



(10) **DE 10 2008 022 759 B4** 2019.03.07

(12) **Patentschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2008 022 759.5**
(22) Anmeldetag: **08.05.2008**
(43) Offenlegungstag: **11.12.2008**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **07.03.2019**

(51) Int Cl.: **D01F 6/66 (2006.01)**
C08G 75/23 (2006.01)
B01D 39/16 (2006.01)
D01D 5/04 (2006.01)
D04H 1/72 (2012.01)
D04H 3/16 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
2007-132056 **17.05.2007** **JP**

(73) Patentinhaber:
Sumitomo Chemical Co. Ltd., Tokyo, JP

(74) Vertreter:
VOSSIUS & PARTNER Patentanwälte
Rechtsanwälte mbB, 81675 München, DE

(72) Erfinder:
Kohinata, Yusaku, Tsukuba, Ibaraki, JP; Okamoto,
Satoshi, Tsukuba, Ibaraki, JP

(56) Ermittelte Stand der Technik:

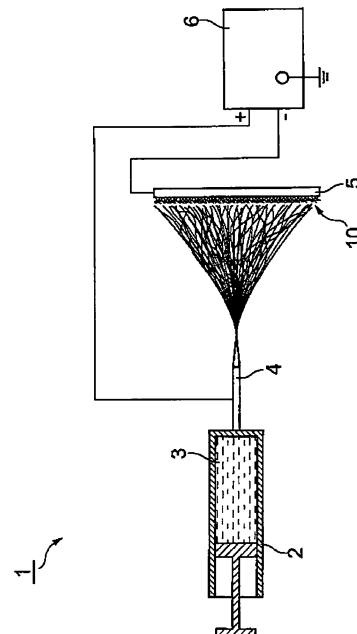
DE	101 55 448	A1
DE	103 20 673	A1
DE	10 2006 049 570	A1
DE	10 2014 004 631	A1
US	2002 / 0 089 094	A1
WO	2007/ 001 405	A2
JP	H03- 72 530	A
JP	2004- 300 242	A
JP	2003- 321 556	A

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser, Polyethersulfonfaser und deren Verwendung**

(57) Hauptanspruch: Ein Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser, wobei das Verfahren die Schritte umfasst:

Austreten lassen einer elektrisch geladenen Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel enthält, aus einem Behälter; und

Ziehen der geladenen Lösung durch elektrische Anziehung in einem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und einer elektrisch geladenen Sammeleinrichtung, die eine zu der Lösung entgegengesetzte Ladung aufweist, erzeugt wird, während zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdampft wird, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden, wobei das Polyethersulfon ein Polyethersulfon ist, dessen 0,5 g/dl-Lösung mit einem N,N-Dimethylacetamid-Lösungsmittel bei einer Temperatur von etwa 25 °C eine reduzierte Viskosität von 0,4 bis 0,7 dl/g aufweist.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Polyethersulfonfaser, ein Herstellungsverfahren dafür und deren Verwendung in einem Filter.

[0002] In der Herstellung von Halbleitern besteht Nachfrage nach einem Filter mit hoher Beständigkeit gegenüber chemischen Flüssigkeiten (die organische Lösungsmittel, Säuren, Alkalis, Oxidationsmittel und dergleichen enthalten) und mit Resistenz gegenüber Elution von Substanzen aus dem Filter. Als Filter mit derartigen Eigenschaften sind bisher üblicherweise mikroporöse Mikrofiltrationsmembranen aus Polytetrafluorethylen (PTFE) vielfach verwendet worden. Da PTFE jedoch teuer ist, neigen die Herstellungskosten dazu erhöht zu werden, insbesondere wenn eine Membran wie eine Mikrofiltrationsmembran aus PTFE hergestellt wird und zur Herstellung von Halbleitern und dergleichen verwendet wird. In den letzten Jahren wurden Untersuchungen durchgeführt zur Verwendung von kostengünstigerem Polyethersulfon für den Filter anstelle der Verwendung von PTFE (siehe JP 2002 166 144 A).

[0003] Es kann jedoch schwierig sein, aus Polyethersulfon eine Faser mit geringem Faserdurchmesser herzustellen. Für einen Filter aus Polyethersulfonfasern, die keinen so geringen Faserdurchmesser aufweisen, kann es jedoch schwierig sein, feine Teilchen ausreichend abzufangen und infolgedessen ist ein derartiger Filter manchmal nicht für eine Mikrofiltermembran, die in der Herstellung von Halbleitern verwendet wird, geeignet.

[0004] Relevanter Stand der Technik ist den Druckschriften DE 101 55 448 A1, DE 103 20 673 A1, DE 10 2006 049 570 A1, DE 10 2014 004 631 A1, US 2002/ 0 089 094 A1, WO 2007/ 001 405 A2, JP H03-72530 A, JP 2004 300 242 A und JP 2003 321 556 A zu entnehmen.

[0005] Die vorliegende Erfindung wurde unter dem voranstehend beschriebenen Sachverhalt ausgeführt. Eine der Aufgaben der vorliegenden Erfindung ist es, eine Polyethersulfonfaser mit geringem Faserdurchmesser, ein Verfahren zur Herstellung einer derartigen Polyethersulfonfaser und einen Filter, der die Polyethersulfonfaser umfasst, bereitzustellen. In der vorliegenden Erfindung kann die Polyethersulfonfaser durch ein Verfahren hergestellt werden, bei dem man eine Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel umfasst, durch eine elektrische Kraft in einem elektrischen Feld ausströmen lässt.

[0006] Insbesondere stellt die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser bereit, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst:

Austreten lassen einer elektrisch geladenen Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel enthält, aus einem Behälter; und

Ziehen der geladenen Lösung durch elektrische Anziehung in einem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und einer elektrisch geladenen Sammeleinrichtung, die eine zu der Lösung entgegengesetzte Ladung aufweist, erzeugt wird, während zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdampft wird, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden.

[0007] In der vorliegenden Erfindung wird eine Polyethersulfonfaser durch ein elektrostatisches Spinnen hergestellt, indem man eine Polymerlösung, die ein Polyethersulfon umfasst, in einem elektrischen Feld austreten lässt, um diese durch elektrische Anziehung zu verteilen. Die Erfinder haben gefunden, dass eine dünnere Polyethersulfonfaser durch das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren gebildet werden kann, verglichen mit Polyethersulfonfasern, die durch herkömmliche Verfahren erhalten werden. Die Polyethersulfonfaser, die in der vorliegenden Erfindung erhalten wird, kann dünn und fein sein, da das erfindungsgemäße elektrostatische Spinnen erlaubt, dass die Polyethersulfon-Lösung durch die elektrische Anziehung herausgezogen wird, wodurch eine dünne feine Faser gebildet wird. Die Polyethersulfonfaser, die durch das erfindungsgemäße Produktionsverfahren erhalten wird, stellt einen Filter bereit, der störende Teilchen einschließlich feiner Teilchen in dem Herstellungsverfahren von Halbleitern und dergleichen sammeln kann.

Fig. 1 ist eine Abbildung, die eine exemplarische Apparatur zum elektrostatischen Spinnen zeigt, die in der vorliegenden Erfindung verwendet werden kann;

Fig. 2 ist eine Abbildung, die eine SEM-Fotografie der Oberfläche einer in Beispiel 1 erhaltenen Faser-substanz zeigt; und

Fig. 3 ist eine Abbildung, die eine SEM-Fotografie der Oberfläche einer in Beispiel 2 erhaltenen Faser-substanz zeigt.

Fig. 4 ist eine Abbildung, die eine SEM-Fotografie der Oberfläche einer in Beispiel 4 erhaltenen Faser-substanz zeigt.

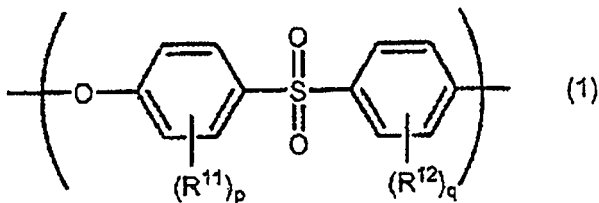
[0008] In der vorliegenden Erfindung kann eine Polyethersulfonfaser hergestellt werden durch ein Verfahren, umfassend die Schritte:

Austreten lassen einer elektrisch geladenen Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel enthält, aus einem Behälter; und

Ziehen der geladenen Lösung durch elektrische Anziehung in einem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und einer elektrisch geladenen Sammeleinrichtung, die eine gegenüber der Lösung entgegengesetzte Ladung aufweist, erzeugt wird, während gleichzeitig zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdunstet wird, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden.

[0009] Das in der vorliegenden Erfindung verwendete Polyethersulfon ist vorzugsweise in einem organischen Lösungsmittel löslich. Ein derartiges Polyethersulfon ist in der Herstellung einer dünnen Polyethersulfonfaser vorteilhaft, da man aus dem Polyethersulfon leicht eine Polymerlösung herstellen kann, die das Polyethersulfon umfasst, welche bei dem vorstehend erwähnten elektrostatischen Spinnverfahren praktischerweise verwendet werden kann.

[0010] Das in der vorliegenden Erfindung verwendete Polyethersulfon weist bevorzugt eine durch die nachstehende Formel (1) dargestellte Struktureinheit auf:

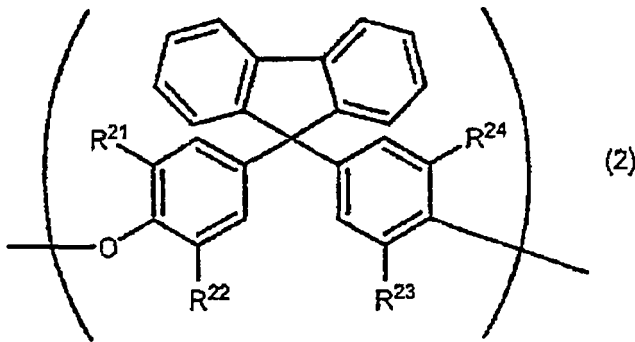


wobei R^{11} und R^{12} jeweils unabhängig voneinander ein Halogenatom, einen Phenylrest, einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellen; und wobei p und q jeweils unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 0 bis 4 sind. Wenn p und/oder q 2 bis 4 ist, kann jeder der Reste R^{11} und R^{12} gleich oder unterschiedlich sein.

[0011] Das Polyethersulfon mit der voranstehenden Struktur kann leicht in einem Lösungsmittel gelöst werden und insbesondere kann daraus leicht eine Polymerlösung hergestellt werden. Infolgedessen können ein Polyethersulfon und die Polymerlösung daraus in geeigneter Weise für das erfindungsgemäße elektrostatische Spinnen verwendet werden, um eine Polyethersulfonfaser mit geringem Faserdurchmesser herzustellen.

[0012] Außerdem wird bei dem erfindungsgemäßen elektrostatischen Spinnen ein derartiges Polyethersulfon verwendet, dass wenn eine Polymerlösung mit 0,5 g/dl aus dem Polyethersulfon in einer N,N-Dimethylacetamid-Lösungsmittel hergestellt wird, die Polymerlösung eine reduzierte Viskosität von 0,4 bis 0,7 dl/g, bevorzugt eine reduzierte Viskosität von 0,4 bis 0,65 dl/g bei einer Temperatur von etwa 25 °C aufweist. Ein derartiges Polyethersulfon wird bei dem erfindungsgemäßen elektrostatischen Spinnen verwendet, da die resultierende Polymerlösung des Polyethersulfons leicht eine Polyethersulfonfaser mit einem geringen Faserdurchmesser bereitstellen kann.

[0013] Ein weiteres bevorzugtes Polyethersulfon, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, weist ferner zusätzlich zu der Struktureinheit der vorstehend erwähnten Formel (1) eine durch die nachstehende Formel (2) dargestellte Struktureinheit auf:



wobei R^{21} , R^{22} , R^{23} und R^{24} jeweils unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen darstellen.

[0014] Obwohl das Polyethersulfon mit einer derartigen Struktur eine hohe Glasübergangstemperatur (T_g) aufweist, kann das Polyethersulfon in einem Lösungsmittel gelöst und durch das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren leicht zu einer Faser verarbeitet werden. Als Ergebnis kann, wenn ein derartiges Polyethersulfon in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, eine Polyethersulfonfaser mit einer hohen T_g , einer ausgezeichneten Wärmebeständigkeit und einem geringen Faserdurchmesser erhalten werden.

[0015] In der vorliegenden Erfindung ist es möglich, eine Faser aus dem Polyethersulfon mit der Struktureinheit der vorstehend erwähnten Formel (1) zu erhalten, wobei die Faser eine T_g von 260 °C oder höher und einen mittleren Faserdurchmesser von 0,01 bis 0,5 μm aufweist. Eine derartige Polyethersulfonfaser ist mikroporös und ist infolgedessen zur Bereitstellung eines Filters für die Mikrofiltration sowie als Filter mit hoher Wärmebeständigkeit geeignet. Eine derartige Polyethersulfonfaser mit einem geringen Faserdurchmesser und einer hohen T_g ist bisher durch die herkömmlichen Faserherstellungsverfahren kaum zu erhalten gewesen.

[0016] Die vorliegende Erfindung stellt ferner einen Filter mit einer hohen T_g bereit, der in der Wärmebeständigkeit ausgezeichnet ist, der eine Polyethersulfonfaser mit einem geringen Faserdurchmesser umfasst. Der Filter kann zur Mikrofiltration in einem Halbleiter-Herstellungsverfahren und dergleichen verwendet werden, wo er ausgezeichnete Filtereigenschaften zum Beispiel im Sammeln von Staub, feinen Teilchen und dergleichen aufweist.

[0017] Infolgedessen wird erfindungsgemäß eine Polyethersulfonfaser mit geringem Faserdurchmesser, wie vorstehend erwähnt, bereitgestellt. Auch kann eine Polyethersulfonfaser mit einem geringeren Durchmesser und einer höheren Glasübergangstemperatur (T_g) (verglichen mit Polyethersulfonfasern, die auf herkömmliche Weise erhalten wurden) erhalten werden.

[0018] Bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden nachstehend detaillierter beschrieben werden.

[0019] Eine bevorzugte Polyethersulfonfaser kann in der vorliegenden Erfindung aus einem Polyethersulfon mit einer durch die vorstehend erwähnte Formel (1) dargestellten Struktureinheit erhalten werden. Die Polyethersulfonfaser kann einen mittleren Faserdurchmesser von 0,01 bis 5 μm und eine Glasübergangstemperatur (T_g) von 260 °C oder höher aufweisen. Die Polyethersulfonfaser kann aus einer Art eines Polyethersulfons oder aus zwei oder mehreren Arten an Polyethersulfonen gebildet werden. Wenn in der Formel (1) p und/oder q eine ganze Zahl von 2 bis 4 ist, kann jeder der Reste R^{11} und R^{12} gleich oder unterschiedlich sein.

[0020] Wenn die Polyethersulfonfaser einen mittleren Faserdurchmesser von weniger als 0,01 μm aufweist, kann das Herstellungsverfahren der Faser schwierig sein. Wenn andererseits die Polyethersulfonfaser einen mittleren Durchmesser von mehr als 5 μm aufweist, kann die Oberfläche der Faser gering sein und der aus der Faser hergestellte Faserstoff kann eine höhere Dicke aufweisen, was für einen Mikrofilter ungeeignet ist. Vom Standpunkt einer einfachen Herstellung und des Erreichens einer großen Oberfläche und einer geringen Dicke des resultierenden Stoffs, liegt der mittlere Faserdurchmesser der Polyethersulfonfaser stärker bevorzugt im Bereich von 0,05 bis 0,4 μm .

[0021] Wenn das Polyethersulfon mit einer T_g von weniger als 260 °C verwendet wird, kann der resultierende Filter oder dergleichen ungenügende Wärmebeständigkeit aufweisen. Vom Standpunkt des Erreichens einer

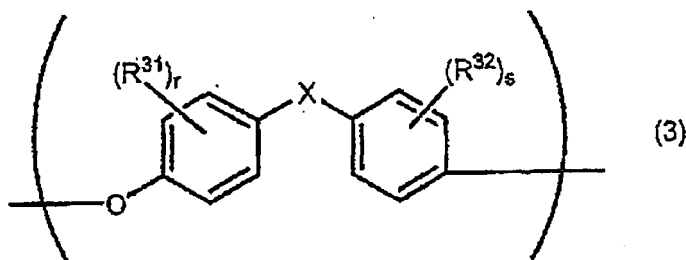
guten Wärmebeständigkeit, ist es stärker bevorzugt, ein Polyethersulfon mit einer Tg von 270 °C oder höher zu verwenden. Zu beachten ist, dass die Tg der Polyethersulfonfaser die Temperatur ist, an der das Polymer, das die Polyethersulfonfaser aufbaut, von einem nicht kristallinen Glaszustand in den Zustand eines Gummis übergeht und die durch Wärmefluss-Differentialschmelzkalorimetrie-Messung gemäß JIS K 7121 (1987) gemessen werden kann.

[0022] Wie vorstehend erwähnt, weist das in der vorliegenden Erfindung verwendete Polyethersulfon bevorzugt zusätzlich zu der Struktureinheit der Formel (1) eine durch die Formel (2) dargestellte Struktureinheit auf. Ein derartiges Polyethersulfon kann leicht eine Faser mit einer Glasübergangstemperatur (Tg) von 260 °C oder höher bereitstellen und kann in ausreichendem Maß in Lösungsmitteln gelöst werden.

[0023] Das vorstehend erwähnte Polyethersulfon, das sowohl die durch die Formel (1) dargestellten Struktureinheiten als auch die durch die Formel (2) dargestellten Struktureinheit aufweist, kann ein statistisches Copolymer, ein alternierendes Copolymer oder ein Block-Copolymer sein, das die Struktureinheiten aufweist. Wenn in dem Polyethersulfon die Anzahl der durch die Formel (1) dargestellten Struktureinheiten k ist und die Anzahl der durch die Formel (2) dargestellten Struktureinheit 1 ist, dann liegt das Verhältnis $k:1$ bevorzugt im Bereich von 0,1:100 bis 100:0,1. Der Wert $1/1+k$ liegt bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 0,5, stärker bevorzugt im Bereich von 0,4 bis 0,5. Wenn der Wert $1/1+k$ weniger als 0,3 beträgt, kann die Polyethersulfonfaser, die aus dem Polyethersulfon erhalten wird, eine niedrige Tg aufweisen. Wenn der Wert $1/1+k$ 0,5 übersteigt, kann eine Polymerlösung, die unter Verwendung des Polyethersulfons hergestellt wurde, sich in ihrer Lagerstabilität verschlechtern und auch die Produktionskosten des Polyethersulfons können hoch sein, da der Ausgangsstoff für die durch die Formel (2) dargestellte Struktureinheit teuer sein kann.

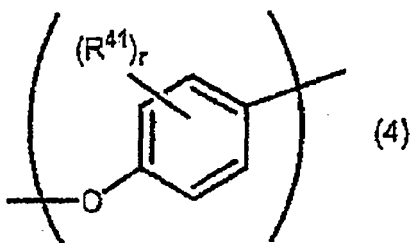
[0024] Ein weiteres in der vorliegenden Erfindung bevorzugt verwendetes Polyethersulfon kann ein statistisches Copolymer, ein alternierendes Copolymer oder ein Block-Copolymer sein, das zusätzlich zu den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) eine weitere Struktureinheit aufweist, die sich von den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) unterscheidet.

[0025] Ein Beispiel für eine derartige Struktureinheit, die sich von den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) unterscheidet, ist eine durch die nachstehende Formel (3) dargestellte Struktureinheit:



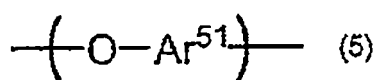
wobei R^{31} und R^{32} unabhängig voneinander ein Halogenatom, einen Phenylrest, einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellen; r und s jeweils unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 0 bis 4 sind; und X eine Einfachbindung, eine Gruppe, dargestellt durch $-S-$, eine Gruppe, dargestellt durch $-O-$, eine Carbonylgruppe, einen zweiwertigen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen zweiwertigen alicyclischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 20 Kohlenstoffatomen kennzeichnet. Wenn r und/oder s eine ganze Zahl von 2 bis 4 ist, kann jeder der Reste R^{31} und R^{32} gleich oder unterschiedlich sein.

[0026] Ein weiteres Beispiel für die Struktureinheit, die sich von den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) unterscheidet, welche in dem bevorzugten Polyethersulfon, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, vorhanden sein kann, ist die durch die nachstehende Formel (4) dargestellte Struktureinheit:



wobei r eine ganze Zahl von 0 bis 4 ist und bevorzugt 0, 1 oder 2 ist; und R^{41} ein Halogenatom, einen Phenylrest, einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellt. Wenn r eine ganze Zahl von 2 bis 4 ist, kann jeder Rest R^{41} gleich oder unterschiedlich sein.

[0027] Ein weiteres Beispiel für eine Struktureinheit, die sich von den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) unterscheidet, welche in dem bevorzugten Polyethersulfon, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, vorhanden sein kann, ist die durch die nachstehende Formel (5) dargestellte Struktureinheit:



wobei Ar^{51} einen zweiwertigen kondensierten polycyclischen Kohlenwasserstoffrest darstellt und ein aromatischer Ring in dem zweiwertigen kondensierten polycyclischen Kohlenwasserstoffrest durch einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen substituiert sein kann, mit der Maßgabe, dass Ar^{51} so ausgewählt ist, dass die durch die Formel (5) gekennzeichnete Struktureinheit nicht mit der durch die Formel (1) dargestellten Struktureinheit in dem Polyethersulfon identisch ist.

[0028] Beispiele für das Halogenatom in den durch die Formeln (1) bis (5) gekennzeichneten Struktureinheiten schließen ein Fluoratom, ein Chloratom, ein Bromatom, ein Iodatom und dergleichen ein.

[0029] Außerdem schließen Beispiele für den Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen in den durch die Formeln (1) bis (5) dargestellten Struktureinheiten eine Methylgruppe, eine Ethylgruppe, eine Propylgruppe, eine Butylgruppe, eine Pentylgruppe, eine Hexylgruppe und dergleichen ein. Der Alkylrest kann ein geradkettiger Rest, ein verzweigter Rest oder ein Rest in Ringform sein. Beispiele für den Alkenylrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen in den durch die Formeln (1), (3) und (4) dargestellten Struktureinheiten schließen eine Vinylgruppe, Propenylgruppe, Butenylgruppe und dergleichen ein. Der Alkenylrest kann ein geradkettiger Rest, ein verzweigter Rest oder ein Rest in Ringform sein.

[0030] Wenn ein Polyethersulfon eine der durch die Formeln (1) bis (5) dargestellten Struktureinheiten aufweist, von denen aromatische Ringe in den Struktureinheiten einen oder mehrere Substituenten, wie ein Halogenatom, einen Phenylrest, einen Alkylrest und einen Alkenylrest aufweisen, dann kann das Polyethersulfon zu höherer Löslichkeit in einem Lösungsmittel tendieren, während das Polyethersulfon auch dazu neigt die T_g zu verringern. Infolgedessen wird (werden) die Anzahl und/oder der Typ (die Typen) des (der) Substituenten der Monomere zur Herstellung eines Polyethersulfons unter Berücksichtigung der Ausgewogenheit zwischen der Auswirkung auf eine erhöhte Löslichkeit und eine verringerte T_g aufgrund des (der) Substituenten passend ausgewählt.

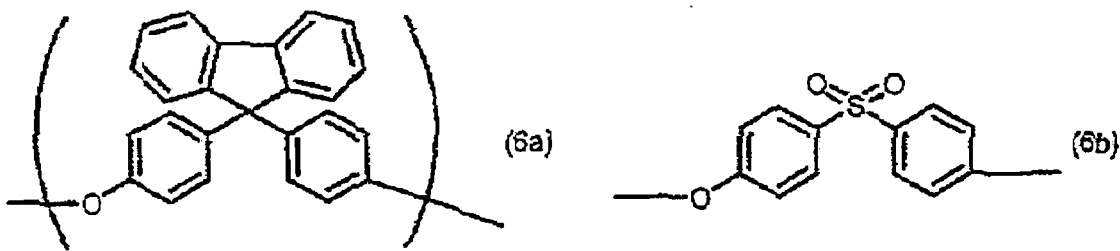
[0031] Beispiele für den zweiwertigen kondensierten polycyclischen Kohlenwasserstoffrest in der Formel (5) schließen zweiwertige Reste ein, von denen jeder durch Entfernen von zwei Wasserstoffatomen aus dem kondensierten polycyclischen Kohlenwasserstoff wie Pentalen, Inden, Naphthalen, Azulen, Heptalen, as-Indacen, s-Indacen, Acenaphthalen, Fluoranthen, Acephenanthrylen, Aceanthrylen, Triphenylen, Pyren, Chrysen, Naphthacen, Picen und Pentaphen erhalten wird.

[0032] Wie vorstehend erwähnt, weist das Polyethersulfon, das in der vorliegenden Erfindung bevorzugt verwendet wird, die durch die Formeln (1) und (2) dargestellten Struktureinheiten auf und kann ferner die durch die Formeln (3), (4) und/oder (5) dargestellten Struktureinheit innerhalb eines Bereichs aufweisen, in dem die Eigenschaften der resultierenden Polyethersulfonfaser und die Verarbeitbarkeit bei deren Herstellung nicht beeinträchtigt werden. Wenn das Polyethersulfon eine Struktureinheit aufweist, die sich von den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) unterscheidet, so ist es stärker bevorzugt, eine Kombination aus zwei oder mehreren

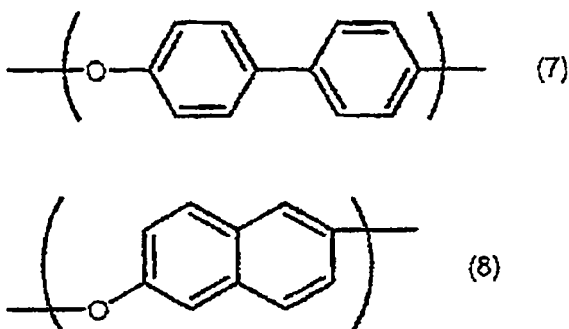
der durch die Formeln (3), (4) und (5) dargestellten Struktureinheiten aufzuweisen und es ist ferner bevorzugt, eine Kombination von allen durch die Formeln (3), (4) und (5) dargestellten Struktureinheiten zu haben.

[0033] Wenn ein Polyethersulfon die durch die Formeln (1) und (2) dargestellten Struktureinheiten sowie die anderen Einheiten aufweist und die Anzahl der Struktureinheiten, die durch die Formeln (1), (2) und die anderen Einheiten gekennzeichnet sind, k , l beziehungsweise m ist, dann liegt jedes der Verhältnisse $k : l$, $l : m$ und $k : m$ bevorzugt im Bereich von 0,1 : 100 bis 100 : 0,1. Der Wert $l/(k + l + m)$ liegt bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 0,5 und liegt stärker bevorzugt im Bereich von 0,4 bis 0,5. Wenn das Polyethersulfon eine Vielzahl an anderen Typen an Struktureinheiten als den Struktureinheiten der Formeln (1) und (2) enthält, so entspricht die Gesamtzahl der Typenvielfalt der Struktureinheiten dem Wert m .

[0034] Das Polyethersulfon für die erfindungsgemäße Polyethersulfonfaser weist insbesondere die durch die Formeln (6a) und (6b) dargestellten Struktureinheiten auf, von denen jede nachstehend gezeigt ist:



[0035] Ein derartiges Polyethersulfon wird bevorzugt zur Herstellung der erfindungsgemäßen Polyethersulfonfaser verwendet, da das Polyethersulfon zu einer hohen T_g tendiert und eine Faser mit hoher Festigkeit leicht bereitgestellt werden kann, die in der Herstellung einer Polyethersulfonfaser mit geringem Faserdurchmesser vorteilhaft ist. Darüber hinaus ist es auch bevorzugt, dass das Polyethersulfon zusätzlich zu den Formeln (6a) und (6b) eine durch die nachstehenden Formeln (7) und/oder (8) dargestellte Struktureinheit aufweist:



[0036] Das Polyethersulfon mit der vorstehend beschriebenen Struktur kann durch ein bekanntes Verfahren erhalten werden. Zum Beispiel kann das Polyethersulfon durch ein Verfahren hergestellt werden, bei dem ein Alkalimetallsalz einer aromatischen Verbindung mit Hydroxylgruppen an breiten Enden der Verbindung (wie Bisphenol) mit einem Benzsulfonyldihalogenid in einem geeigneten Lösungsmittel gemischt wird, gefolgt von Erwärmen. Genauer gesagt kann das Polyethersulfon, wie in der japanischen Patentanmeldung JP H05-255 505 A offenbart, durch eine Polykondensation einer Dihalogendiphenyl-Verbindung und einer zweiwertigen Phenolverbindung in einem organischen polaren Lösungsmittel in Gegenwart einer Alkalimetallverbindung hergestellt werden. Das durch ein derartiges Herstellungsverfahren erhaltene Polyethersulfon kann jede Art von Rest-Typ an seinem endständigen Bereich aufweisen und Beispiele der endständigen Gruppe des Polyethersulfons schließen $-F$, $-Cl$, $-OH$ und $-OR$ ein, wobei R ein Alkylrest ist.

[0037] In der vorliegenden Erfindung kann eine Polyethersulfonfaser in einem elektrostatischen Spinnverfahren hergestellt werden, indem eine Lösung, die die Ausgangsmaterialien für die Faser enthält, in einem elektrischen Feld durch elektrische Anziehung verteilt wird. Insbesondere kann eine Polyethersulfonfaser hergestellt werden durch das Verfahren, umfassend die Schritte:

Austreten lassen einer elektrisch geladenen Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel enthält, aus einem Behälter; und

Ziehen der geladenen Lösung durch elektrische Anziehung in einem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und einer elektrisch geladenen Sammeleinrichtung, die eine zu der Lösung entgegengesetzte Ladung aufweist, erzeugt wird, während zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdampft wird, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden.

[0038] Eines der Beispielf Verfahren zur Herstellung der Polyethersulfonfaser ist wie folgt:

[0039] Ein Elektrodenpaar wird einander gegenüber angeordnet und es wird eine Spannung aufgedrückt, um ein elektrostatisches Feld zu erzeugen. In diesem Stadium wird die Lösung, die die Ausgangsmaterialien für die Faser enthält, auf einer Elektrodenseite (typischerweise die der positiven Elektrode) verteilt und die auf diese Weise geladene Lösung wird in Richtung der anderen Elektrodenseite (typischerweise die der negativen Elektrode) in dem elektrostatischen Feld durch elektrische Anziehung verteilt. Zu diesem Zeitpunkt wird die Lösung im gesamten Bereich dispergiert und die Faserausgangsstoffe, die in der Lösung enthalten sind, werden in die Länge gezogen und werden durch die Anziehungskraft der anderen Elektrodenseite in eine aus diesen Ausgangsstoffen bestehende Faser umgewandelt. Die so gebildete Faser wird durch ein Sammelsubstrat, das auf der gegenüberliegenden Elektrodenseite angebracht ist, gesammelt, um folglich eine Fasersubstanz zu erhalten.

[0040] Das Herstellungsverfahren der Polyethersulfonfaser kann unter Verwendung einer Apparatur durchgeführt werden, die einen Behälter, in dem eine Polyethersulfon-Lösung als Ausgangsmaterial bereitgestellt wird, und eine Sammeleinrichtung, auf der die so erhaltene Polyethersulfonfaser gesammelt wird, umfasst.

[0041] Fig. 1 ist eine Abbildung, die eine exemplarische Apparatur zum elektrostatischen Spinnen zeigt, die in der vorliegenden Erfindung als Vorrichtung zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Polyethersulfonfaser verwendet werden kann.

[0042] Wie in Fig. 1 gezeigt, ist eine elektrostatische Spinnapparatur 1 zusammengesetzt aus einer Spritze 2 zum Aufbewahren einer Lösung (Polymerlösung 3), die mindestens ein Polyethersulfon als Ausgangsmaterial enthält, einer Düse 4 zum Austretenlassen der Polymerlösung, die an dem spitzen Ende dieser Spritze 2 bereitgestellt wird, einer Sammeleinrichtung (Niederschlagselektrode 5), an der eine durch elektrostatisches Spinnen gebildete Polyethersulfonfaser anhaftet, und einen Spannungsgenerator 6, der an der Düse 4 und die Niederschlagselektrode 5 angeschlossen ist, um diesen die Spannung aufzudrücken. In dieser elektrostatischen Spinnapparatur 1 dient die Düse 4 als die vorstehend erwähnte eine Elektrode und die Niederschlagselektrode 5 dient einerseits als die vorstehend erwähnte andere Elektrode sowie als Sammelsubstrat.

[0043] In der elektrostatischen Spinnapparatur 1 ist die Düse 4 aus elektrisch leitfähigen Materialien aus Metall und dergleichen hergestellt, um als Elektrode zu funktionieren. Ebenso ist die Niederschlagselektrode 5 aus elektrisch leitfähigen Materialien hergestellt und kann einen derartigen Aufbau haben, bei dem ein isolierendes Substrat mit elektrisch leitfähigen Materialien beschichtet wird. Die Spritze 2 ist ein Gefäß, in dem die Polymerlösung 3 aufbewahrt werden kann. Der Spannungsgenerator 6 ist an der Düse 4 und dem Sammelsubstrat 5 angeschlossen, zwischen denen eine Spannung aufgedrückt werden kann.

[0044] In einem Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser unter Verwendung der elektrostatischen Spinnapparatur 1 kann eine Lösung (Polymerlösung 3), die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel umfasst, verwendet werden. In der Polymerlösung 3 wird bevorzugt ein Polyethersulfon in einem Lösungsmittel gelöst.

[0045] Das Lösungsmittel, das für die Polymerlösung 3 verwendet wird, löst das Polyethersulfon bevorzugt und ist flüchtig, damit es bei dem Schritt des elektrostatischen Spinnens verdampft werden kann. Stärker bevorzugt weist das Lösungsmittel bei Normaldruck (etwa 1 atm) einen Siedepunkt von 250 °C oder weniger auf und ist bei Raumtemperatur (etwa 25 °C) in einem flüssigen Zustand. Beispiele für ein derartiges Lösungsmittel schließen ein Lösungsmittel auf Amid-Basis, ein Lösungsmittel auf Keton-Basis, ein Lösungsmittel auf Ester-Basis, ein Lösungsmittel auf Sulfoxid-Basis, ein Lösungsmittel auf Acetal-Basis, ein Gemisch aus einigen von diesen und dergleichen ein. Beispiele für ein Lösungsmittel auf Amid-Basis schließen N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Methyl-2-pyrrolidon und dergleichen ein. Beispiele für ein Lösungsmittel auf Keton-Basis schließen Cyclohexanon, Cyclopentanon und dergleichen ein. Beispiele für ein Lösungsmittel auf Ester-Basis schließen γ -Butyrolacton und dergleichen ein. Beispiele für ein Lösungsmittel auf Sulfoxid-Basis schließen Dimethylsulfoxid, Sulfolan und dergleichen ein. Beispiele für ein Lösungsmittel auf Acetal-Basis schließen 1,3-Dioxolan und dergleichen ein.

[0046] Unter diesen sind N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Methyl-2-pyrrolidon und Dimethylsulfoxid als Lösungsmittel bevorzugt. Es kann ein Lösungsmittel-Typ verwendet werden, oder es können zwei oder mehrere Lösungsmittel-Typen zusammen verwendet werden.

[0047] Ein anderes Lösungsmittel als das vorstehend erwähnte Lösungsmittel, ein Lösungsmittel in dem die resultierende Polyethersulfonfaser eine geringe Löslichkeit aufweist und/oder ein nichtflüchtiges Lösungsmittel können innerhalb eines Bereichs verwendet werden, der die Eigenschaften der resultierenden Polyethersulfonfaser und die Brauchbarkeit bei der Herstellung davon nicht beeinflusst.

[0048] Der Gehalt (Konzentration) des Polyethersulfons in der Polymerlösung **3** liegt bevorzugt im Bereich von 3 bis **30** Gew.-%, stärker bevorzugt im Bereich von 4 bis **20** Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Polymerlösung **3**. Wenn eine Polymerlösung **3** mit einem Gehalt an Polyethersulfon von weniger als 3 Gew.-% verwendet wird, kann die Faserbildung aufgrund der niedrigen Viskosität der Lösung schwierig sein. Andererseits, wenn eine Polymerlösung **3** mit einem Gehalt an Polyethersulfon von mehr als **30** Gew.-% verwendet wird, tendiert der Durchmesser der resultierenden Polyethersulfonfaser, die aus der Polymerlösung **3** erhalten wird, dazu, größer zu werden.

[0049] In einem Verfahren zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Polyethersulfonfaser unter Verwendung der elektrostatischen Spinnapparatur **1** wird die Polymerlösung **3** im Inneren der Spritze **2** aufbewahrt und wird der Düse **4** zugeführt. Diese Spritze **2** funktioniert so, dass sie mit der Polymerlösung **3**, die darin aufbewahrt wird, immer bis zur Spitze der Düse **4** gefüllt ist, zumindest während des elektrostatischen Spinnens, jedoch musste bislang die Polymerlösung **3** nicht herausgedrückt werden.

[0050] Wenn man der Düse **4** und der Niederschlags Elektrode **5** durch Betreiben der Spannungsquelle **6** eine Spannung aufdrückt, wird zwischen diesen ein elektrostatisches Feld erzeugt, das bewirkt, dass die Polymerlösung **3** in der Düse **4** geladen und durch die elektrische Anziehung, die erzeugt wird zwischen der Polymerlösung **3** und der Niederschlags Elektrode **5**, welche die entgegengesetzte Ladung (zu der Ladung) der Polymerlösung **3** aufweist, gezogen wird. Wenn die aufgedrückte Spannung eine so hohe Spannung ist, dass ein bestimmter Grad der elektrischen Anziehung, der auch noch höher sein kann, erzeugt wird, dann wird die Polymerlösung **3** in Richtung der Niederschlags Elektrode **5** verteilt.

[0051] Die Polymerlösung **3**, die geladen und aus der Düse **4** verteilt wurde, wird auf die Seite der Niederschlags Elektrode **5** gezogen und in gestreckter Form dispergiert. Bei dieser Gelegenheit wird die geladene Lösung **3** durch die elektrische Anziehung in dem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und der Niederschlags Elektrode **5** (Sammleinrichtung) erzeugt wird, gezogen während zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdunstet, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden. Die so gebildete Polyethersulfonfaser erreicht das Sammelsubstrat **5** und wird auf dem Substrat gesammelt. Die Polyethersulfonfaser, die auf dem Substrat gesammelt wird, umfasst typischerweise das Polyethersulfon. Die Polyethersulfonfaser wird typischerweise so hergestellt, dass sie eine Polyethersulfon-Fasersubstanz (Fasersubstanz **10**), wie ein Fasergewebe (Vliesgewebe), bildet.

[0052] Beim elektrostatischen Spinnen verdunstet zumindest ein Teil des in der Polymerlösung **3** enthaltenen Lösungsmittels und wird entfernt bevor das Sammelsubstrat **5** erreicht wird. Das elektrostatische Spinnen kann unter vermindertem Druck durchgeführt werden, um annähernd das gesamte Lösungsmittel zu entfernen. Sofern dies nicht ungünstig ist, kann das Lösungsmittel, das nicht entfernt worden ist, in der Fasersubstanz **10** enthalten sein.

[0053] Beim elektrostatischen Spinnen liegt die aufgedrückte Spannung, um die Polymerlösung **3** ausreichend zu verteilen, bevorzugt im Bereich von 3 bis 100 kV, stärker bevorzugt im Bereich von 5 bis 50 kV und am meisten bevorzugt im Bereich von 8 bis 30 kV bezüglich des elektrischen Potentials zwischen der Düse **4** und der Niederschlags Elektrode **5**. Der Abstand zwischen der Spitze der Düse **4** und der Niederschlags Elektrode **5** ist bevorzugt ein Abstand bei dem die Polymerlösung **3** bei der voreingestellten Spannung ausreichend verteilt wird und die gebildete Faser die Niederschlags Elektrode **5** mit Sicherheit erreichen kann; und liegt zum Beispiel im Bereich von 5 bis 20 cm, wenn das vorstehend erwähnte elektrische Potential etwa 10 kV beträgt.

[0054] Das elektrostatische Spinnen kann bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 50 °C durchgeführt werden, abhängig von der Leichtigkeit das Lösungsmittel zu verdampfen und der Viskosität der Polymerlösung **3**. Das elektrostatische Spinnen kann auch bei einer Temperatur im Bereich von 50 °C oder höher durch Erwärmen unter Verwendung beispielsweise eines Thermo-Heizgerätes durchgeführt werden, wenn das Lösungsmittel einen hohen Siedepunkt aufweist und schwierig zu entfernen ist. Die Temperatur des elektrostatischen

Spinnens entspricht der Temperatur, die die Umgebung während des elektrostatischen Spinnens aufweist, wobei zumindest die Umgebung eingeschlossen ist, in der die Polymerlösung **3** zwischen der Düse **4** und der Niederschlagselektrode **5** beim elektrostatischen Spinnen verteilt wird.

[0055] Die Fasersubstanz **10** kann ferner einer Wärmebehandlung unterzogen werden, abhängig von den gewünschten Eigenschaften der Polyethersulfonfaser. Die Wärmebehandlung verbessert gegebenenfalls die mechanische Festigkeit der aus der Polyethersulfonfaser hergestellten Fasersubstanz **10**. Wenn die Wärmebehandlung durchgeführt wird, wird diese bevorzugt bei einer Temperatur in einem Bereich durchgeführt, bei der die Faserform der Polyethersulfonfaser erhalten bleibt.

[0056] Die so erhaltene Fasersubstanz **10** kann einzeln als Fasergewebe verwendet werden oder kann auch in Kombination mit einem anderen Bestandteil, wie einem Träger, verwendet werden, abhängig von der Leichtigkeit der Handhabung und anderen Eigenschaften, die von der Fasersubstanz gefordert werden. Zum Beispiel kann die Fasersubstanz **10** als Fasergewebe auf einem Träger gebildet werden, der aus einem anderen Fasergewebe (wie einem Vliesgewebe oder einem Gewebestoff), einer Folie oder dergleichen hergestellt ist, um ein Laminat daraus zu erhalten. In manchen Fällen weist die Fasersubstanz **10** nicht nur die Form eines Fasergewebes auf, sondern die eines Röhrchens sowie eines Netzgewebes.

[0057] Die Fasersubstanz **10** und der laminierte Grundkörper mit der Fasersubstanz **10** können für andere Zwecke als für einen Filter verwendet werden und können in einem weiten Bereich wie Sperrmembranen für eine Elektrobatterie, als Batterietrenneinheiten und dialytische Komponentenmembranen in Kraftstoff-Akkumulatzellen verwendet werden.

[0058] Das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser der bevorzugten Ausführungsform wie vorstehend beschrieben, kann, wenn nötig modifiziert werden. Obwohl zum Beispiel die Düse **4** und die Niederschlagselektrode **5** als zwei Elektroden in der bevorzugten Ausführungsform unter Verwendung der elektrostatischen Spinnapparatur **1** verwendet werden, können drei Elektroden, bestehend aus zwei Elektroden, die sich im Spannungswert unterscheiden, und einer geerdeten Elektrode, verwendet werden, oder es können in der vorliegenden Erfindung mehrere Elektroden verwendet werden.

[0059] Außerdem kann, obwohl die Niederschlagselektrode **5** in der bevorzugten Ausführungsform sowohl als Elektrode als auch als Sammelsubstrat dient, zusätzlich ein Sammelsubstrat separat vor einer anderen Elektrode auf der Seite des Sammelortes der Faser, auf der die Fasersubstanz **10** gebildet wird, bereitgestellt werden. In diesem Fall kann zum Beispiel, um ein elektrostatisches Spinnen durchzuführen, ein Sammelsubstrat in Bandform verwendet werden, das bewegt wird, so dass die Fasersubstanz **10** kontinuierlich gebildet werden kann. Wenn der vorstehend erwähnte Träger vorher an dieser Stelle als Sammelsubstrat eingesetzt wird, kann die Fasersubstanz **10** auf dem Träger gebildet werden, wodurch sich ein Laminat daraus ergibt.

[0060] Außerdem muss die Düse, die die Polymerlösung **3** abgibt, nicht notwendigerweise als Elektrode dienen, und eine Polyethersulfonfaser kann durch das elektrostatische Spinnen unter Verwendung einer Apparatur gebildet werden, in der eine Elektrode auf der Seite der Düse so angebracht ist, dass die Polymerlösung **3** geladen wird. Die Düse muss nicht immer nur eine Düse sein und es kann eine Vielzahl an Düsen verwendet werden, was bei der Steigerung der Produktionsgeschwindigkeit zur Herstellung der Fasersubstanz effektiv sein kann.

[0061] Da die Fasersubstanz **10**, die wie vorstehend beschrieben erhalten wurde, die Form eines aus der Polyethersulfonfaser gebildeten Fasergewebes aufweist, kann die Faserstruktur **10** in geeigneter Weise als Filter verwendet werden. Vom Standpunkt einen derartigen Filter auf geeignete Weise zu erhalten, kann das bandartige Sammelsubstrat verwendet werden oder das Sammelsubstrat kann beweglich sein, um einen konstanten Abstand zwischen dem Sammelsubstrat und der Düse, wie vorstehend beschrieben, beizubehalten, um einen Faserstoff mit einer gewünschten Fläche zu bilden. Für den Zweck ein Fasergewebe mit einer größeren Fläche zu erhalten und zur Verbesserung der Produktivität kann auch eine Herstellung mit Mehrfachdüsen unter Verwendung einer Vielzahl an Düsen durchgeführt werden. Ferner ist es möglich, durch geeignete Steuerung der Bedingungen beim Spinnen, ein Fasergewebe mit einer gewünschten Dicke herzustellen. Für den Zweck der Verbesserung der Eigenschaften des Fasergewebes und des Filters aus diesem Faserstoff ist es möglich, mit dem so erhaltenen Fasergewebe ein Strecken oder eine Wärmebehandlung durchzuführen.

[0062] Es ist möglich, einen Faserstoff wie die Faserstruktur **10** zusätzlich zu dem voranstehenden Filter für einen Luftfilter, ein Industriefiltermaterial und dergleichen zu verwenden. Da das aus der Polyethersulfonfaser gebildete Fasergewebe, das durch das vorstehend beschriebene Herstellungsverfahren erhalten wird, einen

bemerkenswert dünnen Faserdurchmesser aufweist und eine befriedigende mechanische Festigkeit erreicht, wenn die Dicke verringert wird, ist es möglich, einen Filter mit einem verringerten Filterwiderstand und ausgezeichneten Filtereigenschaften (Staubsammeleigenschaft und Feinteilchenabfangeigenschaft) zu bilden, indem der Faserstoff zu einer dünnen Folie geformt wird.

[0063] Die komplette Offenbarung der japanischen Patentanmeldung JP 2007 132 056 A eingereicht am 17. Mai 2007, ist hierin einschließlich der Beschreibung, der Ansprüche, der Zeichnungen und der Zusammenfassung durch Bezugnahme in ihrer Gesamtheit eingeschlossen.

BEISPIELE

[0064] Die vorliegende Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher beschrieben werden.

[0065] Die reduzierte Viskosität der hergestellten Polyethersulfon-Lösung und der mittlere Faserdurchmesser des in den folgenden Beispielen und Vergleichsbeispiel hergestellten Polyethersulfon-Fasergewebes (ein Vliesstoff; Fasersubstanz) wurden in Übereinstimmung mit den folgenden Verfahren gemessen.

Mittlerer Faserdurchmesser:

[0066] Es wurde eine Fotografie mit einem Rasterelektronenmikroskop (SEM) (5000fache Vergrößerung) der Oberfläche der so erhaltenen Fasersubstanz (Gewebe), der gemessen werden sollte, aufgenommen. Die Faserdurchmesser von zwanzig zufällig auf der Fotografie ausgewählten Fasern wurden gemessen und der Mittelwert der Faserdurchmesser wurde berechnet. Der Mittelwert wurde als mittlerer Faserdurchmesser der Fasersubstanz betrachtet.

Reduzierte Viskosität der Polyethersulfon-Lösung:

[0067] Das zu messende Polyethersulfon wurde in N,N-Dimethylacetamid gelöst, um eine Lösung des Polyethersulfons mit etwa 0,5 g/dl zu erhalten. In Übereinstimmung mit JIS-K 6721 unter Verwendung eines Viskosimeters vom Ubbelohde-Typ (einem automatischen Kapillarviskositätsmessgerätes, hergestellt von Shibayama Chemical Instrument Co., Ltd.) wurde die Durchflusszeit (t) der Polyethersulfon-Lösung bei einer Temperatur von 25 °C gemessen. Die Durchflusszeit (t₀) von N,N-Dimethylacetamid wurde ebenfalls auf die gleiche Weise bei einer Temperatur von 25 °C gemessen. Die reduzierte Viskosität (η_{red}) der Polyethersulfon-Lösung wird nach der nachstehenden Formel berechnet:

$$\eta_{red} = (t/t_0 - 1) / C$$

wobei C (g/dl) die exakte Konzentration der Polyethersulfon-Lösung ist.

Synthesebeispiel 1

[0068] Ein 500-ml-SUS316-Polymerisationsgefäß, das mit einem Stickstoff-Einlass, einem rostfreien Stahlrührblatt vom Paddeltyp und einem Rückflusskühler ausgestattet war, wurde mit 25,43 g Bis(4-fluorphenyl)sulfon und 35,04 g 9,9-Bis(4-hydroxyphenyl)fluoren zusammen mit 354,5 g Diphenylsulfon befüllt und dann wurde das Gefäß mit trockenem Stickstoff für 30 Minuten gespült. Anschließend wurde das Gemisch in einem Ölbad bei 180 °C geschmolzen und dann wurden 14,37 g Kaliumcarbonat zugegeben.

[0069] Als nächstes ließ man das Gemisch, während es mit Stickstoff gespült wurde, bei 180 °C für eine Stunde reagieren. Dann wurde die Temperatur über 7 Stunden auf 230 °C angehoben, gefolgt vom Halten dieser Temperatur für 12 Stunden, um ein viskoses Polymergemisch zu erhalten. Anschließend wurde das so erhaltene Gemisch in eine flache Metallschale gegossen und man ließ es nach dem Abkühlen bei Raumtemperatur fest werden. Das erstarrte Polymergemisch wurde pulverisiert, wurde mit einem 1,3-mm-Sieb gesiebt und mit heißen deionisiertem Wasser, Aceton und Methanol gewaschen.

[0070] Nach dem Waschen wurde das erhaltene Polymergemisch bei 150 °C über Nacht getrocknet, um ein Polyethersulfon A zu erhalten. Die gemessene Glasübergangstemperatur des Polyethersulfons A betrug 285 °C.

Synthesebeispiel 2

[0071] Das Polyethersulfon B wurde auf die gleiche Weise wie in Synthesebeispiel 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass

- 28,03 g (anstelle von 35,04 g) 9,9-Bis(4-hydroxyphenyl)fluoren verwendet wurden;
- 5,01 g Bisphenol S zusammen mit dem Bis(4-fluorphenyl)sulfon und dem 9,9-Bis(4-hydroxyphenyl)fluoren verwendet wurden; und
- ein 1,4-mm-Sieb (anstelle des 1,3-mm-Siebs) vor dem Waschen des resultierenden Polyethersulfon-Gemisches mit heißem deionisiertem Wasser, Aceton und Methanol verwendet wurde.

[0072] Die gemessene Glasübergangstemperatur des Polyethersulfons B betrug 274 °C.

Synthesebeispiel 3

[0073] Das Polyethersulfon C wurde auf die gleiche Weise wie in Synthesebeispiel 2 erhalten, mit der Ausnahme, dass

- das 9,9-Bis(4-hydroxyphenyl)fluoren nicht verwendet wurde;
- 12,37 g (anstelle von 14,37 g) Kaliumcarbonat verwendet wurden.

[0074] Die gemessene Glasübergangstemperatur des Polyethersulfons C betrug 227 °C.

Beispiel 1

[0075] In 180 g N,N-Dimethylacetamid wurden 20 g flüssigkristalliner Polyester A gegeben und dieser wurde durch Erwärmen bei einer Temperatur von 80 °C vollständig gelöst, um eine gelbbraune transparente Polymerlösung L1, die den flüssigkristallinen Polyester A enthielt, zu erhalten. Die reduzierte Viskosität der Polymerlösung L1 betrug 0,63 dl/g.

[0076] Unter Verwendung der in Fig. 1 gezeigten Apparatur wurde ein elektrostatisches Spinnen durch Austretenlassen der Polymerlösung aus der Düse 4 in Richtung der Niederschlagselektrode 5 für 20 Minuten durchgeführt, um eine Fasersubstanz auf der Niederschlagselektrode 5 zu bilden. Der Innendurchmesser der Düse 4 betrug 0,7 mm, die Spannung betrug 12 kV und der Abstand zwischen der Düse 4 und der Niederschlagselektrode 5 betrug 12 cm. Es wurde eine Rasterelektronenmikroskop-Fotografie der Oberfläche der so erhaltenen Fasersubstanz aufgenommen. Die Fotografie ist in Fig. 2 gezeigt, bei der man sehen kann, dass die so erhaltene Fasersubstanz ein aus der Faser zusammengesetztes Fasergewebe ist. In der Fasersubstanz konnte jede einzelne Faser klar erkannt werden. Der mittlere Faserdurchmesser der Faser in dem Gewebe betrug 0,25 µm. Die Glasübergangstemperatur der Faser betrug 285 °C.

Beispiel 2

[0077] Eine Polymerlösung L2 wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass der flüssigkristalline Polyester B verwendet wurde statt den flüssigkristallinen Polyester A zu verwenden. Die reduzierte Viskosität der Polymerlösung L2 betrug 0,57 dl/g. Es wurde das gleiche elektrostatische Spinnen wie in Beispiel 1 durchgeführt, mit der Ausnahme, dass die Polymerlösung L2 verwendet wurde statt die Polymerlösung L1 zu verwenden, um eine Fasersubstanz zu erhalten. Es wurde eine Rasterelektronenmikroskop-Fotografie der Oberfläche der so erhaltenen Fasersubstanz aufgenommen. Die Fotografie ist in Fig. 3 gezeigt, bei der man sehen kann, dass die so erhaltene Fasersubstanz ein aus der Faser zusammengesetztes Fasergewebe ist. In der Fasersubstanz konnte jede einzelne Faser klar erkannt werden. Der mittlere Faserdurchmesser der Faser in dem Gewebe betrug 0,23 µm. Die Glasübergangstemperatur der Faser betrug 274 °C.

Beispiel 3

[0078] Eine Polymerlösung L3 wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass der flüssigkristalline Polyester C verwendet wurde statt den flüssigkristallinen Polyester A zu verwenden. Die reduzierte Viskosität der Polymerlösung L3 betrug 0,43 dl/g. Es wurde das gleiche elektrostatische Spinnen wie in Beispiel 1 durchgeführt, mit der Ausnahme, dass die Polymerlösung L3 verwendet wurde statt die Polymerlösung L1 zu verwenden, um eine Fasersubstanz zu erhalten. Es wurde eine Rasterelektronenmikroskop-Fotografie der Oberfläche der so erhaltenen Fasersubstanz aufgenommen. Es wurde beobachtet, dass die

so erhaltene Fasersubstanz ein aus der Faser zusammengesetztes Fasergewebe ist. In der Fasersubstanz konnte jede einzelne Faser klar erkannt werden. Der mittlere Faserdurchmesser der Faser in dem Gewebe betrug 0,27 µm. Die Glasübergangstemperatur der Faser betrug 227 °C.

Beispiel 4 (Vergleich)

[0079] Eine Polymerlösung **L4** wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass die Temperatur der Erwärmung von 80 °C auf 60 °C geändert wurde. Die Polymerlösung **L4** war eine gelbbraune transparente Lösung. Die reduzierte Viskosität der Polymerlösung **L4** betrug 0,78 dl/g.

[0080] Es wurde das gleiche elektrostatische Spinnen wie in Beispiel 1 durchgeführt, mit der Ausnahme, dass die Polymerlösung **L4** verwendet wurde statt die Polymerlösung **L1** zu verwenden, um eine Fasersubstanz zu erhalten. Es wurde eine Rasterelektronenmikroskop-Fotografie der Oberfläche der so erhaltenen Fasersubstanz aufgenommen. Die Fotografie ist in **Fig. 4** gezeigt, bei der man sehen kann, dass die so erhaltene Fasersubstanz ein aus der Faser zusammengesetztes Fasergewebe ist. In der Fasersubstanz konnte jede einzelne Faser klar erkannt werden. Der mittlere Faserdurchmesser der Faser in dem Gewebe betrug 1,51 µm. Die Glasübergangstemperatur der Faser betrug 285 °C.

Patentansprüche

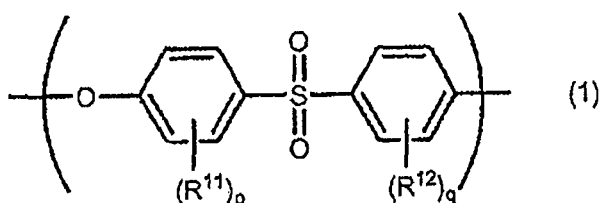
1. Ein Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser, wobei das Verfahren die Schritte umfasst: Austreten lassen einer elektrisch geladenen Lösung, die ein Polyethersulfon und ein Lösungsmittel enthält, aus einem Behälter; und

Ziehen der geladenen Lösung durch elektrische Anziehung in einem elektrischen Feld, das zwischen der Lösung und einer elektrisch geladenen Sammeleinrichtung, die eine zu der Lösung entgegengesetzte Ladung aufweist, erzeugt wird, während zumindest ein Teil des Lösungsmittels verdampft wird, um eine Polyethersulfonfaser zu bilden, wobei das Polyethersulfon ein Polyethersulfon ist, dessen 0,5 g/dl-Lösung mit einem N,N-Dimethylacetamid-Lösungsmittel bei einer Temperatur von etwa 25 °C eine reduzierte Viskosität von 0,4 bis 0,7 dl/g aufweist.

2. Das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser gemäß Anspruch 1, wobei das Lösungsmittel mindestens eines ausgewählt aus N,N-Dimethylacetamid, N,N-Dimethylformamid, N-Methylpyrrolidon und Dimethylsulfoxid ist.

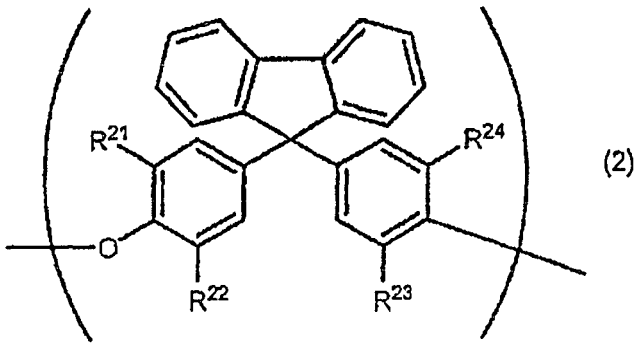
3. Das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser gemäß Anspruch 1 oder 2, wobei das Polyethersulfon ein Polyethersulfon ist, dessen 0,5 g/dl-Lösung mit einem N,N-Dimethylacetamid-Lösungsmittel bei einer Temperatur von etwa 25 °C eine reduzierte Viskosität von 0,4 bis 0,65 dl/g aufweist.

4. Das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Polyethersulfon eine durch die nachstehende Formel (1) dargestellte Struktureinheit aufweist:



wobei R^{11} und R^{12} jeweils unabhängig voneinander ein Halogenatom, einen Phenylrest, einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellen; und wobei p und q jeweils unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 0 bis 4 sind, wobei die Reste R^{11} und R^{12} jeweils gleich oder unterschiedlich sind, wenn p und/oder q 2 bis 4 ist.

5. Das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser gemäß Anspruch 4, wobei das Polyethersulfon ferner eine durch die nachstehende Formel (2) dargestellte Struktureinheit aufweist:



wobei R^{21} , R^{22} , R^{23} und R^{24} jeweils unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen darstellen.

6. Eine Polyethersulfonfaser, erhältlich durch das Verfahren zur Herstellung einer Polyethersulfonfaser gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5.

7. Die Polyethersulfonfaser gemäß Anspruch 6, wobei die Polyethersulfonfaser eine Glasübergangstemperatur von 260 °C oder höher und einen mittleren Faserdurchmesser von 0,01 bis 0,5 μm aufweist.

8. Die Polyethersulfonfaser gemäß Anspruch 6 oder 7, wobei das Polyethersulfon in der Polyethersulfonfaser ein Polyethersulfon ist, das in einem organischen Lösungsmittel löslich ist.

9. Verwendung der Polyethersulfonfaser gemäß einem der Ansprüche 6 bis 8 in einem Filter.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

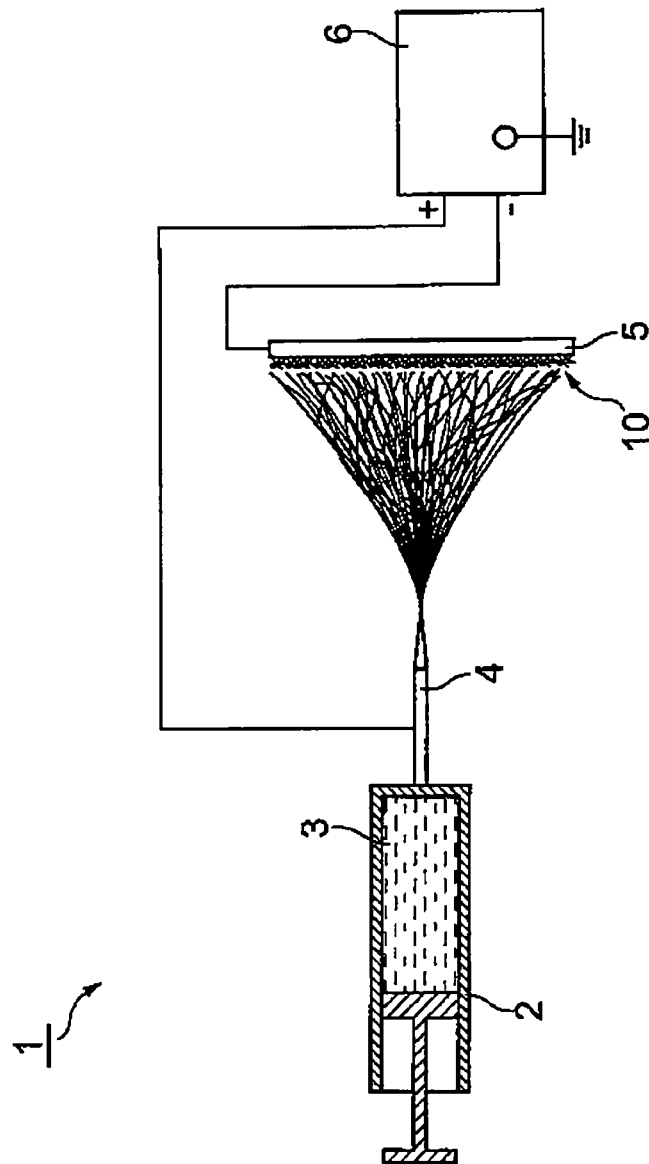


Fig. 1

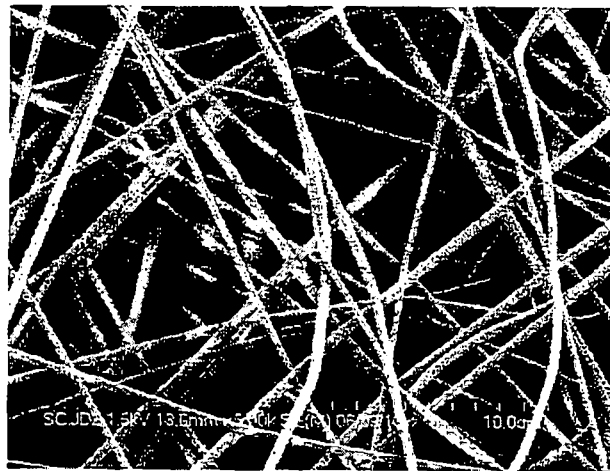


Fig. 2

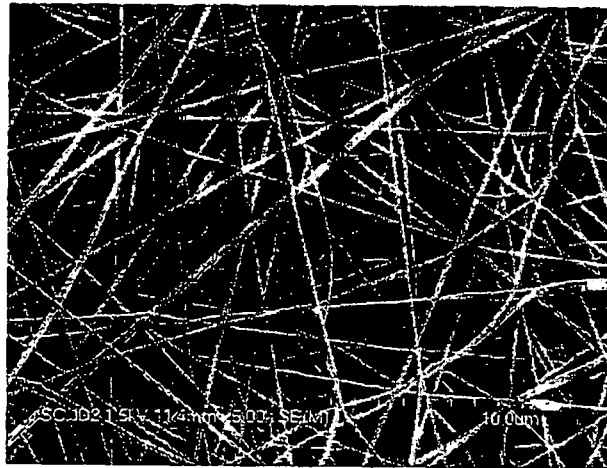


Fig. 3

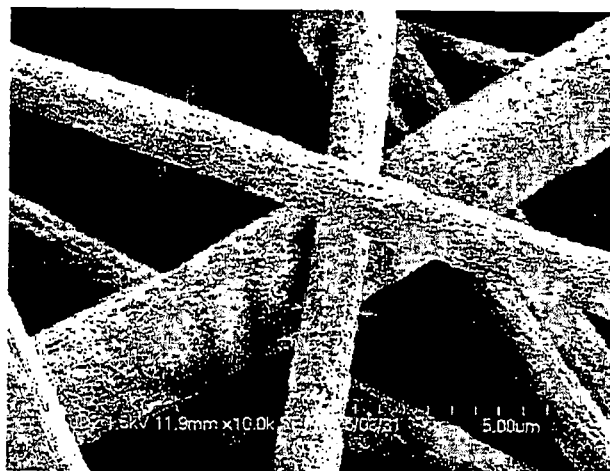


Fig. 4