

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4963185号
(P4963185)

(45) 発行日 平成24年6月27日(2012.6.27)

(24) 登録日 平成24年4月6日(2012.4.6)

(51) Int.Cl.	F I	
CO8J 9/00 (2006.01)	CO8J 9/00	CEWA
BO1D 39/16 (2006.01)	BO1D 39/16	C
BO1D 39/00 (2006.01)	BO1D 39/00	B
BO1D 61/14 (2006.01)	BO1D 61/14	500
BO1D 71/36 (2006.01)	BO1D 71/36	
請求項の数 10 (全 13 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2006-88175 (P2006-88175)	(73) 特許権者	000003964
(22) 出願日	平成18年3月28日(2006.3.28)		日東電工株式会社
(65) 公開番号	特開2007-260547 (P2007-260547A)		大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号
(43) 公開日	平成19年10月11日(2007.10.11)	(74) 代理人	100107641
審査請求日	平成20年11月10日(2008.11.10)		弁理士 鎌田 耕一
		(74) 代理人	100115152
			弁理士 黒田 茂
		(72) 発明者	鈴木 理利
			大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
		(72) 発明者	内田 陽二
			大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
		審査官	内田 靖恵
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法とフィルター濾材ならびにフィルターユニット

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

未焼成のポリテトラフルオロエチレンシートを、ポリテトラフルオロエチレンの融点以上の温度において所定の方向へ5～30倍延伸し、

前記延伸したシートを、前記融点未満の温度において、前記所定の方向とは異なる方向へさらに5～40倍延伸した後に、前記融点以上の温度に加熱する、ポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項2】

前記未焼成のポリテトラフルオロエチレンシートが帯状であり、
前記所定の方向が、前記シートの長手方向であり、
前記異なる方向が、前記シートの幅方向である請求項1に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項3】

ポリテトラフルオロエチレン微粉末と液状潤滑剤との混合物を、押出および圧延から選ばれる少なくとも1つの方法によりシート状に成形して、前記未焼成のポリテトラフルオロエチレンシートを形成する、請求項1に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項4】

平均孔径が1～5μmの前記多孔質膜を形成する、請求項1に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項 5】

厚さが $5 \mu\text{m}$ 以上 $35 \mu\text{m}$ 以下であり、流速 5.3 cm/s で気体を透過させたときに生じる圧力損失が 100 Pa 以下である前記多孔質膜を形成する、請求項 1 に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項 6】

厚さが $35 \mu\text{m}$ を超え $50 \mu\text{m}$ 以下であり、流速 5.3 cm/s で気体を透過させたときに生じる圧力損失が 200 Pa 以下である前記多孔質膜を形成する、請求項 1 に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項 7】

粒径 $0.3 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の粒子を含む気体を流速 5.3 cm/s で透過させたときに、前記粒子の 89% 以上を捕集する前記多孔質膜を形成する、請求項 1 に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

10

【請求項 8】

前記粒子の 99.97% 以上を捕集する前記多孔質膜を形成する、請求項 7 に記載のポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法。

【請求項 9】

被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材であって、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の製造方法により得たポリテトラフルオロエチレン多孔質膜を備えるフィルター濾材。

【請求項 10】

被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材と、前記フィルター濾材を支持する支持枠とを備えるフィルターユニットであって、

20

前記フィルター濾材が、請求項 9 に記載のフィルター濾材であるフィルターユニット。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリテトラフルオロエチレン多孔質膜の製造方法に関する。本発明は、また、当該製造方法により得たポリテトラフルオロエチレン多孔質膜を備えるフィルター濾材ならびにフィルターユニットに関する。

【背景技術】

30

【0002】

従来、空気清浄などを目的とするフィルター濾材として、ポリプロピレンなどの合成繊維の不織布を備える静電式フィルター濾材、あるいは、ガラス繊維を基材とするメカニカルフィルター濾材などが知られている。これらの濾材では、濾材を透過する気体に含まれる粒子の捕集効率の経時劣化を抑制できるが、当該濾材にはいくつかの問題がある。例えば、静電式フィルター濾材では、濾材中に存在する小繊維や折り曲げ加工により自己発塵が発生することがある他、気体中のオイルミストなどにより静電性能が劣化し、捕集効率が低下することがある。一方、ガラス繊維を基材とするメカニカルフィルター濾材では、高い捕集効率を実現するために、圧力損失の増大を避けることが困難であった。

【0003】

40

近年、これらの問題を解決できる濾材として、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 多孔質膜を備える濾材が注目されている。PTFE 多孔質膜は、一般に、未焼成の PTFE シートを延伸して形成され (例えば、特許文献 1、2 に記載)、折り曲げ加工時にも自己発塵がほとんど生じない他、その平均孔径を微細にする (通常 $0.5 \mu\text{m}$ 以下) とともに膜厚を薄くする (通常 $10 \mu\text{m}$ 以下) ことで、高い捕集効率と低い圧力損失との両立が可能である。特許文献 1、2 では、未焼成の PTFE シートを、PTFE の融点未満の温度において二軸延伸することにより、微細な平均孔径と薄い膜厚とを実現している。

【特許文献 1】国際公開第 94/16802 号パンフレット

【特許文献 2】特開平 7-196831 号公報

【発明の開示】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、特許文献1、2の開示のPTFE多孔質膜では、高い捕集効率と低い圧力損失との両立を、微細な平均孔径および薄い膜厚により実現しているため、膜としての強度を十分に確保できず、ピンホールなどの欠陥が発生することがある。

【0005】

そこで本発明は、これら従来のPTFE多孔質膜よりも平均孔径が大きく、かつ、膜厚を厚くしながらも、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立させたPTFE多孔質膜の製造方法を目的とする。

【課題を解決するための手段】

10

【0006】

本発明のPTFE多孔質膜の製造方法では、未焼成のPTFEシートを、PTFEの融点以上の温度において所定の方向へ5～30倍延伸し、前記延伸したシートを、前記融点未満の温度において、前記所定の方向とは異なる方向へさらに5～40倍延伸した後に、前記融点以上の温度に加熱する。

【0007】

本発明のフィルター濾材は、被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材であって、上記本発明の製造方法により得たPTFE多孔質膜を備えている。

【0008】

本発明のフィルターユニットは、被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材と、前記フィルター濾材を支持する支持枠とを備えるフィルターユニットであって、前記フィルター濾材が、上記本発明のフィルター濾材である。

20

【発明の効果】

【0009】

本発明の製造方法によれば、未焼成のPTFEシートを、PTFEの融点(327)以上の温度において延伸し(延伸A)、次に、当該延伸したシートを上記融点未満の温度においてさらに延伸した(延伸B)後に、上記融点以上の温度に加熱することで、従来よりも平均孔径が大きく、かつ、膜厚を厚くしながらも、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立させたPTFE多孔質膜を形成できる。

【0010】

30

このようなPTFE多孔質膜は、また、その強度に優れ、例えば、ピンホールなどの欠陥の発生を抑制できるため、フィルター濾材としての使用に適している。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

(延伸A)

延伸Aでは、未焼成のPTFEシートをPTFEの融点以上の温度において5～30倍延伸する限り、その具体的な手法などは特に限定されない。例えば、上記融点以上の温度に保持した加熱炉内で、未焼成のPTFEシートを延伸すればよい。このとき、当該PTFEシートが加熱炉内に位置する時間を適切に設定することにより、当該PTFEシートを上記融点以上の温度において延伸できる。

40

【0012】

延伸Aの方向(所定の方向)は特に限定されないが、未焼成のPTFEシートが帯状である場合、例えば、その長手方向であればよい。

【0013】

延伸Aの倍率は、5～25倍程度が好ましい。

【0014】

延伸Aを実施する温度は、通常、327～400程度であればよく、350以上が好ましい。

【0015】

延伸Aでは、PTFEシートにおいて、その延伸の方向に伸びるフィブリルが形成され

50

るとともに、PTFEが部分的に凝集したノードが形成されると考えられる。また、PTFEの融点以上の温度で延伸するため、PTFEシートの過度の薄肉化を抑制できる。

【0016】

(延伸B)

延伸Bでは、延伸Aを実施したPTFEシートを、PTFEの融点未満の温度において、延伸Aの方向とは異なる方向へ5～40倍延伸する限り、その具体的な手法などは特に限定されない。例えば、上記融点未満の温度に保持した加熱炉内で、延伸Aを実施したPTFEシートを延伸すればよい。このとき、当該PTFEシートが加熱炉内に位置する時間を適切に設定することにより、当該PTFEシートを上記融点未満の温度において延伸できる。

10

【0017】

延伸Bの方向は、延伸Aの方向と異なる限り特に限定されないが、例えば、PTFEシートの面内における延伸Aの方向と直交する方向であればよく、より具体的には、延伸するPTFEシートが帯状である場合、その幅方向であればよい。

【0018】

延伸Bの倍率は、5～30倍程度が好ましい。ただし、延伸Aの倍率と、延伸Bの倍率との積で示される面積延伸倍率が、300倍以下であることが好ましい。面積延伸倍率が300倍を超えると、形成されたPTFE多孔質膜における平均孔径が大きくなりすぎ、捕集効率が過度に低下することがある。より高い捕集効率を有するPTFE多孔質膜を形成するためには、面積延伸倍率が、250倍以下であることが好ましく、150倍以下であることがより好ましい。

20

【0019】

延伸Bを実施する温度は、通常、25℃以上であればよく、40～200℃程度が好ましく、100～200℃程度がより好ましい。

【0020】

延伸Bは、延伸Aに続いて連続的に行ってもよい。

【0021】

延伸Bでは、PTFEシートにおいて、フィブリルの微細化が進むと共に、ノードとフィブリルとの境界がより明瞭になると考えられる。

【0022】

(熱処理)

本発明の製造方法では、延伸Bを実施した後、延伸後のPTFEシートをPTFEの融点以上の温度に加熱して熱処理する。熱処理の具体的な手法などは特に限定されず、例えば、上記融点以上の温度に保持した加熱炉に、延伸後のPTFEシートを収容すればよい。このとき、当該PTFEシートが加熱炉に収容される時間を適切に設定することにより、当該PTFEシートを上記融点以上の温度で熱処理できる。

30

【0023】

熱処理は、PTFEシートの寸法を固定した状態で行うことが好ましく、その温度は、350～400℃程度が好ましい。

【0024】

熱処理は、延伸Bに続いて連続的に行ってもよい。

40

【0025】

熱処理では、PTFEシートにおいてフィブリルの統合が生じると考えられる。

【0026】

特許文献1、2を始め、従来のPTFE多孔質膜の製造方法、なかでも、高い捕集効率を発現するPTFE多孔質膜の製造方法では、PTFEの融点以上の温度における延伸とPTFEの融点未満の温度における延伸とを組み合わせ実施した後に、さらに当該融点以上の温度において熱処理することは行われていなかった。これは、従来、PTFE多孔質膜の平均孔径を小さく、かつ、膜厚を薄くすることにより、高い捕集効率と低い圧力損失との両立を図っていたためである。このため、特許文献1、2では、PTFEの融点以

50

上の温度における延伸を行うことなく、当該融点未満の温度における二軸延伸を行っている。実施例にも後述するが、このような製造方法では、フィブリルが全体的に微細に分割され、例えば、ノード（結節部）の面積が直径 $1\ \mu\text{m}$ の円の面積以下であり、平均孔径が、 $0.5\ \mu\text{m}$ 以下の P T F E 多孔質膜（特許文献 2 参照）が形成される。

【 0 0 2 7 】

これに対して、本発明者らは、上述の製造方法により、P T F E 多孔質膜の平均孔径を従来よりも大きく、かつ、膜厚を厚くして、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立できることを見出した。実施例にも後述するが、本発明の製造方法では、従来よりもフィブリルが微細化されていない、例えば、ノードの面積が $1\ \mu\text{m}^2$ 以上であり、ノード間の距離が数十 ~ $100\ \mu\text{m}$ 程度である、P T F E 多孔質膜を形成できる。

10

【 0 0 2 8 】

本発明の製造方法に用いる未焼成の P T F E シートの形成方法は特に限定されないが、例えば、P T F E 微粉末（ファインパウダー）と液状潤滑剤との混合物を、押出および圧延から選ばれる少なくとも 1 つの方法によりシート状に成形して、形成してもよい。

【 0 0 2 9 】

P T F E 微粉末の種類は特に限定されず、市販の製品を用いてもよい。市販の P T F E 微粉末としては、例えば、ポリフロン F - 1 0 4（ダイキン工業製）、フルオン C D - 1 2 3（旭・I C I フロロポリマーズ社製）、テフロン 6 J（三井・デュポンフロロケミカル社製）などが挙げられる。

【 0 0 3 0 】

液状潤滑剤の種類は、P T F E 微粉末の表面を濡らすことが可能であり、上記混合物をシート状に成形した後に、蒸発や抽出などの手段によって除去可能な物質である限り、特に限定されない。例えば、液状潤滑剤として、流動パラフィン、ナフサ、ホワイトオイル、トルエン、キシレンなどの炭化水素油の他、各種のアルコール類、ケトン類、エステル類などを用いればよい。

20

【 0 0 3 1 】

P T F E 微粉末と液状潤滑剤との混合比は、P T F E 微粉末および液状潤滑剤の種類、あるいは、P T F E シートの成形方法などに応じて適宜調整すればよく、通常、P T F E 微粉末 1 0 0 重量部に対して、液状潤滑剤が 5 ~ 5 0 重量部程度である。

【 0 0 3 2 】

押出および / または圧延の具体的な方法は特に限定されず、例えば、上記混合物をロッド状に押出成形した後、得られたロッド状の成形体を一對のロールにより圧延してシート状に成形してもよい。あるいは、上記混合物をそのままシート状に押出成形してもよいし、シート状に押出成形した後に、さらに圧延を加えてもよい。

30

【 0 0 3 3 】

未焼成の P T F E シートの厚さは、得たい P T F E 多孔質膜の厚さにより適宜調整すればよく、通常、 $0.05 \sim 0.5\ \text{mm}$ 程度である。

【 0 0 3 4 】

液状潤滑剤は、上記延伸 A を行う前に、加熱あるいは抽出などの手法により P T F E シートから除去することが好ましい。

40

【 0 0 3 5 】

本発明の製造方法では、延伸 A、延伸 B および熱処理の温度、延伸 A および延伸 B の倍率、ならびに、未焼成の P T F E シートの厚さなどを適宜調整することにより、以下に示す特性を有する P T F E 多孔質膜を形成できる。

【 0 0 3 6 】

（平均孔径）

本発明の製造方法では、平均孔径が $1 \sim 5\ \mu\text{m}$ の P T F E 多孔質膜を形成できる。平均孔径は、主に、延伸 A および B の倍率を調整することにより制御でき、当該倍率を大きくすると、得られる P T F E 多孔質膜の平均孔径を大きくできる。

【 0 0 3 7 】

50

(圧力損失)

本発明の製造方法では、厚さが $5\ \mu\text{m}$ 以上 $35\ \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $10\ \mu\text{m}$ を超え $35\ \mu\text{m}$ 以下であり、流速 $5.3\ \text{cm}/\text{sec}$ で気体を透過させたときに生じる圧力損失が $100\ \text{Pa}$ 以下である P T F E 多孔質膜を形成できる。

【 0 0 3 8 】

また本発明の製造方法では、厚さが $35\ \mu\text{m}$ を超え $50\ \mu\text{m}$ 以下であり、流速 $5.3\ \text{cm}/\text{sec}$ で気体を透過させたときに生じる圧力損失が $200\ \text{Pa}$ 以下である P T F E 多孔質膜を形成できる。

【 0 0 3 9 】

(捕集効率)

本発明の製造方法では、粒径 $0.3 \sim 0.5\ \mu\text{m}$ の粒子を含む気体を流速 $5.3\ \text{cm}/\text{sec}$ で透過させたときに、当該粒子の 89% 以上を捕集する P T F E 多孔質膜を形成できる。また、主に、延伸 A および B の倍率を調整することにより、当該粒子の 90% 以上、 99% 以上、あるいは、 99.97% 以上を捕集する P T F E 多孔質膜を形成できる。当該粒子の 99.97% 以上を捕集する P T F E 多孔質膜は、いわゆる H E P A フィルターとしての利用が可能である。

【 0 0 4 0 】

(強度)

本発明の製造方法では、所定の針貫通試験において、針貫通強度が $0.2\ \text{N}/\text{mm}^2$ 以上、好ましくは $0.3\ \text{N}/\text{mm}^2$ 以上の P T F E 多孔質膜を形成できる。針貫通試験の詳細は、実施例に後述する。

【 0 0 4 1 】

(フィルター濾材)

本発明のフィルター濾材は、上記本発明の製造方法により得た P T F E 多孔質膜 (本発明の P T F E 多孔質膜) を備えており、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立させたフィルター濾材とすることができる。本発明のフィルター濾材における捕集効率および圧力損失は、当該フィルター濾材が備える各層の種類や数にもよるが、基本的に、上述した本発明の P T F E 多孔質膜における捕集効率および圧力損失と同様である。

【 0 0 4 2 】

本発明のフィルター濾材は、本発明の P T F E 多孔質膜以外の層を備えていてもよく、例えば、当該多孔質膜を支持する通気性支持材を備えていてもよい。この場合、フィルター濾材としての強度や寿命をさらに向上できる。

【 0 0 4 3 】

本発明のフィルター濾材が P T F E 多孔質膜および通気性支持材を備える場合、両者は単に重ね合わされているだけでもよいし、例えば、接着ラミネート、熱ラミネートなどの手法により、一体化されていてもよい。

【 0 0 4 4 】

通気性支持材の材質、構造は、本発明の P T F E 多孔質膜よりも通気性に優れる限り、特に限定されない。通気性支持材の構造としては、例えば、フェルト、不織布、織布、メッシュ (網目状シート) であればよい。強度、柔軟性、および、製造工程における作業性に優れることから、不織布からなる通気性支持材が好ましく、この場合、不織布を構成する少なくとも一部の繊維が、いわゆる芯鞘構造を有する複合繊維であってもよい。芯成分の融点が鞘成分の融点よりも高い場合、フィルター濾材を製造する際における、通気性支持材と P T F E 多孔質膜との加熱圧着がより容易となる他、フィルター濾材に対してブリーツ加工などの折り曲げ加工を行う際に、折り込みピッチ数を大きくできる。

【 0 0 4 5 】

通気性支持材の材料としては、ポリオレフィン (ポリエチレン、ポリプロピレンなど) 、ポリエステル、ポリアミド (ナイロンなど) 、芳香族ポリアミド、および、これらの複合材を用いればよい。通気性支持材として、フッ素系樹脂、例えば、P F A (テトラフルオロエチレン / パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体) 、F E P (テトラフルオ

10

20

30

40

50

ロエチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体)、あるいは、P T F E の多孔質膜を用いてもよい。

【0046】

(フィルターユニット)

図1に、本発明のフィルターユニットの一例を示す。図1に示すフィルターユニット1は、被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材2と、フィルター濾材2を支持する支持枠3とを備えるフィルターユニットであって、フィルター濾材2は、上述した本発明のフィルター濾材である。

【0047】

フィルターユニット1では、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立できる。

10

【0048】

図1に示す例では、フィルター濾材2がブリーツ加工されているが、ブリーツ加工されていないフィルター濾材2であってもよい。

【0049】

支持枠3には、フィルターユニットとして一般的な材料を用いればよく、支持枠3の形状も任意に設定できる。支持枠3におけるフィルター濾材2の支持方法は、一般的なフィルターユニットと同様であればよい。

【実施例】

【0050】

以下、実施例により本発明をより詳細に説明する。本発明は、以下に示す実施例に限定されない。

20

【0051】

本実施例では、P T F E 多孔質膜サンプルを10種類(実施例6種類、比較例4種類)作製し、各多孔質膜サンプルにおける平均孔径(μm)、厚さ(μm)、圧力損失(Pa)、捕集効率(%)および針貫通強度(N/m^2)の各特性を評価した。

【0052】

多孔質膜サンプルにおける各特性の評価方法を示す。

【0053】

(平均孔径)

多孔質膜サンプルに対してポラスマテリアルズ社のパームポロメーターにより測定したミーンフローポアサイズを、多孔質膜サンプルの平均孔径とした。

30

【0054】

(厚さ)

多孔質膜サンプルの厚さは、テクロック社製SM-1201型ダイヤルゲージにより求めた。より具体的には、多孔質膜サンプルを12枚積層した積層体の厚さを上記ダイヤルゲージにより測定し、得られた測定値をサンプルの積層数12で除した値を多孔質膜サンプルの厚さとした。

【0055】

(圧力損失)

多孔質膜サンプルの圧力損失は、サンプルを有効通気面積が 100cm^2 である円形状のホルダーにセットし、セットしたサンプルの両面に圧力差を発生させて気体を透過させ(透過量: $31.8\text{L}/\text{min}$)、透過する気体の流速を $5.3\text{cm}/\text{sec}$ としたときの圧力損失を圧力計(マンメーター)により測定して求めた。

40

【0056】

(捕集効率)

圧力損失の測定装置と同様の装置を用い、上記ホルダーにセットした多孔質膜サンプルに、多分散ジオクチルフタレート(DOP)粒子を含む気体を流速 $5.3\text{cm}/\text{sec}$ で透過させ、サンプルの下流側における上記DOP粒子の濃度をパーティクルカウンター(リオン社製、KC-18)により測定して、捕集効率を求めた。ただし、サンプルを透過させた気体には、粒子径 $0.3\sim 0.5\mu\text{m}$ の範囲の粒子が 10^7 個/LとなるようにD

50

OP粒子を含ませ、パーティクルカウンターによる測定対象粒子の粒径を0.3~0.5 μmの範囲とし、捕集効率、捕集効率 = (1 - (下流側DOP粒子濃度 / 上流側DOP粒子濃度)) × 100 (%) の式より算出した。

【0057】

(針貫通強度)

多孔質膜サンプルに対し、カトーテック株式会社製ハンディー圧縮試験機KES-G5を用い、加圧子として直径1.0mm、先端の曲率R = 0.5mmの針を使用して、ホルダー径11.3mm、押し込み速度2mm/secの条件にて針貫通試験を行い、多孔質膜サンプルが破れるまでに印加できた最大荷重を針貫通強度として求めた。

【0058】

(各PTFE多孔質膜サンプルの作製)

以下に示す方法により、各多孔質膜サンプルを作製した。

【0059】

PTFEファインパウダー(旭・ICIフコロポリマーズ社製、フルオンCD-123)100重量部と、液状潤滑剤として流動パラフィン20重量部とを均一に混合し、PTFEファインパウダーと液状潤滑剤との混合物であるPTFEペーストを形成した。次に、形成したPTFEペーストを、2MPa(20kg/cm²)の圧力でロッド状に押出成形し、さらに1対の金属ロールにより圧延して、帯状のPTFEシート(厚さ0.2mm)を形成した。次に、形成したPTFEシートから、トリクレンを用いた抽出法により流動パラフィンを除去した後、当該除去後のPTFEシートを管状の芯体にロール状に巻回させた。

【0060】

次に、このように形成したPTFEシートを、上記芯体から連続的に供給しながら、その長手方向に一軸延伸した後に、その幅方向に一軸延伸し、さらに、必要に応じて熱処理を行って、各PTFE多孔質膜サンプル(実施例1~6、比較例1~4)を作製した。上記長手方向および幅方向の一軸延伸、ならびに、熱処理は、以下の表1に示す各温度に保持した加熱炉の内部で行った。このとき、PTFEシートが上記各温度に達した状態で延伸され、または、熱処理されるように、当該PTFEシートが上記加熱炉内に位置する時間を十分に確保した。

【0061】

以下の表1に、各多孔質膜サンプルにおける延伸の条件、ならびに、熱処理の有無およびその条件を示す。

【0062】

10

20

30

【表 1】

サンプル No.	長手方向の延伸		幅方向の延伸		熱処理の 有無	熱処理温度 (°C)
	延伸倍率	延伸温度 (°C)	延伸倍率	延伸温度 (°C)		
実施例 1	20	370	6	130	有	370
実施例 2	15	390	10	150	有	400
実施例 3	10	350	5	100	有	350
実施例 4	5	400	30	200	有	390
実施例 5	20	370	15	180	有	390
実施例 6	25	350	10	130	有	380
比較例 1	20	285	30	130	有	370
比較例 2	45	390	2	150	有	370
比較例 3	3	350	10	100	無	—
比較例 4	5	100	30	200	無	—

【 0 0 6 3 】

次に、作製した各多孔質膜サンプルにおける各特性を上記のようにして評価した。評価結果を以下の表 2 に示す。

【 0 0 6 4 】

【表 2】

サンプル No.	平均孔径 (μm)	厚さ (μm)	圧力損失 (Pa)	捕集効率 (%)	針貫通強度 (N/mm ²)
実施例 1	3.5	30	65	98	0.7
実施例 2	4	45	150	99.97	2.5
実施例 3	1	50	200	99.97	5
実施例 4	2	35	100	99	1.5
実施例 5	5	25	45	90	0.3
実施例 6	5	20	40	89	0.5
比較例 1	0.7	3	65	99	0.1
比較例 2	6	5	10	53	0.1
比較例 3	0.5	50	400	99.999	6
比較例 4	0.5	7	170	99.99	0.3

【 0 0 6 5 】

表 2 に示すように、実施例 1 ~ 6 では、比較例 1、3、4 に比べて平均孔径が大きく、かつ、膜厚が厚いながらも、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立させた P T F E 多孔質膜を形成できた。比較例 2 では、実施例 1 ~ 6 と同様に、延伸 A、延伸 B および P T F E

の融点以上の温度における熱処理が行われているが、長手方向における延伸倍率が4.5倍と過大であったため、得られた多孔質膜における平均孔径が6 μm と大きくなり過ぎ、圧力損失は非常に低くなったものの、捕集効率が53%と大きく低下した。

【0066】

また、実施例1～6では、比較例1、2、4に比べて針貫通強度が大きくなり、強度に優れるPTFE多孔質膜を形成できた。比較例3では、針貫通強度が6 N/mm^2 と実施例1～6に比べて大きくなったが、圧力損失が厚さ50 μm において400 Pa と大きく増加した。

【0067】

上記各特性の評価とは別に、実施例1および比較例1の両多孔質膜サンプルについて、その構造を走査型電子顕微鏡(SEM)により評価した。実施例1のSEM像を図2に、比較例1のSEM像を図3に示す。比較例1は、帯状のPTFEシートの長手方向および幅方向に、PTFEの融点未満の温度における延伸を行った後、PTFEの融点以上の温度における熱処理を行ったサンプルである。

10

【0068】

図3に示すように、比較例1は、フィブリルが全体的に微細に分割され、明確なノードを有さず、ノードが見られる場合でも当該ノードの面積が1 μm^2 に満たない構造を有していた。

【0069】

一方、図2に示すように、実施例1は、フィブリルの微細化の程度が比較例1よりも小さく、明確なノードが多数見られ、当該ノードの面積が1 μm^2 を超える構造を有していた。

20

【産業上の利用可能性】

【0070】

本発明によれば、従来のPTFE多孔質膜よりも平均孔径が大きく、かつ、膜厚を厚くしながらも、高い捕集効率と低い圧力損失とを両立させたPTFE多孔質膜の製造方法を提供できる。本発明の製造方法によって得られたPTFE多孔質膜は、被濾過気体に含まれる粒子を捕集するフィルター濾材およびフィルターユニットとしての使用に適している。

【図面の簡単な説明】

30

【0071】

【図1】本発明のフィルターユニットの一例を模式的に示す斜視図である。

【図2】実施例において作製したPTFE多孔質膜サンプル(実施例1)の構造を示す図である。

【図3】実施例において作製したPTFE多孔質膜サンプル(比較例1)の構造を示す図である。

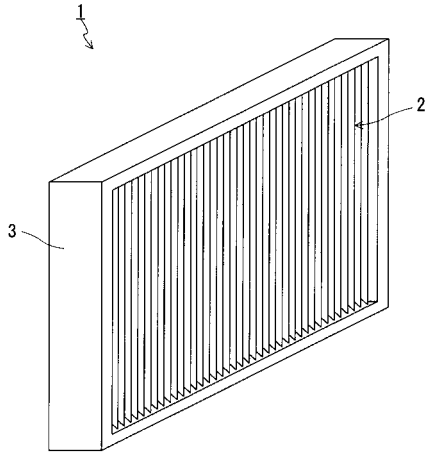
【符号の説明】

【0072】

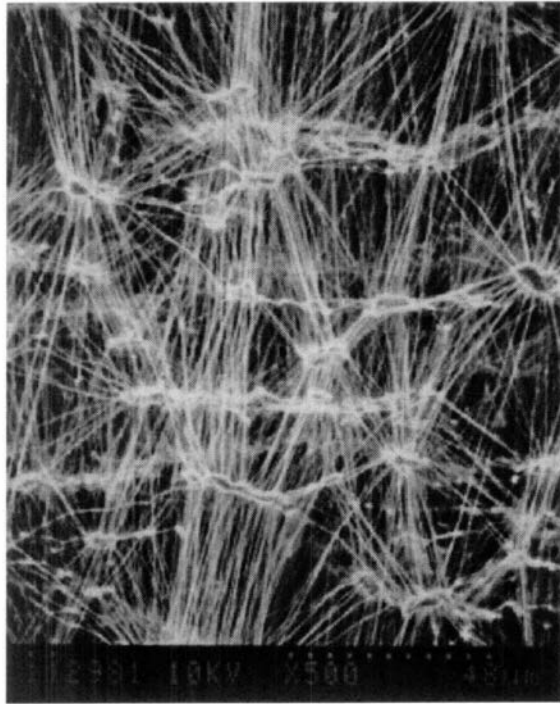
- 1 フィルターユニット
- 2 フィルター濾材
- 3 支持枠

40

【図1】



【図2】



【 図 3 】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I
B 0 1 D 69/06	(2006.01)	B 0 1 D 69/06
B 0 1 D 69/10	(2006.01)	B 0 1 D 69/10
B 0 1 D 69/02	(2006.01)	B 0 1 D 69/02

- (56) 参考文献 特開平 1 0 - 3 0 0 3 1 (J P , A)
国際公開第 1 9 9 8 / 0 2 6 8 6 0 (W O , A 1)
特開平 1 1 - 8 0 3 9 7 (J P , A)
特開 2 0 0 4 - 2 3 1 7 5 6 (J P , A)
特開平 1 0 - 1 6 5 7 8 7 (J P , A)

- (58) 調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
- | | |
|---------|-----------|
| C 0 8 J | 9 / 0 0 |
| B 0 1 D | 3 9 / 0 0 |
| B 0 1 D | 3 9 / 1 6 |
| B 0 1 D | 7 1 / 3 6 |
| B 2 9 C | 5 5 / 1 4 |