

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4558826号  
(P4558826)

(45) 発行日 平成22年10月6日(2010.10.6)

(24) 登録日 平成22年7月30日(2010.7.30)

(51) Int.Cl.			F I		
DO1F	8/04	(2006.01)	DO1F	8/04	Z
DO4H	1/72	(2006.01)	DO4H	1/72	C
DO1D	5/08	(2006.01)	DO1D	5/08	D

請求項の数 11 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2008-304570 (P2008-304570)	(73) 特許権者	000002923
(22) 出願日	平成20年11月28日(2008.11.28)		ダイワボウホールディングス株式会社
(65) 公開番号	特開2009-150039 (P2009-150039A)		大阪府大阪市中央区久太郎町3丁目6番8号
(43) 公開日	平成21年7月9日(2009.7.9)	(73) 特許権者	300049578
審査請求日	平成22年5月26日(2010.5.26)		ダイワボウポリテック株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2007-311535 (P2007-311535)		大阪府大阪市中央区久太郎町3丁目6番8号
(32) 優先日	平成19年11月30日(2007.11.30)	(74) 代理人	110000040
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		特許業務法人池内・佐藤アンドパートナーズ
早期審査対象出願		(72) 発明者	上笹 利夫
			兵庫県加古郡播磨町古宮877番地 ダイワボウポリテック株式会社播磨研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 極細複合繊維と極細繊維及びその製造方法、並びに繊維構造物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

原料として体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂成分を含み、前記樹脂が表面上に30%以上露出しており、供給側電極を通過するときに固体状、熔融状、または半熔融(軟化)状である、2以上の相を持つ複合樹脂成形物であり、

前記複合樹脂成形物を、供給側電極前及び/又は前記供給側電極と捕集電極間で加熱熔融し、エレクトロスピンニング(electro spinning)により伸張して得られる極細複合繊維。

【請求項2】

前記極細複合繊維を構成する繊維成分は相分離していることを特徴とする請求項1に記載の極細複合繊維。

【請求項3】

前記極細複合繊維は繊維内に溶剤を含まない請求項1又は2に記載の極細複合繊維。

【請求項4】

前記複合樹脂成形物は繊維であり、相構造が海島型、分割型、又は芯鞘型である請求項1に記載の極細複合繊維。

【請求項5】

前記複合樹脂成形物は、モノフィラメント、又は複数本収束したマルチフィラメント若しくはトウである請求項1又は4に記載の極細複合繊維。

【請求項6】

前記複合樹脂成形物は、芯がポリプロピレン、鞘がエチレン - ビニルアルコールコポリマーである芯鞘構造を除く請求項 1 , 4 又は 5 に記載の極細複合繊維。

【請求項 7】

前記複合樹脂成形物表面上に 30% 以上露出している成分が、エチレンビニルアルコールコポリマー、ポリエステル、ナイロン及びポリウレタンから選ばれる少なくとも一つであり、他相の成分がポリオレフィン、ポリエステル、ナイロン及びポリ乳酸から選ばれる少なくとも一つ（但し、芯がポリプロピレン、鞘がエチレン - ビニルアルコールコポリマーである芯鞘構造を除く）である請求項 1 に記載の極細複合繊維。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の極細複合繊維を構成するいずれかの成分を脱離した極細繊維。

10

【請求項 9】

原料として、体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂を含み、前記樹脂が表面上に 30% 以上露出しており、供給側電極を通過するときに固体状、熔融状、または半熔融（軟化）状とした複合樹脂成形物を供給する工程と、

前記供給側電極前及び / 又は前記供給側電極と捕集側電極との間で加熱熔融する工程と、

前記熔融した複合樹脂成形物をエレクトロスピンニング（electro spinning）により伸張する工程を含む極細複合繊維の製造方法。

【請求項 10】

20

前記複合樹脂成形物が加熱熔融される部分から捕集側電極との間に、加熱伸張領域を設けた請求項 9 に記載の極細複合繊維の製造方法。

【請求項 11】

2 以上の相を持つ固体状の複合樹脂成形物であり、複合樹脂成形物は、体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂が複合樹脂成形物表面上に 30% 以上露出しており、前記複合樹脂成形物を、供給側電極前及び / 又は前記供給側電極と捕集電極間で加熱熔融し、エレクトロスピンニング（electro spinning）により伸張して得られ、前記極細複合繊維を構成する繊維成分は相分離している極細複合繊維を含むことを特徴とする繊維構造物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、エレクトロスピンニング法（静電紡糸法）（electro spinning）を用いた極細繊維及びその製造方法及びこの方法によって得られた極細複合繊維を含む繊維構造物に関する。

【背景技術】

【0002】

従来からポリエチレンテレフタレート（PET）繊維、ナイロン繊維、ポリオレフィン繊維等の合成繊維は、一般的に熔融紡糸法により製造されている。ところが熔融紡糸法では、極細繊維を得ることは困難であり、とりわけ直径  $8 \mu\text{m}$ （単繊維織度で約 1 deci tex）以下の繊維を安定して得ることは困難であった。

40

【0003】

一方、極細繊維を得る方法としてエレクトロスピンニング法が下記特許文献 1 ~ 3 によって提案されている。固体熔融エレクトロスピンニング法は特許文献 1 に開示されている。

【特許文献 1】特開 2007 - 239114

【特許文献 2】特開 2007 - 197859

【特許文献 3】特開 2005 - 154927

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、従来のエレクトロスピンニング法では、以下の問題があった。帯電しにくいポリ

50

マーは電圧をかけても細繊維化しにくく、エレクトロスピニング法に適用することは困難であった。また、特許文献1～3では、紡糸前の供給樹脂を溶剤に溶解又は分散する必要があり、得られた繊維に溶剤に起因する成分が残留する問題があった。得られた繊維に溶剤が残留すると、後に溶剤に起因する成分がしみ出して様々な問題が発生するおそれがある。

【0005】

本発明は、前記従来の問題を解決するため、供給樹脂を溶剤に溶解又は分散することなくエレクトロスピニング法を用いて合成繊維の極細複合繊維と極細繊維を得ること、及び極細複合繊維の製造方法と極細複合繊維を含む繊維構造物を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の極細複合繊維は、原料として体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下の樹脂成分を含み、前記樹脂が表面上に30%以上露出しており、供給側電極を通過するときに固体状、熔融状、または半熔融（軟化）状である、2以上の相を持つ複合樹脂成形物であり、前記複合樹脂成形物を、供給側電極前及び/又は前記供給側電極と捕集電極間で加熱溶解し、エレクトロスピニング（electro spinning）により伸張して得られる。

【0007】

本発明の極細繊維は、前記の極細複合繊維を構成するいずれかの成分を脱離して得られる。

【0008】

本発明の極細複合繊維の製造方法は、原料として、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下の樹脂を含み、前記樹脂が表面上に30%以上露出しており、供給側電極を通過するときに固体状、熔融状、または半熔融（軟化）状とした複合樹脂成形物を供給する工程と、前記供給側電極前及び/又は前記供給側電極と捕集側電極との間で加熱溶解する工程と、前記溶解した複合樹脂成形物をエレクトロスピニング（electro spinning）により伸張する工程を含む。

【0009】

本発明の繊維構造物は、2以上の相を持つ固体状の複合樹脂成形物であり、複合樹脂成形物は、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下の樹脂が複合樹脂成形物表面上に30%以上露出しており、前記複合樹脂成形物を、供給側電極前及び/又は前記供給側電極と捕集電極間で加熱溶解し、エレクトロスピニング（electro spinning）により伸張して得られ、前記極細複合繊維を構成する繊維成分は相分離している極細複合繊維を含むことを特徴とする。

【発明の効果】

【0010】

本発明は、原料として2以上の相を持つ固体状の複合樹脂成形物を使用し、前記複合樹脂の1つ以上の樹脂が体積固有抵抗値 $10^{15}$ ・cm以下であり、さらに前記樹脂が複合樹脂成形物表面上に30%以上露出しており、その複合樹脂成形物が電極間の供給側電極を通過する際帯電し、エレクトロスピニングすることにより伸張され、従来法では得ることが困難であった極細複合繊維と極細繊維を有機溶剤を使用しないで得ることができる。すなわち、紡糸前の供給樹脂を溶剤に溶解又は分散することはせず、樹脂それ自体を紡糸できるので、得られた繊維には溶剤に起因する成分が存在しない利点がある。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明者らは、固体溶解エレクトロスピニング法において、なぜ特定の樹脂は効率よく伸張（extension）または延伸（drawing）できないかを検討した。その結果、ある特定の樹脂にはポリプロピレン（PP）のように体積固有抵抗値が $10^{16}$ ～ $10^{20}$ ・cmと高いものがあり、このようなものは電圧を印加しても電荷を持ちにくく、細繊維化することは困難であることがわかった。代表的樹脂の体積固有抵抗は次のとおりである。

【0012】

10

20

30

40

50

【表 1】

樹脂	体積固有抵抗値 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
ポリエチレン	$10^{16} \sim 10^{20}$
ポリプロピレン	$10^{16} \sim 10^{20}$
ポリ乳酸	$10^{16} \sim 10^{17}$
ポリウレタン	$10^{13} \sim 10^{15}$
ナイロン	$10^{13} \sim 10^{14}$
ポリエステル	$10^{12} \sim 10^{14}$
EVOH	$10^7 \sim 10^9$

## 【0013】

備考1：EVOHはエチレンビニルアルコールコポリマーの略。

備考2：表1のデータは旭化成アミダス社プラスチック編集部編、「プラスチック・データブック」1999年12月1日発行、工業調査会、186頁を参考にした。

## 【0014】

そこで、溶剤を使用しないで体積固有抵抗の低い樹脂成分を複合樹脂成形物にすることを検討した。複合樹脂成形物の複合方法は様々あるが、繊維状の複合樹脂成形物に限って言うと断面形状から見て分割型、サイドバイサイド型、海島型、芯鞘型（これには芯と鞘をどの成分にするかの選択がある）等があり、様々な検討をした結果、原料として体積固有抵抗値は $10^{15} \cdot \text{cm}$ 以下の樹脂成分を含み、さらに前記樹脂が複合樹脂成形物表面上に30%以上露出している複合樹脂成形物を使用するのがもっとも伸張性がよいことがわかった。

## 【0015】

本発明において、体積固有抵抗値はASTM D-257によって測定する。

## 【0016】

固体溶融エレクトロスピニングは、供給側電極を通過する際に帯電された樹脂が、捕集側電極に向かって電気引力によって高速で伸張されるので、体積固有抵抗値が $10^{15} \cdot \text{cm}$ を超えるものは、帯電しにくいいためエレクトロスピニングに不向きな樹脂である。しかし、本発明は伸張時に体積固有抵抗値が $10^{15} \cdot \text{cm}$ 以下の樹脂と組み合わせることにより、その影響力で体積固有抵抗値が高い樹脂であっても伸張することができる。これは、固体状の複合樹脂成形物が電極間における供給側電極前及び/又は前記供給側電極と捕集電極間で加熱溶融されるときに、加熱溶融された原料繊維の先端において、表面に露出した体積固有抵抗値が所定値以下の成分がエレクトロスピニングするまでに十分に帯電し、その勢いで、一般には帯電しにくい体積固有抵抗値が $10^{15} \cdot \text{cm}$ を超える樹脂が同時に伸張されてスピニングされると推測される。

## 【0017】

本発明においては、電極間の供給側電極と捕集側電極との間に電圧を印加する。好ましい印加電圧は、20～100kVであり、さらに好ましくは30～50kVである。

## 【0018】

前記の範囲であると、樹脂に帯電しやすく、電極間でスパークやコロナ放電も起こりにくく、引火等の問題もない。電圧が20kV未満であると、雰囲気中の空間（電極間）において電極間の抵抗があるため、電子の流れが悪くなり、樹脂が帯電しにくくなる恐れがある。また、100kVを超えるようであると、電極間でスパークやコロナ放電が起こり、樹脂に引火する恐れがある。

## 【0019】

そして、電極間距離は、得られる極細複合繊維の繊維径（直径）、繊維径のばらつき、及び捕集側電極への極細繊維の集積性を考慮して、適宜選択してよい。たとえば、電極間距離は2～25cmが好ましく、さらに好ましくは5～20cmである。前記の範囲であると、樹脂に帯電しやすく、電極間でスパークやコロナ放電も起こりにくく、引火等の問題もない。電極間距離が2cm未満であると電極間でスパークやコロナ放電が起こりやすくなり、樹脂に引火する恐れがある。25cmを超えるようであると、電極間の抵抗が高

10

20

30

40

50

くなり、電子の流れが妨げられ、樹脂が帯電しにくくなる傾向にある。

#### 【0020】

供給側電極に供給する複合樹脂成形物は、固体状態で供給することが好ましい。供給側電極を通過する際には、加熱して熔融状または半熔融（軟化）状の複合樹脂成形物であってもよい。好ましくは、繊維の状態に供給する。複合樹脂成形物が繊維の状態であると、極細複合繊維の断面形状は繊維状の複合樹脂成形物の断面形状と相似形状となりやすく、エレクトロスピンニングして得られる極細複合繊維の断面形状を制御しやすい。複合樹脂成形物（複合繊維）としては、モノフィラメント、モノフィラメントを複数本収束したマルチフィラメント、又はトウであることが好ましい。前記においてマルチフィラメントとはフィラメント数が2～100本をいい、トウとはフィラメント数が100本を超えるものをいう。中でも、エレクトロスピンニング性の点から、モノフィラメントを10～1000本収束したマルチフィラメント又はトウであることが好ましい。

10

#### 【0021】

供給側電極を通過した直後の複合樹脂成形物（例えば固体の複合繊維）に、例えばレーザー光線を照射し、複合樹脂成形物を加熱熔融する。予め複合樹脂成形物を熔融状または半熔融状とした場合でも、加えて電極間で加熱熔融することにより、複合樹脂成形物を低粘度化することができるので、伸張性を高くすることができる。レーザー光線には、YAGレーザー、炭酸ガス（CO<sub>2</sub>）レーザー、アルゴンレーザー、エキシマレーザー、ヘリウム-カドミウムレーザーなどの光源から発生されるレーザー光線が含まれる。これらのレーザー光線のうち、高分子樹脂に対して熱吸収率がよく、電源効率が高く、複合繊維の熔融性が高い点から、炭酸ガスレーザーによるレーザー光線が好ましい。レーザー光線の波長は、例えば、200nm～20μm、好ましくは500nm～18μm、さらに好ましくは1～16μm（とくに5～15μm）程度である。複合樹脂成形物を加熱熔融する別の手段としては、波長780nm～2.5μm領域の近赤外線のような公知の手段を使用することもできる。

20

#### 【0022】

レーザー光線の照射方法は、特に限定されないが、複合繊維に対して、局所的に照射できる点から、スポット状にレーザー光線を照射する方法が好ましい。このスポット状レーザー光線を複合繊維に照射するビーム径の大きさは、複合繊維の形状に応じて選択できる。具体的なビーム径は、例えば、線状体樹脂（例えば、モノフィラメント・マルチフィラメント・トウ等）の場合、線状体樹脂の平均径よりも大きい径であればよく、例えば、0.5～30mm、好ましくは1～20mm、さらに好ましくは2～15mm（特に3～10mm）程度である。線状体樹脂の平均径とビーム径との比率は、線状体樹脂の平均径に対して、1～100倍程度のビーム径であってもよく、好ましくは2～50倍、さらに好ましくは3～30倍（特に5～20倍）程度のビーム径である。

30

#### 【0023】

そして供給側電極通過後にレーザー光線を照射し、複合樹脂成形物を加熱熔融する場合、供給側電極における樹脂成形物が出る側の端部と、樹脂成形物におけるレーザー光線が照射される部位の距離は1～6mmが好ましい。より好ましくは2～4mmである。距離が1mm未満であると、レーザー光線照射部が電極に非常に近くなるため、電極の温度が高くなり、その結果樹脂成形物が加熱される時間が長くなり、樹脂分解を起こす恐れがあり、6mmを超えるようであると、供給側電極通過時に帯電させた樹脂成形物の帯電量が減衰していき、そこをレーザー光線で加熱熔融しても熔融状態の樹脂が捕集側電極に向かって伸張しにくい傾向にあるからである。

40

#### 【0024】

複合樹脂成形物を熔融するために必要なレーザー光線の出力は、複合樹脂成形物を構成するいずれかの樹脂の最も融点の高い樹脂の融点以上であり、かつ複合樹脂成形物を構成するいずれかの樹脂が発火または分解しない温度となる範囲に制御すればよい。要は、複合樹脂成形物が粘性を有する状態になればよい。複合樹脂成形物が粘性を持たせるように加熱する温度は、複合樹脂成形物の供給速度やレーザー光線の出力、レーザーと複合樹脂成形物

50

間の距離、複合樹脂成形物の太さによって、加熱する温度は変わってくるが、例えばレーザー光線の場合好ましくは1600～1200、より好ましくは600～800の加熱温度がよい。1600を下回る温度であると加熱する熱量が少ないため溶融不良が起こり粘性をもちにくく極細化し難く、また、1200を超えると、樹脂が発火又は分解し繊維化できない恐れがある。また、具体的なレーザー光線の出力は、用いる複合樹脂成形物の物性値（融点）や形状、太さ、供給速度などに応じて適宜選択できるが、例えば、3～100mA、好ましくは3～50mA、さらに好ましくは6～40mA程度であってもよい。レーザー光線の出力が3mA未満であると、樹脂を溶融状態にするのにレーザー光線の照射条件は、複合樹脂成形物の融点を測定して制御してもよいが、複合樹脂成形物が径の小さな線状体であり、高電圧が付与される場合には、簡便性の点から、レーザー光線の出力により制御するのが好ましい。レーザー光線は、複合樹脂成形物の周囲から1箇所又は複数箇所から照射してもよい。

10

## 【0025】

溶融された複合樹脂成形物は、電気引力とともに捕集側電極に伸張される。このときの伸張倍率は100～1000倍、好ましくは200～800倍、さらに好ましくは300～500倍程度である。この伸張倍率に伸ばされることにより、極細繊維化される。このときには超延伸がおきている可能性もある。この結果、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cmを超える樹脂を含む極細複合繊維の好ましい直径は、5μm以下にすることができる。好ましい条件においては、直径3μm以下、さらに好ましい条件においては、1μm以下にすることができる。

20

## 【0026】

本発明において、複合樹脂成形物は、断面から見て海島型、分割型、又は芯鞘型であるのが好ましい。このような断面であれば、供給側電極を通過する部分に帯電しやすい樹脂を選択して配置できる。

## 【0027】

なお、繊維径は円形繊維の場合は繊維の直径より求められる。繊維断面からまたは繊維側面から、繊維径(直径)を計測する。

## 【0028】

異形断面(多角形、楕円、中空、C型、Y型、X型、不定形など)は繊維断面において同じ面積を持つ円形を仮定しその直径を計測することにより繊維径とする。従って、異形繊維の場合は繊維側面より繊維径を求めることはできない。

30

## 【0029】

供給側電極を通過する部分の複合樹脂成形物表面上に30%以上露出している樹脂は、体積固有抵抗値が $10^6$ ～ $10^{14}$ ・cmであることが好ましい。より好ましくは $10^7$ ～ $10^{14}$ ・cmである。このようにすると、複合繊維は供給側電極を通過する際帯電しやすい。

## 【0030】

また、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cmをこえる高い樹脂であっても、樹脂に体積固有抵抗値が低減するようなマスターバッチの練り込み(例えば炭素や金属塩類などのフィラー類を含むマスターバッチ)や、コロナ加工、フッ素加工、エレクトレット加工など樹脂の抵抗値を下げるような処理手法、または、体積固有抵抗値が下がるような油剤(例えばアニオン系界面活性剤やカチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤など)などを複合樹脂表面に塗布または浸漬するような処理を、単独または複数組み合わせることで、体積固有抵抗値が高い樹脂であっても、エレクトロスピンニング前までに、前記手法を用いて見掛け体積固有抵抗値を下げてやることにより、エレクトロスピンニングに適した樹脂となる可能性がある。

40

## 【0031】

なお、見掛け体積固有抵抗値とは、一般に樹脂で測定される体積固有抵抗(ASTM D-257)の樹脂部分が前記処理手法を用いた試料で測定された値を示す。

## 【0032】

50

すなわち、樹脂そのものの体積固有抵抗ではなく、処理された樹脂が持つ、体積固有抵抗を示す物である。

【0033】

複合樹脂成形物表面上に体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下である樹脂が 30% 以上露出しているようにすると、帯電しにくい体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm を超える樹脂があっても、体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂が十分に帯電しエレクトロスピンニングされる際、その影響力により同時にエレクトロスピンニングされ伸張される。

【0034】

複合樹脂成形物表面上に体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下である樹脂が 30% 以上露出しているようにさえすれば、体積固有抵抗が高い樹脂と低い樹脂の組み合わせでも極細複合繊維が形成され、好ましい条件の場合は直径  $3\ \mu\text{m}$  以下の極細複合繊維が得られる可能性がある。

【0035】

もちろん、体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下である樹脂同士を組み合わせても別段問題はない。

【0036】

本発明において、複合樹脂成形物の体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下である樹脂の割合は、10質量%以上、好ましくは30質量%以上、より好ましくは50質量%以上がよい。この範囲であれば極細複合繊維を安定して得ることができる。樹脂の割合が10質量%未満であると、複合樹脂成形物表面上にいくら体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm 以下である樹脂を配しても、複合樹脂成形物トータルの樹脂量が少ないため、エレクトロスピンニングしたとき、体積固有抵抗値が  $10^{15}$  ・ cm を超えるような帯電しにくい樹脂を大量に捕集側電極に延伸させねばならず、極細化しにくい傾向にあるからである。

【0037】

例えばオレフィン（例えばポリプロピレン、ポリエチレン）のように体積固有抵抗値が  $10^{16}$  ・ cm 以上のような帯電しにくい樹脂を配した場合であっても、 $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂が10質量%以上あれば、良好なエレクトロスピンニングができる。仮にオレフィンのような体積固有抵抗値  $10^{16}$  ・ cm 以上の樹脂と、体積固有抵抗値  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂を用いた場合、好ましい体積固有抵抗値  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂の割合は10質量%～70質量%である。より好ましくは35質量%～60質量%である。体積固有抵抗値  $10^{15}$  ・ cm 以下の樹脂が10質量%未満であると、前記のように極細化しにくく、70質量%を超えるようであると、エレクトロスピンニング上は問題がないが、原料である複合樹脂成形物を作る際にオレフィン部分が極端に少ないため安定した複合樹脂成形物を得るのが難しいからである。

【0038】

本発明においては、前記複合樹脂成形物は、芯がポリプロピレン、鞘がエチレン-ビニルアルコールコポリマーである芯鞘構造の複合繊維は除かれる。しかし、島がポリプロピレン、海がエチレン-ビニルアルコールコポリマーである海島構造または多成分に区分される分割構造は、本発明の好ましい実施態様として含まれる。

【0039】

また、前記複合樹脂成形物表面上に30%以上露出している成分が、エチレンビニルアルコールコポリマー、ポリエステル、ナイロン及びポリウレタンから選ばれる少なくとも一つであり、他相の成分がポリオレフィン、ポリエステル、ナイロン及びポリ乳酸から選ばれる少なくとも一つ（但し、芯がポリプロピレン、鞘がエチレン-ビニルアルコールコポリマーである芯鞘構造を除く）であることが好ましい。

【0040】

前記複合樹脂成形物表面上に30%以上露出している成分は、高度に帯電してエレクトロスピンニングによる伸張性が大きいこと及び生体適合性に優れている観点から、エチレンビニルアルコールコポリマーがとくに好ましい。エチレンビニルアルコールコポリマーの体積固有抵抗値は、好ましくは  $10^6 \sim 10^{15}$  ・ cm、さらに好ましくは  $10^7 \sim 10^9$

10

20

30

40

50

・ cm、さらにより好ましくは  $10^{7.5} \sim 10^{8.5}$  ・ cm である。

【0041】

前記エチレンビニルアルコールコポリマーは、エチレン酢酸ビニル共重合体を鹸化して得られる。エチレンビニルアルコールコポリマーにおけるエチレンの含有量は特に限定されないが、25～70モル(mol)%であることが好ましく、30～65モル(mol)%であることがより好ましい。市販品としては、クラレ社製商品名“エバール”、日本合成化学工業社製商品名“ソアノール”等があり、本発明ではこれらの市販品を使用できる。また、エチレンビニルアルコールコポリマーの融点は、それに含まれるエチレンとビニルアルコールの含有量により異なり、例えば、エチレンを38モル%含むエチレンビニルアルコールコポリマーの融点は171 であり、エチレンを55モル%含むエチレンビニルアルコールコポリマーの融点は142 である。また、エチレンビニルアルコールコポリマーは、1種又はエチレンの含有量が異なるエチレンビニルアルコールコポリマー2種以上を混合して用いてもよい。

10

【0042】

上記エチレン-ビニルアルコールコポリマーの融点は100 ～190 であることが好ましく、より好ましくは120 ～180 であり、さらに好ましくは140 ～175 である。エチレン-ビニルアルコールコポリマーの融点が100 以上であると繊維化しやすく、エチレン-ビニルアルコールコポリマーの融点が190 以下であると、繊維同士の間点を熱接着する場合に比較的低温で熱処理することができる。

【0043】

前記他相の成分は、特に限定されず、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン、ポリメチルペンテン、ポリトリメチレンテレフタレート、エチレン-プロピレンコポリマー等のポリオレフィン、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ナイロン6、ナイロン66等のポリアミド、ポリスチレン等のうち1種又は2種以上を混合して用いてよい。中でも、他相の成分は、繊維強度を得る観点から、融点が150 ～300 の範囲であることが好ましい。なお、融点が150 ～300 の範囲のポリマーは、例えば、ポリプロピレン(160 ～175 )、ポリメチルペンテン(230 ～240 )、ポリエチレンテレフタレート(212 ～265 )、ポリブチレンテレフタレート(220 ～267 )、ナイロン6(210 ～220 )、ナイロン66(255 ～265 )等が挙げられる(旭化成アミダス社プラスチック編集部編、「プラスチック・データブック」1999年12月1日発行、工業調査会、7頁～11頁)。

20

【0044】

とくに表面上に30%以上露出している成分がエチレンビニルアルコールコポリマーで他相の成分がポリ乳酸の芯鞘型複合繊維、海鳥型複合繊維、又は分割型複合繊維等の複合繊維は、両成分が生体適合性に優れており、かつ繊維内に溶剤を含まないことから、手術用糸、ステント、人工関節などの生体内埋め込み材料、止血材、細胞培養基材、マスク、体液吸収パット等の医療材料、フェイスマスク、対人ワイパーなどの化粧用品に用いることができる。

30

【0045】

極細複合繊維は繊維内に溶剤を含まないことが好ましい。より好ましくは、極細複合繊維を構成する樹脂が有機溶媒又は有機溶剤に起因する成分を含まないことが好ましい。極細複合繊維が繊維内に溶剤を含まない構成であると、一般に人や動物に対して毒性を示す溶剤又は溶剤に起因する成分が繊維からしみ出すことがなく、人に触れる分野や医療分野にも適用することができる。なお、有機溶剤は、一般には有機溶媒ともいわれ、有機溶剤に起因する成分とは、溶剤が熱や帯電等により化学変化した成分等である。

40

【0046】

極細複合繊維の繊維内に溶剤を含まない構成を得るためには、固体状の複合樹脂成形物内が溶剤を含まない構成であればよい。溶剤を含まない複合樹脂成形物は、例えば、複合樹脂成形物が繊維の形態である場合には、樹脂を常套の溶融紡糸法で紡糸することにより

50

得られる。

【0047】

溶剤は、樹脂を溶解又は分散させることができ、かつ人や動物に対して毒性を示すものをいう。例えば、溶剤はヘキサン、ベンゼン、トルエン、ジエチルエーテル、クロロホルム、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、塩化メチレン、アセトン、アセトニトリル、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、酢酸、1-ブタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、メタノール、エタノール、ギ酸等が挙げられる。上述のとおり、極細複合繊維は繊維内に溶剤を含まないことが好ましい。

【0048】

前記極細複合繊維の直径は20 μm以下が好ましく、さらに好ましくは0.1~17 μmの範囲、特に好ましくは0.2~5 μmである。前記の範囲の極細繊維は、通常の熔融紡糸で得ることは困難である。

10

【0049】

エレクトロスピンニングによって得られた複合繊維は、表面上に30%以上露出している成分と、他相の成分が相分離していることが好ましい。相分離により剥離しやすく、極細繊維が得やすい。

【0050】

極細複合繊維は、断面から見て海島型、分割型、又は芯鞘型であるのが好ましい。複合樹脂成形物がマルチフィラメント又はトウである場合、マルチフィラメント又はトウが1つの繊維となったような断面形状の極細繊維となる場合がある。例えば、複合樹脂成形物として芯鞘型複合繊維を600本集束したトウを用いた場合、エレクトロスピンニングにより伸張して得られた極細複合繊維は、見かけ上、島成分のセグメント数が1~600である海島型複合繊維が得られる場合である。本発明でいう海島型及び/又は芯鞘型複合繊維は、このような断面形状の極細繊維も含む。

20

【0051】

前記複合繊維は、表面上に30%以上露出している成分が30~90質量%、他相の成分が70~10質量%の範囲が好ましい。より好ましくは35:65~60:40である。前記の範囲であれば、電極間で帯電しやすく、紡糸性が良好となる。

【0052】

本発明で得られた極細複合繊維を構成するいずれかの成分を脱離し、残存成分からなる極細繊維とすることもできる。これにより、さらに細い繊維とすることができる。さらに、目的とするポリマーのみを残存させた極細繊維とすることもできる。

30

【0053】

海島構造または多成分に区分される分割構造は、独立した樹脂1成分のセグメント単位がそもそも小さい(断面形状でいうと非常に小さいものが寄り集まっている)ため、供給側電極の樹脂を帯電させるときの影響、レーザ光線で樹脂を加熱溶解するときの影響を受けやすく、セグメント全体に均一に影響しやすいからと考えられる。

【0054】

得られた極細複合繊維は、どちらか一方の樹脂成分をさらに脱離させ、さらに細い繊維を取り出すこともできる。脱離方法は、酸、アルカリ、有機溶媒による方法など公知の手法でよく、別段限定はされない。脱離方法は、樹脂の溶媒に対する、溶解度積によって適宜選択するとよい。

40

【0055】

とくに鞘がエチレンビニルアルコールコポリマーで芯がポリ乳酸の芯鞘型複合繊維の場合、ポリ乳酸を脱離させる場合は、80~100の水や、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等を水に溶解させたアルカリ性水溶液を用いる。またエチレンビニルアルコールコポリマーを脱離させる場合は、常温(20~30)のジメチルスルホキシド(DMSO)、60に加熱したイソプロピルアルコール、又は2-プロパノール等を用いることができる。

【0056】

50

原料である複合樹脂成形物に対する加熱の仕方により、伸張された極細複合繊維を様々な形状にすることができる。例えば、均一に加熱することにより、相似形の断面形状を得ることができる。複合樹脂成形物の一方向の側面から加熱することにより、断面内で溶融状態の偏向が起こり、非相似形の断面形状を得ることができる。その理由は、一方の樹脂側面は十分に溶融されるので伸張されようとするが、反対面は一方の側面に比べて溶融粘度が大きいため、十分に伸張していくことができず、非相似形になるものと考えられる。具体的には、丸形断面がC型断面になるか、あるいは芯成分が2以上に分裂して、さらに細い繊維になる可能性がある。

#### 【0057】

極細複合繊維が捕集側電極に集積されると、繊維構造物を得ることができる。繊維構造物は捕集側電極に集積したものを直接採取してもよいし、捕集側電極がコンペア形状をなしており、連続的に集積する位置を移動させることにより、シート状の繊維構造物を連続して作製できるようにしてもよい。また、繊維構造物の別の採取方法としては、捕集側電極上に、金属メッシュや織布、不織布、紙などを配置し、そのシート状物の上に極細複合繊維を集積させることにより、積層構造の繊維構造物を得ることができる。さらに、カートリッジ型のフィルターなど、ある程度厚みをもつ物品のようにシート型でないものに集積させてもよい。本発明において繊維構造物とは、繊維シート、フィルター等のある程度厚みをもつ物品等の繊維堆積物をいう。

#### 【0058】

集積させる対象物は、アースを取り、捕集側電極と電位差をなくすことが好ましい。ただし、生産上特に問題がなければ、別段アースをとる必要性はなく、捕集側電極から若干浮いた状態で対象物を保持してもよい。

#### 【0059】

次に、図面を用いて製法について説明する。図1は、本発明における一実施例のエレクトロスピング装置の概略説明図である。このエレクトロスピング装置11は、供給側電極1と捕集側電極2との間に電圧発生装置3から電圧を印加し、供給側電極1の直下にレーザ照射装置4から矢印Xに沿ってレーザ光線を照射する。供給側電極と捕集側電極間距離は2~25cmが好ましい。より好ましくは5~20cmである。電極間距離が2cmを下回ると高電圧を印加するためスパークやコロナ放電が起こり、25cmを超えるようであると電気引力の効果が小さくなり、捕集側電極に溶融した繊維が伸張していかなくなる恐れがある。原料の複合繊維7は、容器5に入れられた収納繊維6から引き出され、ガイド8,9を通過し、供給ローラ10からエレクトロスピング装置11に供給される。原料の複合繊維は、ポビンに巻き取られた糸巻体から供給してもよい。複合繊維7は供給側電極を通過する際帯電する。この帯電状態で、供給側電極1の直下でレーザ照射装置4から矢印Xに沿ってレーザ光線が照射されることにより、複合繊維7は加熱溶融され、電気引力とともに捕集側電極に伸張される。このとき複合繊維は矢印Y方向に伸張され、極細化する。12は極細化された複合繊維が集積した繊維構造物(シート)である。

#### 【0060】

図1において、原料の複合繊維が複数本、例えば図11に示すように複合繊維7a~7fの6本のと看、レーザ照射装置4から反射板ミラー13を介して供給側電極1の直下にレーザ光線を照射してもよい。このとき、反射板ミラー13を操作して、レーザ光線を矢印X1からX2に角度で振る。これにより、原料の複合繊維7a~7fの全部にレーザ光線を照射できる。このようにすれば、複合樹脂成形物が多数本の複合繊維又は不織布の形態であっても紡糸できる。

#### 【0061】

図2は、本発明における別の実施例のエレクトロスピング装置の概略説明図である。このエレクトロスピング装置20は、ポリイミド樹脂板23に取り付けた供給側電極21に高電圧端子22から電圧を印加する。供給側電極はニードル状が好ましい。ニードル状電極において、好ましいニードル長さは5~30mmである。さらに好ましいニードル長さは10~20mmである。ニードル長さが5mmを下回ると原料である複合繊維の押

10

20

30

40

50

し出す方向性が定まらず、レーザー光線照射部分に誘導しがたくなる傾向にある。また30mmを超えるようであると、ニードル内を原料繊維が通過する際に抵抗がかかり、押し出すときにスムーズに押し出されない可能性がある。ニードル内径は10~2000 $\mu\text{m}$ が好ましい。より好ましい内径は20~1650 $\mu\text{m}$ である。内径が20 $\mu\text{m}$ を下回ると、処理本数が少なくなり、細いため原料繊維を通すのが難しくなる。2000 $\mu\text{m}$ を超えるようであると繊維の内部の方まで帯電させることが難しくなる傾向にある。そして、ニードル状電極は1本である必要はなく、一度に多量のエレクトロスピンングを行いたい場合には、太いニードル1本で行うよりは、細い複数本のニードルを束ねた方が、原料繊維のレーザー光線照射部に誘導する誘導性について有利である。好ましいニードル本数は1~1000本である。さらに好ましいニードル本数は1~300本である。捕集側電極24にはアースを取る。供給側電極21の直下に複数のレーザー照射装置25、25から矢印X1、X2に沿ってレーザー光線を照射する。原料の複合繊維7は、供給側電極21を通過する際帯電する。この帯電状態で、供給側電極21の直下でレーザー照射装置25、25から矢印X1、X2に沿ってレーザー光線が照射されることにより、複合繊維7は加熱溶解され、電気引力とともに捕集側電極24に伸張される。このとき複合繊維は矢印Y方向に一例として数百倍に伸張され、極細化する。29は極細化された複合繊維の集積物である。加熱伸長領域28では、レーザー照射部以降の捕集側電極付近に近づくにつれて温度が低くなる場合、伸張している最中に樹脂の結晶化が始まり、細く引くことが困難になる傾向にあるから、例えば電気ヒーターやなどの加熱手段から熱を送り、繊維が急冷されないように、ヒーターや油槽などの加熱手段から熱を送り、加熱伸長領域28を加熱する事が好ましい。加熱伸長領域の温度は繊維の種類にもよるが、合成繊維のガラス転移点以上融点以下に加熱するとよい。具体的には加熱伸長領域の温度は50~300が好ましく、さらに好ましくは100~200である。加熱方法は電気を使用した方法で行うことが、細かい温度調整が容易であることから好ましい。

#### 【実施例】

##### 【0062】

以下、実施例を用いて本発明をさらに具体的に説明する。なお、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

##### 【0063】

#### 1. 原料樹脂

下記の樹脂を使用した。

(1) ポリエチレンテレフタレート (PET) : 東レ社製商品名 "T200E"、融点255、固有粘度 (IV) 0.64

(2) ポリプロピレン (PP) : 日本ポリプロ社製商品名 "SA03"、融点161、JIS-K-7210に準じて測定したメルトフローレート (MFR; 測定温度230、荷重21.18N (2.16kgf)) 30

(3) ナイロン6 (Ny) : 宇部興産社製商品名 "1015B"、分子量15000

(4) 高密度ポリエチレン (PE) : 日本ポリエチレン社製商品名 "HE481"、融点130、JIS-K-7210に準じて測定したメルトフローレート (MFR; 測定温度190、荷重21.18N (2.16kgf)) 12

(5) 実験番号10で使用したエチレン-ビニルアルコールコポリマー (EVOH) : 日本合成化学社製 "K3835BN"、融点171、JIS-K-7210に準じて測定したメルトフローレート (MFR; 測定温度230、荷重21.18N (2.16kgf)) 35を使用した。

(6) 実験番号11~12で使用したエチレン-ビニルアルコールコポリマー (EVOH) : 日本合成化学社製 "SG544"、融点170、JIS-K-7210に準じて測定したメルトフローレート (MFR; 測定温度230、荷重21.18N (2.16kgf)) 45を使用した。

(7) 実験番号11~12で使用したポリ乳酸 (PLA) : トヨタ自動車社製 "U'SZS-32"、融点179、体積固有抵抗値:  $9 \times 10^{16}$  ( $\cdot \text{cm}$ ) を使用した。

## 【 0 0 6 4 】

## 2 . 原料複合樹脂成形物の製造

原料複合樹脂成形物は、常法にしたがい、溶融紡糸し未延伸糸を得、原料の複合樹脂成形物（複合繊維）とした。

## 【 0 0 6 5 】

## 3 . エレクトロスピンング方法

エレクトロスピンング装置は図 2 に示す装置を使用し、その条件は表 2 に示すとおりとした。

レーザー装置：鬼塚硝子社製 P I N - 3 0 R（定格出力 3 0 W、波長 1 0 . 6  $\mu$  m、ビーム径 6 m m）

供給側電極とレーザー照射部の距離：4 m m

供給側電極：ユニコントロールズ株式会社製 U N シリーズ 2 0 G  $\times$  1 5 を 1 本で使用

## 4 . 繊維径の測定方法

走査電子顕微鏡（S E M、日立製作所社製商品名“ S - 3 5 0 0 N”、倍率 1 5 0 0 倍）を使用して、繊維側面を観察し、任意の 3 0 本の測定結果から平均値を求めた。

## 【 0 0 6 6 】

（実施例 1）

実験番号 1 ~ 1 2 について、原料複合樹脂成形物の第 1 成分、第 2 成分、断面構造、樹脂比率、繊維径について、表 2 に示すとおりとした。

## 【 0 0 6 7 】

これらの原料複合樹脂成形物を使用して、図 2 に示すエレクトロスピンング方法で極細繊維を製造した。エレクトロスピンング条件及び得られた極細繊維の繊維径を表 2 にまとめて示す。

## 【 0 0 6 8 】

10

20

【表 2】

実験 番号	原料繊維				スピニング条件						溶脱 成分	溶脱率 (%)	溶脱後 繊維 ( $\mu\text{m}$ )	
	芯成 分	鞘成 分	断面構造	楕円比率	繊維径 ( $\mu\text{m}$ )	電界強度 (kV)	極間距離 (cm)	レーザー強度 (mA)	紡出速度 (mm/min)	加熱伸張領 域温度( $^{\circ}\text{C}$ )				エレクトロスピン ニング後の 繊維径 ( $\mu\text{m}$ )
1	PET	Ny	芯鞘	50/50	360	32.5	20	20	5.41	160	4.70	-	-	
2	Ny	PET	芯鞘	30/70	410	32.5	20	40	5.41	160	-	-	-	
3	Ny	PET	芯鞘	50/50	410	32.5	20	40	5.41	160	0.56	-	-	
4	Ny	PET	芯鞘	70/30	410	32.5	20	40	5.41	160	-	-	-	
5	PET	PE	16分割	50/50	120	32.5	20	40	20.3	160	1.93	-	-	
6	PET	PE	16分割	50/50	220	32.5	5	16	5.41	160	1.08	-	-	
7 (比較例)	PET	PE	芯鞘	50/50	420	32.5	5	20	5.41	160	紡出不可	-	-	
8	PE	PET	芯鞘	50/50	420	32.5	5	20	5.41	160	2.15	-	-	
9 (比較例)	PP	PE	芯鞘	50/50	220	32.5	20	10	5.41	160	紡出不可	-	-	
10	PP	EVOH	海島 島37本	50/50	360	32.5	20	20	5.41	160	2.21	-	-	
11	PLA	EVOH	16分割	50/50	350	32.5	20	20	5.41	なし(常温)	1.21	PLA	100	0.78
12	PLA	EVOH	芯鞘	50/50	400	32.5	20	20	5.41	なし(常温)	1.85	EVOH	100	1.12

10

20

30

40

## 【0069】

表 2 における実験番号 11 ~ 12 の溶媒脱離条件は次のとおりである。

## A. EVOH の脱離

ジメチルスルホキシド 20 ml にエレクトロスピンニングにより得られた複合繊維を 1 g 入れ、常温 (20 ~ 30 ) で 15 時間攪拌した。その後、溶剤を吸引濾過し、メタノールにて置換洗浄した後、常温で 1 時間乾燥させて PLA 繊維を得た。

50

## B . P L A の脱離

5質量%水酸化カリウム水溶液200mlにエレクトロスピンニングにより得られた複合繊維を1g入れ、80℃で15時間攪拌した。その後、溶剤を吸引濾過し、純水にて置換洗浄した後、60℃で1時間乾燥させてEVOH繊維を得た。

### 【0070】

表2から明らかとなっており、実験番号1～6、8、10～12はいずれも複合樹脂成形物が供給側電極を通過する部分の複合樹脂成形物表面は、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下の樹脂が50%又は100%としたことにより、良好なスピニング性と極細繊維が得られた。また、得られた複合繊維に溶剤は存在していなかった。

### 【0071】

これに対して実験番号7、9は、複合繊維の鞘成分がポリオレフィンであり、複合樹脂成形物の表面の樹脂が帯電しにくく、体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cmを超える樹脂100%であったことから、紡出することはできなかった。

### 【0072】

実験番号3で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡(SEM、倍率20000倍)の写真を図3に示し、概略断面図を図4に示す。図4において、30は極細の芯鞘構造の複合繊維、31はNy、32はPETである。体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下であるPETが鞘成分とした芯鞘複合であり、表面上に100%露出しているため、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。この条件の場合は原料として芯鞘構造の複合樹脂成形物を使用したため、相似形の極細複合繊維が得られた。

### 【0073】

実験番号5で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡(SEM、倍率10000倍)の写真を図5に示し、概略断面図を図6に示す。図6において、40は極細の16分割構造の複合繊維、41はPET、42はPEである。体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下のNyを使用した分割型複合であり、表面上に体積固有抵抗が低い樹脂が50%露出しているため、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。この条件の場合は原料として分割型の複合樹脂成形物を使用したため、相似形の分割型極細複合繊維が得られた。

### 【0074】

実験番号6で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡(SEM、倍率4000倍)の写真を図7に示し、概略断面図を図8に示す。図8において、50は極細の16分割構造の複合繊維、51はPET、52はPEである。体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下であるNyを使用した分割型複合であるため、表面上に体積固有抵抗が低い樹脂が50%露出しているから、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。

### 【0075】

実験番号10で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡(SEM、倍率10000倍)の写真を図9に示し、概略断面図を図10に示す。図10において、60は極細の海島構造の複合繊維、61はPP、62はEVOHである。体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下であるEVOHを使用した海島型複合であり、表面上に体積固有抵抗が低い樹脂が100%露出しているため、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。この条件の場合は原料として海島型の複合樹脂成形物を使用したため、相似形の海島型極細複合繊維が得られた。

### 【0076】

実験番号11で得られた極細繊維の断面図は図5及び図6とほぼ同一であった。図6において、40は極細の16分割構造の複合繊維、41はPLA、42はEVOHである。体積固有抵抗値が $10^{15}$ ・cm以下のEVOHを使用した分割型複合であり、表面上に体積固有抵抗が低い樹脂が50%露出しているため、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。この条件の場合は原料として分割型の複合樹脂成形物を使用したため、相似形の分割型極細複合繊維が得られた。また、実験番号11はPLAを脱離することにより、EVOH単一成分の極細繊維を得ることができた。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 7 7 】

実験番号 1 2 で得られた極細繊維の断面図は図 3 及び図 4 とほぼ同一であった。図 4 において、3 0 は極細の芯鞘構造の複合繊維、3 1 は P L A、3 2 は E V O H である。体積固有抵抗値が  $1 0^{15}$  ・ c m 以下である E V O H が鞘成分とした芯鞘複合であり、表面上に 1 0 0 % 露出しているため、良好なスピニング性を有し、伸張された繊維は相分離していた。この条件の場合は原料として芯鞘構造の複合樹脂成形物を使用したため、相似形の極細複合繊維が得られた。また、実験番号 1 2 は E V O H を脱離することにより、P L A 単一成分の極細繊維を得ることができた。

## 【産業上の利用可能性】

## 【 0 0 7 8 】

本発明で得られる極細の複合繊維及び繊維構造物は、フィルター、電池セパレータ（特にリチウムイオン電池用セパレータ）、紙、不織布、人工毛皮のスキン層等に有用である。また、手術用糸、ステント、人工関節などの生体内埋め込み材料、止血材、細胞培養基材、マスク、体液吸収パット等の医療材料、フェイスマスク、対人ワイパーなどの化粧品等として有用である。

## 【図面の簡単な説明】

## 【 0 0 7 9 】

【図 1】図 1 は本発明における一実施例のエレクトロスピニング装置の概略説明図である。

【図 2】図 2 は本発明における別の実施例のエレクトロスピニング装置の概略説明図である。

【図 3】図 3 は本発明の実験番号 3 で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡（S E M、倍率 2 0 0 0 0 倍）の写真である。

【図 4】図 4 は図 3 の概略断面図である。

【図 5】図 5 は本発明の実験番号 5 で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡（S E M、倍率 1 0 0 0 0 倍）の写真である。

【図 6】図 6 は図 5 の概略断面図である。

【図 7】図 7 は本発明の実験番号 6 で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡（S E M、倍率 4 0 0 0 倍）の写真である。

【図 8】図 8 は図 7 の概略断面図である。

【図 9】図 9 は本発明の実験番号 1 0 で得られた極細繊維の断面図の走査電子顕微鏡（S E M、倍率 1 0 0 0 0 倍）の写真である。

【図 1 0】図 1 0 は図 9 の概略断面図である。

【図 1 1】図 1 1 は本発明における別の実施例のエレクトロスピニング装置の概略説明図であり、原料の複合繊維が複数本の紡糸の例である。

## 【符号の説明】

## 【 0 0 8 0 】

- 1 , 2 1 供給側電極
- 2 , 2 4 捕集側電極
- 3 電圧発生装置
- 4 , 2 5 レーザ照射装置
- 5 容器
- 6 繊維収納物
- 7 原料複合樹脂成形物
- 8 , 9 ガイド
- 1 0 供給ローラ
- 1 1 , 2 0 エレクトロスピニング装置
- 1 2 極細化された複合繊維
- 1 3 反射板ミラー
- 2 2 高電圧端子

10

20

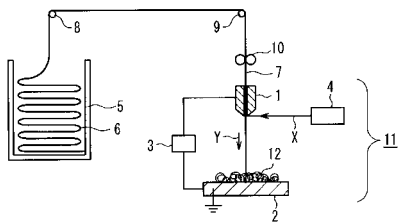
30

40

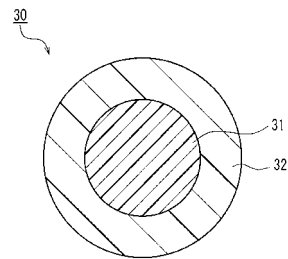
50

- 23 ポリイミド樹脂板
- 28 加熱伸長領域
- 29 極細化された複合繊維の繊維構造物（シート）
- 30, 40, 50, 60 極細化された複合繊維

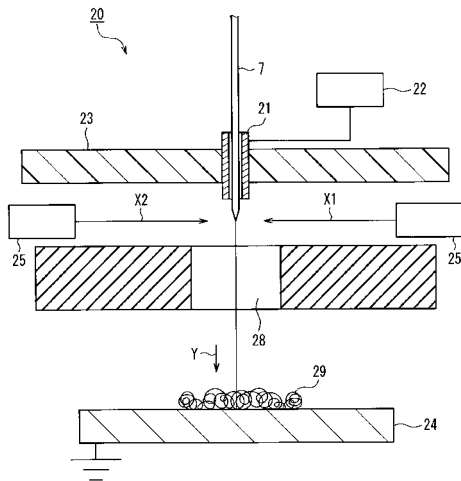
【図1】



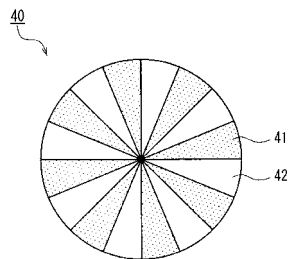
【図4】



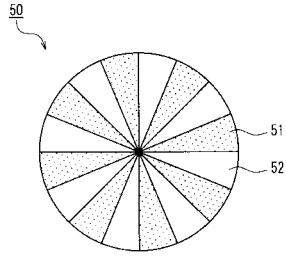
【図2】



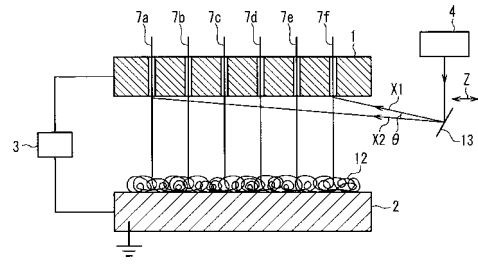
【図6】



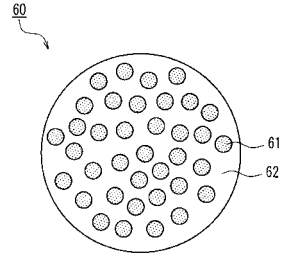
【 8 】



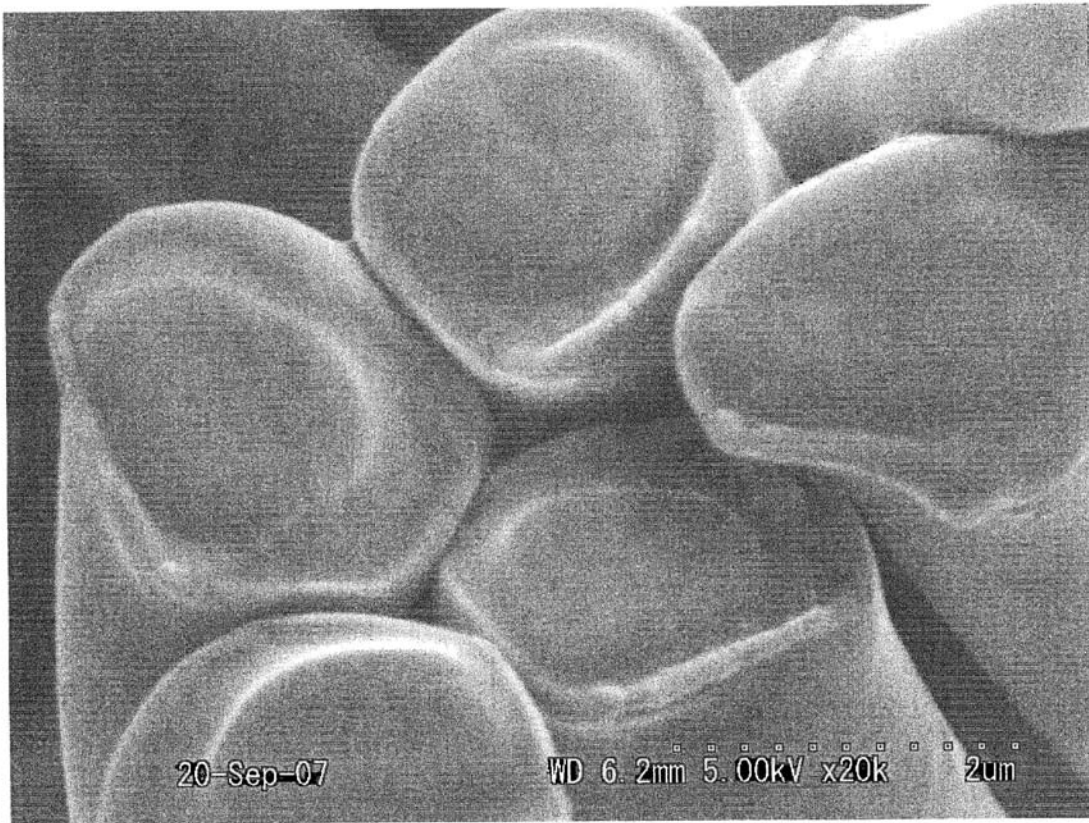
【 1 1 】



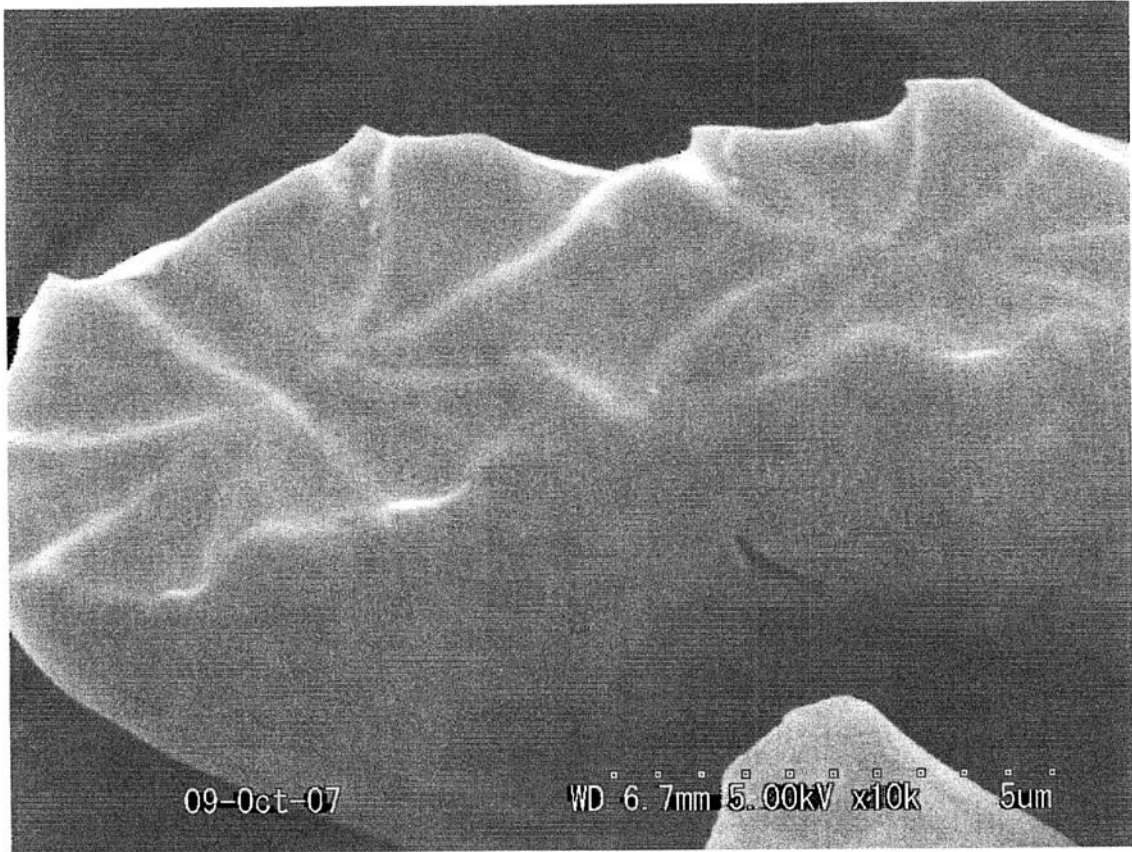
【 1 0 】



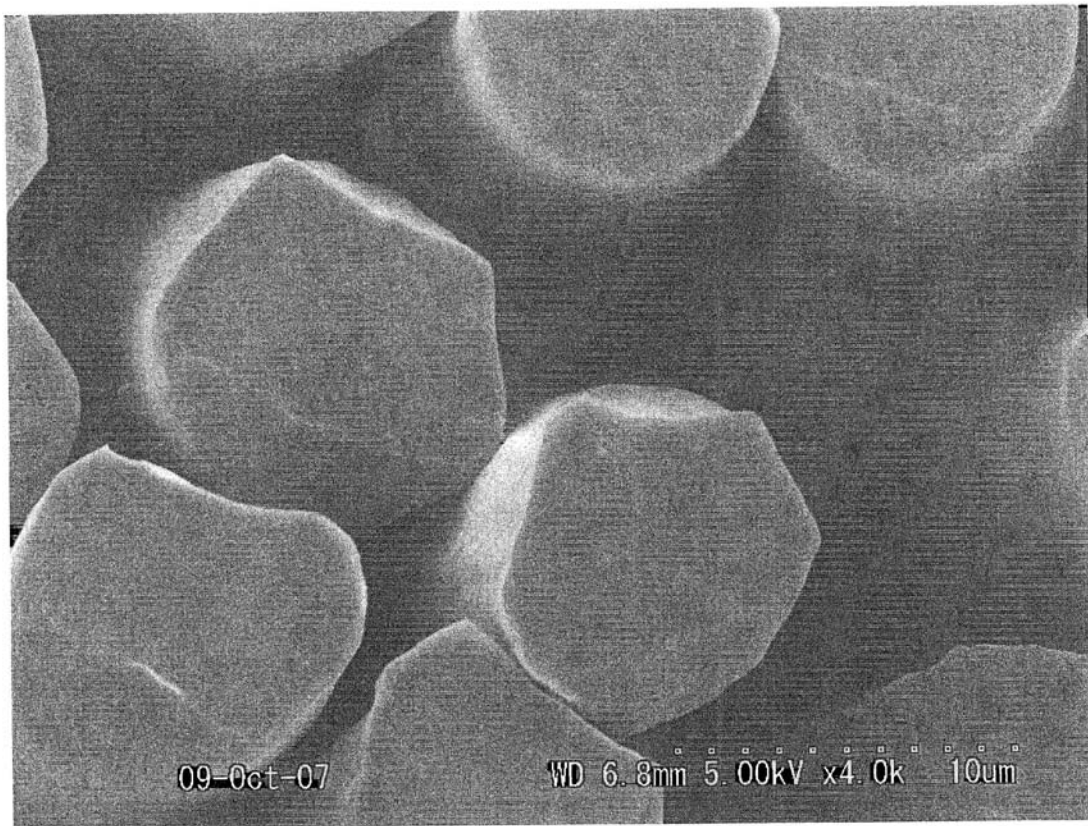
【 3 】



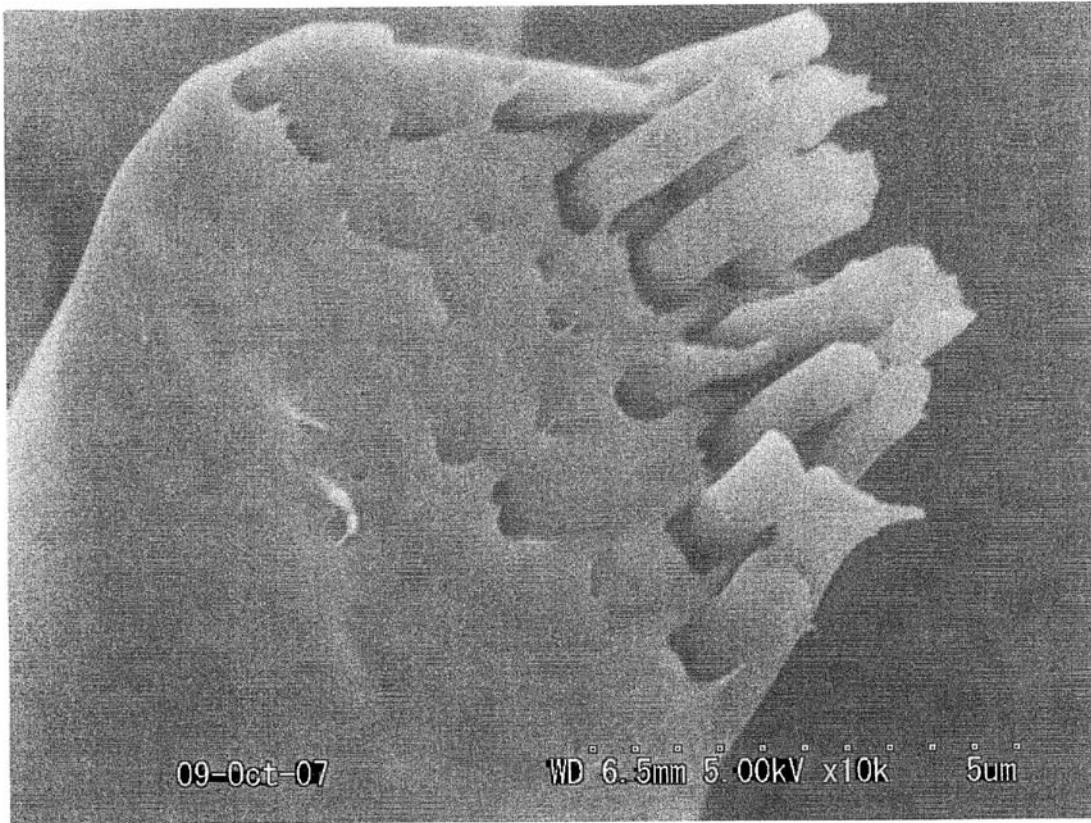
【 図 5 】



【 図 7 】



【 図 9 】



---

フロントページの続き

審査官 井上 政志

- (56)参考文献 特開2005-154927(JP,A)  
国際公開第2006/099107(WO,A2)  
特開2007-154336(JP,A)  
特開2006-069142(JP,A)  
特開2007-239114(JP,A)  
Effects of ethylene content of poly(ethylene-co-vinyl alcohol) on diameter of fibers produced by melt-electrospinning, Journal of Applied Polymer Science, 2007年 1月 26日, Volume 104 Issue 2, 1368 - 1375

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
D01F8/00-8/18  
D01D1/00-13/02  
D04H1/00-18/00