

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6118341号

(P6118341)

(45) 発行日 平成29年4月19日(2017.4.19)

(24) 登録日 平成29年3月31日(2017.3.31)

(51) Int.Cl.	F I
DO 1 D 5/08 (2006.01)	DO 1 D 5/08 F
DO 4 H 1/728 (2012.01)	DO 4 H 1/728
DO 4 H 3/16 (2006.01)	DO 4 H 3/16

請求項の数 4 (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願2014-548908 (P2014-548908)	(73) 特許権者	390023674
(86) (22) 出願日	平成24年12月20日(2012.12.20)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(65) 公表番号	特表2015-506417 (P2015-506417A)		アンド・カンパニー
(43) 公表日	平成27年3月2日(2015.3.2)		E. I. DU PONT DE NEMO
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/071047		URS AND COMPANY
(87) 国際公開番号	W02013/096672		アメリカ合衆国デラウェア州19805.
(87) 国際公開日	平成25年6月27日(2013.6.27)		ウィルミントン、センターロード974.
審査請求日	平成27年12月9日(2015.12.9)		ピー・オー・ボックス2915、チェスナ
(31) 優先権主張番号	61/578, 278		ット・ラン・プラザ
(32) 優先日	平成23年12月21日(2011.12.21)	(74) 代理人	100127926
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 結田 純次
		(74) 代理人	100140132
			弁理士 竹林 則幸

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 遠心紡糸法によって繊維ウェブを積層する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

遠心紡糸工程によりナノファイバーのウェブを積層する方法であって、

(i) 回転部材からの溶融ポリマーまたはポリマー溶液のフィブリルまたは繊維の形の繊維性の流れを、前記フィブリルの放出点においてフィブリルの放出の方向に実質的に平行な気流場中に放出するステップ、

(i i) 前記繊維性の流れを繊維細化するステップ、および

(i i i) 前記繊維細化された繊維性の流れを気流場によってコレクタの表面に導いてナノウェブを形成するステップ

を含み、

前記繊維性の流れが、前記放出点から前記コレクタの表面までのそれらの経路の全体または少なくとも一部に沿って帯電される、方法。

【請求項 2】

前記ウェブが、90×60cmの試料サイズに対して3000×2000ピクセルで測定したときに0.1～5の範囲にある均一性指数を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

請求項1に記載の、遠心工程によりナノウェブを積層する方法であって、

(i) 軸の周りを回転し、かつ紡糸ヘッド内に位置する紡糸ディスクまたはカップの表面から空気または不活性ガス中にポリマー溶融物を噴出させるステップであって、溶融フィブリルが、前記ディスクまたはカップの回転の軸に実質的に直角な方向に、繊維コレク

タと前記紡糸ヘッドとの間に確立された電場中へ前記表面から出て行き、かつ前記フィブリルが、遠心力および冷却によって繊維化されて、1, 000 nm未満の数平均繊維径を有するナノファイバーを形成する、ステップと、

(i i) 前記ポリマー溶融物、前記溶融フィブリル、前記ナノファイバー、またはこれらの3つの場所の任意の組合せに電荷を加えるステップと、

(i i i) 前記ナノファイバーを賦形気流で、上記(i i)における前記繊維上の前記電荷と反対の電荷を有するコレクタの方へ向けるステップと、

(i v) 前記コレクタ上に前記高分子ナノファイバーを捕集するステップとを含み、

前記紡糸ヘッドと前記コレクタとの間に位置する空気の乱流運動が、エアジェットによって抑制され、かつ前記繊維の運動が前記ナノファイバーと前記コレクタとの間の電位差によって左右され、前記賦形気流の影響を受けない領域が、前記コレクタに隣接し接触して存在する、

方法。

【請求項4】

高分子ナノファイバーを作製するための溶融紡糸装置であって、

(i) 繊維またはフィブリルの形の紡糸流体の流れが出て行くことを可能にする1ヶ所または複数ヶ所の放出点を有する回転部材の第一表面と、 (i i) イオン流が前記繊維上に電荷を生じさせるように、前記イオン流を前記紡糸流体に、または前記繊維もしくはフィブリルに、または繊維もしくはフィブリルと紡糸流体の両方に向けるための手段と、

(i i i) 上記(i i)における前記繊維上の前記電荷と反対の電荷を有する捕集ベルトと、

(i v) 上記フィブリルの放出点においてフィブリルの放出の方向に実質的に平行な気流場を形成するための手段および繊維化された繊維性の流れをコレクタの表面に向ける気流場を形成する手段と

を備える、装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2011年12月21日出願の米国仮特許出願第61/578, 278号に
関して米国特許法第119(e)条の下での優先権を主張し、かつそれに関する利益を請求する。上記仮特許出願は、その全体が本明細書の一部としてあらゆる目的に対して参照により援用される。

【0002】

本発明は、繊維積層工程を伴う繊維ウェブを形成するための方法に関する。具体的にはきわめて微細な繊維を作製し捕集して、例えば、空気および液体の濾過や、バッテリーおよびキャパシタのセパレータの分野における選択的バリアの最終用途に役立つ繊維ウェブにすることができる。

【背景技術】

【0003】

金属、金属合金、およびセラミックの粉末を作製のための遠心霧化法が当技術分野で知られている。高分子繊維、炭素ピッチ繊維、およびガラス繊維を作製のための遠心紡糸法が当技術分野で知られており、例えば、特許文献1、特許文献2、および特許文献3に開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】 米国特許第3, 097, 085号明細書

【特許文献2】 米国特許第2, 587, 710号明細書

【特許文献3】 米国特許第8, 277, 711号明細書

10

20

30

40

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、そのような繊維から有用なウェブを生み出すには、繊維を適切な配置に積層することが必要である。具体的には、繊維が遠心力により回転装置から形成されること、および回転している繊維流のパターンから立体配置および均一性などの望ましい特性を有する平坦なシートへの移行の達成が困難な場合があることにより問題は複雑になる。したがって、高い品質および均一性のウェブを簡単に形成する方法に対する必要性は依然として残っている。

【課題を解決するための手段】

10

【0006】

本発明は、コレクタに対して気流場と繊維の静電帯電とを併用することにより遠心紡糸工程からナノファイバーのウェブを積層する方法を目的とする。この方法は、

(i) 回転部材からの溶融ポリマーまたはポリマー溶液のフィブリルまたは繊維の形の繊維性の流れを、フィブリルの放出点においてフィブリルの放出の方向に実質的に平行な気流場中に放出するステップ、

(ii) その繊維性の流れを繊維化するステップ、および

(iii) その繊維化された繊維性の流れを気流場によってコレクタの表面に導いてナノウェブを形成するステップを含む。

20

【0007】

繊維性の流れは、放出点からコレクタの表面までのそれらの経路の全体または少なくとも一部に沿って帯電される。

【0008】

一実施形態ではこの工程によって積層されたウェブは、 90×60 cmの試料サイズに対して 3000×2000 ピクセルで測定したときに約0.1～約5の範囲にある均一性指数を有することができる。

【0009】

このナノファイバーは、コレクタ表面に実質的に直角な賦形気流によってコレクタに向けることができる。上記ステップ(iii)における気流場は、コレクタ表面の少なくとも一部に入る空気の流れをさらに含むことができ、この空気の流れは、回転部材の本体とコレクタ表面との間の領域から出てコレクタに実質的に直角である。

30

【0010】

ステップ(i)における気流場はまた、カップまたはディスクの半径上に位置する開口部を有するノズルからの空気を含むことができ、この気流は半径に対して $0^\circ \sim 60^\circ$ の角度で、ディスクの回転方向と反対の方向に向けられる。

【0011】

この方法の回転部材はカップまたはディスクを備えることができ、フィブリルは上記ディスクもしくはカップの表面の縁部から、またはカップの表面内またはカップの表面に位置するオリフィスから放出される。

40

【0012】

フィブリルまたは繊維は、回転部材、フィブリル、コレクタ表面、コレクタ表面の近傍に位置する構造物、またはこれらの場所の任意の組合せに電荷を加えることによってコレクタを基準にしたそれらの電荷を獲得することができ、この電荷は、回転部材、フィブリル、コレクタ表面、コレクタ表面の近傍に位置する構造物、またはこれらの場所の任意の組合せ上に位置するアース端子に対するものである。この電荷はまた、コロナ放電により生み出されるイオン流によって、または高周波放電などの他の手段によってフィブリルに加えることもできる。

【0013】

本発明はまた、遠心工程によってナノウェブを積層する方法であって、

50

(i) 軸の周りを回転し、かつ紡糸ヘッド内に位置する紡糸ディスクまたはカップの表面からポリマー溶融物を空気または不活性ガス中に噴出させるステップであって、溶融フィブリルは、ディスクまたはカップの回転の軸に実質的に直角な方向に、繊維コレクタと紡糸ヘッドとの間に確立された電場中へ表面から出て行く。またこの場合、フィブリルは遠心力および冷却によって繊維細化されて、1, 000 nm未満の数平均繊維径を有するナノファイバーを形成する、ステップ、

(ii) そのポリマー溶融物、溶融したフィブリル、ナノファイバー、またはこれら3つの場所の任意の組合せに電荷を加えるステップ、

(iii) そのナノファイバーを賦形気流で、上記ステップ(ii)における繊維上の電荷と反対の電荷を有するコレクタの方へ向けるステップ、および

(iv) コレクタ上でその高分子ナノファイバーを捕集するステップであって、紡糸ヘッドとコレクタとの間に位置する空気の乱流運動がエアジェットによって抑制されるステップ

を含む方法を対象とする。

【0014】

この実施形態では、繊維の運動がナノファイバーとコレクタとの間の電位差によって左右され、賦形気流の影響を受けない領域が、コレクタに隣接し接触して存在する。エアジェットは、カップまたはディスクの半径上に位置する開口部を有するノズルから流出することができ、その気流は、半径に対して0°～60°の角度で、ディスクの回転方向と反対の方向に向けられる。

【0015】

本発明はまた、さらなる実施形態において上記工程のいずれかによって作られるナノウェブを目的とする。

【0016】

さらなる実施形態において本発明は、高分子ナノファイバーを作製するための溶融紡糸装置であって、

(i) 繊維またはフィブリルの形の紡糸流体の流れが出て行くことを可能にするための1ヶ所または複数ヶ所の放出点を有する回転部材の第一表面と、

(ii) イオン流が繊維上に電荷を降ろすように、イオン流を紡糸流体に、あるいは繊維またはフィブリルに、あるいは繊維またはフィブリルと紡糸流体の両方に向けるための手段と、

(iii) 上記(ii)における繊維上の電荷と反対の電荷を有する捕集ベルトとを備える装置を対象とする。

【0017】

別のさらなる実施形態において本発明は、ナノファイバーが5.0未満、さらには1.0未満の均一性指数を有するパターンに積層されている1ヶ所または複数ヶ所の領域を含むナノウェブを目的とする。さらに別の実施形態において本発明は、90×60 cmの試料サイズに対して3000×2000ピクセルで測定したときに約0.1～約5の範囲にある均一性指数を有するウェブを目的とする。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】スピンドディスクの下繊維の捩じれおよび渦巻き例を示す図である。

【図2】本発明による繊維ウェブの積層に使用するのに適した遠心繊維紡糸装置の切欠き断面図である。

【図3】本発明の装置の繊維紡糸およびウェブ形成の領域内の電場の例を示す図である。

【図4】帯電しているが、本発明による空気管理の構成要素なしの繊維のパターンの例の切欠き側面図である。

【図5】本発明による繊維ウェブの積層に使用するのに適した空気管理を有する遠心繊維紡糸装置の例の切欠き側面図である。

【図6】本発明による繊維ウェブの積層に使用するためのスピンドディスクおよび渦巻き防

10

20

30

40

50

止ハブの回転を伴う空気管理を有する遠心繊維紡糸装置および気流場の例の切欠き側面図である。

【図 7】 A は、空気管理なしの気流場および繊維渦巻きパターンの例を示す図であり、B は、本発明による繊維ウェブの積層に使用するのに適した空気管理および帯電による気流場および繊維の傘型の流れの例を示す図である。

【図 8】 A は、繊維の傘型の流れのパターンの切欠き側面図の例を示す図であり、B は、本発明による繊維ウェブの積層に使用するのに適した空気管理および帯電による繊維の傘型の流れのパターンの上面図の例を示す図である。

【図 9】 ウェブ積層表面が上方または下方へ移動する間にウェブを円筒形立体配置に積層する切欠き側面図の例を示す図である。

10

【図 10】 本発明においてウェブの均一性の計算に使用される図である。

【図 11】 本発明においてウェブの均一性の計算に使用される図である。

【図 12】 A は、移動ベルトなしのポリプロピレン繊維の静止積層のウェブ画像であり、B は、移動ベルトありの同じ積層物を示す画像である。

【図 13】 A は、電場および空気管理なしの 90 cm の積層距離でのベルトコレクタ上の積層物の例を示す画像であり、B は、15 cm の積層距離で、電場および空気管理を適用した同じ積層物を示す画像である。

【図 14】 空気ありおよびなしのポリプロピレンウェブの積層の例を示す画像である。

【図 15】 空気あり、かつ静電場ありのポリプロピレンウェブの積層の例を示す画像である。

20

【図 16】 空気ありおよびなしのポリエチレンテレフタレートウェブの積層の例を示す画像である。

【図 17】 空気あり、かつ静電場ありのポリエチレンテレフタレートウェブの積層の例を示す画像である。

【図 18】 空気ありおよびなしのポリブテンウェブの積層の例を示す画像である。

【図 19】 空気あり、かつ静電場ありのポリブテンウェブの積層の例を示す画像である。

【図 20】 溶液紡糸工程によって積層されたウェブの例を示す画像である。

【発明を実施するための形態】

【0019】

本発明は、均一な繊維ウェブまたはナノウェブを生産するための繊維の遠心紡糸における静電帯電および空気管理の二元的使用の方法および工程に関する。

30

【0020】

定義

本明細書中で使用される用語「不織布」とは、繊維の配列において全体にわたる反復構造を肉眼によって見分けることができない複数の実質的にランダムに配向した繊維を含むウェブを指す。繊維は、互いに接合されてもよく、また接合されず、ウェブに強度および完全性を与えるように絡み合わされてもよい。繊維は、ステープル繊維または連続繊維であることができ、また単一の材料を含んでもよく、またそれぞれが異なる材料から作られる繊維の混合物として、またはそれぞれが異なる材料である同じ混合物から作られる一群の類似繊維のいずれかとして複数の材料の混合物を含んでもよい。

40

【0021】

本明細書中で使用される用語「ナノウェブ」は、「極微小繊維ウェブ」または「ナノファイバーウェブ」と同義語であり、ナノファイバーから主に構築される不織ウェブを指す。「主に」とは、本数単位または重量単位でウェブ中の 50 % を超える繊維がナノファイバーであることを意味する。ただし、本明細書中で使用される用語「ナノファイバー」とは、1000 nm 未満の、さらには 800 nm 未満の、さらには約 50 nm ~ 500 nm の、またさらには約 100 nm ~ 400 nm の数平均直径を有する繊維を指す。非円形断面のナノファイバーの場合、本明細書中で使用される用語「直径」とは、繊維の断面の最大寸法を指す。本発明のナノウェブはまた、70 % を超える、または 90 % を超えるナノファイバーを有することもでき、また 100 % のナノファイバーを含有することさえでき

50

る。

【0022】

「遠心紡糸工程」とは、繊維が回転部材からの溶解または熔融ポリマーの噴出によって形成する任意の工程を意味する。

【0023】

「回転部材」とは、それ自体から離れたところへ材料を繊維性の流れ（それからは遠心力によってフィブリルまたは繊維が形成される）の形態で推進または散布する紡糸装置を意味し、そのような推進を助けるために空気などの別の手段を使用するか否かを問わない。

【0024】

「フィブリル」とは、前駆体として形成されて、それらフィブリルを繊維化するときに微細繊維を形成することができる細長い構造体を意味する。フィブリルは、回転部材の放出点でポリマーの繊維性の流れが噴出するときに形成される。放出点は、例えば米国特許第8,277,711号明細書に記載されているような縁部か、または流体を押し出してフィブリルおよび繊維を形成するオリフィスであることができる。

【0025】

「気流場」とは、空気の流れの本発明の方法における任意の点または物理的場所における速さおよび方向を記述するベクトル場を意味する。本明細書中で使用される用語「空気」とは、空気自体、あるいは任意の他の不活性ガスまたはガス状流体、あるいはそのようなものの混合物を意味する。

【0026】

「帯電した」とは、工程内の物体が、帯電していない物体または正味電荷を有しない物体を基準にして正味電荷、正または負の極性を有することを意味する。

【0027】

「紡糸流体」とは、流動することができ、かつ繊維を形成することができる熔融物または溶液の形態の熱可塑性ポリマーを意味する。

【0028】

「放出点」とは、そこからポリマーの繊維性の流れが噴出してフィブリルまたは繊維を形成する回転部材上の場所を意味する。放出点は、例えば縁部か、またはフィブリルが押し出されるオリフィスであることができる。

【0029】

紡糸の方法

まず図1を踏まえて本発明の工程を使用しない紡糸工程を示す。回転部材の側面図および平面図に放出点(101)を出て行く繊維(102)を示す。繊維はコレクタ(103)上に付着する。一般には図1で概略的に示すように、繊維は制御された方法でコレクタの方へ流れず、またコレクタ上に均一には付着しない。本発明の方法は、特に均一なウェブを生成することを目的として、回転部材からの繊維性の流れの噴出によって形成されるフィブリルおよび繊維に、空気および静電帯電を適用することによってこの状況を軽減する。

【0030】

本発明の方法の一実施形態では、回転部材は紡糸ディスクであるが、これには限定されず、そこから繊維性の流れを放出してフィブリルおよび繊維を形成することができる縁部またはオリフィス（「放出点」）を有する任意の部材を使用することができる。次いでこの工程は、少なくとも1種類の熱可塑性ポリマーの紡糸熔融物または溶液を、前面の繊維放出点を有する加熱した回転散布ディスク、カップ、または他の装置の内側の紡糸面に供給するステップを含むことができる。紡糸熔融物または溶液（「紡糸流体」）は、その紡糸熔融物を薄い膜になるように、かつ放出点に向かって散布するために、そのような回転部材の内側の紡糸面に沿って分配される。この工程はさらに、連続的な別々の熔融ポリマーの繊維性の流れを前面の放出点から放出し、それによって形成される繊維性の流れまたはフィブリルを遠心力によって繊維化（すなわち先細にされ、かつ／あるいは厚さまたは

10

20

30

40

50

密度が減らされる)して高分子繊維を生成する放出のステップを伴うことができる。一実施形態では、このように形成される繊維は約1,000nm未満の平均繊維直径を有することができる。

【0031】

さらなる実施形態では、放出された繊維性の流れはまた、構成部品により放出点から離れて半径方向に向けられる気流によって繊維細化することもできる。

【0032】

さらに別の実施形態では回転部材は、ポリマー溶融物または溶液を放出する孔またはオリフィスを有することができる。その回転部材は、カップの形態、あるいは平坦または角のあるディスクの形態であることができ、かつ/またはその回転部材によって形成される

10

【0033】

帯電の方法

任意の高電圧直流電流(d.c.)源または単極高周波高電圧源を使用して、本発明の方法に用いられる静電場を与えることができる。例えば紡糸流体に電荷を与えるには電場が使用される。紡糸流体は、回転部材上にある間に、あるいは繊維性の流れ、フィブリル、または繊維の形態で放出されるときに、あるいは空気または静電場による繊維細化の結果として繊維が形成された後でさえ帯電させることができる。紡糸流体は、例えば回転部材に最も近い帯電した独立体によって生み出されるコロナ放電からのイオン電流によって直接に帯電させることができる。このような帯電した独立体の一例は、回転部材と同軸を有し、かつ溶融ポリマーまたはポリマー溶液の最も近くに位置する、あるいは繊維性の流れの放出時にフィブリルまたは繊維が形成されるときにそれらの最も近くに位置する電流を運ぶリングであろう。

20

【0034】

紡糸流体、フィブリル、または繊維は、さらにまたは別法で、コレクタ上または近くに保持された帯電物からの誘導によって帯電させることもできる。

【0035】

帯電工程において引き出される電流は小さい(好ましくは10mA未満)と予想される。供給源は、可変電圧設定値(例えば0kV~80kV)、コロナリングの場合は好ましくは-5kV~-15kV、また捕集プレートの場合は+50kV~+70kV、また静電場を確立する際に調整を可能にするために好ましくは(-)および(+)の極性設定値を有するべきである。

30

【0036】

したがって本発明の方法によって形成される繊維は、繊維とコレクタとの間に電場が存在するようにコレクタに対して帯電する。コレクタは、接地しても、また直接に帯電させてもよく、あるいはその近傍の、例えばその下方の帯電したプレートまたは他の独立体を介して間接的に回転部材に対して帯電させてもよい。

【0037】

本発明の方法によって形成される繊維は、ポリマー溶融物または溶液、溶融または溶解フィブリル(すなわち繊維性の流れ)、形成された繊維、あるいはこれらの3つの場所の任意の組合せに電荷を加えることによってそれらの帯電を達成することができる。

40

【0038】

本明細書において形成される繊維は、例えばコロナ放電と、繊維に最も近い帯電した独立体によって生み出される結果としてのイオン電流とによって直接に帯電させることができる。このような帯電した独立体の一例は、回転部材と同心で、かつ溶融ポリマーまたはポリマー溶液の最も近くに位置するか、あるいは回転部材からの繊維性の流れの放出時にフィブリルまたは繊維が形成されるときにそれらの最も近くに位置するリングであろう。

【0039】

様々な実施形態において電荷はコレクタのみに加えられ、そのポリマーは極性ポリマー

50

である。

【0040】

図2は、本発明の実施形態を実施するために使用することができる装置を図式的に示す。スピンプックは、スピンドisk 208を駆動するための回転中空シャフト201を備える。スピンドisk空気加熱室207が、スピンドiskの上側に取り付けられる。多孔空気吹出し板205を有する繊維延伸ゾーン空気加熱リング203が、スピンドisk空気加熱室207の周囲に組み立てられている。賦形空気リング202が、延伸ゾーン空気リングの上側に取り付けられ、繊維をコレクタ211の方へ導くように図2の姿勢で下方に垂直に空気を通す。ニードルアッセンブリ204を有する帯電したリングが、繊維流210を帯電させるために延伸ゾーン空気加熱リング203の内側に配置される。空気ハブ209が、回転シャフト201上のスピンドisk 208の下側に取り付けられる。電荷を運ぶ傘形の望ましい繊維流210が、スピンドiskとその加熱器との間隙からの空気、延伸ゾーンの空気、賦形空気、および回転する空気ハブからの気流の組合せによる気流場によって形成される。

10

【0041】

全部のスピンプックの下に真空ボックスウェブ積層コレクタ212を配置することができる。スピンプックからコレクタまでの距離は、10cm～15cmの範囲であることができる。コレクタは、多孔表面を有することができる。図2の実施形態では、コレクタの中心にスピンドiskよりもわずかに大きい直径を有する固体円板213が存在する。直径が空気ハブに近い帯電しないゾーン214が存在する。真空は、コレクタの隅部および縁部ではより高い強度でコレクタに施すことができ、コレクタの中心に向かうにつれて徐々にゼロまで減少させる。したがって様々な実施形態において真空は、コレクタの区域の中央では真空が存在しないように輪または環の形状で施すことができる。

20

【0042】

図3は、本発明の方法を実施するために使用することができる、また図2に示すような方法および装置の実施により得られる電場のパターンを示す。二元的帯電と空気管理の両方の組合せの本発明の立体配置の場合、図3に示すように繊維流は傘形に形成され、均一なウェブとして積層することになる。

【0043】

図4は、帯電しているが、本発明による空気管理の構成要素なしの繊維パターンの例の概略的切欠き側面図である。繊維(402)は、放出点(401)からコレクタ(403)に向かって吐き出される。しかしながら空気管理がないために、スピンドiskの下に乱流(404)が生じ、また均一性の劣るウェブが生じる。

30

【0044】

空気の適用方法

気流場は、その気流の方向および流量を特徴づける2つの領域を有する。第一の領域は、フィブリルまたは繊維を形成する回転部材からの繊維性の流れの放出点にある。この第一の領域における気流の方向は、回転部材の回転軸に実質的に直角である。気流の方向が実際に正確な直角である場合、あるいは気流の方向が正確な直角から20%未満、または15%未満、または10%未満、または5%未満、または1%未満外れている場合、その気流の方向は回転軸に実質的に直角である。

40

【0045】

気流は、回転部材の半径方向に沿っていてもよく、またそれに対して一定の角度であってもよい。空気は、回転部材の最も近くに位置する複数のノズルから供給することもでき、またスロットから供給することも、また別の方法で回転部材の縁部の周りに連続的に供給することもできる。空気は、回転軸から半径方向に外側へ向けることもでき、また空気が任意の特定のノズルから離れる点で半径に対して一定の角度で向けることもできる。

【0046】

したがって一実施形態では空気は、回転部材の半径上に位置する開口部を有するノズルから供給することができ、またその気流は半径に対して0°～60°の角度で、回転部材

50

の回転の方向と反対の方向に向けることができる。

【0047】

気流場の第二の領域は、コレクタに最も近いが、回転部材の外周から遠位の空間にある。この領域では気流は、コレクタ表面に実質的に直角である。したがってその空気は繊維をコレクタの表面に向け、そこでは繊維は、繊維上の静電帯電およびコレクタと回転部材との間の電場によって正しい位置に保持される。

【0048】

この領域における空気は、回転部材の下側に、その表面にコレクタに面して位置するノズルによって供給することができる。ノズルは、コレクタの方へ向けることができる。

【0049】

気流場はさらに、回転部材の本体とコレクタ表面との間の領域から出てコレクタに実質的に直角であり、コレクタに入る空気の流れを含むこともできる。

【0050】

図5では、本発明の方法の空気管理の構成要素を実施する装置の実施形態を示す。繊維性の流れ(524)は、紡糸ディスク(528)の端から噴出して繊維を形成する。この装置は、気流の吸込み口521、522、523を備える。形成された繊維をコレクタ525の方へ導くような方法で522および523から送られた空気(529)は、出口を通して噴出する。また、コレクタ表面を通して空気を引き取るためにコレクタの少なくとも一部の下に真空を施すこともできる。コレクタは、空気が流れない死角(526)を有してもよい。

【0051】

空気はまた、スピンドディスクの底面に位置するカップまたはハブ(527)を通して繊維に供給することもでき、また空気吸込み口521から供給することもできる。図5に概略的に見られるように空気は、放出点からの形成された繊維の噴出の方向に平行(530)に、または直角(531)に、または中間の角度(532)で流すことができる。本発明の様々な実施形態では、熔融ポリマーまたはポリマー溶液のフィブリルまたは繊維の形態の繊維性の流れは、回転部材から放出されて気流場に入る。この気流場は、フィブリルの放出点においてフィブリルの放出の方向に実質的に平行である。気流の方向が実際に正確な平行である場合、あるいは気流の方向が正確な平行から20%未満、または15%未満、または10%未満、または5%未満、または1%未満外れている場合、その気流の方向はフィブリルの放出の方向に実質的に平行である。本発明の様々な他の実施形態では空気は、回転部材が回転する軸に実質的に平行な方向に1個または複数個の空気放出口から放出される。気流の方向が実際に正確な平行である場合、あるいは気流の方向が正確な平行から20%未満、または15%未満、または10%未満、または5%未満、または1%未満外れている場合、その気流の方向は回転部材の軸に実質的に平行である。

【0052】

図6は、図5に示した装置の使用によって得ることができる気流場の例である。空気吸込み口631、632、および633は、コレクタの方へ繊維流637を運ぶ気流場(634、635、および637によって表される)を発生させる。図4に示す乱流挙動が抑制される。

【0053】

図7Aおよび7Bは、本発明の気流管理ありの場合となしの場合に得られる気流場間の比較を概略的に示す。空気管理が存在しない場合、具体的にはハブがない(図5中に527で示す)場合、空気はスピンドディスクの下で渦を巻き、繊維の積層に不安定さをもたらす傾向がある。ハブから向けられる中心の空気の場合、渦巻きを起こすことはもはや明白ではない。

【0054】

放出点からの繊維性の流れの噴出時に繊維が形成されるとき望ましい繊維流のパターンは、ディスク縁部で均一な繊維分布を有し、かつコレクタ上に向かって下方へ広がる傘である。このパターンを、図8Aおよび8Bの側面図および平面図に概略的に示す。

【0055】

繊維の積層

本発明の繊維ウェブを生成するために複数のスピンヘッドを使用することができる。積層するウェブの配列は、ウェブ積層表面が、例えばコンベヤベルト上など、移動している間に複数のスピンヘッドからの繊維の傘状の流れから得られる。

【0056】

ウェブをスクリム上に積層する場合、巻戻機および巻取機をウェブ積層コレクタの両側に配置する。単体のスクリムなしのウェブを積層する場合、移動する丸ベルトがウェブ積層コレクタを囲み、そのベルトの先端部がウェブ積層コレクタの上面に接する。ウェブは、巻取機へ向かう短い先導スクリム上で積層を開始され、次いで連続的にウェブを積層するための、かつ巻取機に巻き上げて単体のウェブロール製品を形成するためのベルトの表面に積層される。

【0057】

別のウェブ積層配列として、図9は、ウェブ積層面が上方または下方へ移動している間にウェブを円筒形立体配置に積層する切欠き側面図の例を示す。スピンパック931が、帯電面934を有する円筒形真空コレクタ933の中心に配置される。935によって表される気流場が、繊維流937をコレクタの円筒状内面の方へ向けて運ぶ。一对の成形ホーン932が、平ベルトコレクタに入るときに円筒形に変換するために、またその円筒形を、コレクタから立ち退くときに平ベルトに変換するために使用される。

【0058】

繊維は、遠心力利用の繊維またはナノファイバーの紡糸に使用することができる熱可塑性樹脂のいずれかから紡糸することができる。それらには、極性ポリマー、例えばポリエステル、すなわちポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、およびポリトリメチルテレフタレート（PTT）と、ナイロン（ポリアミド）とが挙げられる。また好適な非極性ポリマーには、ポリプロピレン（PP）、ポリブチレン（PB）、ポリエチレン（PE）、ポリ4-メチルペンテン（PMP）、およびこれらのコポリマー（EVAコポリマーを含めた）と、ポリスチレンポリメチルメタクリレート（PMMA）、ポリトリフルオロクロロエチレン、ポリウレタン、ポリカーボナート、シリコン、およびこれらのブレンドとが挙げられる。非極性ポリマーでは帯電剤が存在する場合、本発明の方法は、より良く機能するはずである。

【0059】

様々な他の実施形態において本発明の方法は、本明細書中で得られるような不織ウェブから物品を製造するステップをさらに含む。製造のステップは、不織ウェブを切断し縫い合わせる、および／または不織ウェブを他の層、例えば布またはフィルムと組み合わせて多層ラミネートまたは他の構造体を形成することを含むことができる。本明細書中で得られるような不織ウェブから製造される物品には、フィルター、燃料電池の膜、またはバッテリーにおいて電解液中で電極を分離するために使用されるセパレータを挙げることができる。

【0060】

装置

本発明はさらに、遠心紡糸工程によりウェブを積層するための装置を対象にする。本明細書中で開示される高分子繊維を作製するための溶融紡糸装置は、

- ポリマー溶融物または溶解フィブリルの流れが出て行くことを可能にする縁部またはオリフィスを有する軸の周りを回転する回転部材と、
- イオン流が繊維上に電荷を発生させるようにイオン流をポリマー溶融物または溶液、あるいはフィブリル、あるいはこの両方に導くための手段と、
- 上記(i i)における繊維上の電荷と反対の電荷を有する捕集ベルトと、
- 回転部材の下側に位置し、表面がコレクタに面するノズル（これらノズルはコレクタの方に向けられていてもよい）と、
- 回転部材の半径上に位置する開口部を有し、その気流が半径に対して0°～60°

の角度で、回転部材の回転方向と反対の方向に向けられるノズルとを含む。

【0061】

複数のノズルを回転部材の最も近くに位置させ、回転軸から半径方向に外方へ向けることができ、あるいはこれらノズルは、空気が任意のある特定のノズルを離れる点で半径に対して一定の角度に向けることもできる。

【0062】

ウェブ構造

本発明で考案されるものはさらに、本明細書中で定義したような非常に高い均一性指数（U I）を有するウェブを目的とする。好ましい実施形態ではウェブはナノウェブである。本発明の工程を使用して達成することができる均一性の可能性のあるレベルを、幾つかの非限定的な実施例に関して下記に説明することにする。

【0063】

様々な他の実施形態では本発明で考案されるものは、（a）回転部材を（i）回転部材内に含まれる溶融ポリマーまたはポリマー溶液に遠心力を加えるように、かつ（i i）その溶融ポリマーまたはポリマー溶液の繊維性の流れを回転部材から放出するように回転させるステップと、（b）その繊維性の流れに実質的に平行な気流場を適用して繊維性の流れを繊維化し、それによりフィブリルおよび／または繊維を形成するステップと、（c）そのフィブリルおよび／または繊維に気流場および電荷を加えて、それらをウェブコレクタの表面に向かわせるステップと、を含む繊維のウェブの積層方法を含む。

【0064】

様々な他の実施形態では本発明で考案されるものは、（a）軸を中心に回転し、溶融ポリマーまたはポリマー溶液の繊維性の流れを放出するための1ヶ所または複数ヶ所の放出点を有する回転部材と、（b）繊維性の流れの放出の方向に実質的に平行または回転部材の軸に実質的に平行な方向に、かつ／または回転部材の軸に実質的に直角な方向に空気を放出するための1ヶ所または複数ヶ所の空気放出口と、（c）繊維性の流れから形成されるフィブリルまたは繊維に電荷を加えるための電圧源と、（d）繊維を捕集し、そこからウェブを形成するための捕集表面であって、その捕集表面がフィブリルまたは繊維上の電荷と極性が反対の電荷を有するウェブを形成するための捕集表面とを含む、高分子繊維のウェブを作製するための紡糸装置を含む。

【実施例】

【0065】

本発明で考案されるものの幾つかの実施形態の運用および効果は、下記に述べる一連の実施例からより完全に理解することができる。これらの実施例の基になる実施形態は代表に過ぎず、本発明を例示する実施形態の選択は、実施例中に記述されない材料、構成部品、立体配置、設計、条件、および／または手法が、本明細書中で使用するのに適さないことを示すものではなく、実施例中に記述されない主題が、別添の特許請求の範囲およびその均等物の範囲から除外されることを示すものでもない。

【0066】

均一性指数の測定

L E Dアレーを用いた照明板からの均一に送られる光を提供する照明箱の上にウェブ試料を置いた。所望のメガピクセル数で様々なサイズの試料から画像を撮影するためにデジタルカメラを使用した。

【0067】

均一性指数の計算は下記のステップを含む。

（i）まずピクセルフィールドを一連の2×2のピクセルブロックに分割する。この区域を層1と定義する。

（i i）次に層1についての図10を参照すると、ブロックA A'に対する差違率（「PD」）の値は、

$$PD(A, A') = 100 \sum Abs(L_i - L_j) / (6 \times 256)$$

から計算される。式中、 L_i はピクセル i の光度値であり、また総和は $j = 1 \sim 4$ の $i < j$ に対するものであり、したがってその和には 6 つの項が存在し、またその光度は 256 の目盛り範囲を有する。

(i i i) ブロック AA' に対する絶対光度 (「 AL 」) は、

$$AL(A, A') = \sum L_i / 4$$

から計算される。式中、和は $i = 1 \sim 4$ に対するものである。

(i v) PD および AL の値がレベル 1 中の 2×2 ブロックの全てについて計算され、次いで層 1 の UI 値が、

$$UI_1 = [\text{ブロックの PD (m, n) の全ての SD}] \times [\text{ブロックの PD (m, n) の全ての平均}] \times [\text{ブロックの AL (m, n) の全ての SD}]$$

から計算される。式中、 SD は標準偏差を指す。

【0068】

図 10 は、次にレベル 1 中のブロック AA' が、どのようにしてレベル 2 中の単一ブロックの構成要素になるのかを示す。次に、上記過程のステップを、層 2 について画像が保持することができる最大層数まで繰り返す。ただし、その層の定義は図 11 に見られる。例えば、層 1 は、 2×2 ピクセルの四角形からなるブロックからなる。層 2 は、各ブロックがピクセルの四角形でなく、層 1 由来の 2×2 ピクセルのブロックからなる 4 個のブロック (2×2) からなる。層 3 は、各ブロックが層 2 由来の 4×4 ピクセルのブロックからなる 4 個のブロックからなり、画像がもはやそれ以上のレベルを収容できなくなるまでこれを続ける。

【0069】

次いで均一性指数 (UI) が、画像中の層の全ての平均 UI 、すなわち

$$UI = \sum UI_i / N$$

として定義される。式中、和はレベル数に対するものであり、また N は画像中の層の総数である。

【0070】

均一性指数 (UI) が低いほど、繊維のより均一な分布を表す。

【0071】

以後、本発明で考案されるものを下記の実施例においてより詳細に述べることにする。下記実施例中のウェブ画像は、 $90 \times 60 \text{ cm}$ の試料サイズに対して 3000×2000 ピクセルで撮影され、測定された。

【0072】

実施例 1：静電場なし

図 2 に例示したような装置を用いて、低分子量 (M_w) ポリプロピレン (PP) ホモポリマーである *Lyondell Basell* の *Metocene MF650Y* から連続繊維を作製した。これは、 $M_w = 75,381 \text{ g/mol}$ およびメルトフローレート $= 1800 \text{ g/10 分}$ ($230^\circ\text{C}/2.16 \text{ kg}$) である。ギアポンプを備えた *PRISM* 押出機を使用し、供給管を介してこのポリマー溶融物を回転するスピンドディスクに送った。溶融物供給管からの紡糸溶融物の温度は 240°C に設定した。ディスク加熱空気は 260°C に設定した。延伸ゾーン加熱空気は 150°C に設定した。賦形空気は 30°C に設定した。スピンドディスクの回転速度は、一定の $10,000 \text{ rpm}$ に設定した。中空回転シャフトを通る中心の空気は存在せず、また渦巻き防止ハブは使用しなかった。その中心ではスピンドディスクの下ウェブコレクタからの上向きの気流は存在しなかった。この試験の間、電場またはイオン荷電は使用されなかった。

【0073】

ナノファイバーウェブを 15 cm の積層距離でベルトコレクタ上に積層した。繊維サイズを、走査電子顕微鏡法 (SEM) を用いて画像から測定し、繊維がおよそ算術平均 $= 430 \text{ nm}$ および中央値 $= 381 \text{ nm}$ の平均繊維径を有すると判定された。図 12 (A) は、移動ベルトなしの静止積層のウェブ画像を示す。繊維の渦巻きパターンが、スピンドディスクの下ウェブの中心に現れた。このウェブの均一性指数は、 $UI = 70.0935$ で

あった。同じ条件下で図12(B)は、ベルトが22.5cm/分で移動するウェブ積層のウェブ画像を示す。繊維の渦巻きパターンがウェブの中心領域に沿って現れた。ウェブの均一性指数は、 $UI = 10.8841$ であった。

【0074】

実施例2

実施例1の場合と同じ紡糸条件で、図13(A)に示すナノファイバーウェブを、電場または電荷なしで90cmの積層距離でベルトコレクタ上に積層した。ベルトの速度は22.5cm/分であった。図13(A)は、その得られたウェブを示す。ウェブの均一性指数は、 $UI = 10.4638$ であった。

【0075】

図13(B)は、15cmの積層距離で、かつこの同じ紡糸条件下で静電帯電ありのウェブのウェブ画像を示す。中心の空気は中空回転シャフトを通して供給され、渦巻き防止ハブ(図5中の527)を使用した。ウェブの均一性指数は、 $UI = 0.15294$ であった。

【0076】

実施例3

図2に例示したような装置を用いて、ポリプロピレン(PP)50%/高Mw PPと低Mw PPのブレンド50%から連続繊維を作製した。高Mw PPは、Phillips SumikaのMarlex HGX-350であった。これは、 $Mw = 292,079$ g/モルおよびメルトフローレート=35g/10分(230℃/2.16kg)を有した。低Mw PPは、実施例1で使用したLyondellBasellのMetocene MF650Yである。これは、 $Mw = 75,381$ g/モルおよびメルトフローレート=1800g/10分(230℃/2.16kg)のものであった。

【0077】

ギアポンプを備えたPRISM押出機を使用し、供給管を介してこのポリマー溶融物を回転するスピンドディスクに送った。溶融物供給管からの紡糸溶融物の温度は260℃に設定した。ギアポンプの速度は、一定の12psiの圧力で約5g/分の溶融物送り速度に設定した。ディスク加熱空気は280℃に設定した。延伸ゾーン加熱空気は180℃に設定した。賦形空気は30℃および15SCFMに設定した。スピンドディスクの回転速度は、一定の10,000rpmに設定した。ベルトの速度は22.5cm/分であった。

【0078】

ナノファイバーウェブを、14cmの積層距離でベルトコレクタ上に積層した。繊維サイズを、走査電子顕微鏡法(SEM)を用いて画像から測定し、繊維がおおよそ算術平均=640nmおよび中央値=481nmの平均繊維径を有すると判定された。

【0079】

回転シャフトを通るハブへの中心の空気を30℃に設定し、帯電なしの場合、図14(A)は、ウェブの均一性指数 $UI = 17.6782$ のウェブ画像を示す。繊維束がウェブ中に現れた。

【0080】

コレクタベルト上に+50kVおよび0.6mAと、コロナリング上に-12kVおよび0.6mAとの二元的電圧電荷を有し、空気管理なしの場合、図14(B)は、ウェブの均一性指数 $UI = 5.07558$ であることを示す。それにもかかわらず、スピンドディスクの下部のウェブの中心に現れる繊維の渦巻きパターンの縞が存在した。二元的電荷および空気管理ありの場合、図15は、ウェブの均一性指数が $UI = 2.36221$ であることを示す。

【0081】

実施例4

図1に例示したような装置を用いて、Eastman Chemicalのポリエチレンテレフタレート(PET)ホモポリマーであるPET F61から連続繊維を作製した。ギアポンプを備えたPRISM押出機を使用し、供給管を介してこのポリマー溶融物を

10

20

30

40

50

回転するスピンドディスクに送った。溶融物供給管からの紡糸溶融物の温度は260℃に設定した。ギアポンプの速度は、一定の12psiの圧力で約5g/分の溶融物送り速度に設定した。ディスク加熱空気は280℃に設定した。延伸ゾーン加熱空気は180℃に設定した。賦形空気は30℃に設定した。スピンドディスクの回転速度は、一定の10,000rpmに設定した。積層ベルトは22.5cm/分で移動した。

【0082】

ナノファイバーウェブを、14cmの積層距離でベルトコレクタ上に積層した。繊維サイズを、走査電子顕微鏡法(SEM)を用いて画像から測定し、繊維がおよそ算術平均=730nmおよび中央値=581nmの平均繊維径を有すると判定された。

【0083】

回転シャフトを通る中心の空気を30℃に設定し、中心の上向きの気流あり、帯電なしで実施された。図16(A)は、ウェブの均一性指数がUI=11.2202のウェブ画像を示す。繊維束がウェブ中に現れた。

【0084】

コレクタベルト上に+50kVおよび0.6mAと、コロナリング上に-12kVおよび0.6mAとの二元的高電圧電荷を有し、空気管理なしの場合、図16(B)は、ウェブの均一性指数がUI=7.4186であることを示す。スピンドディスクの下のウェブの中心に繊維の渦巻きパターンの縞が存在した。二元的荷電および空気管理ありの場合、図17は、ウェブの均一性指数がUI=0.66408であることを示す。

【0085】

実施例5

図1に例示したような装置を用いて、LyondellBasellのポリブチレン(PB)ホモポリマーであるPB0801Mから連続繊維を作製した。ギアポンプを備えたPRISM押出機を使用し、供給管を介してこのポリマー溶融物を回転するスピンドディスクに送った。溶融物供給管からの紡糸溶融物の温度は210℃に設定した。ギアポンプの速度は、一定の12psiの圧力で約5g/分の溶融物送り速度に設定した。ディスク加熱空気は240℃に設定した。延伸ゾーン加熱空気は110℃に設定した。賦形空気は30℃に設定した。スピンドディスクの回転速度は、一定の10,000rpmに設定した。積層ベルトは22.5cm/分で移動した。

【0086】

ナノファイバーウェブを、14cmの積層距離でベルトコレクタ上に積層した。繊維サイズを、走査電子顕微鏡法(SEM)を用いて画像から測定し、繊維は530nmの平均繊維径および481nmの中央値を有すると判定された。

【0087】

30℃および2SCFMに設定した回転シャフトを通る中心の空気を有し、中心の上向きの気流あり、帯電なしの場合、図18(A)は、UI=19.93854のウェブ均一性指数を有するウェブ画像を示す。繊維束がウェブ中に現れた。

【0088】

コレクタベルト上に+50kVおよび0.6mAと、コロナリング上に-12kVおよび0.6mAとの二元的高電圧電荷を有し、空気管理なしの場合、図18(B)は、ウェブの均一性指数がUI=15.5067であることを示す。スピンドディスクの下のウェブの中心に繊維の渦巻きパターンの縞が存在した。二元的荷電および空気管理ありの場合、図19(C)は、ウェブの均一性指数がUI=0.74313であることを示す。

【0089】

実施例6

特殊の20孔のタービンプレートをもつ標準ITW TurboDiskアトマイザーと、ITW Automotive Finishing Groupの高電圧およびタービン速度制御用の制御格納装置とを用いて連続繊維を作製した。Pulse Track Systemを使用して紡糸工程中の回転アトマイザーの一定速度を維持した。溶液粘度は、25℃で12.5PaSであった。30cmフラットスピンドディスクを使用し

10

20

30

40

50

た。約300,000のMwを有するポリ(エチレンオキシド)12.0%と水88.0%の紡糸溶液を使用した。紡糸溶液の流量は200cc/分であり、またディスク回転速度は21,000rpmであった。高電圧をVoltage Master電源装置から得た。高電圧は、この試験の間約73kVで動作した。賦形空気は、25℃に設定した。積層ベルトは20インチ/分で移動した。

【0090】

繊維サイズをSEM画像から測定し、繊維は222nmの中央値で254nmの平均繊維径を有すると判定された。図20は、ウェブの均一性指数が $UI = 2.02494$ であったことを示す。

【0091】

本明細書においては別段の明示的な指定がない限り、あるいはそれとは反対に、本発明の主題の実施形態が、幾つかの特徴または構成要素を、含む(comprising)、備える(including)、含有する(containing)、有する(having)、から成る(being composed of)、または、により構成されるもしくはから構成される(constituted byまたはof)として記載または記述する、使用される文脈により示唆されない限り、それら明示的に指定または記述されたものに加えて、1つまたは複数の特徴または構成要素が、その実施形態中に存在することができる。しかしながら、本発明のその主題の代替の実施形態を、幾つかの特徴または構成要素から実質的になるとして指定または記述することもできるが、その実施形態中には、その実施形態の作用の原理または際立った特徴を実質的に変えることになる特徴または構成要素はその中に存在しない。本発明の主題のさらなる代替の実施形態を、幾つかの特徴または構成要素からなるとして指定または記述することもできるが、その実施形態中には、またはその実体がない変形形態中には具体的に指定または記述された特徴または構成要素のみが存在する。

【0092】

本明細書中で数値の範囲が列举されまたは定められる場合、その範囲には、その端点と、その範囲内のすべての個々の整数および端数とが含まれ、かつまたそれらの端点と内部にある整数および端数とのすべての様々な可能な組合せによって形成されるその中のより狭い範囲のそれぞれも含まれ、あたかもそれらのより狭い範囲のそれぞれが明示的に列举されているのと同程度にその指定された範囲内の値のより大きな群の部分群を形成する。数値の範囲が、指定された値よりも大きいものとして本明細書中で指定される場合、その範囲はそれにもかかわらず限定されており、本明細書中で述べる本発明との関連において実施可能な値がその上側の端で境を接する。数値の範囲が、指定された値よりも小さいものとして本明細書中で指定される場合、その範囲はそれにもかかわらず非ゼロの値がその下側の端で境を接する。

本明細書においては別段の明示的な指定がない限り、またはそれとは反対に使用する文脈により示唆されない限り、

(a) 化合物、モノマー、オリゴマー、ポリマー、および／または他の化学物質のリストは、そのリストのメンバーの誘導体に加えて、そのメンバーのいずれかの、および／またはそれらのそれぞれの誘導体のいずれかの2種類以上の混合物を含み、

(b) 本明細書中で列举された量、サイズ、範囲、配合、パラメータ、ならびに他の数量および特性は、特に用語「約」によって修飾されている場合、正確である必要がないだけでなく、概算でもかつ／あるいは指定されたものよりも(所望のとおり)大きくてもまたは小さくてもよく、許容範囲、換算率、端数計算、測定誤差など、また本発明との関連においてその指定された値と機能上かつ／または実施可能な均等性を有するその外側の値のうち指定された値内に含まれるものを反映し、

(c) 用語「実質的に」は、パラメータが、指定された条件において、または指定された値において「実質的に」と云われる場合、その指定された条件または値とは異なるが本発明の機能に影響を与えないそのパラメータの条件または数値は、そのパラメータの記述の範囲内ではその指定された条件または値において「実質的に」とみなすことができるこ

10

20

30

40

50

とを意味するものと定義される。

【0093】

以上、本発明を要約すると下記のとおりである。

1. 遠心紡糸工程によりナノファイバーのウェブを積層する方法であって、
 - (i) 回転部材からの溶融ポリマーまたはポリマー溶液のフィブリルまたは繊維の形の繊維性の流れを、前記フィブリルの放出点においてフィブリルの放出の方向に実質的に平行な気流場中に放出するステップ、
 - (i i) 前記繊維性の流れを繊維化するステップ、および
 - (i i i) 前記繊維化された繊維性の流れを気流場によってコレクタの表面に導いてナノウェブを形成するステップを含む、
前記繊維性の流れが、前記放出点から前記コレクタの表面までのそれらの経路の全体または少なくとも一部に沿って帯電される、方法。
2. 前記ウェブが、 90×60 cmの試料サイズに対して 3000×2000 ピクセルで測定したときに0.1～5の範囲にある均一性指数を有する、上記1に記載の方法。
3. ステップ(i i)における前記繊維化が、前記放出点からのフィブリルの噴出の遠心力によって引き起こされる、上記1に記載の方法。
4. 前記ナノファイバーが、前記コレクタ表面に実質的に直角な賦形気流によって前記コレクタに導かれる、上記1に記載の方法。
5. ステップ(i i i)における前記気流場が、前記コレクタ表面の少なくとも一部に入る空気の流れをさらに含み、前記空気の流れが前記回転部材の本体と前記コレクタ表面との間の領域から出て前記コレクタに実質的に直角である、上記1に記載の方法。
6. ステップ(i)における前記気流場が、カップまたはディスクの半径上に位置する開口部を有するノズルからの空気を含み、前記気流が、前記半径に対して $0^\circ \sim 60^\circ$ の角度で、前記ディスクの回転の方向と反対の方向に向けられる、上記1に記載の方法。
7. 前記回転部材がディスクまたはカップを備え、かつフィブリルが前記ディスクまたはカップの表面の縁部から、またはカップ内もしくはカップの表面に位置するオリフィスから放出される、上記1に記載の方法。
8. 前記紡糸工程が、前記フィブリルを遠心力で繊維化し、前記繊維化されたフィブリルを冷却するか、または前記繊維化されたフィブリルを冷却させ、ナノファイバーを形成させるステップをさらに含む、上記1に記載の方法。
9. 前記フィブリルが、前記回転部材、前記フィブリル、前記コレクタ表面、前記コレクタ表面の近傍に位置する構造物、またはこれらの場所の任意の組合せに電荷を加えることによって前記コレクタを基準にしたそれらの電荷を獲得し、前記電荷が、回転部材、前記フィブリル、前記コレクタ表面、前記コレクタ表面の近傍に位置する構造物、またはこれらの場所の任意の組合せ上に位置するアース端子に対するものである、上記1に記載の方法。
10. 電荷が前記コレクタにのみ加えられ、かつ前記ポリマーが極性ポリマーである、上記1に記載の方法。
11. 前記電荷が、コロナ放電により生み出されるイオン流によって前記フィブリルに加えられる、上記9に記載の方法。
12. 真空が、輪の形状で前記コレクタに施される、上記1に記載の方法。
13. 請求項1で得られる前記ウェブから物品を製造するステップをさらに含む、上記1に記載の方法。
14. 前記物品がバッテリーセパレータを含む、上記11に記載の方法。
15. 遠心工程によりナノウェブを積層する方法であって、
 - (i) 軸の周りを回転し、かつ紡糸ヘッド内に位置する紡糸ディスクまたはカップの表面から空気または不活性ガス中にポリマー溶融物を噴出させるステップであって、溶融フィブリルが、前記ディスクまたはカップの回転の軸に実質的に直角な方向に、繊維コレクタと前記紡糸ヘッドとの間に確立された電場中へ前記表面から出て行き、かつ前記フィブ

10

20

30

40

50

リルが、遠心力および冷却によって繊維細化されて、1,000nm未満の数平均繊維径を有するナノファイバーを形成する、ステップと、

(i i) 前記ポリマー溶融物、前記溶融フィブリル、前記ナノファイバー、またはこれらの3つの場所の任意の組合せに電荷を加えるステップと、

(i i i) 前記ナノファイバーを賦形気流で、上記(i i)における前記繊維上の前記電荷と反対の電荷を有するコレクタの方へ向けるステップと、

(i v) 前記コレクタ上に前記高分子ナノファイバーを捕集するステップとを含み、

前記紡糸ヘッドと前記コレクタとの間に位置する空気の乱流運動が、エアジェットによって抑制され、かつ前記繊維の運動が前記ナノファイバーと前記コレクタとの間の電位差によって左右され、前記賦形気流の影響を受けない領域が、前記コレクタに隣接し接触して存在する、

方法。

16. 前記エアジェットが、前記カップまたはディスクの半径上に位置する開口部を有するノズルからのものであり、かつ前記気流が、前記半径に対して $0^{\circ} \sim 60^{\circ}$ の角度で、前記ディスクの回転の方向と反対の方向に向けられる、上記15に記載の方法。

17. 高分子ナノファイバーを作製するための溶融紡糸装置であって、

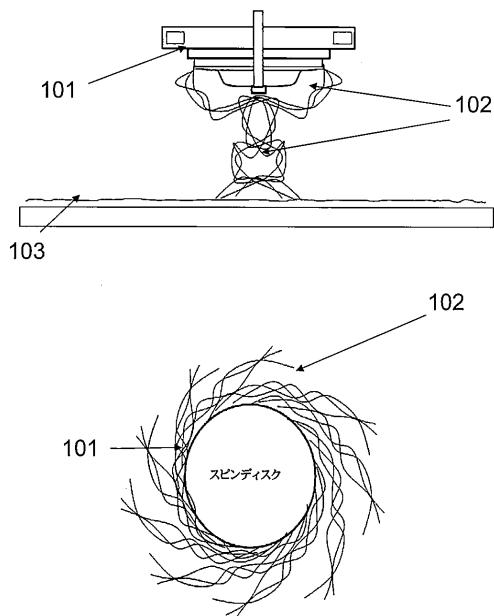
(i) 繊維またはフィブリルの形の紡糸流体の流れが出て行くことを可能にする1ヶ所または複数ヶ所の放出点を有する回転部材の第一表面と、

(i i) イオン流が前記繊維上に電荷を生じさせるように、前記イオン流を前記紡糸流体に、または前記繊維もしくはフィブリルに、または繊維もしくはフィブリルと紡糸流体の両方に向けるための手段と、

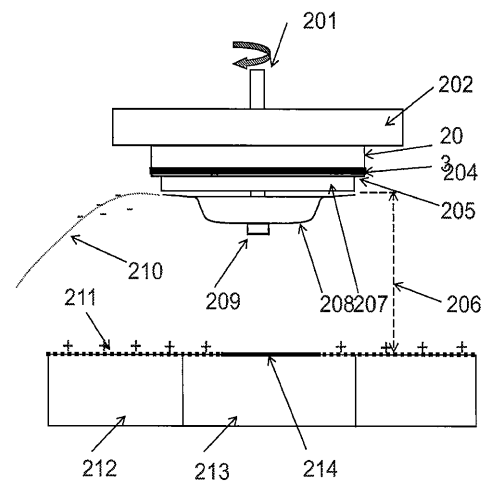
(i i i) 上記(i i)における前記繊維上の前記電荷と反対の電荷を有する捕集ベルトと

を備える、装置。

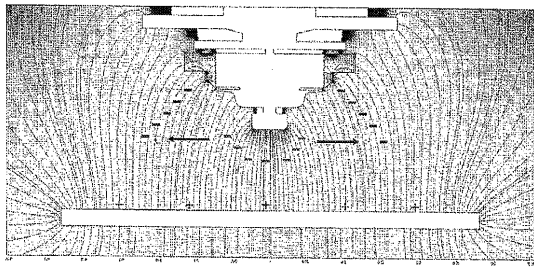
【図1】



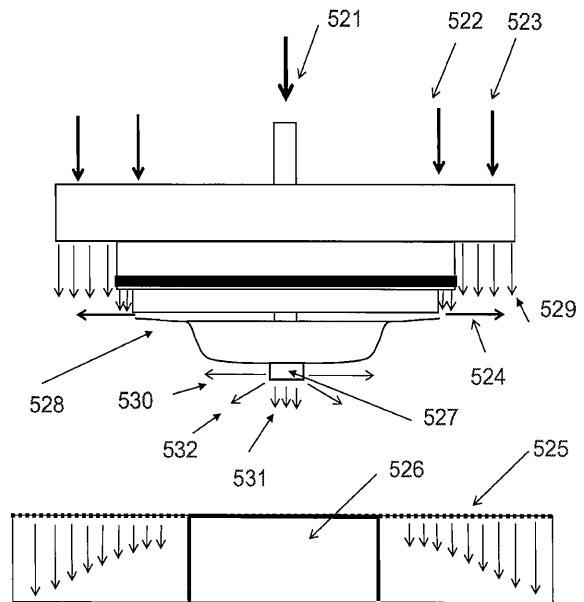
【図2】



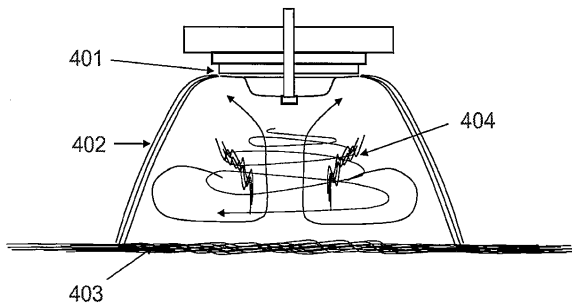
【図 3】



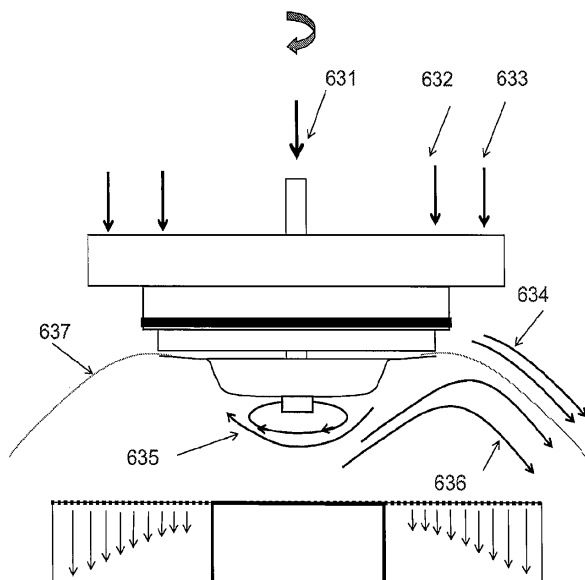
【図 5】



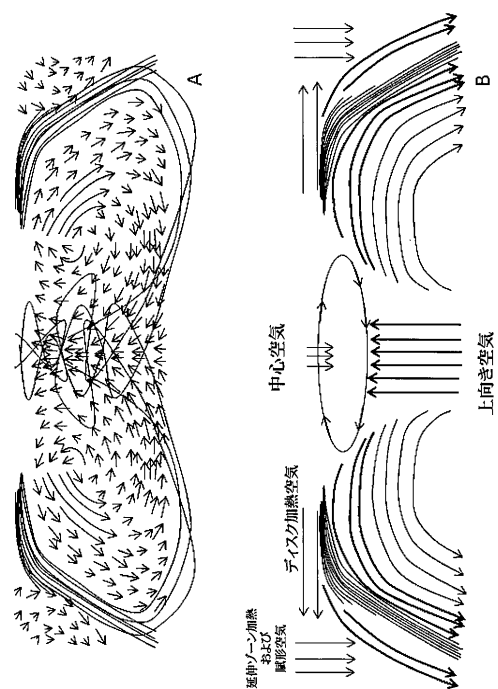
【図 4】



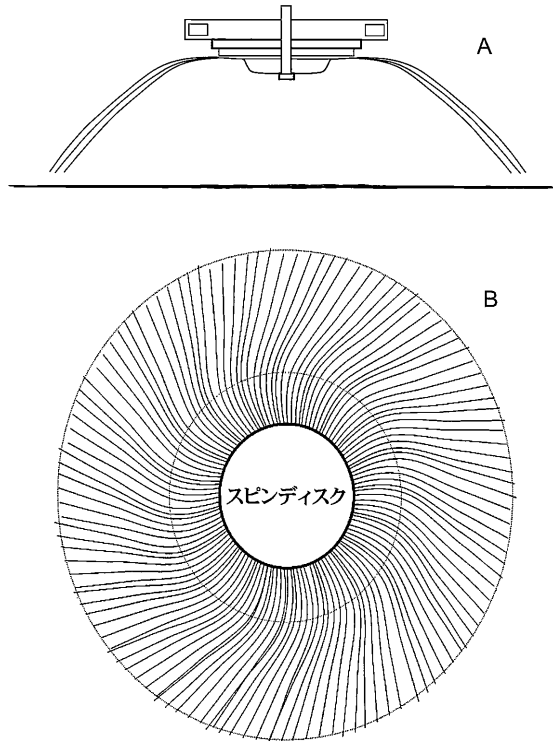
【図 6】



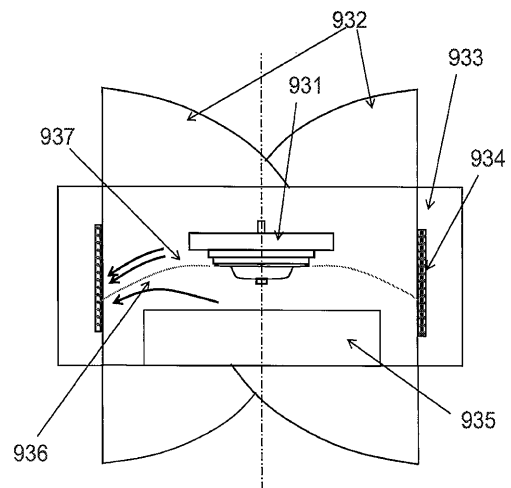
【図 7】



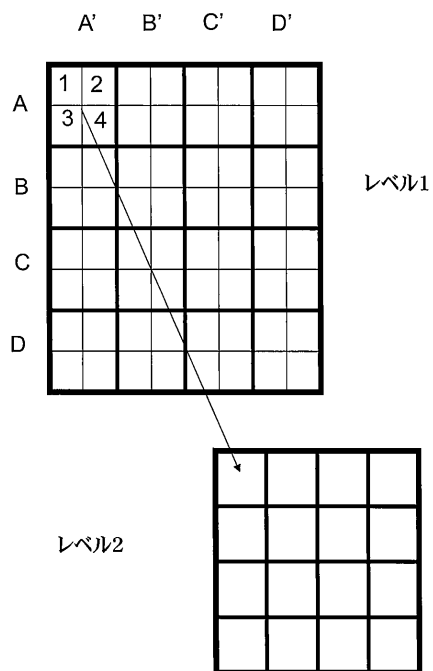
【図 8】



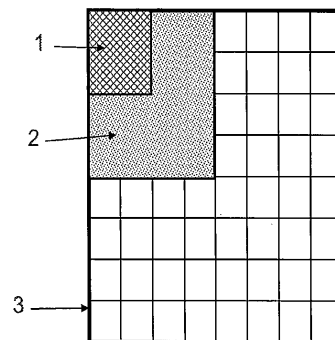
【図 9】



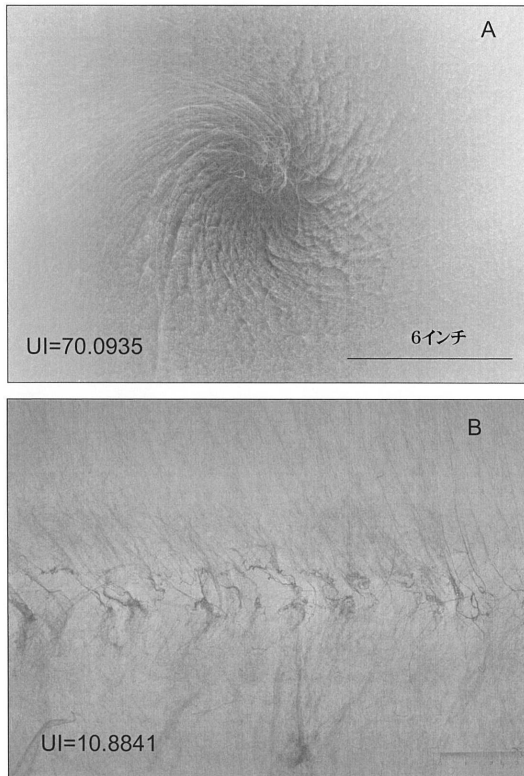
【図 10】



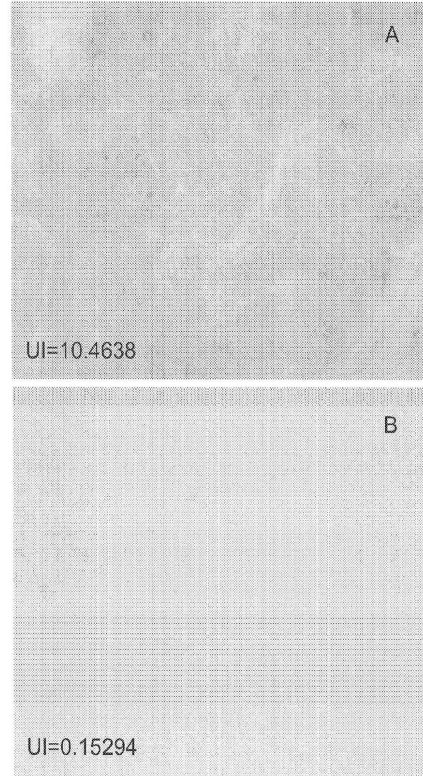
【図 11】



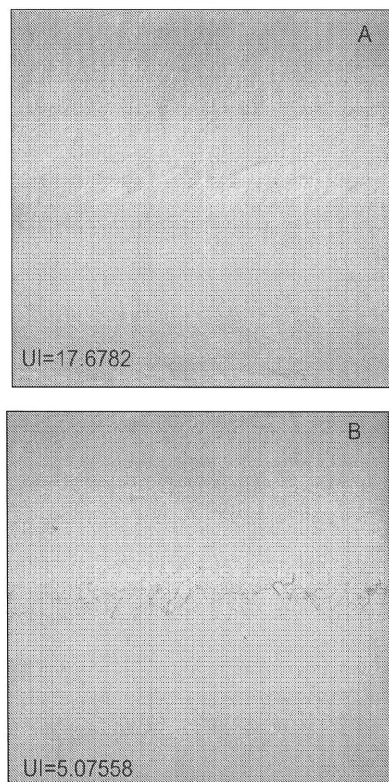
【図 1 2】



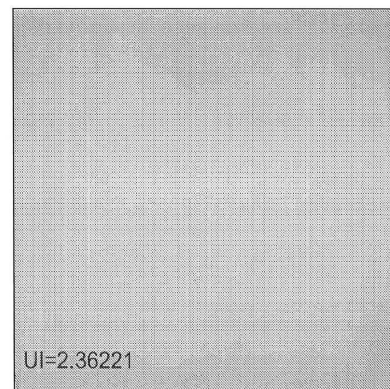
【図 1 3】



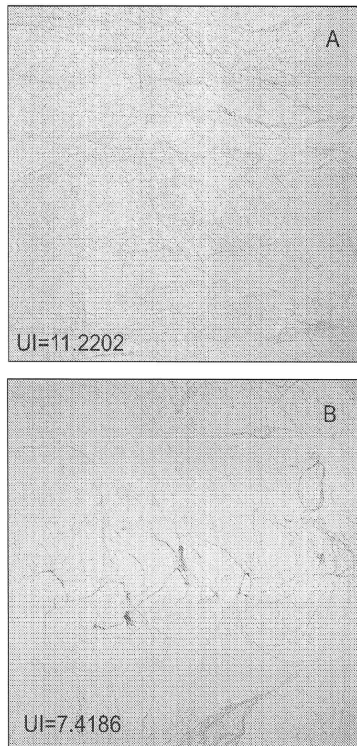
【図 1 4】



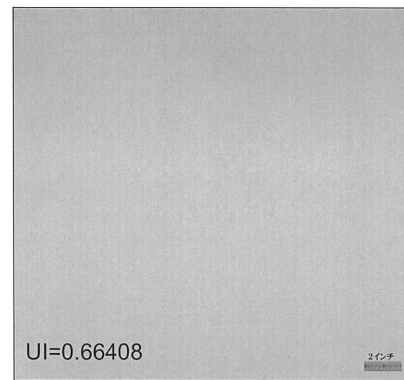
【図 1 5】



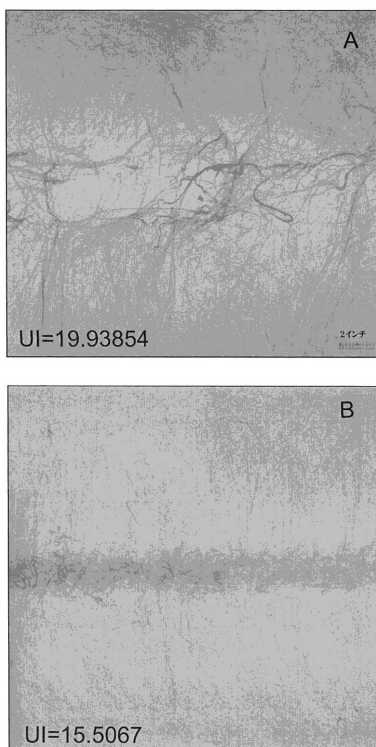
【図 16】



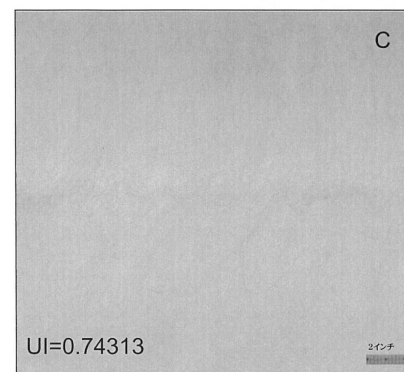
【図 17】



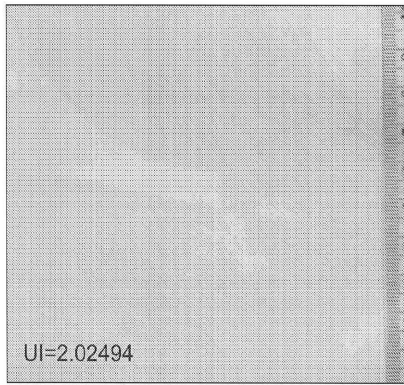
【図 18】



【図 19】



【図 20】



フロントページの続き

- (72)発明者 タオ・ホアン
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19335, ダウニングタウン, ウィリアムバーグブルーバード
894
- (72)発明者 ジャック・ユージーン・アーمانトラウト
アメリカ合衆国ヴァージニア州23235, リッチモンド, チェルトナムドライブ7415
- (72)発明者 トーマス・ウィリアム・ハーディング
アメリカ合衆国デラウェア州19803, ウィルミントン, クインシードライブ1312
- (72)発明者 トーマス・パトリック・デイリー
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19014, アストン, リアムドライブ109
- (72)発明者 ジャイ・ジェイ・クロフト
アメリカ合衆国デラウェア州19709, ミドルタウン, ミスティベールドライブ378
- (72)発明者 カール・サキューイング
アメリカ合衆国デラウェア州19713, ニューアーク, ユニヴァーシティドライブ205
- (72)発明者 グレン・クレイトン・カトリン
アメリカ合衆国デラウェア州19711, ニューアーク, ウッドヒルドライブ42

審査官 加賀 直人

- (56)参考文献 特開2010-001592 (JP, A)
特開2009-041128 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D01D	5/08
D04H	1/728
D04H	3/16