

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3735687号
(P3735687)

(45) 発行日 平成18年1月18日(2006.1.18)

(24) 登録日 平成17年11月4日(2005.11.4)

(51) Int. Cl.	F I
BO1D 39/14 (2006.01)	BO1D 39/14 E
BO1D 39/00 (2006.01)	BO1D 39/00 B
BO3C 3/28 (2006.01)	BO3C 3/28
DO4H 1/46 (2006.01)	DO4H 1/46 A

請求項の数 6 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2003-191177 (P2003-191177)	(73) 特許権者	590000422
(22) 出願日	平成15年7月3日(2003.7.3)		スリーエム カンパニー
(62) 分割の表示	特願平7-507157の分割		アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
原出願日	平成6年8月17日(1994.8.17)		1000, セント ポール, スリーエム
(65) 公開番号	特開2004-74149 (P2004-74149A)		センター
(43) 公開日	平成16年3月11日(2004.3.11)	(74) 代理人	100062144
審査請求日	平成15年7月31日(2003.7.31)		弁理士 青山 稔
(31) 優先権主張番号	08/107,517	(74) 代理人	100088801
(32) 優先日	平成5年8月17日(1993.8.17)		弁理士 山本 宗雄
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(72) 発明者	セイド・エイ・アンガドジバンド
			アメリカ合衆国 55133-3427、
			ミネソタ州、セント・ポール、ポスト・オ
			フィス・ボックス33427番

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エレクトレット濾過材の荷電方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

捕捉電荷を有する熱可塑性非導電性微小繊維の不織ウェブを含有するエレクトレット濾過材であって、該電荷が(1)水の噴流または水滴流を、濾過向上性エレクトレット電荷をウェブに提供するのに十分な圧力で、そのウェブ上に衝突させる工程および(2)上記ウェブを乾燥する工程によって提供されるエレクトレット濾過材。

【請求項2】

捕捉電荷を有する熱可塑性非導電性微小繊維の不織ウェブを含有するマスク着用者の鼻および口を覆うのに用いられる弾性カップ型濾過フェースマスクであって、該電荷が(1)水の噴流または水滴流を、濾過向上性エレクトレット電荷をウェブに提供するのに十分な圧力で、そのウェブ上に衝突させる工程および(2)上記ウェブを乾燥する工程によって提供される弾性カップ型濾過フェースマスク。

【請求項3】

少なくとも1つの吸入口、吸入バルブ、および吸入フィルターおよび少なくとも1つの呼息口および呼息バルブから成るフェースピース；上記フェースピースにより保持されたフェースシール；および上記フェースピースを着用者頭部に保持するためのハーネス；を含む呼吸マスクアセンブリであって、該吸入フィルターが捕捉電荷を有する熱可塑性非導電性微小繊維の不織ウェブを含有し、該電荷が(1)水の噴流または水滴流を、濾過向上性エレクトレット電荷をウェブに提供するのに十分な圧力で、そのウェブ上に衝突させる工程および(2)上記ウェブを乾燥する工程によって提供される呼吸マスクアセンブリ。

10

20

【請求項 4】

前記水の噴流または水滴流をウェブ上に衝突させる工程の前に、ウェブにコロナ放電処理が行われる、請求項 1 記載のエレクトレット濾過材。

【請求項 5】

前記水の噴流または水滴流をウェブ上に衝突させる工程の前に、ウェブにコロナ放電処理が行われる、請求項 2 記載の弾性カップ型濾過フェースマスク。

【請求項 6】

前記水の噴流または水滴流をウェブ上に衝突させる工程の前に、ウェブにコロナ放電処理が行われる、請求項 3 記載の呼吸マスクアセンブリ。

【発明の詳細な説明】

10

【0001】

(技術分野)

本発明は、繊維、例えばメルトブロー微小繊維から作製されたエレクトレット向上濾過材（単に「エレクトレットフィルター」と呼ばれる）に関する。本発明は、空気から特定物質を除去する繊維エレクトレットフィルターの改良された製造方法に関する。本発明は特に、呼吸マスク、および濾過材上の濾過向上性静電荷レベルを改良することに関する。

【0002】

(背景技術)

長年、不織繊維フィルターウェブは、1954年5月25日発行のナバル・リサーチ・ラボラトリーズ(Naval Research Laboratories)のレポート第4364号の、ファン・アー・ベンテ(Van A. Wente)等の表題「マニファクチュアー・オブ・スーパー・ファイン・オーガニック・ファイバーズ(Manufacture of Super Fine Organic Fibers)」に開示のタイプのメルトブロー装置を用いて、ポリプロピレンから製造されている。そのようなメルトブロー微小繊維ウェブは、微粒異物を濾過する用途、例えばフェースマスク、水フィルター、およびその他の用途、例えば水から油を除去する収着剤ウェブ、防音材および断熱材に広く用いられ続けている。

20

【0003】

メルトブロー繊維がダイオリフィスから流出時に荷電粒子、例えば電子またはイオンにより衝撃を与えられて(bombard)、繊維ウェブがエレクトレット化される場合、メルトブロー微小繊維ウェブの濾過効率は、2種以上の要因により改善され得る。同様に、ウェブは集められた後コロナへの暴露によりエレクトレットとされ得る。メルトブローされ、予想される環境条件下で適当な体積抵抗を有する他のポリマー、例えばポリカーボネート類およびポリハロカーボン類も用いてよいが、メルトブローポリプロピレン微小繊維は特に有用である。

30

【0004】

空気からの粒状汚染物の除去用の繊維フィルターもまたフィブリル化ポリプロピレンフィルムから製造される。エレクトレット濾過の向上が、フィブリル化される前のフィルムを静電的に荷電することにより提供され得る。

【0005】

一般的なポリマー、例えばポリエステル類、ポリカーボネート類等は処理されて、高帯電エレクトレットが作製されるが、これらの電荷は通常、特に湿潤状態では寿命が短い。エレクトレット構造はフィルムまたはシートであってもよく、電気音響装置、例えばマイクロホン、ヘッドホンおよびスピーカー、および粉塵粒子制御、高電圧静電発生器、静電レコーダー内の静電成分としての用途およびその他の用途も模索する。

40

【0006】

(発明の要旨)

1つの態様では、本発明は、多量の捕捉電荷を有し得る熱可塑性非導電性微小繊維の不織ウェブ上に、水の噴流または水滴流を、濾過向上性エレクトレット電荷をウェブに提供するのに十分な圧力で、衝突させる工程および該ウェブを乾燥する工程から成る、エレクトレット濾過材を提供するための熱可塑性微小繊維の不織ウェブの荷電方法を提供する。驚

50

くべことに、単に水の噴流または水滴流を不織微小繊維ウェブ上に衝突させることにより、そのウェブは濾過向上性エレクトレット電荷を生じることを見い出した。その荷電は、更に水を衝突させる前にウェブにコロナ放電処理を行うことにより促進され得る。好ましくは、そのウェブは、メルトブローポリプロピレン微小繊維、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)微小繊維またはそれらの混合物から作製される。本明細書中では「ハイドロチャージ(hydrocharging)」の語により、この方法を表す。

【0007】

ハイドロチャージウェブにフィルターを処理されていないX線を照射すると濾過効率が顕著に低下するため、そのウェブは水の噴流または水滴流を衝突させた後に荷電されるように見える。

10

【0008】

本発明の方法により作製される繊維エレクトレットフィルターは、呼吸マスク、例えばフェースマスクまたは家庭用および産業用の空気調和装置、空気清浄器、真空掃除機、医療用送気管フィルター、および車両および通常装置、例えばコンピュータ、コンピュータディスクドライブおよび電子機器用の空気調和装置のエアーフィルター成分として有用である。呼吸マスクの用途では、エレクトレットフィルターは成形したまたは折り曲げた半面マスク、交換可能なカートリッジまたはキャニスター、または前フィルターの形であってもよい。そのような用途では、本発明の方法により作製されるエアーフィルター成分は粒状エーロゾルの除去用として非常に有用である。エアーフィルターとして、例えば呼吸マスクに用いられる場合、そのエレクトレット濾過材は、公知の方法により荷電される比較

20

【0009】

(発明の詳細な説明)

本発明に有用なメルトブロー微小繊維は、ファン・アー・ベンテ(Van A.Wente)の「スーパーファイン・サーモプラスチック・ファイバーズ(Superfine Thermoplastic Fibers)」インダストリアル・エンジニアリング・ケミストリー(Industrial Engineering Chemistry)第48巻、1342～1346頁および1954年5月25日発行のナバル・リサーチ・ラボラトリーズ(Naval Research Laboratories)のレポート第4364号の、ファン・アー・ベンテ(Van A.Wente)等の表題「マニュファクチュアー・オブ・スーパー・ファイン・オーガニック・ファイバーズ(Manufacture of Super Fine Organic Fibers)」に開示のようにして作製され得

30

【0010】

メルトブロー微小繊維を作製するのに用いられる樹脂は、非導電性、即ち抵抗率 $10^{14} \Omega \text{ cm}$ 以上を有する、多量の捕捉電荷を有し得る熱可塑性樹脂である。好ましい樹脂には、ポリプロピレン、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)およびそれらの混合物を含む。その樹脂は、電気伝導度を増大するか、そうでなければ繊維が静電荷を受け入れ保持する能力を妨害する帯電防止剤のような物質を実質的に含有すべきでない。メルトブロー微小繊維は単一樹脂から成っても、樹脂混合物、例えばポリプロピレンおよびポリ(4-メチル-1-ペンテン)から生成されてもよく、層状またはコア/シーズ型の2種の樹脂から生成されてもよい。ポリプロピレンおよびポリ(4-メチル-1-ペンテン)を層状またはコア/シーズ型に用いる場

40

【0011】

本発明の繊維濾過材用のブロー微小繊維は、通常、デービス(Davies), C.N.の「ザ・セパレーション・オブ・エアボーン・ダスト・アンド・パーティクルズ(The Separation of Airborne Dust and Particles)」、ロンドンのインスティテューション・オブ・メカニカル・エンジニアズ(Institution of Mechanical Engineers)、プロシーディング(Proceeding)1B、1952年に開示の方法に従って計算した有効繊維直径約3～30 μm 、好ましくは約7～15 μm を有する。

【0012】

また、ステープルファイバーがウェブ中に存在してもよい。ステープルファイバーの存在

50

により一般に、メルトブロー微小繊維のみのウェブより、ロフティーな(lofty)、密度の小さいウェブを提供する。好ましくは、ステープルファイバーが約90重量%以下、より好ましくは約70重量%以下を構成する。ステープルファイバーを含有するそのようなウェブが米国特許第4,118,531号（ハウザー(Hauser)）に開示されている。

【0013】

収着剤粒子材料、例えば活性炭または活性アルミナをウェブ中に含有してもよい。そのような粒子はウェブ含量の約80体積%以下の量で含有してもよい。そのような粒子充填ウェブが例えば、米国特許第3,971,373号（ブラウン(Braun)）、同4,100,324号（アンダーソン(Anderson)）および同4,429,001号（コルピン(Kolpin)等）に開示されている。

【0014】

本発明の方法に従って作製したエレクトレット濾過材は好ましくは、基本重量約10~500g/m²、より好ましくは約10~100g/m²を有する。メルトブロー微小繊維ウェブの製造では、基本重量を、例えばコレクター速度またはダイ押出量のどちらかを変化させることにより、制御してもよい。濾過材の厚さは好ましくは約0.25~20mm、より好ましくは約0.5~2mmである。エレクトレット濾過材およびそれを作製するポリプロピレン樹脂には、電気伝導性を増大する不必要な処理、例えばガンマ線への暴露、紫外線照射、熱分解、酸化等を行うべきでない。

【0015】

本発明に有用な不織微小繊維ウェブは図1に示されるような装置を用いて作製されてよい。そのような装置には、液化繊維形成材料を用いる押出槽21を有するダイ20；ダイの前端を横切る線上に配置し、繊維形成材料を押出すダイオリフィス22；および、ガス、通常熱風を高速で強制通風する共同ガスオリフィス23；を含む。高速ガス流を引き出し、押出繊維形成材料を細くし、その結果、繊維形成材料はコレクター24へ移動中に微小繊維として固化してウェブ25を生成する。

【0016】

ステープルファイバーがウェブ中に存在する場合、それらは図1に示したような微小繊維ブロー装置の上に配置されたリッカーインロール32の使用により導入されてもよい。ステープルファイバーのウェブ27、通常は例えばガーネットまたはランド・ウェバー(RANDO-WEBBER)装置により作製した粗い、不織ウェブを駆動ロール29の下をテーブル28に沿って送り、その先端はリッカーインロール32に対してかみ合っている。リッカーインロール32はウェブ27の先端から繊維をもぎ取り、その繊維を互いから分離する。もぎ取った繊維はエア流れにより傾斜したトラフ(trough)またはダクト30を通して運ばれ、ブロー微小繊維流れに入り、それらはブロー微小繊維と混合される。

【0017】

粒状物質をウェブ中に導入する場合、ダクト30のような充填メカニズムを用いてそれを添加してよい。

【0018】

ウェブのハイドロチャージは水噴流または水滴流をウェブ上に、濾過向上性エレクトレット電荷をウェブに提供するのに十分な圧力で、衝突させることによって行われる。最適結果を達成するのに必要な圧力は、用いられる吹付装置の種類、ウェブを生成するポリマーの種類、ウェブの厚さおよび密度、およびハイドロチャージの前に前処理、例えばコロナ処理を行ったかどうかに依存する。一般に、圧力約10~500psi(69~3450kPa)が好適である。好ましくは、水滴流を提供するのに用いられる水は比較的純粋である。蒸留水または脱イオン水が、水を出すのに好ましい。

【0019】

水噴流または水滴流は、如何なる好適な吹付手段によって提供されてもよい。作業は一般にハイドロエンタングル(hydroentangle)するのに用いられるよりハイドロチャージでは低圧で行われるけれども、水力学的にハイドロエンタングル繊維に有用なそれらの装置は一般に本発明の方法に有用である。

【0020】

好適な吹付手段の例が図2に示され、繊維ウェブ10は支持手段11上に移送される。移送手段はベルト、好ましくは多孔性、例えば篩またはファブリックであってよい。水噴流ヘッド13による水噴流12は水圧を供給するポンプ（表示せず）を用いる水吹付を提供する。水噴流12はウェブ10上の衝突点12'で衝突する。好ましくは、多孔性支持体の下を真空としてウェブを通してスプレーの通過を補助し、乾燥エネルギー必要量を低減する。

【0021】

更に、本発明の方法に用いられるのに好適な吹付手段の例には、送水管14を通して提供される水および送気管15を通して提供される圧縮空気をノズル16に供給しスプレーミストを提供してウェブ10に衝突させる噴霧器、例えば図3に示されるもの、および、ポンプハンドル17が水供給手段18により提供される水を強制的にノズル19を通してスプレーミストを提供するポンプ作用吹付装置、例えば図4に示されるものを含む。

10

【0022】

以下の実施例において、他に表示しない場合、すべての百分率および部数は重量による。以下の試験方法を用いてその例を評価する。

【0023】

（DOP透過および圧力降下）

濃度70~110mg/m³ のジオクチルフタル酸(DOP)の0.3μm直径粒子を、4つのオリフィスを有するTSI No.212噴霧器および30psi(207kPa)の清浄空気を用いて生成した。その粒子を直径11.45cmの濾過材試料を流速42.5リットル/分で強制通過させ、それは面速度6.9cm/秒であった。その試料をエアロゾルに30秒間暴露した。透過を光学的光散乱槽、エアー・テクニクス(Techniques)社から市販のパーセント・ペネトレーション・メーター(Percent Penetration Meter)TPA-8F型を用いて測定した。DOP透過は、好ましくは約70%以下、より好ましくは約40%以下である。圧力降下を電気圧力計を用いて、流速42.5リットル/分でおおよそ面速度6.9cm/秒で示した。圧力降下はmmH₂Oで表したΔPとして測定した。好ましくは、単層ウェブに関して、圧力降下は約4mmH₂O以下、より好ましくは約3mmH₂O以下である。

20

【0024】

透過および圧力降下を用いて、以下の式：

【0025】

【式1】

30

$$-1 \ln \frac{\text{DOP透過}(\%) }{100}$$

$$QF[1/\text{mmH}_2\text{O}] = \frac{\text{圧力降下}[\text{mmH}_2\text{O}]}{\text{DOP透過}(\%)}$$

圧力降下 [mmH₂O]

により、DOP透過の自然対数(ln)からQ(quality factor)「QF値」を計算する。初期QF値が高いほど、初期濾過性能が良好であることを示す。QF値の減少により濾過性能が低下する。一般に、QF値少なくとも約0.25が好ましく、少なくとも約0.5がより好ましく、少なくとも約1が最も好ましい。

40

【0026】

（煙草煙吸収テスト）

煙草煙吸収テストは、平坦フィルター試料(14cm×14cm)に適合したアスピレーター（ノレルコ・カンパニー(Norelco Company)製のCAM 770ルームエアークリーナー(Room Air Cleaner))を備えた容積1m³の矩形寸法を有する試験槽中で行われた。予め決めておいた数の煙草(1~10)を喫煙し得る喫煙装置は、制御燃焼時間4~5分間中に試験槽中に煙を放出した。ファンにより、試験槽中に生じた煙草煙を均一に混合した。サンプリング流速5cc/秒および検出範囲0.1~7.5μm粒径を有するレーザー粒子カウンター（コロラド州のパーティクル・メジャメント・システム(Particle Measurement System)製のPMS LAS-X型）は試験槽環境中の粒子数当たりの粒子濃度をモニターした。フィルター試料の粒子捕捉効

50

率および圧力降下を、煙草煙の吸収の前後で測定した。

【0027】

濾過材の粒子捕捉効率 E は、NaCl粒子を用い、試料を通過する空気の表面速度26.7cm/秒のTSI AFT-8110オートメーティッド・フィルター・テスター(Automated Filter Tester) (ミネソタ州セントポール(St. Paul)のTSI社製)を用いて測定した。フィルター試料の上流および下流位置でのNaCl粒子濃度それぞれ、CINおよびCOUTをTSI AFT-8110の光度計を用いて測定し、フィルターの粒子捕捉効率 E は式：

【0028】

$$E = (1 - [C_{OUT} / C_{IN}]) \times 100\%$$
を用いて計算した。

10

【0029】

(周囲空気粒子ローディングテスト)

フィルター試料を周囲空気に流速149ft³/分(250m³/時間)で試料300mm×116mmを用いて長時間暴露し、続いて粒径0.3μmおよび1.0μmを有する粒子を通過させた。得られた粒子捕捉効率を、その通過前および予定した周囲空気ローディング時間後の両方で、煙草煙吸収テストと同様に測定した。

【0030】

(実施例1～7および比較例C1～C2)

ポリプロピレン(エクソン(Exxon)社から市販のエスコレン(ESCORENE)3505G)微小繊維ウェブを、ファン・アー・ベンテ(Van A. Wente)の「スーパーファイン・サーモプラスチック・ファイバーズ(Superfine Thermoplastic Fibers)」、インダストリアル・エンジニアリング・ケミストリー(Industrial Engineering Chemistry)第48巻、1342～1346頁に開示のように作製した。そのウェブは基本重量55g/m²および厚さ0.1cmを有した。その繊維の有効繊維直径は7.6μmであった。そのウェブの試料に、図1に示したものと同様のハイドロエンタングラー(ハニーコム・システム(Honeycomb System)社から市販のラボラトリー・モデル(Laboratory Model)製造番号101)により提供された水の噴流を衝突させ、それは1インチ(2.5cm)幅毎に各々直径0.005インチ(0.13mm)の40の表1に示した様々な水圧のスプレーオリフィスを有するスプレーバー幅24インチ(0.6m)を有した。各試料を速度3.5m/分でそのスプレーバー下を通過させ、続いて各面を一度処理して、減圧排気し、70°Cで1時間乾燥した。その処理試料のDOP透過および圧力降下を測定し、 $Q(QF)$ を計算した。透過および Q を表1に示した。

20

30

【表1】

表1

実施例	圧力 (kPa)	透過 (%)	QF
C1	34.5	78	0.09
C2	69	72	0.11
1	172	39	0.31
2	345	32	0.37
3	690	35	0.34
4	1380	39	0.34
5	2070	43	0.34
6	2760	46	0.31
7	3450	46	0.34

40

【0031】

図1のデータから明らかなように、ハイドロチャージ(少なくとも約170kPaの圧力での)により、このウェブに有用なレベルのエレクトレット向上濾過特性を発現させた。

【0032】

50

(実施例 8～15および比較例 C3～C4)

ウェブを実施例 1～7と同様に作製し、アルミニウム基平面に接触して、電流をコロナ源 1 cm当たり約0.01mAで保持し、コロナ源を基平面から約 4 cmに配置した状態で、速度1.2m/分で正の DC コロナ下を 2 度通すことによりコロナ処理した。続いて、このウェブ試料に、実施例 1～7と同様に表 2 に示した様々な圧力で水噴流を衝突させた。その処理試料の DOP 透過および圧力降下を測定し、Q を計算した。透過 (Pen) および Q (Q F) を表 2 に示した。

【表 2】

表 2

実施例	圧力 (kPa)	透過 (%)	QF
C3	0	27	0.38
C4	69	21	0.46
8	172	16	0.55
9	345	15	0.57
10	690	15	0.61
11	1380	15	0.66
12	2070	13	0.80
13	2760	14	0.79
14	3450	18	0.75
15	4140	25	0.61

10

20

【0033】

表 2 のデータから明らかなように、ハイドロチャージ（少なくとも約170kPaの圧力での）により、このウェブのエレクトレット濾過特性を向上させた。

【0034】

(実施例16～21および比較例C5)

ウェブを、用いられたポリマーがポリ-4-メチル-1-ペンテン（ミツイケミカル(Mitsui Chemical)社から市販のTPX MX-007）である以外は実施例 1～7と同様に作製した。そのウェブを実施例 8～15と同様にコロナ処理した。実施例16～21では、このウェブ試料を続いて、表 3 に示した様々な圧力で実施例 1～7と同様に水滴を衝突させた。その処理試料の DOP 透過および圧力降下を測定し、Q を計算した。透過 (Pen) および Q (Q F) を表 3 に示した。

30

【表 3】

表 3

実施例	圧力 (kPa)	透過 (%)	QF
C5	0	19	0.85
16	69	11	1.31
17	172	2.1	2.06
18	345	2.0	2.06
19	1035	2.9	1.97
20	1380	3.1	1.75
21	2760	11	1.12

40

【0035】

表 3 のデータから明らかなように、ポリ-4-メチル-1-ペンテンウェブの圧力約69kPa以上でのハイドロチャージにより、優れたエレクトレット向上濾過特性を有するウェブが作製された。

50

【0036】

(実施例22～24および比較例C6～C8)

実施例22～24および比較例C6～C8では、ステープルファイバー50重量%を含有するポリプロピレン(エスコレン(ESCORENE)3505G)微小繊維ウェブを、米国特許第4,118,531号(ハウザー(Hauser))に開示のように作製した。各ウェブは重量約 50g/m^2 を有した。実施例22および比較例C6では、ステープルファイバーは17デニール、長さ5.1cmのシンセティック・インダストリーズ(Synthetic Industries)から市販の無添加(natural)のポリプロピレン(17dPP)であり；実施例23および比較例C7では、ステープルファイバーは15デニール、長さ3.1cmのポリエステル、イーストマン・ケミカル・カンパニー(Eastman Chemical Company)から市販のコーデル(KODEL)K-431(15dPET)であり；実施例24および比較例C8では、ステープルファイバーは6デニール、長さ5.1cmのポリエステル、イーストマン・ケミカルカンパニー(Eastman Chemical Company)から市販のコーデル(KODEL)K-211(6dPET)であった。使用前に、ポリエステルステープルファイバーを、熱水(約 140°F 、 60°C)中のリキノックス(LIQUINOX)(アルコノックス(Alconox)社から市販)約2重量%を用いて約5分間攪拌しながら洗浄して表面仕上げを除去し、濯いで、乾燥した。

【0037】

各ウェブ試料を実施例8～15と同様にコロナ処理した。実施例22～24では、ウェブに、実施例1～7と同様に静水圧690kPaを用いて速度3.5m/分で散水を続いて衝突させた。処理試料のDOP透過および圧力降下を測定し、Qを計算した。透過(Pen)およびQ(QF)を表4に示した。

【表4】

表4

実施例	繊維種類	透過 (%)	QF
22	17d PP	49	1.67
23	15d PET	44	2.24
24	6d PET	47	1.82
C6	17d PP	68	0.95
C7	15d PET	72	0.97
C8	6d PET	76	0.82

【0038】

表4のデータから明らかなように、メルトブロー微小繊維およびステープルファイバーの混合物のコロナ処理後のハイドロチャージにより、コロナ処理のみを行ったウェブと比較してQが向上した。最も顕著な向上は、15デニールのポリエステルステープルファイバー50重量%を含有するウェブで見られた。

【0039】

(実施例25～26および比較例C9)

ポリプロピレンウェブを実施例1～7と同様に作製した。そのウェブは基本重量 54g/m^2 および厚さ $7.5\mu\text{m}$ を有した。比較例C9では、ウェブ試料を実施例8～15と同様にコロナ処理した。実施例25では、試料を、空気圧380～414kPaおよび周囲圧力での水を用いる噴霧器(ソニック・デベロップメント(Sonic Development)社から市販のSCD 052H型、共振器キャップを外して)を用いて、各面を距離約7～12cmでハイドロチャージした。実施例26では、試料を比較例C9と同様にコロナ処理し、続いて実施例25と同様にハイドロチャージした。処理試料のDOP透過および圧力降下を測定し、Qを計算した。透過(Pen)およびQ(QF)を表5に示した。

【表5】

表 5

実施例	透過 (%)	QF
C9	25	0.56
25	45.5	0.36
26	21	0.67

10

【0040】

表5のデータから明らかなように、このウェブを噴霧器(実施例25)を用いるハイドロチャージにより、Qはコロナ処理のみほど高くないが(比較例C9)、向上した濾過特性を提供した。メルトブロー微小繊維およびステープルファイバーの混合物のコロナ処理後のハイドロチャージにより、コロナ処理のみを行ったウェブと比較してQが向上した。最も顕著な向上は、15デニールのポリエステルステープルファイバー50重量%を含有するウェブで見られた。コロナ処理後の噴霧器を用いたハイドロチャージにより、表5中の実施例で最も高いQを提供した。

【0041】

(実施例27および比較例C10)

20

用いたポリマーがポリプロピレン(フィナ・オイル・アンド・ケミカル(Fina Oil & Chemical)社から市販のFINA 3860X) 75%およびポリ(4-メチル-1-ペンテン)(ミツイ・ケミカル(Mitsui Chemical)社から市販のTPX^R MX-007) 25%のペレット混合物であること以外は、実施例1~7と同様にウェブを作製した。そのウェブは厚さ10mmであり、基本重量55 g/m²を有した。有効繊維直径は8.1 μmであった。実施例27では、そのウェブ試料をコロナ処理し、続いて水圧345kPa(50psi)を用いて、実施例8~15と同様に水噴流を衝突させた。比較例C10では、試料をコロナ処理だけ行った。その処理試料のDOP透過および圧力降下を試験し、Qを計算した。透過およびQ(QF)を表6に示した。

【表6】

表 6

30

実施例	透過 (%)	QF
27	6.8	1.16
C10	29	0.51

【0042】

表6のデータから明らかなように、ハイドロチャージによって、コロナ処理だけ行った比較例C10より、実施例27のウェブの濾過特性を非常に向上した。

40

【0043】

(実施例28)

ポリプロピレン/ポリ(4-メチル-1-ペンテン)多層微小繊維を、装置に2種の押出機および3層のフィードブロック(スプリッター・アセンブリ)続いて米国特許第5,207,970号(ジョセフ(Joseph)等)に開示の層を成す繊維を有する微小繊維ウェブの作製方法を用いた以外は、実施例1~7と同様に作製した。第1の押出機は、フィナ・オイル・アンド・ケミカル(Fina Oil & Chemical)社から市販のメルトフロー50のポリプロピレン樹脂の熔融流れを、樹脂を約320℃に加熱するフィードブロックアセンブリに送った。第2の押出機は、樹脂を約343℃に加熱し、ミツイ・ペトロケミカル・インダストリーズ(Mitsui Petrochemical Industries)社から市販のTPX^R グレードMX-007として市販のポリ(4-メチル-

50

1-ペンテン)の溶融流れをフィードブロックに送った。そのフィードブロックは2つのポリマー流れに分離した。そのポリマー溶融流れは、フィードブロックの存在により交互に3層溶融流れに、外側層がポリ(4-メチル-1-ペンテン)となるように混合された。ギヤポンプを調節して、ポリプロピレン:ポリ(4-メチル-1-ペンテン)ポリマー溶融物をポンプ比75:25でフィードブロックアセンブリを送った。ウェブをダイまでの距離28cm(11インチ)のコレクターで収集した。3層微小繊維から得られたウェブは、有効繊維直径約8 μm 以下および基本重量55g/m²を有した。そのウェブ試料を実施例8~15と同様にコロナ処理し、続いて水圧345kPaを用いて、実施例1~7と同様に水噴流を衝突させた。そのウェブを減圧排気し、70℃で1時間乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表7に示した。

10

【0044】

(実施例29)

ポリプロピレンおよびポリ(4-メチル-1-ペンテン)溶融流れを比50:50で3層フィードブロックに送り、コレクターからダイまでの距離が23cm(9インチ)であった以外は実施例28と同様に、基本重量55g/m²を有して、有効繊維直径8 μm 以下を有する3層微小繊維から成るウェブを作製した。得られたウェブを実施例28と同様に、コロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表7に示した。

20

【0045】

(実施例30)

ポリプロピレンおよびポリ(4-メチル-1-ペンテン)溶融流れを比25:75で3層フィードブロックに送り、コレクターからダイまでの距離が7.5cm(19インチ)であった以外は実施例28と同様に、基本重量55g/m²を有して、有効繊維直径8 μm 以下を有する3層微小繊維から成るウェブを作製した。得られたウェブを実施例28と同様に、コロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表7に示した。

30

【0046】

(実施例31)

樹脂を約343℃に加熱する1種だけの押出機を用いた以外は実施例28と同様に、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)のウェブを作製した。押出機はギヤポンプを通して直接ダイに連結した。ダイからコレクターの距離は19cm(7.5インチ)であった。有効繊維直径8.5 μm および基本重量55g/m²を有する得られたウェブを、実施例28と同様に、コロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表7に示した。

【0047】

(実施例32)

第2の押出機が、フィナ(FINA)から市販のメルトフロー50のポリプロピレン樹脂およびポリ(4-メチル-1-ペンテン)樹脂(ミツイ(Mitsui)社製の「TPX」グレードMX-007)のペレット混合物の溶融流れをフィードブロックアセンブリに送った以外は実施例28と同様に、基本重量55g/m²を有して、有効繊維直径約8 μm 以下を有する3層微小繊維から成るウェブを作製した。そのポリマー溶融流れは、交互に3層溶融流れに、外側層がペレット混合物(ポリプロピレン75重量%:ポリ(4-メチル-1-ペンテン)25重量%)となるように混合された。ギヤポンプを調節して、重量比50:50のポリプロピレン:ペレット混合物ポリマー溶融物をフィードブロックアセンブリに送った。ダイからのコレクターの距離は19cm(7.5インチ)であった。得られたウェブを実施例28と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴

50

流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表7に示した。

【表7】

表7

実施例	透過% コロナのみ	Q F コロナのみ	透過% コロナ+水噴流 衝突	Q F コロナ+水噴流 衝突
28	19.7	0.75	3.7	1.45
29	15.4	0.8	6.3	1.30
30	15.6	0.9	4.8	1.49
31	19.4	0.73	2.5	1.52
32	39.0	0.42	9.1	1.2

【0048】

表7のデータから明らかなように、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)から成る外側層を有する繊維を含有するかまたは、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)を含有するウェブは、コロナ処理および水噴流の衝突を行った場合に、優れたレベルの向上した濾過特性を示した。

【0049】

(実施例33)

ポリプロピレンおよびポリ(4-メチル-1-ペンテン)の溶融流れを重量比50:50で5層フィードブロックに送った以外は実施例28と同様に、基本重量63g/m²を有して、有効繊維直径約10μm以下を有する5層微小繊維から成るウェブを作製した。そのポリマー溶融流れは、フィードブロックの存在により交互に5層溶融流れに、外側層がポリ(4-メチル-1-ペンテン)樹脂となるように混合された。得られたウェブを、アルミニウム基平面に接触して、電流を約0.05mA/cmで保持し、かつコロナ源を基平面から約7cmに配置した状態で、逐次、速度7m/分で6つの正のDCコロナ源下を通すことによりコロナ処理した。続いて、そのコロナ処理ウェブに、水圧が690kPaである以外は実施例28と同様に水噴流を衝突させた。そのウェブを減圧排気し、82℃で約45秒間エアードライヤーを通して乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表8に示した。

【0050】

(実施例34)

樹脂を約340℃に加熱する1種だけの押出機を用いた以外は実施例28と同様に、基本重量62g/m²を有して、有効繊維直径約10μm以下を有する5層微小繊維から成るウェブを作製した。その押出機は、メルトフロー50のポリプロピレン樹脂50重量%およびポリ(4-メチル-1-ペンテン)樹脂(ミツイ(Mitsui)社製の「TPX」グレードMX-007)のペレット混合物の溶融流れをフィードブロックに送った。得られたウェブを実施例33と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前(コロナ処理のみ)並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表8に示した。

【0051】

(実施例35)

第2の押出機が、ミツイ(Mitsui)社から「TPX」グレードDX820として市販のポリ(4-メチル-1-ペンテン)の溶融流れをフィードブロックに送った以外は実施例33と同様に、基本重量62g/m²を有して、有効繊維直径約10μm以下を有する5層微小繊維から成るウェブを作製した。そのポリマー溶融流れは、交互に5層溶融流れに、外側層がペレット混合物(ポリプロピレン75重量%:ポリ(4-メチル-1-ペンテン)25重量%)となるように混合された。ギヤポンプを調節して、重量比50:50のポリプロピレン:ペレット混合物ポリマー溶融

10

20

30

40

50

物をフィードブロックアセンブリに送った。得られたウェブを実施例33と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前（コロナ処理のみ）並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表8に示した。

【0052】

（実施例36）

第2の押出機が、メルトフロー50のポリプロピレン樹脂80重量%およびポリ(4-メチル-1-ペンテン)樹脂（ミツイ(Mitsui)社製の「TPX」グレードMX-007）20重量%のペレット混合物の溶融流れをフィードブロックアセンブリに送った以外は実施例28と同様に、基本重量59g/m²を有して、有効繊維直径約10μm以下を有する5層微小繊維から成るウェブを作製した。そのポリマー溶融流れは、交互に5層溶融流れに、外側層がペレット混合物となるように混合された。ギヤポンプを調節して、重量比50：50のポリプロピレン：ペレット混合物ポリマー溶融物をフィードブロックアセンブリに送った。得られたウェブを実施例33と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。水噴流の衝突前（コロナ処理のみ）並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表8に示した。

【0053】

（実施例37）

ポリ(4-メチル-1-ペンテン)樹脂（ミツイ(Mitsui)社製の「TPX」グレードMX-007）のウェブを、樹脂を約340℃に加熱する1種だけの押出機を用いた以外は実施例28と同様に5層溶融流れを用いて作製した。押出機はギヤポンプを通して直接ダイに連結した。得られたウェブを実施例33と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。基本重量は65g/m²であり、有効繊維直径約10μm以下であった。水噴流の衝突前（コロナ処理のみ）並びにコロナ処理および水噴流の衝突の両方の後のウェブの圧力降下および透過を測定し、Qを計算した。透過およびQを表8に示した。

【表8】

実施例	透過% コロナのみ	表8		
		Q F コロナのみ	透過% コロナ+水噴流 衝突	Q F コロナ+水噴流 衝突
33	26.7	0.66	7.8	1.31
34	28.7	0.49	11.8	0.94
35	25.8	0.55	9.3	1.01
36	26.4	0.56	13.7	0.9
37	25.2	0.51	7.1	1.24

【0054】

（実施例38a-d、39a-dおよび40a-d）

直径10.16cmおよび厚さ1.3mmの円形フィルター層を、実施例38a-d用として実施例35、実施例39a-d用として実施例36および実施例40a-d用として実施例37と同様に作製したウェブ材料から作製した。円形フィルター成分を、表9に示した様々な層数の米国特許第4,886,058号（ブロストロム(Brostrom)等）に開示の帯電エレクトレット濾過材から、前部および後部壁材用として集成した。各集成フィルター成分は、内径1.91cmを有する単一円形ポリプロピレン通気管を有した。そのフィルター成分のDOP透過および圧力効果を試験した。その結果を表9に示した。

【0055】

（実施例41a-e）

樹脂を約340℃に加熱する1種だけの押出機を用い、かつそれをギヤポンプを通して直接ダイに連結した以外は実施例33と同様に、メルトフロー50のポリプロピレン樹脂のウェブを作製した。得られたウェブは基本重量55g/m²、有効繊維直径約8μm以下を有した。得

られたウェブを実施例33と同様にコロナ処理し、続いて水噴流を衝突させ、乾燥した。

【0056】

様々な層数のエレクトレットウェブを含有するフィルター成分を作製し、実施例38～40と同様に試験した。その結果を表9に示した。

(比較例C11)

得られたウェブをコロナ処理のみ行った以外は実施例41と同様に、メルトフロー50のポリプロピレン樹脂のウェブを作製した。6層エレクトレット濾過材を用いたフィルター成分を集成し、実施例38～40と同様に試験した。その結果を表9に示した。

【表9】

表9

実施例	壁体毎の 濾過材の 層数	初期透過 (%)	初期 圧力降下 (mmH ₂ O)	処理後 透過 (%)	処理後 圧力降下 (mm H ₂ O)
38a	5	0.001	18.5	0.001	18.9
b	4	0.001	15.4	0.003	15.9
c	3	0.007	12.4	0.018	12.8
d	2	0.161	9.6	0.529	9.8
39a	5	0.002	17.6	0.006	18.0
b	4	0.013	13.8	0.032	14.1
c	3	0.114	11.9	0.294	12.4
d	2	0.840	8.9	2.15	9.3
40a	5	0.001	23.3	0.001	23.8
b	4	0.001	18.4	0.001	18.9
c	3	0.080	14.5	0.017	14.9
d	2	0.167	10.8	0.311	11.1
41a	6	0.001	21.4	0.001	21.8
b	5	0.001	16.7	0.002	17.0
c	4	0.001	15.0	0.021	15.3
d	3	0.007	12.0	0.237	12.4
e	2	0.177	9.1	3.37	9.4
C11	6	0.015	17.7	0.127	17.4

【0057】

そのデータは、ポリプロピレン繊維、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)とのポリプロピレンの多層繊維構造、およびポリ(4-メチル-1-ペンテン)繊維のいずれのコロナ処理微小繊維濾過材の水噴流衝突により、コロナ処理のみ行ったポリプロピレン微小繊維6層構造と比較して、初期および最終ローディングの両方でのDOP透過が劣ることを示した。従って、水衝突処理微小繊維媒質を用いたフィルター成分がより少数層の媒質を用いて作製され得るほど、フィルター成分がより多数層を有するコロナ処理エレクトレット濾過材に匹敵するかまたはそれより優れた性能レベルを提供する場合にフィルター成分全域での圧力降下は小さくなり得る。

【0058】

(実施例42)

コレクターからダイまでの距離が40cm(16インチ)であって、樹脂を372℃まで加熱し、有効繊維直径が14μmであった以外は実施例31と同様に、フィルター試料を作製した。そのウェブは基本重量40g/m² および厚さ1.2mm(0.049インチ)を有した。ひだをつけたフィルター成分をそのフィルターウェブおよびからウェブを80℃で約25分乾燥した圧力降下を測定した。その試料の煙草煙テストおよび濾過効率を決定した。その結果を表10に示した。

【0059】

(実施例43)

「TPX^{T M}」グレードMX-007ポリ(4-メチル-1-ペンテン)を用いた以外は実施例42と同様に、フィルターを作製した。圧力降下を測定した。その試料の煙草煙テストおよび濾過効

10

20

30

40

50

率を決定した。その結果を表10に示した。

【表 10】

表10

実 施 例	26.7cm/秒 での圧力降 下(mmH ₂ O)	非荷電 濾過効率 E _{uc} (%)	初期 濾過効率 E _i (%)	1シガレット後 濾過効率 E _f (%)	5シガレット後 濾過効率 E _f (%)	10シガレット後 濾過効率 E _f (%)
42	2.8	16.5	80.5	—	48.8	17.9
43	3.4	18.6	67.1	60.3	53.9	34.4

10

【0060】

表10のデータは、ポリ(4-メチル-1-ペンテン)から作製し、コロナ処理および水衝突処理を組合せたフィルターの濾過効率が優れることを示した。

【0061】

(実施例44aおよび44b)

コレクターからダイまでの距離が11インチ(28cm)であって、有効繊維直径が14 μ mであった以外は実施例31と同様に、フィルター試料を作製した。そのウェブは基本重量が40g/m² および厚さ1.2mm(0.049インチ)を有した。ひだをつけたフィルター成分をそのフィルターウェブおよびコルバック(Colback^R) (80g/m²、BASF社から市販) から作製し、それは約1g/m²の接着剤を用いてそのフィルターウェブに接着した。フィルター成分は長さ29cm、幅10cmであり、その29cm長さに高さ28mmのひだを52プリーツ有した。そのウェブの初期効率および圧力降下値を測定し、そして粒径0.3 μ m(実施例44a)および1 μ m(実施例44b)での周囲空気粒子ローディングテストを行った。その結果を表11に示した。

20

【表 11】

表11

実 施 例	初期 粒径 (μ m)	初期 効率 (%)	初期 圧力降下 (mmH ₂ O)	133時間		290時間	
				133時間 暴露後 効率(%)	133時間 暴露後 圧力降下 (mmH ₂ O)	290時間 暴露後 効率(%)	290時間 暴露後 圧力降下 (mmH ₂ O)
44a	0.3	70.5	10.8	53.8	13.8	47	15.5
44b	1.0	86.8	10.8	79.0	13.8	75	15.5

30

【0062】

表11のデータは、ある粒径での連続使用条件下でも粒子捕捉効率が長時間保持され得ることを示した。

【0063】

本発明の範囲および意図を逸脱することなく本発明の様々な変形および変更が当業者に明らかとなるが、本発明は例示のために本明細書中に示されるものに限定されるべきではない。

40

【図面の簡単な説明】

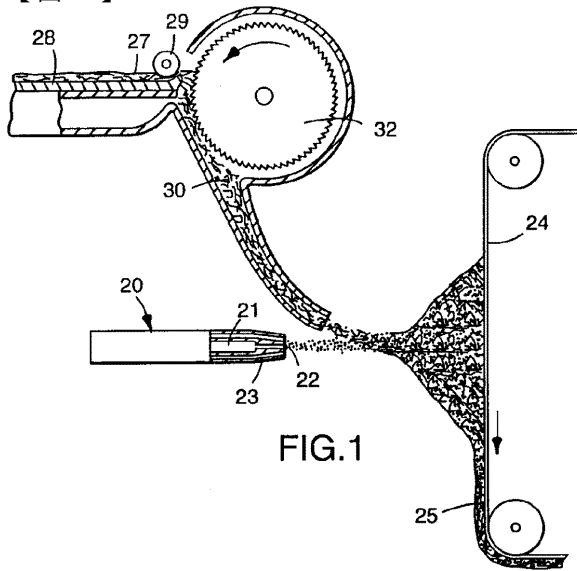
【図 1】 図 1 は、本発明の方法に用いられる不織微小繊維ウェブの製造に有用な装置の側面図である。

【図 2】 図 2 は、本発明に有用な水噴流吹付装置の斜視図である。

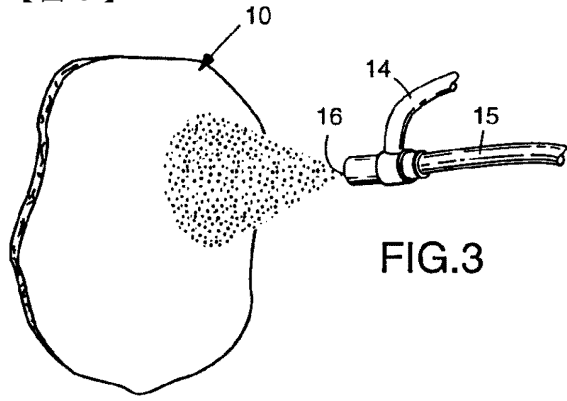
【図 3】 図 3 は、本発明に有用な噴霧器の斜視図である。

【図 4】 図 4 は、本発明に有用なポンプ作用吹付装置の斜視図である。

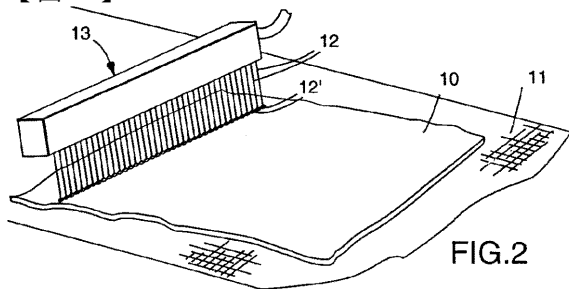
【図 1】



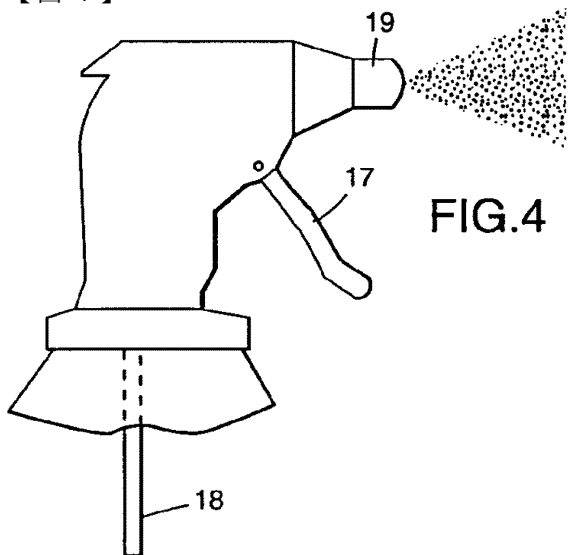
【図 3】



【図 2】



【図 4】



フロントページの続き

- (72)発明者 マービン・イー・ジョーンズ
アメリカ合衆国 55133-3427、ミネソタ州、セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス33427番
- (72)発明者 ダニエル・イー・メイヤー
アメリカ合衆国 55133-3427、ミネソタ州、セント・ポール、ポスト・オフィス・ボックス33427番

審査官 服部 智

- (56)参考文献 特開平02-104765 (JP, A)
特開平01-224020 (JP, A)
特開昭62-290477 (JP, A)
特開昭60-168511 (JP, A)
特開昭55-138223 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B01D 39/00-41/04