

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5122048号
(P5122048)

(45) 発行日 平成25年1月16日(2013.1.16)

(24) 登録日 平成24年11月2日(2012.11.2)

(51) Int.Cl.

F I

B O 1 D 39/20 (2006.01)

B O 1 D 39/20 B

D 2 1 H 13/40 (2006.01)

D 2 1 H 13/40

D 2 1 H 27/08 (2006.01)

D 2 1 H 27/08

D O 6 M 15/263 (2006.01)

D O 6 M 15/263

D O 6 M 15/277 (2006.01)

D O 6 M 15/277

請求項の数 37 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-544975 (P2001-544975)
 (86) (22) 出願日 平成12年12月14日(2000.12.14)
 (65) 公表番号 特表2003-516848 (P2003-516848A)
 (43) 公表日 平成15年5月20日(2003.5.20)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2000/033912
 (87) 国際公開番号 W02001/043850
 (87) 国際公開日 平成13年6月21日(2001.6.21)
 審査請求日 平成19年12月13日(2007.12.13)
 審判番号 不服2012-73 (P2012-73/J1)
 審判請求日 平成24年1月4日(2012.1.4)
 (31) 優先権主張番号 60/170,789
 (32) 優先日 平成11年12月15日(1999.12.15)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 501475963
 ホリングワース・アンド・ボーズ・カンパ
 ニー
 アメリカ合衆国マサチューセッツ州0203
 2イーストワルポール・ワシントンストリ
 ート112
 (74) 代理人 100100158
 弁理士 鮫島 睦
 (74) 代理人 100068526
 弁理士 田村 恭生
 (74) 代理人 100132252
 弁理士 吉田 環

早期審理対象出願

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低硼素含量マイクロガラス繊維の濾過媒質

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

実質的に硼素を含まず且つ70重量%より少ない SiO_2 を含むガラスウール繊維および実質的に硼素を含まない切断ガラス繊維から成り、該切断ガラス繊維は規定の長さ切断されたものであり、全体に互って該ガラスウールの中に分散していることを特徴とする不織布フィルター媒質複合体であって、

該ガラスウール繊維は酸化硼素を約0.2重量%より少ない量で含んでおり、

該切断ガラス繊維は酸化硼素を約1.0重量%より少ない量で含んでおり、

該切断ガラス繊維は約55重量%と約65重量%との間の SiO_2 を含んでおり、

該ガラスウール繊維は約55重量%と約70重量%との間の SiO_2 を含んでいる、不織布フィルター媒質複合体。

10

【請求項2】

該ガラスウール繊維は平均直径が約0.1~約5.0 μ であることを特徴とする請求項1記載のフィルター媒質複合体。

【請求項3】

該ガラスウール繊維は平均直径が約0.4~約1.0 μ であることを特徴とする請求項2記載のフィルター媒質複合体。

【請求項4】

該ガラスウール繊維の長さ対直径の比(1/d)は約100~約10,000であることを特徴とする請求項1記載のフィルター媒質複合体。

20

【請求項 5】

該切断ガラス繊維は平均直径が約 6 . 5 μ であることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 6】

該切断ガラス繊維は平均の長さが約 6 . 3 5 mm ~ 1 2 . 7 mmであることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 7】

該複合体はさらに接合剤を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 8】

該接合剤は該複体の約 2 ~ 1 0 重量%であることを特徴とする請求項 7 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 9】

該接合剤はスチレン - アクリル系接合剤であることを特徴とする請求項 7 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 10】

該複合体はさらに撥水剤を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 11】

該撥水剤はフルオロアクリレートであることを特徴とする請求項 10 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 12】

該複合体はさらに表面活性剤を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 13】

該切断ガラス繊維は約 1 0 ~ 1 5 % 重量%の Al_2O_3 を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 14】

該切断ガラス繊維は約 0 重量%と約 1 重量%未満との間の硼素を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 15】

該切断ガラス繊維は約 1 重量%より少ない酸化鉄を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 16】

該切断ガラス繊維は約 2 重量%より少ない酸化ナトリウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 17】

該切断ガラス繊維は約 3 . 0 重量%より少ない酸化カリウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 18】

該切断ガラス繊維は約 2 0 ~ 約 2 5 重量%の酸化カルシウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 19】

該切断ガラス繊維は約 5 重量%より少ない酸化マグネシウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 20】

該ガラスウール繊維は約 7 重量%より少ない Al_2O_3 を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 21】

該ガラスウール繊維は約 0 . 5 重量%より少ない酸化鉄を含んでいることを特徴とする

10

20

30

40

50

請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 2】

該ガラスウール繊維は約 0.2 重量% より少ない 珪素を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 3】

該ガラスウール繊維は約 0.08 重量% より少ない 珪素を含んでいることを特徴とする請求項 2 2 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 4】

該ガラスウール繊維は約 1.5 重量% より少ない 酸化ナトリウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 5】

該ガラスウール繊維は約 7 重量% より少ない 酸化カリウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 6】

該ガラスウール繊維は約 10.0 重量% より少ない 酸化カルシウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 7】

該ガラスウール繊維は約 5 重量% より少ない 酸化マグネシウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 8】

該ガラスウール繊維は約 10 重量% より少ない 酸化バリウムを含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 2 9】

該ガラスウール繊維は約 5 重量% より少ない 酸化亜鉛を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 0】

該切断ガラス繊維は約 5.5 ~ 約 6.5 重量%の SiO_2 、約 1.0 ~ 1.5 重量%の Al_2O_3 、約 0 重量%と約 1 重量% 未満との間の 珪素、約 1 重量% より少ない 酸化鉄、約 2.0 重量% より少ない 酸化ナトリウム、約 3.0 重量% より少ない 酸化カリウム、約 2.0 ~ 2.5 重量%の酸化カルシウム、および約 5 重量% より少ない 酸化マグネシウムを含み、該ガラスウール繊維は約 7.0 重量% より少ない SiO_2 、約 7 重量% より少ない Al_2O_3 、約 0.5 重量% より少ない 酸化鉄、約 0.2 重量% より少ない 珪素、約 1.5 重量% より少ない 酸化ナトリウム、約 7 重量% より少ない 酸化カリウム、約 10.0 重量% より少ない 酸化カルシウム、約 5 重量% より少ない 酸化マグネシウム、約 10 重量% より少ない 酸化バリウムおよび約 5 重量% より少ない 酸化亜鉛を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 1】

該切断ガラス繊維は該フィルター媒質複合体の全重量の約 5 ~ 約 40 重量%をなしている請求項 3 0 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 2】

該切断ガラス繊維は約 5.9 ~ 約 6.0 重量%の SiO_2 、約 1.3 重量%の Al_2O_3 、約 0.6 重量% より少ない 珪素、約 0.5 重量% より少ない 酸化鉄、約 1.0 重量% より少ない 酸化ナトリウム、約 0.5 重量% より少ない 酸化カリウム、約 2.1 ~ 2.3 重量%の酸化カルシウム、約 4.0 重量% より少ない 酸化マグネシウムを含み、該ガラスウール繊維は約 6.2 ~ 6.9 重量%の SiO_2 、約 2.5 ~ 6.5 重量%の Al_2O_3 、約 0.2 重量% より少ない 酸化鉄、約 0.08 重量% より少ない 珪素、約 8.5 ~ 12.5 重量%の酸化ナトリウム、約 2.5 ~ 約 7.0 重量%の酸化カリウム、約 4.0 ~ 6.0 重量%の酸化カルシウム、約 2.5 ~ 約 5.0 重量%の酸化マグネシウム、約 0 ~ 約 9.5 重量%の酸化バリウムおよび約 0.5 ~ 約 3.0 重量%の酸化亜鉛を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

10

20

30

40

50

【請求項 3 3】

該切断ガラス繊維は該フィルター媒質複合体の全重量の約 5 ~ 約 4 0 重量 % をなしている請求項 3 2 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 4】

該切断ガラス繊維は該フィルター媒質複合体の全重量の約 5 ~ 約 4 0 重量 % をなしている請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 5】

該切断ガラス繊維は該フィルター媒質複合体の全重量の約 2 0 ~ 約 2 5 重量 % をなしている請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 6】

該切断ガラス繊維は平均直径が 5 . 0 ~ 9 . 0 μ である請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【請求項 3 7】

該切断ガラス繊維は長さが 0 . 1 6 c m ~ 5 . 0 8 c m である請求項 1 記載のフィルター媒質複合体。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

(本発明の分野)

本発明は硼素を含まない、即ち実質的に硼素を含まないガラス組成物を有する不織布ガラス繊維複合体に関する。この不織布複合体はフィルター媒質として、特にエレクトロニクスおよび半導体工業において有用である。

【0 0 0 2】

(本発明の背景)

ガラス繊維の製造において通常硼素またはフッ素を含むガラスバッチ成分が使用されてきた。ガラスバッチの中のこれらの成分は熔融中に融剤として作用し、一般に硼珪酸塩の中には約 9 ~ 1 1 重量 %、E - ガラスの中には 4 ~ 7 重量 % のレベルで見出される。硼珪酸塩ガラスおよび E ガラスからつくられる高効率粒子用空気 (H E P A) フィルターおよび超低透過性空気 (U L P A) フィルターは従来からクリーンルームにおいて空気中に含まれる汚染物質を減少させるのに用いられてきた。しかし現在では、湿った条件下におかれるか、および / またはしばしば製造工程に使用されるガス状のフッ化水素酸に露出された場合、これらのガラスフィルターは硼素を含む汚染物質を生成することが知られている。例えばマイクロエレクトロニクス工業においては、硼素は珪素ウエハに対する汚染物質と考えられている。珪素ウエハに対する含硼素汚染物質により意図しない p - 型のドーピングが行われる。

【0 0 0 3】

クリーンルーム中の硼素源は周囲空気の供給源と関連しているが、その硼素含量は最大 5 0 0 n g / m² に達することができる。アルミニウムのエッチング工程、イオン注入工程、p - 型のドーピング原料および H E P A 並びに U L P A フィルター媒質もクリーンルームの環境に供給される空気の中の含硼素汚染物質として寄与することができる。伝統的な H E P A および U L P A フィルター媒質はガラス構造の内部にある元素の一つとして硼素を含有するガラス繊維を含んでいる。

【0 0 0 4】

例えば伝統的な H E P A フィルターは直径が約 0 . 1 ~ 5 . 0 μ m の硼珪酸塩の微小ガラス繊維および直径が 5 ~ 6 0 μ m の合成強化繊維を含んでいることができる。合成強化繊維は炭素をベースにした重合体であることができ、ガスの放出起こすこと、可燃性、および / または湿った条件において引張り強さの保持性が悪いこと、例えば折り目強さ (c r e a s e s t r e n g t h) が低いことのために一般的には高温の用途には適していない。別法として補強用の繊維は高水準で硼素を含む E - ガラスのようなガラス繊維であることができる。これらの H E P A フィルターから生じる硼素汚染物質は、約 1 8 3 フィート / 分の空気速度において最高 2 6 0 n g / m² に達することができる。フッ化水素酸お

10

20

30

40

50

よび／またはクリーンルーム（相対湿度は45%より大きいことが多い）から出る水が組み合わされ、ガラス繊維中の硼素は汚染物質、例えば BF_3 または硼酸となって空気中に浮遊する原因になる。

【0005】

従って、引張り強さおよび折り目強さの保持を含む上記問題を回避できる不織布ガラス繊維複合体の製造が必要とされている。

【0006】

（本発明の概要）

本発明においては、ガラス繊維をベースにした濾過媒質用いる際に典型的に見られるような硼素をベースにしたガスの放出を起こさず、粒子および／またはオイルを保持し且つ湿った環境に耐えるガラス繊維の不織布ウェーブ、例えば複合体を提供することにより上記の問題が回避される。本発明のフィルター媒質は有利なことには折り目強さを著しく失うことなく長期間に亘って増加した耐湿性をもっている。その結果本発明の実質的に硼素を含まないフィルター媒質は、温度および湿度が厳密に制御され硼素をベースにした汚染物質の放出が許容されないような、例えばマイクロチップ等の製造に使用されるクリーンルームの中におけるような環境において使用することができる。

【0007】

或る特定の具体化例において、本発明のフィルター媒質は実質的に硼素を含まないガラスウール繊維および実質的に硼素を含まない切断されたガラスのフィラメント／繊維を含む不織布のフィルター媒質複合体である。切断されたガラス繊維はガラスウール成分の全体に亘って分散（*intersperse*）しており、不織布の濾過媒体に構造的な一体性を賦与している。一般に、複合体フィルターが所望の効率をもつためには、切断されたガラス繊維の割合は全量に関し約5～約40%である。典型的なガラスウール繊維の硼素含有量は0.2重量%より、好ましくは0.1重量%より、最も好ましくは0.08重量%より少ない。一般に切断ガラス繊維の硼素含量は1.0重量%より、好ましくは約0.6重量%より、さらに好ましくは0.1重量%より少なく、最も好ましくは酸化硼素のような硼素を検出できる水準で含んでいない。従って本発明によれば、硼素をベースにした汚染物質が殆ど許容されない工業的、医薬的用途および半導体の用途に有用なフィルター媒質が提供される。また本発明によれば高い濾過特性をもったフィルター媒質が提供される。

【0008】

本発明の他の利点は、下記の説明を読むことによって当業界の専門家には容易に明らかになるであろう。本明細書において特記しない限りすべての重量による割合はフィルター複合体、ガラスウール繊維または切断ガラス繊維の全量に基づくものとする。また記載したすべての範囲は特記しない限り両端の値を含むものとする。

【0009】

本発明の他の目的、利点および特徴は、添付図面と関連させて考察しながら下記の詳細な説明を読むことによって容易に評価できまた一層よく理解されるであろう。添付図面においては図面全体に亘って同じ部分には同じ参照番号が付けられている。

【0010】

（本発明の詳細な記述）

本発明の特徴および他の詳細点は特許請求の範囲に一層特定的に説明され指摘されている。例示のために本発明の特定の具体化例が示されているが、これらの具体化例は本発明を限定するものではない。本発明の原理的な特徴は本発明の範囲を逸脱することなく種々の具体化例に用いることができる。本発明は少なくとも部分的には、空気中に含まれる硼素汚染物質のレベルに厳密な制限があるクリーンルームの中で使用するのに適したフィルター媒質を本発明によって提供できるという発見に基礎を置いている。このようにして本発明によれば実質的に硼素を含まないガラスウール繊維と実質的に硼素を含まない切断ガラス繊維を含む不織布のフィルター媒質複合体が提供される。

【0011】

切断ガラス繊維はガラスウール全体に互って内部に分散され、不織布のフィルター媒質に構造的な一体性を賦与し、不織布の複合体構造をつくっている。一般に、切断ガラス繊維の重量割合は複合フィルターの全量に関して約5～50重量%、例えば10～35重量%、15～30重量%、20～30重量%、20～25重量%であることができ、ここで該複合フィルターは不織布複合体の特性を選択的に変化させる他の成分を含んでいることができる。適当な不織布複合体の中に含まれる添加剤としては当業界の専門家には公知の接合剤、表面活性剤、撥水剤、連結剤、黴防止剤、染料および交叉結合剤がある。

【0012】

「不織布」という言葉は当業界の専門家によって認知されており、機械的、熱的または化学的方法で繊維またはフィラメントを接合または絡み合わせることによってつくられたシートまたはウェッブ構造物を含むとされている。繊維を織物または編物にされる系に変える必要はないから、不織布材料は伝統的な織物に比べ材料1フィート当たり一層迅速に且つ経済的に製造することができる。

10

【0013】

不織布フィルター媒質のガラス繊維成分、即ちフィルター媒質のガラスウールおよび切断ガラス繊維部分は実質的に硼素を含んでいない。「実質的に含んでいない」という言葉は該組成物が硼素のような特定の成分、例えばガラス繊維を製造するのに使用される原料の中の不純物に由来する成分を多くとも痕跡量しか含んでいないことを意味する。一般にガラスウール繊維は硼素、例えば酸化硼素のような形で硼素を約0.2重量%以下しか、好ましくは約0.1重量%以下しか、さらに好ましくは約0.08重量%以下しか含んでおらず、最も好ましくは検出し得えないレベルでしか、例えば約0重量%しか含んでいない。一般に、切断ガラス繊維は硼素、例えば酸化硼素を約1.0重量%以下しか、好ましくは約0.6重量%以下しか、さらに好ましくは検出し得えないレベルでしか、例えば約0重量%しか含んでいない。

20

【0014】

硼素汚染物質を殆ど含んでいないガラスウール繊維は当業界の専門家には公知であり、その多くは市販されている。例えば米国特許5,789,329号; 4,542,106号; 4,396,722号; 4,199,364号; 4,166,747号; 4,026,715号; 3,876,481号; 3,929,497号; 3,847,627号; 3,847,626号; および英国特許明細書520,427号には本発明の不織布複合体に有用なガラス繊維を含む適当な低硼素含量のガラス繊維が記載されている。本発明の不織布複合体に使用できる市販の「実質的に硼素を含まない」ガラス繊維はEvanite Fiber Corporation, (米国オレゴン州、1551 S.E. Crystal Lake Drive, Post Office Box E, Corvallis, 97339-0598、製品番号800シリーズ)、Lauscha Fiber International GmbH, (Dammweg 35, 98724 Lauscha, ドイツ、Product Aglass, また 105 Easport Lane Summerville, 米国サウスカロライナ州、29483)、Nanjing Fiberglass Research & Design Institute (30 AmDeLi, West Yu Hua Road, 南京 210012, 中華人民共和国) およびThuringer Filler Glas GmbH & Co. KG (98743 Spechtsbrunn, ドイツ、Sanneberger Strasse 41) から市販されている。

30

40

【0015】

一具体化例においては、本発明の不織布フィルター媒質複合体に使用するのに適したガラスウール繊維は約0.1～約5.0 μ 、好ましくは約0.4～約1.0 μ 、最も好ましくは約0.55～0.75 μ (μ m)の平均直径をもっている。このガラスウール繊維の長さ対直径の比(1/d)は一般に約100～約10,000(1/d)、好ましくは約50～2500、最も好ましくは約300(1/d)である。

【0016】

50

本発明の不織布複合体に使用するのに適したガラスウール繊維は一般に二酸化珪素 (SiO_2)、三酸化アルミニウム (Al_2O_3)、酸化鉄 (FeO 、 Fe_2O_3)、約 0.1% 以下の硼素 (酸化硼素並びにガラス繊維組成物中に典型的に見出される他の硼素汚染物質)、酸化ナトリウム (Na_2O)、酸化カリウム (K_2O)、酸化カルシウム (CaO)、酸化マグネシウム (MgO)、酸化バリウム (BaO) および酸化亜鉛 (ZnO)、並びに種々の痕跡元素および/またはその酸化物、例えば二酸化チタン (TiO_2) ZrO_2 、 Cr_2O_3 、フッ素、硫酸塩、等を含んでいる。当業界の専門家にはこれらのガラス組成物は真の酸化物よりも原子価が多いまたは少ない各金属酸化物の不純物を含んでいることができることは明白であろう。例えば本発明の組成物の範囲内に含まれる金属酸化物には次の式をもつものがある:

$\text{M}_n(\text{O})_{n+1}$; ここで n は 0 より大きな正の値である。

【0017】

$\text{M}_n(\text{O})_n$; ここで n は 0 より大きな正の値である。

【0018】

$\text{M}_n(\text{O})_{n-1}$; ここで n および $n-1$ は 0 より大きな正の値である。さらに $n+1$ 、 n 、 $n-1$ は整数またはその分数である。また

M は金属酸化物をつくり得る金属、例えば Si 、 Al 、 Fe 、 Na 、 K 、 Ca 、 Mg 、 Mn 、 Zn 、 Ti 、 Zr 、 Cr 、 Ba 、 B 等である。

【0019】

一好適具体化例においては、ガラスウール繊維は SiO_2 含量が約 70 重量%以下、 Al_2O_3 含量が約 7 重量%以下、酸化鉄含量が約 0.5 重量%以下、硼素含量が約 0.2 重量%以下、酸化ナトリウム含量が約 15 重量%以下、酸化カリウム含量が約 7 重量%以下、酸化カルシウム含量が約 10.0 重量%以下、酸化マグネシウム含量が約 5 重量%以下、酸化バリウム含量が約 10 重量%以下、酸化亜鉛含量が約 5 重量%以下である。

【0020】

最も好適な具体化例においては、ガラスウール繊維は SiO_2 含量が約 62 ~ 約 69 重量%、 Al_2O_3 含量が約 2.5 ~ 約 6.5 重量%、酸化鉄含量が約 0.2 重量%以下、硼素含量が約 0.08 重量%以下、酸化ナトリウム含量が約 8.5 ~ 約 12.5 重量%、酸化カリウム含量が約 2.5 ~ 約 7.0 重量%、酸化カルシウム含量が約 4.0 ~ 約 6.0 重量%、酸化マグネシウム含量が約 2.5 ~ 約 5.0 重量%、酸化バリウム含量が約 0 ~ 約 9.5 重量%、酸化亜鉛含量が約 0.5 ~ 約 3.0 重量%である。

【0021】

硼素汚染物質を殆どまたは全く含まない切断ガラス繊維は当業界の専門家には公知であり、また市販されている。本発明の不織布複合体に有用な市販されている「実質的に硼素を含まない」切断ガラス繊維は Pittsburgh Plate and Glass 社 (PPG Industries, One PPG Place, Pittsburgh, 米国ペンシルバニア州 15272) から商品名「ZB」で、また Owens-Corning 社 (Owens Corning, One Owens Corning Parkway, Toledo, 米国オハイオ州 43659) から商品名「ADVANTEX」で市販されている。

【0022】

一具体化例においては、本発明の不織布フィルター媒質複合体に使用するのに適した切断ガラス繊維は約 5.0 ~ 約 9.0 μ 、好ましくは約 6.0 ~ 約 7.0 μ 、最も好ましくは約 6.5 μ の平均直径をもっている。切断ガラス繊維は 1/16 ~ 約 2 インチ、好ましくは約 1/8 ~ 約 1 インチ、最も好ましくは約 0.25 ~ 0.15 インチの範囲の規定された長さに正確に切断されている。典型的には切断ガラス繊維は不織布複合体の全重量に占め約 5 ~ 40%、さらに好ましくは約 10 ~ 35%、最も好ましくは約 15 ~ 30% がガラスウール繊維の内部に絡め込まれている。切断ガラス繊維は連続フィラメントとして製造し、これをサイジング剤、例えば澱粉で処理し、上記の規定された長さに正確に切断する。切断ガラス繊維は水分を殆ど含まない乾燥した材料として、あるいは繊維の全重量に

10

20

30

40

50

関し最高25%の水分を含んだ材料として製造することができる。

【0023】

本発明の不織布複合体に使用するのに適した切断ガラス繊維は一般に二酸化珪素(SiO_2)、三酸化アルミニウム(Al_2O_3)、酸化鉄(FeO 、 Fe_2O_3)、約0.1%以下の硼素(酸化硼素並びにガラス繊維組成物中に典型的に見出される他の硼素汚染物質)、酸化ナトリウム(Na_2O)、酸化カリウム(K_2O)、酸化カルシウム(CaO)、酸化マグネシウム(MgO)、酸化バリウム(BaO)および酸化亜鉛(ZnO)、並びに種々の痕跡元素および/またはその酸化物、例えば二酸化チタン(TiO_2)、 ZrO_2 、 Cr_2O_3 、フッ素、硫酸塩、等を含んでいる。当業界の専門家にはこれらのガラス組成物は真の酸化物よりも原子価が多いまたは少ない各金属酸化物の不純物を含んでいることができることは明白であろう。例えば本発明の組成物の範囲内に含まれる金属酸化物には次の式をもつものがある：

$\text{M}_n(\text{O})_{n+1}$ ； ここでnは0より大きな正の値である。

【0024】

$\text{M}_n(\text{O})_n$ ； ここでnは0より大きな正の値である。

【0025】

$\text{M}_n(\text{O})_{n-1}$ ； ここでnおよびn-1は0より大きな正の値である。さらにn+1、n、n-1は整数またはその分数である。また

Mは金属酸化物をつくり得る金属、例えば Si、Al、Fe、Na、K、Ca、Mg、Mn、Zn、Ti、Zr、Cr、Ba、B等である。

【0026】

好ましくは切断ガラス繊維の中の酸化カルシウムおよび酸化アルミニウムの含量は酸化ナトリウムおよび酸化カリウムに比べて増加しており、その結果酸化ナトリウムおよび酸化カリウムの量は酸化ナトリウムおよび酸化カリウムが実質的に含まれていない量まで、例えば1%より少ない量まで減少している。酸化ナトリウムおよび酸化カリウムが減少すると湿った条件下において劣化/汚染物質の放出に耐える不織布複合体の能力が増加する。

【0027】

一好適具体化例においては、切断ガラス繊維は SiO_2 含量が約55~約65重量%、 Al_2O_3 含量が約10~15重量%、硼素含量が約0~約1重量%、酸化鉄含量が約1重量%以下、酸化ナトリウム含量が約2重量%以下、酸化カリウム含量が約3重量%以下、酸化カルシウム含量が約20~約25重量%、酸化マグネシウム含量が約5重量%以下である。

【0028】

最も好適な具体化例においては、切断ガラス繊維は SiO_2 含量が約59~約60重量%、 Al_2O_3 含量が約13重量%、硼素含量が約0.6重量%以下、酸化鉄含量が約0.5重量%以下、酸化ナトリウム含量が約1重量%以下、酸化カリウム含量が約0.5重量%以下、酸化カルシウム含量が約21~約23重量%、酸化マグネシウム含量が約4.0重量%以下である。

【0029】

【表1】

10

20

30

40

表

成分(%)	微小ガラスウール繊維		切断ガラスフィラメント		
	硼珪酸塩 ガラス	硼素非含有 ガラス	E-ガラス	CHEMガラス	硼素非含有 ガラス
SiO ₂	55 - 65	55 - 70	50 - 60	65 - 75	55 - 65
Al ₂ O ₃	4.5 - 7.5	3 - 7	14 - 16	5 - 9	10 - 15
Fe ₂ O ₃	<0.2	<0.5	<1.0		<1
B ₂ O ₃	9 - 11	<0.2	4 - 7		<1
Na ₂ O	7.5 - 11.5	7.0 - 15.0		<15	<2
K ₂ O	1.0 - 4.5	2.0 - 7.0	<2	<10	<3
CaO	0.5 - 4.5	3 - 10	15 - 25		20 - 25
MgO	<2.5	1 - 5	<6	<6	
BaO	2.0 - 6.5	<10			
ZnO	<6	<5			
F ₂	<2		<2		
SO ₃	<0.2				
TiO ₂					

【0030】

本発明の不織布複合ガラス繊維ウエップの坪量は或る与えられた濾過の用途の要求によって変化するであろう。一般にウエップの坪量が大きいと良好な濾過を行うことができるが、フィルター媒質が大きな坪量をもっている場合フィルター障壁を横切る抵抗が高くなるか或いは圧力低下が起こる。一般にフィルター媒質の坪量を増加させるか、或いはフィルター媒質の繊維の平均直径を減少させることにより濾過の効率を増大させることができる。濾過効率が増加するにつれ、媒質を横切る抵抗または圧力低下も増加する。

【0031】

大部分の用途に対しては、ウエップの坪量は約15～約150 g/m²の範囲内にある。好ましくはウエップの坪量は約30～115 g/m²、好ましくは約25～約90 g/m²の範囲内にある。当業界の通常の専門家は所望の濾過効率および抵抗の許容できるレベルのような因子を考慮して、最適のウエップの坪量および繊維の直径を容易に決定することができる。さらに任意の与えられたフィルターとしての用途に使用される重合体繊維のウエップから成る層の数も約1～10層の間で変化させることができる。当業界の通常の専門家は使用すべき層の最適の数を容易に決定することができる。

【0032】

本発明の不織布フィルター媒質複合体は重合体の接合剤を含んでいることができる。適当な接合剤には当業界の専門家は公知のアクリルおよびスチレン-アクリル接合剤が含まれる。例えば適当な接合剤には非イオン性のアクリルエステル重合体ラテックス、例えば Rhoplex HA-8またはRhoplex HA-16 (Rohm & Haas Co., Independence Mall West, Philadelphia、米国フィラデルフィア州 19105)；非イオン性のアクリルエステル重合体ラテックス、例えば Hycar 26552またはHycar 26138 (B. F. Goodrich Company, 6100 Oak Tree Boulevard, Cle

veland、米国オハイオ州 44131)；水溶性アクリルエステル/アクリル酸共重合体ラテックス、例えば Carbo set 552 (B. F. Goodrich)；非イオン性スチレン-アクリル酸エステル共重合体ラテックス、例えば Hycar 26915 (B. F. Goodrich)；非イオン性ポリウレタン・ラテックス、例えば U50 (B. F. Goodrich)；非イオン性ポリ塩化ビニルラテックス、例えば Hycar 460 X75 (B. F. Goodrich)；および陽イオン性アクリル酸例えば重合体ラテックス、例えば Voncoal SFC-55 または Voncoal SFC-300 (大日本インキ化学工業KK、東京都中央区日本橋3-7-20)が含まれる。

【0033】

10

接合剤は繊維を被覆し、接触点において繊維を互いに接着させ、これによって互いに撚り合わされたガラスウール繊維と切断ガラス繊維との間の接着を容易にするのに使用される。従って接合剤は媒質を多孔質の状態に保つのを容易にする。一般に接合剤は不織布複合体の中に存在する場合、複合体の全重量の約2~10%、好ましくは約3~約9%、最も好ましくは約4~7%をなしている。

【0034】

本発明の不織布フィルター媒質複合体はまた撥水剤を含んでいることができる。適当な撥水剤には僅かに陽イオン性を帯びたパーフルオロアルキルアクリル酸エステル重合体ラテックス、例えば FC-280、FC-6101 または FC-5102 (Commercial Chemical Division, 3M, 223-6SE, 3M Center, St. Paul、米国ミネソタ州 55144)；Aquafilm T (C. N. C. International, Inc, 20 Privilege Street, Woonsocket、米国ロードアイランド州 02895) または非イオン性パーフルオロアルキルアクリル酸重合体ラテックス、例えば Zonyl NWA (DuPont Performance Chemicals, Chamber Works Deepwater, 米国ニュージャージー州 02895) が含まれる。撥水剤は繊維の表面変性剤として機能し、繊維の表面張力を減少させ、繊維と水滴との間の接触角を増加させる。一般に撥水剤は不織布複合体の中に存在する場合、該複合体の全量に関し約0.01~5%、好ましくは約0.05~約3%。最も好ましくは約0.1~2%をなしている。

20

【0035】

30

さらに本発明の不織布複合体はまた表面活性剤を含んでいることができる。適当な表面活性剤の中には当業界の専門家には公知の非イオン性、両性、陰イオン性および陽イオン性の表面活性剤が含まれる。適当な表面活性剤の例示的な例にはフルオロ脂肪族表面活性剤、例えばパーフルオロアルキルポリアルキレンオキシド；および他の表面活性剤、例えばアクチルフェノキシポリエトキシエタノール非イオン性表面活性剤、アルキルアリアルポリエーテルアルコール、およびポリエーテルオキシドが含まれる。本発明に適した市販の表面活性剤の中には例えば商品名 Triton、X-102 級として Rohm and Haas Corp. から市販されている種々のポリ(エチレンオキシド)をベースにした表面活性剤、Emerest、例えば2620および2650 級として Emery Industries から市販されている種々のポリエチレングリコールをベースにした表面活性剤、商品名 PEG、例えば PEG 400 として ICI から市販されているポリアルキレン脂肪酸誘導体、ソルビタンモノオレエート、例えば ICI から市販されている Span 80、エトキシ化されヒドロキシ化されたひまし油、例えば ICI から市販されている G1292、ソルビタンモノオレエートとエトキシ化されヒドロキシ化されたひまし油の混合物、例えば ICI から市販されている Ahcovel Base N62、ポリオキシアルキレン変性フルオロ脂肪族表面活性剤、例えば Minnesota Mining and Manufacturing Co. 製のもの、両性をもつように変性されたエトキシ化されたアルキルアミン、例えば Schercopol DS-I20 (Scherc Chemicals, Inc., P.O. Box 4317, Clifton、米国ニュージャージー州 07012)、非イオン性ポリ

40

50

エトキシレン(2)ソルビタンモノオレート、例えばAlkonal 6112(Du Pont, Chemicals and Pigments Division, Performance Products, Wilmington、米国デラウェア州19898)、およびそれらの混合物が含まれる。

【0036】

連結剤を本発明のフィルター媒質複合体に加えることができる。適当な連結剤には有機性の官能基をもったシラン、例えばアミノ官能基をもったシラン、Z-6020、Z-6026、Z-6030およびZ-6032、カルボキシ官能基をもったシラン、例えばZ-6030、エポキシ官能基をもったシラン、例えばZ-6040(Dow Corning Corporation, Midland、米国ミシガン州48686-0994)が含まれる。一般に約0.01~約1.0%の連結剤を複合フィルター媒質に加える。連結剤は複合体を強化する役目をする。

10

【0037】

随時交叉結合剤を本発明のフィルター媒質組成物に加えることができる。典型的な交叉結合剤はBeraset 2003(Bercen, Inc., Cranston Street, Cranston、米国ロードアイランド州02920-6789)のようなメラミン-フォルムアルデヒド樹脂である。交叉結合剤はもし存在するならば約0.01~約2.0%の範囲で見出される。交叉結合剤は複合材料を強化する役目をする。

【0038】

表面活性剤は一般に繊維を水中に分散させるかおよび/または樹脂組成物の安定性を改善するために使用される。一般に表面活性剤はもし存在するならば複合体の全重量に関して約 1×10^{-5} ~1.0%、好ましくは約 5.0×10^{-5} ~約0.1%、最も好ましくは約 1×10^{-4} ~約0.005%で存在する。

20

【0039】

フィルターの性能は異なった規準によって評価される。フィルターまたはフィルターの媒質は濾過すべき汚染物質がフィルターを横切る透過度が低い特徴をもっていることが望ましい。しかし同時にフィルターを横切る相対的な圧力低下または抵抗も小さい値でなければならない。しばしば%で表される透過度は下記式で定義される。

【0040】

$$Pen = C / C_0$$

30

ここでCはフィルターを通った後の粒子の濃度であり、 C_0 はフィルターを通過する前の粒子の濃度である。フィルターの効率は

100%-透過度

として定義される。

【0041】

具体的な試験として折り目引張り試験を用いる。フィルター媒質の折り目引張り強の測定方法は次のようにして行うことができる。折り目引張り強さの試験は公知方法であるTAPPI T 494「紙および厚紙の引張り破断特性(定速伸び装置の使用)」に基づいている。長手方向を機械方向にとって1×6インチの試料を切り出す。直線の縁の上に端と端とを合せて試料を折り曲げる。2×1/4インチの金属の円形のディスクを折り曲げた上部に置き、ディスクおよび折り目を付けた媒質の上に15分間10ポンドの重りを載せる。15分後に重りを取り除き、引張り強さを測定するのに適した装置の鉤に材料を四つの点で固定する。引張り強さは(ポンド/インチ)または(KN/m)の単位で測定され、破断時までの長さは%伸びの単位で測定される。この試験により、湿度が増加した条件並びに他の環境条件下においても、折り目の強さが工業的に許容されている標準的な材料(低珪素含量の繊維媒質をもたない材料)と同等な複合体材料が本発明によって提供されることが示される。従って本発明の製品は折り目強さに関し現在入手できる珪素含有媒質に対して利点を与える。

40

【0042】

好適具体化例においては、本発明のフィルター複合体は折り目引張り強さの値が少なくと

50

も約 1.0 ポンド/インチ、好ましくは少なくとも約 1.75 ポンド/インチ、最も好ましくは少なくとも約 2.5 ポンド/インチである。一般にこれらの折り目引張り強さの値は僅かしか減少せず、48 時間の間に約 70 % 以下、好ましくは約 60 % 以下、最も好ましくは約 50 % 以下しか減少しない。折り目引張り強さは好ましくは 90 時間に互り、もっと好ましくは 168 時間に互り、最も好ましくは定義できないほどの時間、例えば数週間に互って著しくは減少しないことが好適である。これとは対照的に、現在市販されている材料はこれらの規準を満たさず、折り目引張り強さは僅かに約 1.25 ポンド/インチであり、この値は 48 時間以内に減少してしまう。

【0043】

当業界の専門家は、フィルターを横切る粒子の透過と濾過の際フィルターが受ける抵抗との間でバランスをとる必要があることが分かるであろう。本発明に従って使用されるガラスウールの繊維および切断ガラス繊維、並びにこれらのガラス成分の組成を変えて、クリーンルームにおける用途に必要なフィルター媒質の最適の性能を得るようにすることができる。

10

【0044】

不織布ウエップを製造する二つの公知の方法には、湿式沈積法および乾式沈積法がある。湿式沈積法では、繊維を 0.01 ~ 0.5 重量% のような非常に希釈された状態で水の中に均一に懸濁させる。繊維および水の溶液を、傾けて配置されたベルトまたはシリンダーの形をしていることができるフィルターまたはスクリーンの方へ流す。水がフィルターの中へと流し込まれて行くにつれ、繊維は互いに不規則な方向をとって沈積し、ゆるいウエップをつくる。次にこのウエップをローラの間で絞って余分の水を除去し、乾燥機の中を通すか乾燥缶の上で乾燥させる。湿式沈積法では、ウエップをつくる前またはつくった後で、化学品、接合剤および着色剤を加えることができる。また異なった繊維を均一に配合して等方的な性質をもった不織布をつくることができる。

20

【0045】

乾式沈積法には空気中沈積させる工程とカージングの工程とがある。空気による沈積は空気中に繊維を懸濁させることによって開始され、次いでこれをスクリーンの上にシートとして捕集する。スクリーン上への繊維の沈積は自由落下法或いは圧縮空気および/または吸引を用いる方法で達成することができる。カージングの工程では細かい針金と歯で覆われた回転ドラムを使用して繊維を梳って平行な配列をつくり、ウエップに異方性を賦与する。

30

【0046】

湿式沈積法および乾式沈積法は非常に広い範囲の種々の組成をもった紙、合成製品およびガラス製品を製造する公知の方法である。製造は比較的迅速且つ廉価で行われるが、この製品は一般的に有害な化学薬品、例えば硼素、硼酸、三フッ化硼素、フッ化水素酸および/または湿気と接触しない環境における用途だけに適している。

【0047】

本発明の不織布ガラス組成物は上記のような当業界の専門家には公知の方法によって製造することができる。例えば新しい濾過したきれいな酸性化された水、低硼素含量の切断繊維、および低硼素含量のマイクロファイバー・ガラスウール繊維をハイドロパルパー (hydro pulper) の中で一緒にすることによってスラリをつくる。一態様においては、水温を約 40 ~ 約 100 °F、好ましくは約 65 ~ 約 85 °F に保つ。典型的にはスラリの pH は約 2.2 ~ 約 3.2、好ましくは約 ~ 約 2.6 である。一般に約 10 ~ 約 250 ポンド、好ましくは約 50 ~ 約 200 ポンドの切断繊維と、約 50 ~ 約 750 ポンドのマイクロファイバー・ガラスウール繊維を、pH を調節した水約 1900 ~ 約 11,400 リットルに加える。

40

【0048】

接合剤、合成有機繊維、および粘度調節剤のような添加剤を随時加えることもできる。

【0049】

繊維をハイドロパルパーの中で 15 分間分散させる。次にこのスラリを余分な水で希釈し

50

、繊維の最終的な重量%が約0.2～約2.0%になるようにする。次にこのスラリを遠心洗浄器に通し、繊維化されていないガラスまたは破片を除去する。繊維の分散をさらに良くするために精製器または薄片除去器のような他の装置にスラリを通すこともできるが、必ずしも通さなくても良い。繊維になされる仕事の量を最低限度に抑制するように注意しなければならない。ガラス繊維は非常に脆く、繊維が過剰に短くなることは避けなければならない。

【0050】

次にスラリを約30～約115 g/m²の速度で標準的なウエップ生成装置に通す。重力および真空を用いる排水法によって過剰の水を除去する。湿ったウエップにまたはつきたばかりの状態のウエップに低濃度の接合剤を加える。

10

【0051】

次にこの湿った状態で作られたウエップを約250～約350°F、好ましくは約275～325°Fの温度で乾燥させる。複合体繊維の水分含量が約0～約0.5%になるまでの典型的な乾燥時間はさまざまである。

【0052】

下記実施例により本発明をさらに例示する。

【0053】

(実施例)

実施例1

下記の方法で一連の試行実験を行った：

20

温度を75～100°Fに調節し、pHを2.3～2.9に調節した4000リットルの新しいきれいな水を、切断したガラス繊維で補強した繊維70～90kgとハイドロバルパーの中で一緒にし、固体分の割合が1.8～2.4%になるようにした。このスラリを2～15分間攪拌し循環させた。微小ガラスウール繊維140～160kgおよびさらに7600リットルの水をスラリに加えて固体分含量が約2.0%になるようにし、2～15分間攪拌循環させた。次にこのスラリを保持容器に移し、さらに12,000リットルの水を加えて最終の固体分含量が約1.0%になるようにした。このスラリからの原料を製紙機に対する主要供給流とした。

【0054】

温度を75～100°Fに調節し、pHを2.3～2.9に調節した9500リットルの新しいきれいな水を一緒にして第2のスラリをつくった。ハイドロバルパーの中で微小ガラスウール繊維45～50kgを水に加え、固体分含量が0.5～約1.0%になるようにした。このスラリを2～10分間攪拌循環させた。このスラリからの原料を製紙機に対する第2の供給流とした。

30

【0055】

上記のようにしてつくった原料スラリを次に一連の遠心洗浄器に通して繊維化されないガラスおよび屑を除去し、製紙機の紙生成用針金の上に通す。一緒にした繊維に関し5%の割合でアクリル酸エステル重合体ラテックス、スチレン-アクリル共重合体の組成物から成る接合剤を湿ったウエップに加えた。スラリの全容積にに関して0.1%のポリエトキシ化アルキル表面活性剤を湿ったウエップに加え、また湿って生成した状態においてスラリの全容積にに関して1.5%のフルオロアクリル酸重合体撥水剤をウエップが被覆し、乾燥し重力によって水切りを行いさらに真空をかけて排水を行った後ウエップが4～7%の接合剤を保持するようにした。つぎに湿った状態の生成したウエップを一連の乾燥ドラムに通して最終的に乾燥させる。折り目引張り強さの測定を上記方法で行った。

40

【0056】

下記のようにして湿った状態で試料を老化させた。引張り強さの試験片を密封した部屋に入れる。この部屋は飽和水蒸気を含む環境にあり、或る一定期間温度は50に保たれている。水分で老化させた折り目引張り強さ試験、引張り試験および%伸び試験を行うために試料を24、48、72および96時間目に取り出した。

【0057】

50

複合体試料に対する試験1では、空気面速度2.5cm/秒で試験を行った場合、ULPA効率はMPPS（大部分の透過粒子の大きさ）に対し最低効率が99.9999%であった。この試料の平均接合剤含量は5～6%であり、この試験に使用された切断繊維の中には低硼素含量の、例えば硼素を1.0%より少なくしか含まない、即ち硼素が検出されなかった切断繊維が約28～32%含まれていた。

【0058】

試験番号2、3および7の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、ULPA効率はMPPSに対し最低効率が99.9999%であった。試料の平均接合剤含量は4.5～6.5%であった。使用した切断繊維中には、試験2では20～25%、試験3では28～32%、試験7では18～22%の低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が含まれていた。

10

【0059】

試験番号4および6の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、ULPA効率はMPPSに対し最低効率が99.9995%であった。試料の平均接合剤含量は4.5～6.0%であった。使用した切断繊維中に試験4では26～30%、試験6では18～22%の低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が含まれていた。

【0060】

試験番号5の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、ULPA効率はMPPSに対し最低効率が99.99995%であった。この試料の平均接合剤含量は4.5～6.0%であった。この試料では使用した切断繊維中に22～28%の低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が含まれていた。

20

【0061】

試験番号8の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、ULPA効率はMPPSに対し最低効率が99.995%であった。この試料の平均接合剤含量は4.5～6.0%であった。この試料では使用した切断繊維中に12～18%の低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が含まれていた。

【0062】

この一連の試験（試験番号1～8）に対する水分による老化試験の結果を図2、5および8に示す。80～85%のEvanite BまたはManville 475（硼素の含量約10.5%）、15～20%のE-ガラス、および下記実施例2記載の接着剤からつくられた標準的なガラス繊維複合体から得られたデータを比較のために掲げてある。この標準的なガラス媒質も0.5～約4%のポリエステル補強繊維を含み、平均の有機物含量は約1～10.0%である。しかしデータは極めて変動しており、これらの試験試料は試験期間に互ってある程度折り目引張り強さを保持しており、その半分は対照試料よりも優れていた。

30

【0063】

実施例2

第2の系列の試験も実施例1と同様な方法で行った。これら試験は、非イオン性アクリル酸エステルラテックスおよび水溶性のアクリル酸エステル、アクリル酸共重合体、陽イオン性のフルオロアクリル重合体から成る接合剤、フルオロ炭素撥水剤を実施例1と同じ濃度で使用してつくり、乾燥後ウェットが4～7%の接合剤を保持するようにした。この系列の試験に対する水分による老化試験の結果を図3に示す。これらの試験の中で二つは上記のManville 475およびE-ガラスの切断繊維の複合体から成る対照品と同様な水分による老化を示した。一つの試験結果は試験時間に互って減少を示したが、最高48時間の間或る程度の強度を保持した。

40

【0064】

試験番号1の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、ULPA効

50

率はM P P S に対し最低効率が99.9995%であった。この試料の平均接合剤含量は4.5~6.5%であった。この試験に用いたC h e m ガラス切断繊維の中には低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が約15~22%含まれていた。

【0065】

試験番号2および3の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、U L P A 効率はM P P S に対し最低効率が99.9995%であった。この試料の平均接合剤含量は4.5~6.5%であった。これらの試験に使用した切断繊維の中には低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が約15~22%含まれていた。

10

【0066】

試験番号4の複合体試料では、2.5cm/秒の空気面速度で試験した場合、U L P A 効率はM P P S に対し最低効率が99.9985%であった。この試料の平均接合剤含量は4.5~6.5%であった。この試験に使用した切断繊維の中には低硼素含量の切断繊維、例えば硼素を1.0%より少ししか含まない、即ち硼素が検出されない切断繊維が約15~22%含まれていた。

【0067】

図5および6は実施例1および2に対するMD方向(機械方向)の引張り強さを示す。この結果は低硼素含量の複合体は引張り強さを保持することを示しており、一般に水分による老化の後で高硼素含量の対照試料に比べ改善された引張り強さを示した(上記のように0点は乾燥状態における0時間を示す)。

20

【0068】

図8および9は実施例1および2に対するMD方向の伸びの強さを示す。これらの結果も低硼素含量の複合体は伸びのパラメータを保持することを示しており、一般に水分による老化の後で高硼素含量の対照試料に比べ改善された伸びの特性を示した(上記のように0点は乾燥状態における0時間を示す)。

【0069】

実施例3

試料の複合体は実施例1に従ってつくったが、さらに補強繊維として0~2.0%のポリビニルアルコール繊維を加えた。接合剤、撥水剤および表面活性剤組成物は実施例1と同様であり、複合体の全有機分含量は4.0~10%であった。

30

【0070】

図1は上記の対照試料が実施例3の試験試料1および2に比べ優れた折り目引張り強さを保持することを示している。これらの試験試料は低硼素含量のガラスウールの中にナトリウム含量が高くカルシウム含量がかなり低い、67%の SiO_2 、7.0%の Al_2O_3 、12%の Na_2O 、9.5%の CaO および4.2%の MgO の組成をもつC h e m ガラス切断繊維を混入したものである。酸化ナトリウムが5.0%より多く酸化カルシウム濃度が20%よりも低い低硼素含量媒質は適切な折り目引張り強さを示さないことをこれらの値は示している。図4および7は実施例3の対照試料および試験試料1および2のMD方向の引張り強さおよび伸びをそれぞれ示している。

40

【0071】

当業界の専門家は、これ以上慣行的な実験を行わずとも上記本発明の特定の具体化例と同等な多くの変形を想定しそれを確認することができるであろう。これらの同等事項および他の同等事項は特許請求の範囲に包含されている。本発明の背景の項を含む本明細書に引用されたすべての出版物および引用文献は参考のために全文が添付されている。

【図面の簡単な説明】

【図1】 酸化ナトリウム含量が高く酸化カルシウム含量が低い切断繊維を有する低硼素含量のガラスウール複合体における折り目引張り強さの損失を示す水分による老化の研究の結果を、硼素含量が4~7%の硼珪酸塩ガラスウールとE-ガラスから成る伝統的なH E P A 媒質に比較して示す図。

50

【図 2】 8 個の試験試料の水分による老化研究の結果を示し、低硼素含量切断繊維を含む低硼素含量ガラスウール複合体の折り目引張り強さを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した図。

【図 3】 図 2 とは異なった接合剤を混入した 3 個の試験試料の水分による老化試験の結果であり、低硼素含量切断繊維を含む低硼素含量ガラスウール複合体の折り目引張り強さを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した図。

【図 4】 酸化ナトリウム含量が高く酸化カルシウム含量が低い低硼素含量切断繊維を含む低硼素含量ガラスウール複合体の折り目引張り強さを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

10

【図 5】 低硼素含量ガラスウール / 切断繊維複合体の 8 個の試験試料の引張り強さを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

【図 6】 図 5 とは異なった接合剤を混入した低硼素含量ガラスウール / 切断繊維複合体の 3 個の試験試料の引張り強さを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

20

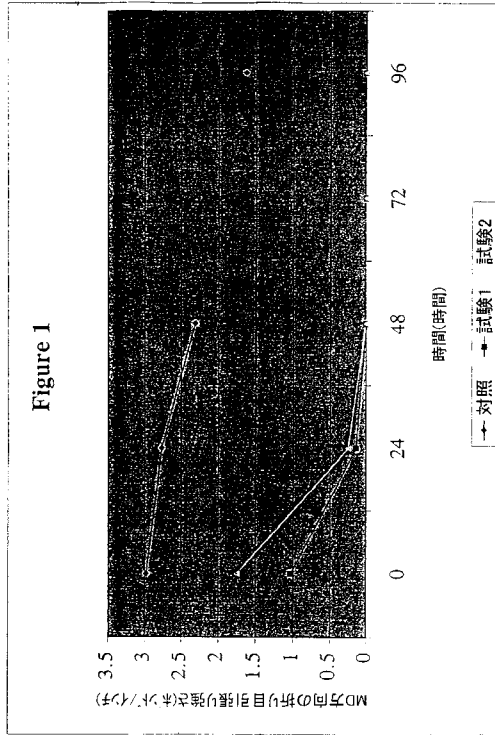
【図 7】 酸化ナトリウム含量が高く酸化カルシウム含量が低い低硼素含量切断繊維を含む低硼素含量ガラスウール複合体の M D 方向の % 伸びを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

【図 8】 低硼素含量ガラスウール / 切断繊維複合体の 8 個の試験試料の % 伸びを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

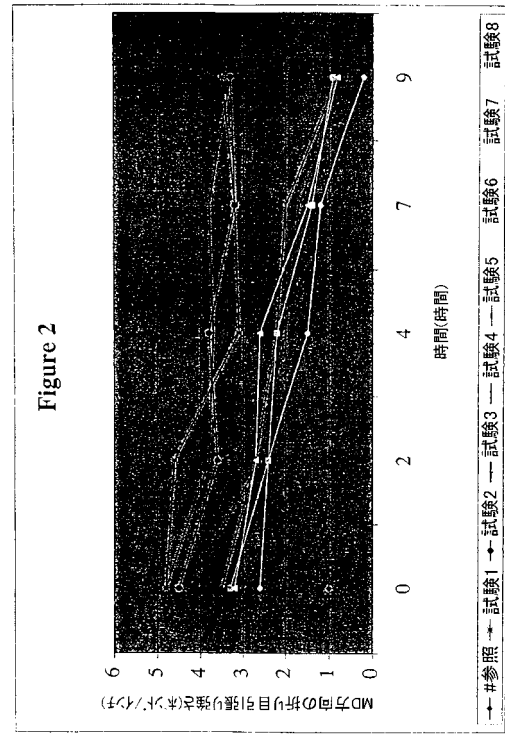
【図 9】 図 8 とは異なった接合剤を混入した低硼素含量ガラスウール / 切断繊維複合体の 3 個の試験試料の % 伸びを、補強材料として 4 ~ 7 % の硼素を含む硼珪酸塩ガラスウールおよび E - ガラスを含有する伝統的な H E P A 媒質から成る対照試料と比較した、水分による老化試験の結果を示す図。

30

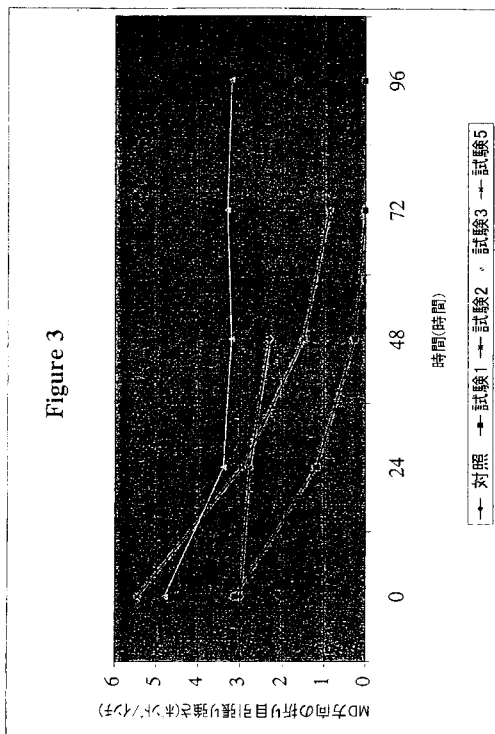
【図 1】



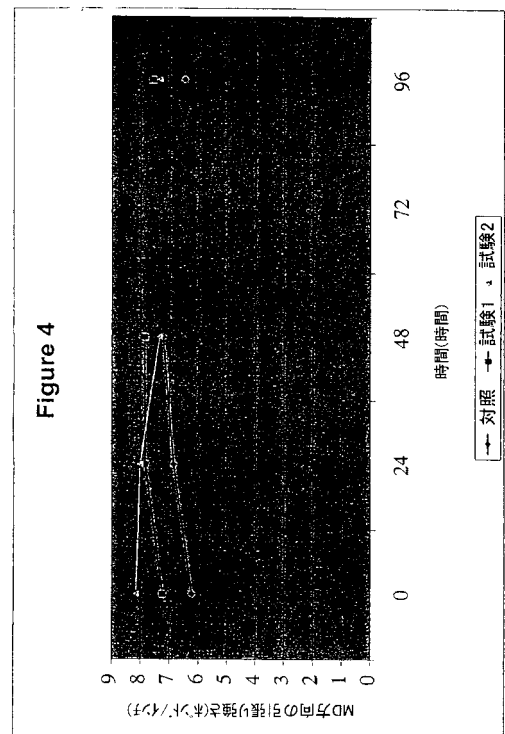
【図 2】



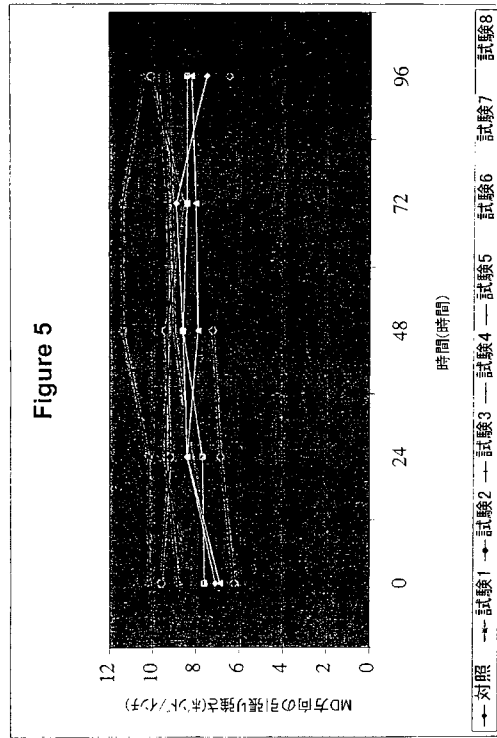
【図 3】



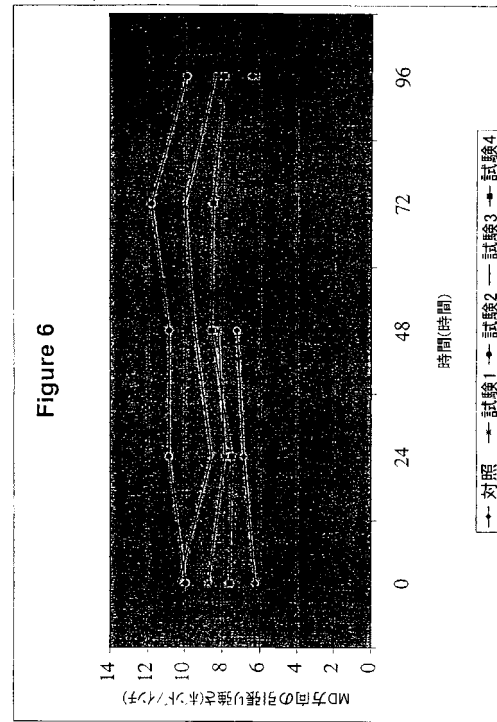
【図 4】



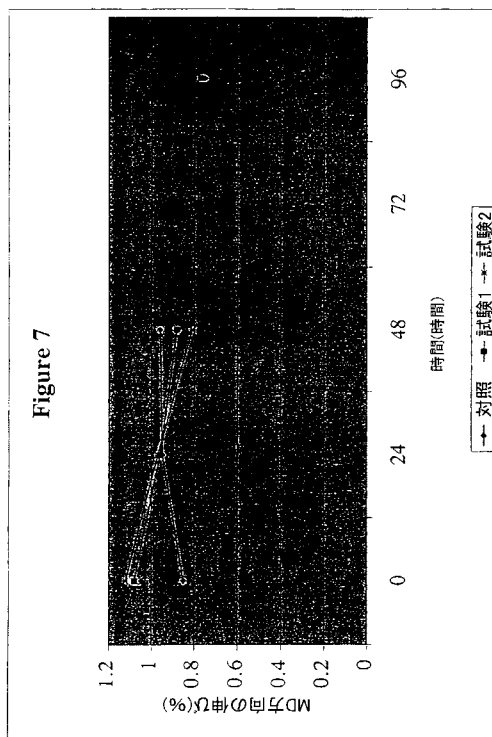
【図 5】



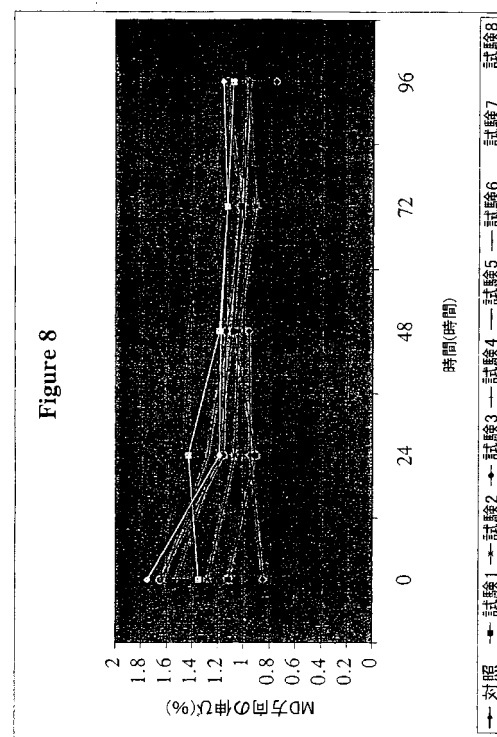
【図 6】

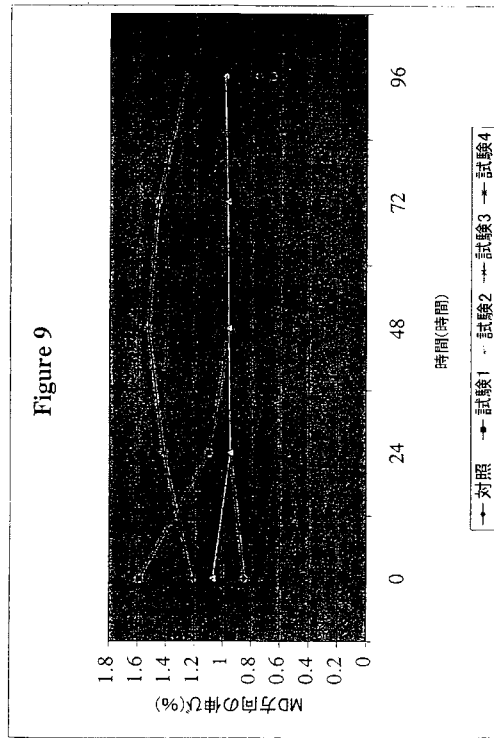


【図 7】



【図 8】





フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
D 0 6 M 15/53 (2006.01) D 0 6 M 15/53

(72)発明者 ピアース, メアリー・イー
アメリカ合衆国ニューハンプシャー州 0 3 0 4 8 メイソン・オールドターンパイクロード 2 0 6

合議体

審判長 藤原 敬士

審判官 松岡 美和

審判官 加藤 友也

(56)参考文献 特開平 6 - 5 5 0 1 9 (J P , A)
特開平 9 - 7 0 5 1 2 (J P , A)
特開平 9 - 2 2 0 4 1 4 (J P , A)
特開平 3 - 1 0 1 8 0 4 (J P , A)
米国特許第 4 0 2 6 7 1 5 (U S , A)
米国特許第 3 8 7 6 4 8 1 (U S , A)
特公平 7 - 5 5 2 8 3 (J P , B 2)
林嗣郎(他 2 名), 「(A - 2 1) ガラス製ボロンフリーフィルタの開発」, 第 1 7 回空気清浄
とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, 日本, 1 9 9 9 年 4 月, p p . 1 8 5 - 1
8 6

(58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

B01D 39/20

D04H 1/42

D21H 13/40

D21H 27/08

D06M 15/263

D06M 15/277

D06M 15/53