporation 的 CHEK 分部)而制得的。形成的丝网基重为 180g/m²。在该外层下放置预过滤层,它是将 50% 1.35 旦尼尔的 180 型聚酯短纤维(Hoechst Celanese Corp.)与 50% 平均直径 7 微米的熔喷微纤维混合制得的。
20 形成的丝网基重为 200g/m²。将这两层用超声波熔合在面罩上,并修整掉多余的材料。

如下评价该模压面罩试样的抗臭氧性能。将面罩试样固定在以 24 次/分钟运行的呼吸机上,通过面罩的流量为 40 升/分钟。将该面罩放置在 50% 相对湿度(±3%)和 35℃ (±2℃) 的含 5ppm 臭氧(使用 Orec 03V1-0 型臭氧发生器产生)的气氛
25 中。用 Dasibi 1003-AH 型臭氧监测仪测定渗透该面罩的臭氧。在开始评价后 48 分钟测定臭氧量,单位为份/百万(ppm)。

使用正己烷作为有机蒸气,评价本发明模压面罩试样的防有机蒸气(OV)性。将面罩试样固定在上述呼吸机上,将其放置在 50% 相对湿度(±3%)和 35℃ (±2℃) 的含 60ppm 正己烷的气氛中。透过面罩的流量为 20 升/分钟。使用 HNU PI-201
30 型光致电离监测仪测定透过面罩的正己烷渗透性。记录在面罩腔内测得 10ppm 正己烷所需的时间(分钟)。

用大致相似的层制得比较面罩(下表中称为比较例 1)并进行相似的评价,但

是使用根据上述美国专利 4,807,619 的实施例 22 的通用方法制得的预制层代替含颗粒层制得面罩，该预制层含有 128g/m² 的碳颗粒。

评价结果列于表 1。

表 1

面罩	实施例 1	比较例 1
含颗粒层基重， g/m ²	375	160
含颗粒层中的颗粒含量， 重量 %	80	80
有效纤维直径， 微米	10.9	8.0
纵向断裂伸长率， %	11.9	3.2
横向断裂伸长率， %	58.3	4.2
纵向拉伸强度， g	1017	513
横向拉伸强度， g	1060	331
振摇试验中颗粒保持 %	99.2	83.8
臭氧含量， ppm	48 分钟后 0.064	15 分钟后 0.100
己烷量， 达到 10ppm 所需时间， 分钟	138	29

5

实施例 2

在本实施例中，如实施例 1 制得含颗粒丝网，但是用氧化铝颗粒代替活性炭。氧化铝颗粒购自 Rhone-Poulenc, Inc., Monmouth Junction, NJ，粒径分布为 36-297 微米。该含颗粒丝网的基重为 220g/m²，并且该氧化铝颗粒占丝网总重量

10

量的 65%。

如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。观测模压面罩的丝网分离或撕裂的痕迹，结果未发现这种迹象。

如下评价模压面罩试样的防氟化氢性能。如实施例 1 所述将面罩试样固定呼吸机上，透过面罩的流量为 64 升/分钟，将面罩放置在 50%相对湿度(±3%)和 23

15

℃(±2℃)的含 70ppm 氟化氢的气氛中。使用 Sensidyne HF 检测器测定面罩腔中的氟化氢。记录面罩腔中氟化氢达到 3ppm 所需的时间。时间长于 30 分钟认为其符合 42 CFR § 84.190 的规定。测得的该模压面罩试样的平均时间为 183 分钟。

为了测定模压面罩时是否将含颗粒丝网拉伸至接近其断裂点，从模压面罩上切下试条，取出含颗粒层，如实施例 1 那样评价其断裂点伸长率。在纵向的断裂

20

点伸长率为 11.8%，横向的为 45.5%。

实施例 3

如实施例 2 所述制得含颗粒的丝网，但是通过降低收集速度而使基重增至 309g/m²。氧化铝颗粒载带量为 62%。如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。未发现丝网分离或撕裂迹象。

- 5 如实施例 2 评价面罩。在防氟化氢试验中面罩空腔内氟化氢达到 3ppm 需要 235 分钟，最短的合格时间为 30 分钟。模压后含颗粒层的纵向伸长率为 10.2%，横向伸长率为 42.8%。

实施例 4

- 10 如实施例 1 制得含颗粒的丝网，但是通过降低收集速度而提高丝网的基重。丝网的基重为 473g/m²，活性炭含量为丝网的 68 重量%。有效纤维直径为 10.9 微米。进行实施例 1 的振摇试验，结果 99.4%炭颗粒保留在丝网上。如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤层。未观察到丝网分离或撕裂迹象。

- 15 如实施例 1 所述评价模压面罩试样的防臭氧性能、防有机蒸气性能和压力降。48 分钟后臭氧含量为 0.02ppm，达到 10ppm 己烷所需的时间为 168 分钟，流量为 85 升/分钟时的压力降为 10.2mmH₂O。

实施例 5-6

- 20 如实施例 1 所述制得含颗粒丝网，但是活性炭具有较小的平均粒径，即 80 × 325 目(46-187 微米)。含颗粒丝网的基重、颗粒百分含量和振摇试验结果列于表 2，如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。未观察到丝网分离或撕裂迹象。

- 25 评价模压面罩的防臭氧性能、防有机蒸气性能和压力降。从带有含颗粒层的面罩上沿纵向和横向切得试条。测定模压后含颗粒层的断裂点伸长率和拉伸强度，结果列于表 2。

表 2

实施例	5	6
含颗粒层基重, g/m ²	388	500
颗粒%	73.4	73.3
振摇试验中保持的颗粒%	99.3	99.1
48 分钟后臭氧含量, ppm	0.012	0.009
己烷量达到 10ppm 所需时间, 分钟	174	183
压力降, mmH ₂ O	12.6	19.8
纵向断裂点伸长率, %	10.6	12.0
横向断裂点伸长率, %	23.4	22.1
纵向拉伸强度, g	1129	1991
横向拉伸强度, g	1050	1668

实施例 7

如实施例 1 所述制得含颗粒丝网, 但是将丝网收集在具有圆孔的穿孔收集器上, 使丝网具有如图 6 所示有枕块结构。孔的直径为 0.79cm, 非孔面积占 44.75%。收集器距模头约 18cm。丝网基重为 392g/m², 活性炭占丝网的 70 重量%。当使用实施例 1 的振摇试验进行评价时, 97%颗粒保持在丝网上。如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。未观察到丝网分离或撕裂迹象。

如实施例 1 所述评价模压面罩试样的防臭氧性能、防有机蒸气性能和压力降。48 分钟后臭氧含量为 0.007ppm, 达到 10ppm 己烷所需的时间为 161 分钟, 流量为 85 升/分钟时的压力降为 8.5mmH₂O。

从带有含颗粒层的面罩上沿纵向和横向切得试条。在模压过程中含颗粒层变平, 失去大部分(但不是全部)有枕块外观。含颗粒层的断裂点伸长率在纵向为 9%, 在横向为 36.5%。在纵向的拉伸强度为 1482g, 横向的拉伸强度为 796g。

实施例 8-10

如实施例 1 所述制得含颗粒丝网, 但是聚合物材料是单组分聚合物材料, 并从挤出机直接进入模头。在实施例 8 中, 聚合物是购自 Exxon Chemical Co. 的 EXACT 4023 茂金属催化的乙烯/丁烯共聚物。在实施例 9 中, 聚合物是购自 Morton International 的 MORTHANE 440-200 聚氨酯, 实施例 10 的聚合物是购自 Morton International 的 MORTHANE 455-200 聚氨酯。丝网的基重和颗粒百分含量列于表

3. 在未模压的丝网上沿纵向和横向切得试条。测定丝网的断裂点伸长率和拉伸强度。结果列于表 3。

表 3

实施例	8	9	10
聚合物	EXACT 4023 乙烯/ 丁烯共聚物	MORTHANE 440- 200 聚氨酯	MORTHANE 455- 200 聚氨酯
含颗粒层的基重 g/m ²	128	136	92
颗粒 %	52	64	46
纵向断裂点伸长率, %	79.4	79.7	79.3
横向断裂点伸长率, %	79.5	79.8	79.8
纵向拉伸强度, g	138	212	181
横向拉伸强度, g	117	156	133

5 实施例 11

如实施例 1 所述制得含颗粒丝网，但是无定形聚烯烃是购自 Eastman Chemical Co. 的 EASTOFLEX 1200。丝网基重为 300g/m²，含有 80%炭颗粒和 20 %双组分纤维。如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。未观察到丝网分离或撕裂迹象。

10 如实施例 1 所述评价模压面罩试样的防臭氧性能和防有机蒸气性能。48 分钟后臭氧含量为 0.04ppm，达到 10ppm 己烷所需的时间为 89 分钟。

实施例 12

15 使用两个单独的挤出机并排列模头使挤出物掺混并形成单一丝网而从合并的纤维制得带颗粒的丝网。第一挤出机含有 EASTOFLEX E1200 无定形聚烯烃，第二挤出机含有 ESCORENE 3505 G 聚丙烯。使熔融挤出物进入带长径比为 20:1 的圆形光滑表面喷丝孔的常规海军研究实验室熔喷模头中。最初空气保持在 252℃和 24.8KPa，缝隙宽度为 0.0381cm。两个模头均保持在 316℃。无定形聚烯烃模头在 107 克/小时/厘米模头宽度的速度下操作，聚丙烯模头在 428 克/小时/厘米模头宽度的速度下操作。在微纤维的熔融料流被挤出模头但到达旋转鼓收集器以前，将 Calgon 活性炭颗粒(40×140 目)洒落在该熔融料流上。收集器与模头的间距为 30.4cm。形成的含颗粒层的基重为 300g/m²，有效直径约为 10 微米，含有约 76%碳颗粒和 24%合并的纤维。合并的纤维中 18%是聚α-烯烃，82%是聚丙烯。如实施例 1 所述在含颗粒丝网上装配阻燃成形层、预过滤层、成形层和过滤丝网。

20

未观察到丝网分离或撕裂迹象。如实施例 1 所述评价模压面罩试样的防臭氧性能和防有机蒸气性能。48 分钟后臭氧含量为 0.045ppm，达到 10ppm 己烷所需的时间为 79 分钟。

5 实施例 13-23 和比较例 2-13

使用实施例 1 所述的方法，制得两组具有不同有效纤维直径的含颗粒丝网，并评价颗粒保持性。第一组(在下表 4 中为实施例 13-23)使用粘合剂纤维材料，第二组(在下表 4 中为比较例 2-13)使用非粘合剂纤维材料。每种丝网含有不同目数的碳颗粒。下表 4 所列的是实施例和比较例序号、纤维材料(更详细地描述在表后的注释中)、碳目数、碳颗粒初始重量百分数、振摇试验中保持的碳颗粒百分数和各个丝网的有效纤维直径。

表 4

	纤维材料	碳的目数	初始碳%	振摇试验中保持的碳%	有效纤维直径(微米)
实施例 13	E4023	40×140	80.0	99.8	19.5
实施例 14	E1200	40×140	81.5	95.4	19.8
实施例 15	E1200	80×325	80.0	99.7	19.8
实施例 16	PUR440	40×140	77.3	98.5	22.3
实施例 17	PUR440	80×325	70.6	92.4	22.3
实施例 18	PUR440	12×20	80.9	93.9	24.5
实施例 19	E1200	40×140	81.0	99.7	27
实施例 20	E1200	80×325	77.0	99.8	27
实施例 21	PUR455	40×140	76.2	99.3	35
实施例 22	PUR455	80×325	66.7	98.3	35
实施例 23	PUR455	12×20	80.2	97.7	37.5
比较例 2	F3860	40×140	77.8	83.8	6.4
比较例 3	E3795	80×325	81.5	91.0	6.5
比较例 4	E3795	40×140	81.5	93.6	7.7
比较例 5	E3795	80×325	82.6	93.9	7.7
比较例 6	E3795	12×20	80.3	86.7	7.8
比较例 7	E3795	80×325	79.0	86.0	8.5
比较例 8	E3795	80×325	79.2	92.1	8.6
比较例 9	E3795	40×140	80.2	88.1	16.6
比较例 10	E3795	80×325	78.6	80.5	16.6
比较例 11	E3795	12×20	80.0	77.5	17.3
比较例 12	E3505	80×325	80.3	72.6	21.0
比较例 13	F3860	80×325	80.0	65.5	26.5

表 4 纤维材料的注释:

“E1200”是购自 Eastman Chemical Co. 的 EASTOFLEX 聚 α -烯烃,

“E3505”是购自 Exxon Chemical Co. 的 ESCORENE 3505 G 全同立构聚丙烯,

“E3795”是购自 Exxon Chemical Co. 的 ESCORENE 3795 G 全同立构聚丙烯,

5 “E4023”是购自 Exxon Chemical Co. 的 EXACT 4023 茂金属催化的乙烯/丁烯共聚物,

“F3860”是购自 Fina Oil and Chemical 的全同立构聚丙烯,

“PUR440”是购自 Morton International 的 Morthane 440-200 的聚氨酯,

“PUR455”是购自 Morton International 的 Morthane 455-200 的聚氨酯。

10

上述数据表明由粘合剂纤维制得的含颗粒丝网即使在较大的有效纤维直径也具有良好的颗粒保持性。这可从以有效纤维直径作为横坐标、以%颗粒保持性作为纵坐标的有效纤维直径对%颗粒保持性的图很好地得到证实。实施例 13-23 的图产生具有下列等式的直线:

15
$$\% \text{颗粒保持性} = 0.0447 \times \text{有效纤维直径} + 96.70$$

该线较平的斜率说明在高的有效纤维直径时丝网对颗粒损失是不敏感的。相反,用非粘合剂纤维制得的丝网(比较例 2-13)得到相似的图产生具有下列等式的直线:

$$\% \text{颗粒保持性} = -1.151 \times \text{有效纤维直径} + 98.78$$

20 这后一种直线的相当大负的斜率说明对照丝网在较大有效纤维直径时具有明显的颗粒损失的趋势。

实施例 24-25

如实施例 1 制备两种含颗粒的丝网,但是聚烯烃是购自 Eastman Chemical Co. 的 EASTOFLEX 1200 的聚 α -烯烃,聚丙烯是购自 Exxon Chemical Co. 的 ESCORENE 3795,并且聚烯烃和聚丙烯的混合比为 50:50。两种丝网均加入 90%购自 Kuraray Chemical Co. 的 KURARAY TF 25 $\times$ 45 目碳。评价这些丝网的有效纤维直径、使用实施例 1 的振摇试验评价颗粒保持性以及 在 2m/s 表面速率时的压力降。结果列于下表 5。

30

表 5

实施例	24	25
含颗粒层的基重, g/m ²	485	439
有效纤维直径, 微米	22	35
振摇试验中保持的颗粒%	91	87
压力降, mmH ₂ O	21.3	8.0

上述数据表明,即使在很大的有效纤维直径下含颗粒层也表现出优良的颗粒保持性,并且即使在较高的碳颗粒含量下也能保持低的压力降。

- 5 在不偏离本发明范围和精神的情况下本发明的各种变化和改进对本领域的普通技术人员是显而易见的。应该理解本发明不限于上述说明性实例。

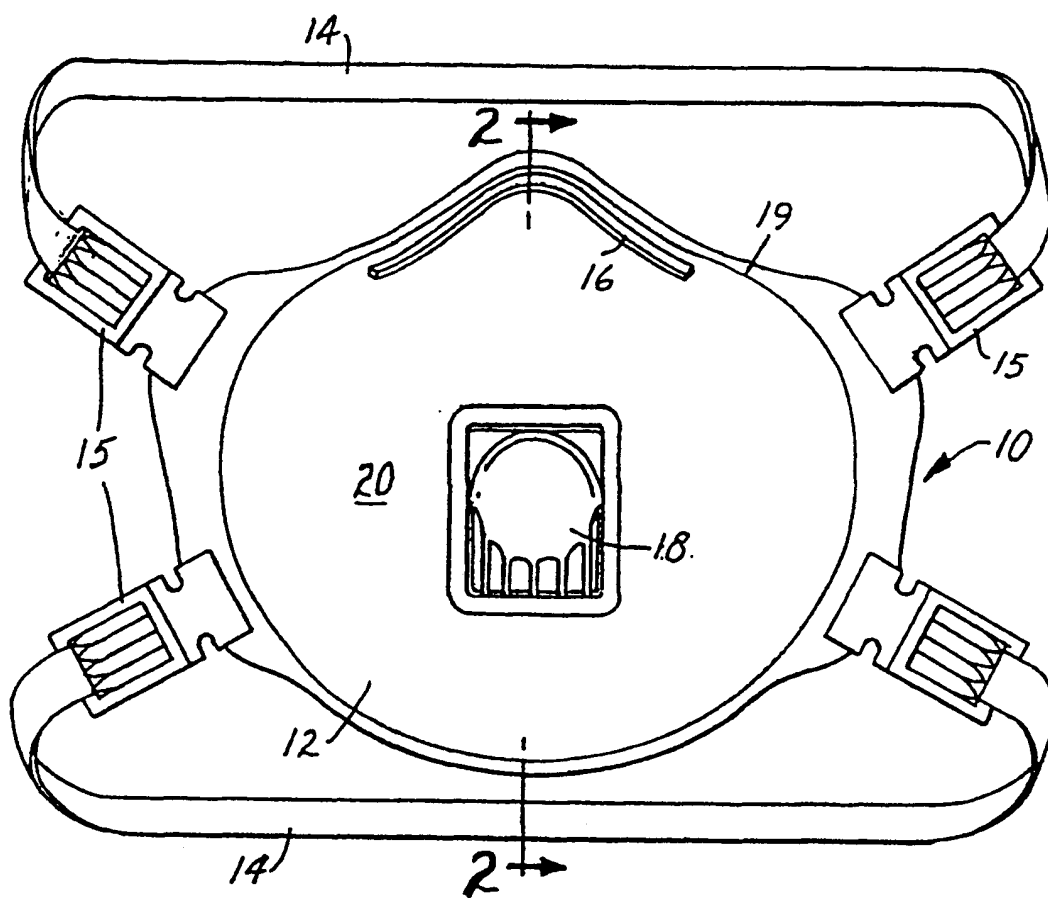


图 1

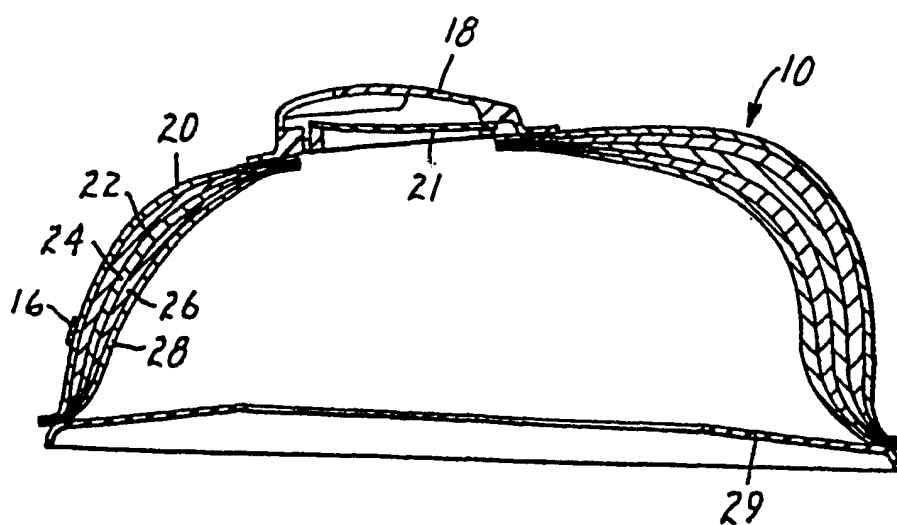


图 2

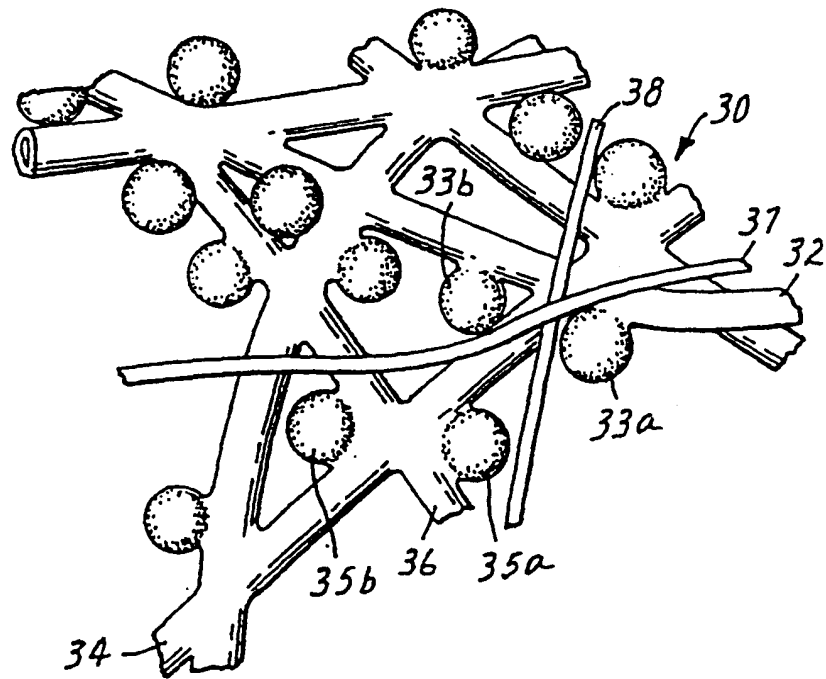


图 3

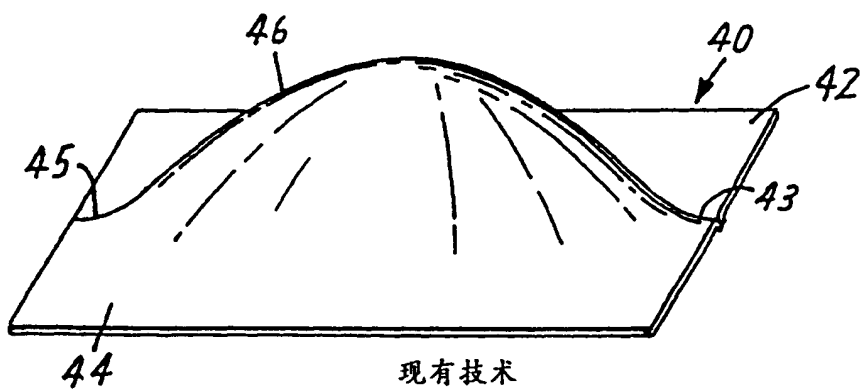
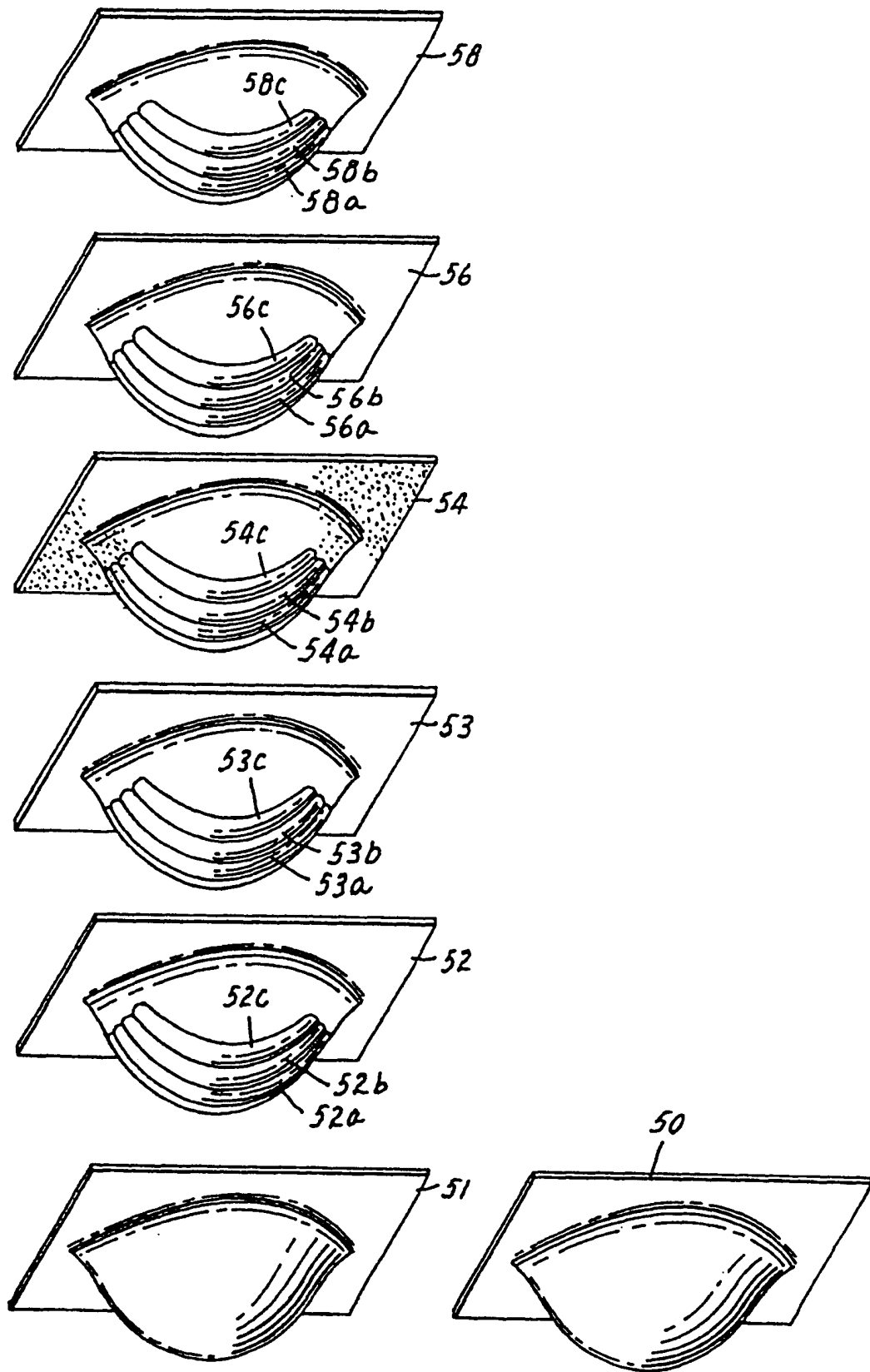


图 4



图

5

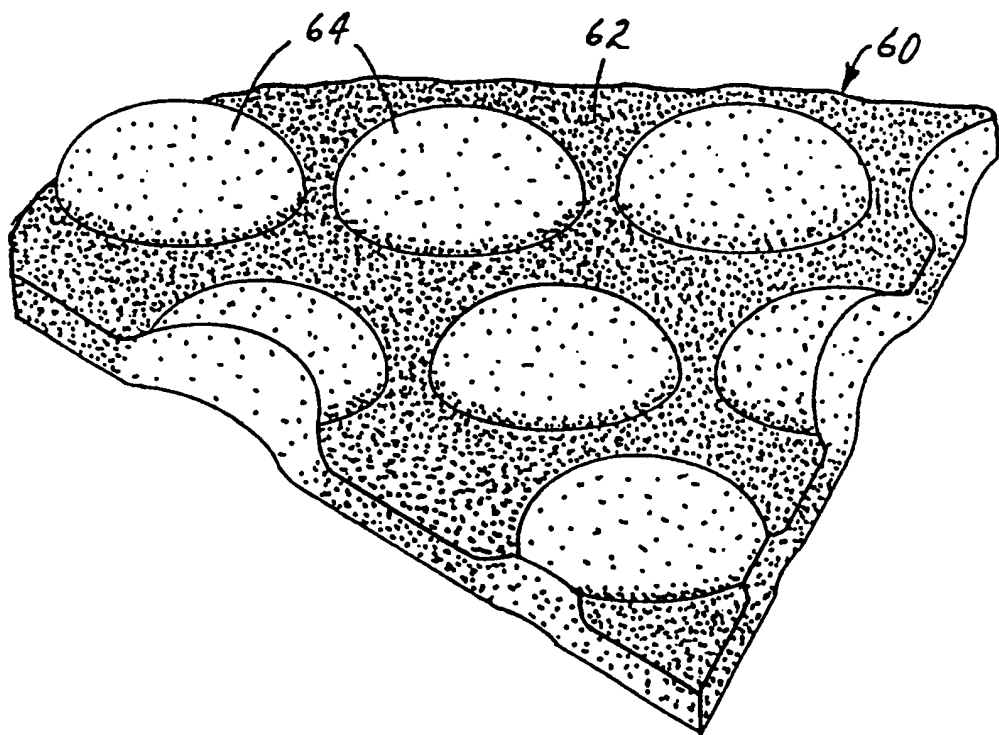


图 6