

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2002年2月28日 (28.02.2002)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 02/16005 A1

- (51) 国際特許分類: B01D 39/14, 39/20 Masashi [JP/JP]. 楚山智彦 (SOYAMA, Toshihiko) [JP/JP]; 〒940-0027 新潟県長岡市西蔵王三丁目五番一号 北越製紙株式会社 研究所内 Niigata (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/06009
- (22) 国際出願日: 2001年7月11日 (11.07.2001) (74) 代理人: 鶴田 将, 外(TOKITA, Susumu et al.); 〒105-0001 東京都港区虎ノ門1-2-12 第二興業ビル8階 鶴田・今下国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): CN, JP, US.
- (30) 優先権データ: 特願2000-249531 2000年8月21日 (21.08.2000) JP (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 北越製紙株式会社 (HOKUETSU PAPER MILLS, LTD.) [JP/JP]; 〒940-0027 新潟県長岡市西蔵王三丁目五番一号 Niigata (JP). 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 佐藤 正 (SATO, 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: FILTER MEDIUM FOR AIR FILTER AND METHOD FOR ITS PRODUCTION

(54) 発明の名称: エアフィルタ用濾材およびその製造方法

(57) Abstract: A filter medium for an air filter, characterized in that it comprises a filter material having a glass fiber as its primary component and an alkyl ketene dimer adhered to the surface of the glass fiber; and a method for producing the filter medium which comprises a step of subjecting a dispersed slurry of a raw material fiber to a wet papermaking to form a wet paper, a step of immersing the wet paper in an aqueous dispersion or solution of the dimer or a liquid mixture of the dimer and a binder resin, or applying or spraying any of the above-mentioned liquids to the wet paper, to thereby allow the dimer to adhere onto the surface of the glass fiber, and a step of drying the resultant wet paper having the dimer adhered thereto. The filter medium exhibits a reduced amount of an out gas generated when it is used with ventilation and also exhibits high water-repellency and satisfactory strength in various applications such as air conditioning of a building and semiconductor manufacturing.

[続葉有]



WO 02/16005 A1



---

(57) 要約:

本発明の目的は、通風使用時に発生するアウトガス量が少なく、かつ、ビル空調用、半導体工場等の用途を問わず、高撥水性と十分な強度を有するエアフィルタ用濾材及びその製造方法を提供することである。本発明のエアフィルタ用濾材は、ガラス繊維を主体とした濾材のガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させたことを特徴とし、その製造方法は、原料繊維の分散スラリーを湿式抄紙して湿紙を形成する工程と、前記ダイマーの分散水溶液或いは前記ダイマーとバインダー樹脂の混合液に湿紙を浸漬するか、これらの液のいずれかを湿紙に塗布又は霧吹きしてガラス繊維表面に前記ダイマーを付着させる工程と、前記ダイマーを付着させた湿紙の乾燥工程を有する。

## 明 細 書

## エアフィルタ用濾材およびその製造方法

## 技術分野

- 5 本発明はエアフィルタ用濾材、特に半導体、液晶、バイオ・食品工業関係のクリーンルーム、クリーンベンチ等あるいはビル空調用エアフィルタ、空気清浄機用途などに使用されるエアフィルタ用濾材に関するものである。

## 10 背景技術

半導体工場等のクリーンルームで使用されるエアフィルタ用濾材には通常必要に応じ、撥水性が付与される。ここで本発明における撥水性とは、MIL-STD-282の測定法で規定されるものである。

- 15 濾材に撥水性を付与する目的としては、濾材をエアフィルタユニットに加工する際に使用するシール剤やホットメルト等のしみ込みを防ぐことや、濾材面に水がかかったり、温度変化により水分が結露したりした場合でも、そのまま濾材を利用できるようにすることなどが挙げられる。また、海塩粒子が多く存在するような環境下においては、捕集された塩分の潮解を防ぐため高撥水性を有する濾材
- 20 が必要とされている。

- MIL規格においては、HEPA濾材の撥水性は508mmH<sub>2</sub>O以上と規定されている。ただし、HEPA濾材全てがこの規格に準拠しているわけではなく、その使用状況により、適切な撥水性が設定される。また、1次側フィルタやビル空調用に使用される中性能濾材について
- 25 では特に撥水性の規定は無いが、前記の理由で撥水性が必要とされる場合があることは言うまでもない。

従来ガラス繊維を主体繊維とするエアフィルタ濾材への撥水性付与の方法としては、シリコン樹脂の使用（特開平2-175997号公報）、あるいはフッ素樹脂とシリコン樹脂の併用（特開平2-41499号公報）

などの方法が提案されている。

一方、近年の半導体製造工程ではLSIの集積度向上に伴い、クリーンルームを構成するエアフィルタやその他構成部材から発生する $\text{ng/m}^3$ オーダーの微量ガス成分（以下アウトガスという）がシリコンウエハーに付着し、半導体製品の歩留を下げ原因となり、大きな問題となっている。ここで問題とされるアウトガスの成分は、シリコンウエハーに付着しやすい極性物質一般であるが、その中でも特に、低分子環状シロキサン類、可塑剤等に使用されるフタル酸エステル化合物、難燃剤等に使用されるリン酸エステル化合物、酸化防止剤等に使用されるフェノール系化合物などが問題視されている。

ところが、シリコン系樹脂で構成される撥水剤、あるいはフッ素系樹脂で構成される撥水剤には、製造時の未反応物、反応副生物、添加物等の低分子量成分に由来する、前記の問題成分が多く含まれており、これらが濾材から通風使用時にアウトガスとして発生するため、その改善が要望されていた。

この問題を解決する手段として、非シリコン系のパラフィンワックス系撥水剤を使用する方法(WO97/04851)が提案されているが、パラフィンワックスはかなり疎水性の強い物質であり、親水性のガラス繊維を湿式抄紙した濾材に付着させようとする場合、濾材上に均一に分布させることが難しく、撥水性を付与させるためにはかなり多くの量が必要となる。また、ここで撥水性の向上を目的に、撥水剤の使用量を多くした場合には、バインダー樹脂のガラス繊維の接着を阻害することによる濾材の強度低下等の問題が発生する。さらに、パラフィンワックス系撥水剤においても炭化水素類がアウトガスとして発生するため、前記問題成分に比べシリコンウエハーへの付着率が低いとはいえ、付着すれば半導体の製品歩留を低下させるため、その量の低減が望まれていた。

## 発明の開示

本発明者らは、シール剤やホットメルト等の濾材へのしみ込みを防ぎ、濾材面に水がかかったり温度変化により水分が結露したりした場合でもそのまま濾材を利用でき、または海塩粒子が多く存在する  
5 ような環境下においても捕集された塩分の潮解を防ぐことができる高撥水性を有する濾材を提供するため、さらには通風使用時に発生するアウトガス量が少なく十分な強度を有する濾材を提供するため鋭意研究を行なった結果、ガラス繊維を主体繊維とした濾材において、ガラス繊維の表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させ  
10 るとにより従来品と比較し極めて特徴的なエアフィルタ用濾材が得られることを見出し、本発明を完成させるに至った。

本発明の課題は、ガラス繊維を主体繊維とする濾材において、ガラス繊維の表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させることで、  
15 通風使用時に発生するアウトガス量が少なく、かつ、ビル空調用、半導体工場等用途を問わず、高い撥水性と十分な強度を有するエアフィルタ用濾材を提供することである。

また本発明の課題は、アルキルケテンダイマーの種類をさらに規定することでアウトガス量をより少なくしたエアフィルタ用濾材を  
20 提供することである。

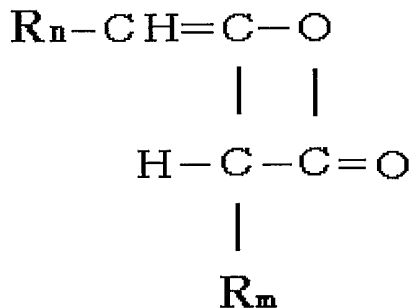
さらに本発明の課題は、上記のエアフィルタ濾材の合理的な製造方法を提供することである。

上記の課題を解決するための解決手段は下記の通りである。すなわち、請求項1記載の発明は、ガラス繊維を主体繊維とした濾材に  
25 において、該ガラス繊維の表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させたことを特徴とするエアフィルタ用濾材である。

請求項2記載の発明は、前記アルキルケテンダイマーは、構造式1における $R_m$ が $C_m H_{2m+1}$  ( $m \geq 14$ )、且つ $R_n$ が $C_n H_{2n+1}$  ( $n \geq 14$ )であることを特徴とする請求項1記載のエアフィルタ

用濾材である。

【構造式 1】



請求項 3 記載の発明は、ガラス繊維を主とする原料繊維を分散させたスラリーを湿式抄紙することによって湿紙を形成させる工程と、アルキルケテンダイマーを分散させた水溶液中又はアルキルケテンダイマーとバインダー樹脂との混合液中に該湿紙を浸漬させるか、あるいはアルキルケテンダイマーを分散させた水溶液又はアルキルケテンダイマーとバインダー樹脂との混合液を該湿紙に対し塗布あるいは霧吹きすることによって、該ガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させる工程と、該ガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させた湿紙を乾燥させる工程を有することを特徴とするエアフィルタ用濾材の製造方法である。

請求項 1 記載の発明によれば、撥水剤として使用する分子量の大きいアルキルケテンダイマーがほとんど揮発性を有さないため、通風時に発生するアウトガス量が極めて少ないエアフィルタ用濾材を提供することができた。さらに分散性のよいアルキルケテンダイマーによって、少量の添加においてもシリコン樹脂やフッ素樹脂と同等もしくはそれ以上の高い撥水性を付与させることができた。

請求項 2 記載の発明によれば、特にアウトガス発生量の低いエアフィルタ用濾材を提供することができた。

請求項 3 記載の発明によれば、ガラス繊維表面にアルキルケテン

ダイマーを均一に付着形成させることができるので、少量のアルキルケテンダイマーの添加でシリコン樹脂やフッ素樹脂と同等もしくはそれ以上の高い撥水性を有し、かつ十分な強度を有するエアフィルタ用濾材の製造方法を提供することができた。

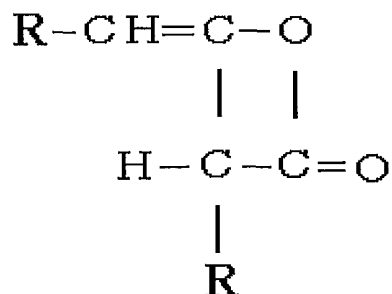
5

発明を実施するための最良の形態

本発明で主体繊維として使用するガラス繊維は、必要とされる濾過性能やその他物性に応じて、種々の繊維径や繊維長を有する極細ガラス繊維やチョップドガラス繊維の中から自由に選ぶことができる。また、半導体工程の汚染を防止する目的で、ローボロンガラス繊維やシリカガラス繊維を使用することもできる。さらに副資材として、天然繊維や有機合成繊維などをガラス繊維中に配合しても差し支えない。

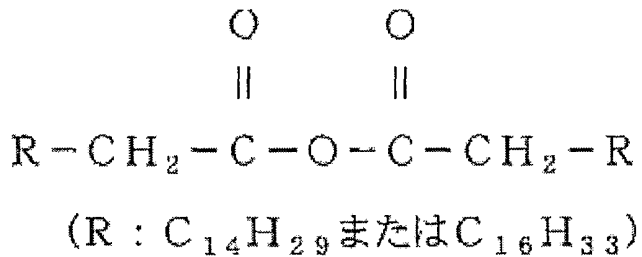
本発明で使用するアルキルケテンダイマーは、木材パルプを主体繊維とする紙において、インキのしみ込みを防止するサイズ剤として広く使用されているものであり、例えば炭素数16のパルミチン酸、あるいは炭素数18のステアリン酸を原料として、酸塩化物を経由して、これら脂肪酸を反応させて二量体のアルキルケテンダイマーとしたものであり、構造式2により表される。

20 【構造式2】



(R : C<sub>14</sub>H<sub>29</sub> または C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>)

## 【構造式 3】

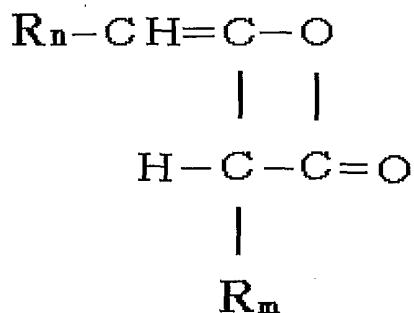


このようにして得られたアルキルケテンダイマーの分子量は少なくとも 476 以上となり、また副生成物として数%存在する構造式 5 3 で表される酸無水物は分子量 494 以上となる。これらの成分はともに高分子量であるため、アウトガスとして発生する可能性はきわめて低い。

また本発明に係るアルキルケテンダイマーは、構造式 2 の R で表記した部分が、 $\text{C}_{18}\text{H}_{37}$  または  $\text{C}_{20}\text{H}_{41}$  である構造のものも含む。  
10 なお、この場合の副生成物は、構造式 3 において R が  $\text{C}_{18}\text{H}_{37}$  または  $\text{C}_{20}\text{H}_{41}$  である構造のものとなる。

本発明に係るアルキルケテンダイマーは、構造式 4 を用いて一般式として表記することができる。

## 【構造式 4】



構造式 2 を用いて例示したアルキルケテンダイマーは、構造式 4  
において、 $m$ 、 $n = 14$  または  $16$  の場合ということが言え、構造  
式 2 の R で表記した部分が、 $C_{18}H_{37}$  または  $C_{20}H_{41}$  である構造  
のアルキルケテンダイマーは、構造式 4 において  $m$ 、 $n = 18$  また  
5 は  $20$  の場合ということが言える。

本発明に係るアルキルケテンダイマーは、 $m$  及び  $n$  がいずれの正  
整数の場合も含む。但し、 $m$  及び  $n$  がそれぞれ  $14$  以上の正整数で  
あることが好ましい。 $m$  及び  $n$  がそれぞれ  $14$  以上の  $R_m$  と  $R_n$  を有  
するアルキルケテンダイマーは、分子量が大きく、アウトガス発生  
10 量をより低くすることが出来るからである。一方、 $m$  及び  $n$  の上限  
については特に制限はない。但し、アルキルケテンダイマーの製造  
コストの観点から、 $m$  及び  $n$  が  $22$  以下であることが現実的である。  
勿論、 $m$  及び  $n$  が  $22$  より大きくなれば分子量がさらに大きくなり、  
アウトガス発生量をより低くすることが可能である。

15 アルキルケテンダイマーがサイズ効果を発現する機構としては、  
アルキルケテンダイマーがパルプ繊維を構成するセルロースの水酸  
基に共有結合的に反応することにより定着するものと考えられてい  
る。ところが、アルキルケテンダイマーをガラス繊維に付与させる  
場合には、ガラス表面での共有結合的な反応は起こりにくいものと  
20 考えられる。むしろこの場合においては、アルキルケテンダイマー  
が通常の疎水性物質と比較した場合かなり親水性であるために、湿  
式抄紙した親水性のガラス繊維表面に凝集することなく、均一に分  
布させることが可能であり、そのため、少量の添加においても高い  
撥水性を付与させることができるものと考えられる。

25 従来、アルキルケテンダイマーが、紙のサイズ性発現の目的以外  
に使用されている例はほとんどないが、前記アルキルケテンダイマ  
ーとガラス繊維の吸着機構を利用することにより、ガラス繊維濾材  
に高い撥水性を付与できた。これまで、ガラス繊維濾材への撥水性  
付与のために、シリコン樹脂またはフッ素樹脂が広く用いられてき

た理由として、それら樹脂の化学構造に由来する撥水性能の高さが挙げられるが、本発明によれば、炭化水素類でも基材の表面に均一に分布させることにより、シリコン樹脂やフッ素樹脂と同等もしくはそれ以上の撥水性を付与させることが可能である。

- 5 次に本発明のエアフィルタ用濾材の製造方法について説明する。まず、湿紙を形成させる工程について説明する。スラリーは、ガラス繊維を主とする原料繊維を水中にパルパー等を用いて分散させて形成させる。ここで、ガラス繊維の分散性を向上するために硫酸や塩酸を添加しpHを2～4程度に調製する、あるいは、中性条件下に
- 10 おいては分散剤を添加することが好ましい。このスラリーを抄紙機において抄紙し、湿紙を形成させる。

- 次にガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させる工程について説明する。アルキルケテンダイマーおよびバインダー樹脂の付与の方法としては、スラリー中にあらかじめ添加する方法、
- 15 あるいは湿紙を形成後の乾燥前または乾燥後にアルキルケテンダイマーおよびバインダー樹脂を付着させる方法が使用できるが、使用量を低減し、効率よく撥水性や強度を発現させるためには、湿紙形成後に付着させる方法が好ましい。特に好ましい方法としては、アルキルケテンダイマーとバインダー樹脂の混合液を湿紙に対して浸
- 20 漬し付与する方法、あるいは湿紙に対して塗布や霧吹きすることにより付与する方法が挙げられる。これらの付与の際には、アルキルケテンダイマーとバインダー樹脂を別の工程で付与する方法と、アルキルケテンダイマーとバインダー樹脂を混合し同時に付与する方法があるが、どちらの方法を用いても構わない。

- 25 強度を持たせるためにアルキルケテンダイマーとともに付与するバインダー樹脂としては、アクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂等が挙げられる。

バインダー樹脂に対するアルキルケテンダイマーの紙中での比率は、固形分重量比で100/1～100/30とするのが好ましい。

アルキルケテンダイマーの量がバインダー樹脂に対して100/1よりも少ないと十分な撥水性が得られず、また、100/30よりも多いとバインダー樹脂による繊維の接着を阻害し、強度低下を引き起こす。

- 5      なお、バインダー樹脂を添加せずガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーのみを付着させて濾材を形成させた場合においても、特に濾材強度が要求されない限りにおいては使用に耐え得る。このときアルキルケテンダイマーのみの付与の方法としては、上記と同様にスラリー中にあらかじめ添加する方法、あるいは湿紙を形成後の
- 10   乾燥前または乾燥後にアルキルケテンダイマーを付着させる方法が使用できる。使用量を低減し、効率よく撥水性を発現させるためには、湿紙形成後に付着させる方法が好ましい。特に好ましい方法としては、アルキルケテンダイマーの水分散液を湿紙に対して浸漬し付与する方法、あるいは湿紙に対して塗布や霧吹きすることにより
- 15   付与する方法が挙げられる。

次に、湿紙を乾燥させる工程について説明する。以上の工程を経た後、熱風乾燥機やロータリードライヤー等を用いシートを乾燥させ、濾材を得る。ここで、十分な撥水性発現のためには、乾燥温度を110℃以上とすることが望ましい。

20      [実施例]

実施例および比較例により本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。

(実施例1)

- 25   平均繊維径0.65 $\mu\text{m}$ の極細ガラス繊維60重量%、平均繊維径2.70 $\mu\text{m}$ の極細ガラス繊維35重量%、平均繊維径6 $\mu\text{m}$ のチョップドガラス繊維5重量%を、濃度0.5%、硫酸酸性pH2.5でパルパーで離解した。次いで手抄筒を用いて抄紙して湿紙を得た。次に、バインダー液組成が、アクリル系ラテックス(商品名:ボンコートAN-155, 製造元:大日本インキ化学工業(株))

とアルキルケテンダイマー（商品名：AS263、製造元：日本PMC（株）、構造式4において $m, n = 14$ または $16$ ）を固形分重量比 $100/10$ となるように混合したバインダー液を湿紙に付与し、その後 $130^{\circ}\text{C}$ のドライヤーで乾燥し、目付重量 $70\text{ g/m}^2$ 、バインダー組成物固形分付着量 $5.5$ 重量%のHEPA濾材を得た。（実施例2）

平均繊維径 $0.65\text{ }\mu\text{m}$ の極細ガラス繊維 $25$ 重量%、平均繊維径 $2.70\text{ }\mu\text{m}$ の極細ガラス繊維 $55$ 重量%、平均繊維径 $6\text{ }\mu\text{m}$ のチョップドガラス繊維 $20$ 重量%を、実施例1と同様に抄紙し、以下同様にして、実施例1と同じバインダー液を付与、乾燥し、目付重量 $70\text{ g/m}^2$ 、バインダー組成物固形分付着量 $5.3$ 重量%の中性能濾材を得た。

（実施例3）

バインダー液組成が、アクリル系ラテックス（商品名：ボンコートAN-155、製造元：大日本インキ化学工業（株））と高分子量タイプのアルキルケテンダイマー（合成品、製造元：日本PMC（株）、構造式4において $m, n = 18$ または $20$ ）を固形分重量比 $100/10$ となるように混合したバインダー液を用いて、その他は実施例1と同様にして、目付重量 $70\text{ g/m}^2$ 、バインダー組成物固形分付着量 $5.6$ 重量%のHEPA濾材を得た。

（実施例4）

バインダー液組成が実施例3と同様のものを付与した以外は実施例2と同様にして、目付重量 $70\text{ g/m}^2$ 、バインダー組成物固形分付着量 $5.4$ 重量%の中性能濾材を得た。

25 （比較例1）

バインダー液組成が、アクリル系ラテックス（商品名：ボンコートAN-155、製造元：大日本インキ化学工業（株））とパラフィンワックス系撥水剤（商品名：ペトロックスP-200、製造元：明成化学工業（株））を固形分重量比 $100/10$ となるように混

合したバインダー液を用いて、その他は実施例1と同様にして、目付重量70g/m<sup>2</sup>、バインダー組成物固形分付着量5.5重量%のHEPA濾材を得た。

(比較例2)

- 5 バインダー液組成が、アクリル系ラテックス(商品名:ボンコートAN-155, 製造元:大日本インキ化学工業(株))とパラフィンワックス系撥水剤(商品名:ペトロックスP-200, 製造元:明成化学工業(株))を固形分重量比100/50となるように混合したバインダー液を用いて、その他は実施例1と同様にして、目付重量70g/m<sup>2</sup>、バインダー組成物固形分付着量5.6重量%のHEPA濾材を得た。

(比較例3)

- 15 バインダー液組成が、アクリル系ラテックス(商品名:ボンコートAN-155, 製造元:大日本インキ化学工業(株))とシリコン系撥水剤(商品名:SM7025, 製造元:東レダウコーニングシリコン(株))を固形分重量比100/10となるように混合したバインダー液を用いて、その他は実施例1と同様にして、目付重量70g/m<sup>2</sup>、バインダー組成物固形分付着量5.4重量%のHEPA濾材を得た。

- 20 (比較例4)

- 25 バインダー液組成が、アクリル系ラテックス(商品名:ボンコートAN-155, 製造元:大日本インキ化学工業(株))とフッ素系撥水剤(商品名:ライトガードFRG-1, 製造元:共栄社化学(株))を固形分重量比100/10となるように混合したバインダー液を用いて、その他は実施例1と同様にして、目付重量70g/m<sup>2</sup>、バインダー組成物固形分付着量5.5重量%のHEPA濾材を得た。

(比較例5)

バインダー液組成が、アクリル系ラテックス(商品名:ボンコー

トAN-155, 製造元:大日本インキ化学工業(株))とパラフィンワックス系撥水剤(商品名:ペトロックスP-200, 製造元:明成化学工業(株))を固形分重量比100/10となるように混合したバインダー液を用いて、その他は実施例2と同様にして、目付重量70g/m<sup>2</sup>、バインダー組成物固形分付着量5.5重量%の中性能濾材を得た。

実施例および比較例の分析は下記の方法で行った。

撥水性は、MIL-STD-282に準拠して測定した。

引張強度は、JIS P8113に準拠して測定した。

10 層間剥離強度は、J.TAPPI紙パルプ試験方法No.18に準拠して測定した。

圧力損失は、有効面積100cm<sup>2</sup>の濾紙に面風速5.3cm/秒で通過させた時の差圧を、マンメーターを用いて測定した。

15 DOP捕集効率は、ラスキンノズルで発生させた多分散DOP粒子を含む空気を、有効面積100cm<sup>2</sup>の濾紙に面風速5.3cm/秒で通過させた時のDOP捕集効率を、レーザーパーティクルカウンターを用いて測定した。なお、対象粒径は0.3~0.4μmとした。

20 アウトガス発生量は、試料約1gを不活性ガス気流中で、80℃×1時間加熱し、試料から発生したアウトガスを吸着剤で捕集濃縮した後、GC-MSで測定した。この時のアウトガス発生量をトルエン検量線によって相対的に評価した。

実施例1と実施例3および比較例1~4のHEPA濾材での評価結果は、表1の通りとなった。

以下余白

【表 1】

	実施例 1	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
撥水剤	アルキ ルケテ ンダイ マー (構造 式 4 に おいて m、n = 1 4 または 1 6)	アルキ ルケテ ンダイ マー (構造 式 4 に おいて m、n = 1 8 または 2 0)	パラフ インワ ックス	パラフ インワ ックス	シリコ ン樹脂	フッ素 樹脂
アクリル ／撥水剤 固形分重 量比	1 0 0 ／1 0	1 0 0 ／1 0	1 0 0 ／1 0	1 0 0 ／5 0	1 0 0 ／1 0	1 0 0 ／1 0
撥水性 (mm 水柱 高)	700	670	70	520	540	620
引張強度 (kN/m)	1.00	0.94	0.88	0.60	0.82	0.90
層間剥離 強度 (kPa)	22.6	22.5	20.4	9.6	17.2	18.8
圧力損失 (Pa)	280	272	276	278	279	278
0.3 ~ 0.4 $\mu$ m DOP 捕 集効率 (%)	99.9936	99.9927	99.9934	99.9958	99.9948	99.9952
アウトガ ス発生量 (ng/g)	600	270	1800	8400	20200	28000

パラフィンワックス系撥水剤を添加した比較例 1 においては、アルキルケテンダイマーを添加した実施例 1 又は実施例 3 に比べ、撥

水剤の使用量が同一であるにもかかわらず、撥水性が非常に低い。

5     パラフィンワックス系撥水剤の添加量を5倍増量した比較例2においては、実施例1又は実施例3にはおよばないものの撥水性の向上がみられている。しかし、アクリルラテックスのバインダー効果を阻害するため引張強度と層間剥離強度が大きく低下している。このような強度物性の低下が起こると、通風時の破れやプリーツ加工時の層間剥離を引き起こす原因となる。また添加量を増量したためにパラフィンワックスからのアウトガス量も増加している。

10    シリコン系撥水剤を添加した比較例3、およびフッ素系撥水剤を添加した比較例4においては、ともに物性面においては十分な濾材性能が得られたが、撥水剤から発生するアウトガス量が非常に多く、半導体工程のクリーンルーム用途では、製品歩留りを低下させる原因となる可能性がある。

15    実施例1及び3は、撥水性が高く、引張強度や層間剥離強度が強く、圧力損失やDOP捕集効率によって示されるフィルタ特性も性能が良い。さらに、アウトガス発生量は、各比較例と比較すると低い。特に高分子量タイプのアルキルケテンダイマー（構造式4においてm、n=18または20）を用いた実施例3は、アウトガス発生量が非常に低い。

20    実施例2と実施例4および比較例5の中性能濾材での評価結果は、表2の通りとなった。

以下余白

【表 2】

	実施例 2	実施例 4	比較例 5
撥水剤	アルキルケテンダイマー(構造式 4 において m、n = 14 または 16)	アルキルケテンダイマー(構造式 4 において m、n = 18 または 20)	パラフィンワックス
アクリル ／撥水剤 固形分重量比	100 ／10	100 ／10	100 ／10
撥水性 (mm 水柱高)	580	560	40
引張強度 (kN/m)	0.88	0.93	0.80
層間剥離強度 (kPa)	15.2	14.9	14.0
圧力損失 (Pa)	83.0	82.3	82.2
0.3 ~ 0.4 $\mu$ m DOP 捕集効率 (%)	94.32	94.38	94.50
アウトガス発生量 (ng/g)	620	250	1600

中性能濾材においても H E P A 濾材の場合と同様の結果であり、アルキルケテンダイマーを添加した実施例 2 及び 4 においては、同  
 5 一量のパラフィンワックス系撥水剤を添加した比較例 5 に比べ、非常に高い撥水性を示した。さらに実施例 2 及び 4 は、引張強度や層間剥離強度が強く、圧力損失や D O P 捕集効率によって示されるフィルタ特性も性能が良い。さらに、アウトガス発生量は、比較例 5  
 10 と比較すると低い。特に高分子量タイプのアクリルケテンダイマー(構造式 4 において m、n = 18 または 20)を用いた実施例 4 は、アウトガス発生量が非常に低い。

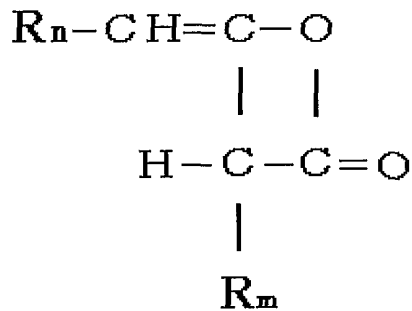
## 請 求 の 範 囲

1. ガラス繊維を主体繊維とした濾材において、該ガラス繊維の表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させたことを特徴とするエアフィルタ用濾材。

5

2. 前記アルキルケテンダイマーは、構造式 1 における  $R_m$  が  $C_m H_{2m+1}$  ( $m \geq 14$ )、且つ  $R_n$  が  $C_n H_{2n+1}$  ( $n \geq 14$ ) であることを特徴とする請求項 1 記載のエアフィルタ用濾材。

【構造式 1】



10

3. ガラス繊維を主とする原料繊維を分散させたスラリーを湿式抄紙することによって湿紙を形成させる工程と、アルキルケテンダイマーを分散させた水溶液中又はアルキルケテンダイマーとバインダー樹脂との混合液中に該湿紙を浸漬させるか、あるいはアルキルケテンダイマーを分散させた水溶液又はアルキルケテンダイマーとバインダー樹脂との混合液を該湿紙に対し塗布あるいは霧吹きすることによって、該ガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させる工程と、該ガラス繊維表面にアルキルケテンダイマーを付着形成させた湿紙を乾燥させる工程を有することを特徴とするエア

15

20

フィルタ用濾材の製造方法。

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No. PCT/JP01/06009
---

<p>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl<sup>7</sup> B01D39/14, B01D39/20</p> <p>According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC</p>																
<p>B. FIELDS SEARCHED</p> <p>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl<sup>7</sup> B01D39/14, B01D39/20</p> <p>Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001</p> <p>Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) WPI (DIALOG)</p>																
<p>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>JP 47-43266 B1 (Asahi Fiber Glass Co., Ltd.), 01 November, 1972 (01.11.72), Claims; column 3, line 17 to column 4, line 19 (Family: none)</td> <td>1~3</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 7-328355 A (Nippon Sheet Glass Company, Limited), 19 December, 1995 (19.12.95), Claims; Par. Nos. [0006] to [0012] (Family: none)</td> <td>1~3</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 9-225226 A (Hokuetsu Paper Mills Ltd.), 02 September, 1997 (02.09.97), Claims; Par. Nos. [0008] to [0017] (Family: none)</td> <td>1~3</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 6-30868 A (Nippon Shigyo K.K.), 08 February, 1994 (08.02.94), Claims; Par. Nos. [0006] to [0008] (Family: none)</td> <td>1~3</td> </tr> </tbody> </table>		Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	Y	JP 47-43266 B1 (Asahi Fiber Glass Co., Ltd.), 01 November, 1972 (01.11.72), Claims; column 3, line 17 to column 4, line 19 (Family: none)	1~3	Y	JP 7-328355 A (Nippon Sheet Glass Company, Limited), 19 December, 1995 (19.12.95), Claims; Par. Nos. [0006] to [0012] (Family: none)	1~3	Y	JP 9-225226 A (Hokuetsu Paper Mills Ltd.), 02 September, 1997 (02.09.97), Claims; Par. Nos. [0008] to [0017] (Family: none)	1~3	Y	JP 6-30868 A (Nippon Shigyo K.K.), 08 February, 1994 (08.02.94), Claims; Par. Nos. [0006] to [0008] (Family: none)	1~3
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.														
Y	JP 47-43266 B1 (Asahi Fiber Glass Co., Ltd.), 01 November, 1972 (01.11.72), Claims; column 3, line 17 to column 4, line 19 (Family: none)	1~3														
Y	JP 7-328355 A (Nippon Sheet Glass Company, Limited), 19 December, 1995 (19.12.95), Claims; Par. Nos. [0006] to [0012] (Family: none)	1~3														
Y	JP 9-225226 A (Hokuetsu Paper Mills Ltd.), 02 September, 1997 (02.09.97), Claims; Par. Nos. [0008] to [0017] (Family: none)	1~3														
Y	JP 6-30868 A (Nippon Shigyo K.K.), 08 February, 1994 (08.02.94), Claims; Par. Nos. [0006] to [0008] (Family: none)	1~3														
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.																
<table border="0"> <tr> <td>* Special categories of cited documents:</td> <td>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</td> </tr> <tr> <td>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</td> <td>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</td> </tr> <tr> <td>"E" earlier document but published on or after the international filing date</td> <td>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</td> </tr> <tr> <td>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</td> <td>"&amp;" document member of the same patent family</td> </tr> <tr> <td>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</td> <td></td> </tr> <tr> <td>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</td> <td></td> </tr> </table>		* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention	"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone	"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art	"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family	"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed				
* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention															
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone															
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art															
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family															
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means																
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed																
<p>Date of the actual completion of the international search 04 October, 2001 (04.10.01)</p>	<p>Date of mailing of the international search report 16 October, 2001 (16.10.01)</p>															
<p>Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office</p> <p>Facsimile No.</p>	<p>Authorized officer</p> <p>Telephone No.</p>															

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))	
Int. Cl <sup>7</sup> B01D39/14, B01D39/20	
B. 調査を行った分野	
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))	
Int. Cl <sup>7</sup> B01D39/14, B01D39/20	
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの	
日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2001年
日本国登録実用新案公報	1994-2001年
日本国実用新案登録公報	1996-2001年
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)	
WPI (DIALOG)	
C. 関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示
Y	JP 47-43266 B1 (旭ファイバーグラス株式会社) 1. 11月. 1972 (01. 11. 72) 特許請求の範囲, 第3 欄第17行~第4欄第19行 (ファミリーなし)
Y	JP 7-328355 A (日本板硝子株式会社) 19. 12 月. 1995 (19. 12. 95) 【特許請求の範囲】, 段落【0 006】~【0012】 (ファミリーなし)
Y	JP 9-225226 A (北越製紙株式会社) 2. 9月. 19 97 (02. 09. 97) 【特許請求の範囲】, 段落【0008】
	関連する 請求の範囲の番号
	1~3
	1~3
	1~3
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列举されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。	
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
04. 10. 01	16.10.01
国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官 (権限のある職員)
日本国特許庁 (ISA/JP)	新居田 知生
郵便番号100-8915	4Q 8618
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101 内線 6424

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	～【0017】 (ファミリーなし)  JP 6-30868 A (日本紙業株式会社) 8. 2月. 1994 (08. 02. 94) 【特許請求の範囲】, 段落【0006】～【0008】 (ファミリーなし)	1～3