



(51) МПК  
*B01D 39/00* (2006.01)  
*B82B 3/00* (2006.01)  
*A62B 7/00* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011144798/05, 07.11.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 07.11.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 07.11.2011

(45) Опубликовано: 20.03.2013 Бюл. № 8

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: WO 2011006967 A1, 20.01.2011. WO  
 2011015439 A1, 11.08.2005. US 7618702 B2,  
 17.11.2009. US 7083460 B2, 28.09.2010. RU  
 2281146 C2, 10.08.2006. RU 2280491 C2,  
 27.07.2006. RU 2414950 C1, 27.07.2011. US  
 20100144228 A1, 10.06.2010.

Адрес для переписки:  
 119296, Москва, Ленинский пр-кт, 71, кв.25,  
 Ю.Н. Филатову

(72) Автор(ы):

Филатов Юрий Николаевич (RU),  
 Перминов Дмитрий Валерьевич (RU),  
 Кириллова Ирина Васильевна (RU),  
 Филатов Иван Юрьевич (RU),  
 Щуров Павел Михайлович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Филатов Юрий Николаевич (RU),  
 Перминов Дмитрий Валерьевич (RU),  
 Кириллова Ирина Васильевна (RU)

(54) ФИЛЬТРУЮЩИЙ МАТЕРИАЛ, СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения волокнистых фильтрующих материалов. Фильтрующий материал выполнен из полиамидных нановолокон. Нановолокна получены методом электростатического формования, имеют диаметр от 70 до 300 нм при стандартном отклонении среднего диаметра волокна не более 30%, массу единицы площади от 0,02 г/м<sup>2</sup> до 1,2 г/м<sup>2</sup>. Материал размещен на нетканой подложке из полимерных микроволокон. Нановолокнистый материал получен по технологии Nanospider методом электростатического формования в

поле высокого напряжения, созданном между заряженным формующим и осадительным электродами. Волокна сформованы из раствора полиамида с концентрацией полиамида от 6 мас.% до 12 мас.% в смеси муравьиной и уксусной кислот, взятых в объемном соотношении 1:2 соответственно. Полученный материал используют в качестве рабочего слоя средств индивидуальной защиты органов дыхания. Изобретение обеспечивает возможность эффективного задержания аэрозольных частиц, содержащихся в воздухе при высокой термостабильности фильтрующего материала. 3 н. и 2 з.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл., 2 пр.

R U 2 4 7 7 6 4 4 C 1

R U 2 4 7 7 6 4 4 C 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2011144798/05, 07.11.2011

(24) Effective date for property rights:  
07.11.2011

Priority:

(22) Date of filing: 07.11.2011

(45) Date of publication: 20.03.2013 Bull. 8

Mail address:  
119296, Moskva, Leninskij pr-kt, 71, kv.25, Ju.N.  
Filatovu

(72) Inventor(s):

Filatov Jurij Nikolaevich (RU),  
Perminov Dmitrij Valer'evich (RU),  
Kirillova Irina Vasil'evna (RU),  
Filatov Ivan Jur'evich (RU),  
Shchurov Pavel Mikhajlovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Filatov Jurij Nikolaevich (RU),  
Perminov Dmitrij Valer'evich (RU),  
Kirillova Irina Vasil'evna (RU)

**(54) FILTRATION MATERIAL, METHOD OF ITS PRODUCTION AND APPLICATION**

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to production of fibrous filtration materials, particularly, those of polyamide nanofibres. Nanofibres are made by electrostatic forming and feature diameter of 70 nm to 300 nm at standard deviation of fibre mean diameter not exceeding 30% and unit area weight of 0.02 g/m<sup>2</sup> to 1.2 g/m<sup>2</sup>. Material is arranged on nonwoven substrate from polymer microfibres.

Nanofibre is produced in compliance with Nanospider technology by electrostatic forming in high-voltage field generated between charged forming electrode and precipitation electrode. Fibres are formed from polyamide solution with polyamide concentration of 6 wt % to 12 wt % in the mix of formic and acetic acids taken at the ratio of 1:2, respectively. Produced material is used as working layer of individual respirators.

EFFECT: efficient retention of aerosol particles.  
5 cl, 2 dwg, 1 tbl, 2 ex

R U 2 4 7 7 6 4 4 C 1

R U 2 4 7 7 6 4 4 C 1

Изобретение относится к области получения фильтрующих материалов из нановолокон, предпочтительно используемых для тонкой очистки воздуха от высокодисперсных аэрозолей, в частности, в аэрозольных фильтрах, респираторах и лицевых масках.

- 5 Известен сорбционно-фильтрующий материал для бактериальных фильтров из волокон политрифтостирола или полисульфона на основе бис-фенола А и 4,4-дихлорфенилсульфона, или поли-2,6-диметилфениленоксида, или поли-2,6-дифенилфениленоксида, или полидифениленфталида, или полиоксидифениленфталида, 10 в котором угол разориентации макромолекул в волокне не более 30°, диаметр волокна 0,1-10 мкм и общая пористость 80-98%. Способ получения этого материала включает электростатическое формование волокнистого нетканого материала из раствора полимера в органическом растворителе из группы: дихлорэтан, циклогексанон, трихлорэтилен, метилэтилкетон, при динамической вязкости 15 раствора 0,1-30 Пуаз, электропроводности раствора  $10^{-4}$ - $10^{-7}$  Ом $^{-1}$ см $^{-1}$  и объемном расходе раствора  $10^{-5}$ - $10^{-1}$  см $^3$ /с в расчете на один капилляр. (RU 2055632, 10.09.96)

Недостатком материала является дефицитность исходного сырья и недостаточная эффективность улавливания аэрозолей из-за относительно большого диаметра 20 волокон.

- Известен фильтрующий волокнистый материал, полученный методом электростатического формования из раствора смеси полимеров, включающей 25 сополимер стирола с акрилонитрилом, отличающийся тем, что волокна выполнены из смеси сополимера стирола с акрилонитрилом и полиуретаном, при их массовом соотношении (50-95):(50-5), соответственно, с диаметром 1-10 мкм, при этом материал характеризуется массой единицы площади 20-70 г/м $^2$  и аэродинамическим сопротивлением 3-30 Па при скорости потока воздуха 1 см/с. Способ получения этого 30 фильтрующего волокнистого материала представляет собой электростатическое формование волокон из раствора смеси полимеров, содержащей сополимер стирола с акрилонитрилом в органическом растворителе с динамической вязкостью 1-20 Пуаз и 35 удельной электропроводностью  $10^{-4}$ - $10^{-7}$  См/см, отличающийся тем, что формование осуществляют из раствора, дополнительно содержащего полиуретан при следующем содержании компонентов, масс.%:

сополимер стирола с акрилонитрилом	10-28
полиуретан	0,5-14
электролитические добавки, выбранные из иодидов или бромидов тетраалкиламмония	0,01-0,5
органические растворители, выбранные из ряда: дихлорэтан, этилацетат, бутилацетат, этанол	остальное

(RU 2357785, 10.06.09)

Недостатком данного материала является сложность технологии его получения, 45 низкая теплостойкость и подверженность старению под действием света.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является нетканый материал из полиамидных нановолокон с диаметром 80-190 нм, полученный по технологии Nanospider, из растворов полиамида 46 и 6 с концентрацией 12-27 мас.%, 50 в 95% муравьиной кислоте, при вязкости раствора от 600 мПа·с до 1000 мПа·с, при относительной влажности воздуха в зоне формования 27-45%. Нановолокна получают при использовании заряженного вращающегося цилиндрического электрода с 4 струнами. Расстояние между формующим и осадительным электродами составляет 10

см, приложенное напряжение 60 кВ. Полученный нетканый материал рекомендован для фильтрации, в топливных элементах, в электрических источниках тока, а также в защитных одеждах и покрытиях (WO 2011/006967 A1, 20.01.2011).

5 Недостатком данного способа получения материала является нестабильность процесса электроформования нановолокон во времени, и поэтому получаемые фильтрующие материалы являются неоднородными, и вследствие этого имеют низкую эффективность задержания высокодисперсных аэрозолей.

10 Задачей настоящего изобретения является повышение термостабильности нановолокнистого материала и его эффективности в отношении фильтрации высокодисперсных аэрозолей.

15 Поставленная задача решается описываемым фильтрующим материалом, выполненным из полиамидных нановолокон, полученных методом электростатического формования, и размещенных на нетканой подложке из полимерных микроволокон, при этом материал имеет следующие характеристики:

- средний диаметр нановолокна, равный 70-300 нм, при стандартном отклонении от среднего заданного диаметра волокна, не превышающем 30%;
- масса единицы площади нановолокнистого слоя, равная 0,02-1,2 г/м<sup>2</sup>;
- 20 - гидродинамическое сопротивление потоку воздуха при линейной скорости 1 см/с, равное 2-25 Па.

25 Поставленная задача решается также описываемым способом получения охарактеризованного выше фильтрующего материала, согласно которому осуществляют электростатическое формование полиамидных нановолокон в электрическом поле высокого напряжения от 75 кВ до 95 кВ, созданном за счет разности потенциалов между формующим заряженным вращающимся струнным электродом, частично погруженным в раствор полиамида, и осадительным электродом, размещенным напротив свободной поверхности формующего электрода, 30 и одновременно укладывают образующиеся нановолокна на движущуюся в межэлектродном пространстве нетканую микроволокнистую полимерную подложку.

35 Предпочтительно формование осуществляют из раствора полиамида в смеси муравьиной и уксусной кислот, взятых в объемном отношении 1:2, соответственно, при концентрации полимера в растворе 6-12 мас.%, при вязкости раствора 0,5-8,1 П, и удельной электропроводности 100-500 мкСм/см.

Предпочтительно формование осуществляют при температуре в зоне формования 20-25°C и относительной влажности 15-30%.

40 При формировании расстояние между формующим и осадительным электродами может составлять от 100 мм до 200 мм.

Поставленная задача решается также заявленным применением материала, охарактеризованного выше и полученного в соответствии с заявленным способом, в качестве рабочего слоя средств индивидуальной защиты органов дыхания, выбранных из респираторов или лицевых масок.

45 Для осуществления заявленного способа по так называемой технологии Nanospider использован известный из уровня техники аппарат, описанный, например, в RU 2365686, 2009, или в US 7615427, 2010.

50 Изобретение поясняется с помощью фигур, на которых представлены гистограммы распределения диаметров волокон полученных нановолокнистых материалов.

На фиг.1 представлена гистограмма распределения волокон по размерам, для среднего заданного диаметра волокон 300 нм.

На фиг.2 представлена гистограмма распределения волокон по размерам, для

среднего заданного диаметра волокон 100 нм.

Аналогичные гистограммы были получены для волокон с заданным средним диаметром 250, 200, 150 и 70 нм соответственно.

Из анализа гистограмм можно сделать вывод, что максимальное отклонение диаметра полученных волокон от среднего заданного диаметра волокна не превышает 30%.

Ниже приведены примеры получения материалов и характеристики полученных материалов.

Пример 1.

Приготавливают 12% раствор полиамида в смеси муравьиной и уксусной кислот в объемном отношении 1:2 с вязкостью 8,1 П, электропроводностью 180 мкСм/см, для получения нановолокнистого материала со средним диаметром волокон 300 нм и массой единицы площади слоя 1,2 г/м<sup>2</sup>.

Этот раствор наносят на поверхность вращающегося заряженного струнного электрода, по технологии Nanospider при напряжении между электродами 85 кВ и при температуре в зоне формования 25°C и относительной влажности воздуха 15%, образующиеся в поле высокого напряжения полиамидные нановолокна укладываются на нетканую подложку из полипропиленовых микроволокон, движущуюся в межэлектродном пространстве на расстоянии 2 см от осадительного электрода.

Характеристики материала сведены в таблицу 1. Отклонение размеров полученных волокон от среднего заданного диаметра волокна, составившее 21%, продемонстрировано с помощью гистограммы, представленной на фиг.1.

Для исследования эффективности материала полученный материал выдерживают в термошкафу при температуре воздуха 150°C в течение 24 часов, при этом эффективность фильтрации с линейной скоростью 1 см/с по частицам NaCl с диаметром 0,1 мкм составляет 99,7% при гидродинамическом сопротивлении 25 Па.

Пример 2.

Материал получен так же, как и в примере 1, но из 7% раствора полиамида в смеси муравьиной и уксусной кислот в объемном отношении 1/2 с вязкостью 1,5 П, электропроводностью 300 мкСм/см, при рабочем напряжении 75 кВ, температуре в зоне формования 20°C, относительной влажности воздуха 15%, для получения волокон со средним диаметром 100 нм при массе единицы площади слоя 0,02 г/м<sup>2</sup> на подложке из полипропиленовых микроволокон.

Характеристики материала сведены в таблицу 1. Отклонение размера волокон от среднего заданного диаметра волокна, составившее 18%, продемонстрировано с помощью гистограммы, представленной на фиг.2.

Полученный материал выдерживают в термошкафу при температуре воздуха 150°C в течение 48 часов, при этом эффективность фильтрации с линейной скоростью 1 см/с по частицам NaCl с диаметром 0,1 мкм составляет 50% при гидродинамическом сопротивлении 2 Па.

Примеры при других заявленных параметрах способа и характеристики полученных материалов сведены в таблицу 1.

Таблица 1.

№	Концентрация полиамида, мас.%	Средний диаметр волокон, нм	Вязкость, П	Сопротивление, Па	Масса единицы площади слоя нановолокон, г/м <sup>2</sup>	Эффективность фильтрации, %
1	12	300	8,1	25	1,20	99,7
2	7	100	1,5	2	0,02	50,0
3	10	250	5,4	5	0,20	75,1

4	9	200	4,3	19	0,50	99,5
5	8	150	2,5	10	0,18	95,5
6	6	70	0,5	25	0,16	99,98

5 Из полученного материала вырубают фильтроэлементы, которые затем скрепляют термомеханическим способом с наружным прикрывающим нетканым материалом из полимерных микроволокон.

10 Материалами, полученными в соответствии с представленными выше примерами, были снабжены средства индивидуальной защиты органов дыхания, выполненные в виде респиратора типа «СПИРО», а также в виде лицевой маски.

15 Упомянутые средства индивидуальной защиты содержали заявленный материал в качестве рабочего слоя, покрытого с лицевой стороны, обращенной к пользователю, слоем гигиенического материала из хлопка. Как респиратор, так и маска были снабжены стандартными средствами крепления.

20 Средства индивидуальной защиты, содержащие заявленный материал в качестве рабочего слоя, показали высокую степень задержания токсичных аэрозольных частиц при низком аэродинамическом сопротивлении респиратора и маски.

#### Формула изобретения

25 1. Фильтрующий материал, выполненный из полиамидных нановолокон, полученных методом электростатического формования, и размещенный на нетканой подложке из полимерных микроволокон, отличающийся тем, что материал имеет следующие характеристики:

25 - средний диаметр нановолокна, равный 70-300 нм, при стандартном отклонении от среднего заданного диаметра волокна, не превышающем 30%;  
- масса единицы площади нановолокнистого слоя, равная 0,02-1,2 г/м<sup>2</sup>;  
- гидродинамическое сопротивление потоку воздуха при линейной скорости 1 см/с,

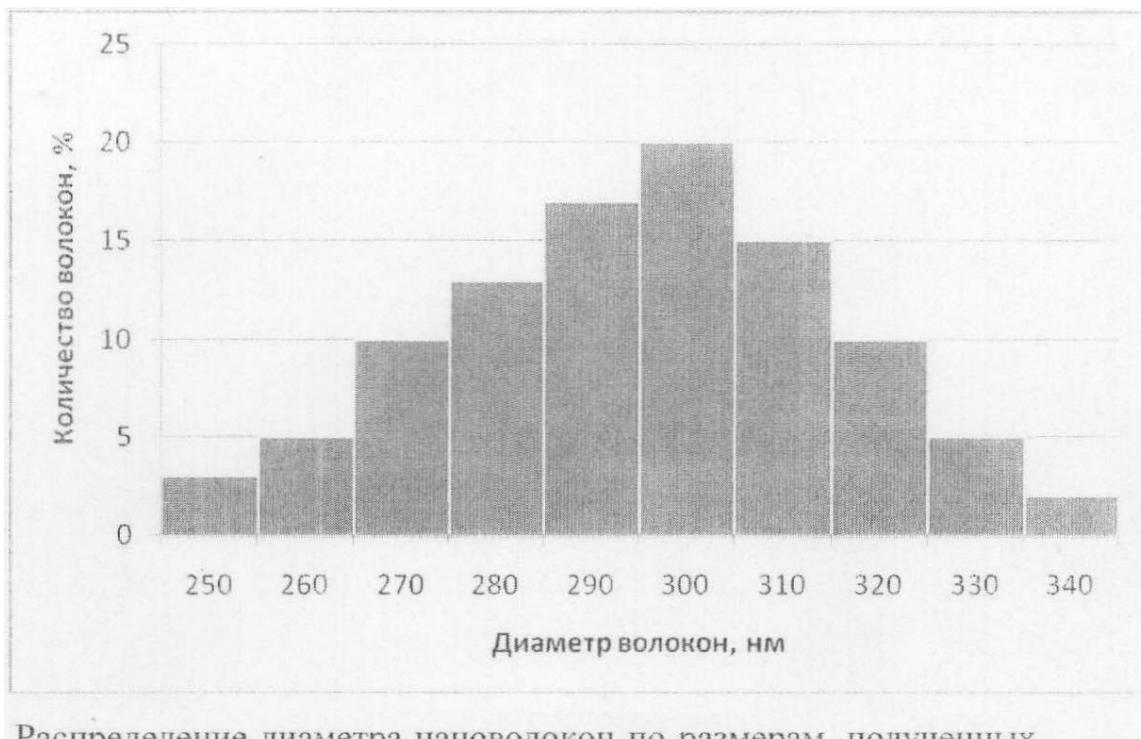
30 равное 2-25 Па.

35 2. Способ получения фильтрующего материала, охарактеризованного в п.1, заключающийся в том, что осуществляют электростатическое формование полиамидных нановолокон в электрическом поле высокого напряжения от 75 кВ до 95 кВ, созданном за счет разности потенциалов между формующим вращающимся струнным электродом, частично погруженным в раствор полиамида, и осадительным электродом, размещенным напротив свободной поверхности формующего электрода, и одновременно укладывают образующиеся нановолокна на движущуюся в межэлектродном пространстве нетканую микроволокнистую полимерную подложку.

40 3. Способ по п.2, отличающийся тем, что формование осуществляют из раствора полиамида в смеси муравьиной и уксусной кислот, взятых в объемном отношении 1:2 соответственно, при концентрации полимера в растворе 6-12 мас.%, при вязкости раствора 0,5-8,1 Пз и удельной электропроводности 100-500 мкСм/см, при этом формование осуществляют при температуре в зоне формования 20-25°C и относительной влажности 15-30%.

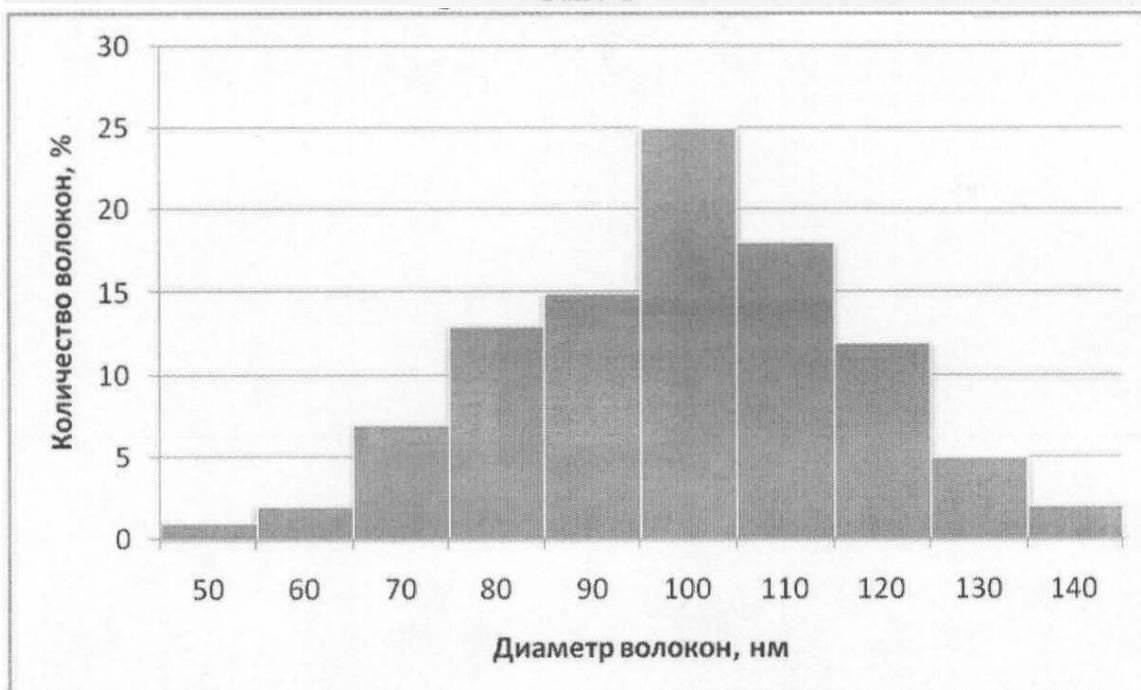
45 4. Способ по п.2, отличающийся тем, что формование осуществляют при расстоянии между формующим и осадительным электродами от 100 мм до 200 мм.

50 5. Применение материала, охарактеризованного в п.1 и полученного в соответствии с любым из пп.2-4, в качестве рабочего слоя средств индивидуальной защиты органов дыхания, выбранных из респираторов или лицевых масок.



Распределение диаметра нановолокон по размерам, полученных из раствора полиамида с концентрацией 12% (пример 1).

Фиг. 1



Распределение диаметра нановолокон по размерам, полученных из раствора полиамида с концентрацией 7% (пример 2).

Фиг. 2