



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102439209 B

(45) 授权公告日 2014. 10. 29

(21) 申请号 201080021244. 8

D01F 1/09 (2006. 01)

(22) 申请日 2010. 03. 30

B01D 39/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

61/166, 411 2009. 04. 03 US

(56) 对比文件

CN 1272894 A, 2000. 11. 08,

US 6406657 B1, 2002. 06. 18,

US 6123752 A, 2000. 09. 26,

CN 101137423 A, 2008. 03. 05,

EP 1230453 B1, 2002. 08. 14,

EP 1244837 B1, 2002. 10. 02,

US 5976208 A, 1999. 11. 02,

CN 1092484 A, 1994. 09. 21,

EP 1229988 B1, 2002. 08. 14,

EP 1403418 A1, 2006. 01. 25,

CN 101374583 A, 2009. 02. 25,

CN 101171066 A, 2008. 04. 30,

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2011. 11. 15

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2010/029157 2010. 03. 30

(87) PCT国际申请的公布数据

W02010/114820 EN 2010. 10. 07

(73) 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 李福明 约翰·M·塞巴斯蒂安

马尔文·E·琼斯

约翰·M·布兰德纳

戴维·A·奥尔森 贾斯廷·L·基奥

审查员 李颖

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 丁业平 金小芳

(51) Int. Cl.

D04H 3/007 (2012. 01)

D04H 3/14 (2012. 01)

权利要求书3页 说明书16页

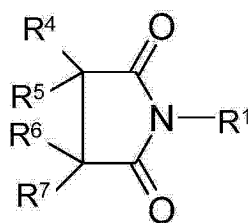
(54) 发明名称

包括驻极体料片在内的烯属料片的加工助剂

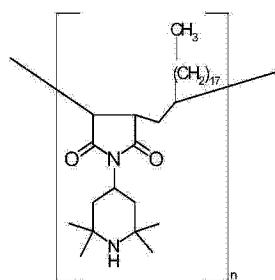
(57) 摘要

本发明公开了一种制造聚合物料片的方法, 所述方法包括热熔融混合热塑性树脂和加工助剂。所述加工助剂包含受阻胺N-取代的琥珀酰亚胺低聚物。由所述共混物制造的所述料片可以为薄膜或非织造纤维料片的形式。非织造微纤维料片可用作过滤介质。驻极体料片是所制造的聚合物料片中的一种。所述加工助剂也可用作所述驻极体料片的电荷加强添加剂。

1. 一种制造料片的方法,所述方法包括:
制备共混物,其包含:
热塑性树脂;和
加工助剂,所述加工助剂包含受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物;
热熔融混合所述共混物,其中所述加工助剂和所述热塑性树脂的所述共混物的熔融粘度低于不含所述加工助剂的所述热塑性树脂的熔融粘度;以及
由所述热熔融的共混物形成料片。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中形成料片包括形成非织造纤维料片。
3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中形成料片包括熔喷所述热熔融的共混物而形成微纤维料片。
4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述加工助剂包括含有由下式表示的重复单元的材料:



- 其中基团 R¹ 包含受阻胺基团;
- 基团 R⁴ 和 R⁷ 独立地包含连接至另一个琥珀酰亚胺环或烷基端基的亚烷基或取代的亚烷基连接基团;
- 基团 R⁵ 和 R⁶ 独立地包含氢原子、烷基、烯基、炔基、芳基、杂烷基、取代的烷基或取代的芳基,其中所述材料包含最多 100 个重复单元。
5. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述加工助剂包括由下式表示的材料:



- 其中 n 为 5 至 7 的值。
6. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述热塑性树脂包含聚烯烃。
 7. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述加工助剂占所述共混物的 0.1-5.0 重量 %。
 8. 根据权利要求 1 所述的方法,其中在 250℃或更高的温度下,所述共混物的熔融粘度低于不含所述加工助剂的所述热塑性树脂的熔融粘度。
 9. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述热塑性树脂包含聚丙烯,并且在 290℃或更高的温度下,所述共混物的熔融粘度低于不含所述加工助剂的所述热塑性树脂的熔融粘度。
 10. 一种制造驻极体料片的方法,所述方法包括:
制备共混物,其包含:

热塑性树脂 ;和

加工助剂,所述加工助剂包含受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物 ;

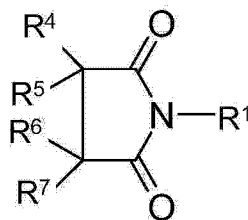
热熔融混合所述共混物 ;

由所述热熔融的共混物形成料片 ;以及

对所述料片进行静电充电。

11. 根据权利要求 10 所述的方法,其中形成料片包括熔喷所述热熔融的共混物而形成微纤维料片。

12. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述加工助剂包括由下式表示的材料 :

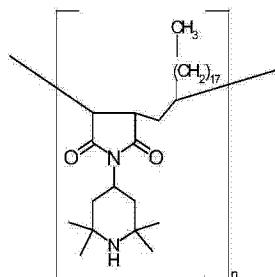


其中基团 R^1 包含受阻胺基团 ;

基团 R^4 和 R^7 独立地包含连接至另一个琥珀酰亚胺环或烷基端基的亚烷基或取代的亚烷基连接基团 ;

基团 R^5 和 R^6 独立地包含氢原子、烷基、烯基、炔基、芳基、杂烷基、取代的烷基或取代的芳基,其中所述材料包含最多 100 个重复单元。

13. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述加工助剂包括由下式表示的材料 :



其中 n 为 5 至 7 的值。

14. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述热塑性树脂包含聚烯烃。

15. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述热塑性树脂包含 :

聚乙烯,基于聚丙烯的聚合物 ;聚环烯烃 ;聚 (4- 甲基 -1- 戊烯) ;丙烯和 4- 甲基 -1- 戊烯的共聚物 ;或它们的混合物。

16. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述加工助剂占所述共混物的 0.1-5.0 重量 %。

17. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述料片的静电充电包括摩擦充电、直流电晕处理、水充电,或它们的组合。

18. 根据权利要求 10 所述的方法,以 QF 为衡量指标,其中带电的所述料片的过滤性能比不使用所述加工助剂制造出的料片的性能更好。

19. 根据权利要求 10 所述的方法,以 QF 为衡量指标,其中所述料片带有的静电电荷足以在 6.9 厘米 / 秒的面速度下表现出 $0.3 (\text{毫米水柱})^{-1}$ 或更高的过滤性能。

20. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所形成的驻极体料片包括过滤介质,所述过滤介质包括 :

呼吸器过滤器、室内通风系统过滤器、车辆通风系统过滤器、空调过滤器、熔炉过滤器、室内空气净化过滤器、真空吸尘器过滤器或计算机磁盘驱动器过滤器。

21. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述热塑性树脂包含聚丙烯,并且在 290℃的温度下,所述共混物的熔融粘度低于不含所述加工助剂的所述热塑性树脂的熔融粘度。

22. 一种驻极体过滤介质,所述驻极体过滤介质包含:

非织造微纤维料片,其包含以下组分的共混物:

热塑性树脂;和

电荷加强添加剂,所述电荷加强添加剂包含受阻胺 N-取代的琥珀酰亚胺低聚物。

23. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述非织造微纤维料片包含聚烯烃。

24. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述非织造微纤维料片包含:

聚丙烯;聚(4-甲基-1-戊烯);丙烯和 4-甲基-1-戊烯的共聚物;

或它们的混合物。

25. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述含有受阻胺 N-取代的琥珀酰亚胺低聚物的电荷加强添加剂占所述料片的 0.1-5.0 重量%。

26. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述料片包含电荷,其中所述电荷是通过摩擦充电、水充电、直流电晕处理或它们的组合而赋予的。

27. 根据权利要求 26 所述的驻极体过滤介质,以 QF 为衡量指标,其中所述料片所带的静电电荷足以在 6.9 厘米/秒的面速度下表现出 $0.3(\text{毫米水柱})^{-1}$ 或更高的过滤性能。

28. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述过滤介质包括:

呼吸器过滤器、室内通风系统过滤器、车辆通风系统过滤器、空调过滤器、熔炉过滤器、室内空气净化过滤器、真空吸尘器过滤器或计算机磁盘驱动器过滤器。

29. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述过滤介质与呼吸器组件的组合体是经设计供单人使用的呼吸装置的组成元件。

30. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述过滤介质在根据 X 射线放电测试进行测试时,在 6.9 厘米/秒的面速度下的渗透率百分比至少为 300%。

31. 根据权利要求 22 所述的驻极体过滤介质,其中所述过滤介质在根据 X 射线放电测试进行测试时,在 6.9 厘米/秒的面速度下具有至少为 $0.3(\text{毫米水柱})^{-1}$ 的初始品质因数,在暴露于 X 射线 60 分钟后,品质因数低于所述初始品质因数的 50%。

包括驻极体料片在内的烯属料片的加工助剂

技术领域

[0001] 本公开涉及用于制备料片的加工助剂及其制造和使用方法,所述料片包括诸如非织造热塑性微纤维料片在内的非织造纤维料片,包括含有电荷加强添加剂的驻极体料片。

背景技术

[0002] 有多种加工方法可用于加工聚合物材料,尤其是烯属聚合物材料,以便制造制品。这些加工方法中有许多方法涉及使用加热、压力或它们的组合。所使用的加工方法的例子包括例如热熔融挤出和注模。聚合物料片就是采用热熔融挤出技术制造的一种制品。可用的聚合物料片的例子包括膜和非织造纤维料片。此类聚合物料片的用途之一就是驻极体制品。

[0003] 驻极体是显示具有准永久性电荷的电介质材料。驻极体可用于多种器件,包括(例如)粘性薄膜、空气过滤器、过滤面罩和呼吸器,并且可用作诸如麦克风、耳机和静电录音机的电声器件中的静电元件。

[0004] 可以通过将电荷赋予纤维以形成驻极体材料而改善用于气溶胶过滤的微纤维料片的性能。具体地讲,驻极体在提高气溶胶过滤器的颗粒捕集能力方面是有效的。已知有在微纤维料片中形成驻极体材料的多种方法。此类方法包括(例如)当熔喷纤维从模孔流出并形成时用带电荷粒子(例如电子或离子)对其进行轰击。其他方法包括(例如)在料片形成后使用直流电晕放电使纤维带电,或者使用梳理法和/或行针法(摩擦起电)使纤维带静电。最近描述了一种水射流或水滴流以一定压力冲击非织造料片,使得足够提供促进过滤的驻极体电荷的方法。

发明内容

[0005] 在本公开中,提供了制造聚合物料片的方法。本发明所公开的聚合物料片包括驻极体料片。

[0006] 在一些实施例中,制造料片的方法已公开,所述方法包括:制备包含热塑性树脂和加工助剂的共混物,所述加工助剂包含受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物;热熔融混合该共混物,其中加工助剂和热塑性树脂的共混物的熔融粘度低于不含加工助剂的热塑性树脂的熔融粘度;以及由热熔融的共混物形成料片。

[0007] 在一些实施例中,聚合物料片是驻极体料片,并且所述方法包括:制备包含热塑性树脂和加工助剂的共混物,所述加工助剂包含受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物;热熔融混合该共混物;由热熔融的共混物形成料片;以及使料片带上静电荷。

[0008] 本发明还公开了驻极体过滤介质,该驻极体过滤介质包括非织造微纤维料片,该非织造微纤维料片含有热塑性树脂和电荷加强添加剂的共混物,该电荷加强添加剂包括受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物。

具体实施方式

[0009] 本发明公开了聚合物料片的制备方法,所述聚合物料片为热塑性树脂和加工助剂的共混物。热塑性树脂通常为多烯属材料。加工助剂使得料片更易形成。加工助剂是受阻胺 N- 取代的琥珀酰亚胺低聚物。当使用加工助剂来制备驻极体料片时,加工助剂也能使料片表现出比单独使用热塑性树脂制得的料片有所增强的性质。因此,加工助剂不仅有助于热塑性树脂的加工,而且还能在所形成的驻极体料片中作为电荷加强添加剂。

[0010] 聚合物料片可具有多种形式。例如,该料片可以为连续或不连续的膜、或纤维料片。纤维料片对于形成诸如过滤介质之类的驻极体制品特别有用。在一些实施例中,该料片为非织造微纤维料片。微纤维的有效直径(如果是采用诸如扫描电子显微镜检查法来测量,则为平均直径)通常为 1 至 100 微米,或者更通常为 2 至 30 微米,并且微纤维不需要圆形截面。

[0011] 术语“一个(种)”和“该”与“至少一个(种)”可替换使用,意指一个(种)或多个(种)所描述的要素。

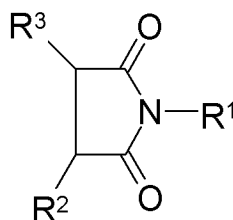
[0012] 术语驻极体是指具有准永久性电荷的材料。

[0013] 本文使用的术语“低聚物”是指具有较少重复单元的化合物。这是与至少原则上包含无限重复单元的聚合物对比。一般来讲,低聚物包含 1 至 100 个重复单元。

[0014] 术语“受阻胺”是指受取代基团空间位阻的胺基。例如美国专利 No. 3,925,376(Chalmers 等人)已描述了受阻胺的例子。

[0015] 术语“琥珀酰亚胺”是指具有式 1 的通式结构的杂环亚胺:

[0016]



式 1

[0017] 其中 R¹、R² 和 R³ 均为氢原子。术语“N- 取代的琥珀酰亚胺”是指式 1 中的分子,其中 R¹ 为除氢以外的基团。

[0018] 用于论述聚合物时,本文使用的术语“聚烯烃”和“多烯属”是指由烯烃或链烯烃单体制成的聚合物。聚烯烃聚合物包括基于聚丙烯的聚合物、聚乙烯、聚(4- 甲基-1- 戊烯)、聚环烯烃等。

[0019] 当用于论述聚合物时,本文使用的术语“基于丙烯”和“基于聚丙烯”包括聚丙烯均聚物和含丙烯的共聚物,其中丙烯为主要组分。

[0020] 术语“烷基”指为烷基基的一价基团,所述烷基是饱和烃。所述烷基可以是直链的、支链的、环状的或它们的组合,通常具有 1 至 20 个碳原子。在一些实施例中,所述烷基基团包含 1 至 18 个、1 至 12 个、1 至 10 个、1 至 8 个、1 至 6 个或 1 至 4 个碳原子。烷基的例子包括(但不限于)甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、叔丁基、正戊基、正己基、环己基、正庚基、正辛基和乙基己基。

[0021] 术语“烯基”指为烯基基的一价基团,所述烯基为具有至少一个碳-碳双键的烃。烯基可以为直链的、支链的、环状的或它们的组合,并且通常包含 2 至 20 个碳原子。在一些

实施例中,烯基包含 2 至 18、2 至 12、2 至 10、4 至 10、4 至 8、2 至 8、2 至 6 或 2 至 4 个碳原子。示例性烯基包括乙烯基、正丙烯基和正丁烯基。

[0022] 术语“炔基”指为炔烃基的一价基团,所述炔烃是含有至少一个碳-碳三键的烃。炔基可以是直链的、支链的、环状的或它们的组合,并且通常含有 2 至 20 个碳原子。在一些实施例中,炔基含有 2 至 18、2 至 12、2 至 10、4 至 10、4 至 8、2 至 8、2 至 6 或 2 至 4 个碳原子。示例性的炔基包括乙炔基、正丙炔基和正丁炔基。

[0023] 术语“杂烷基”是指含有杂原子的烷基。这些杂原子可以是悬垂原子(例如卤素,如氟、氯、溴或碘)或链原子,如氮、氧或硫。杂烷基的一个例子为聚烷氧基,例如 $-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_3$ 。

[0024] 术语“取代的烷基”是指含有沿烃主链的取代基的烷基。这些取代基可以为烷基、杂烷基或芳基。取代的烷基的例子为苄基。

[0025] 术语“芳基”是指芳香族碳环基团,该基团包含 1 至 5 个可以被连接或稠合的环。芳基可以被烷基或杂烷基取代。芳基的例子包括苯基、萘基和蒽基。

[0026] 术语“亚烷基”指为烷烃基的二价基团,所述烷烃是饱和烃。亚烷基可以是直链的、支链的、环状的或它们的组合,并且通常具有 1 至 20 个碳原子。在一些实施例中,所述亚烷基包含 1 至 18 个、1 至 12 个、1 至 10 个、1 至 8 个、1 至 6 个、或 1 至 4 个碳原子。亚烷基的例子包括(但不限于)亚甲基($-\text{CH}_2-$)、乙烯($-\text{CH}_2\text{CH}_2-$)等。亚烷基可被烷基、芳基、杂烷基、取代的烷基或取代的芳基所取代。

[0027] 术语“聚合物”和“聚合物材料”是指由一种单体制得的诸如均聚物之类的材料,或是指由两种或更多种单体制得的诸如共聚物、三元共聚物等之类的材料。同样,术语“聚合”指制造聚合物材料的工艺,所述聚合物材料可以是均聚物、共聚物、三元共聚物等。术语“共聚物”和“共聚物材料”指由至少两种单体制得的聚合物材料。

[0028] 术语“室温”和“环境温度”可互用,指 20℃至 25℃范围内的平均温度。

[0029] 如本文所用,术语“可热熔融加工”是指组合物可以通过例如加热和施压由固体转化为粘性流体。应该能够对该组合物进行热熔融加工,而不引起组合物发生显著化学转化或无法用于预期应用。

[0030] 除非另外指明,否则在所有的情况下,说明书和权利要求书中使用的表示特征大小、量和物理性质的所有数字都应该理解为受术语“约”限制。因此,除非有相反的指示,否则所示数字是近似值,取决于所期望的性质利用本文所公开的教导内容而可以变化。

[0031] 通常使用包括吹塑微纤维(BMF)技术在内的热熔融工艺来制造聚合物料片。在使用挤出机的热熔融工艺中,将热塑性树脂和所需的添加剂加入到加热式挤出机中,在挤出机内经受加热、压力和剪切力,然后穿过模具离开挤出机。热塑性树脂的材料性质确定了适合挤出树脂的温度、螺杆构造和螺杆速率,由此决定了使用该树脂所能达到的挤出速率。在某些热熔融挤出工艺中,添加会降低熔融树脂的熔融粘度的加工助剂可提高通过量、降低加工温度、或者甚至能够使用不添加加工助剂时无法使用的树脂。

[0032] 本发明的加工助剂与多烯属热塑性树脂共同使用时可降低熔融热塑性树脂的热熔融粘度,从而使得更容易加工。热熔融粘度的降低通常会带来三大益处,有助于控制加工期间的材料流变性。这三大益处是:能够更快地制造聚合物料片;能够以低于不添加加工助剂时的温度来加工材料;能够使用本来几乎无法处理的材料。

[0033] 一般来讲,热塑性树脂是多烯属热塑性树脂。使用加工助剂会造成多烯属热塑性树脂的热熔融粘度降低。挤出机的最后区域通常具有最高的温度。理想的情况是温度尽可能地低。在一些实施例中,多烯属热塑性树脂是基于聚丙烯的。在这些实施例中,加工助剂的益处通常更为明显。通常,许多基于聚丙烯的热塑性树脂是在约 200–400℃,更通常在 250–350℃ 的温度下进行热熔融加工。当使用加工助剂时,在约 290℃ 或更高温度下,热塑性树脂的热熔融粘度大幅低于单独使用热塑性树脂时的粘度。在一些实施例中,在给定温度下,与未使用加工助剂的热塑性树脂相比,热熔融粘度会降低 20%、30%、或甚至 50% 或更多。所需加工温度范围的大幅降低有助于提高加工速率。生产聚合物料片的加工速率有时也被称为通过量,用于描述材料通过挤出过程生成聚合物料片的速率。提高通过量使得能以更快的速率来制造料片,提高料片的质量、降低成本或者两者兼有。

[0034] 除了提高加工速率外,使用加工助剂还使得能在比原本温度更低的条件下进行加工,或使用本来无法使用的材料。在上述所需的加工温度范围内无法加工某些等级的基于聚丙烯的聚合物。其中部分材料需要的温度更高,甚至达到 400℃ 或更高温度,以达到可加工粘度。制造聚合物料片时,这些温度是不切实际的或者甚至是不可能达到的。使用加工助剂可降低加工这些材料所需的温度,并使得在工艺中可以使用原本不能使用的材料。例如,使用低熔体流动聚丙烯(例如熔体流动指数低于 25 的材料)来生产有效纤维直径为 10 微米或更小的吹塑微纤维时,如果不使用加工助剂,从商业上说是不可行的。

[0035] 不受理论的束缚,据信加工助剂会造成基于聚丙烯的材料分子量减少,从而使得热熔融粘度降低。此作用在制备驻极体料片时非常显著,尤其是采用熔喷工艺制造微纤维驻极体料片时。采用熔喷工艺时,需要相对较低的熔体流动粘度来形成有效纤维直径在 1 至 100 微米范围的纤维,尤其是形成有效纤维直径低于 10 微米的纤维。

[0036] 基于过氧化物的材料可用作加工助剂来降低烯属聚合物(尤其是聚丙烯)的熔体流动粘度,但由于过氧化物的固有安全性和处理问题,因此基于过氧化物的加工助剂的问题更为棘手。本发明的加工助剂的另一优点是处理和使用起来不仅更为安全,而且还能作为抗氧化剂在多种情况下使用,从而为形成的聚合物料片提供额外的益处。

[0037] 由于在本发明中用作加工助剂的材料的一些实施例是作为聚合物稳定剂进行销售,因此意想不到地它们可以用作烯属聚合物的加工助剂。甚至更意想不到的是,这些加工助剂不仅有助于聚合物料片(包括驻极体料片)的加工,而且还具有驻极体料片的电荷加强添加剂的功能。

[0038] 驻极体料片是其中一种可采用本发明所公开的方法来制造的有用聚合物料片。本发明的驻极体料片包含共混并挤出的热塑性树脂和加工助剂。这些加工助剂具有意想不到的额外特征,即在所形成的驻极体料片中充当电荷加强添加剂。

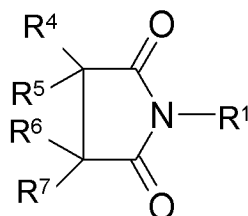
[0039] 可用于制造驻极体料片的热塑性树脂包括在成型为料片并充电时能够保持大量捕获的静电电荷的任何热塑性绝缘聚合物。通常,此类树脂在预期使用的温度下具有大于 $10^{14} \Omega\text{-cm}$ 的 DC(直流电)电阻率。能够捕获陷阱电荷的聚合物包括聚烯烃,例如基于聚丙烯的聚合物、聚乙烯、聚环烯烃和聚(4-甲基-1-戊烯);聚氯乙烯;聚苯乙烯;聚碳酸酯;聚酯,包括聚交酯;以及全氟化的聚合物和共聚物。尤其有用的材料包括基于聚丙烯的聚合物、聚(4-甲基-1-戊烯)、聚环烯烃、它们的共混物,或由至少一种丙烯基化合物和 4-甲基-1-戊烯形成的共聚物。

[0040] 一般来讲,可用的热塑性聚合物通过“熔体流动指数”说明来表征。熔体流动指数(MFI)是衡量热塑性聚合物熔体流动难易性的指标。其定义为:在规定的可选重量测量施压下和可选的规定温度下,聚合物在10分钟内流过具有特定直径和长度的毛细管的数量(以克计)。ASTM D1238和ISO 1133中提供了此方法。通常在230℃下测量聚丙烯的熔体流动指数。

[0041] 合适的热塑性树脂的例子包括例如聚丙烯树脂:可从Exxon-Mobil Corporation(Irving, TX)商购获得的ESCORENE PP 3746G;可从Total Petrochemicals USA Inc. (Houston, TX)商购获得的TOTAL PP3960、TOTALPP3860和TOTAL PP3868;以及可从LyondellBasell Industries, Inc. (Rotterdam, Netherlands)商购获得的METOCENE MF 650W;聚(4-甲基-1-戊烯)树脂:可从Mitsui Chemicals, Inc. (Tokyo, Japan)商购获得的TPX-MX002;聚环烯烃树脂:可从TOPAS Advanced Polymers (Frankfurt, Germany)商购获得的TOPAS-6013。

[0042] 加工助剂是受阻胺N-取代的琥珀酰亚胺低聚物。受阻胺N-取代的琥珀酰亚胺低聚物可描述为具有通式结构为式2的重复单元,如下所示:

[0043]



式 2

[0044] 其中基团 R^1 包含受阻胺基团;

[0045] 基团 R^4 和 R^7 独立地包含连接至另一个琥珀酰亚胺环或烷基端基的亚烷基或取代的亚烷基连接基团;

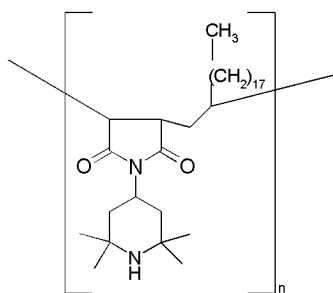
[0046] 基团 R^5 和 R^6 独立地包含氢原子、烷基、烯基、炔基、芳基、杂烷基、取代的烷基或取代的芳基。一般来讲,加工助剂包含1个或多个重复单元,通常为100个或更少的重复单元,也就是说, R^4 和 R^7 基团可与最多100个式2单元连接在一起。在一些实施例中,加工助剂包含50个、30个或更少的重复单元,25个或更少的重复单元,20个或更少的重复单元,或者甚至10个或更少的重复单元。

[0047] 式2描述的多种不同材料不但适合用作加工助剂,而且还能作为电荷加强添加剂。此类添加剂有时被称为“琥珀酰亚胺”,因为当式2中的 R^1 、 R^4 、 R^5 、 R^6 和 R^7 为氢原子时,该分子就是琥珀酰亚胺。合适的琥珀酰亚胺包括例如式2的琥珀酰亚胺,其中 R^1 包含受阻胺基团。通常这些受阻胺基团均为带烷基的环状基团,这些烷基会从空间上阻碍胺基氮。

[0048] 式2中的 R^5 和 R^6 基团可独立地为氢原子、烷基、烯基、炔基、芳基、杂烷基、取代的烷基或取代的芳基基团。它们通常为氢原子。基团 R^4 和 R^7 独立地包含连接至另一个琥珀酰亚胺环或烷基端基的亚烷基或取代的亚烷基连接基团。在一些实施例中,加工助剂用作电荷加强添加剂,其中 R^1 包含烷基取代的六元杂环,例如2,2,6,6-四甲基哌啶基团,其中 R^1 基团在哌啶环上的3、4或5位置处连接至琥珀酰亚胺环的氮原子。在特别适当的实施例中,用作电荷加强添加剂的加工助剂可作为“UVINUL 5050H”从BASF (Ludwigshafen, Germany)

商购获得。添加剂的结构如式 3(如下)所示。据报道,该材料的分子量为 3,000-4,000 克/摩尔,这意味着该低聚物的重复单元数 n 为约 5 至 7。

[0049]



式 3

[0050] 通常加工助剂与按共混物总重量计最多约 10% 的热塑性树脂共混,更通常地与按共混物总重量计 0.1 至 5 重量%范围的热塑性树脂共混。在一些实施例中,加工助剂的量在 0.1 至 3 重量%或 0.25 至 2 重量%的范围内。

[0051] 热塑性树脂与加工助剂的共混物可通过熟知的方法制备。通常使用熔融挤出技术对共混物进行加工,所以可应用间歇工艺将该共混物预混成粒料,或者可应用连续工艺在挤出机中混合热塑性树脂和加工助剂。在采用连续工艺时,热塑性树脂和加工助剂可以固体的形式进行预混合、或独立地添加至挤出机并使之以熔化的状态混合。

[0052] 可用于形成预共混粒料的熔融混合器的例子包括提供分散混合、分布混合或者分散混合和分布混合两者组合的那些混合器。间歇式方法的例子包括那些使用 BRABENDER(例如, BRABENDER PREP CENTER,可从 C. W. Brabender Instruments, Inc. (South Hackensack, NJ) 商购获得)或 BANBURY 内混式设备和辊式磨碎机(例如得自 Farrel Co (Ansonia, CT) 的设备)的方法。间歇混合后,可以立即淬灭生成的混合物并将其保存于混合物熔融温度以下的温度以进行后续加工。

[0053] 连续方法的例子包括单螺杆挤出、双螺杆挤出、圆盘挤出、往复式单螺杆挤出和销钉机简单螺杆挤出。连续方法可以包括使用分布元件(例如空穴传递混合器(例如可从 RAPRA Technology, Ltd. (Shrewsbury, England) 商购获得的 CTM))以及销钉混合元件、静态混合元件或分散混合元件(可商购获得,例如 MADDOCK 混合元件或 SAXTON 混合元件)两者。

[0054] 可用于挤压通过间歇工艺制造的预共混粒料的挤出机的例子包括与上述连续工艺中所描述的设备类型相同的设备。可用的挤出条件通常是指适合在不使用加工助剂的情况下挤出树脂的条件,但先前已讨论过,使用加工助剂能够提高加工条件选择的灵活性。

[0055] 可对热塑性树脂和加工助剂的挤出共混物进行浇注或涂覆成薄膜或薄板,或可使用已知的技术将热塑性树脂和加工助剂的挤出共混物熔喷成非织造纤维料片。熔喷的非织造微纤维料片尤其可用作过滤介质。

[0056] 熔喷的非织造微纤维驻极体过滤器尤其可用作呼吸器的空气过滤器元件(例如过滤面罩),或针对此目的,可用作家用和工业空调、空气净化器、真空吸尘器、医用空气管路过滤器和车辆与通用设备(例如计算机、计算机磁盘驱动器和电子设备)的空气调节系统。在一些实施例中,驻极体过滤器与呼吸器组件结合成一种设计成可由单人使用的呼吸装置。应用于呼吸器时,驻极体过滤器可以为模制、打褶或折叠的半面罩呼吸器、可替换滤

芯或滤罐、或预过滤器的形式。

[0057] 可用于本发明中的熔喷微纤维可按照以下文献中所述的方法制造: Van A. Wenté, “Superfine Thermoplastic Fibers,” Industrial Engineering Chemistry, 第 48 卷, 第 1342-1346 页和 Van A. Wenté 等人所著的出版于 1954 年 5 月 25 日的标题为 “Manufacture of Super Fine Organic Fibers” 的 Report No. 4364 of the Naval Research Laboratories。

[0058] 可用于纤维驻极体过滤器的熔喷微纤维的有效纤维直径通常为约 1 至 100 微米, 更通常为 2 至 30 微米, 在一些实施例中为约 7 至 15 微米, 这些有效纤维直径是根据 Davies, C. N., “The Separation of Airborne Dust and Particles,” Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952 中所示出的方法计算得出。

[0059] 短纤维也可以存在于料片中。与仅由吹塑微纤维形成的料片相比, 短纤维的存在提供了通常更为蓬松有弹性且密度更小的料片。一般来讲, 存在的短纤维不超过约 90 重量%、更通常不超过约 70 重量%。含有短纤维的料片的例子在美国专利 No. 4, 118, 531 (Hauser) 中有公开。

[0060] 料片中还可以包含吸附剂颗粒物质, 例如活性炭或氧化铝。此类颗粒的存在量可以最多为约料片内容物体积的约 80 %。颗粒填充料片的例子在 (例如) 美国专利 No. 3, 971, 373 (Braun)、美国专利 No. 4, 100, 324 (Anderson) 和美国专利 No. 4, 429, 001 (Kolpin 等人) 中有所描述。

[0061] 各种可选的添加剂可与热塑性组合物共混, 包括例如颜料、光稳定剂、主要和次要的抗氧化剂、金属减活化剂、受阻胺、受阻酚、脂肪酸金属盐、亚磷酸三酯、磷酸盐、含氟化合物以及它们的组合。此外, 其他的电荷加强添加剂也可与热塑性组合物混合。可能的电荷添加剂包括热稳定的有机三嗪化合物或低聚物, 这些化合物或低聚物包含至少一个不属于三嗪环的氮原子, 参见授予 Rousseau 等人的美国专利 6, 268, 495、5, 976, 208、5, 968, 635、5, 919, 847 和 5, 908, 598。已知的可增强驻极体的另一种添加剂为可得自 Ciba Specialty Chemicals, Inc. 的 CHIMAS SORB 944 LF (聚[[6-(1,1,3,3-四甲基丁基)氨基]均三嗪-2,4-二基][[(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基]六亚甲基[(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚氨基]])。电荷加强添加剂可为 N-取代氨基芳香族化合物, 特别是三氨基取代的化合物, 例如可作为 “UVINUL T-150” 从 BASF (Ludwigshafen, Germany) 商购获得的 2,4,6-三苯胺基-对-(羰基-2'-乙基己基-1'-氧基)-1,3,5-三嗪。另一电荷添加剂为 2,4,6-三-(十八烷基氨基)-三嗪, 其也被称作三硬酯基三聚氰胺 (“TSM”)。美国专利申请 No. 61/058, 029、美国专利申请 No. 61/058, 041、美国专利 No. 7, 390, 351 (Leir 等人)、美国专利 No. 5, 057, 710 (Nishiura 等人) 和美国专利 No. 4, 652, 282 和 4, 789, 504 (Ohmori 等人) 中提供了电荷加强添加剂的更多例子。

[0062] 此外, 还可对此料片进行处理, 使其表面发生化学改性。可通过这样实现表面氟化: 将聚合物制品放置在含氟类物质和惰性气体的大气环境中, 然后通过放电来改变聚合物制品的表面化学性质。放电可具有等离子体形式, 例如 AC 电晕放电。等离子体氟化过程会使聚合物制品的表面形成氟原子。等离子体氟化过程在授予 Jones/Lyons 等人的多个美国专利中有所描述: 6, 397, 458、6, 398, 847、6, 409, 806、6, 432, 175、6, 562, 112、6, 660, 210 和 6, 808, 551。具有高氟饱和率的驻极体制品在授予 Spartz 等人的美国专利 7, 244, 291 中有所描述, 具有低氟饱和率并且结合杂原子的驻极体制品在授予 Kirk 等人的美国专利

7, 244, 292 中有所描述。公开氟化技术的其他专利公开包括：美国专利 No. 6, 419, 871、No. 6, 238, 466、No. 6, 214, 094、No. 6, 213, 122、No. 5, 908, 598、No. 4, 557, 945、No. 4, 508, 781 和 No. 4, 264, 750；美国专利公开 US 2003/0134515A1 和 US 2002/0174869A1；国际专利公开 WO 01/07144。

[0063] 根据本发明制造的驻极体过滤介质通常具有在约 10 至 500g/m² 范围内的基重（每单位面积的质量），在一些实施例中为约 10 至 100g/m²。在制造熔喷微纤维料片的过程中，可以通过（例如）改变收集器的速度或模具通量来控制基重。过滤介质的厚度通常为约 0.25 至 20 毫米，并且在一些实施例中为约 0.5 至 2 毫米。过滤元件中通常使用多层驻极体料片。纤维驻极体料片的固体性通常为约 1% 至 25%，更通常为约 3% 至 10%。固体性是确定料片固体比率的无单位参数。一般来讲，本公开的方法可提供在整个料片中具有大致均匀的电荷分布的驻极体料片，而不管料片的基重、厚度或介质的固体性如何。驻极体过滤介质和制造其的树脂不应经过可能增加其电导率的任何不必要处理，例如将其暴露于电离辐射、 γ 射线、紫外线照射、高温分解、氧化等。

[0064] 驻极体料片可在其形成时带上电荷，或者该料片可在其形成后带上电荷。在驻极体过滤介质中，该介质通常在形成料片后带上电荷。通常可以使用本领域已知的任何标准充电方法。例如，可通过多种方式进行充电，包括摩擦充电、直流电晕放电和水充电。还可以使用这些方法的组合。

[0065] 合适的直流电晕放电工艺的例子在如下专利中有所描述：美国专利 Re. No. 30, 782 (van Turnhout)、美国专利 Re. No. 31, 285 (van Turnhout)、美国专利 Re. No. 32, 171 (van Turnhout)、美国专利 No. 4, 215, 682 (Davis 等人)、美国专利 No. 4, 375, 718 (Wadsworth 等人)、美国专利 No. 5, 401, 446 (Wadsworth 等人)、美国专利 No. 4, 588, 537 (Klaase 等人)、美国专利 No. 4, 592, 815 (Nakao) 和美国专利 No. 6, 365, 088 (Knight 等人)。

[0066] 通过水射流或水滴流足以为料片提供促进过滤的驻极体电荷的压力冲击料片来进行料片的水充电。实现最佳结果的必需压力根据以下因素的不同而发生变化：使用的喷涂器的类型、形成料片的聚合物的类型、加入聚合物的添加剂的类型和浓度、料片的厚度和密度以及是否在水充电之前进行预处理，例如直流电晕表面处理。一般来讲，水压在约 10 至 500psi (69 至 3450kPa) 的范围内为宜。如果需要，还可将直流电晕表面处理用作水充电后处理，但此类后处理并不常见。

[0067] 水射流或水滴流可以由任何合适的喷雾装置提供。可用于水力缠结纤维的设备通常可在本发明的方法中使用，但实施水充电操作的压力较实施水缠绕操作通常所用的压力为低。应理解，水充电法包括在美国专利 No. 5, 496, 507 (Angadjivand) 中所描述的方法和其他各种使用流体润湿和去湿工艺赋予驻极体电荷的衍生方法，如在例如日本专利申请 JP 2002161467 (Horiguchi)、日本专利申请 JP 2002173866 (Takeda)、日本专利申请 JP2002115177 (Takeda)、日本专利申请 JP 2002339232 (Takeda)、日本专利申请 JP 2002161471 (Takeda)、日本专利 No. 3, 780, 916 (Takeda)、日本专利申请 JP 2002115178 (Takeda)、日本专利申请 JP 2003013359 (Horiguchi)、美国专利 No. 6, 969, 484 (Horiguchi)、美国专利 No. 6, 454, 986 (Eitzman)、日本专利申请 JP 2004060110 (Masumori)、日本专利申请 JP 2005131485 (Kodama)，以及日本专利申请 JP

2005131484(Kodama) 中所述。

[0068] 还可使用于 2008 年 6 月 2 日提交的名称为“Method of Making Electret Articles Based On Zeta Potential”(美国序列号 12/131770) 的美国专利申请中所公开的新方法进行料片的水充电。该方法包括:(a) 提供待充电的聚合物制品;并且(b) 使待充电的聚合物制品接触具有如下 pH 和电导率的含水液体:(i) 如果该制品具有小于 -7.5 毫伏(mV) 的 ζ 电势,则接触水具有约 5 至 9,000 微西门子/厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$) 的电导率和大于 7 的 pH;以及(ii) 如果该制品具有大于 -7.5mV 的 ζ 电势,则接触水具有约 5 至 5,500 微西门子/厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$) 的电导率和等于或小于 7 的 pH。该制品可以主动(利用真空或加热)干燥或被动干燥(悬挂干燥)、或采用这两种方式的组合进行干燥。

[0069] 为了评估过滤性能,已开发了多种过滤测试方案。这些测试包括使用标准测试用气溶胶(例如邻苯二酸二辛酯(DOP))测定过滤器料片的气溶胶渗透率,通常以气溶胶渗透穿过过滤器料片的百分比(%渗透)表示;并且这些测试包括测定整个过滤器料片的压降(ΔP)。根据这两个测试,通过下列公式可以计算称为品质因数(QF)的数值:

$$[0070] \quad QF = -\ln(\% \text{渗透} / 100) / \Delta P,$$

[0071] 其中 $\ln$ 代表自然对数。较高的 QF 值表明过滤性能较好,而减小的 QF 值与过滤性能降低密切相关。测定这些值的详细方法在实例部分展示。通常,本公开的过滤介质在 6.9 厘米/秒的面速度下测得 QF 值为 $0.3(\text{毫米水柱})^{-1}$ 或更大。

[0072] 为了验证特定的过滤介质是带静电性质的,可以检查其在暴露于离子化 X 射线辐射前后的性能。正如例如由 R. C. Brown 所著的 Air Filtration(培格曼出版社,1993 年)和“Application of Cavity Theory to the Discharge of Electrostatic Dust Filters by X-Rays”,A. J. WAKER 和 R. C. BROWN, Applied Radiation and Isotopes, 第 39 卷,第 7 期,第 677-684 页,1988 文献中所述,如果带静电的过滤器暴露于 X 射线,则气溶胶穿过过滤器的渗透率在暴露之后将大于暴露之前的,原因在于由过滤器之间的气穴中的 X 射线所产生的离子会中和一些电荷。因而,可以获得渗透率对累积的 X 射线暴露的图,该图显示稳定增加到进一步辐射不再引起变化的恒定水平。在该点处,所有的电荷均被从过滤器除去。

[0073] 这些观察结果促使研究人员采用另一种测试方案来表征过滤性能,也就是 X 射线放电测试。在该测试方案中,让选择的几张待测试的过滤介质经受 X 射线辐射,以便对驻极体料片进行放电。本测试的一个特征是确认料片为驻极体。由于已知 X 射线会除去驻极体电荷,因此将过滤介质暴露于 X 射线并在该暴露前后测量过滤器的性能,通过比较暴露前后的过滤器性能可以确定过滤介质是否为驻极体。如果在暴露于 X 射线辐射之后,过滤器性能未发生改变,则表明没有任何电荷被除去,该材料不是驻极体。而如果暴露于 X 射线辐射之后,过滤器性能发生下降,则表明该过滤介质为驻极体。

[0074] 当执行此项测试时,通常在过滤介质暴露于 X 射线辐射前后对过滤性能进行测量。当如以下实例部分所述,按照“过滤性能测试方法”进行测试时,渗透率百分比可以根据以下公式进行计算:渗透率百分比 = $(\ln(\text{初始 DOP 渗透百分比} / 100) / (\ln(60 \text{ 分钟的 X 射线辐射之后的 DOP 渗透百分比}))) \times 100$ 。为了使料片具有充足的电荷以用作过滤器,渗透率百分比通常为至少 300%。随着渗透率百分比增加,料片的过滤性能也增加。在一些实施例中,渗透率百分比为至少 400%、500% 或 600%。在优选的实施例中,渗透率百分比为至少 750% 或 800%。在一些实施例中,料片呈现出至少 1000% 或至少 1250% 的渗透率百

分比。

[0075] 当如以下实例部分所述,按照“过滤性能测试方法”进行测试时,在6.9厘米/秒的面速度下,初始品质因数(暴露于X射线之前)通常至少为0.3(毫米水柱)⁻¹,更通常至少为0.4甚至0.5(毫米水柱)⁻¹。在一些实施例中,初始品质因数为至少0.6或0.7(毫米水柱)⁻¹。在其他实施例中,初始品质因数为至少0.8、至少0.90、至少1.0,或甚至大于1.0(毫米水柱)⁻¹。暴露于X射线60分钟之后,品质因数通常低于初始品质因数的50%。在一些实施例中,初始品质因数为至少0.5(毫米水柱)⁻¹或更大,暴露于X射线60分钟之后,品质因数低于0.15(毫米水柱)⁻¹。

[0076] 实例

[0077] 这些实例仅仅是为了进行示意性的说明,而不旨在限制所附的权利要求书的范围。除非另外指明,否则实例和说明书其余部分中的所有份数、百分比、比率等均按重量计。除非另外指明,否则所用的溶剂和其他试剂均得自Sigma-AldrichChemical公司(Milwaukee, Wisconsin)。

[0078] 缩写表

[0079]

缩写或商品名	说明
添加剂-1	1-(2,2,6,6-四甲基-哌啶-4-基)-吡咯烷-2,5-二酮衍生物,作为“UVINUL 5050H”(CAS号:152261-33-1)从BASF (Ludwigshafen, Germany)商购获得。
添加剂-2	N,N'-双甲酰基-N,N'-双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)-己二胺,作为“UVINUL 4050H”(CAS号:124172-53-8)从BASF (Ludwigshafen, Germany)商购获得。
PP-1	聚丙烯树脂级, TOTAL PP3860(熔体流动指数100),可从Total Petrochemicals USA Inc. (Houston, TX)商购获得。
PP-2	聚丙烯树脂, TOTAL PP3868(熔体流动指数35),可从Total Petrochemicals USA Inc. (Houston, TX)商购获得。
PP-3	聚丙烯树脂, ESCORENE PP 3746G(熔体流动指数1200),可从Exxon-Mobil Corporation (Irving, TX)商购获得。
PMP-1	聚(4-甲基-1-戊烯), TPX-MX002,可从Mitsui Chemicals, Inc.(Tokyo, Japan)商购获得。
COC-1	环烯烃共聚物, TOPAS-6013,可从TOPAS Advanced Polymers (Frankfurt, Germany)商购获得。
DI水	去离子水
BMF	熔喷微纤维料片

[0080] 测试方法

[0081] 粘度测量

[0082] 使用两种不同的方法来测定粘度。将这些方法定义为粘度测定法-1和粘度测定法-2。

[0083] a) 粘度测定法1-毛细管流变仪

[0084] 将孔直径为0.318厘米(0.125英寸)并且长度为20.3厘米(8英寸)的毛细管流变仪连接至带有锥形双螺杆的BRABENDER B-K挤出机(得自Brabender Instruments,

Inc.)。挤出机在 0.9 至 3.6kg/hr (2-8lb/hr) 的挤出速率和 250 至 310℃ 的温度下运行。

[0085] 要生成实验样品的粘度数据,则在所需的浓度下(按重量计)将添加剂与聚合物树脂进行干共混,然后在表 3 中规定的温度和速率下挤出该共混物。由相应批次的聚合物但不使用任何添加剂来制造比较例。表 3 汇总了各个实例的实验结果。

[0086] 从流经毛细管流变仪的样品的压降和流速可计算出样品的表观粘度和剪切速率(假设为牛顿流体)。这在例如 Chris Macosko 的 Rheology :Principles, Measurements, and Applications (Wiley, John and Sons, Inc., 1994) 的第 242 页的公式 6.2.12 中进行了描述。将实验数据代入下列公式来计算表观粘度。假定聚丙烯的熔体密度为 0.91g/cm³。

[0087] 表观粘度的计算公式为:

$$[0088] \quad \mu_{app} \equiv \frac{\pi D^4 \Delta P}{128 Q L}$$

[0089] D:毛细管直径(本实例中为 0.3175cm)

[0090] ΔP:粘度计测量期间的压降(g/(cm·s²))

[0091] Q:体积流速(立方厘米/秒;cm³/s)或质量流速(克/秒;g/s)除以密度(W/ρ)

[0092] L:毛细管长度(本实例中长度为 20.32cm)

[0093] 流体的剪切速率可通过如下公式计算得出:

$$[0094] \quad \gamma \equiv \frac{4Q_v}{\pi R^3} \equiv \frac{32M}{\rho \pi D^3}$$

[0095] γ:剪切速率(1/秒;s⁻¹)

[0096] Q_v:通过毛细管的体积流速(立方厘米/秒;cm³/s)

[0097] R:毛细管半径(本实例中为 0.1588cm)

[0098] D:毛细管直径(本实例中为 0.3175cm)

[0099] M:质量流速(克/秒;g/s)

[0100] ρ:流体材料密度(克/立方厘米;g/cm³)

[0101] b) 粘度测量法 2- 平行板流变仪

[0102] 使用得自 TA Instruments (New Castle, Delaware) 的 ARES 流变仪来测量样品的粘度变化。使用得自 DSM Xplore (Geleen, The Netherlands) 的 15 毫升 Xplore 微型混合器来混合用于流变性测量的样品。在相同的受热过程下将实例和比较例进行混合,目的在于避免受热过程对粘度产生影响。将含有 PP-1 和 PP-2 的样品在 220℃ 下混合 6 分钟。将含有 PMP-1 的样品在 280℃ 下混合 6 分钟,将含有 C0C-1 的样品在 260℃ 下混合 6 分钟。将所有样品在它们的配制温度下热压成膜,膜的厚度为 0.6 至 1.0 毫米。将这些流变性样品冲切成直径为 25 毫米的盘。将样品盘加载到流变仪的两个平行板内(31.5 毫米的铝盘和 25 毫米的板)。通过温度扫描来测量动态的剪切粘度,对于 PP-1 和 PP-2 样品,扫描温度从 180℃ 到 350℃ 再返回到 180℃;对于 C0C-1 样品,温度从 220℃ 到 350℃ 再返回到 220℃,对于 PMP-1 样品,温度从 250℃ 到 350℃ 再返回到 250℃,其中频率为 1Hz (动态剪切速率 6.28rad/sec)。还可在恒定温度(300、320、330 和 340℃)并且频率为 1Hz 下测量 15 分钟内样品的动态粘度与时间的关系。选择 10 分钟后的粘度数据作为实例和比较例的粘度数据,如表 3 中所示。

[0103] 过滤测试

[0104] 测试样品的 DOP 气溶胶渗透百分比(%渗透)和压降(ΔP),并且计算品质因数(QF)。采用自动过滤器测试仪(AFT)型号 8130(可得自 TSI, Inc. (St. Paul, MN))并利用邻苯二酸二辛酯(DOP)作为测试用气溶胶,评估非织造微纤维料片的过滤性能(%渗透和 QF)。上游浓度为 70 至 120mg/m³ 的 DOP 气溶胶具有标称的单分散 0.3 微米质量中值直径。迫使气溶胶以校准的 42.5 升/分钟(6.9cm/s 的面速度)的流速通过过滤介质样品,同时关闭 TSI AFT 型号 8130 气溶胶中和器。总测试时间为 23 秒(上升时间为 15 秒、试样时间为 4 秒、吹扫时间为 4 秒)。利用该仪器同时测量整个过滤器上的%渗透和压降(ΔP ,以毫米水柱为单位)。使用校准的光度计通过在过滤介质上游和下游进行光散射来测量 DOP 气溶胶浓度。将 DOP 的%渗透定义为:%渗透 = 100 × (DOP 下游浓度 / DOP 上游浓度)。对每种材料而言,均在 BMF 料片上的不同位置进行 6 次单独的测量,并将测量结果进行平均。

[0105] 使用%渗透和 ΔP 通过下列公式计算 QF:

[0106] $QF = -\ln(\% \text{渗透} / 100) / \Delta P$,

[0107] 其中 $\ln$ 代表自然对数。较高的 QF 值表明过滤性能较好,而减小的 QF 值与过滤性能降低密切相关。

[0108] X 射线放电测试:

[0109] 在使用上述测试方法将待测试的样品料片暴露于 X 射线辐射之前,先确定待测试样品料片品质因数和渗透百分比。将初始品质因数指定为“QF₀”。使用下述系统将样品料片的每一侧暴露于 X 射线,从而确保整个样品均匀暴露于 X 射线辐射。在 X 射线暴露之后,对过滤介质样品再次进行测试以测量其过滤性能(QF 和%渗透)。重复所述程序,直到过滤性能达到平台值为止,这表明样品的所有静电荷已被中和。还要记录渗透率百分比(%渗透率)。使用如下公式(其中 $\ln$ 代表自然对数)由 0 分钟和 60 分钟时的%渗透来计算%渗透率:

[0110]

$$\% \text{渗透率} = \frac{\ln(\% \text{渗透}(0 \text{分钟})/100)}{\ln(\% \text{渗透}(60 \text{分钟})/100)} \times 100 \%$$

[0111] 采用 Baltograph 100/15 CP(Balteau Electric Corp. (Stamford, CT))X 射线暴露系统来实施 X 射线暴露,该系统由额定 100KV 和 10mA 的恒定电势端部接地发生器构成,该发生器具有铍窗口(0.75mm 固有过滤),距离 1.5mm × 1.5mm 的焦斑的 50cm 处输出至多为 960 伦琴/分钟。将电压设置为 80KV,相应的电流为 8mA。在距离焦斑约 57.2 厘米(22.5 英寸)处安装样本夹持器,以形成约 580 伦琴/分钟的暴露。

[0112] 热稳定性分析:

[0113] 使用得自 TA Instruments(New Castle, Delaware) 的 2950 型热重分析仪(TGA)测定每种加工助剂的热稳定性。将大约 5-10 毫克的材料放置于 TGA 中,并在空气环境下以 10°C/分钟的速率将其从室温加热至 500°C,测量其重量损失。表 A 列出了检测到 2% 的重量损失时的温度,以及检测到 5% 的重量损失时的温度。

[0114] 表 A

[0115]

添加剂	2%的重量损失时的温度 (°C)	5%的重量损失时的温度 (°C)
1	268	335
2	265	289

[0116] 实例 1-20 和比较例 C1-C12

[0117] 每个实例和比较例都按照下述步骤进行。这些实例的数据在表 1 和表 2 中示出。

[0118] 样本制造：[0119] 步骤 A：制造微纤维料片：

[0120] 对于各个实例料片 1-9，将表 1 所示浓度的添加剂 1 与聚丙烯或聚（4-甲基-1-戊烯）中的一种进行干混合，然后如 Van A Wente, “Superfine Thermoplastic Fibers,” Industrial Engineering Chemistry, 第 48 卷, 第 1342-1346 页中所述挤出共混物。挤出温度的范围为约 250°C -340°C, 挤出机为 BRABENDER 锥形双螺杆挤出机（可从 Brabender Instruments, Inc. 商购获得），该挤出机以约 2.5 至 3kg/hr (5-7lb/hr) 的速率运行。该模具宽 25.4 厘米（10 英寸），每厘米具有 10 个模孔（每英寸有 25 个模孔）。形成的熔喷微纤维（BMF）料片具有约 57g/m² 的基重、约 8.0 微米的有效纤维直径以及约 1 毫米的厚度。同样，对于各个比较例 C1-C6，采用与对应的实例料片相同等级的聚丙烯或聚（4-甲基-1-戊烯）来制造 BMF 料片，但不加入任何添加剂或添加剂 -2。表 1 汇总了每个实例和比较例的具体的料片特性。

[0121] 步骤 B- 制造驻极体：

[0122] 按照以下所述的充电方法给上述步骤 A 中的实例 1-10 和 C1-C6 中制造的每个 BMF 料片充电。

[0123] 充电方法 1：

[0124] 使用去离子水的水充电方法给上述步骤 A 中制造的选定 BMF 料片进行充电。使用由喷嘴产生的去离子水细喷雾给 BMF 料片进行水充电，该喷嘴在 896 千帕斯卡（130psig）的压力和约 1.4 公升 / 分钟的流速下运行。多孔传送带以大约 10 厘米 / 秒的速度将步骤 A 中制造的选定 BMF 料片传送穿过水喷雾，与此同时真空驱使水从下方穿过该料片。喷雾时将各个 BMF 料片通过水充电器两次（按顺序每边各一次），然后在不喷雾时再将该料片通过水充电器两次，此时只利用真空将多余的水分除去。在进行过滤测试之前，将所述料片放在空气中过夜以完全干燥。

[0125] 过滤测试步骤：[0126] 初始过滤性能：

[0127] 将上述步骤 B 中制造的各个充电样品切成 1 米的切片，然后在其初始状态下测试该切片的 DOP 气溶胶渗透百分比（% DOP Pen）、压降（ ΔP ），然后按照以上提供的测试方法来计算品质因数（QF）。这些结果在下面的表 2 中记录为 % DOP Pen、压降和 QF。

[0128] 表 1

[0129]

实例	添加剂	树脂等级	添加剂浓度 (重量%)	有效纤维直径 (μm)	固体性 (%)	基重 (g/m^2)	厚度 (mm)
C1	无	PP-1	0	8.1	5.4	60	1.20
1	1	PP-1	0.1	7.9	5.9	58	1.09
2	1	PP-1	0.2	8.3	6.1	60	1.08
3	1	PP-1	0.5	8.2	6.1	60	1.08
4	1	PP-1	0.75	8.1	6.2	57	1.01
5	1	PP-1	1.0	7.9	6.1	59	1.04
C2	无	PP-2	0	8.3	56	7.1	0.85
6	1	PP-2	0.5	7.7	58	7.5	0.85
7	1	PP-2	1	7.5	57	6.7	0.93
C3	无	PMP-1	0	8.1	55	7.3	0.89
8	1	PMP-1	0.5	9.3	58	7.8	0.88
9	1	PMP-1	1	9.2	55	7.4	0.88
C4	2	PP-3	0.5	8.0	5.3	55	1.14
C5	2	PP-3	1	8.1	5.6	55	1.06
C6	无	PP-3	0	8.0	5.5	57	1.0
10	1	PP-3	1	8.1	5.8	55	1.03

[0130] 表 2

[0131]

实例 编号	树脂等级	添加剂浓度 (重量%)	BMF 料片 实例 编号	% DOP Pen	压降 (H_2O , mm)	QF (1/毫米水柱)
C7	PP-1	无	C1	32.82	2.58	0.43
11	PP-1	0.1	1	8.17	2.36	1.07
12	PP-1	0.2	2	5.56	2.24	1.32

[0132]

13	PP-1	0.5	3	19.82	1.72	0.95
14	PP-1	0.75	4	1.46	2.16	1.99
15	PP-1	1.0	5	1.69	2.34	1.79
C8	PP-2	无	C2	35.66	2.26	0.46
16	PP-2	0.5	6	0.68	2.84	1.77
17	PP-2	1.0	7	0.289	3.0	1.96
C9	PMP-1	无	C3	14.98	2.16	0.88
18	PMP-1	0.5	8	6.17	2.06	1.36
19	PMP-1	1.0	9	3.55	2.18	1.54
C10	PP-3	0.5	C4	29.42	2.54	0.48
C11	PP-3	1	C5	29.88	2.26	0.54
C12	PP-3	0	C6	34.66	1.96	0.55
20	PP-3	1	10	2	3.4	1.69

[0133] 实例 21-25 和比较例 C13-C16

[0134] 在下列示出的各个实例和比较例中,如上述的粘度测试方法所述实现样品和测

试。数据示于表 3 中。

[0135] 表 3

[0136]

实例编号	树脂等级	添加剂浓度 (重量%)	温度 (°C)	粘度 (泊)	剪切 速率 (s ⁻¹)	粘度 测量 方法
C13	PP-1	无	250	336	265	1
			270	211		
			290	127		
			310	65		
			330	7.52	6.28	2
21	PP-1	0.5	330	7.34	6.28	2
22	PP-1	1.0	250	378	265	1
			270	237		
			290	96		
			310	33		
			330	5.75	6.28	2
C14	PP-2	无	310	254	353	1
			330	35.6	6.28	2
23	PP-2	1.0	310	205	353	1
			330	18.4	6.28	2
C15	PMP-1	无	250	17757	6.28	2
			270	11937		
			290	6421		
			310	1891		
			330	266		
24	PMP-1	1.0	250	10959	6.28	2

[0137]

			270	6989		
			290	3861		
			310	1375		
			330	166		
C16	COC-1	无	270	3936	6.28	2
			290	1827		
			310	960		
			330	600		
25	COC-1	1.0	270	2142	6.28	2
			290	1031		
			310	460		
			330	277		

[0138] 实例 26 和比较例 C17

[0139] 在实例 26 中,使用水充电方法(充电方法-1)给上述实例 10 中制造的料片样品充电,并根据上述提供的 X 射线放电测试方法将料片样品暴露于离子化 X 射线。在比较例 C17 中,实例 10 中制造的样品料片不予充电,然后实施相同的测试。数据列于表 4 中。

[0140] 表 4

[0141]

	暴露于 X 射线后的过滤性能												
	暴露=0 分钟			暴露=30 分钟			暴露=40 分钟			暴露=60 分钟			
实例 编号	ΔP (毫 米水 柱)	% 渗透 (%)	QF_0 (1/毫 米水 柱)	ΔP (毫 米水 柱)	% 渗透	QF (1/毫 米水 柱)	ΔP (毫 米水 柱)	% 渗透 (%)	QF (1/毫 米水 柱)	ΔP (毫 米水 柱)	% 渗透 (%)	QF (1/毫 米水 柱)	% 渗透 率 (%)
C17	2.1	79.9	0.11	2	79.5	0.11	2	79.5	0.11	2	79.3	0.12	97
26	2	3.4	1.69	2	42.7	0.43	2	57.2	0.28	2	73.7	0.15	1108