

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
 【部門区分】第 3 部門第 5 区分
 【発行日】平成 17 年 9 月 29 日 (2005.9.29)

【公開番号】特開 2003-73964 (P2003-73964A)
 【公開日】平成 15 年 3 月 12 日 (2003.3.12)
 【出願番号】特願 2002-168500 (P2002-168500)
 【国際特許分類第 7 版】

D 0 4 H 3/03

D 0 4 H 3/00

【F I】

D 0 4 H 3/03 A

D 0 4 H 3/00 B

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 5 月 11 日 (2005.5.11)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(1) 無機成分を主体とするゾル溶液を形成する工程、
 (2) 前記ゾル溶液をノズルから押し出すとともに、押し出したゾル溶液に電界を作用させることにより細くして、無機系ゲル状細繊維を形成し、支持体上に無機系ゲル状細繊維を集積させる工程、及び
 (3) 前記集積させた無機系ゲル状細繊維を乾燥して、無機系乾燥ゲル状細繊維を含む無機系構造体を形成する工程
 を含むことを特徴とする、無機系構造体の製造方法。

【請求項 2】

(1) 無機成分を主体とするゾル溶液を形成する工程、
 (2) 前記ゾル溶液をノズルから押し出すとともに、押し出したゾル溶液に電界を作用させることにより細くして、無機系ゲル状細繊維を形成し、支持体上に無機系ゲル状細繊維を集積させる工程、及び
 (3) 前記集積させた無機系ゲル状細繊維を焼結して、無機系焼結細繊維を含む無機系構造体を形成する工程
 を含むことを特徴とする、無機系構造体の製造方法。

【請求項 3】

(1) 無機成分を主体とするゾル溶液を形成する工程、
 (2) 前記ゾル溶液をノズルから押し出すとともに、押し出したゾル溶液に電界を作用させることにより細くして、無機系ゲル状細繊維を形成し、支持体上に無機系ゲル状細繊維を集積させる工程、
 (3) 前記集積させた無機系ゲル状細繊維を乾燥して、無機系乾燥ゲル状細繊維を含む無機系構造体を形成する工程、及び
 (4) 前記無機系乾燥ゲル状細繊維を含む無機系構造体を焼結して、無機系焼結細繊維を含む無機系構造体を形成する工程
 を含むことを特徴とする、無機系構造体の製造方法。

【請求項 4】

電界を作用させて細径化された無機系ゲル状細繊維が支持体上に集積される前に、前記無

機系ゲル状細繊維に対して、有機系繊維、無機系繊維、有機系繊維及び / 又は無機系繊維からなる系、又は粉体を吹き付ける、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の無機系構造体の製造方法。

【請求項 5】

支持体が三次元的な立体形状を有することを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の無機系構造体の製造方法。

【請求項 6】

平均繊維径が 2 μ m 以下で、無機成分を主体とする無機系極細長繊維を含んでいることを特徴とする、無機系構造体。

【請求項 7】

前記無機系極細長繊維は、接点において、接着剤を介することなく接着していることを特徴とする、請求項 6 に記載の無機系構造体。

【請求項 8】

前記無機系極細長繊維の繊維径の CV 値が 0.8 以下であることを特徴とする、請求項 6 又は 7 に記載の無機系構造体。

【請求項 9】

前記無機系極細長繊維に、有機系繊維、繊維径が 2 μ m を超える繊維径の太い無機系繊維、無機系短繊維、有機系繊維と繊維径が 2 μ m を超える繊維径の太い無機系繊維と無機系短繊維とからなる群から選んだ繊維 1 種又はそれ以上からなる系、織物、編物、不織布、ネット、又は粉体が混合又は複合した状態で含まれている、請求項 6 ~ 8 のいずれか一項に記載の無機系構造体。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0005】

【課題を解決するための手段】

前記の課題は、本発明により、

(1) 無機成分を主体とするゾル溶液を形成する工程（以下、ゾル溶液形成工程と称することがある）、

(2) 前記ゾル溶液をノズルから押し出すとともに、押し出したゾル溶液に電界を作用させることにより細くして、無機系ゲル状細繊維を形成し、支持体上に無機系ゲル状細繊維を集積させる工程（以下、集積工程と称することがある）、及び

(3) 前記集積させた無機系ゲル状細繊維を乾燥して、無機系乾燥ゲル状細繊維を含む無機系構造体を形成する工程（以下、乾燥工程と称することがある）、及び / 又は前記集積させた無機系ゲル状細繊維を焼結して、無機系焼結細繊維を含む無機系構造体を形成する工程（以下、焼結工程と称することがある）

を含むことを特徴とする、無機系構造体の製造方法によって解決することができる。

このような本発明の製造方法によれば、乾燥及び / 又は焼結することにより、接着剤を使用することなく無機系構造体を製造することができるため、接着剤を使用することによる弊害を防ぐことができる。

本発明の製造方法の好ましい態様によれば、電界を作用させて細径化された無機系ゲル状細繊維が支持体を集積される前に、前記無機系ゲル状細繊維に対して、有機系繊維、無機系繊維、有機系繊維及び / 又は無機系繊維からなる系、又は粉体を吹き付けることができる。

本発明の製造方法の別の好ましい態様によれば、前記集積工程（2）で用いる支持体が三次元的な立体形状を有する。こうして得られる無機系構造体は、三次元的な立体形状を有するので、各種用途に適合させることができる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

更に、本発明は、平均繊維径が $2\mu\text{m}$ 以下で、無機成分を主体とする無機系極細長繊維を含んでいることを特徴とする無機系構造体に関する。

本発明の無機系構造体は長繊維からなるため繊維の脱落の可能性が低く、しかも平均繊維径が $2\mu\text{m}$ 以下と非常に細く、柔軟性に優れているため、各種形状に変形することができ、各種用途に適用することができるものである。

本発明の無機系構造体の好ましい態様においては、前記無機系極細長繊維が、接点において、接着剤を介することなく接着している。また、本発明の無機系構造体の好ましい態様においては、接着剤を実質的に含んでいない。このような無機系構造体は、接着剤が存在していないため、接着剤からの汚染物質が発生しにくいものである。

本発明の無機系構造体の別の好ましい態様においては、前記無機系極細長繊維の繊維径のCV値(=標準偏差/平均繊維径)が0.8以下である。このような無機系構造体は、性能が均一になるので好ましい。

本発明の無機系構造体の更に別の好ましい態様においては、前記無機系極細長繊維に、有機系繊維、繊維径が $2\mu\text{m}$ を超える繊維径の太い無機系繊維、無機系短繊維、有機系繊維と繊維径が $2\mu\text{m}$ を超える繊維径の太い無機系繊維と無機系短繊維とからなる群から選んだ繊維1種又はそれ以上からなる系、織物、編物、不織布、ネット、又は粉体が混合又は複合した状態で含まれている。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

前記の化合物としては、例えば前記元素の酸化物を挙げることができ、具体的には、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 B_2O_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 CeO_2 、 FeO 、 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 、 VO_2 、 V_2O_5 、 SnO_2 、 CdO 、 LiO_2 、 WO_3 、 Nb_2O_5 、 Ta_2O_5 、 In_2O_3 、 GeO_2 、 PbTiO_3 、 LiNbO_3 、 BaTiO_3 、 PbZrO_3 、 KTaO_3 、 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 NiFe_2O_4 、 SrTiO_3 などを挙げることができる。前記の無機成分は、一成分の酸化物から構成されていても、二成分以上の酸化物から構成されていてもよい。例えば、 SiO_2 - Al_2O_3 の二成分から構成することができる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

そのため、本発明の製造方法により製造した無機系構造体は、例えば、HEPAフィルタ用濾過材、ULPAフィルタ用濾過材、クリーンルームフィルタ用濾過材、純水フィルタ用濾過材、耐熱フィルタ用濾過材、排気ガスフィルタ用濾過材、液体フィルタ用濾過材、光触媒担持用基材、電池用セパレータ、プリント基板用基材、触媒シート、電気機械変換素子、微細気泡発生シート、触媒燃焼シート、太陽電池用カバー材、断熱材、又は液晶用スペーサ材などの用途に好適に使用することができる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

本発明の無機系極細長繊維含有無機系構造体は、繊維が脱落しにくく、柔軟性に優れ、表面積が広く、耐熱性に優れ、しかも汚染物質を発生しにくいものであることができるため、例えば、HEPAフィルタ用濾過材、ULPAフィルタ用濾過材、クリーンルームフィルタ用濾過材、純水フィルタ用濾過材、耐熱フィルタ用濾過材、排気ガスフィルタ用濾過材、液体フィルタ用濾過材、光触媒担持用基材、電池用セパレータ、プリント基板用基材、触媒シート、電気機械変換素子、微細気泡発生シート、触媒燃焼シート、太陽電池用カバー材、断熱材、又は液晶用スペーサー材などの用途に好適に使用することができるものである。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0081

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0081】

【実施例8】

(1) ゾル溶液形成工程

金属化合物としてテトラエトキシシラン、溶媒としてエタノール、加水分解のための水、触媒として1規定の塩酸を、1:5:2:0.003のモル比で混合し、温度78℃で、15時間の還流操作を行い、シリカ系原液を調製した。

一方、2-プロピルアルコールと、アルミニウムsec-ブトキシドと、アセト酢酸エチルとを0.4:0.08:0.08のモル比で混合し、温度78℃で、2時間の還流操作を行い、アルミナ系原液を調製した。

次いで、前記シリカ系原液と前記アルミナ系原液とを78℃で2時間混合し、溶媒をロータリーエバポレーターにより除去した後、温度60℃に加温して、粘度が2ポイズのゾル溶液を形成した。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】符号の説明

【補正方法】変更

【補正の内容】

【符号の説明】

- 1・・・ゾル溶液貯留部；21, 22, 23, 24・・・ノズル；
 3・・・対向電極；4・・・支持体；5・・・ヒーター；
 6・・・押えロール；7・・・紡糸室；71・・・排気口；8・・・乾燥室；
 9・・・巻き出しロール；9a, 10a・・・ガイドロール；
 10・・・巻き取りロール；30・・・電源；41, 42, 43・・・ローラ。