



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2015-0144333  
(43) 공개일자 2015년12월24일

- |  |   |
|--|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)<br/><i>B01D 39/16</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류<br/><i>B01D 39/1607</i> (2013.01)<br/><i>B01D 39/1623</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2015-7032859</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2014년04월15일<br/>심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2015년11월17일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2014/034076</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2014/172308<br/>국제공개일자 2014년10월23일</p> <p>(30) 우선권주장<br/>61/813,682 2013년04월19일 미국(US)</p> | <p>(71) 출원인<br/><b>쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 캄파니</b><br/>미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터</p> <p>(72) 발명자<br/><b>솔츠 네이션 이</b><br/>미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터</p> <p><b>리 후밍 비</b><br/>미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터</p> <p><b>세바스찬 존 엠</b><br/>미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터</p> <p>(74) 대리인<br/><b>제일특허법인</b></p> |
|--|---|

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 **전하 증대 첨가제를 갖는 일렉트릿 웹**

**(57) 요약**

일렉트릿 웹이 열가소성 수지 및 전하 증대 첨가제를 포함한다. 전하 증대 첨가제는 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염이다. 일렉트릿 웹은 부직 섬유질 웹 또는 필름일 수 있다. 일렉트릿 웹은 필터 매체로 사용하기에 적합하다.

(52) CPC특허분류  
B01D 2239/0435 (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

열가소성 수지; 및

아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염을 포함하는 전하 증대 첨가제(charge-enhancing additive)

를 포함하는, 일렉트릿 웹(electret web).

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산, 3-페닐아미노 벤조산, 4-페닐아미노 벤조산, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 3-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 4-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 2가 칼슘, 2가 마그네슘, 또는 2가 아연의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 1가 나트륨 또는 1가 리튬의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 3가 알루미늄의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 7

제4항에 있어서, 상기 2가의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염이 칼슘, 마그네슘, 또는 아연 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 8

제7항에 있어서, 상기 2가의 치환되거나 비치환된 메페나메이트 염이 마그네슘 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 9

제1항에 있어서, 상기 웹이 부직 섬유질 웹(non-woven fibrous web)을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 10

제1항에 있어서, 상기 웹이 필름을 포함하는, 일렉트릿 웹.

#### 청구항 11

제1항에 있어서, 상기 열가소성 수지가, 폴리올레핀; 폴리비닐 클로라이드; 폴리스티렌; 폴리카르보네이트; 또는 폴리에스테르를 포함하는, 일렉트릿 웹.

**청구항 12**

제1항에 있어서, 상기 전하 증대 첨가제가 상기 웨브의 0.02 내지 5.0 중량%를 차지하는, 일렉트릿 웨브.

**청구항 13**

제1항에 있어서, 상기 웨브가 정전기적 전하를 함유하며, 여기서 상기 전하는 코로나 처리(corona treatment), 하이드로하전(hydrocharging), 또는 이들의 조합을 통해 부여되는, 일렉트릿 웨브.

**청구항 14**

제1항에 있어서, 상기 웨브가 정전기적 전하를 함유하며, 여기서 상기 전하는 코로나 처리를 통해 부여되는, 일렉트릿 웨브.

**청구항 15**

제1항에 있어서, 상기 웨브가 안료, 광 안정화제, 1차 및 2차 산화방지제, 금속 불활성화제, 장애 아민, 장애 페놀, 지방산 금속 염, 트라이에스테르 포스파이트, 인산 염, 불소-함유 화합물, 및 이들의 조합으로부터 선택된 하나 이상의 추가의 첨가제를 추가로 포함하는, 일렉트릿 웨브.

**청구항 16**

제1항에 있어서, 상기 일렉트릿 웨브가 일렉트릿 필터 매체를 포함하는, 일렉트릿 웨브.

**청구항 17**

제16항에 있어서, X-선 방전 시험에 따라 시험할 때, 상기 필터 매체가 6.9 센티미터/초의 면 속도에서 % 침투율 비가(Penetration Ratio) 300% 이상인, 일렉트릿 필터 매체.

**청구항 18**

제16항에 있어서, 상기 X-선 방전 시험에 따라 시험할 때, 상기 필터 매체가 6.9 센티미터/초의 면 속도에서 초기 품질 계수(Initial Quality Factor)가  $0.3 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이고, X-선에 60 분 동안 노출된 후에는 품질 계수가 상기 초기 품질 계수의 50% 미만인, 일렉트릿 필터 매체.

**청구항 19**

제16항에 있어서, 71°C에서 72 시간 노화 후의 품질 계수에 의해 측정할 때, 상기 필터 매체가 85% 이상의 여과 성능을 유지하는, 일렉트릿 필터 매체.

**청구항 20**

마그네슘 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트 염을 포함하는 조성물.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001]

본 개시는 전하 증대 첨가제(charge-enhancing additive)를 함유하는 부직 섬유질 웨브(non-woven fibrous web), 예컨대 부직 열가소성 미세섬유(microfiber) 웨브를 포함하는 일렉트릿 웨브(electret web) 및 그것의 용도에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002]

일렉트릿은 반영구적인 전하를 나타내는 유전 재료이다. 일렉트릿은, 예를 들어 클링 필름(cling film), 공기 필터, 필터링 페이스피스(filtering facepiece), 및 마스크(respirator)를 포함하는 다양한 장치에 유용하며, 전기음향 장치, 예컨대 마이크로폰, 헤드폰, 및 정전기 리코더의 정전기적 요소로서 유용하다.

[0003]

섬유에 전하를 부여하여 일렉트릿 재료를 형성함으로써, 에어로졸 여과를 위해 사용되는 미세섬유질 웨브의 성능을 개선할 수 있다. 특히, 일렉트릿은 에어로졸 필터의 입자 포획을 증대하는 데 효과적이다. 미세섬유질

웹에 일렉트릿 재료를 형성하기 위한 다수의 방법이 알려져 있다. 이러한 방법은, 예를 들어, 펠트-블로운 섬유가 형성됨에 따라, 그들이 다이 오리피스로부터 방출될 때, 전기적으로 대전된 입자, 예컨대 전자 또는 이온으로 섬유에 충격을 가하는 단계를 포함한다. 다른 방법은, 예를 들어, 웹이 형성된 후에 섬유를 코로나 방전에 의해 대전시키는 단계, 또는 카딩(carding) 및/또는 니들 태킹(needle tacking)(마찰 대전(tribocharging))에 의해 섬유 매트에 전하를 부여하는 단계를 포함한다. 또한, 여과 증대 일렉트릿 전하를 제공하기에 충분한 압력에서 분사수(jet of water) 또는 수적류(stream of water droplet)를 부직 웹에 충돌시키는 방법 또한 기재되었다(하이드로하전(hydrocharging)).

[0004] 중합체성 조성물의 특성을 개선하기 위하여 다수의 재료가 중합체성 조성물에 첨가되어 왔다. 예를 들어, 미국 특허 제5,914,186호(Yau et al.)에는, 직경이 1 마이크로미터 이상인 미세입자 접촉체가 그 위에 코팅된 기재를 포함하는 내열 정전기 방지 감압 접촉제 테이프가 기재되어 있다. 미세입자는, 중합체 전해질 기본 중합체, 하나 이상의 알칼리 또는 알칼라인 토금속의 이온성 염, 및 장애 아민, 치환된 톨루이미다졸의 염, 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택된 하나 이상의 열 안정화제로부터 형성된 전도성 코팅을 갖는다.

[0005] 첨가제가 첨가된 일렉트릿의 예는, 아미딘 또는 구아니딘 기를 함유하는 N-n-부틸카르바민 3-9 요오도-2-프로판 일 에스테르, 및 2-(4-티아졸릴) 벤즈이미다졸을 기재하는 일본 특허 공개 제JP 08284063호, 및 장애 아민 화합물, 질소성 장애 페놀 화합물, 금속 염 장애 페놀 화합물, 페놀 화합물, 황 화합물, 및 인 화합물을 기재하는 PCT 공개 제WO 93/14510호에 기재된 바와 같은, 항균 첨가제를 가진 일렉트릿을 포함한다. 일본 특허 공개 제JP 06254319호에는 전하 양(electrification quantity)의 감쇠를 경감시키기 위한 폴리올레핀 일렉트릿 내의 장애 유기산의 금속 염의 사용이 기재되어 있다. 유럽 특허 공개 제EP 623,941호에는 중합체 일렉트릿 내의 다양한 화학 분류로부터의 전하 제어제(Charge Control Agent)의 사용이 기재되어 있다.

[0006] 전하를 적용하는 단계 및 이어서 가열하는 단계의 교번하는 2개 이상의 주기를 포함하는 일렉트릿의 제조 공정을 기재하며, 극성 고분자량 화합물을 함유하는 일렉트릿 또한 기재하는 유럽 특허 공개 제EP 447,166호, 및 비-접촉 전압-인가 전극과 접지 전극 사이에 섬유 시트를 위치시키는 단계 및 전극들 사이에 전기를 공급하는 단계를 포함하는 공정을 기재하는 미국 특허 제4,874,659호(Ando et al.)와 같은, 고 안정성 일렉트릿의 제조 공정 또한 기재되어 있다.

**발명의 내용**

[0007] 본 명세서에는 일렉트릿 웹 및 일렉트릿 필터 매체가 기재된다. 일렉트릿 웹은 부직 섬유질 웹 또는 필름일 수 있다. 일렉트릿 웹은 열가소성 수지, 및 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염을 포함하는 전하 증대 첨가제를 포함한다. 일렉트릿 웹은 필터 매체로 사용하기에 적합하다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0008] 특성이 개선된 일렉트릿 웹이 필요하다. 본 개시에는 전하 증대 첨가제를 함유하는 일렉트릿 웹이 제공된다. 이들 전하 증대 첨가제는 다양한 상이한 대전 메커니즘, 예컨대 마찰대전, 코로나 방전, 하이드로하전, 또는 이들의 조합에 의해 대전시키기 용이한 일렉트릿 웹을 제공한다. 일부 실시 형태에서, 본 개시의 일렉트릿 웹은 추가의 대전 메커니즘이 필요 없이, 코로나 방전, 특히 DC 코로나 방전 단독에 의해 대전될 수 있다.

[0009] 본 개시에 유용한 일렉트릿 웹은 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 블렌드를 포함한다. 이러한 블렌드로부터 제조된 웹은 열가소성 수지 단독으로 제조된 웹에 비해 개선된 특성을 나타낼 수 있다. 유용한 전하 증대 첨가제는 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염을 포함한다.

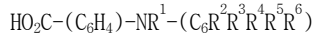
[0010] 일렉트릿 웹은 다양한 형태를 취할 수 있다. 예를 들어, 웹은 연속 또는 불연속 필름, 또는 섬유질 웹일 수 있다. 섬유질 웹은 여과 매체의 형성에 특히 유용하다. 일부 실시 형태에서, 웹은 부직 미세섬유질 웹이다. 전형적으로 미세섬유는 유효 직경(또는 주사 전자 현미경법과 같은 방법에 의해 측정되는 경우 평균 직경)이 1 내지 100 마이크로미터, 또는 더욱 전형적으로 2 내지 30 마이크로미터이며 미세 섬유는 원형 단면을 갖지 않아도 된다.

[0011] 단수형 용어("a", "an", 및 "the")는 기재되어 있는 요소들 중 하나 이상을 의미하도록 "적어도 하나"와 서로 교환가능하게 사용된다.

[0012] 용어 "일렉트릿"은 반영구적인 전하를 나타내는 재료를 지칭한다. 전하는 실시예 부분에 기재된 바와 같은 X-선 방전 시험에 의해 특징지워질 수 있다.

- [0013] 용어 "알킬"은 포화 탄화수소인 알칸의 라디칼인 1가 기를 지칭한다. 알킬은 선형, 분지형, 환형, 또는 이들의 조합일 수 있으며, 전형적으로 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는다. 일부 실시 형태에서, 알킬 기는 1 내지 18개, 1 내지 12개, 1 내지 10개, 1 내지 8개, 1 내지 6개, 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 함유한다. 알킬기의 예는 메틸, 에틸, n-프로필, 아이소프로필, n-부틸, 아이소부틸, tert-부틸(t-부틸), n-펜틸, n-헥실, 사이클로헥실, n-헵틸, n-옥틸, 및 에틸헥실을 포함하나, 이로 제한되지 않는다.
- [0014] 용어 "헤테로알킬"은 헤테로원자를 포함하는 알킬 기를 지칭한다. 이러한 헤테로원자는 펜던트 원자, 예를 들어, 불소, 염소, 브롬, 또는 요오드와 같은 할로겐, 또는 카테나형(catenary) 원자, 예컨대 질소, 산소 또는 황일 수 있다. 헤테로알킬 기의 예는 폴리옥시알킬 기, 예컨대  $-CH_2CH_2(OCH_2CH_2)_nOCH_2CH_3$ 이다.
- [0015] 용어 "알콕시"는 유형 -OR의 기를 지칭하며, 여기서 R은 알킬, 치환된 알킬, 아릴, 또는 아랄킬 기이다.
- [0016] 용어 "치환된 알킬"은 탄화수소 골격을 따라 치환체를 함유하는 알킬 기를 지칭한다. 이들 치환체는 알킬 기, 헤테로알킬 기, 또는 아릴 기일 수 있다. 치환된 알킬 기의 예는 벤질 기이다.
- [0017] 용어 "아릴"은 연결되거나 융합될 수 있는 1 내지 5개의 고리를 포함하는 라디칼인 방향족 탄소환식 기를 지칭한다. 아릴 기는 알킬 기 또는 헤테로알킬 기로 치환될 수 있다. 아릴 기의 예에는, 페닐 기, 나프탈렌 기 및 안트라센 기가 포함된다.
- [0018] 용어 "중합체" 및 "중합체성 재료"는, 하나의 단량체로부터 제조되는 재료, 예컨대 단일중합체, 또는 2가지 이상의 단량체로부터 제조되는 재료, 예컨대 공중합체 또는 삼원공중합체 등 양자 모두를 지칭한다. 마찬가지로, 용어 "중합하다"는 단일중합체, 공중합체, 또는 삼원공중합체 등일 수 있는 중합체성 재료의 제조 공정을 지칭한다. 용어 "공중합체" 및 "공중합체성 재료"는 적어도 2종의 단량체로부터 제조되는 중합체성 재료를 지칭한다.
- [0019] 용어 "실온" 및 "주위 온도"는 20°C 내지 25°C 범위의 온도를 의미하는 것으로 서로 교환가능하게 사용된다.
- [0020] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "핫 멜트 가공가능한"은, 예를 들어, 열 및 압력에 의해 고체로부터 점성 유체로 변환될 수 있는 조성물을 지칭한다. 상기 조성물은 사실상 화학적으로 변환되거나, 분해되거나, 의도된 응용에 사용불가능하게 되지 않으면서 핫 멜트 가공될 수 있어야 한다.
- [0021] 달리 지시되지 않는 한, 본 명세서 및 청구범위에 사용되는 특징부 크기, 양, 및 물리적 특성을 표현하는 모든 수치는 모든 경우에 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 지시되지 않는 한, 설명된 수치들은 본 명세서에 개시된 교시 내용을 사용하여 원하는 특성에 따라 달라질 수 있는 근사치이다.
- [0022] 본 발명에 유용한 열가소성 수지는 웨브로 형성되어 대전되는 경우에 다량의 포획 정전기 전하(trapped electrostatic charge)를 보유할 수 있는 임의의 열가소성 비전도성 중합체를 포함한다. 전형적으로, 이러한 수지는 의도된 용도의 온도에서 DC(직류) 저항률이  $10^{14}$  옴-cm 초과이다. 포획 전하를 획득할 수 있는 중합체는 폴리올레핀, 예컨대 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 및 폴리-4-메틸-1-펜텐; 폴리비닐 클로라이드; 폴리스티렌; 폴리카보네이트; 폴리카라이드를 포함하는 폴리에스테르; 및 퍼플루오르화된 중합체 및 공중합체를 포함한다. 특히 유용한 재료는 폴리프로필렌, 폴리-4-메틸-1-펜텐, 그의 블렌드, 또는 프로필렌 및 4-메틸-1-펜텐 중 하나 이상으로부터 형성된 공중합체를 포함한다.
- [0023] 적합한 열가소성 수지의 예는, 예를 들어, 하기 폴리프로필렌 수지를 포함한다: 텍사스주 어빙 소재의 엑손-모빌 코퍼레이션(Exxon-Mobil Corporation)으로부터 구매가능한 에스코렌(ESCORENE) PP 3746G; 텍사스주 휴스턴 소재의 토털 페트로케미칼스 USA 인코포레이티드(Total Petrochemicals USA Inc.)로부터 구매가능한 토털(TOTAL) PP3960, 토털 PP3860, 및 토털 PP3868; 및 네덜란드 로테르담 소재의 라이온델바젤 인더스트리즈, 인코포레이티드(LyondellBasell Industries, Inc.)로부터 구매가능한 메토센(METOCENE) MF 650W; 및 일본 도쿄 소재의 미쯔이 케미칼스, 인코포레이티드(Mitsui Chemicals, Inc.)로부터 구매가능한 폴리-4-메틸-1-펜텐 수치 TPX-MX002.
- [0024] 전하 증대 첨가제는 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염이다. 이들 염은 금속-함유 염일 수 있으며, 1가, 2가, 또는 3가 금속의 염일 수 있다.
- [0025] 아릴아미노-치환된 벤조산은 하기에 나타낸 화학식 1의 일반 구조에 의해 기재될 수 있다:
- [0026] [화학식 1]

[0027]



[0028]

여기서 기  $\text{HO}_2\text{C}$ -는 카르복실산 기를 나타내고;  $-(\text{C}_6\text{H}_4)-$ 는 이치환된 페닐 고리를 나타내며; 기  $-(\text{C}_6\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{R}^5\text{R}^6)-$ 은 아릴 고리를 나타내고;  $\text{R}^1$ 은 수소 원자, 또는 알킬 기를 포함하며; 기  $\text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6$ 은 독립적으로 수소 원자, 알킬 기, 아릴 기, 헤테로알킬 기, 치환된 알킬 기, 치환된 아릴 기, 또는 알콕시 기를 포함한다. 아릴 아미노 기는 벤조산 고리의 2 위치에(오르토-아릴아미노 벤조산), 벤조산 고리의 3 위치에(메타-아릴아미노 벤조산), 또는 벤조산 고리의 4 위치에(파라-아릴아미노 벤조산) 위치할 수 있다. 마찬가지로, 벤조산 염에서, 아릴아미노 기는 벤조산 고리의 2 위치에(오르토-아릴아미노 벤조에이트), 벤조산 고리의 3 위치에(메타-아릴아미노 벤조에이트), 또는 벤조산 고리의 4 위치에(파라-아릴아미노 벤조에이트) 위치할 수 있다.

[0029]

일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산, 3-페닐아미노 벤조산, 4-페닐아미노 벤조산, 또는 이들의 조합인 아릴아미노-치환된 벤조산을 포함한다. 치환된 2-페닐아미노 벤조산은,  $\text{R}^2$  내지  $\text{R}^6$  중 하나 이상이 수소 원자 이외의 기임을 의미한다. 적합한 아릴아미노-치환된 벤조산의 예는 치환된 페닐산 및 메페닐산, 및 비치환된 페닐산 및 메페닐산이다. 페닐산은 2-(페닐아미노)벤조산이고(상기 화학식 1을 사용하여, 각각의  $\text{R}^1$  내지  $\text{R}^6$  기가 H 원자임), 메페닐산은 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조산이다(상기 화학식 1을 사용하여,  $\text{R}^1, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6$  기는 각각 H 원자이고,  $\text{R}^2$  및  $\text{R}^3$  기는 각각 메틸 기임). 치환된 페닐산(여기서  $\text{R}^2$  내지  $\text{R}^6$  기 중 하나 이상은 H 원자가 아님), 또는 치환된 메페닐산(여기서  $\text{R}^4$  내지  $\text{R}^6$  기 중 하나 이상은 H 원자가 아님) 또한 적합하다.

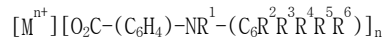
[0030]

일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 아릴아미노-치환된 벤조산 염을 포함한다. 이들 염은 전형적으로 금속-함유 염이며, 1가 금속, 2가 금속, 또는 3가 금속의 염일 수 있다. 이들 금속-함유 염은 하기 화학식 2에 의해 일반적으로 기재될 수 있다.

[0031]

[화학식 2]

[0032]



[0033]

여기서 M은 n-가 금속 이온이고, 여기서  $n = 1, 2, \text{ 또는 } 3$ 이며; 기  $\text{O}_2\text{C}$ -는 카르복실레이트 기를 나타내고;  $-(\text{C}_6\text{H}_4)-$ 는 이치환된 페닐 고리를 나타내며; 기  $-(\text{C}_6\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{R}^5\text{R}^6)-$ 은 아릴 고리를 나타내고;  $\text{R}^1$ 은 수소 원자, 또는 알킬 기를 포함하며; 기  $\text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6$ 은 독립적으로 수소 원자, 알킬 기, 아릴 기, 헤테로알킬 기, 치환된 알킬 기, 치환된 아릴 기, 또는 알콕시 기를 포함한다. 아릴아미노 기는 벤조산 고리의 2 위치에(오르토-아릴아미노 벤조에이트), 벤조산 고리의 3 위치에(메타-아릴아미노 벤조에이트), 또는 벤조산 고리의 4 위치에(파라-아릴아미노 벤조에이트) 위치할 수 있다.

[0034]

일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 1가 금속-함유 아릴아미노-치환된 벤조산 염이며, 다시 말해서  $n = 1$ 인 화학식 2의 염이다. 1가 금속 이온의 예는 나트륨 이온 및 리튬 이온이다. 적합한 염의 예는 나트륨 또는 리튬의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함한다. 페나메이트는 2-(페닐아미노)벤조에이트이고(상기 화학식 2를 사용하여, 각각의  $\text{R}^1$  내지  $\text{R}^6$  기가 H 원자임), 메페나메이트는 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트이다(상기 화학식 2를 사용하여,  $\text{R}^1, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6$  기는 각각 H 원자이고,  $\text{R}^2$  및  $\text{R}^3$  기는 각각 메틸 기임). 치환된 페나메이트(여기서  $\text{R}^2$  내지  $\text{R}^6$  기 중 하나 이상은 H 원자가 아님), 또는 치환된 메페나메이트(여기서  $\text{R}^4$  내지  $\text{R}^6$  기 중 하나 이상은 H 원자가 아님) 또한 적합하다.

[0035]

일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 2가 금속-함유 아릴아미노-치환된 벤조산 염이며, 다시 말해서  $n = 2$ 인 화학식 2의 염이다. 2가 금속 이온의 예는 마그네슘 이온, 칼슘 이온, 및 아연 이온을 포함한다. 적합한 염의 예는 마그네슘, 칼슘, 또는 아연의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함한다. 페나메이트는 2-(페닐아미노)벤조에이트이고(상기 화학식 2를 사용하여, 각각의  $\text{R}^1$  내지  $\text{R}^6$  기가 H 원자임), 메페나메이트는 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트이다(상기 화학식 2를 사용하여,  $\text{R}^1, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6$  기는 각각 H 원자이고,  $\text{R}^2$  및  $\text{R}^3$  기는 각각 메틸 기임). 치환된 페나메이트(여기서  $\text{R}^2$  내지  $\text{R}^6$  기 중 하나 이상은 H 원

자가 아님), 또는 치환된 메페나메이트(여기서 R<sup>4</sup> 내지 R<sup>6</sup> 기 중 하나 이상은 H 원자가 아님) 또한 적합하다. 2가 금속 이온의 치환되거나 비치환된 메페나메이트 염은 특히 적합한 전하 증대 첨가제이다.

[0036] 한가지 특히 적합한 전하 증대 첨가제는 마그네슘 메페나메이트, 또는 마그네슘 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트 염이다. 이러한 염은 하기 화학식 3에 의해 기재되며, 이러한 염의 제조는 하기 실시예 섹션에 기재되어 있다.

[0037] [화학식 3]

[0038]  $[Mg^{2+}][O_2C-(C_6H_4)-NH-(C_6(Me)_2H_3)]_2$

[0039] 여기서 Mg<sup>2+</sup>는 2가 마그네슘 이온이고; 기 O<sub>2</sub>C-는 카르복실레이트 기를 나타내며; -(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)-는 1,2-이치환된 페닐 고리를 나타내고; 기 -(C<sub>6</sub>(Me)<sub>2</sub>H<sub>3</sub>)는 2,3-다이메틸 치환된 아릴 고리를 나타낸다. 본 명세서에 기재된 다른 전하 증대 첨가제 중 다수가 알려진 화합물이고 다수가 구매가능한 반면에, 이 염은 합성되었으며 이전에 알려지지 않은 염인 것으로 생각된다.

[0040] 일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 3가 금속-함유 아릴아미노-치환된 벤조산 염이며, 다시 말해서 n = 3인 화학식 2의 염이다. 3가 금속 이온의 예는 알루미늄 이온이다. 적합한 염의 예는 알루미늄의 치환되거나 비치환된 페나메이트 또는 메페나메이트 염을 포함한다. 페나메이트는 2-(페닐아미노)벤조에이트이고(상기 화학식 2를 사용하여, 각각의 R<sup>1</sup> 내지 R<sup>6</sup> 기가 H 원자임), 메페나메이트는 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트이다(상기 화학식 2를 사용하여, R<sup>1</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, 및 R<sup>6</sup> 기는 각각 H 원자이고, R<sup>2</sup> 및 R<sup>3</sup> 기는 각각 메틸 기임). 치환된 페나메이트(여기서 R<sup>2</sup> 내지 R<sup>6</sup> 기 중 하나 이상은 H 원자가 아님), 또는 치환된 메페나메이트(여기서 R<sup>4</sup> 내지 R<sup>6</sup> 기 중 하나 이상은 H 원자가 아님) 또한 적합하다.

[0041] 일부 실시 형태에서, 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 염은 아릴아미노 고리 상에 알콕시 치환체를 함유할 수 있다. 알콕시 치환체의 예는, 예를 들어, 메톡시(-OCH<sub>3</sub>), 에톡시(-OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>), n-프로폭시(-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>) 등을 포함한다. 알콕시 치환체는 아릴아미노 고리 상의 다양한 위치에 위치할 수 있다. 한가지 특히 적합한 염은 2-[(2-에톡시페닐)아미노]-벤조에이트의 마그네슘 염이다.

[0042] 전하 증대 첨가제는 임의의 적합한 양으로 첨가될 수 있다. 본 개시의 전하 증대 첨가제는 상대적으로 소량에서조차 효과적인 것으로 나타났다. 전형적으로, 전하 증대 첨가제는 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제 블렌드 중에, 블렌드의 총 중량을 기준으로 최대 약 10 중량%, 더욱 전형적으로는 0.02 내지 5 중량% 범위의 양으로 존재한다. 일부 실시 형태에서, 전하 증대 첨가제는 0.1 내지 3 중량%, 0.1 내지 2중량%, 0.2 내지 1.0 중량%, 또는 0.25 내지 0.5 중량% 범위의 양으로 존재한다.

[0043] 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 블렌드는 잘 알려진 방법들에 의해 제조될 수 있다. 전형적으로, 블렌드는 용융 압출 기술을 사용하여 처리하므로, 배치(batch) 공정으로 블렌드를 예비블렌딩(preblend)하여 펠릿을 형성할 수 있거나, 또는 연속 공정으로 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제를 압출기에서 혼합할 수 있다. 연속 공정이 사용되는 경우, 열가소성 수지 및 전하 증대 첨가제를 교체로서 예비혼합하거나, 또는 압출기에 별도로 첨가하여 용융 상태에서 혼합할 수 있다.

[0044] 예비블렌딩된 펠릿을 형성하기 위해 사용할 수 있는 용융 혼합기의 예는 분산 혼합(dispersive mixing), 분배 혼합(distributive mixing), 또는 분산 혼합과 분배 혼합의 조합을 제공하는 것들을 포함한다. 배치 방법의 예는 브라벤더(BRABENDER)(예를 들어, 뉴저지주 사우스 핵켄삭 소재의 C.W. 브라벤더 인스트루먼트, 인코포레이티드(C.W. Brabender Instruments, Inc.)로부터 구매가능한 브라벤더 프레프 센터(BRABENDER PREP CENTER)) 또는 밴버리(BANBURY) 내부 혼합 및 롤 밀링 장비(예를 들어, 코네티컷주 안소니아 소재의 파렐 컴퍼니(Farrel Co.)로부터 입수가능한 장비)를 사용하는 것들을 포함한다. 배치 혼합 후에, 생성된 혼합물을 즉시 켄칭하고(quenched) 후속 처리를 위해 혼합물의 용융 온도 미만으로 저장할 수 있다.

[0045] 연속 방법의 예는 단축 압출, 이축 압출, 디스크 압출, 왕복동식(reciprocating) 단축 압출, 및 핀 배럴(pin barrel) 단축 압출을 포함한다. 연속 방법은 양자 모두의 분배 요소, 예컨대 캐비티 전달 혼합기(예를 들어, 영국 슈루즈베리 소재의 라프라 테크놀로지 리미티드(RAPRA Technology, Ltd.)로부터 구매가능한 CTM) 및 핀 혼합 요소, 정적 혼합 요소 또는 분산 혼합 요소(예를 들어, 매독(MADDOCK) 혼합 요소 또는 삭스톤(SAXTON) 혼합

요소로부터 구매가능함)를 이용하는 단계를 포함할 수 있다.

- [0046] 배치 공정에 의해 제조되는 예비블렌딩된 펠릿을 압출하기 위해 사용할 수 있는 압출기의 예는 연속 처리에 관하여 상기 기재된 것과 동일한 유형의 장비를 포함한다. 유용한 압출 조건은 일반적으로 첨가제 없이 수지를 압출하기에 적합한 것들이다.
- [0047] 열가소성 수지와 전하 증대 첨가제의 압출된 블렌드는 필름 또는 시트로 캐스팅 또는 코팅될 수 있거나, 임의의 적합한 기술을 사용하여 섬유질 웹으로 형성될 수 있다. 예를 들어, 미국 특허 제6,524,488호(Insley et al.)에 기재된 방법에 의해, 필름을 여과 매체를 포함하는 다양한 용품으로 제조할 수 있다. 예를 들어, 멜트-블로우 미세섬유, 단섬유, 피브릴화 필름, 및 이들의 조합을 포함하는 다양한 섬유 유형으로부터 섬유질 웹을 제조할 수 있다. 섬유질 웹을 제조하기 위한 기술은, 예를 들어, 에어 레이드(air laid) 공정, 웨트 레이드(wet laid) 공정, 수류 결합(hydro-entanglement), 스펠본드(spunbond) 공정, 멜트-블로우 공정, 및 이들의 조합을 포함한다. 멜트-블로우 및 스펠본드, 부직 미세섬유질 웹은 여과 매체로서 특히 유용하다.
- [0048] 멜트-블로우 및 스펠본드, 부직 미세섬유 일렉트릿 필터는 마스크의 공기 필터 요소, 예컨대 필터링 페이스피스로서, 또는 가정용 및 산업용 공기 조화기, 공기 청정기, 진공청소기, 의료용 공기 라인 필터, 및 차량 및 통상적인 장비, 예컨대 컴퓨터, 컴퓨터 디스크 드라이브, 및 전자 장비를 위한 공조 시스템과 같은 목적에 특히 유용하다. 일부 실시 형태에서, 일렉트릿 필터는 마스크 조립체와 조합되어 개인에 의해 사용되도록 설계된 호흡장치를 형성한다. 마스크에 사용되는 경우에, 일렉트릿 필터는 성형되거나, 주름잡히거나, 절첩된 반면형(half-face) 마스크, 교환식 카트리지 또는 캐니스터, 또는 프리필터(prefilter)의 형태일 수 있다.
- [0049] 본 개시에 유용한 멜트-블로우 미세섬유는 문헌[Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pp. 1342-1346] 및 반 A. 웬티(Van A. Went) 등에 의해 "초미세 유기 섬유의 제조(Manufacture of Super Fine Organic Fibers)"의 제목으로 1954년 5월 25일자로 공개된 해군 연구소(Naval Research Laboratories)의 보고서 제4364호에 기재된 바와 같이 제조할 수 있다.
- [0050] 예를 들어, 미국 특허 제 4,340,563호 및 제8,162,153호 및 미국 특허 공개 제2008/0038976호에 기재된 바와 같이, 하나 이상의 연속 중합체성 자유 섬유(free-fiber)를 수집기 상에 압출하는 스펠본드 공정을 사용하여 스펠본드 미세섬유를 형성할 수 있다.
- [0051] 섬유질 일렉트릿 필터에 유용한 멜트 블로우 및 스펠본드 미세섬유는, 문헌[Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles," Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952]에 설명된 방법에 따라 계산할 때, 유효 섬유 직경이 전형적으로 약 1 내지 100 마이크로미터, 더욱 전형적으로는 2 내지 30 마이크로미터이고, 일부 실시 형태에서는, 약 7 내지 15 마이크로미터이다.
- [0052] 단섬유 또한 웹 내에 존재할 수 있다. 단섬유의 존재는 일반적으로 블로우 미세섬유만으로 된 웹보다 더 로프티(lofty)하고 덜 치밀한 웹을 제공한다. 일반적으로, 약 90 중량% 이하의 단섬유, 더욱 전형적으로는 약 70 중량% 이하의 단섬유가 존재한다. 단섬유를 함유하는 웹의 예는 미국 특허 제4,118,531호(Hauser)에 개시되어 있다.
- [0053] 흡착제 미립자 재료(sorbent particulate material), 예컨대 활성탄 또는 알루미늄 또한 웹 내에 포함될 수 있다. 이러한 입자는 웹 내용물의 최대 약 80 부피%의 양으로 존재할 수 있다. 입자-로딩된 웹의 예는, 예를 들어, 미국 특허 제3,971,373호(Braun), 미국 특허 제4,100,324호(Anderson), 및 미국 특허 제4,429,001호(Kolpin et al.)에 기재되어 있다.
- [0054] 예를 들어, 안료, 광 안정제, 일차 및 이차 산화방지제, 금속 불활성화제, 장애 아민, 장애 페놀, 지방산 금속염, 트라이에스테르 포스파이트, 인산 염, 불소-함유 화합물 및 그 조합을 포함하는 다양한 선택적인 첨가제가 열가소성 조성물과 블렌딩될 수 있다. 특히 적합한 첨가제는 HALS(장애 아민 광 안정화제(Hindered Amine Light Stabilizer)) 및 산화방지제를 포함하는데, 이는 이들 또한 전하 증대 첨가제로서 작용할 수 있기 때문이다. 추가로, 다른 전하 증대 첨가제가 열가소성 조성물과 조합될 수 있다. 가능한 전하 첨가제는 열적으로 안정한 유기 트리아진 화합물 또는 올리고머를 포함하며, 이 화합물 또는 올리고머는 트리아진 고리 내의 것들에 부가하여 하나 이상의 질소 원자를 함유한다(예를 들어, 미국 특허 제6,268,495호, 제5,976,208호, 제5,968,635호, 제5,919,847호, 및 제5,908,598호(Rousseau et al.) 참조). 일렉트릿을 증대하는 것으로 알려진 다른 첨가제는, 독일 루트비히스하펜 소재의 바스프(BASF)로부터 입수가 가능한 "키마소르브(CHIMASSORB) 944": (폴리[[6-(1,1,3,3,-테트라메틸부틸) 아미노]-s-트리아진-2,4-다이일][[(2,2,6,6-테트라메틸-4-피페리딜) 이미노] 헥사메틸렌 [(2,2,6,6-테트라메틸-4-피페리딜) 이미노]])이다. 전하 증대 첨가제는, 독일 루트비히스하

펜 소재의 바스프로부터 "유비닐(UVINUL) T-150"으로서 구매가능한 N-치환된 아미노 방향족 화합물, 특히 트라이-아미노 치환된 화합물, 예컨대 2,4,6-트리아닐리노-p-(카르보-2'-에틸헥실-1'-옥시)-1,3,5-트리아진일 수 있다. 다른 전하 첨가제는 트라이스테아릴 멜라민("TSM")으로도 알려진 2,4,6-트리스-(옥타데실아미노)-트리아진이다. 전하 증대 첨가제의 추가의 예는 미국 특허 출원 제61/058,029호, 미국 특허 출원 제61/058,041호, 미국 특허 제7,390,351호(Leir et al.), 미국 특허 제5,057,710호(Nishiura et al.), 및 미국 특허 제4,652,282호 및 제4,789,504호(Ohmori et al.)에 제공되어 있다.

[0055]

또한, 웨브는 화학적으로 그의 표면을 개질하도록 처리될 수 있다. 표면 플루오르화는 중합체성 용품을 불소 함유 화학종(fluorine-containing species) 및 불활성 기체를 함유하는 분위기에 배치한 후, 중합체성 용품 표면의 화학적 성질이 개질되도록 전기 방전을 인가함으로써 달성될 수 있다. 전기 방전은 AC 코로나 방전과 같은 플라즈마의 형태일 수 있다. 이러한 플라즈마 플루오르화 공정에 의해 불소 원자가 중합체성 용품의 표면에 존재하게 된다. 플라즈마 플루오르화 공정은 다수의 미국 특허 제6,397,458호, 제6,398,847호, 제6,409,806호, 제6,432,175호, 제6,562,112호, 제6,660,210호, 및 제6,808,551호(Jones/Lyons et al.)에 기재되어 있다. 높은 불소포화 비(fluorosaturation ratio)를 갖는 일렉트릿 용품은 미국 특허 제7,244,291호(Spartz et al.)에 기재되어 있고, 헤테로원자와 함께 낮은 불소포화 비를 갖는 일렉트릿 용품은, 미국 특허 제7,244,292호(Kirk et al.)에 기재되어 있다. 플루오르화 기술을 개시하는 다른 공보는 미국 특허 제6,419,871호, 제6,238,466호, 제6,214,094호, 제6,213,122호, 제5,908,598호, 제4,557,945호, 제4,508,781호, 및 제4,264,750호; 미국 공개 제US 2003/0134515 A1호 및 제US 2002/0174869 A1호; 및 국제 공개 제WO 01/07144호를 포함한다.

[0056]

본 개시에 따라 제조된 일렉트릿 필터 매체는 일반적으로 평량(단위 면적 당 질량)이 약 10 내지 500 g/m<sup>2</sup>, 일부 실시 형태에서는, 약 10 내지 100 g/m<sup>2</sup>의 범위이다. 멜트-블로운 미세섬유 웨브를 제조함에 있어서, 예를 들어, 수집기 속도 또는 다이 처리량을 변화시킴으로써 평량을 제어할 수 있다. 필터 매체의 두께는 전형적으로 약 0.25 내지 20 밀리미터, 일부 실시 형태에서는, 약 0.5 내지 2 밀리미터이다. 다중 층의 섬유질 일렉트릿 웨브가 통상적으로 필터 요소에 사용된다. 섬유질 일렉트릿 웨브의 고형성(solidity)은 전형적으로 약 1% 내지 25%, 더욱 전형적으로는 약 3% 내지 10%이다. 고형성은 웨브의 고체 분율을 정의하는 무단위 파라미터이다. 일반적으로, 본 발명의 방법은 매체의 평량, 두께, 또는 고형도와 관계없이 웨브 전반에 일반적으로 균일한 전하 분포를 갖는 일렉트릿 웨브를 제공한다. 일렉트릿 필터 매체 및 이를 제조하기 위한 수지는 그의 전기 전도도를 증가시킬 수 있는 임의의 불필요한 처리, 예를 들어, 이온화 방사선, 감마선, 자외선 조사, 열분해, 산화 등에 대한 노출을 받아서는 안된다.

[0057]

일렉트릿 웨브는 웨브가 형성될 때에 대전될 수 있거나, 웨브는 웨브가 형성된 후에 대전될 수 있다. 일렉트릿 필터 매체에서, 매체는 일반적으로 웨브가 형성된 후에 대전된다. 일반적으로, 당업계에 알려진 임의의 표준 대전 방법을 사용할 수 있다. 예를 들어, 대전은 마찰대전, 코로나 방전, 및 하이드로하전을 포함하는 다양한 방식으로 실행될 수 있다. 방법들의 조합이 또한 사용될 수 있다. 상기 언급된 바와 같이, 일부 실시 형태에서, 본 개시의 일렉트릿 웨브는 추가의 대전 방법이 필요 없이, 코로나 방전, 특히 DC 코로나 방전 단독에 의해 대전될 수 있다는 바람직한 특징을 갖는다.

[0058]

적합한 코로나 방전 공정의 예는, 미국 특허 재발행 제30,782호(van Turnhout), 미국 특허 재발행 제31,285호(van Turnhout), 미국 특허 재발행 제32,171호(van Turnhout), 미국 특허 제4,215,682호(Davis et al.), 미국 특허 제4,375,718호(Wadsworth et al.), 미국 특허 제5,401,446호(Wadsworth et al.), 미국 특허 제4,588,537호(Klaase et al.), 미국 특허 제4,592,815호(Nakao), 및 미국 특허 제6,365,088호(Knight et al.)에 기재되어 있다.

[0059]

일렉트릿 웨브를 대전시키기 위해 사용할 수 있는 다른 기술은 하이드로하전이다. 섬유에 전하를 부여하기에 충분한 방식으로 섬유를 물과 접촉시킨 후에 웨브를 건조시킴으로써, 웨브의 하이드로하전을 실행한다. 하이드로하전의 일례는, 웨브에 여과 증대 일렉트릿 전하를 제공하기에 충분한 압력으로 웨브 상에 물 제트 또는 수직 흐름을 충돌시키는 단계, 및 이어서 웨브를 건조시키는 단계를 포함한다. 최적의 결과를 달성하기 위해 필요한 압력은 사용된 분무기의 유형, 웨브를 형성하는 중합체의 유형, 중합체에 대한 첨가제의 유형 및 농도, 웨브의 두께 및 밀도, 및 전처리, 예컨대 코로나 표면 처리가 하이드로하전 전에 실행되었는지 여부에 따라 변동된다. 일반적으로, 약 10 내지 500 psi(69 내지 3450 kPa) 범위의 수압이 적합하다. 물 제트 또는 수직 흐름은 임의의 적합한 분무 장치에 의해 제공될 수 있다. 유용한 분무 장치의 일례는 섬유를 수압으로 얽히게(hydraulically entangling) 하기 위해 사용하는 장치이다. 적합한 하이드로하전 방법의 예는 미국 특허 제5,496,507호

(Angadjivand et al.)에 기재되어 있다. 다른 방법은 미국 특허 제6,824,718호(Eitzman et al.), 미국 특허 제6,743,464호(Insley et al.), 미국 특허 제6,454,986호(Eitzman et al.), 미국 특허 제6,406,657호(Eitzman et al.), 및 미국 특허 제6,375,886호(Angadjivand et al.)에 기재되어 있다. 웨브의 하이드로하전은 또한, 미국 특허 제7,765,698호(Sebastian et al.)에 개시된 방법을 사용하여 실행할 수 있다.

[0060] 여과 성능을 평가하기 위하여, 다양한 여과 시험 프로토콜이 개발되어 왔다. 이들 시험은 보통 필터 웨브를 통한 에어로졸 침투율의 퍼센트로서 나타내어지는, 다이옥틸프탈레이트(DOP)와 같은 표준 챌린지 에어로졸을 사용하는 필터 웨브의 에어로졸 침투율(% Pen)의 측정 및 필터 웨브를 가로지르는 압력 강하( $\Delta P$ )의 측정을 포함한다. 이들 두 측정치로부터, 품질 계수(Quality Factor; QF)로서 알려진 양을 하기 방정식에 의해 계산할 수 있다:

[0061] 
$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100) / \Delta P,$$

[0062] 여기서  $\ln$ 은 자연 로그를 나타낸다. 더 높은 QF 값은 더 우수한 여과 성능을 나타내며, 감소된 QF 값은 감소된 여과 성능과 유효하게 상관 관계가 있다. 이들 값을 측정하기 위한 세부 사항은 실시예 섹션에 제공된다. 전형적으로, 본 개시의 여과 매체는 6.9 센티미터/초의 면 속도(face velocity)에서 측정 QF 값이  $0.3 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이다.

[0063] 특정 필터 매체가 자연적으로 정전기적으로 대전되는지를 확인하기 위하여, 이온화 X-선 방사에 노출 전 및 후에 그의 성능을 시험할 수 있다. 예를 들어, 문헌[*Air Filtration*, R.C. Brown, Pergamon Press, 1993] 및 문헌["Application of Cavity Theory to the Discharge of Electrostatic Dust Filters by X-Rays", A. J. WAKER and R. C. BROWN, *Applied Radiation and Isotopes*, Vol. 39, No. 7, pp. 677-684, 1988]에 기재된 바와 같이, 정전기적으로 대전된 필터가 X-선에 노출될 경우, 필터를 통한 에어로졸의 침투율은 노출 전보다 노출 후에 더 클 것이며, 이는 섬유 사이의 기체 캐비티 내에 X-선에 의해 생성된 이온이 전하 중의 일부를 중화시킬 것이기 때문이다. 따라서, 누적 X-선 노출에 대한 침투율의 플롯이 얻어질 수 있으며, 이는 일정한 수준까지 꾸준한 증가를 나타내고 그 후에는 추가의 조사가 변화를 야기하지 않는다. 이 시점에서는, 모든 전하가 필터로부터 제거되어 있다.

[0064] 이러한 관측은 여과 성능을 특성화하기 위한 다른 시험 프로토콜인 X-선 방전 시험의 채택으로 이어졌다. 이러한 시험 프로토콜에서는, 시험할 필터 매체의 선택된 조각을 X-선 방사에 노출시켜 일렉트릿 웨브를 방전시킨다. 이러한 시험의 한 가지 특징은 웨브가 일렉트릿임을 확인시켜 준다는 점이다. X-선은 일렉트릿 전하를 쉐딩하는 것으로 알려져 있기 때문에, X-선에 대한 필터 매체의 노출 및 이러한 노출 전 및 후의 필터 성능의 측정 및 필터 성능의 비교는 필터 매체가 일렉트릿인지 여부를 나타낸다. X-선 방사에 노출된 후에 필터 성능이 변화되지 않는 경우, 이는 전하가 쉐딩되지 않았으며 재료가 일렉트릿이 아님을 나타낸다. 그러나, X-선 방사에 노출된 후에 필터 성능이 감소될 경우, 이는 필터 매체가 일렉트릿임을 나타낸다.

[0065] 시험이 진행될 때, 전형적으로, 여과 성능은 필터 매체가 X-선 방사에 노출되기 전 및 후에 측정된다. % 침투율 비(Penetration Ratio)는, 하기 실시예 섹션에 기재된 바와 같이 여과 성능 시험 방법에 따라 시험할 경우, 하기 수학적식에 따라 계산할 수 있다: % 침투율 비 =  $(\ln(\text{초기 \% DOP 침투율}/100) / (\ln(60 \text{ 분의 X-선 노출 후의 \% DOP 침투율}/100))) \times 100$ . 웨브가 필터로서의 사용에 충분한 전하를 갖기 위하여, % 침투율 비는 전형적으로 300% 이상이다. % 침투율 비가 증가함에 따라, 웨브의 여과 성능이 또한 증가한다. 일부 실시 형태에서, % 침투율 비는 400%, 500%, 또는 600% 이상이다. 특히 적합한 실시 형태에서, % 침투율 비는 750% 또는 800% 이상이다. 일부 실시 형태에서, 웨브는 1000% 이상, 또는 1250% 이상의 % 침투율 비를 나타낸다.

[0066] 초기 품질 계수(X-선 노출 전)는 하기 실시예 섹션에 기재된 바와 같은 여과 성능 시험 방법에 따라 시험할 때, 6.9 cm/s의 면 속도에 대해 전형적으로  $0.3 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상, 더욱 전형적으로는 0.4 또는 심지어  $0.5 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이다. 일부 실시 형태에서, 초기 품질 계수는  $0.6$  또는  $0.7 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이다. 다른 실시 형태에서, 초기 품질 계수는  $0.8 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상,  $0.90 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상,  $1.0 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상, 또는 심지어  $1.0 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  초과이다. X-선 노출 60분 후의 품질 계수는 전형적으로 초기 품질 계수의 50% 미만이다. 일부 실시 형태에서, 초기 품질 계수는 적어도  $0.5 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이며 X-선에 대한 60 분 노출 후의 품질 계수는  $0.15 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  미만이다.

- [0067] 본 개시는 하기 실시 형태를 포함한다:
- [0068] 일렉트릿 웨브의 실시 형태가 포함된다. 제1 실시 형태는, 열가소성 수지; 및 아릴아미노-치환된 벤조산 또는 아릴아미노-치환된 벤조산 염을 포함하는 전하 증대 첨가제를 포함하는, 일렉트릿 웨브를 포함한다.
- [0069] 실시 형태 2는, 실시 형태 1에 있어서, 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산, 3-페닐아미노 벤조산, 4-페닐아미노 벤조산, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0070] 실시 형태 3은, 실시 형태 1 또는 실시 형태 2에 있어서, 전하 증대 첨가제가 다이메틸-치환된 2-페닐아미노 벤조산, 다이메틸-치환된 3-페닐아미노 벤조산, 다이메틸-치환된 4-페닐아미노 벤조산, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0071] 실시 형태 4는, 실시 형태 1 내지 실시 형태 3 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 전하 증대 첨가제가 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노 벤조산을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0072] 실시 형태 5는, 실시 형태 1에 있어서, 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 3-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 4-페닐아미노 벤조산 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0073] 실시 형태 6은, 실시 형태 5에 있어서, 전하 증대 첨가제가 2가 칼슘, 2가 마그네슘, 또는 2가 아연의 치환되거나 비치환된 페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0074] 실시 형태 7은, 실시 형태 5에 있어서, 전하 증대 첨가제가 다이메틸-치환된 2-페닐아미노 벤조산 2가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 3-페닐아미노 벤조산 2가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 4-페닐아미노 벤조산 2가 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0075] 실시 형태 8은, 실시 형태 5 또는 실시 형태 7에 있어서, 전하 증대 첨가제가 2가 금속의 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노 벤조산 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0076] 실시 형태 9는, 실시 형태 5, 실시 형태 7, 또는 실시 형태 8에 있어서, 전하 증대 첨가제가 2가 칼슘, 2가 마그네슘, 또는 2가 아연의 치환되거나 비치환된 페페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0077] 실시 형태 10은, 실시 형태 5에 있어서, 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 3-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 4-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0078] 실시 형태 11은, 실시 형태 5 또는 실시 형태 10에 있어서, 전하 증대 첨가제가 1가 나트륨 또는 1가 리튬의 치환되거나 비치환된 페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0079] 실시 형태 12는, 실시 형태 5 또는 실시 형태 10에 있어서, 전하 증대 첨가제가 다이메틸-치환된 2-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 3-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 4-페닐아미노 벤조산 1가 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0080] 실시 형태 13은, 실시 형태 5, 실시 형태 10, 또는 실시 형태 12에 있어서, 전하 증대 첨가제가 1가 나트륨 또는 1가 리튬의 치환되거나 비치환된 페페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0081] 실시 형태 14는, 실시 형태 5에 있어서, 전하 증대 첨가제가 치환되거나 비치환된 2-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 3-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 4-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0082] 실시 형태 15는, 실시 형태 5 또는 실시 형태 14에 있어서, 전하 증대 첨가제가 3가 알루미늄의 치환되거나 비치환된 페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0083] 실시 형태 16은, 실시 형태 5 또는 실시 형태 14에 있어서, 전하 증대 첨가제가 다이메틸-치환된 2-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 3-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 다이메틸-치환된 4-페닐아미노 벤조산 3가 금속-함유 염, 또는 이들의 조합을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0084] 실시 형태 17은, 실시 형태 5, 실시 형태 14, 또는 실시 형태 16에 있어서, 전하 증대 첨가제가 3가 금속의 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노 벤조산 염을 포함하는, 일렉트릿 웨브이다.
- [0085] 실시 형태 18은, 실시 형태 5, 실시 형태 14, 실시 형태 16, 또는 실시 형태 17에 있어서, 전하 증대 첨가제가

3가 알루미늄의 치환되거나 비치환된 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹이다.

- [0086] 실시 형태 19는, 실시 형태 5에 있어서, 전하 증대 첨가제가 마그네슘 메페나메이트 염을 포함하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0087] 실시 형태 20은, 실시 형태 1 내지 실시 형태 19 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 웹이 부직 섬유질 웹을 포함하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0088] 실시 형태 21은, 실시 형태 1 내지 실시 형태 19 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 웹이 필름을 포함하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0089] 실시 형태 22는, 실시 형태 1 내지 실시 형태 21 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 열가소성 수지가 폴리올레핀; 폴리비닐 클로라이드; 폴리스티렌; 폴리카르보네이트; 또는 폴리에스테르를 포함하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0090] 실시 형태 23은, 실시 형태 1 내지 실시 형태 22 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 전하 증대 첨가제가 웹의 0.02 내지 5.0 중량%를 차지하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0091] 실시 형태 24는, 실시 형태 1 내지 실시 형태 23 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 웹이 정전기적 전하를 함유하며, 여기서 전하는 코로나 처리(corona treatment), 하이드로하전, 또는 이들의 조합을 통해 부여되는, 일렉트릿 웹이다.
- [0092] 실시 형태 25는, 실시 형태 1 내지 실시 형태 23 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 웹이 정전기적 전하를 함유하며, 여기서 전하는 코로나 처리를 통해 부여되는, 일렉트릿 웹이다.
- [0093] 실시 형태 26은, 실시 형태 1 내지 실시 형태 25 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 웹이 안료, 광 안정화제, 1차 및 2차 산화방지제, 금속 불활성화제, 장애 아민, 장애 페놀, 지방산 금속 염, 트라이에스테르 포스파이트, 인산 염, 불소-함유 화합물, 및 이들의 조합으로부터 선택된 하나 이상의 추가의 첨가제를 추가로 포함하는, 일렉트릿 웹이다.
- [0094] 일렉트릿 필터 매체의 실시 형태 또한 개시된다. 실시 형태 27은, 실시 형태 1의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0095] 실시 형태 28은, 실시 형태 2의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0096] 실시 형태 29는, 실시 형태 3의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0097] 실시 형태 30은, 실시 형태 4의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0098] 실시 형태 31은, 실시 형태 5의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0099] 실시 형태 32는, 실시 형태 6의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0100] 실시 형태 33은, 실시 형태 7의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0101] 실시 형태 34는, 실시 형태 8의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0102] 실시 형태 35는, 실시 형태 9의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0103] 실시 형태 36은, 실시 형태 10의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0104] 실시 형태 37은, 실시 형태 11의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0105] 실시 형태 38은, 실시 형태 12의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0106] 실시 형태 39는, 실시 형태 13의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0107] 실시 형태 40은, 실시 형태 14의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0108] 실시 형태 41은, 실시 형태 15의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0109] 실시 형태 42는, 실시 형태 16의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0110] 실시 형태 43은, 실시 형태 17의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0111] 실시 형태 44는, 실시 형태 18의 일렉트릿 웹을 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.

- [0112] 실시 형태 45는, 실시 형태 19의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0113] 실시 형태 46은, 실시 형태 20의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0114] 실시 형태 47은, 실시 형태 22의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0115] 실시 형태 48은, 실시 형태 23의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0116] 실시 형태 49는, 실시 형태 24의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0117] 실시 형태 50은, 실시 형태 25의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0118] 실시 형태 51은, 실시 형태 26의 일렉트릿 웨브를 포함하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0119] 실시 형태 52는, 실시 형태 27 내지 실시 형태 51 중 어느 한 실시 형태에 있어서, X-선 방전 시험에 따라 시험할 때, 필터 매체가 6.9 센티미터/초의 면 속도에서 % 침투율 비가 300% 이상인, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0120] 실시 형태 53은, 실시 형태 27 내지 실시 형태 52 중 어느 한 실시 형태에 있어서, X-선 방전 시험에 따라 시험할 때, 필터 매체가 6.9 센티미터/초의 면 속도에서 초기 품질 계수가  $0.3 \text{ (mm H}_2\text{O)}^{-1}$  이상이고, X-선에 60 분 동안 노출된 후에는 품질 계수가 초기 품질 계수의 50% 미만인, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0121] 실시 형태 54는, 실시 형태 27 내지 실시 형태 53 중 어느 한 실시 형태에 있어서, 71°C에서 72 시간 노화 후에 품질 계수에 의해 측정할 때, 필터 매체가 85% 이상의 여과 성능을 유지하는, 일렉트릿 필터 매체이다.
- [0122] 조성물의 실시 형태 또한 개시된다. 실시 형태 54는, 2가 마그네슘 메페나메이트 염, 또는 2가 마그네슘 2-(2,3-다이메틸페닐)아미노벤조에이트 염을 포함하는, 조성물이다.

[0123] **실시예**

[0124] 이들 실시예는 단지 예시적 목적만을 위한 것이며, 첨부된 청구범위의 범주를 제한하고자 하는 것이 아니다. 실시예 및 명세서의 나머지에서 모든 부, 백분율, 비 등은, 달리 언급되지 않는 한, 중량 기준이다. 달리 언급되지 않는 한, 사용한 용매 및 다른 시약은 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 입수하였다. 하기 약어를 사용한다: mL = 밀리리터; M = 몰 농도; RBF = 둥근 바닥 플라스크; cm = 센티미터; mm = 밀리미터; min = 분.

[0125] **약어표**

약어 또는 상표명	설명
전하 첨가제-1(CA-1)	마그네슘 메페나메이트 염, 합성에 SE-1 참조
전하 첨가제-2(CA-2)	마그네슘 2-(2-에톡시페닐)아미노-벤조에이트, 합성에 SE-3 참조
전하 첨가제-3(CA-3)	키마소르브 944, CAS 71878-19-8, 마스프로부터 구매가능함
전하 첨가제-4(CA-4)	알루미늄 메페나메이트 염, 합성에 SE-2 참조
전하 첨가제-5(CA-5)	메페남산, CAS 61-68-7, TCI 아메리카(TCI America)로부터 구매가능함
PMP	폴리메틸펜텐, 미즈이 케미칼스로부터 "TPX"로 구매가능함
PP-1	폴리프로필렌, PP-650W, 텍사스주 휴스턴 소재의 라이온텔마젤 인더스트리즈로부터 구매가능함
PP-2	폴리프로필렌, 토털 3860X, 텍사스주 휴스턴 소재의 토털 페트로케미칼스 USA 인코포레이티드로부터 구매가능함

[0126] **합성예**

[0128] **합성예 SE-1: 마그네슘 메페나메이트 염의 제조**

[0129] 5.05 그램(0.021 몰)의 메페남산(98% 순도, TCI로부터 구매하였으며, 추가의 정제 없이 사용함) 샘플을 둥근 바닥 플라스크에 첨가하고 화학양론적 양의 1 M 수산화나트륨(21 mL) 중에 용해시켰다. 용액을 80°C로 가열하고 1 시간 동안 교반하였다. 1 시간 후에, 메페남산이 완전히 용해된 것으로 보일 때까지 추가의 1 M 수산화나트륨 용액을 적가하였다. 용액을 500 mL 비이커에 이전하고 실온으로 냉각시켰다. 21 mL의 1 M MgCl<sub>2</sub> 용액을 비

이커에 부었다. 1 시간 후에, 침전을 진공 여과하고 물로 반복하여 세척하였다. 여액을 진공 오븐 내에서 건조시켰다.

[0130] **합성에 SE-2: 알루미늄 메페나메이트 염의 제조**

[0131] 500 mL 용량 플라스크 내에서 99.9 그램의 삼염화알루미늄 육수화물을 400 mL의 탈이온수로 용해시킴으로써 염화알루미늄의 저장 용액을 제조하였다. 최종 부피가 500 mL가 되었을 때까지 추가의 탈이온수로 용액을 희석하여 0.82 M의 최종 물 농도를 제공하였다.

[0132] 500 mL RBF에 60.00 그램의 메페남산을 첨가하고 242 mL의 1 M 수산화나트륨 중에 교반하였다. 용액을 80°C로 가열하고 1 시간 동안 교반하였다. 1 시간 후에, 메페남산이 완전히 용해된 것으로 보일 때까지 추가의 1 M 수산화나트륨 용액을 적가하였다. 메페남산 용액을 500 mL 비이커에 이전하고 실온으로 냉각시켰다. 100 mL의 염화알루미늄 저장 용액을 비이커에 첨가하고 1 시간을 초과하여 정치시켰다. 침전을 진공 여과하고 물로 반복하여 세척하였다. 여액을 진공 오븐 내에서 건조시켰다.

[0133] **합성에 SE-3: 마그네슘 2-[(2-에톡시페닐)아미노]-벤조에이트**

[0134] 3-구 RBF에 환류 컬럼을 설치하고 시스템을 통해 질소를 플러싱하였다. 3-구 RBF에 0.9896 그램의 구리 분말 및 0.4398 그램의 산화제1구리 분말을 첨가한 후, 25.01 그램의 오르토-페네티딘 및 20 그램의 에톡시 에탄올을 첨가하였다. 재료를 교반하고 27.10 그램의 오르토클로로벤조산을 RBF에 첨가한 후, 24.0 그램의 탄산칼륨을 첨가하였다. 추가로 20 그램의 에톡시에탄올을 RBF에 첨가하였다. 반응 혼합물을 138°C에서 24 시간 동안 질소 하에 환류시켰다. 반응 혼합물을 400 mL의 탈이온수에 붓고, 소량의 활성탄과 함께 교반하고, 셀라이트 (CELITE)를 통해 여과하였다. 용액을 500 mL의 1 N HCl로 침전시키고 진공 여과하였다. 여액을 400 mL의 물에 50 그램의 탄산나트륨과 함께 재용해시키고 셀라이트를 통해 재여과하였다. 용액이 버블링을 멈출 때까지 용액을 HCl로 침전시켰다. 침전을 진공 여과하고 진공 오븐 내에서 건조시켰다.

[0135] 합성에 SE-1의 것과 유사한 절차에 따라 염을 제조하였다.

[0136] **실시에 E1 내지 E22 및 비교예 C1 내지 C8**

[0137] 각각의 실시에 및 비교예에 대해, 하기 기재된 절차를 따랐다. 이들 실시에에 대한 데이터는 표 1 내지 4에 제공된다.

[0138] **필름 샘플 제조**

[0139] 단계 A - 평면 필름의 제조:

[0140] 필름 실시에에 대해, 상기 기재된 전하 첨가제 중 하나 0.2 그램을 선택하고 5 구역 30 mm 이축 압출기 내에서 130 그램의 폴리프로필렌과 함께 1 분 동안 컴파운딩하였다. 컴파운딩 후에, 4 인치(10.2 cm) 드롭 다이로부터 재료를 캐스팅하고 2개의 실리콘 라이너 사이에 코팅하였다. 공칭 코팅 중량은 1 밀(25.4 마이크로미터)이었다. 압출 온도는 185°C 내지 250°C의 범위였다. 이어서, 대전 방법 1(하기 참조)을 사용하여 필름(실시에 20 내지 22 및 비교예 C8)을 대전시키고, 열자극 방전 전류 측정(TSDC: Thermally Stimulated Discharge Current)(하기 참조)을 사용하여 시험하였다. 필름 샘플에 대한 데이터는 표 4 및 5에 요약되어 있다.

[0141] **부직 샘플 제조**

[0142] 단계 A - 멜트-블로운 미세섬유 부직 웹의 제조:

[0143] 각각의 실시에에 대해, 상기 기재된 대전 첨가제 중 하나(일부 실시에에서는 PMP를 추가로 사용하였음)를 선택하고, 표 1에 나타난 농도에서 2개 등급의 폴리프로필렌 중 하나와 건조 블렌딩하고, 블렌드를 문헌[Van A. Wente, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, pp. 1342-1346]에 기재된 바와 같이 압출하였다. 압출 온도는 약 250°C 내지 300 °C의 범위였고, 압출기는 약 2.5 내지 3 kg/hr(5 내지 7 lb/hr)의 속도로 작동하는 브라벤더 원추형 이축 압출기(브라벤더 인스트루먼츠 인코포레이티드로부터 구매가능함)였다. 다이는 센티미터 당 10개의 구멍(인치 당 25개의 구멍)을 가지며, 폭이 25.4 cm(10 in)였다. 평량이 약 50 내지 60 g/m<sup>2</sup>이고, 유효 섬유 직경이 약 6.5 내지 9.5 마이크로미터이며, 두께가 약 0.75 내지 2 밀리미터인 멜트-블로운 웹을 형성하였다.

[0144] 단계 B - 일렉트릿 제조:

[0145] 단계 A(실시에 1 내지 19 및 비교예 C1 내지 C7)에서 제조된 각각의 멜트-블로운 웨브를 하기 3가지 일렉트릭 대전 방법 중 하나에 의해 대전시켰다: 하이드로대전, 코로나 대전, 또는 코로나 전처리 및 하이드로대전. 멜트-블로운 웨브 샘플에 대한 데이터는 하기 표 1, 2, 및 3에 요약되어 있다.

[0146] **대전 방법**

[0147] 대전 방법 1 - 코로나 대전:

[0148] 상기 제조된 선택된 멜트-블로운 웨브 또는 필름을 DC 코로나 방전에 의해 대전시켰다. 약 3 센티미터/초의 속도로 방전원(discharge source) 길이 센티미터 당 약 0.01 밀리암페어의 코로나 전류로 코로나 브러시 공급원 하에 접지 표면 상에 웨브를 통과시킴으로써, 코로나 전전을 달성하였다. 코로나 공급원은 웨브가 운반되는 접지 표면 위로 약 3.5 센티미터에 있었다. 코로나 공급원은 양의 DC 전압에 의해 구동되었다.

[0149] 대전 방법 2 - 하이드로대전:

[0150] 896 킬로파스칼(130 psig)의 압력 및 대략 1.4 리터/분의 유속으로 작동하는 노즐로부터, 전도도가 5 마이크로지멘스/cm 미만인 고순도 물의 미세 스프레이를 연속적으로 발생시켰다. 진공에 의해 물을 아래로부터 웨브를 통해 끌어 당기면서 동시에, 단계 A에서 제조된 선택된 멜트-블로운 웨브를 다공성 벨트에 의해 대략 10 센티미터/초의 속도로 물 스프레이를 통해 운반하였다. 각각의 멜트-블로운 웨브를 2회(순차적으로 각 면에 1회씩) 하이드로차저(hydrocharger)에 통과시킨 후, 여과 시험 전에 밤새 완전히 건조시켰다.

[0151] 대전 방법 3 - 코로나 전처리 및 하이드로대전:

[0152] 상기 단계 A에서 제조된 선택된 멜트-블로운 웨브를 대전 방법 1에 기재된 DC 코로나 방전에 의해 전처리한 후, 대전 방법 2에 기재된 바와 같이 하이드로대전에 의해 대전시켰다. 마찬가지로, 각각의 비교예에 대하여, 상응하는 실시예 웨브와 동일한 등급의 폴리프로필렌으로부터 멜트-블로운 웨브를 제조하였으나, 전하 첨가제는 첨가하지 않았다. 표 1은 각각의 실시예에 대한 특정 웨브 특성을 요약한다.

[0153] **시험 방법**

[0154] 여과 시험, 부직 멜트-블로운 미세섬유 웨브

[0155] 샘플을 %DOP 및/또는 %NaCl 에어로졸 침투율(% Pen) 및 압력 강하( $\Delta P$ )에 대해 시험하고, 품질 계수(QF)를 계산하였다. 셀렌지 에어로졸로서 다이옥틸프탈레이트(DOP) 또는 염화나트륨(NaCl)을 사용하는 자동화 필터 시험기 AFT 모델 8127(미네소타주 세인트 폴 소재의 TSI 인코포레이티드(TSI, Inc.)로부터 입수가능함) 및 필터를 가로질러 압력 강하( $\Delta P$ (mm H<sub>2</sub>O))를 측정하는 MKS 압력 변환기를 사용하여 부직 미세섬유 웨브의 여과 성능(% Pen 및 QF)을 평가하였다. DOP 에어로졸은 50 내지 200 mg/m<sup>3</sup>의 상류 농도 및 100 mg/m<sup>3</sup>의 목표를 갖는 공칭 단분산 0.33 마이크로미터 질량 중위 직경(MMD: mass median diameter)이었다. NaCl 에어로졸 MMD는 0.26이며, 상류 농도는 12 내지 20 mg/m<sup>3</sup>이고 목표는 15 mg/m<sup>3</sup>이다. 에어로졸 이온나이저(ionizer)를 DOP 에어로졸에 대해서는 끄고 NaCl 에어로졸에 대해서는 켜고서, 42.5 리터/분의 보정된 유속(6.9 cm/s의 면 속도)으로 필터 매체의 샘플을 통해 에어로졸을 강제하였다. 총 시험 시간은 23 초(15 초의 증가 시간(rise time), 4 초의 샘플 시간, 및 4 초의 퍼지 시간)였다. 보정된 광도계를 사용하여 필터 매체의 상류 및 하류 양자 모두에서 광 산란시킴으로써 DOP 및 NaCl 에어로졸의 농도를 측정하였다. DOP % Pen은 % Pen = 100 × (DOP 하류 농도/DOP 상류 농도)로서 정의되며, NaCl에 대해서도 마찬가지이다. 각각의 재료에 대해, 멜트-블로운 웨브 상의 상이한 위치에서 5회의 별도의 측정을 실행하고 그 결과를 평균하였다.

[0156] % Pen 및  $\Delta P$ 를 사용하여 하기 수학적식에 의해 QF를 계산하였다:

[0157] 
$$QF = - \ln(\% Pen/100) / \Delta P,$$

[0158] 여기서 ln은 자연 로그를 나타낸다. 더 높은 QF 값은 더 우수한 여과 성능을 나타내며, 감소된 QF 값은 감소된 여과 성능과 유효하게 상관 관계가 있다. 다른 환경에 노출되지 않은 생성된 그대로의 웨브의 품질 계수를, 전형적으로 "Q<sub>0</sub>" 초기 품질 계수로 나타낸다.

[0159] 열자극 방전 전류 측정, 평면 필름

[0160] 코네티컷주 스탬퍼드 소재의 써몰드 파트너즈, L. P.(Thermold Partners, L. P.)에 의해 유통되는, 피복 전극을 가진 솔로마트(Solomat) TSDC /RMA 모델 91000 분광계를 사용하여 측정된 절대 방전 전류를 적분함으로써 평면 필름의 유효 전하 밀도를 결정하였다. 샘플을 절단하고 솔로마트 TSDC/RMA 내의 하위 고정 전극과 상위 스프링

-로딩된 전극 사이에 고정하였다. 상위 전극의 면적은 0.38 cm<sup>2</sup>(약 7 mm 직경)이다. TSDC /RMA 기기에는, 샘플에 인접하지만 접촉되지는 않도록 온도계가 배치된다. 샘플을 통해 가시적인 구멍이 존재하지 않도록, 샘플은 광학적으로 조밀하였다. 전극은 직경이 약 7 mm이므로, 직경이 7 mm를 초과하도록 샘플을 절단하였다. 전극과의 우수한 전기적 접촉을 보장하기 위하여, 전극들 사이에 샘플을 압축하였다. 일련의 플라싱 단계를 통해 샘플 셀로부터 공기 및 습기를 추출하고, 셀을 헬륨으로 대략 1100 mbar까지 재충전하였다. 특정 시험 프로토콜에 의해 요구되는 바와 같이 샘플 셀을 액체 질소로 냉각시켰다.

[0161] 5°C/분의 제어된 온도 상승 속도로 175°C까지 샘플을 가열하는 중에 전류 측정을 실행하였다. 이러한 열자극 방전 중에, 일렉트릿 내에 저장된 전하는 이동성이 되며, 전극 또는 벌크 샘플 내에서 반대 기호의 전하와의 재조합에 의해 중화된다. 이는 온도의 함수로서 기록할 때 다수의 피크를 나타내는 외부 전류를 발생시킬 것이다. 이들 피크의 형상 및 위치는 전하 포획 에너지 준위 및 포획 부위의 물리적 위치에 따라 달라진다. 온도 플롯에 대해 전류를 적분함으로써, 유효 전하 밀도(pC/mm<sup>2</sup>)를 계산할 수 있다.

[0162] 평균 높이에 너비를 곱한 것과 동일한 면적을 가진 일련의 사다리꼴로 곡선을 분할하는 사다리꼴 공식을 사용하여 필름을 적분하였다. 면적을 함께 합산하고 가열 속도로 나누어 쿨롱 단위의 전하량을 얻는다.

[0163] 가속 노화 성능

[0164] 여과 성능의 안정성을 결정하기 위해, 대전된 멜트-블로운 웨브의 초기 품질 계수를 상이한 기간 동안 상이한 온도에서 저장한 후의 그의 품질 계수와 비교함으로써 가속 노화를 시험하였다.

[0165] 한 시험에서는, 71 °C에서 72 시간 동안 공기 중에 웨브를 저장하였다. 이러한 조건에서의 노화 후의 이러한 품질 계수를 전형적으로 "Q<sub>3</sub>"로 나타낸다. 성능 유지력은 하기식에 의해 계산된다:

[0166] 
$$\% \text{ 유지력}(Q_3) = (Q_3(71 \text{ }^\circ\text{C에서 72 시간 노화 후}) / Q_0(\text{초기})) \times 100\%$$

[0167] X-선 방전 시험

[0168] 상기 기재된 시험 방법을 사용하여 X-선 방사에 노출시키기 전에 시험하고자 하는 샘플 웨브의 품질 계수 및 % Pen을 결정하였다. 초기 품질 계수는 "QF<sub>0</sub>"로 나타낸다. 하기 기재된 시스템을 사용하여 샘플 웨브의 양면을 X-선에 노출시켜, 샘플 전체가 균일하게 X-선 방사에 노출되도록 보장하였다. X-선 노출 후에, 필터 매체의 샘플을 다시 시험하여 그의 필터 성능(QF 및 % Pen)을 측정하였다. 모든 샘플의 정전기적 전하가 중화되었음을 나타내는 평탄역 값에 필터 성능이 도달할 때까지 절차를 반복하였다. % 침투율 비(% Pen 비) 또한 기록하였다. 하기 방정식을 사용하여 0분 및 60분에서의 % Pen으로부터 % Pen 비를 계산하였으며, 여기서 In은 자연 로그를 나타낸다:

[0169] 
$$\% \text{ Pen 비} = [\text{In}(\% \text{Pen}_{0 \text{ min}}) / (\text{In}(\% \text{Pen}_{60 \text{ min}}) / 100)] \times 100\%$$

[0170] X-선 노출은, 1.5 mm × 1.5 mm의 초점으로부터 50 cm에서 최대 960 뢰트겐/분의 출력으로, 베릴륨 윈도우(0.75 mm 고유 여과)를 갖는, 100 KV 및 10 mA 정격의 정전위 단부 접지형 발전기(constant potential end grounded generator)로 이루어지는 발토그래프(Baltograph) 100/15 CP(미국 코네티컷주 스탬퍼드 소재의 발투 일렉트릭 코퍼레이션(Balteau Electric Corp.)) X-선 노출 시스템을 사용하여 수행하였다. 전압은 80 KV로 설정하였으며, 상응하는 전류는 8 mA였다. 샘플 홀더를 초점으로부터 57.2 센티미터(22.5 인치)의 대략적인 거리에 설치하여 약 580 뢰트겐/분의 노출을 제공하였다.

[0171]

[표 1]

멜트 블로우 웨브 제조

예	수지	첨가제	첨가제 양(중량%)	평량 (g/m <sup>2</sup> )	고형성 (%)	유효 섬유 직경 (μm)	대전 방법
C1	PP-1	없음	0	57.0	5.6	7.9	1
C2	PP-1	없음	0	57.0	5.6	7.9	1
C3	PP-1	없음	0	57.0	5.6	7.9	2
C4	PP-1	없음	0	57.0	5.6	7.9	3
C5	PP-1	없음	0	57.0	5.6	7.9	3
C6	PP-2	없음	0	56.0	5.6	8.4	3
C7	PP-1	없음	0	58.0	6.4	7.9	1
E1	PP-1	CA-1	0.05	58.6	5.5	7.5	1
E2	PP-1	CA-1	0.10	57.5	5.9	7.6	1
E3	PP-1	CA-1	0.25	55.6	6.0	8.3	1
E4	PP-1	CA-1	0.50	57.0	5.5	8.3	1
E5	PP-1	CA-1	0.50	57.0	5.5	8.3	1
E6	PP-1	CA-1	0.50	57.0	5.5	8.3	3
E7	PP-1	CA-1	1.00	57.0	6.3	8.4	1
E8	PP-1	CA-1	1.00	57.0	6.3	8.4	1
E9	PP-1	CA-1	1.00	57.0	6.3	8.4	3
E10	PP-2	CA-1	0.50	57.0	6.4	10.6	3
E11	PP-2	CA-1	0.12	58.0	5.9	8.8	3
E12	PP-2	CA-1/PMP	0.1/1.0	55.1	6.1	8.4	3
E13	PP-1	CA-1/CA-3	0.1/1.0	55.0	8.1	6.4	1
E14	PP-1	CA-1/CA-3		55.0	8.1	6.4	2
E15	PP-1	CA-1/CA-3	0.2/1.0	54.0	8.0	6.2	1
E16	PP-1	CA-1/CA-3	0.2/1.0	54.0	8.0	6.2	2
E17	PP-1	CA-2	0.10	60.0	7.7	5.9	1
E18	PP-1	CA-1/CA-3	0.2/1.0	54	6.2	8.0	1
E19	PP-1	CA-1/CA-3	0.1/0.5	54	6.6	8.0	1

[0172]

[0173]

[표 2]

멜트-블로우 웨브에 대한 필터 시험 데이터

예	시험 방법	초기 % Pen	초기 ΔP (1/mm H <sub>2</sub> O)	Q <sub>0</sub>	노화 % Pen	노화 ΔP (1/mm H <sub>2</sub> O)	Q <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub> /Q <sub>0</sub>
C1	DOP	29.5	2.2	0.55	44.1	2.0	0.41	0.75
C2	NaCl	13.5	2.3	0.89	24.1	1.9	0.74	0.83
C3	DOP	35.8	2.2	0.49	51.5	1.9	0.36	0.74
C4	DOP	13.0	2.2	0.95	19.4	1.9	0.87	0.92
C5	NaCl	2.3	2.2	1.75	8.2	1.9	1.32	0.75
C6	DOP	7.0	2.0	1.33	15.3	1.8	1.04	0.78
E1	DOP	9.1	3.4	0.70	10.0	2.9	0.79	1.13
E2	DOP	14.5	2.6	0.74	15.4	2.1	0.89	1.20
E3	DOP	16.2	2.2	0.83	15.8	1.9	0.97	1.17
E4	NaCl	4.8	2.4	1.27	5.2	2.2	1.34	1.06
E5	DOP	10.4	2.4	0.94	11.4	2.2	0.99	1.05
E6	NaCl	0.6	2.3	2.22	0.8	2.0	2.38	1.07
E7	NaCl	5.0	2.5	1.20	5.9	2.3	1.23	1.03
E8	DOP	12.6	2.4	0.86	11.9	2.2	0.97	1.12
E9	NaCl	0.7	2.3	2.16	0.9	2.1	2.24	1.04
E10	DOP	9.3	1.4	1.70	9.9	1.2	1.93	1.14
E11	DOP	4.5	1.9	1.63	4.8	1.7	1.79	1.09
E12	DOP	3.2	2.2	1.56	3.9	2.1	1.54	0.99
E13	DOP	15.2	2.4	0.78	16.0	2.0	0.92	1.17
E14	DOP	1.9	2.0	1.98	1.2	1.9	2.33	1.17
E15	DOP	13.8	2.4	0.83	13.8	2.1	0.94	1.14
E16	DOP	2.0	1.9	2.06	1.7	1.8	2.26	1.10
E17	DOP	17.2	2.3	0.77	17.9	2.0	0.86	1.12
E18	DOP	13.8	2.4	0.83	13.8	2.1	0.94	1.14

[0174]

[0175]

[표 3]

X선에 대한 노출 전 및 후의 여과 성능

예	노출 전			노출 후(60 분)			% Pen 비
	초기 % Pen	초기 ΔP (1/mm H <sub>2</sub> O)	Q <sub>0</sub>	초기 % Pen	초기 ΔP (1/mm H <sub>2</sub> O)	Q <sub>0</sub>	
C7 <sup>a</sup>	21.2	3.0	0.52	74.3	3.0	0.10	522
E19 <sup>a</sup>	15.70	2.3	0.81	76.50	2.3	0.11	691

<sup>a</sup> 1 개 필터에 대한 값 표 1의 값은 5 개 이상의 필터에 걸쳐 평균함.

[0176]

[0177]

[표 4]

필름 제조

예	수지	첨가제	첨가제 양 (중량%)	대전 방법
C8	PP-2	없음	0.00	1
E20	PP-2	CA-1	0.10	1
E21	PP-2	CA-4	0.10	1
E22	PP-2	CA-5	0.10	1

[0178]

[0179]

[표 5]

TDSC에 의해 측정된 필름에 대한 전하 밀도

예	Tm (°C)	면적 (pC/mm <sup>2</sup> )
C8	146	0.22 <sup>a</sup>
E20	125	1.20 <sup>b</sup>
E21	150	0.41 <sup>c</sup>
E22	141	0.82 <sup>d</sup>

<sup>a</sup> 90 °C부터 155 °C까지 적분함

<sup>b</sup> 65 °C부터 145 °C까지 적분함

<sup>c</sup> 90 °C부터 156 °C까지 적분함

<sup>d</sup> 65 °C부터 155 °C까지 적분함

[0180]