

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4980154号
(P4980154)

(45) 発行日 平成24年7月18日(2012.7.18)

(24) 登録日 平成24年4月27日(2012.4.27)

(51) Int.Cl.	F 1	
BO1D 39/16 (2006.01)	BO1D 39/16	A
BO1D 71/26 (2006.01)	BO1D 71/26	
BO1D 71/48 (2006.01)	BO1D 71/48	
BO1D 71/40 (2006.01)	BO1D 71/40	
BO1D 69/06 (2006.01)	BO1D 69/06	

請求項の数 9 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2007-170560 (P2007-170560)	(73) 特許権者	000001085 株式会社クラレ
(22) 出願日	平成19年6月28日 (2007.6.28)		岡山県倉敷市酒津1621番地
(65) 公開番号	特開2009-6272 (P2009-6272A)	(72) 発明者	稲田 真也 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内
(43) 公開日	平成21年1月15日 (2009.1.15)		
審査請求日	平成22年1月21日 (2010.1.21)	(72) 発明者	早川 友浩 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内
		(72) 発明者	林 英男 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内
		(72) 発明者	鎌田 英樹 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 濾材およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

静電紡糸法により製造された、平均繊維径が10～1000nmであるナノファイバーと、平均繊維径が5μmより大きい繊維で構成された不織布または織布からなる基材とが積層されたシートであり、以下(1)～(3)の条件を全て満足することを特徴とする液体フィルター用濾材。

(1) 平均ポアサイズが0.1～10μmであること、

(2) JIS11種ダストの捕集効率が90%以上であること、

(3) シートの縦方向および横方向の平均引張強力B(kgf/15mm)が目付A(g/m²)に対して下式を満足すること。

$$(100 \times B) / A \geq 1.0$$

【請求項2】

前記積層シートにおける基材および/またはナノファイバーがポリオレフィン系繊維、ポリエステル系繊維、ポリアミド系繊維からなる群から選ばれる請求項1記載の液体フィルター用濾材。

【請求項3】

前記積層シートにおける基材および/またはナノファイバーがポリアミド系繊維である請求項1または2記載の液体フィルター用濾材。

【請求項4】

ポリアミド系繊維が、ジカルボン酸成分の60モル%以上が芳香族ジカルボン酸である

ジカルボン酸成分とジアミン成分の60モル%以上が炭素数6～12の脂肪族アルキレンジアミンである請求項3記載の液体フィルター用濾材。

【請求項5】

通気度が $0.1 \sim 20 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ である請求項1～4のいずれかに記載の液体フィルター用濾材。

【請求項6】

積層一体化されたナノファイバーの積層量が $0.1 \sim 10 \text{ g/m}^2$ である請求項1～5のいずれかに記載の液体フィルター用濾材。

【請求項7】

(I)ポリマーを溶解させることのできる溶媒にポリマーを溶解させた溶解液を調製する工程、(II)前記溶解液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材に積層する工程、を備えていることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の液体フィルター用濾材の製造方法。

10

【請求項8】

(III)ポリマーを溶融させる工程、(IV)前記溶融液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材に積層する工程、を備えていることを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載の液体フィルター用濾材の製造方法。

【請求項9】

請求項1～8のいずれかに記載の濾材を少なくとも一部に用いた液体用フィルター。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、耐久性能に優れ、微小ダストを高効率に除去可能な、ナノファイバーからなる液体フィルター用濾材とその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

気体や液体に含まれる微粒子を除去するための濾材として、フィラメント、不織布、膜などが従来から濾材として多く使用されている。

これらの中で、膜濾材は均一な微小孔径を持ち、精密なる過が可能であるが、ダストによる圧力損失が急激に上昇するため、フィルター交換を頻繁に行う必要がある。

30

一方、繊維系濾材はシート内空間が多いため、捕捉されたダストによる圧力損失の上昇が緩やかであり、フィルター寿命が長いというメリットがあるが、その繊維径や繊維の分布状態から均一で微小孔径のシートを容易には得難いという問題がある。

【0003】

繊維系濾材は構成する繊維の直径を細くすることで高性能化することが可能であり、例えばメルトブローン不織布濾材やガラス繊維濾材などが高性能フィルターとして使用されている。

しかしながら、メルトブローン不織布は、通常 $2 \mu\text{m}$ 程度の繊維径の繊維から構成されているため、より微小なダストを捕捉するためには、カレンダー加工などにより密度調整を行い、捕集率を高める工夫がされている。そのため、高密度化により通液性が阻害されるといった問題がある。

40

一方、ガラス繊維では、 $1 \mu\text{m}$ 以下の直径からなる繊維径から構成する濾材を得ることが可能であり、高効率な捕集性能を示すが、シートにはバインダー成分が含まれるため、フィルターの使用条件によっては溶出物が発生するという問題がある。また、繊維の脱落が発生し易いという問題もある。このような背景のもと、溶出成分や繊維脱落物が無く、高効率かつ高寿命な濾材が望まれている。

【0004】

前記課題を解決するために長繊維不織布、すなわちスパンボンド不織布を構成する繊維を極細化することが検討されている。極細繊維シートの製造法としては、2成分以上のポリマーからなる複合繊維シートを作製し、アルカリ減量法や溶剤抽出法に代表されるよう

50

な、化学薬品を使用して複合繊維を構成するポリマーの一方の成分を除去する方法が知られている。しかしながら、1成分のみからなる極細繊維シートを得ることはできるが、除去する成分とは別の成分が好ましくない影響を受けるため、複合繊維を構成する成分の組み合わせが限定される場合が多い。

【0005】

一方、ポリビニルアルコール（以下、PVAと略記することもある）は水溶性のポリマーであって、その基本骨格と分子構造、形態、各種変性により水溶性の程度を変えることができることが知られている。また、PVAは生分解性であることが確認されている。地球環境的に、合成物を自然界といかに調和させるかが大きな課題となっている現在、このような基本性能を有するPVAおよびPVA系繊維は多に注目されており、例えば、溶融紡糸によりPVAと他の熱可塑性ポリマーとの複合長繊維を製造すると同時に得られた同複合長繊維を不織布とする方法について、さらには、同複合長繊維不織布からPVAを水で抽出除去して得られる異型断面あるいは極細繊維度を有する長繊維不織布について提案されている（例えば、特許文献1参照。）。また、抽出条件を制御してPVAの一部を不織布内に残存させることにより、耐久性に優れた親水性を有する極細長繊維不織布が得られることを見出し、それにより得られる極細長繊維不織布がフィルター材として適していることも見出されている（例えば、特許文献2参照。）。

10

しかしながら、これらの不織布では、極細長繊維を得るためにPVAをわざわざ抽出除去する必要があるばかりでなく、PVAの一部が不織布内に残存するよう抽出除去条件を設定しており、環境負荷的にもコスト的にも、また性能制御面でも問題がある。

20

【0006】

一方、抽出を不要としながら、極細繊維を得る方法として静電紡糸法が挙げられ、例えば、静電紡糸法により製造された平均繊維径 $0.01\mu\text{m}$ 以上 $0.5\mu\text{m}$ 未満の極細繊維集合体層と、平均繊維径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下の繊維集合体層とを備えている濾過材が提案されている（例えば、特許文献3参照。）。しかしながら、この濾過材は繊維径が $5\mu\text{m}$ 以下の非常に細かい繊維で構成されているため、濾過材の引張強力が低く、液体用フィルターとして使用するには加工性が非常に悪いものであった。

【0007】

【特許文献1】特開2001-262456号公報

【特許文献2】特開2006-089851号公報

【特許文献3】特開2005-218909号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明の目的は、従来の濾材に比べて、構成する繊維の直径が細く、使用の際に化学物質などの溶出や繊維の脱落の無い、高捕集性、高寿命のフィルター濾材を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らは、抽出除去自体を不要としながら高性能、高強力となるフィルターの開発について鋭意検討した結果、静電紡糸法により得られる平均繊維径が $10\sim 1000\text{nm}$ のナノファイバーを、繊維径が $5\mu\text{m}$ より大きい繊維で構成された基材へ積層したフィルター材が、高捕集性と高通液性、高強力を兼ね備え、従来からは予測できなかった高性能な濾材の製造が可能であることを見出した。

40

【0010】

すなわち本発明は、静電紡糸法により製造された、平均繊維径が $10\sim 1000\text{nm}$ であるナノファイバーと、平均繊維径が $5\mu\text{m}$ より大きい繊維で構成された不織布または織布からなる基材とが積層されたシートであり、以下(1)～(3)の条件を全て満足することを特徴とする液体フィルター用濾材に関する。

(1) 平均ポアサイズが $0.1\sim 10\mu\text{m}$ であること、

50

(2) JIS 11種ダストの捕集効率が90%以上であること、

(3) シートの縦方向および横方向の平均引張強力 B (kgf/15mm) が目付 A (g/m²) に対して下式を満足すること。

$$(100 \times B) / A \geq 1.0$$

【0011】

また本発明は、前記積層シートにおける基材および/またはナノファイバーが好ましくはポリオレフィン系繊維、ポリエステル系繊維、ポリアミド系繊維からなる群から選ばれる上記の液体フィルター用濾材であり、より好ましくは前記積層シートにおける基材および/またはナノファイバーがポリアミド系繊維である上記の液体フィルター用濾材であり、さらに好ましくは前記ポリアミド系繊維が、ジカルボン酸成分の60モル%以上が芳香族ジカルボン酸であるジカルボン酸成分とジアミン成分の60モル%以上が炭素数6~12の脂肪族アルキレンジアミンである上記の液体フィルター用濾材である。

10

【0012】

さらに本発明は、好ましくは通気度が0.1~20cc/cm²/secである上記の液体フィルター用濾材であり、より好ましくは積層一体化されたナノファイバーの積層量が0.1~10g/m²である上記の液体フィルター用濾材である。

【0013】

さらに本発明は、(I)ポリマーを溶解させることのできる溶媒にポリマーを溶解させた溶解液を調製する工程、(II)前記溶解液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材に積層する工程、を備えていることを特徴とするか、あるいは(III)ポリマーを溶融させる工程、(IV)前記溶融液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材に積層する工程、を備えていることを特徴とする上記の液体フィルター用濾材の製造方法である。

20

そして本発明は好適には上記の濾材を少なくとも一部に用いた液体用フィルターである。

【発明の効果】

【0014】

本発明によれば、微小ダストに対する捕集性能が高い濾材が得られる。また静電紡糸法により得られるナノファイバーは、積極的にエア等による加圧や吸引による減圧を施すことなく高電圧のみをドライビングフォースとしていることから、高い空隙率も保持している

30

ので、通気性、通液性も良好なシートとなり、更にはフィルターの加工性や耐久性も維持していることから、高寿命な濾材として好適に使用することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の濾材は、平均繊維径が10~1000nmのナノファイバーと、平均繊維径が5μmより大きい繊維で構成された不織布または織物である基材とが積層されたシートでなければならない。ナノファイバーの平均繊維径が1000nmよりも大きい場合には、極細化が十分でなく、繊維表面積が低下し、フィルターとしての捕集効率が著しく低下する。また、ナノファイバーの平均繊維径が10nmよりも小さい場合には、加工性が低下し、安定な生産が困難な場合がある。捕集効率と生産性双方を考慮した場合、好ましくは、平均繊維径は40~800nmであることが好ましく、更に好ましくは、100~600nmであることが好ましい。一方、不織布または織物を構成する基材の平均繊維径は5μmより大きい繊維である必要がある。不織布または織物を構成する基材の平均繊維径が5μm以下であると、後述するようにシートの引張強力が低く、フィルターとして加工する際の加工性が悪くなるばかりか、フィルターとしての耐久性も悪くなる。フィルターとしての捕集性能はナノファイバー層で確保し、フィルターの加工性や耐久性は基材で確保するようにするのがよい。基材の平均繊維径として、好ましくは6μm以上200μm以下、更に好ましくは7μm以上180μm以下である。

40

【0016】

50

また本発明の濾材の平均ポアサイズは $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ でなければならない。平均ポアサイズが $0.1 \mu\text{m}$ より小さい場合、不織布中の空隙性が低下し、フィルターとした場合、抵抗が大きく通液性が小さいフィルター材となる。一方、ポアサイズが $10 \mu\text{m}$ を超える場合には、ナノファイバーとしての機能が十分に発現せず、フィルターとした場合、捕集性が小さいフィルター材となる。捕集性と通液性双方を考慮した場合、平均ポアサイズは $0.2 \sim 9 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $0.3 \sim 8 \mu\text{m}$ であることがさらに好ましい。

【0017】

さらに本発明の濾材は、JIS 11種ダストの捕集効率が90%以上でなければならない。JIS 11種ダストは平均粒子径 $2.4 \mu\text{m}$ であり、該ダストの捕集効率が90%未満であると捕集性が小さい濾材となる。捕集効率は92%以上であることが好ましく、94%以上であることがより好ましい。

10

【0018】

またさらに本発明の濾材の縦方向および横方向の平均引張強力 $B \text{ (kgf/15mm)}$ が、目付 $A \text{ (g/m}^2\text{)}$ に対して $(100 \times B) / A \geq 1.0$ の関係を満足することが必要であり、 $(100 \times B) / A \geq 1.2$ であることが好ましく、 $(100 \times B) / A \geq 1.4$ であること更に好ましい。 $(100 \times B) / A < 1.0$ の場合、積層シートの強度が不十分であり、単独では液体フィルター材に必要とされる強度を維持することができず、フィルターの加工性や耐久性が確保できない。一方で、引張強力 $B \text{ (kgf/15mm)}$ と目付 $A \text{ (g/m}^2\text{)}$ は $(100 \times B) / A \geq 5000$ を満足することが好ましい。 $(100 \times B) / A > 5000$ の場合には積層体の柔軟性が低下する場合がある。なお、 $(100 \times B) / A$ の値は、基材構成繊維の繊維径、繊維強度、繊維絡合・熱圧着条件等により変えることが可能で、基材繊維径を大きくする、高強度繊維を用いる、あるいは繊維絡合・熱圧着条件を強化する等により、 $(100 \times B) / A$ の値を高くすることができる。

20

【0019】

本発明のシートに用いられる繊維を構成するポリマーの具体例としては、例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリヘキサメチレンテレフタレート等の芳香族ポリエステル、ポリ乳酸、ポリエチレンサクシネート、ポリブチレンサクシネート、ポリブチレンサクシネートアジペート、ポリヒドロキシブチレート-ポリヒドロキシバリラート共重合体、ポリカプロラクトン等の脂肪族ポリエステルおよびその共重合体、ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン10、ナイロン12、ナイロン612等の脂肪族ポリアミドおよびその共重合体、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリブテン、ポリメチルペンテン等のポリオレフィンおよびその共重合体、エチレン単位を25モル%から70モル%含有する水不溶性のエチレン-ビニルアルコール共重合体、ポリスチレン系、ポリジエン系、塩素系、ポリオレフィン系、ポリウレタン系、芳香族ポリアミド系、フッ素系のエラストマー等の中から少なくとも一種類を選んで用いることができる。もちろん、これらのポリマーは、共重合成分により共重合されていても良い。例えば、上記芳香族ポリエステルでは、テレフタル酸の一部やジオールの一部が他のジカルボン酸やジオールで置換されていてもよい。

30

【0020】

この中で、本発明の積層シートの基材は、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミドからなる群から選ばれることが好ましい。液体フィルターとして使用するには耐薬品性、耐久性、耐熱性等の性能が良好である必要あり、上記群の中から目的に応じた性能をもつポリマーを選定すればよい。

40

【0021】

また、本発明の積層シートのナノファイバーも、ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアミドからなる群から選ばれることが好ましい。液体フィルターとして使用するには耐薬品性、耐久性、耐熱性等の性能が良好である必要あるが、基材との接着性も重要な要素で、ナノファイバーの素材としては、基材と同じ/あるいは同系統ポリマーとする方が好ましい。

【0022】

50

中でもポリアミド系繊維がより好ましく、特にジカルボン酸成分の60モル%以上が芳香族ジカルボン酸であるジカルボン酸成分とジアミン成分の60モル%以上が炭素数6～12の脂肪族アルキレンジアミンであるポリマーからなるポリアミド系繊維であることが好ましい。このようなポリマーは、耐熱性だけでなく耐薬品性も従来のポリアミドやポリオレフィン、ポリエステルに比べて良好で、液体フィルターとしては好適に用いることができる。

上記ポリアミド系繊維を構成するポリマーにおいて、芳香族ジカルボン酸としては耐熱性、耐薬品性の点でテレフタル酸が好ましく、イソフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、2,7-ナフタレンジカルボン酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、1,4-フェニレンジオキシジ酢酸、ジフェン酸、ジ安息香酸、4,4'-オキシジ安息香酸、ジフェニルメタン-4,4'-ジカルボン酸、ジフェニルスルホン-4,4'-ジカルボン酸、4,4'-ビフェニルジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸を1種または2種以上を併用して使用することができる。かかる芳香族ジカルボン酸の含有量はジカルボン酸成分の60モル%以上が必要であり、75モル%以上であることが好ましい。上記芳香族ジカルボン酸以外のジカルボン酸としてはマロン酸、ジメチルマロン酸、コハク酸、3,3-ジエチルコハク酸、グルタル酸、2,2-ジメチルグルタル酸、アジピン酸、2-メチルアジピン酸、トリメチルアジピン酸、ピメリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、スベリン酸などの脂肪族ジカルボン酸；1,3-シクロペンタンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸等の脂環式ジカルボン酸を挙げることができ、これらの酸は1種類のみならず2種類以上用いることができる。中でも、耐熱性、耐薬品性の点でジカルボン酸成分が100%芳香族ジカルボン酸であることが好ましい。さらにトリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸等の多価カルボン酸を繊維化が容易な範囲で含有させることもできる。

また、ジアミン成分の60モル%以上は炭素数が6～12のアルキレンジアミンで構成され、かかる脂肪族アルキレンジアミンとしては、1,6-ヘキサレンジアミン、1,8-オクタレンジアミン、1,9-ノナンジアミン、1,10-デカンジアミン、1,11-ウンデカンジアミン、1,12-ドデカンジアミン、2-メチル-1,5-ペンタンジアミン、3-メチル-1,5-ペンタンジアミン、2,2,4-トリメチル-1,6-ヘキサレンジアミン、2,4,4-トリメチル-1,6-ヘキサレンジアミン、2-メチル-1,8-オクタレンジアミン、5-メチル-1,9-ノナンジアミン、等の直鎖または側鎖を有する脂肪族ジアミンなどを挙げるができる。中でも、耐薬品性の点で、1,9-ノナンジアミン、1,9-ノナンジアミンと2-メチル-1,8-オクタレンジアミンとの併用が好ましい。この脂肪族アルキレンジアミンの含有量はジアミン成分の60モル%以上であることが必要であり、75モル%以上、特に90モル%以上であることが、耐薬品性の点で好ましい。

更に本発明のポリアミドはその分子鎖の末端基の10%以上が末端封止剤により封止されていることが好ましく、末端の40%以上、更には末端の70%以上が封止されていることが好ましい。分子鎖の末端を封止することにより、得られる繊維の耐熱性、耐薬品性が優れたものとなる。

【0023】

また、積層シートの通気度が $0.1 \sim 20 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ であることが好ましい。通気度が $20 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ を超えると、捕集ダストを十分防止できなくなる。一方、通気度が $0.1 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ 未満の場合は、通液抵抗が高くなり、フィルター寿命が劣る。好ましくは $0.5 \sim 18 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ 、更に好ましくは、 $1.0 \sim 15 \text{ cc/cm}^2/\text{sec}$ である。

【0024】

また、積層一体化されたナノファイバーの積層量が $0.1 \sim 10 \text{ g/m}^2$ であることが好ましい。該ナノファイバーの積層量が 0.1 g/m^2 未満であると、捕集ダストを十分防止できなくなる。逆にナノファイバーの付着量が 10 g/m^2 を越えると、通液抵抗が高くなり、フィルター寿命が劣る。好ましくは、 $0.3 \sim 8 \text{ g/m}^2$ 、更に好ましくは0

10

20

30

40

50

. 5 ~ 6 g / m² である。

【 0 0 2 5 】

次に本発明の濾材を構成する積層シートの製造方法について説明する。本発明を構成するシートは、(I) ポリマーを溶解させ得る溶媒にポリマーを溶解させた溶解液を調製する工程、(II) 前記溶解液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材に積層する工程、を備えていること、または、(III) ポリマーを溶融させる工程、(IV) 前記溶融液を用いて静電紡糸法によりナノファイバーを基材布帛に積層する工程、を備えていることを備えていることが特徴である。

まず、ナノファイバーの原液を調製する。この原液は、ポリマーを溶解させることのできる溶媒に溶解させた溶解液でも、ポリマーを溶融させた融解液、いずれでも用いることができる。溶媒としては、水、有機溶剤等、問題なく使用可能である。この溶媒にポリマーを溶解し、均一に粒状ゲル物を無くして溶解したものを紡糸原液とする。ポリマーを溶融させる場合は、押し出し機で加熱溶融させてから原液として使用すればよい。

次に、上記紡糸原液を用いて、静電紡糸法によりポリマーを不織布または織物である基材に積層乃至は複合する。静電紡糸の方法としては特に制限はなく、紡糸原液を供給できる導電性部材に高電圧を印加することで、接地した対極側にナノファイバーを堆積させる方法をとる。これにより、原液供給部から吐出された紡糸原液が帯電分裂され、ついで電場により液滴の一点からファイバーが連続的に引き出され、分割された繊維が多数拡散する。ポリマーの濃度が 1 0 % 以下であっても、溶媒は繊維形成と細化の段階で乾燥しやすく、原液供給部より数 c m ~ 数十 c m 離れた設置された捕集ベルトあるいはシートに堆積する。堆積と共に半乾燥繊維は微膠着し、繊維間の移動を防止し、新たな微細繊維が逐次堆積し、緻密なシートが得られる。

【 0 0 2 6 】

以下、図 1 に示す装置により、本発明のナノファイバーシート化方法を簡単に説明する。図 1 において紡糸原液は、定量ポンプ 1 より計量送液され、分配整流ブロック 2 により均一な圧力と液量となるように分配され口金部 3 に送られる。口金部では中空針状の 1 ホール毎に突出させた口金 4 が取付けられ、電気絶縁部 5 によって電気が口金部 3 全体に洩れるのを防止している。導電材料で作られた、突出した口金 4 は無端コンペアからなる形成シート引取り装置 7 の進行方向に直角方向に多数並列に垂直下向きに取付けられ、直流高電圧発生電源の一方の出力端子を該突出した口金 4 に取付け、各突出口金 4 は導線により印加を可能にしている。形成シート引取り装置の無端コンペアにはアースをとった導電性部材 8 が取付けられ、印加された電位が中和できるようになっている。口金部 3 より突出口金 4 に圧送された紡糸原液は帯電分裂され、次いで電場により液滴の 1 点からファイバーが連続的に引き出され分割された繊維が多数拡散し、半乾燥の状態では形成シート引取り装置 7 に取付けられた導電性部材上に堆積し、該膠着が進行し、シートと引取り装置により移動され、その移動と共に次の突出口金の微細繊維の堆積を受け、次々と堆積を繰り返しながら緻密かつ均一なシート状物が形成される。

なお、このとき製造されるナノファイバーの繊維径はポリマーの原液濃度、口金 4 と形成シート引取り装置 7 との間の距離 (極間距離)、口金 4 に印加される電圧等の条件により所定の繊維径に制御することができる。

【 0 0 2 7 】

次に本発明の積層シートの基材に使用する織物、不織布の製造方法について説明する。基材となる織物の製造方法は特に限定されない。また、不織布としての製造方法も特に限定されず、スパンボンド法、メルトブローン法、スパンレース法、サーマルボンド法、ケミカルボンド法、エアレイド法、ニードルパンチ法等、いずれも好適に適應できる。尚、基材を構成する繊維は、構成される繊維の平均繊維径が 5 μ m よりも大きいものであれば目的に応じ任意に選定可能である。

【 0 0 2 8 】

次いで得られた基材に、前記したようにナノファイバーを積層する。積層させる量は 0 . 1 ~ 1 0 . 0 g / m²、好ましくは 0 . 2 ~ 5 . 0 g / m² の範囲で積層すればよい。

該ナノファイバーの積層量が 0.1 g/m^2 未満であると、捕集対象を十分防止できなくなる。逆にナノファイバーの付着量が 10.0 g/m^2 を越えると、通液抵抗が高くなり、寿命が短いものとなる。

【0029】

次いでこのようにして得られたナノファイバーと基材とを、エンボスやカレンダーによるサーマルボンド、または各種接着剤によるケミカルボンド等により接着させ、積層シートとすればよい。積層の構成としては、積層体の最表面が基材となる状態であれば特に制限されるものではなく、例えば図2に示すようなナノファイバーの単一層の両面が基材でサンドイッチされた状態、あるいは図3に示すような複数のナノファイバー層と基材層が積層された積層体の両面が基材でサンドイッチされた状態、いずれの場合も好適に採用できる。一方、積層体の最表面がナノファイバーとなる場合は、外部からの物理的損傷によりナノファイバーが破損される恐れがあるため、好ましくない。また該積層シートは、必要に応じて熱プレスまたは冷間プレスによって目的とする厚さに調整することも可能である。

10

【0030】

また本発明の目的や効果を損なわない範囲で、必要に応じて可塑剤、酸化防止剤、滑剤、紫外線吸収剤、光安定剤、帯電防止剤、難燃剤、潤滑剤、結晶化速度遅延剤、着色剤等を添加しても何等差支えない。

【0031】

さらに本発明に用いられる積層体は、目的に応じ、エレクトレット加工による帯電処理、プラズマ放電処理やコロナ放電処理による親水化処理等の後加工処理を行ってもよい。

20

【0032】

このようにして得られる積層シートからなる濾材は、微小ダストに対する捕集性能が高い。またナノファイバーは、積極的にエア等による加圧や吸引による減圧を施すことなく高電圧のみをドライビングフォースとしていることから、高い空隙率も保持しているのので、通気性、通液性も良好なシートとなり、更にはフィルターの加工性や耐久性も維持していることから、高寿命な濾材として好適に使用することができる。具体的な用途分野としては、例えば製薬工業分野、電子工業分野、食品工業分野、自動車工業分野等の液体濾過分野等が挙げられる。

【0033】

以下、実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれら実施例により何等限定されるものではない。なお以下の実施例において、各物性値は以下の方法により測定したものである。なお、実施例中の部及び%はことわりのない限り質量に関するものである。

30

【0034】

[平均繊維径]

顕微鏡(走査型電子顕微鏡;日立製作所社製「S-510」)により倍率5000倍で撮影した不織布構成繊維の断面の拡大写真から、無作為に20本の繊維を選び、それらの繊維径を測定し、その平均値を平均繊維径とした。

【0035】

[積層シートの目付 g/m^2 、引張強度 kgf/15mm]

JIS-L1906「一般長繊維不織布試験方法」に準拠して測定した。引張強度は、タテ方向とヨコ方向の引張強度から平均値を算出し、採用した。

40

【0036】

[積層シートの通気度 $\text{cc/cm}^2/\text{sec}$]

JIS-L1906「一般長繊維不織布試験方法」に準じて測定した。

【0037】

[積層シートのポアサイズ μm]

コールターエレクトロニクス社製「colter POROMETER II」により測定した。測定前にサンプルを蒸留水に浸漬し、浸漬後の湿潤サンプルを測定に用いた。また

50

ポアサイズとしては、平均径を採用した。

【0038】

[捕集効率 %]

JIS11種ダストを水に0.02%の割合で混合し、超音波攪拌機中で十分に均一分散させた後、0.05MPaの圧力で通過させ、吸光度法により通過前後の液の濃度を測定し、粒子の捕集効率を算出した。

【0039】

[実施例1]

(1) まず不織布基材を製造する。ジカルボン酸成分がテレフタル酸100モル%、ジアミン成分が1,9-ノナンジアミン50モル%、2-メチル-1,8-オクタンジアミン50モル%であるポリアミド(以降PA9T、極限粘度0.8dl/g、末端封止率91%、融点265)を製造した。該PA9Tを300で熔融紡糸し、2.9d texのバインダー繊維を得た。また、この繊維をホットプレート温度200で延伸し、0.7d tex(平均繊維径7.3μm)の主体繊維を得た。得られた主体繊維70質量%、及びバインダー繊維30質量%を加えて混合して原料とし、これを長網抄紙機にて抄紙し、ヤンキー型乾燥機にて乾燥して目付28.5g/m²、厚さ0.13mmの湿式不織布基材を得た。

(2) 次にナノファイバー層を形成する。まずPA9Tを5質量%となるようにヘキサフルオロイソプロパノール(以降、HFIPと称す)溶媒に投入後、25で静置溶解し、紡糸原液を得た。得られた紡糸原液を用い、図1の紡糸装置にて静電紡糸を行った。口金4として内径が0.9mmのニードルを使用した。また、口金4と形成シート引取り装置7との間の距離は8cmとした。さらに、形成シート引取り装置7に前記(1)で得られた湿式不織布基材を巻き付けた。次いでコンベア速度0.1m/分、原液を所定の供給量で口金から押し出し、口金に20kV印加電圧を与えてシリンダー上の不織布上に繊維径が611nmのナノファイバーを密度で1.0g/m²になるよう積層させた。

(3) 次に、上記(2)で得られたナノファイバー積層体と、上記(1)で得られた基材とを、ナノファイバーを挟む形でカレンダー処理(カレンダー条件;温度160、接圧0.1MPa、処理速度5m/分)にて貼り合わせ、図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0040】

[実施例2]

ナノファイバーの積層量を3.0g/m²とする以外は実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0041】

[実施例3]

基材をポリエステルのスパンボンド不織布〔東洋紡(株)製「エクーレ」〕とする以外は実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0042】

[実施例4]

基材をポリプロピレン製スパンボンド不織布〔出光ユニテック(株)製「ストラテックPP」〕とする以外は実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0043】

[実施例5]

基材をポリエステル繊維のスパンボンド不織布とし、更にナノファイバーを同じポリエステルとする以外は実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。

ナノファイバーの製造としては、ポリエステル樹脂〔(株)クラレ製「クラペットKS760K」〕を10質量%となるようにHFIP中30で静置溶解し、完全溶解したも

10

20

30

40

50

のを紡糸原液とした。得られた紡糸原液を用い、図1の紡糸装置にて静電紡糸を行った。口金4として内径が0.9mmのニードルを使用した。また、口金4と形成シート引取り装置7との間の距離は10cmとした。さらに、形成シート引取り装置7に前記ポリエステル樹脂〔(株)クラレ製「クラペットKS760K」〕からなるスパンボンド不織布を巻き付けた。次いでコンベア速度0.1m/分、原液を所定の供給量で口金から押し出し、口金に19kV印加電圧を与えてシリンダー上の不織布上に繊維径が297nmのナノファイバーを密度で1.0g/m²になるよう積層させた。積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0044】

[実施例6]

(1) 基材として目付30.0g/m²のポリプロピレン製スパンボンド不織布〔出光ユニテック(株)製「ストラテックPP」〕を用いた。

(2) 次にポリプロピレン樹脂を二軸押出機にて300 で熔融混練して紡糸原液とし、図1の紡糸装置にて静電紡糸を行った。口金4として内径が0.3mmのニードルを使用した。また、口金4と形成シート引取り装置7との間の距離は6cmとした。さらに、形成シート引取り装置7に上記(1)の基材を巻き付けた。次いでコンベア速度0.1m/分、原液を所定の供給量で口金から押し出し、口金に40kV印加電圧を与えてシリンダー上の基材上に繊維径が883nmのナノファイバーを5.0g/m²になるよう積層させた。

(3) その後、カレンダー温度を140 とする以外は実施例1と同様の方法で上記(2)で得られた積層体と上記(1)の基材とを貼り合わせ、図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。

【0045】

[比較例1]

ナノファイバーを積層しない以外は実施例1と同様の方法でシートを作成した。得られたシートの構成・性能を表1、表2に示す。ナノファイバー層がないため、捕集性能は非常に悪いものであった。

【0046】

[比較例2]

実施例のナノファイバー層に相当する層の繊維径が1488nmと太いこと以外は、実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの性能を表1、表2に示す。得られた積層シートは実施例のナノファイバー層に相当する層の繊維径が太いため、捕集性能は低いものであった。

【0047】

[比較例3]

ナノファイバーの積層量が0.05g/m²と少ないこと以外は、実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。得られた積層シートはナノファイバー層が非常に少ないため、捕集性能は悪いものであった。

【0048】

[比較例4]

基材を構成する繊維の平均繊維径が2.8μmである以外は、実施例1と同様の方法で図2に示す構造の積層シートを作成した。得られた積層シートの構成・性能を表1、表2に示す。得られた積層シートは基材を構成する繊維の繊維径が細いため、シートの引張強力が低く、液体用フィルターとして使用するには加工性が非常に悪いものであった。

【0049】

10

20

30

40

【表 1】

積層シート of 構成

	ナノファイバー層			基材層			
	ポリマー	平均繊維径 (nm)	目付 (g/m ²)	ポリマー	平均繊維径 (μm)	構造	目付 (g/m ²)
実施例 1	PA9T	611	1.0	PA9T	7.3	湿式不織布	28.5
実施例 2	PA9T	605	3.0	PA9T	7.3	湿式不織布	28.5
実施例 3	PA9T	608	1.0	ポリエステル	12.8	スパンボンド不織布	30.0
実施例 4	PA9T	613	1.0	ポリプロピレン	13.3	スパンボンド不織布	30.0
実施例 5	ポリエステル	297	1.0	ポリエステル	12.9	スパンボンド不織布	30.0
実施例 6	ポリプロピレン	883	5.0	ポリプロピレン	13.3	スパンボンド不織布	30.0
比較例 1		-		PA9T	7.3	湿式不織布	28.5
比較例 2	PA9T	1488	7.3	PA9T	28.5	湿式不織布	28.5
比較例 3	PA9T	601	0.05	PA9T	7.3	湿式不織布	28.5
比較例 4	PA9T	611	1.0	PA9T	2.8	湿式不織布	28.5

【 表 2 】

積層シート物性

	総目付A (g/m ²)	厚み (mm)	平均ポアサイズ (μm)	通気度 (cc/cm ² /sec)	引張強力B (kgf/15mm)	(100×B) / A	液体フィルター 捕集率 (%) *
実施例1	58	0.27	2.9	8.9	0.9	1.6	94.8
実施例2	60	0.28	2.2	3.3	1.0	1.7	98.9
実施例3	61	0.31	3.5	9.8	0.9	1.5	94.1
実施例4	61	0.30	3.4	9.6	1.1	1.8	93.5
実施例5	61	0.31	2.9	9.2	1.0	1.6	94.2
実施例6	49	0.28	5.8	12.2	0.9	1.8	90.8
比較例1	57	0.27	41.1	150.1	0.9	1.6	2.1
比較例2	58	0.27	20.3	30.1	1.0	1.7	46.4
比較例3	57	0.27	33.3	105.3	1.0	1.8	33.8
比較例4	58	0.28	2.4	9.5	0.4	0.7	96.2

*ダストJIS11種

【 産業上の利用可能性 】

10

20

30

40

50

【0051】

本発明の積層シートは、高い空隙率も保持しているため、通気性、通液性も良好であり、更にはフィルターとした場合の加工性や耐久性も維持していることから、高寿命な濾材として好適に使用することができる。具体的な用途分野としては、例えば製薬工業分野、電子工業分野、食品工業分野、自動車工業分野等の液体濾過分野等が挙げられる。

【図面の簡単な説明】

【0052】

【図1】本発明の液体フィルター用濾材を構成するナノファイバーを製造する装置を示す模式図。

10

【図2】本発明の液体フィルター用濾材を構成する積層シート（単一層のナノファイバー層）の構造を示す断面模式図。

【図3】本発明の液体フィルター用濾材を構成する積層シート（複数のナノファイバー層）の構造を示す断面模式図。

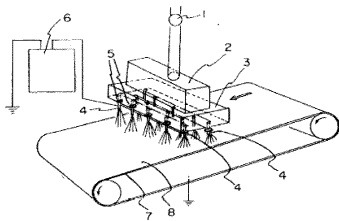
【符号の説明】

【0053】

- 1 ギャーポンプ
- 2 分配整流ブロック
- 3 口金部
- 4 口金
- 5 電気絶縁部
- 6 直流高電圧発生電源
- 7 形成シート引取装置
- 8 導電性部材

20

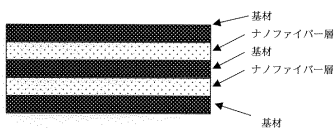
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 0 1 D 69/10 (2006.01) B 0 1 D 69/10

(72)発明者 西山 正一
岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内

審査官 中村 泰三

(56)参考文献 特開2006-069141(JP,A)
国際公開第2007/041311(WO,A1)
特開2005-270965(JP,A)
特開2005-218909(JP,A)
特開2002-191918(JP,A)
特開2006-289209(JP,A)
特開2007-070347(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B 0 1 D 3 9 / 1 6
D 0 4 H 3 / 0 0