

# 公告本

## 309529

84 年 5 月 1 日

申請日期	
案 號	84104326
類 別	CCRJ 5/8, B29C 55/00

Int.·Cl<sup>6</sup>

A4  
C4 309529

### 309529

(以上各欄由本局填註)

## 發明型專利說明書

一、發明 名稱	中 文	聚四氫化乙烯複合多孔膜
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 田中修 (2) 山本勝年 (3) 井上治
	國 籍	(1) 日本                      (2) 日本                      (3) 日本
	住、居所	(1) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内  (2) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内  (3) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 大金工業股份有限公司 ダイキン工業株式会社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國大阪市北區中崎西二丁目四番一二號 梅田センタービル
	代 表 人 姓 名	(1) 井上礼之

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

309529

申請日期	84 年 5 月 1 日
案 號	
類 別	

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

# 發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(4) 楠見智男 (5) 茶園伸一 (6) 淺野純
	國 籍	(4) 日本                      (5) 日本                      (6) 日本 (4) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内
	住、居所	(5) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内 (6) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

309529

申請日期	84 年 5 月 1 日
案 號	
類 別	

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

一、發明 新型名稱	中 文	
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(7) 浦岡伸樹
	國 籍	(7) 日本
	住、居所	(7) 日本國大阪府摂津市西一津屋一番一號 ダイキン工業株式会社 淀川製作所内
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 名 姓 名	

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝

訂

線

309529

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權

日本 1994年 4月 28日 6-91434

無主張優先權

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明( 1 )

本發明係關於聚四氟化乙烯(以下稱為 P T F E ) 複合多孔膜的製造方法以及以該方法製得的 P T F E 複合多孔膜之發明。又，本發明係關於使用該 P T F E 複合多孔膜用以除去流體(例如空氣)中之微粒子的薄膜，特別是高性能的空氣濾淨膜之發明。

本發明的多孔膜能使用於，例如，半導體工業等的無菌室或精密電子機器，各種藥品，生化學之物品的製造設備等之內部環境的空氣濾淨用濾材，特別是作為 U L P A 或 H E P A 膜的濾材及作為液體用膜的濾材。

最近的半導體工業，精密工業，微生物科學等皆強烈的要求於完全清淨空氣或高度清淨的藥液下進行其製造步驟。特別是近來的半導體工業在高集成化的同時常需伴隨的微細粒子的去除等，並要求使裝置內部的環境得以高度清淨化。而此清淨空氣係使用目前的空氣濾淨器循環過濾空氣等得到的。又，特別是用於半導體工業領域之藥液同樣的有高清淨化之要求，而亦使用薄膜循環進行過濾。

目前為止曾有許多以達成該目的所使用之膜的提案且已實用化。特別就空氣濾淨器而言，目前最常使用的係添加粘合劑之玻璃纖維製得的造紙濾材。但，該濾材存在著幾項缺點，例如濾材中有附著的小纖維，或加工時因彎曲產生了自己發塵，或因接觸氟酸等之種類之化學藥品使玻璃或粘合劑劣化而發塵等。

為了解決上述問題曾有以使用合成纖維之駐極體濾材(參考特開昭第 5 4 - 5 3 3 6 5 號公報)的提案，但該

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 2 )

合成纖維濾材在捕集微粒子的同時卻使靜電力降低，使得效果大失捕集效果降低（參考第 1 1 回空氣清淨及防止污染研究大會（平成 4 年 4 月 2 1 ~ 2 2 日舉行）要旨集，第 1 5 3 ~ 1 5 6 頁）。爲了防止該缺點又有使用聚四氟化乙烯之延伸多孔膜的補助手段以得到清淨空間的提案（參考特公平第 4 - 1 0 3 6 4 號公報及第 2 - 2 8 4 6 1 4 號公報）。

前本提案中了阻止濾材之壓力損失增大而使用孔徑 1  $\mu$  m 以上的 P T F E 延伸多孔膜。又，該提案等能捕集較所見孔徑爲小的浮遊粒子的理由係依下面所述的理論。

去除流體中之粒子的機械裝置係依下面之主要機械結構者（無菌室手冊（日本空氣清淨協會），歐姆社出版，1 9 9 0 年 1 月 1 0 日）：

1 ) 直接遮斷：以微纖維遮斷比較大的粒子，好比篩選式的除去機械裝置。

2 ) 慣性衝突：當粒子通過微纖維間的曲道時，氣體因無法迅速的轉換方向，結果於微纖維中產生衝突而附著的機械結構。

3 ) 擴散 / 布朗運動：非常小的粒子受分子間力或靜電支配，產生螺旋狀回轉運動的結果使其粒子較原來爲大，因此與慣性衝突相同地於微纖維中產生附著的機械結構。

4 ) 以駐極體纖維的電荷捕集方式去除的機械結構。

但，由該特開平第 2 - 2 8 4 6 1 4 號公報記載的數

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

### 五、發明說明 ( 3 )

據指出，該 P T F E 多孔膜，無法完全除去  $1 \mu m$  以下的粒子。

一般爲了提高捕集微細粒子的捕集效率，濾材必須是孔徑小的微細孔組織，但，微細孔組織之濾材其壓力損失必然大因此該膜裝置的流動成本高。爲使壓力損失不要擴大而研究使濾材的厚度降低。

關於 P T F E 延伸多孔膜的薄膜製造方法大約有 2 種類。

一種係將延伸前膜厚度薄化的方法。另一種係將延伸倍率加大的方法。延伸前的膜，一般皆以糊漿形式擠出，其後再進行延壓製造但工業上能利用的 P T F E 多孔膜的薄膜厚度僅  $30 \mu m \sim 50 \mu m$ 。

如此將無法取得保證品質及產量的延伸前之膜厚度爲  $100 \mu m \sim 200 \mu m$  的膜。極不易得到較目前，延伸前膜爲更薄的膜，因此，薄化膜厚度的方法只得增大其延伸倍率。

而特公昭 5 6 - 1 7 2 1 6 號公報曾記載著嘗試用延伸 P T F E 多孔膜捕集微粒子。但該公報從第 6 頁第 1 1 欄第 2 3 行起記載或「第 1 圖係單軸方向的擴張效果，但利用二軸方向的伸張或全方向的伸張，可於前述方向上形成相同的小纖維，生成蜘蛛網狀或交結形狀，增加其附著強度。而因聚合體的結節與小纖維之間的空間數目與大小增大，所以多孔率也增大，由此可知，利用增大延伸倍率薄化膜厚度的同時也能使孔徑變大，結果，壓力損失變小

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 4 )

但同時降低其捕集效率。

因此，製造如上述般孔徑小，捕集效率高，並且壓力損失小之膜的濾材係非常困難。

特開平第 5 - 2 0 2 2 1 7 號公則記載著延伸之聚四氟化乙烯半燒成體於聚四氟化乙烯燒成體之熔點以上的溫度熱固定，而得到壓力損失小，捕集效率高的 P T F E 多孔膜，以及記載著得到該 P T F E 多孔膜之詳細的技術。

以此方式延伸該聚四氟化乙烯半燒成體的情形中，係以一軸及二軸之擴張面積倍率為 5 0 倍以上的方式製造厚度為  $1 \mu m \sim 5 \mu m$  前後的連續長尺狀之 P T F E 多孔膜，在使用肉眼觀察該多孔膜時，仍可發現膜上產生有洞穴，針孔，空隙，傷痕（以下，將總額「缺陷部份」）等。因此須有於該缺陷部分張貼無孔質之膜等以防止所欲去除的微粒子通過使用該膜過濾設備之缺陷部分。

尤其是標準尺寸（長 6 1 0 m m，寬 6 1 0 m m，深度 6 5 m m）之空氣過濾設備的濾材面積大約須為  $1 0 m^2$ ，而製造如此大面積無缺陷的濾材係相當困難的。

該缺陷部份可因膜厚度之薄化或擴張面積倍率之增大而增加。發生該缺陷部分的可能原因係，製作 P T F E 多孔膜的 P T F E 細粉末原料中混入了異物，因有受外界力存在的粉末而阻止了原纖維化而使得膜化步驟產生傷痕等等。

另外，作為 P T F E 多孔膜上針孔的對策的特開平第 5 - 2 1 4 1 4 0 號公報則記載的，將 2 枚以上的燒成

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

## 五、發明說明(5)

P T F E 膜熔合一體化後再延伸可去除缺陷部分的產生的方法，但該方法，須有 2 枚以上之燒成 P T F E 膜的加熱熔合一體化之步驟。因此，除了步驟數增加外，已燒結之膜須再次加熱熔合，而增加必要之能源的問題。又，該方法中的膜係經燒成的，所以其擴張面積倍率無法增大，例如無法達到 50 倍的倍率，因此亦有無法形成薄膜的問題。

又，特公昭第 58-25368 號公報記載的，重疊至少 2 枚未燒成 P T F E 膜並於 P T F E 之熔點以上延伸的方法。該方法的目的係簡單的製造較厚之 P T F E 的多孔質膜，對於薄膜發生缺陷部分的問題完全無記載。實際上該公報中，為了於 P T F E 的熔點以上加熱延伸中之 2 枚以上的未燒成膜，須於延伸前使 2 枚以上未燒成膜一體化，因膜的延伸非獨立進行，因此，若其中 1 枚而缺陷時會傳播給其他的膜，結果形成有缺陷的膜。

因而，本發明係提供一種壓力損失小，孔徑小，或極少缺陷的 P T F E 多孔膜，尤其是 P T F E 多孔薄膜以解決問題。

具體的說，例如本發明係提供及一種平均孔徑  $0.2 \sim 0.5 \mu m$ ， $5.3 cm / 秒$  之空氣透過速度的平均壓力損失為  $10 \sim 100 mm H_2O$  的 P T F E 多孔膜以解決問題。

本發明所解決的另一問題係提供一種使用該 P T F E 多孔膜的高性能過濾設備，又能提高過濾設備的生產性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明(6)

本發明所提供的解決上述問題之聚四氟化乙烯多孔膜的製造方法，其特徵在於，以乳化聚合法製得的聚四氟化乙烯在糊漿擠出後，再將2枚經半燒成所形成的膜於聚四氟化乙烯的熔點以下之溫度下於其較長方向延伸之膜予以重疊而得複合體，該複合體係於各個膜可獨立延伸動作的條件下一起延伸其寬方向的製造方法。

## (圖面的簡單說明)

圖1係PTFE膜之較長方向的延伸裝置的模式圖。

圖2係PTFE膜的寬方向之延伸裝置及積層裝置。

圖3係，以DSC測定燒成度後的未燒成PTFE及燒成PTFE之結晶熔解曲線的一例。

圖4係，以PSC測定燒成度後的未燒成PTFE之結晶熔解曲線的一例。

引用的號碼1係膜的捲出滾軸，號碼2係捲取滾軸，號碼3，4，5，6，7，8，9，10，11及12係滾軸，號碼13係膜的捲出滾軸，號碼14係捲出滾軸，號碼15係予熱烤箱，號碼16係寬方向延伸烤箱，號碼17係熱固定烤箱，號碼18及19係積層滾軸，號碼20係捲取滾軸，號碼21係寬方向延伸膜的捲取轉筒，號碼22及23係支持體材料的捲出滾軸，號碼30係PTFE膜，號碼30'係延伸的PTFE膜，號碼40係PTFE膜複合體，號碼50係支持體材料。

以本發明之製造方法製得之聚四氟化乙烯複合多孔膜

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明( 7 )

係，平均孔徑約  $0.2 \sim 0.5 \mu m$ ，於室溫下  $5.3 \text{ cm} / \text{之}$  空氣透過速度的平均壓力損失約為  $10 \sim 100 \text{ mm H}_2\text{O}$ 。

本發明中的，「各個膜係獨立延伸動作的條件」係指，於延伸寬方向的各個膜之動作不會對其他延伸膜產生實質之物理影響的條件之意義。

首先就該條件而言雖能具體的提出種種不同的形態但其基本考量如下，至少重疊 2 枚膜的意義係，當 1 枚的膜發生缺陷時其他的可以補救。即，延伸複數（例如 2 枚）膜時，任何膜於相同部分發生缺陷的確實比率係 1 枚膜的缺陷部分發生比率的複數自乘（例如 2 倍），若各個膜多少有缺陷時，其缺陷部分的確實發生比率並非那麼大，因此以重疊複數枚膜得到的複合膜，全體幾乎無實質的缺陷存在。若以該想法為基準，就發生缺陷的觀點而言，以重疊的膜之枚數多者為佳，但會因枚數多產生壓力損失增加的問題。因此，以多孔複合膜的目的及用途（例如容許的壓力損失及容許的缺陷發生比率）作為膜之枚數的選擇基準。

本發明的 P T F E 複合多孔膜係 2 枚膜重疊的複合多孔膜故無實用上的缺陷問題存在。而本發明的重疊膜之枚數至少須 2 枚，又以 2 ~ 4 枚為佳，最好係 2 ~ 3 枚，但若重疊的膜數係 2 枚時已足夠了。

因而，重疊目前製造的多孔質膜也可能得到全體抑制缺陷發生的複合膜。但是，就先各別製造膜後，於最後步

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

## 五、發明說明 ( 8 )

驟再重疊之複合多孔膜的製造方法而言，其步驟數增加，及重疊時會因膜受傷等產生缺陷將對生產性有壞影響，又，使用該複合多孔膜的過濾設備其粒子捕集效率會大幅滑落故並非好的膜。

所以，較好的複合多孔膜係各個膜於重疊狀態得到的，而非延伸完了的各個多孔膜再重疊得到的。爲了達成目的，於重疊至少 2 枚膜的狀態下須進行最後的延伸步驟，如此可避免其中一枚膜發生或已存在的缺陷傳播給其他的膜，即，一方的膜之延伸伸動作無法影響另一方的膜之延伸動作。若 2 枚的重疊膜之延伸動作能互相影響時（例如該 2 枚膜而某種程度粘著狀態時），不論何種原因造成某一枚膜有傷痕，該傷痕部分對延伸力將無抵抗力，所以傷痕會擴大，該擴大的過程會使粘著部分的另一枚膜也一起拉伸，所以無傷的另一枚膜受了約 2 倍的延伸力。因此，另一枚膜若無法忍受大的延伸力時會產生斷裂，結果，於同樣部份也產生了傷痕，因此所得的複合多孔膜全體於相同部份會產生缺陷。

能使重疊膜之延伸舉動不互相影響的一個方法，即本發明的第 1 重點之方法，其係採用，以乳<sup>(化)</sup>聚<sup>(合)</sup>法得到的聚四氟化乙烯擠出糊漿所形成的未燒成 P T F E 膜在<sup>(未)</sup>燒成狀態下延伸該膜較長方向的方法。

另一方法，即本發明的第 2 重點之方法，其係採用，以乳<sup>(化)</sup>聚<sup>(合)</sup>法得到的聚四氟化乙烯之擠出糊漿所形成的<sup>(未)</sup>燒成 P T F E 膜進行未燒成後，延伸該半燒成膜的較長方

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 9 )

向之方法。

上述的方法係基於延伸未燒成 P T F E 膜的較長方向，而寬方向的延伸溫度十分低的情形下，相互間的粘著性弱，因此各個膜之延伸動作不會實質影響其他膜之延伸動作，或，基於延伸半燒成膜較長方向時相互間粘著弱及寬方向的延伸溫度為 P T F E 熔點以上的溫度，因此各個膜之延伸動作不會實質影響其他膜之延伸動作。

至於第 1 重點，本發明提供了一種聚四氟化乙烯複合多孔膜的製造方法，該方法係，

以乳化聚合法得到的聚四氟化乙烯粉末及液狀潤滑劑之混合物擠漿成形可得到 P T F E 膜。

於 P T F E 燒成體熔點以下的溫度下延伸該膜的擠出方向（較長方向，M D 方向），再重疊至少 2 枚該延伸的 P T F E 膜得到複合體，延伸所得複合體的寬方向（垂直於較長方向的方向，T D 方向），經延伸較長方向及寬方向可得擴張面積倍率至少 5 0 倍的延伸複合體，並可將所得延伸複合體熱固定的方法。

又，至於第 2 重點，本發明係提供另一種聚四氟化乙烯複合多孔膜的製造方法，該方法係，

以乳化聚合法得到的聚四氟化乙烯未及液狀潤滑劑之混合物擠漿成形可得 P T F E 膜，

將該 P T F E 膜半燒成，

於 P T F E 燒成體熔點以下的溫度下延伸該半燒成膜之擠出方向（較長的方向，M D 方向），再重疊至少 2 枚

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

## 五、發明說明 ( 10)

延伸的 P T F E 膜得到複合體，

延伸所得複合體的寬方向（垂直於較長方向的方向，T D 方向），經延伸較長方向及寬方向可得擴張面積倍率至少 5 0 倍的延伸複合體，並可對延伸複合體熱固定的方法。

本發明的第 1 重點及第 2 重點之方法中重疊至少 2 枚延伸 P T F E 膜的複合體（稱為「膜複合體」）例如可經由，重疊至少 2 枚各自延伸較長方向的膜得到，或，延伸較長方向前，先行重疊至少 2 枚擠出成形的膜，再延伸其較長方向而得，或兼具前述 2 種特徵的方法，即，至少 1 枚的擠出成形膜於延伸較長方向後馬上重疊至少 1 枚已延伸較長方向的膜而製得。

本發明所使用的 P T F E 粉末係以乳化聚合法製造形成的，詳細而言，係凝結乳化聚合之水性分散體而得到的細粉末。該 P T F E 的分子量無特定，數平均分子量約為 2 5 0 萬 ~ 1 0 0 0 萬，又以 3 0 0 萬 ~ 8 0 0 萬較充分。

接著，本發明係於 P T F E 粉末及液狀潤滑劑之混合物擠出漿後，須壓延以得到膜。其中的液狀潤滑劑係作為擠出補助劑，例如可使用溶劑油，白油等。該混合物的成分，例如 P T F E 粉末 1 0 0 重量份比對液狀潤滑劑 2 0 ~ 3 0 重量份。

通常該混合物係於 5 0 ~ 7 0 °C 以棒狀擠出漿後，再於 5 0 ~ 7 0 °C 下壓延，接著利用 2 0 0 ~ 2 5 0 °C 的加

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

## 五、發明說明 ( 11)

熱乾燥除去液狀潤滑劑，而得到未燒成 P T F E 膜。

該混合物及未燒成 P T F E 膜的製造步驟，可參考聚 F R - N 手冊（泰京公司，1983年修訂版）。延伸前的 P T F E 膜並無厚度限制，只要選擇適合後面說明的延伸倍率即可，若構成最後複合膜的 P T F E 膜的 1 枚厚度約為 0.1 ~ 5  $\mu$ m，又以 0.2 ~ 5  $\mu$ m 較好時，延伸前的膜厚度約為 30 ~ 300  $\mu$ m，又以 50 ~ 200  $\mu$ m 為佳。

經上述的方法得到的本發明之第 1 重點的 P T F E 膜，係於 P T F E 燒成體熔點以下的溫度下以擠出方向（即較長方向，M D 方向）進行延伸。該延伸溫度係非常重要，若在溫度過低時連續進行的寬方向延伸，將會因延伸倍率增加使得孔徑加大。因此，較長方向的延伸溫度下限約為 250  $^{\circ}$ C。本說明書中所說的 P T F E 燒成體係由聚合，凝結得到的粉末或成形品再經 350 ~ 400  $^{\circ}$ C 溫度熱處理形成的。又，該熔點係以差示掃描熱量計測定 P T F E 燒成體所表現的吸熱曲線之最大溫度，可因使用的 P T F E 之平均分子量等不同有所變化，但通常約為 327  $^{\circ}$ C。

本發明的第 1 重點之方法的較長方向延伸溫度係 250 ~ 320  $^{\circ}$ C，又以 270 ~ 320  $^{\circ}$ C 為佳，因為該延伸溫度為 300  $^{\circ}$ C 左右時，後來的寬方向之延伸倍率即使變大其孔徑也不會實質的增大。

又，本發明的第 2 重點之方法中的較長方向之延伸溫

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

## 五、發明說明 ( 12)

度並不較第 1 重點之方法的限制嚴苛，但通常該 P T F E 燒成體熔點以下的溫度，較佳的選擇係 1 5 0 ~ 3 2 0 °C 的範圍。

由上述說明得知本發明的第 2 重點之方法中所得的 P T F E 膜於延伸較長方向之前係半燒成體。該半燒成體係存在著將 P T F E 於其燒成體熔點以上，以及其未燒成體熔點以下的溫度下加熱處理的意義。本發明書的 P T F E 之未燒成體係存有，由聚合，凝結得到的粉末及不經加熱處理的成型品之意義。又，該熔點係以差示掃描熱量計測定 P T F E 未燒成體所表現的吸熱曲線之最大溫度，與燒成體的熔點相同可因平均分子量等不同有所變化，但通常約為 3 4 5 °C。因此形成半燒成體的 P T F E 膜加熱溫度約為 3 2 7 ~ 3 4 5 °C，又以 3 3 5 ~ 3 4 2 °C 為佳，例如 3 3 8 °C 的溫度。

關於本發明的第 2 重點之方法中的半燒成體之燒成程度（即燒成度）並無限制，較好係 0 . 1 ~ 0 . 8，又以 0 . 1 5 ~ 0 . 7 為佳。該燒成度定義可依後述的特開平第 5 - 2 0 2 2 1 7 號公報記載的定義。該至少 2 枚之膜的燒成度可相同，也可不同。

又，就任何一種方法而言該較長方向的延伸倍率均無限制，但於考量延伸前之 P T F E 膜厚度及最終所得 P T F E 複合多孔膜厚度的基準下，選擇後述之寬方向延伸倍率（即延伸後的膜面積比對延伸前的膜面積之比率）組合的擴張面積倍率至少為 5 0 倍，又以至少 7 5 倍較好

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

### 五、發明說明 ( 13 )

，最好係至少 1 0 0 倍者為佳。

因此，該較長方向的延伸倍率通常係至少 4 倍，較好係至少 8 倍，又以至少 1 0 倍為佳。本發明依據上述的延伸條件，選擇的結果，該延伸倍率變大時其孔徑不會實質的增大。

重疊至少 2 枚上述所得的延伸較長方向之 P T F E 膜，可得 P T F E 膜複合體。該 P T F E 膜複合體的製造方法，可以是上述中任何一種方法。

例如，各別的延伸膜之較長方向，再利用別的步骤重疊捲取的 P T F E 膜而得到膜複合體。或，於延伸較長方向前，先重疊至少 2 枚之 P T F E 膜，再一起延伸較長方向而得到複合體。或，於至少 1 枚未延伸之 P T F E 膜的延伸步驟後馬上重疊至少 1 枚已延伸較長方向的膜而得到複合體。該情形下的構成複合體之膜枚數，如上述所說的，至少 2 枚，較好係 2 ~ 4 枚，又以 2 ~ 3 枚為佳，例如 2 枚。

接著，延伸所得之膜複合體的寬方向（即，垂直於較長方向的方向，T D 方向）。

本發明的第 1 重點之方法中的寬方向之延伸溫度係非常重要的，若過高時，最後所得之 P T F E 複合多孔膜的孔徑會變大。若過低時會有因延伸性惡劣形成壓力損失小之薄膜導致無法延伸的問題。因此該溫度約為 1 0 0 ~ 2 0 0 °C，又以 1 2 0 ~ 2 0 0 °C 為佳，例如採用 1 5 0 °C 的情形下，不會形成過大的孔，可得到薄膜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 14 )

本發明的第 1 重點之方法中的寬方向之延伸倍率如上述所說的係選擇較長方向之延伸倍率組合的擴張面積倍率至少為 50 倍，較好係 75 倍，又以至少 100 倍者為佳。通常該寬方向的延伸倍率係 10 ~ 100 倍，較好係 12 ~ 90 倍，又以 15 ~ 70 倍最好，例如選擇 30 倍者。於延伸寬方向後，必須時進行熱固定以得到一體化的膜複合體。該熱固定通常係於延伸溫度以上的溫度下進行的。若於 P T F E 燒成體之熔點以上溫度下進行，會發生孔徑變大超過目的孔徑，所以該溫度並不合適。

本發明的第 2 重點之方法中寬方向的延伸通常係於 200 ~ 420 °C，較好係於 P T F E 燒成體熔點以上的溫度，又以 330 ~ 400 °C 為佳，例如 360 °C 下進行。該情形下的延伸倍率的選擇同第 1 重點之方法的。延伸寬方向後必須時熱固定使複合膜一體化。該熱固定通常係於延伸溫度以上的溫度下進行。於 P T F E 燒成體熔點以上之溫度下實施寬方向的延伸具有能得到壓力損失分布均一化之膜的益處。

而任何一種方法中，若膜複合體的溫度過低時，最好於延伸寬方向前，預熱膜複合體。該預熱之溫度可以是寬方向延伸溫度或低於該溫度者，但，若高於 P T F E 燒成體之熔點情形下，將不利於進行較長方向延伸膜的燒成。

關於任何一種方法中的最後步驟之熱固定處理雖不需上述的限制，但無拉力的自由狀態下該延伸膜會馬上收縮

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

紅

## 五、發明說明 ( 15)

，處理性差。該問題可利用於支持體上積層延伸的複合多孔膜得到解決。

又，雖可直接使用熱固定之前或之後的本發明製造之 P T F E 複合可孔膜，但於熱固定處理後或無熱固定處理的情形下最好能於支持體上積層補強後再使用。該支持體最好係具有可補強膜的強度，並且壓力損失小者。該膜於支持體上的積層步驟，除了可提高膜的處理性外，也能容易的進行褶狀加工例如作為空氣濾淨器等。

適合作為該支持體的材料例如有不織布，織布，網眼，編物，或其他的多孔質材料。該支持體的材質有聚烯（如聚乙烯），尼龍，聚酯，aramid 或這些材質的組合物（例如芯／鞘結構之纖維形成的不織布，低熔點材料與高熔點材料的 2 層不織布等之複合體）或氟系多孔質材料。

又以芯／鞘結構之纖維形成的不織布（例如優尼機卡公司販售的耶魯貝斯（登記商標），以及由低熔點材與高熔點材料形成的 2 層不織布（例如優尼機卡公司販售的耶魯非多（登記商標））等為佳。該些支持體材料於積層時不會收縮。又，積層著 P T F E 複合多孔膜的該支持體，容易加工為 U L P A / H E P A 過濾器，以及作為過濾單位時容易增加其折間距（褶數）。

該積層的方式，可以是本發明之 P T F E 複合多孔膜的單面或雙面與支持體積層，但單面的積層時，露出的 P T F E 複合多孔膜容易受機械傷害，所以以兩面積層為佳。積層的方法可採用已知的任何一種方法，又以熔融支

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

## 五、發明說明 ( 16 )

持體材料的一部分的熱壓合，或聚乙烯，聚酯，P F A ( 四氟化乙烯 / 全氟烷基醚共聚合體 ) 等等之粉末作為粘著劑的熱壓合，或使用熱熔樹脂的熱壓同等方法為佳。基於該膜的低強度或收縮考量下，於捲取本發明之複合多孔膜後，進行與支持體積層之方法並非好方法，而係於延伸寬方向，再經熱固定後於捲取複合多孔膜之前，先行與支持體積層為佳。

本發明的第 3 重點係提供上述第 1 重點或第 2 重點所製造的 P T F E 複合多孔膜。該複合多孔膜若由 2 枚 P T F E 膜構成的情形下，其平均孔徑約  $0.2 \sim 0.5 \mu m$ ，室溫下的空氣透過速度為  $5.3 \text{ cm} / \text{sec}$  時其平均壓力損失係  $10 \sim 100 \text{ mm H}_2\text{O}$ ，又以  $10 \sim 60 \text{ mm H}_2\text{O}$  為佳，若由 3 枚 P T F E 膜構成時，其平均孔徑約  $0.2 \sim 0.5 \mu m$ ，前述的壓力損失係  $15 \sim 100 \text{ mm H}_2\text{O}$ 。這些情形具有非常適合作為過濾單位的性質。

換句話說，本發明係提供一種重疊經較長方向及寬方向延伸的至少 2 枚，又以 2 ~ 4 枚為佳的聚四氟化乙烯膜而得到的聚四氟化乙烯複合多孔膜，其平均孔徑係  $0.2 \sim 0.5 \mu m$ ，室溫下以  $5.3 \text{ m} / \text{秒}$  流速透過空氣時的平均壓力損失係  $10 \sim 100 \text{ mm H}_2\text{O}$ ，以 J A C A 為基準下係無實質泄漏點之複合多孔膜。本發明的複合多孔膜，若增加構成多孔膜的 P T F E 膜枚數，其平均孔徑幾乎無變化，但壓力損失會有比例性的增加。構成本發明

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 17)

之 P T F E 複合多孔膜的各個 P T F E 膜，其厚度通常約為 0 . 1 ~ 5  $\mu$  m，又以 0 . 2 ~ 5  $\mu$  m 為佳，複合膜全部的厚度通常約為 0 . 2 ~ 1 0  $\mu$  m，又以 0 . 4 ~ 1 0  $\mu$  m 為佳。

本發明的第 4 重點係，提供至少單面的上述第 3 重點之 P T F E 複合多孔膜與支持體積層而形成的過濾設備。

本發明的製造方法可利用任何一種具有 2 方向延伸膜的延伸裝置進行之。與目前製造 P T F E 多孔膜唯一不同之處係，延伸寬方向的複合體至少係 2 枚的膜重疊形成的。但是，以平常的方法延伸膜的情形，並非只是 1 枚的膜複合體取代 1 枚的膜而已，而是比起以往的延伸方法較易實施本發明的複合多孔膜之製造方法。

具體的說，例如可使用圖 1 的較長方向延伸裝置模式與圖 2 的寬方向延伸裝置模式進行。

圖 1 的延伸裝置係將滾軸 1 捲取的擠出成形 P T F E 膜 3 0 經由滾軸 3 及 4 傳送出去，經過滾軸 5 後通過周速度不同的延伸滾軸 6 及 7，再經由滾軸 8 及 9，1 0，1 1 及 1 2 傳送到捲取滾軸 2 捲取之。

圖 1 中所使用的 P T F E 膜 3 0 最好係重疊至少 2 枚以上之 P T F E 膜的複合體。另一方法係，以圖 1 的裝置延伸 1 枚 P T F E 膜利用複數的捲取滾軸 2 捲取之，再利用該複數捲取滾軸重疊已延伸較長方向的膜可得到複合體。又，可以利用如圖 1 所示的虛線，將預先延伸較長方向的延伸膜 3 0'，從捲取滾軸 2' 抽出，重疊剛延伸後的

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 18)

膜 3 0，再利用捲取滾軸 2 捲取所得的複合體。

將圖 1 之裝置所得的延伸較長方向之膜複合體，利用圖 2 的寬方向延伸裝置延伸該複合體的寬方向。即，膜複合體 4 0 由捲出滾軸 1 3 抽出，經滾軸 1 4 後，於通過預熱烤箱 1 5 後利用寬方向延伸烤箱 1 6 延伸其寬方向，接著通過熱固定烤箱 1 7 可得熱固定的本發明之 P T F E 複合多孔膜，其次，由支持體材料抽出滾軸 2 2 及 2 3 抽出支持體材料 5 0 於 P T F E 多孔膜的兩側利用積層滾軸 1 8 及 1 9 完成積層。該積層的 P T F E 多孔膜再經由滾軸 2 0 以捲取滾軸 2 1 捲取之。

本發明的 P T F E 複合多孔膜的缺陷非常少。就如後述實施例所說明的，利用後述之 J A C A (日本空氣清淨協會) 的過濾設備性能試驗評估使用該膜的過濾設備，發現並無實質的泄漏點。

本發明之 P T F E 複合多孔膜的最好形態係與支持體材料積層的形態，以該形態作成的空氣濾淨器例如使用於無菌室的天花板時，不但能創造超清淨的空間，對於編入半導體製造裝置 (例如塗布現像液，Stepper，浸蝕擴散爐，洗淨裝置等) 內的該半導體尖端所接觸的空氣超超清淨之情形下，能提高具有效果之半導體尖端的合格率。

又，本發明的 P T F E 複合多孔膜能使用為液體用過濾設備。於作為液體過濾設備時，比較現在一般使用的相同孔徑之 P T F E 多孔膜濾材，其透過流量增大 1 0 倍以上，因此，可進行大量的液體之過濾處理或降低該過濾處

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 19 )

理的流動成本。本說明書中所提的過濾設備具有將支持體材料與本發明之複合體的積層體之濾材編入過濾裝置作為部材的意思。

另外，本發明的 P T F E 複合多孔膜能作為間隔壁，於氣化液體時用以除去液體中之微粒子而得到乾淨的氣體。例如作為加濕器的隔膜，能產生乾淨的水蒸氣。

就本發明而言，能生產工業上非常薄的 P T F E 複合多孔膜，該膜可使用於須防水性的用途上或須通氣性的用途上。

### 燒成度

本發明的 P T F E 半燒成體之燒成度係以下面方式測定的。

首先秤  $3.0 \pm 0.1$  mg 的 P T F E 未燒成體之試料，先求取使用該試料的結晶熔解曲線。再秤  $3.0 \pm 0.1$  mg 的 P T F E 半燒成體之試料，求取使用該試料的結晶熔解曲線。

該曲線係利用差于掃描熱量計（以下稱為「D S C」，例如島津製作所公司製 D S C - 5 0 型）而得到的。首先將 P T F E 未燒成之試料放入 D S C 的鋁鍋中，利用下面步驟測定未燒成體的熔解熱及燒成體的熔解熱。

( 1 ) 以  $50^\circ\text{C} / \text{分}$  的加熱速度加熱試料至  $250^\circ\text{C}$ ，接著以  $10^\circ\text{C} / \text{分}$  的加熱速度從  $250^\circ\text{C}$  起加熱至  $380^\circ\text{C}$ 。該加熱步驟所記錄的結晶熔解曲線的 1 個例子

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂



## 五、發明說明 ( 20 )

以圖 3 的曲線 A 表示。該步驟所呈現的吸熱曲線之最大值位置即「 P T F E 未燒成體的熔點」或「 P T F E 細粉末的熔點」。

( 2 ) 該試料加熱至 3 8 0 ° C 後馬上以 1 0 ° C / 分的冷卻速度冷卻至 2 5 0 ° C 。

( 3 ) 再以 1 0 ° C / 分的加熱速度加熱試料至 3 8 0 ° C 。加熱步驟 ( 3 ) 所記錄的結晶熔解曲線的 1 例以圖 3 之曲線 B 表示。加熱步驟 ( 3 ) 所呈現的吸熱曲線之最大值位置即「 P T F E 燒成體的熔點」。

接著利用步驟 1 記錄 P T F E 半燒體的結晶熔解曲線。該曲線的 1 例以圖 4 表示。將 P T F E 未燒成體，燒成體，未燒體之熔解熱的吸熱曲線於基線間的面積作成比例，利用設定解析溫度的島津製作所公司製 D S C - 5 0 型計算出。

該燒成度由下面計算式計算出的。

$$\text{燒成度} = ( \Delta H_1 - \Delta H_3 ) / ( \Delta H_1 - \Delta H_2 )$$

該  $\Delta H_1$  係 P T F E 未燒成體的熔解熱， $\Delta H_2$  係 P T F E 燒成體的熔解熱， $\Delta H_3$  係 P T F E 未燒成體的熔解熱。

關於 P T F E 半燒體，於特開昭第 5 9 - 1 5 2 8 2 5 號公報曾詳細說說明，也可參考本說明書。

下面以實施例說明本發明，但，非限制於該實施例。

### 實施例 1

使用數平均分子量 6 2 0 萬的 P T F E 細粉末 ( 泰京

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

### 五、發明說明 ( 21)

使用數平均分子量 6 2 0 萬的 P T F E 細粉末 ( 泰京工業股份公司製「聚 F R - N , 細粉末 - F 1 0 4 U」)。比對 1 0 0 重量單位的 P T F E 細粉末加入 2 7 重量單位的擠出補助劑之煙油 ( 耶索石油公司製「愛索帕」), 進行圓棒的擠漿, 加熱至 7 0 °C 利用 5 0 m / 分之速度的壓延滾軸可得經壓延的 P T F E 膜。將該膜通過 2 5 0 °C 的熱風乾燥爐, 除去擠出補助劑, 得平均厚度為 1 0 0 μ m , 平均寬 1 5 0 m m , 比重 1 . 5 5 的 P T F E 未燒成膜。

於 3 3 8 0 °C 的烤箱中加熱處理該未燒成膜 4 5 秒, 得燒成度 0 . 4 0 的連續的半燒成 P T F E 膜。經該半燒成步驟的膜, 室溫下其平均寬變成 1 4 0 m m , 比重 2 . 2 5 , 厚度幾乎無變化。

接著, 利用圖 1 的裝置延伸該半燒成膜的較長方向為 1 2 . 5 倍。即, 由半燒成膜捲出滾軸 1 抽出未燒成膜 3 0 經滾軸 3 及 4 送入滾軸 6 及 7 , 延伸與其壓延方向 ( 即擠出方向 ) 相同之方向 ( 即較長方向 ) 。延伸後的膜再經由滾軸 8 , 9 , 1 0 , 1 1 及送入捲取滾軸 2 捲取之。

該較長方向的延伸條件係 :

滾軸 3 , 4 的捲出速度 : 0 . 8 7 m / 分

滾軸 6 的周速度 : 4 m / 分 ( 溫度 2 7 0 °C )

滾軸 7 的周速度 : 1 0 . 8 7 m / 分 ( 溫度 2 7 0 °C )

滾軸 1 0 的周速度 : 1 0 . 8 7 m / 分 ( 溫度 室溫

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 22)

)

滾軸 2 的捲取速度：10.87 m / 分

( 滾軸 6 及 7 的外徑間之距離：5 mm )

延伸後的膜於室溫下其平均寬係 9.8 mm。

於考量寬方向的收縮情形下，計算其較長方向的延伸面積倍率係 8.75 倍 ( = [ 10.87 / 0.87 ] / [ 140 / 9.8 ] )。

其次，由 2 個捲取滾軸抽出所得的延伸較長之膜重疊再捲取，得較長方向延伸的 P T F E 膜複合體。

接著於該複合體的兩側連續以夾子夾緊再利用圖 2 的裝置進行 30 倍的寬方向延伸及之後的熱固定。該寬方向的延伸及熱固定的條件係：

膜複合體行走的速度	10 m / 分
予熱烤箱 ( 15 ) 的溫度	305 °C
寬方向延伸烤箱 ( 16 ) 的溫度	360 °C
熱固定烤箱 ( 17 ) 的溫度	380 °C

結果，其較長方向及寬方向的延伸倍率即膜面積基準下的伸長率 ( 擴張面積倍率 ) 約為 260 倍。

比較例 1

以 1 枚實施例 1 所得的較長方向延伸膜進行實施例 1 相同條件下的 30 倍寬方向延伸。

比較例 2

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

## 五、發明說明 ( 23)

與實施例 1 同樣，首先製造厚度為實施例 1 的 2 倍之未燒成膜，即，得厚度為 2 0 0  $\mu$  m 的未燒成（未延伸）膜，再以 3 3 8  $^{\circ}$ C 烤箱加熱處理該未燒成膜 4 9 秒，得燒成度 0 . 4 0 之連續的 P T F E 半燒成膜。未加熱處理前於室溫下該膜的寬方向係 1 4 5 m m ，比重係 1 . 5 5 ，加熱處理後變成寬方向係 1 3 5 m m ，比重係 2 . 2 5 ，厚度幾乎沒變化。

接著以實施例 1 的相同條件進行該半燒成膜的 1 2 . 5 倍之較長方向延伸，3 0 倍之寬方向延伸及熱固定處理。

### 實施例 2

重疊 2 枚實施例 1 所得的較長方向延伸多孔膜，於除了寬方向延伸烤箱溫度為 3 2 0  $^{\circ}$ C 以外其他與實施例 1 相同的條件下進行 3 0 倍之寬方向延伸及熱固定處理。

### 實施例 3

重疊 2 枚實施例 1 所得的未燒成膜後，利用圖 1 的裝置於實施例 1 相同的條件下進行較長方向 1 . 2 倍的延伸，得 P T F E 膜複合體。接著利用圖 2 的裝置於實施例 1 相同的條件下進行該複合體 3 0 倍的寬方向延伸及熱固定處理。

### 實施例 4

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

### 五、發明說明 ( 24)

於 3 3 8 °C 烤箱中加熱處理實施例 1 所得的 ( 未延伸 ) 未燒成膜 3 0 秒，得燒成度 0 . 3 0 之連續的半燒成膜。熱處理後的膜於室溫下其寬係 1 5 0 m m ，比重係 2 . 2 0 ，厚度幾乎無變化。

接著利用圖 1 的裝置進行該半燒成膜之 2 0 倍較長方向的延伸。該較長方向的延伸條件係，

滾軸 3 ， 4 的捲出速度： 0 . 5 2 m / 分，

滾軸 6 的周速度： 4 m / 分 ( 溫度 3 0 0 °C )

滾軸 7 的周速度： 1 0 . 5 2 m / 分 ( 溫度 3 0 0 °C )

滾軸 1 0 的周速度： 1 0 . 5 2 m / 分 ( 溫度 室溫 )

滾軸 2 的捲取速度： 1 0 . 8 7 m / 分

( 滾軸 6 及 7 的外徑間距離： 5 m m )

延伸後於室溫下的膜寬係 1 0 0 m m 。結果，該較長方向的擴張面積倍率係 1 3 . 3 倍。

其次，重疊 2 枚所得的較長方向延伸膜捲取之，以實施例 1 相同的裝置進行寬方向 2 8 倍的延伸及之後的熱固定處理。該寬方向的延伸及熱固定處理的條件係：

膜複合體行走速度 1 0 m / 分

預熱烤箱溫度 3 0 5 °C

寬方向延伸烤箱的溫度 3 8 0 °C

熱固定烤箱的溫度 3 9 5 °C

結果，長方向與寬方向的延伸之面積倍率約 3 7 0 倍

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

袋

訂

## 五、發明說明 ( 25)

。

### 實施例 5

重疊實施例 1 所得的較長方向延伸膜與實施例 4 所得的較長方向延伸膜捲取之，於實施例 1 的條件下進行 30 倍的寬方向延伸及熱固定處理，即於不同的半燒成體之燒成度情形下製造複合多孔膜。

### 實施例 6

利用實施例 1 相同的裝置，首先進行實施例 1 所得的未燒成未延伸膜（即，未燒成）之較長方向的 10 倍延伸。該較長方向的延伸條件係，

滾軸 3，4 的捲出速度：11.11 m / 分，

滾軸 6 的周速度：4 m / 分（溫度 300 °C）

滾軸 7 的周速度：11.11 m / 分（溫度 300 °C

）

滾軸 10 的周速率：11.11 m / 分（溫度 室溫

）

滾軸 2 的捲取速度：11.11 m / 分

（滾軸 6 及 7 的外徑間距離：5 mm）

延伸後於室溫下的膜寬係 127 mm。結果，該較長方向的擴張面積倍率係 8.5 倍。

接著重疊 2 枚所得的較長方向延伸膜（未燒成的）捲取之，以實施例 1 相同的裝置進行寬方向的 30 倍延伸及

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

袋

訂

## 五、發明說明 ( 26)

之後的熱固定處理。該寬方向之延伸及熱固定處理的條件係，

膜複合體行走速度	1 0 m / 分
預熱烤箱溫度	2 0 0 °C
寬方向延伸烤箱的溫度	2 0 0 °C
熱固定烤箱的溫度	2 0 0 °C

結果，該較長方向與寬方向的延伸之擴張面積倍率約 2 5 0 倍。

實施例 7

重疊 2 枚實施例 1 所得的未燒成未延伸膜後，利用圖 1 的裝置於實施例 6 相同的條件下進行較長方向的 1 0 倍延伸，得延伸較長方向的未燒成之 P T F E 膜複合體。接著以圖 2 的裝置於實施例 6 相同的條件下進行該複合體的寬方向之 3 0 倍延伸及熱固定處理。

實施例 8

重疊 2 枚實施例 6 所得的較長方向延伸多孔膜形成膜複合體，於除予熱烤箱溫度 1 5 0 °C，寬方向延伸烤箱之溫度 1 5 0 °C 以外其他同實施例 6 的條件下進行寬方向的 3 0 倍延伸及熱固定處理。

評估上述實施例及比較例所得的 P T F E 多孔膜或 P T F E 複合多孔膜的支持體材料積層前之膜厚 (  $\mu$  m )，平均孔徑 (  $\mu$  m ) 及壓力損失 ( m m H<sub>2</sub>O )，支持

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 27 )

體材料積層後的壓力損失 ( mm H<sub>2</sub>O ) 及其變動係數，以及支持體材料積層後多孔膜之過濾設備的平均粒子泄漏場所數及設備的壓力損失 ( mm H<sub>2</sub>O ) 。

評估的方法，下面簡單說明之。

### ( 膜厚 )

使用三豐 ( 股 ) 公司製 1 D - 1 1 0 M H 型膜厚計，測定 5 枚多孔膜或複合多孔膜重疊後全體的膜厚，再將該膜厚除於 5 得 1 枚膜的膜厚。

### ( 平均孔徑 )

以 A S T M F - 3 1 6 - 8 6 的記錄為基準測定 M F P ( mean flow pore size ) 作為平均孔徑。實際係使用 coulter porometer [ ( Coulter Electronics ) 公司 ( 英國 ) 製 ] 測定。

### ( 支持體材料積層前 / 後的壓力損失 )

將製得的多孔膜切出 1 5 c m × 1 5 c m ，作成內徑 1 1 c m 的丹筒狀膜箍。於該膜箍的入口處施行表壓 0 . 1 k g / c m<sup>2</sup> ，以流量計調節出口處之流出的空氣流量，設定通過多孔膜的空氣流速為 5 . 3 m / 秒，再以壓力計測量此時的壓力損失。( 測定溫度：室溫 )

又，積層後的評估係利用圖 2 的熱固定後之積層裝置使實施例及比較例所得的二方向延伸 P T F E 多孔膜或複合多孔膜與不織布積層後評估其壓力損失 ( 測定溫度：室

( 請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁 )

裝

訂

## 五、發明說明 ( 28)

溫 ) 。該積層條件如下，

上方的不織布：耶魯貝絲 T 1 0 0 3 W D O ( 尤尼  
基卡 ( 股 ) 公司製 )

下方的不織布：耶魯非特 E 0 3 0 W D O ( 尤尼基卡  
( 股 ) 公司製 )

加熱滾軸 ( 1 8 及 1 9 ) 溫度：1 5 0 °C

該測定方式係測定 1 0 0 枚的多孔膜，求取其平均值  
作為壓力損失。其次，將 1 0 0 枚的各個壓力損失值的標  
準偏差除以壓力損失的平均值再乘以 1 0 0 作為其變動係  
數，也作為面內均一性或偏差的指標。

( 空氣濾淨器設備的評估 )

### 設備的壓力損失

以上述所得的層壓膜分別製作的 1 0 台裝置尺寸為  
6 1 0 × 6 1 0 m m ，濾材面積為 1 2 m<sup>2</sup> 的過濾設備進行  
評估。其壓力損失係，空氣於有效膜面積為 6 1 0 ×  
6 1 0 m m 的設備下以 1 0 m<sup>3</sup> / 分的風量流入裝置，以  
壓力計測量設備的上游與下游的差壓。

### 洩漏場所的測定方法

以 J A C A N o . 1 0 C 4 , 5 , 4 為基準 ( 日本  
空氣清淨協會發行 1 9 7 9 年「空氣清淨裝置性態試驗方  
法基準」 ) 進行空氣過濾設備之洩漏場所的測定。

由拉斯青筒口產生的 P O P ( 酞酸二辛基 ) 粒子混合

( 請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁 )

表

訂

## 五、發明說明 ( 29)

清淨空氣調製成粒徑  $0.3 \mu\text{m}$  以上之 D O P 粒子的濃度為  $10^9$  個 /  $\text{ft}^3$  的檢查流體。接著該檢查流體從組合的空氣過濾設備的上游，以氣流速度  $0.4 \text{ m} / \text{秒}$  通過過濾設備。

其次以 1 秒中  $5 \text{ cm}$  速度的掃描探針掃描空氣過濾設備試驗體下游  $25 \text{ mm}$  處，並且以  $5 \sim 30 \text{ l} / \text{分}$  的速度吸收空氣，再以微粒計算檢查下游的 D O P。

但，該掃描係經過空氣過濾設備的濾材及濾材與框的結合部分之全體，因此該行程稍有重覆。

該洩漏場所的存在係利用下游之 D O P 的粒徑分布與上游之粒徑分布相同作為判斷。

上述的評估以表 1 表示之。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 ( 30 )

【表1】

	比較例		實施例							
	1	2	1	2	3	4	5	6	7	8
〈膜層前特性〉										
膜厚 (μm)	1	2	2	2	2	1.5	2	2.5	2.5	2.5
平均孔径 (nm)	0.31	0.30	0.30	0.28	0.31	0.48	0.33	0.32	0.33	0.30
壓力損失 (mmH <sub>2</sub> O)	22	43	41	44	40	15	30	40	39	44
〈膜層後特性〉										
壓力損失 (mmH <sub>2</sub> O)	23	44	41	44	41	16	30	41	40	45
變動係數 (%)	13.5	13.1	12.1	16.1	12.2	12.3	12.3	23.1	23.7	25.3
〈過濾設備的品質〉										
滲漏場所數 (平均)	3	2.5	0	0	0	0	0	0	0	0
設備壓力損失 (mmH <sub>2</sub> O)	8	15	15	16	16	6	11	15	15	16

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

### 五、發明說明 ( 31)

由表 1 得知，本發明的 P T F E 複合多孔膜沒有實質的泄漏場所存在。

#### 參考例 1

爲了確認重疊 2 枚較長方向延伸膜的複合體於寬 3 向延伸中是否係各個獨立的延伸動作而進行下面的實驗。

於實施例 1 所得的半燒成較長方向延伸膜的規定處利用刀刃沿著較長方向切出長 5 m m 的傷痕，再於該膜上重疊另一枚實施例 1 所得無傷的較長方向延伸膜後，進行實施例 1 相同條件下的 3 0 倍寬方向延伸及熱固定處理。

結果僅於有傷的膜上形成直徑 1 . 5 c m 的圓穴，無傷的膜則無穴形成。

由結果可判定，該至少重疊 2 枚較長方向延伸之半燒成體形成的複合體於寬方向延伸的情形係各個膜獨立進行延伸舉動的。

#### 參考例 2

除了寬方向延伸烤箱的溫度爲 3 2 0 °C 以外，其他與參考例 1 相同的條件下進行 3 0 倍寬方向延伸及熱固定。結果僅於布傷之膜上形成直徑 1 . 5 c m 的圓穴，無傷之膜則無穴形。

#### 參考例 3

於實施例 6 所得的未燒成較長方向延伸膜上形成同參

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

### 五、發明說明 ( 32)

考例 1 的傷，再於該膜上重疊實施例 6 所得的無傷的未燒成較長方向延伸膜形成複合體。接著，除了寬方向延伸烤箱之溫度為 380 °C 以外，其他與實施例 1 相同的條件下進行該複合體 30 倍的寬方向延伸及熱固定處理。

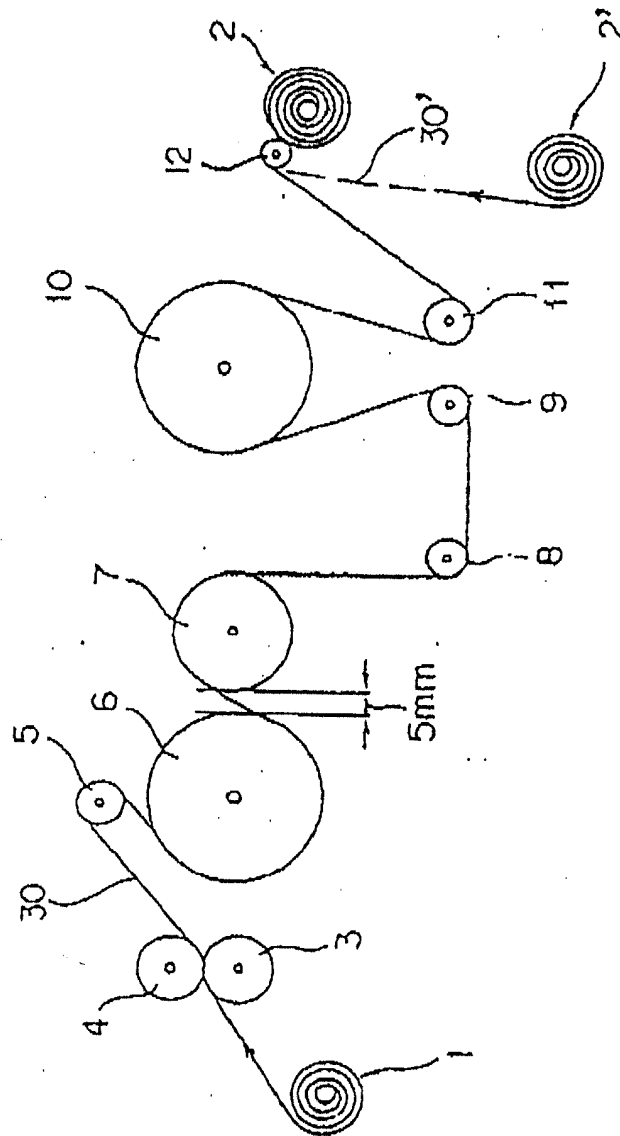
檢查所得的膜，結果雙方的膜均形成直徑 1.5 cm 的穴。

由上述結果可判定，未燒成帶狀的複合體於 P T F E 之熔點以上之溫度下進行寬方向延伸的情形，並非該 2 枚膜獨立的進行延伸動作，因此一方的傷會影響另一方。

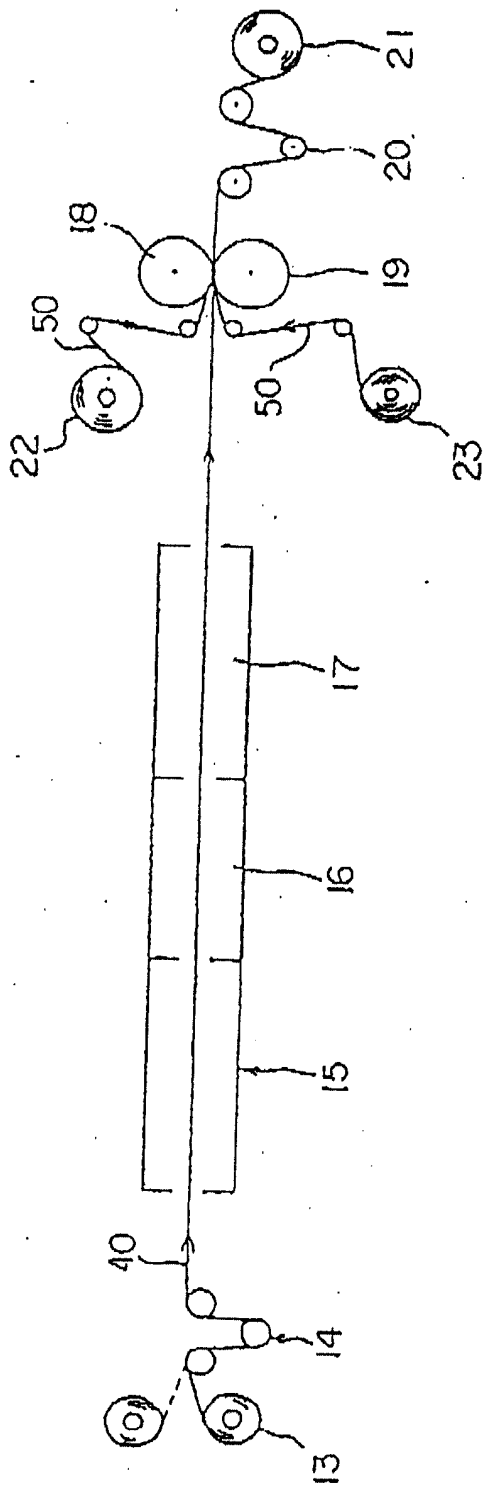
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

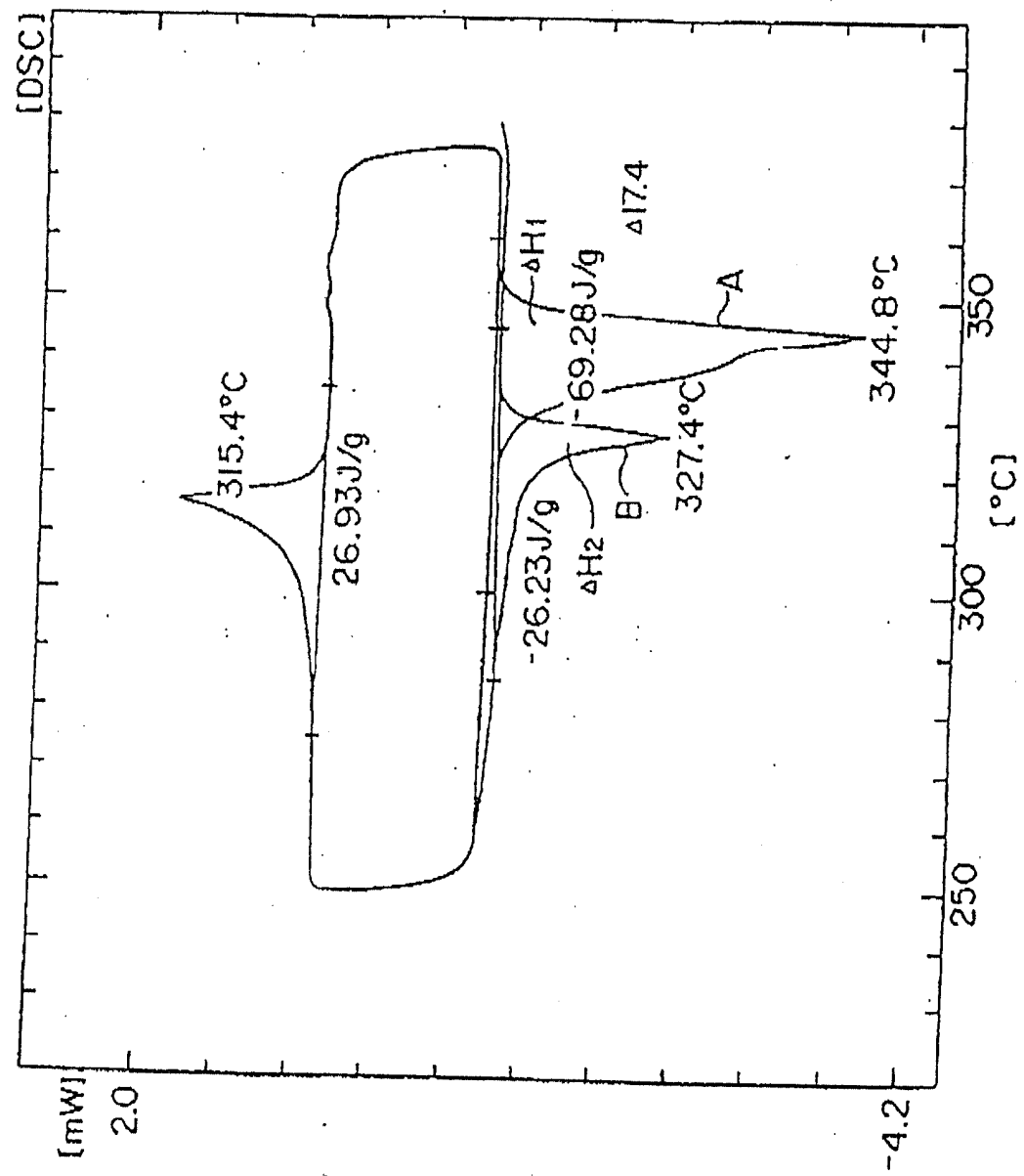
第 1 圖



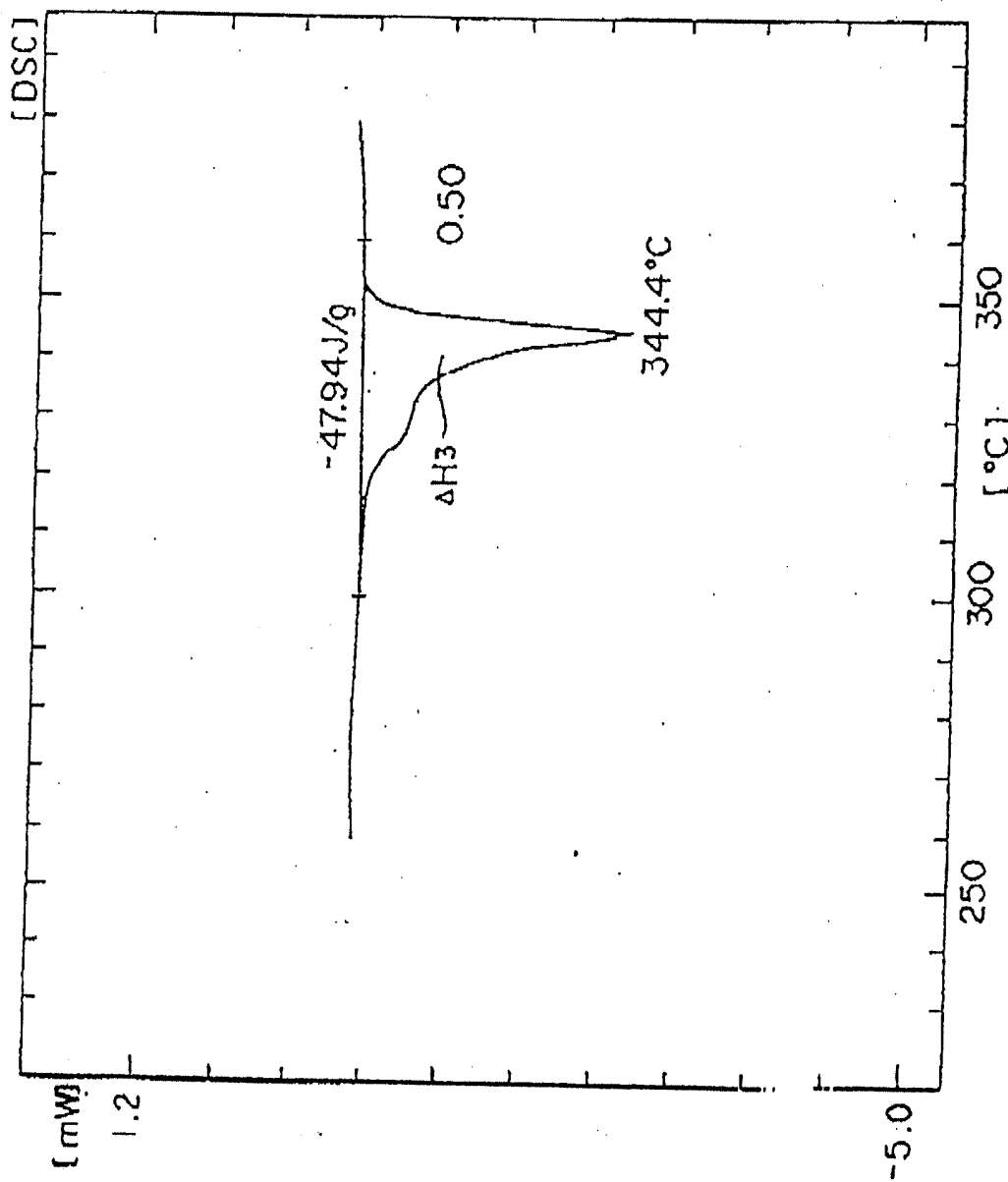
第 2 圖



第 3 圖



第 4 圖



四、中文發明摘要(發明之名稱: )

聚四氟化乙烯複合多孔膜

本發明的目的係提供一種沒有實質缺陷的聚四氟化乙  
烯(P T F E)多孔膜。

該膜係將以乳化聚合法製得之P T F E以糊漿擠出，  
接著，將半燒成方式得到的P T F E薄膜於P T F E燒成  
體的融點以下溫度，於長方向延伸狀態下，將2枚重疊者  
，於寬方向延伸而得到之P T F E複合多孔膜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要(發明之名稱: )

## 六、申請專利範圍

第 84104326 號 專利 申請 案

中文 申請 專利 範圍 修正 本

民國 85 年 10 月 修正

1. 一種聚四氟化乙烯複合多孔膜的製造方法，其特徵在於，以乳化聚合法製得的聚四氟化乙烯經擠漿，因場合其後經半燒成所得的膜於聚四氟化乙烯燒成體的熔點以下溫度進行長方向延伸之狀態下，將重疊至少 2 枚之複合體，於各膜為獨立延伸動作條件下，一起於寬方向延伸。

2. 一種聚四氟化乙烯複合多孔膜的製造方法，其包含下列步驟，含有乳化聚合法製得的聚四氟化乙烯粉末及液狀潤滑劑所成的混合物經擠漿而形成 P T F E 膜；

其次，於 P T F E 燒成體的熔點以下之溫度在擠出方向（即較長方向，M D 方向）延伸該膜，可得到至少 2 枚延伸之 P T F E 膜為重疊之複合體；

在寬方向（即，垂直於較長方向的方向，T D 方向）延伸所得複合體，而得到長方向延伸及寬方向延伸的擴張面積倍率至少 5 0 倍延伸之複合體；及需要時將所得延伸複合體熱固定處理，如此所形成的方法。

3. 如申請專利範圍第 2 項之製造方法，其中的寬方向之延伸溫度係 1 0 0 ~ 2 0 0 °C，熱固定溫度係寬方向之延伸溫度以上聚四氟化乙烯燒成體的熔點以下之溫度。

4. 一種聚四氟化乙烯複合多孔膜的製造方法，其係由，含乳化聚合法製得的聚四氟化乙烯粉末及液狀潤滑劑的混合物經擠漿形成 P T F E 膜；

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

紙

## 六、申請專利範圍

再將 P T F E 薄膜經半燒成；

接著，於 P T F E 燒成體的熔點以下之溫度延伸該半燒成膜的擠出方向（即，較長方向，M D 方向）得到至少 2 枚延伸的 P T F E 膜為重疊之複合體；

再在寬方向於延伸溫度 2 0 0 ~ 4 2 0 °C 延伸所得複合體（即，垂直於較長方向的方向，T D 方向），得到長方向及寬方向延伸的擴張面積倍率至少 50 倍的延伸之複合體；及需要時的延伸複合體之熱固定處理所形成的方法。

5. 如申請專利範圍第 4 項之製造方法，其中的寬方向之延伸溫度為聚四氟化乙烯燒成體的熔點以上之溫度，而熱固定溫度係聚四氟化乙烯燒成體的熔點以上之溫度。

6. 如申請專利範圍第 1 ~ 5 項中任一項的製造方法，其更包含，於寬方向延伸後及因場合而熱固定後，該複合多孔膜至少一側積層多孔質的支持體材料之步驟。

7. 一種聚四氟化乙烯複合多孔膜，其係由申請專利範圍第 1 ~ 6 項中任何一項的製造方法製得的。

8. 如申請專利範圍第 7 項複合多孔膜，其為，在長方向及寬方向延伸的至少 2 枚聚四氟化乙烯膜為重疊的複合多孔膜，該複合多孔膜的平均孔徑係 0. 2 ~ 0. 5  $\mu$  m，室溫下以 5. 3 m / 秒之流速通過空氣時的平均壓力損失係 1 0 ~ 1 0 0 m m H<sub>2</sub>O，以 J A C A 為基準之泄漏場所實質上為 0 的複合多孔膜。

9. 如申請專利範圍第 7 或 8 項的複合多孔膜，其為用做過濾設備者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂