



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107208336 B

(45)授权公告日 2020.08.18

(21)申请号 201580074166.0

(22)申请日 2015.11.20

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 107208336 A

(43)申请公布日 2017.09.26

(30)优先权数据  
62/082664 2014.11.21 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2017.07.21

(86)PCT国际申请的申请数据  
PCT/US2015/061896 2015.11.20

(87)PCT国际申请的公布数据  
W02016/081850 EN 2016.05.26

(73)专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72)发明人 黄滔 N.J.小克罗夫 Z.R.迪沃思

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
72001

代理人 王伦伟 周齐宏

(51)Int.Cl.

*D04H 1/4291*(2012.01)

*D04H 1/4382*(2012.01)

*D04H 1/724*(2012.01)

*B01D 39/02*(2006.01)

审查员 陈鹏

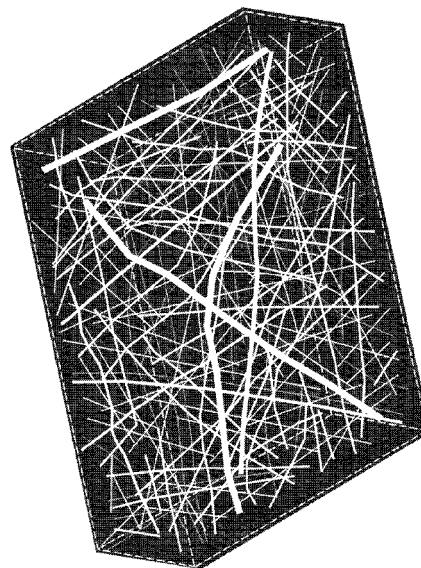
权利要求书2页 说明书24页 附图8页

### (54)发明名称

用于呼吸装置和面罩的熔纺过滤介质

### (57)摘要

本披露针对一种改善的纳米纤维驻极体过滤介质,其中该独立的驻极体纳米纤维网包括单一来源无规混合的纤维网络,该纤维网络由于高孔隙率产生高透气性并且产生改善的过滤效率以供用作呼吸装置和面罩的改善的过滤介质。



1. 一种纳米纤维网,该纳米纤维网包含在单层独立网络中紧密地混合和缠结的聚合物纤维,并且其中:

(a) 该纤维包含按数量百分比计至少70%的纳米纤维、5%-25%的微纤维和大于0%且不大于5%的粗纤维;

(b) 所有纤维的数均直径小于1000 nm,并且所有纤维的中值直径小于500 nm;并且

(c) 该纳米纤维网具有0.01至0.05 g/cm<sup>3</sup>的表观密度,在25 mm的距离处测量的至少12 kV的静电荷,以及大于约2.5 (Pa·g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>的有效品质因数(eQF),

其中所述纳米纤维是指具有小于1000 nm的直径的纤维,所述微纤维是指具有从1.0 μm至3.0 μm的直径的纤维,和所述粗纤维是指具有3.0 μm或以上的直径的纤维。

2. 如任一项前述权利要求所述的纳米纤维网,其中该纤维由聚烯烃构成。

3. 如任一项前述权利要求所述的纳米纤维网,其中该聚烯烃包含聚丙烯或多种不同的聚丙烯的共混物。

4. 如权利要求2所述的纳米纤维网,其中该聚烯烃包含充电促进剂。

5. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中所有纤维的数均直径的范围为从600 nm至1000 nm,并且所有纤维的中值直径的范围为从300 nm至500 nm。

6. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维具有在从330 nm至450 nm的范围内的数均纤维直径和在从260 nm至420 nm的范围内的中值纤维直径。

7. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中(a) 该微纤维的质量百分比的范围为从15%至30%;和(b) 该粗纤维的质量百分比的范围为从50%至70%。

8. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维的比表面积的百分比大于90%。

9. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维的相对表面电荷密度为该微纤维的相对表面电荷密度的大约10倍。

10. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维网具有至少约94%的孔隙率。

11. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中平均流量孔径的范围为从9 μm至15 μm。

12. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中弗雷泽透气度是在125 N/m<sup>2</sup>的压力下测量的大于约10 (m<sup>3</sup>/min)/m<sup>2</sup>。

13. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维网具有从10 g/m<sup>2</sup>至40 g/m<sup>2</sup>的基重。

14. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该静电荷的范围为在25 mm的距离处测量的从+14 kV至+20 kV。

15. 如权利要求1所述的纳米纤维网,其中该纳米纤维网由离心熔融纺丝法制成。

16. 一种过滤元件,包含如任一项前述权利要求所述的纳米纤维网。

17. 一种呼吸装置,包括包含如权利要求1至15中任一项所述的纳米纤维网的过滤元件。

18. 如权利要求17所述的呼吸装置,其中该呼吸装置是面罩。

19. 如权利要求18所述的呼吸装置,其中该呼吸装置是呼吸器。

20. 一种过滤筒,该过滤筒被配置为附接到呼吸装置上并且包含如权利要求1至15中任一项所述的纳米纤维网。

21. 一种用于生产纳米纤维网的方法,该方法包括:

- (i) 将熔融聚合物纺丝熔体供给到具有排出边缘的旋转构件的表面；
- (ii) 以足以在该构件上形成该熔体的膜的旋转速度旋转该旋转构件，该膜具有不稳定性，该不稳定性的特征在于具有从该旋转构件的中心径向向外延伸至其边缘的波动厚度的区域的波浪形不均匀膜厚度；
- (iii) 从该排出边缘将多个来源于该膜熔体的离散的连续长丝排出到拉伸区中；
- (iv) 在该拉伸区中通过离心力细化该排出的离散长丝以形成连续纤维；
- (v) 在该拉伸区中对该长丝进行静电充电；并且
- (vi) 在收集表面上收集该细化的连续纤维以形成作为单层独立网络的该纳米纤维网，

并且其中该纤维包含按数量百分比计至少70%的纳米纤维、5%-25%的微纤维和大于0%且不大于5%的粗纤维，并且所有纤维的数均直径小于1000 nm，并且所有纤维的中值直径小于500 nm，

所述纳米纤维是指具有小于1000 nm的直径的纤维，所述微纤维是指具有从1.0 μm至3.0 μm的直径的纤维，和所述粗纤维是指具有3.0 μm或以上的直径的纤维。

## 用于呼吸装置和面罩的熔纺过滤介质

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求于2014年11月21日提交的并且标题为“Melt Spun Filtration Media For Respiratory Devices And Face Masks[用于呼吸装置和面罩的熔纺过滤介质]”的美国临时专利申请序列号62/082,664的权益,该申请出于所有目的以其全文通过引用结合于此。

### 技术领域

[0003] 本发明涉及一种非织造的纳米纤维网;并且更具体地,涉及一种可用作呼吸装置和面罩中的过滤介质的纳米纤维网。

### 背景技术

[0004] 织物片材和非织造网已被用作用于消费和工业用途、呼吸防护装置和医疗装置(例如,外科、牙科、医疗程序、隔离和激光掩模)的防尘面罩中的空气过滤元件。公众和产业工人可获得的各种类型的面罩和呼吸器被佩戴用于防止吸入灰尘、污染物、过敏原、致病生物体、以及其他有害微粒材料。

[0005] 用面罩和呼吸器观察到的与防护效率有关的因素包括过滤材料的渗透效率和颗粒负载特性。面罩或呼吸器的适合也是重要的。通过面罩和呼吸器防止灰尘、过敏原和感染性气溶胶依赖于化合物的气溶胶浓度和感染或吸入剂量。然而,使用常规的面罩和呼吸器可能不能提供针对吸入的气溶胶的如所希望的那样多的防护。

[0006] 非织造介质的过滤效率可以在某种程度上受到所使用的纤维的类型及其构型的影响。纳米纤维介质因其优于用较大纤维制成的介质提高过滤效率的潜能而已经被考虑,因为从使用具有较小直径的纤维可能预期较小的孔径。另一方面,过滤性能的另一个量度是阻力或压降,该阻力或压降通常随着孔径的减小而增加。较高的阻力使得面罩较不透气并且较不舒适。

[0007] 此外,已知的纳米纤维介质通常是柔软且易碎的,因此它们不是自支撑的,并且因此不能单独用作空气过滤元件。因此,本发明的纳米纤维通常被涂覆或以其他方式支撑在更坚固的基材上以形成可在制造、运输和使用过程中容易地处理的复合材料。基材通常是单独的非织造微纤维介质。用于涂覆的纳米纤维可以通过电纺丝或熔喷法生产。虽然电纺丝在某些情况下可以产生小直径纤维,但生产率通常如此低,使得最终成本是过高的。当与标准过滤介质相比时,熔喷纳米纤维也是相对昂贵的。甚至可以以高速生产的海中岛纳米纤维的生产也是昂贵的,因为它们需要必须在单独的工艺步骤中去除的可移开的海。无规铺设纤维的熔喷纳米纤维方法或熔体膜原纤化方法在对于大多数最终用途应用充分高的生产量下不能提供足够的均匀度。

[0008] 已经考虑将纳米纤维用于面罩中,例如作为基材上的涂层或与基材层压或作为纳米纤维层结构。虽然在某些情况下所得的纳米纤维网具有良好的过滤效率,但它们通常表现出非常高的阻力(压降),这表示对于面罩佩戴者的差的透气性和较小的舒适度。

[0009] 需要的是低成本的过滤介质,该过滤介质可以结合在面罩、呼吸器和类似的可以有效地捕获微小颗粒的个人防护装置中,同时提供令人希望的透气性和使用者舒适度。理想地,用这种介质构建的防护设备将适用于过滤环境细菌、花粉、含病毒的小颗粒气溶胶、以及由工业过程排放的或来自其他天然来源的灰尘。

### 发明内容

[0010] 在一个方面,本披露提供了一种纳米纤维网,该纳米纤维网包含在单层独立网络中紧密地混合和缠结的聚合物纤维,并且其中:

[0011] (a) 该纤维包含按数量百分比计至少70%的纳米纤维、5%-25%的微纤维和 0%-5%的粗纤维;

[0012] (b) 所有纤维的数均直径小于1000nm,并且所有纤维的中值直径小于500nm; 并且

[0013] (c) 该纳米纤维网具有0.01至0.05g/cm<sup>3</sup>的表观密度,如在25mm的距离处测量的至少12kV的静电荷,以及大于约2.5(Pa·g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>的有效品质因数(eQF)。

[0014] 另一方面提供了一种包含前述纳米纤维网的过滤元件。还提供了一种包括这种过滤元件的呼吸装置,例如面罩或呼吸器。该过滤元件还可以结合在被配置为附接到呼吸装置上的过滤筒中。

[0015] 还另一方面提供了一种用于生产纳米纤维网的方法。该方法包括:

[0016] (i) 将熔融聚合物纺丝熔体供给到具有排出边缘的旋转构件的表面;

[0017] (ii) 以足以在该构件上形成该熔体的膜的旋转速度旋转该旋转构件,该膜具有不稳定性,该不稳定性的特征在于具有从该旋转构件的中心径向向外延伸至其边缘的波动厚度的区域的波浪形不均匀膜厚度;

[0018] (iii) 从该排出边缘将多个来源于该膜熔体的离散的连续长丝排出到拉伸区中;

[0019] (iv) 在该拉伸区中通过离心力细化该排出的离散长丝以形成连续纤维;

[0020] (v) 在该拉伸区中对该长丝进行静电充电;并且

[0021] (vi) 在收集表面上收集该细化的连续纤维以形成作为单层独立网络的该纳米纤维网,

[0022] 在该方法中,该纤维包含按数量百分比计至少70%的纳米纤维、5%-25%的微纤维和0%-5%的粗纤维,并且所有纤维的数均直径小于1000nm,并且所有纤维的中值直径小于500nm。

### 附图说明

[0023] 当参考本发明的某些优选实施例的以下详细描述和附图时,将更充分地理解本发明并且其他优点将变得显而易见,其中贯穿若干视图相似的参考号表示相似的元件并且其中:

[0024] 图1是根据本披露的网内的纳米纤维和微纤维的构型的示意性透视图。

[0025] 图2示出了在下文中描述的实例1的网内的就数量百分比、表面积百分比、比表面积百分比和质量百分比而言的纤维直径分布。

[0026] 图3示出了在下文中描述的实例1的网内的就纳米纤维、微纤维和粗纤维而言的数量百分比、表面积百分比、比表面积百分比和质量百分比。

- [0027] 图4是在下文中描述的实例1的网的比表面积作为纤维直径的函数的曲线图。
- [0028] 图5是在下文中描述的实例1的网的相对表面电荷密度作为纤维直径的函数的曲线图。
- [0029] 图6是示出了在TSI初始过滤试验后,通过在下文中描述的实例1的网中的纳米纤维和微纤维捕获的微粒的扫描电子(SEM)显微照片。
- [0030] 图7是示出了在下文中描述的实例和对比实例的网的有效品质因数与阻力之间的关系图。
- [0031] 图8以横截面视图描绘了可用于制造在本发明的过滤介质中使用的纤维的纺丝设备。

## 具体实施方式

### [0032] 定义

- [0033] 如在此所用的术语“网”是指通常制成非织造物的纤维网络的层。
- [0034] 如在此所用的术语“非织造物”是指多个基本上无规取向的纤维的网,其中通过肉眼不能分辨纤维排列中的总体重复结构。该纤维可以彼此粘结,或者可以是非粘结的并且缠结以向该网赋予强度和完整性。纤维可以是短纤维或连续纤维,并且可包含单一材料或多种材料,作为不同纤维的组合或者作为各自包含不同材料的类似纤维的组合。
- [0035] 如在此所用的术语“纳米纤维网”是指主要由纳米纤维构成的网。“主要地”是指该网中按数量百分比计大于50%的纤维是纳米纤维。
- [0036] 如在此所用的术语“纳米纤维”是指具有小于1000nm的直径的纤维。在非圆形横截面的纤维的情况下,如在此所用的术语“直径”是指最大的横截面尺寸。
- [0037] 如在此所用的术语“熔纺纳米纤维”是指由离心熔融纺丝法制成的纳米纤维,例如,该方法由美国专利号8,277,711披露。
- [0038] 如在此所用的术语“熔纺纳米纤维网”是指由熔纺纳米纤维制成的纳米纤维网。
- [0039] 如在此所用的术语“熔喷纳米纤维”是指使用熔喷法制成的纳米纤维,例如,该方法由US 2008/0023888披露。
- [0040] 如在此所用的术语“熔喷纳米纤维网”是指由熔喷纳米纤维制成的纳米纤维网。
- [0041] 如在此所用的术语“电喷纳米纤维”是指由电喷法制成的纳米纤维,例如,该方法由WO 2003/080905披露。
- [0042] 如在此所用的术语“电喷纳米纤维网”是指由电喷纳米纤维制成的纳米纤维网。
- [0043] 如在此所用的术语“微纤维”是指具有从1.0 $\mu\text{m}$ 至3.0 $\mu\text{m}$ 的直径的纤维。其是平均值还是绝对极限?
- [0044] 如在此所用的术语“粗纤维”是指具有3.0 $\mu\text{m}$ 或以上的直径的纤维。
- [0045] “稀松布”是指可以在其上附接和/或支撑纤维网的织造或非织造基材。熔喷和纺粘网通常用作稀松布材料。
- [0046] “驻极体”是指带电的电介质制品。驻极体是具有准永久电荷或偶极子极化的电介质材料。驻极体产生内部和外部电场,并且是永磁体的静电类似物。
- [0047] 在此关于纤维网使用的术语“独立”表示该网是自持的,并且其自身具有足够的机械完整性,使得其构型在没有任何支撑基材(例如稀松布)的情况下被维持。

[0048] 在此关于纤维网使用的术语“单一来源”表示该网的纤维全部在单一纺丝方法中生产,使得该网形成不需要单独来源的纤维的共混。

[0049] “离心纺丝方法”是指其中纤维通过从旋转构件中喷出而形成的任何方法。

[0050] “纺丝盘”是指旋转构件具有盘形状,具有凹形、截头圆锥形或平坦开口的内表面。

[0051] “纺丝碗”是指旋转构件具有碗形状,具有可以是但不限于凹形、凸形或截头圆锥形的表面。

[0052] “长丝”是指细长结构,其可以形成为由长丝的细化产生的细纤维的前体。长丝在旋转构件的排出点处在纺丝方法中形成,该排出点可以是流体通过的边缘、锯齿或孔口。

[0053] 术语“无喷嘴”在此关于以下方法使用,在该方法中,长丝、原纤维或纤维的生产不需要使纺丝流体或熔体通过喷嘴或其他类似的限定离开的流体的形状的收缩部,并且不使用包括具有纺丝流体或熔体被指定通过的喷嘴或其他类似的收缩部的任何旋转构件的纺丝设备。

[0054] “空气流场”是指在本披露的方法中描述在任何点或物理位置处的空气速度和方向的矢量场。

[0055] “带电的”是指在该方法中的物体相对于未带电物体或那些不具有净电荷的物体具有正极性或负极性的净电荷。

[0056] “排出点”是指原纤维或纤维从纺丝构件中喷出的位置。排出点例如可为边缘,或原纤维通过其被挤出的孔口。

[0057] 在此关于纤维的全体使用的术语“比表面积”是指该全体中的纤维的总表面积除以纤维的总质量。

[0058] “电荷密度”是在一维、二维或三维中的每单位体积空间的电荷的量度。更具体地,线性、表面或体积电荷密度分别是每单位长度、表面积或体积的电荷的量。相对大量的电荷通常累积在最大曲率的位置上。

[0059] 在此关于纤维网使用的术语“表观密度”是指质量密度或每单位体积的质量,其中体积是不施加任何会压缩网厚度的外力所测量的独立式网的体积。例如,厚度测定可以通过测量网的独立高度的光学成像技术来实现。表观密度然后可以通过将网的测量的基重(即,每单位面积的重量)除以网的测量的独立高度来计算。

[0060] “基本上”是指如果一个参数保持“基本上”处于某个值,那么不影响本发明的运行的描述该参数的数值偏离该值的改变被认为在该参数的描述的范围之内。

[0061] 描述

[0062] 本披露的一个方面针对一种可以使用诸如离心熔融纺丝方法的技术制造的纳米纤维网。在一种实现方式中,纤维在以下方法中形成,在该方法中熔融的聚合物纺丝熔体被递送到快速旋转构件(例如纺丝盘或纺丝碗)上。熔体在旋转构件的内表面上铺展以形成相对薄的膜。原纤化发生,其中形成从旋转构件的排出边缘喷出的离散的仍然熔融的长丝。这些细长丝或线通过离心力拉伸成具有直径可以是远低于 $1\mu\text{m}$ 的减小的直径的纤维。通常它们保持几乎完全是圆形的。如果需要,可以在拉伸区中供应例如呈加热空气形式的热量以保持该拉伸性。拉伸过程通常称为“细化”;它发生在此处被称为“拉伸区”的纺丝设备附近的体积中。

[0063] 在离开拉伸区后,细化的纤维通过称为“成形区”的体积,并被收集或“铺设”以形成非织造的纳米纤维网网络。在纺丝和铺设过程期间,不要采取任何措施来切割、短切、断裂或以其他方式限定细化的纤维的长度,并且因此它们可具有不确定的长度。通过纺丝过程的直接成像发现,纤维的至少大的优势从喷出点至少到收集点保持完整,使得纤维通常为至少30-50cm,并且更常见地在发生任何自发性断裂之前至少1 m长。在一些情况下,单个纤维可以具有大大超过1m或更长的不间断长度。因此,纤维在此被称为“连续的”。

[0064] 本发明的纳米纤维网包含至少一种聚合物的纤维,该聚合物可以是任何可熔融纺丝的形成纤维的聚合物。合适的聚合物包括包含聚烯烃的热塑性材料,例如聚乙烯聚合物和共聚物、聚丙烯聚合物和共聚物;聚酯和共聚酯,如聚(对苯二甲酸乙二醇酯)、生物聚酯、热致液晶聚合物和PET共聚酯;聚酰胺(尼龙);聚芳酰胺;聚碳酸酯;丙烯酸和甲基丙烯酸,如聚(甲基)丙烯酸酯;基于聚苯乙烯的聚合物和共聚物;纤维素酯;热塑性纤维素;纤维素塑料;丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)树脂;缩醛;氯化聚醚;氟聚合物,如聚氯三氟乙烯(CTFE),氟化-乙烯-丙烯(FEP);和聚偏二氟乙烯(PVDF);乙烯树脂;可生物降解聚合物、生物基聚合物、双-复合工程聚合物和共混物;嵌入的纳米复合材料;天然聚合物;以及其组合。在不同的实施例中,该聚合物可以是聚丙烯或多种不同聚丙烯的共混物。

[0065] 用于本发明的过滤介质中的聚合物可以进一步包含直接掺入纤维中或作为其涂层的功能添加剂。术语“功能添加剂”一般是指在用于形成本发明的纳米纤维网的纤维的聚合物材料中配制的任何添加剂,其实质上影响本发明的纤维或用其产生的纤维网的特性或加工。这样的添加剂可以包括但不限于,以下各项中的一种或多种:增强纤维接受和保持静电荷的能力的充电促进剂;抗氧化剂;抗微生物剂;活性炭;或其他聚合物加工增强剂。对熔体中的聚合物进行电晕充电或在纤维细化过程中有效的充电促进剂包括但不限于脂肪酸酰胺和低聚受阻胺光稳定剂,分别地例如十八酰胺(CAS号124-26-5)和Chimassorb 944(CAS号71878-19-8)。

[0066] 本发明的纺丝方法的操作取决于包括温度、熔体进料速度和旋转构件的速度的操作参数。已经发现,这些参数的调整影响所产生的纤维直径的分布。如下面进一步详述的,已经发现,这些操作参数的某些组合与旋转构件的几何形状和聚合物材料的选择一起导致旋转构件上的纺丝熔体中的出人意料和出乎意外的不稳定性。在特定条件下,形成波浪形不均匀的膜厚度图案,其特征在于从旋转构件的中心大致径向向外延伸到其边缘的波动厚度的交替区域或带的动态图案。这种膜的厚度的变化进而导致来源于膜熔体的不同直径的离散的连续长丝的喷出,其中较大直径的长丝通常由较高厚度的区域产生并且较小厚度的长丝由较低厚度的区域产生。在长丝被细化成纤维后,直径的变化可能会持续。

[0067] 在一个实施例中,将纤维沉积到水平带收集器上以形成网介质。可以使用连续前进的传送带或类似组件来作为具有不确定长度的片材收集如生产原样的非织造网。该片材可以被递送到被指定为将其卷起以便于进一步处理或使用、运输等的设备。

[0068] 发现与较小直径的纳米纤维紧密地混合并缠结的较大直径的纤维的存在是有益的。特别地,据信适度数量的微纤维和甚至粗纤维的存在产生了一种结构,其中较大的纤维赋予良好的网强度和其他令人希望的机械特性,同时支持和保持其中布置纳米纤维的相对开放的网络。从而增加了孔径,有益地降低了过滤元件中的压降。开放结构容纳相对大量的纳米纤维,该纳米纤维进而提供了具有可以被静电充电的高面积表面的网,这被认为



为增强网结构捕获入射微粒的能力。

[0069] 相比之下,以前的过滤结构有时使用纳米纤维和较大的微纤维和/或粗纤维二者,但分别将它们分离成过滤层和支撑层稀松布。这种构型通常不能提供其中在相对开放且蓬松的构型中纳米纤维被较大的纤维支撑的网络。相反,纳米纤维过滤层倾向于更紧密,有害地降低平均孔径并增加空气流动阻力。

[0070] 进一步认为本发明的纳米纤维网的开放结构允许该网接受并保持实质性的静电荷。在大比例的纳米纤维的情况下,存在能够被充电的大表面积。开放结构也是有益的,因为由于纤维相切点的相对缺乏,存在表面积和充电的最小损失。包含本发明的连续熔纺纳米纤维也被认为与可以短至1cm或更少的较短的短纤维,例如熔纺或溶纺的纤维相比是有益的。此外,发现如上所述的原位充电比后充电方法更有效,在后充电方法中纤维仅在它们已经被结合在纤维网中之后被充电。

[0071] 在一些实施例中,通过有益地配置的空气流场和静电充电安排中的至少一个,促进纤维在本发明的非织造网中的网铺设。明智地使用空气流场帮助在纤维从喷出至结合在纤维网中的飞行路径中引导该纤维。表征空气流场的操作参数包括空气温度和空气流速和方向,例如在拉伸区和成形区内。空气流场可以进一步包括中心区中的空气流,其可以通过位于旋转装置的底部上的防漩涡遮板来递送。在一些实施例中,此中心空气起作用以抑制不期望的涡流状作用,其中从纺丝设备向下落下的喷出纤维变得在纺丝结构的旋转轴线的延伸部下方并通常与该延伸部对齐的狭窄区中缠绕并缠绕。这种涡流的形成倾向于抑制平滑且均匀的铺设。在WO 2013/096672中更详细地讨论了使用中心空气与离心熔融纺丝方法结合。适用于制造本发明的纤维的离心熔融纺丝的某些方面也在Huang等人的美国专利申请公开US2015/0111455A1中进行了讨论。这两个参考文献出于所有目的以其全文通过引用结合于此。

[0072] 在一个实施例中,本发明方法中的空气流场仅用于将喷出的纤维的飞行路径最终引导到其收集点,使得整个场中的空气流速可以保持在相对适度的值。相比之下,熔喷方法依赖于高速空气来在纤维仍然熔融的同时使纤维细化。因此,通常需要远远更高的空气速度,例如100-200m/s,而在此的纤维方向可以用具有5m/s、甚至2m/s、或甚至1m/s或更小的最大速度的温和流速来实现。在熔喷方法中使用的高速度可能会阻碍静电充电,例如通过在它们能够附接到所产生的纤维上之前将由静电场产生的离子吹走。

[0073] 在一些实施例中,在纺丝和网收集和组装过程期间,可以在一个或多个阶段对单个纤维给予静电荷。当聚合物在喷出之前在纺丝表面上熔融或当被细化时在喷出的纤维中时,可以施加电荷。纤维的充电也可以在纤维被冷却并已经被细化之后但在其被组装成纤维网之前发生。在其他实施例中,充电在这些阶段的任何一个或多个处发生。在将纤维结合到本披露的非织造网中之后,纤维保留静电荷。

[0074] 例如,充电可以通过施加电场来实现。可以使用任何高压直流电(d.c)或甚至交流电(a.c)源来供给电场。纺丝熔体、长丝或纤维甚至可以通过从保持在收集器上或附近的电荷的感应来充电。

[0075] 在一种实现方式中,充电安排可以包括使位于旋转构件附近的电晕环和收集带二者充电。通常,将不同符号和大小的电压施加到这些位置,其中电压全部参考接地。这些电压的存在有益地导致保留静电荷的最终网。

[0076] 在充电过程中消耗的电流预期是小的(优选小于10mA)。电源应具有可变电电压设置,例如0kV至80kV,优选对于电晕环为-5kV至-15kV并且对于收集板为+50kV至+70kV,并且优选具有(-)和(+)极性设置以允许建立静电场的调整。

[0077] 进一步发现,如通过热激电流(TSC)的方法所证明的,当纤维相对接近熔点时,非常有效地实现静电充电。对于聚丙烯,聚合物熔体和原纤维线最有效地进行充电的温度状况为约165°C至195°C,使得电晕充电有利地在拉伸区中在该范围内的温度下施加于纤维,其中约180°C是优选的。在非极性聚合物(例如,聚烯烃)的熔体中结合合适的充电剂进一步增强了熔点附近的充电。

[0078] 不受任何理论束缚,据信在其生产过程中原位充电纤维提供了用后充电过程不能实现的益处。例如,Angadjivand等人的美国专利6,375,886描述了一种水力充电方法,其中高压水撞击在最终网上。需要能够破坏网结构的相对高的流速,并且特别是聚丙烯的充电在低于100°C的温度下与在聚合物熔点下或接近聚合物熔点的温度下相比通常是不太有效的。

[0079] 在制造本发明的纤维中有用的纺丝设备的实现方式总体上在图8中在200处表示。纺丝碗202安装在高速旋转的中空轴209上。在高速纺丝碗202期间,长丝206在纺丝碗202的边缘处的排出点处喷出。具有与纺丝碗202大致相同直径的防护遮板201安装在纺丝碗202的顶部上,以防止从纺丝碗的内表面的热量损失。

[0080] 用于纺丝碗的固定遮板204通过在纺丝碗的底部处的旋转中空轴安装在固定轴上以进一步最小化热损失,并抑制纤维流的漩涡或扭转,其归因于用于均匀网铺设的高速旋转碗下方的涡流状效应。任选地,固定遮板204包括中心定位的端口(未示出),通过这些端口递送少量的温和流动的向下指向的空气211以进一步抑制不期望的纤维涡流的形成。

[0081] 在虚线矩形区域中指示围绕旋转碗的边缘的拉伸区210。该拉伸区温度通过温和空气建立,该空气来自于三股可能的加热空气流中的一股或多股。一股来自于纺丝碗上方的温和加热空气207;第二股来自于温和加热空气流205,其来自于旋转中空轴209内的固定热空气管,穿过纺丝碗底部与固定遮板之间的间隙到达该拉伸区;温和加热空气的第三来源是向下的流208。设计并实施拉伸区温度以保持长丝处于熔融状态,以通过离心力使拉伸或伸长最大化。在可能的实施例中,拉伸区直径延伸到纺丝碗直径的约1.5倍。对于纺丝聚丙烯纳米纤维,拉伸区温度优选地被优化为约180°C,以获得良好的纳米纤维纺丝,并且对于纤维将静电充电作为选项。在穿过拉伸区期间,初始长丝被拉长或细化以形成具有较小直径的纤维,其可以是直径小于1 $\mu$ m的良好纳米纤维。

[0082] 细化的纤维沉积在水平带收集器(未示出)的表面上。使用任选的带电电晕环212来对从纺丝碗202喷出的长丝206进行静电充电。

[0083] 本披露部分地针对纳米纤维网和用其构造的过滤介质。该网包含在单层独立网络中紧密地混合和缠结的聚合物纤维。在一种实现方式中,混合和缠结通过在提供具有范围从低于1 $\mu$ m(纳米纤维)至高达3 $\mu$ m(微纤维)的直径的纤维的单个纺丝操作中生产纤维来实现。优选地,在网络中还产生并混合具有大于3 $\mu$ m的直径的粗纤维。该网具有由低的表观密度指示的开放蓬松的结构并且被静电充电。作为该结构和充电的结果,该网提供了指示其作为良好过滤元件的能力的高的有效品质因数。

[0084] 在一个实施例中,网纤维包含(按数量计):(a)至少约70%的纳米纤维、约5%-

25% 的微纤维和0至约5%的粗纤维。所有纤维的数均直径是小于约1000nm,并且所有纤维的中值直径是小于约500nm。

[0085] 在另一个实施例中,网纤维包含(按数量计): (a) 至少约70%的纳米纤维,该纳米纤维具有范围为从200、250、300、350、400、450、500、550、600、650、或700 nm的下限至500、550、600、650、700、750、800、850、900、950、或1000nm的上限的数均纤维直径和范围为从200、250、300、350、或400nm的下限至350、400、450、500、550、或600nm的上限的中值纤维直径的组合; (b) 约5%-25%的微纤维; 和(c) 0%-5%的粗纤维,前提是纳米纤维的数均直径大于纳米纤维的中值直径。此类 实施例进一步包括其中数均纤维直径和中值纤维直径的范围是不重叠的实施例。

[0086] 在还另一个实施例中,网纤维包括纳米纤维、微纤维和任选的粗纤维,其中: (a) 所有纤维的数均直径的范围为从550、600、650、700、或750nm的下限至800、850、900、950、或1000nm的上限,并且 (b) 所有纤维的中值直径的范围为从150、200、250、300、或350nm的下限至400、450、或500nm的上限。

[0087] 在又另一个实施例中,网纤维包含纳米纤维、微纤维和粗纤维,其中微纤维的质量百分比在从约15%至约30%的范围内并且粗纤维的质量百分比在从约50%至约70%的范围内。纤维网内的纤维表面积由纳米纤维上的面积占主导,使得纳米纤维的比表面积的百分比可以是整个纤维网的比表面积的大于90%。因此,纳米纤维上的相对表面电荷密度可以为微纤维的相对表面电荷密度的大约10倍或更多。

[0088] 本发明的纳米纤维网的实施例表现出范围为从0.01、0.015、0.02、0.025或0.03 g/cm<sup>3</sup>的下限至0.035、0.04、0.045或0.05g/cm<sup>3</sup>的上限的表观密度。

[0089] 在不同的实施例中,纳米纤维网具有以下任何一种或多种:从约10g/m<sup>2</sup>至约40g/m<sup>2</sup>的基重;至少约94%、95%、96%或97%的孔隙率;在从约8、9或10μm至约14、15、16或18μm范围内的平均流量孔径;至少约2、2.2或2.4的泡点与平均流量孔径的比率;和当在125N/m<sup>2</sup>的空气压力下测量时大于约10、13、14或16 (m<sup>3</sup>/min)/m<sup>2</sup>(并且高达约30、35或40m<sup>3</sup>/min)/m<sup>2</sup>的弗雷泽透气度。通常,至少约3 (m<sup>3</sup>/min)/m<sup>2</sup>,并且优选10或更多,最高达至90 (m<sup>3</sup>/min)/m<sup>2</sup>(约10-300 (ft<sup>3</sup>/min)/ft<sup>2</sup>的弗雷泽透气度被认为对面罩或呼吸器是有用的。

[0090] 本发明的纳米纤维网的实施例可以具有在25mm的距离处测量的至少+12、+14、+16或+18kV的静电荷,以及可能地大至20kV或25kV的电荷。

[0091] 本发明的纳米纤维网表现出期望的品质因数(QF)和有效品质因数(eQF)值,其将在下面进一步详细描述。本发明的纳米纤维网的实施例可以具有至少2.6、2.8或3.0 (Pa × g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>、高达4.5、4.75、5、5.25、5.5、5.75或6 (Pa × g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>的有效品质因数(eQF)。

[0092] 还考虑了本发明的纳米纤维网的实施例,包括上述尺寸、物理或功能特征中的任何两种或更多种的组合。

[0093] 在一个实施例中,该纳米纤维网通过离心熔融纺丝法制造。

[0094] 在另一方面,在此提供的纤维网的任何实施例可以作为过滤元件结合在多种呼吸装置(包括但不限于面罩和呼吸器)中。术语“呼吸装置”在此是指用户佩戴的任何装置或设备,其被配置为使得由使用者吸入的空气首先通过过滤元件。术语“面罩”在此是指由具有过滤能力的材料制成的结构,其被指定为通常跨过穿戴者的鼻子和嘴部固定,以减轻吸入或摄取不希望的精细分散的液体或固体。许多这样的面罩完全由柔性织物或布状的纤

维网材料(通常打褶的)构成,带有附接的缚带或绑带,允许其固定到穿戴者上。可替代地,该材料可以是半刚性的并且具有大体上符合佩戴者面部结构的形状。

[0095] 在此所用的术语“呼吸器”是指包括过滤元件的结构,该过滤元件与顺应性外围材料和附接的缚带或绑带成为整体,使得该结构顺应性地坐靠于并且密封穿戴者的脸部的皮肤,并至少覆盖鼻子和嘴巴,以及任选的眼睛。呼吸器被构造成使得穿戴者吸入的至少大部分、并且优选全部必须首先通过过滤元件。任选地,将过滤元件结合在可移除地附接的过滤筒中,该过滤筒可以在使用之后被丢弃或清洁并重复使用。

[0096] 本发明的纤维网可用于构建面罩或呼吸器或与其相关联的过滤筒。当然,也考虑了本发明的网可用于构建依赖于用户吸入的空气中的过滤的其他个人防护设备。

#### [0097] 测试方法

[0098] 在以下的非限制实例中,使用以下测试方法来确定报道的不同特征和特性。这些中的一些是根据由宾夕法尼亚州西康舍霍肯市ASTM国际(ASTM International, West Conshohocken, PA)公布的ASTM标准测试方法确定的。在此引用的每个这样的ASTM标准出于所有目的以其全文通过引用结合于此。

[0099] 3D网成像:扫描电子显微镜(SEM)和其他2D成像技术通常给出不能如实地显示纤维如何在深度(厚度)方向上在非织造制品中取向或纳米网孔结构的几何和拓扑特征的投影图像。因此,纳米网的3D体绘制对于理解实际纳米网中表现的孔结构和纤维取向是至关重要的。

[0100] 迄今为止,由于衍射限制以及由于散射引起的噪声,光学显微术尚未被广泛用于使纳米网成像。使用显微镜的亚波长结构的表征因为阿贝衍射极限是困难的。在具有折射率 $n$ 的介质中行进并且会聚到具有角度 $\theta$ 的点的具有波长 $\lambda$ 的光将会产生具有半径 $d = \lambda / (2n \sin \theta)$ 的点。分母( $n \sin \theta$ )被称为数值孔径(NA),其在现代光学装置中可以达到约1.4。因此,阿贝极限是大约 $d = \lambda / 2$ 。对于波长为500nm的绿光,阿贝极限为250nm。聚合物纳米网包含纳米纤维,其中一些可以具有小至250nm或更小的直径。具有高孔径心脏形环形冷凝器和高数值孔径的光学照明系统使得有可能用高百万像素数字照相机和精确的垂直分辨率(低至10nm)控制获得纳米网的有用图像堆叠。

[0101] 使用具有10nm至100nm分辨率的自动 $z$ 范围控制拍摄图像堆叠。单独地,这些图像给出很少的关于纤维如何在结构上相关的信息。但是利用3D体积图像重建算法,可以将图像堆叠转换成纳米纤维网的3D体绘制,并且所得到的3D图像可以在不同的视图方向上绘制。为了提高准确性,在此报道的数据是在从单个图像堆叠中提供的区域扩展的区域内获得的。因此,将图像堆叠在由相邻的单独图像场的三乘三阵列形成的有效图像场内进行拍摄并将其适当组合,从而将采样面积增加约七倍,至约 $271 \mu\text{m} \times 210 \mu\text{m}$ 相对于 $101 \mu\text{m} \times 81 \mu\text{m}$ ,同时仍保持可管理的文件大小。图1示出了在增强的图像处理和形态运算之后,在这样的有效图像场内拍摄的实例1的纳米网的重建3D图像。

[0102] 纤维尺寸测量是使用SEM进行的。为了以不同的细节水平揭示纤维形态,在X25、X100、X250、X500、X1,000、X2,000、X2,500、X5,000和X10,000的标称放大倍数下拍摄SEM图像。为了确定纤维直径,从在X1,000或X2,000的放大倍率下的至少2个(高达10个)图像计数纤维。从每个图像组中计数纤维直到单独标记并计数至少约100至200根纤维。

[0103] 除非另有说明,基于计数的所有纤维计算总平均纤维直径和中值纤维直径。此外,

还分别计算了纳米纤维、微纤维和粗纤维尺寸分布中的纤维直径的纤维直径平均值和中值。

[0104] 使用落在每个纤维直径分组内的所有纤维直径的总和对比总纤维计数来计算总纤维计数内的纳米纤维、微纤维和粗纤维的数量百分比。

[0105] 使用落在每个纤维直径分组内的所有纤维直径的质量的总和对比所计数的所有纤维的总质量来计算总纤维计数内的纳米纤维、微纤维和粗纤维的质量百分比。每个纤维的质量以每单位长度的质量计算,假设所有纤维的长度相等并且具有相同的本体聚合物密度。

[0106]  $\text{质量}_{\text{每单位长度的纤维}} = V_{\text{每单位长度的纤维}} * \rho_{\text{材料聚合物密度}}$

[0107] 每个纤维的体积以每单位长度的体积计算,假设所有纤维的长度相等。

[0108]  $V_{\text{每单位长度的纤维}} = \pi r_{\text{纤维}}^2$

[0109] 使用落在每个纤维直径分组内的所有纤维直径的表面积的总和对比所计数的所有纤维的总表面积来计算总纤维计数内的纳米纤维、微纤维和粗纤维的表面积百分比。每个纤维的表面积以每单位长度的表面积计算,假设所有纤维的长度相等。

[0110]  $\text{表面积}_{\text{每单位长度的纤维}} = 2\pi r_{\text{纤维}}$

[0111] 使用每个纤维每单位长度的表面积和每单位长度的质量计算每个纤维的比表面积。

[0112]  $\text{比表面积}_{\text{纤维}} = \text{表面积}_{\text{每单位长度的纤维}} / \text{质量}_{\text{每单位长度的纤维}}$

[0113] 使用落在每个纤维直径分组内的所有纤维直径的比表面积的总和对比所计数的所有纤维的总比表面积来计算总纤维计数内的纳米纤维、微纤维和粗纤维的比表面积百分比。

[0114] 基重 (BW) 根据 ASTM D3776/D3776M-09a (2013) “Standard Test Methods for Mass Per Unit Area (Weight) of Fabric [织物的每单位面积质量 (重量) 的标准测试方法]” 测定,并以  $\text{g}/\text{m}^2$  或  $\text{gms}$  表示。ASTM 方法的选项 C 用于表征对于每个网切割成约 10cm 的手抄纸。

[0115] 网厚度 是使用光学显微镜法测量的。为了获得所选择的网实例的代表性厚度测量,设计了非接触测量方法,以便保持每个实例的网形态。利用自动调平台精确获得 竖直和水平测量的 Alicona Infinite Focus 显微镜用于计算厚度。进行每个实例的 3D 扫描以产生 3D 光学表面轮廓, Alicona 软件从该 3D 光学表面轮廓产生成像区域的 数均表面高度 (厚度)。该方法对于每个实例产生无偏差和非破坏性的厚度测量。

[0116] 网孔隙率 被定义为过滤材料中的流体空间的体积除以过滤材料的总体积的比率; 它可以从材料的测量的孔体积和体密度计算。从每个样品的基重和厚度测量计算该样品的孔隙率。在实践中,片材的基重 (BW) 被计算为给定样品尺寸的重量 (W) 除以样品面积 (A)。样品片材的基重是通过跨过片材的横向方向冲压出固定区域的三个样品并使用标准天平称量它们来测量的。因此该样品尺寸的体积为  $A \times \delta$ , 其中  $\delta$  是样品的厚度。由于 W 仅由样品体积中的纤维的重量确定,所以固体分数  $\Phi$  由  $\phi = BW / \rho \delta$  给出,其中  $\rho$  是固体聚合物的密度。然后可以将孔隙率计算为  $1 - \phi$ 。

[0117] 弗雷泽透气度 是一定体积的空气通过试样所需的时间量的量度。空气压力由重力荷载的气缸产生,该气缸使用液体密封捕获室内的空气体积。该加压体积的空气被引导到

保持试样的夹紧垫圈环。穿过试样的空气通过下游夹紧板中的孔逸出到大气中。弗雷泽透气度测量是使用由弗雷泽精密仪器公司(Frazier Precision Instrument Co Inc.) (黑格斯敦,马里兰州)制造的FAP-5390F3或FX3300仪器进行的。

[0118] 在使用FAP-5390F3仪器时,将试样安装在样品台上。将泵这样调节,使得倾斜型气压计通过使用用于压力调节用途的电阻器在水柱处显示出12.7cm的压力。然后从垂直型气压计观察的刻度指示和所使用的孔口的种类,得到通过试样的空气量。喷嘴的尺寸根据材料的孔隙率变化。

[0119] 在使用FX3300仪器时,强力的消声真空泵通过带有圆形开口的可互换测试头吸入空气。对于测量,将适用于所选测试标准的测试头安装在仪器上。通过按下自动启动真空泵的夹紧臂将试样夹在试验头开口上。自动保持预选的测试压力,并且几秒钟后,试样的透气度以预选的量度单位数字地显示。通过第二次按下夹紧臂,释放试样并关闭真空泵。由于当试样被夹紧在测试头开口上的适当位置时真空泵自动启动,因此仅在试样被夹紧后测试压力才建立起来。测试压力根据测试标准进行数字预选。它由仪器自动地控制和维护。由于真实的差分测量,即使在高空气流速下也能准确地测量测试压力。用可变孔口测量通过试样的空气流。试样的透气度由跨越该孔口的压差确定,并以选定的量度单位数字地显示,以便直接读取。高稳定性、精密压力传感器提供了优异的测量精度和测试结果的可重复性。

[0120] 在该测量中,将 $124.5\text{N/m}^2$ 的压力差施加到适当夹紧的介质样品上,并且所得到的空气流速测量为弗雷泽透气度并以 $\text{cm}^3/\text{min}/\text{cm}^2$ 单位报告。弗雷泽透气度通过将弗雷泽透气度乘以基重并除以34归一化为 $34\text{g}/\text{m}^2$ 基重并以 $\text{cm}^3/\text{min}/\text{cm}^2$ 报告。高的弗雷泽透气度对应于高的空气流渗透性,而低的弗雷泽透气度对应于低的空气流渗透性。

[0121] 静电荷(E.S.)是使用SIMCO FMX-003静电场计测量的。FMX-003测量在25mm的距离处高达 $\pm 22\text{kV}$ (参考接地)的静态电压。

[0122] 平均流量孔径是根据ASTM E 1294-89(1999,现在撤销)，“Standard Test Method for Pore Size Characteristics of Membrane Filters Using Automated Liquid Porosimeter[使用自动液体孔隙率计的膜过滤器的孔径特征的标准测试方法]”测量的。将不同尺寸(8mm直径)的单独样品用如上所述的低表面张力流体润湿并放置于夹持器中,并且施加空气压差并将流体从样品中除去。湿流量等于干流量(无润湿溶剂的流量)的二分之一处的压差被用于使用提供的软件计算平均流量孔径。平均流量孔径以 $\mu\text{m}$ 报告。

[0123] 泡点是根据ASTM F316-03(2011)，“Standard Test Methods for Pore Size Characteristics of Membrane Filters by Bubble Point and Mean Flow Pore Test[通过泡点和平均流量孔测试的膜过滤器的孔径特征的标准测试方法]”测量的。将单独样品(8mm直径)用如上所述的低表面张力流体润湿。将样品放置于夹持器中后,施加压差(空气)并将流体从样品中除去。泡点是向样品片材施加压缩空气压力后的第一开口孔,并且使用供应商提供的软件计算。

[0124] 过滤效率(FE)和压降( $\Delta P$ ):介质和掩模性能的特征在于两个主要因素:百分比渗透(P)和压降( $\Delta P$ )。百分比渗透表示在指定的测试条件下穿过滤器而不被去除的入射颗粒的分数。相同的渗透概念同样可以通过百分比过滤效率(FE)来量化,该百分比过滤效率可以使用以下关系从更容易测量的P值来确定

[0125] FE=100-P。

[0126] 压降 ( $\Delta P$ ) 表征过滤器对空气流动的阻力,其使用在DIN标准EN 1822 (1998) 中描述的测试方法方便地测量,  $\Delta P$ 以压力单位报告,如mm H<sub>2</sub>O/cm<sup>2</sup>或Pa。

[0127] 已知的是,P和  $\Delta P$ 二者随着攻击气溶胶及其迎面速度的变化而变化,这样使得只有在相同条件下进行测量,不同样品的数据比较才是适当的。攻击气溶胶通常由包括颗粒(或气溶胶)峰值尺寸和分布、气溶胶(固体对比液体)的化学性质和形式和 气溶胶的电荷分布(中和的、中性的或带电的)的变量描述。迎面速度是测试固定装置中所使用的攻击流速和介质的表面积的函数。

[0128] 使用TSI 8130过滤测试仪(型号8130自动过滤测试仪)来测量过滤效率和渗透对比粒径。通过使用雾化器和静电分级器产生颗粒来实现具有已知粒径的有挑战性的过滤器和/或过滤介质。使用两个冷凝颗粒计数器完成上游和下游颗粒检测。在具有11.3cm直径(面积=100cm<sup>2</sup>)的圆形开口的扁平片材介质上进行细颗粒粉尘负载试验。使用2Wt%氯化钠水溶液产生具有0.26 $\mu$ m的质量平均直径的细气溶胶,该气溶胶用于负载试验。空气流速为32升/分,这对应于5.3cm/s的迎面速度。根据设备制造商,气溶胶浓度为约16mg/m<sup>3</sup>。在试验开始时测量过滤效率和初始压降,并在试验结束时测量最终压降。通过从最终压降中减去初始压降来计算压降的增加。

[0129] 品质因数和有效品质因数:品质因数(QF)经常被用于比较不同介质类型的性能,如定义为:

$$[0130] \quad QF = -\ln(P/100) / \Delta P,$$

[0131] 其中P是渗透率并且  $\Delta P$ 是压降。两者都可以通过上述TSI仪器来测量。品质因数QF可以以压力倒数为单位指定,例如(Pa)<sup>-1</sup>,其中1帕斯卡(Pa)=1N/m<sup>2</sup>。纳米纤维非织造介质的厚度、孔隙率和纤维直径间接地通过其对P和  $\Delta P$ 的影响进入品质因数(QF)。然而,理想的过滤介质也将表现出低的基重和低的表观密度,以导致用最 小可能量的介质完成过滤的可取性。因此,过滤介质可以进一步通过有效品质因数(eQF)来表征,该有效品质因数在此被定义为品质因数除以表观密度( $\rho_{\text{表观}}$ ),或:

$$[0132] \quad eQF = QF / \rho_{\text{表观}} = (-\ln(P/100) / \Delta P) / \rho_{\text{表观}}$$

[0133] 可以以(Pa  $\times$  g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>为单位指定有效品质因数。

[0134] 实例

[0135] 从以下描述的实例可以更充分地理解本发明的某些实施例的操作和效果。这些实例所基于的实施例仅是代表性的,并且选择那些实施例来示例本发明的各方面并不表示未在这些实例中描述的材料、组分、反应物、条件、技术和/或构型不适合于在此使用,或不表示未在这些实例中描述的主题被排除在所附权利要求及其等效物的范围之外。通过将由其获得的结果与从设计用作对比实例1-8的某些试验运行获得的结果进行比较可以更好地理解实例的显著性,这些对比实例提供了这种比较的基础,因为它们提供具有不同构型和/或材料的纤维网,并且因此不能提供与本披露的实例1-8 所证明的相同的特性组合。

[0136] 样品制备

[0137] 使用离心熔融纺丝法制造包含具有各种直径的连续纤维的若干个示例性的纳米纤维网介质。纤维直径分布使用尤其包括温度、熔体进料速率和碗旋转速度的操作参数的组合获得,如对于每个实例所述的。这些条件导致熔体膜不稳定性,该不稳定性产生具有

不同厚度的膜区域,这些区域进而导致从旋转构件喷出从具有宽范围直径的长丝。即使在形成细化的纤维之后,发现宽范围直径仍持续。

[0138] 将细化的纤维铺在带收集器上以形成聚合物网介质。通过合适的空气流场和充电安排的组合来控制纤维的网铺设。空气流场的特征在于在拉伸、成形和中心区内的空气温度和空气流速。通过从施加到纺丝碗周围的电晕环和收集器带二者的高电压产生的静电场来实现充电。将网铺设在纺丝碗下方的一定距离处。

[0139] 本披露中的实例全部都是在以下一般条件下进行的。使用具有齿轮泵的PRISM挤出机通过熔体输送管线将聚合物熔体递送到旋转的纺丝碗中。挤出温度设定在200°C。来自熔体输送管线的纺丝熔体的温度设定为200°C,熔体进料速度为10克/分钟/碗。旋转的纺丝碗的直径为152.4mm。纺丝碗的旋转速度设定为恒定的10,000 rpm。感应加热用于加热旋转的纺丝碗。拉伸区空气流设定在150°C和8.0SCFM。成形空气流设定在80°C和7.0SCFM。通过中空旋转轴和防漩涡毂的中心空气流设定在50°C和2.5SCFM。将纳米纤维网铺设在带收集器上,其中铺设距离为127mm。

[0140] 实例1-8中使用的聚合物是聚丙烯(PP) Metocene MF650Y,从利安德巴塞尔公司(LyondellBasell)获得。其具有 $M_w=75,381\text{g/mol}$ ,熔体流动速率=1800g/10min (230°C/2.16kg),并且在200°C下的零剪切粘度为 $9.07\text{Pa}\cdot\text{S}$ 。对于实例5-8,在挤出机中进一步加入1.0wt%十八酰胺作为聚丙烯的充电促进添加剂。十八酰胺(CAS号124-26-5)是具有式 $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{NO}$ 并且化学名称为N-(1,3-苯并二氧杂环戊烯-5-基甲基)十八酰胺、熔点为98-102°C、并且闪点为297.34°C的脂肪酸酰胺。可替代地它被称为硬脂酰胺或酰胺 $\text{C}_{18}$ ,并且是从西格玛-奥德里奇公司(Sigma-Aldrich)获得。

[0141] 对于如下面列出的每个实例选择其他实验条件,包括纺丝碗温度、纺丝外壳温度和湿度、电晕充电电压和电流、收集带充电电压和电流、以及收集带移动速度和网卷绕速度。对于给定的构件旋转速度和熔体进料速率,旋转构件的温度是影响所产生的纤维直径分布的重要参数。网铺设均匀性和网上的静电充电强度主要由纺丝外壳温度和湿度、电晕充电电压和电流、收集带充电电压和电流、以及充电添加剂是否结合在纺丝熔体中来决定。对于给定的纤维纺丝和网铺设条件,可以通过改变收集带移动速度来调节所得到的网的基重。

[0142] 实例1

[0143] 用于制造实例1的网的具体实验条件包括206°C的纺丝碗温度、57°C的纺丝外壳温度和13%的湿度。电晕充电电压为-7.0kV并且电流为0.50mA,收集带充电电压为+57kV并且电流为0.24mA。收集带移动速度为0.94m/min。将实例1制造为具有30gsm的基重和9.3 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约85.40%、质量为9.26%、表面积为44.04%和比表面积为97.78%的纳米纤维。单层介质包含数量为约11.68%、质量为30.46%、表面积为32.22%和比表面积为2.06%的微纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.655 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.331 $\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约0.338 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.281 $\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约1.808 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.667 $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约5.330 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约5.435 $\mu\text{m}$ 。实例1的网表现出99.730%的过滤效率和39.2Pa的阻力。有效品质因数是 $4.07(\text{Pa}\cdot\text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0144] 如上所述,实例1的纳米纤维网在图1中示意性地示出。在无规网络中的各种纤维



的紧密混合和缠结是容易可视化的。

#### [0145] 实例2

[0146] 用于制造实例2的网的具体实验条件包括210℃的纺丝碗温度、56℃的纺丝外壳温度和13%的湿度。电晕充电电压为-7.0kV并且电流为0.48mA,收集带充电电压为+57kV并且电流为0.24mA。收集带移动速度为0.94m/min。将实例2的网制造为具有30gsm的基重和10.1μm的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约89.61%、质量为9.30%、表面积为49.89%和比表面积为98.63%的纳米纤维。单层介质包含数量为约7.14%、质量为16.98%、表面积为21.16%和比表面积为1.19%的微纤维。单层介质包含数量为约3.25%、质量为73.72%、表面积为28.94%和比表面积为0.18%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.598μm并且中值纤维直径为约0.295 μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.333μm并且中值纤维直径为约0.262μm。微纤维的数均纤维直径为约1.771μm并且中值纤维直径为约1.733μm。粗纤维的数均纤维直径为约5.329μm并且中值纤维直径为约4.331μm。实例2的网表现出97.700%的过滤效率和38.2Pa的阻力。有效品质因数是2.67 (Pa · g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>。

#### [0147] 实例3

[0148] 用于制造实例3的网的具体实验条件包括196℃的纺丝碗温度、55.8℃的纺丝外壳温度和14%的湿度。电晕充电电压为-7.5kV并且电流为0.30mA,收集带充电电压为+51kV并且电流为0.15mA。收集带移动速度为0.99m/min。将实例3的网制造为具有29gsm的基重和13.2μm的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约69.91%、质量为7.83%、表面积为32.66%和比表面积为91.85%的纳米纤维。单层介质包含数量为约24.78%、质量为27.53%、表面积为39.28%和比表面积为7.67%的微纤维。单层介质包含数量为约5.31%、质量为64.64%、表面积为28.06%和比表面积为0.49%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.953μm并且中值纤维直径为约0.559 μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.445μm并且中值纤维直径为约0.421μm。微纤维的数均纤维直径为约1.511μm并且中值纤维直径为约1.487μm。粗纤维的数均纤维直径为约5.038μm并且中值纤维直径为约4.763μm。实例3的网表现出97.860%的过滤效率和26.5Pa的阻力。有效品质因数是5.45 (Pa · g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>。

#### [0149] 实例4

[0150] 用于制造实例4的网的具体实验条件包括194℃的纺丝碗温度、54℃的纺丝外壳温度和14%的湿度。电晕充电电压为-7.5kV并且电流为0.34mA,收集带充电电压为+60kV并且电流为0.28mA。收集带移动速度为1.17m/min。将实例4制造为具有27gsm的基重和14.1μm的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约73.50%、质量为8.89%、表面积为36.19%和比表面积为92.99%的纳米纤维。单层介质包含数量为约21.37%、质量为28.86%、表面积为37.58%和比表面积为6.45%的微纤维。单层介质包含数量为约5.13%、质量为62.24%、表面积为26.23%和比表面积为0.56%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.929μm并且中值纤维直径为约0.530 μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.457μm并且中值纤维直径为约0.387μm。微纤维的数均纤维直径为约1.634μm并且中值纤维直径为约1.475μm。粗纤维的数均纤维直径为约4.752μm并且中值纤维直径为约4.051μm。实例4的网表现出97.030%的过滤效率和21.6Pa的阻力。有效品质因数是5.16 (Pa · g/cm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>。

$\text{cm}^3)^{-1}$ 。

#### [0151] 实例5

[0152] 用于制造实例5的网的具体实验条件包括200℃的纺丝碗温度、54.4℃的纺丝外壳温度和13%的湿度。电晕充电电压为-9.0kV并且电流为0.66mA,收集带充电电压为+60kV并且电流为0.05mA。收集带移动速度为0.93m/min。将实例5制造为具有32gsm的基重和9.0 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约86.24%、质量为11.24%、表面积为50.42%和比表面积为97.51%的纳米纤维。单层介质包含数量为约11.64%、质量为26.27%、表面积为30.73%和比表面积为2.35%的微纤维。单层介质包含数量为约2.12%、质量为62.49%、表面积为18.85%和比表面积为0.14%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.659 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.364 $\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约0.385 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.335 $\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约1.740 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.479 $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约5.870 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约4.292 $\mu\text{m}$ 。实例5的网表现出99.000%的过滤效率和37.3Pa的阻力。有效品质因数是3.11 ( $\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

#### [0153] 实例6

[0154] 用于制造实例6的网的具体实验条件包括194℃的纺丝碗温度、57.4℃的纺丝外壳温度和13%的湿度。电晕充电电压为-9.0kV并且电流为0.65mA,收集带充电电压为+60kV并且电流为0.04mA。收集带移动速度为1.33m/min。将实例5制造为具有22gsm的基重和11.7 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约81.01%、质量为8.09%、表面积为38.40%和比表面积为96.84%的纳米纤维。单层介质包含数量为约14.53%、质量为26.48%、表面积为32.94%和比表面积为2.85%的微纤维。单层介质包含数量为约4.47%、质量为65.43%、表面积为28.67%和比表面积为0.31%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.740 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.360 $\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约0.351 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.293 $\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约1.678 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.719 $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约4.747 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约4.303 $\mu\text{m}$ 。实例6的网表现出98.500%的过滤效率和31.4Pa的阻力。有效品质因数是3.27 ( $\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

#### [0155] 实例7

[0156] 用于制造实例7的网的具体实验条件包括200℃的纺丝碗温度、56.2℃的纺丝外壳温度和13%的湿度。电晕充电电压为-9.0kV并且电流为0.67mA,收集带充电电压为+60kV并且电流为0.04mA。收集带移动速度为2.03m/min。将实例7制造为具有14gsm的基重和13.2 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径的独立单层。单层介质包含数量为约82.98%、质量为13.05%、表面积为45.87%和比表面积为96.75%的纳米纤维。单层介质包含数量为约11.17%、质量为24.56%、表面积为24.39%和比表面积为2.71%的微纤维。单层介质包含数量为约5.85%、质量为62.39%、表面积为29.73%和比表面积为0.54%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.774 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.443 $\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约0.428 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.393 $\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约1.691 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.406 $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约3.934 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约3.814 $\mu\text{m}$ 。实例7的网表现出92.200%的过滤效率和17.7Pa的阻力。有效品质因数是5.22 ( $\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

$\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0157] 实例8

[0158] 实例8通过堆叠具有29gsm的基重和9.9 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径的实例7的两个相同介质层进行。实例8具有98.900%的过滤效率和36.3Pa的阻力。有效品质因数是  $4.49 (\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0159] 对比实例C1

[0160] 对比实例C1的网包括通过熔喷法制成的熔喷聚丙烯纤维。这种方法例如在美国专利号3,849,241中披露。熔喷纤维可通过将熔融的热塑性材料通过多个细小的、通常为圆形的模头毛细管作为熔融的线或长丝挤出到会聚的高速加热气体(例如空气)流内而形成,这些高速加热气体流细化熔融的热塑性材料的长丝以减小其直径。需要高的气体速度(通常为100–200m/s)以对纤维强加足够的摩擦阻力以产生所希望的细化。此后,熔喷纤维由高速气体流携带并沉积在收集表面上以形成无规分散的熔喷纤维网。

[0161] 对比实例C1的网具有50gsm的基重和12.1 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径。单层介质包含数量为约1.37%、质量为0.14%、表面积为0.50%和比表面积为3.09%的纳米纤维。单层介质包含数量为约75.34%、质量为37.92%、表面积为58.71%和比表面积为84.94%的微纤维。单层介质包含数量为约23.29%、质量为61.93%、表面积为40.79%和比表面积为11.97%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约2.483 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约2.072 $\mu\text{m}$ 。由于如此少的纳米纤维成像,所以无法获得统计学上有效的平均直径和中值直径。微纤维的数均纤维直径为约1.935 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.853  $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约4.348 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约3.845 $\mu\text{m}$ 。对比实例C1具有99.851%的过滤效率和45.1Pa的阻力。有效品质因数是  $1.92 (\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0162] 对比实例C2

[0163] 对比实例C2提供了包含堆叠在一起的两个相同层的双层熔喷聚丙烯介质。这些层中的每一个具有24gsm的基重和14.8 $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径。单层介质包含数量为约11.03%、质量为1.18%、表面积为4.30%和比表面积为21.87%的纳米纤维。单层介质包含数量为约73.10%、质量为36.35%、表面积为59.88%和比表面积为72.29%的微纤维。单层介质包含数量为约15.89%、质量为62.47%、表面积为35.83%和比表面积为5.84%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约2.131 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.780 $\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约0.830 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约0.877 $\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约1.745 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约1.695 $\mu\text{m}$ 。粗纤维的数均纤维直径为约4.812 $\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约3.934 $\mu\text{m}$ 。单层介质具有93.880%的过滤效率和19.6Pa的阻力。用两个相同层进行的对比实例C2具有47gsm的基重,平均流量孔径为11.6 $\mu\text{m}$ 。对比实例C2具有99.630%的过滤效率和41.2Pa的阻力。有效品质因数是  $2.26 (\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0164] 对比实例C3

[0165] 对比实例C3包含两个不同的熔喷聚丙烯介质层,具有48gsm的组合基重和15.5  $\mu\text{m}$ 的平均流量孔径。第一层介质包含数量为约7.29%、质量为0.25%、表面积为1.47%和比表面积为29.87%的纳米纤维。第一层介质包含数量为约55.21%、质量为16.73%、表面积为35.62%和比表面积为55.18%的微纤维。第一层介质包含数量为约37.50%、质量为83.02%、表面积为62.91%和比表面积为14.95%的粗纤维。总纤维的第一层数均纤维直

径为约 $2.949\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $2.400\mu\text{m}$ 。纳米纤维的第一层数均纤维直径为约 $0.596\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.622\mu\text{m}$ 。微纤维的第一层数均纤维直径为约 $1.903\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.845\mu\text{m}$ 。粗纤维的第一层数均纤维直径为约 $4.948\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $4.333\mu\text{m}$ 。第二层介质包含数量为约16.54%、质量为0.85%、表面积为4.66%和比表面积为39.25%的纳米纤维。第二层介质包含数量为约55.64%、质量为17.82%、表面积为38.78%和比表面积为51.67%的微纤维。第二层介质包含数量为约27.82%、质量为81.33%、表面积为56.56%和比表面积为9.09%的粗纤维。总纤维的第二层数均纤维直径为约 $2.650\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $2.006\mu\text{m}$ 。纳米纤维的第二层数均纤维直径为约 $0.746\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.788\mu\text{m}$ 。微纤维的第二层数均纤维直径为约 $1.847\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.760\mu\text{m}$ 。粗纤维的第二层数均纤维直径为约 $5.388\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $4.704\mu\text{m}$ 。对比实例C3的介质表现出99.600%的过滤效率和36.3Pa的阻力。有效品质因数是 $1.78(\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0166] 对比实例C4

[0167] 对比实例C4包含三个不同的熔喷聚丙烯介质层,具有88gsm的组合基重和 $9.1\mu\text{m}$ 的平均流量孔径。第一层介质包含数量为约9.24%、质量为0.39%、表面积为2.29%和比表面积为25.44%的纳米纤维。第一层介质包含数量为约54.62%、质量为15.16%、表面积为34.53%和比表面积为59.18%的微纤维。第一层介质包含数量为约36.13%、质量为84.45%、表面积为63.18%和比表面积为15.37%的粗纤维。总纤维的第一层数均纤维直径为约 $3.147\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $2.225\mu\text{m}$ 。纳米纤维的第一层数均纤维直径为约 $0.779\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.795\mu\text{m}$ 。微纤维的第一层数均纤维直径为约 $1.989\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.924\mu\text{m}$ 。粗纤维的第一层数均纤维直径为约 $5.503\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $4.970\mu\text{m}$ 。第二层介质包含数量为约2.54%、质量为0.19%、表面积为0.78%和比表面积为6.56%的纳米纤维。第二层介质包含数量为约55.08%、质量为19.79%、表面积为36.18%和比表面积为69.50%的微纤维。第二层介质包含数量为约42.37%、质量为80.06%、表面积为63.05%和比表面积为23.94%的粗纤维。总纤维的第二层数均纤维直径为约 $3.092\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $2.599\mu\text{m}$ 。纳米纤维的第二层数均纤维直径为约 $0.944\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.986\mu\text{m}$ 。微纤维的第二层数均纤维直径为约 $2.030\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $2.006\mu\text{m}$ 。粗纤维的第二层数均纤维直径为约 $4.600\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $4.257\mu\text{m}$ 。第三层介质包含数量为约24.42%、质量为3.54%、表面积为11.06%和比表面积为41.34%的纳米纤维。第三层介质包含数量为约60.47%、质量为35.08%、表面积为53.25%和比表面积为53.78%的微纤维。第三层介质包含数量为约15.12%、质量为61.38%、表面积为35.69%和比表面积为4.88%的粗纤维。总纤维的第三层数均纤维直径为约 $1.836\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.400\mu\text{m}$ 。纳米纤维的第三层数均纤维直径为约 $0.831\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.887\mu\text{m}$ 。微纤维的第三层数均纤维直径为约 $1.617\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.447\mu\text{m}$ 。粗纤维的第三层数均纤维直径为约 $4.335\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $4.379\mu\text{m}$ 。对比实例C4的介质表现出99.730%的过滤效率和42.2Pa的阻力。有效品质因数是 $1.81(\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。

[0168] 对比实例C5

[0169] 对比实例C5是由堆叠在一起的两个相同层组成的双层复合介质。单层是通过在

12gsm PP纺粘稀松布上涂覆约8gsm的熔喷聚丙烯纳米纤维制成的。纳米纤维材料是根据US20080023888的方法使用Hills熔喷设备制造的。该纺粘稀松布是使用纺粘纤维纺丝法通过从具有圆形或其他构型的喷丝头的多个细毛细管中将熔融的热塑性材料作为长丝挤出而制造的,其中挤出的长丝的直径然后以例如在美国专利号4,340,563中披露的方式快速减小。纺粘纤维通常是连续的,并且通常具有大于约10 μm的平均直径。

[0170] 单层介质具有22gsm的基重和6.4μm的平均流量孔径。单层介质包含数量为约72.28%、质量为7.14%、表面积为33.26%和比表面积为92.10%的纳米纤维。单层介质包含数量为约18.81%、质量为18.72%、表面积为28.08%和比表面积为6.81%的微纤维。单层介质包含数量为约8.91%、质量为74.14%、表面积为38.65%和比表面积为1.09%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约1.181μm并且中值纤维直径为约0.638 μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.543μm并且中值纤维直径为约0.503μm。微纤维的数均纤维直径为约1.762μm并且中值纤维直径为约1.576μm。粗纤维的数均纤维直径为约5.121μm并且中值纤维直径为约4.963μm。用两个相同层进行的对比实例C5具有43gsm的组合基重和5.2μm的平均流量孔径。尽管有此相对小的平均流量孔径,对比实例C5具有87%的相对低的过滤效率,因为它几乎不携带静电荷。对比实例C5由于小孔径还具有113.8Pa的相对较高的阻力和 $0.19(\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 的低有效品质因数。高阻力使得该材料不适合用作面罩过滤元件。

[0171] 对比实例C6

[0172] 对比实例C6提供了通过如在W0 03/080905中所述的电喷法纺成纤维的从聚酰胺-6,6在甲酸中的24%溶液获得的溶液电喷尼龙介质。对比实例C6具有35gsm的基重和2.9μm的平均流量孔径。单层介质包含数量为约85.21%、质量为16.97%、表面积为55.51%和比表面积为95.69%的纳米纤维。单层介质包含数量为约11.27%、质量为20.85%、表面积为22.58%和比表面积为3.91%的微纤维。单层介质包含数量为约3.52%、质量为62.18%、表面积为21.91%和比表面积为0.40%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.765μm并且中值纤维直径为约0.506μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.499μm并且中值纤维直径为约0.439μm。微纤维的数均纤维直径为约1.534 μm并且中值纤维直径为约1.336μm。粗纤维的数均纤维直径为约4.763μm并且中值纤维直径为约4.093μm。对比实例C6的介质表现出99.726%的过滤效率和217.7Pa的阻力。有效品质因数是 $0.20(\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。与其他对比实例相比,对比实例C6携带了+14.8kV的相对较高的静电荷。虽然对比实例C6介质具有良好的过滤效率,但其高阻力使得该材料不适合用作面罩过滤元件。

[0173] 对比实例C7

[0174] 对比实例C7提供了通过如在W0 03/080905中所述的电喷法纺成纤维的从聚酰胺-6,6在甲酸中的24%溶液获得的溶液电喷尼龙介质。对比实例C7具有31gsm的基重和1.8μm的平均流量孔径。单层介质包含数量为约96.07%、质量为49.40%、表面积为81.60%和比表面积为99.36%的纳米纤维。单层介质包含数量为约3.93%、质量为50.60%、表面积为18.40%和比表面积为0.64%的微纤维。总纤维的数均纤维直径为约0.331μm并且中值纤维直径为约0.254μm。纳米纤维的数均纤维直径为约0.281 μm并且中值纤维直径为约0.237μm。微纤维的数均纤维直径为约1.547μm并且中值纤维直径为约1.444 μm。在该对比实例中没有粗纤维。对比实例C7具有99.997%的过滤效率和381.5Pa的阻力。

有效品质因数是 $0.18 (\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。与其他对比实例相比,对比实例C7携带了+12.6kV的相对较高的静电荷。虽然对比实例C7介质具有良好的过滤效率,但其高阻力使得该材料不适合用作面罩过滤元件。

[0175] 对比实例C8

[0176] 对比实例C8提供了通过如在W0 03/080905中所述的电喷法纺成纤维的从聚酰胺-6,6在甲酸中的24%溶液获得的溶液电喷尼龙介质。对比实例C8具有23gsm的基重和 $4.9\mu\text{m}$ 的平均流量孔径。单层介质包含数量为约78.57%、质量为8.70%、表面积为50.70%和比表面积为90.24%的纳米纤维。单层介质包含数量为约19.84%、质量为11.30%、表面积为29.14%和比表面积为9.64%的微纤维。单层介质包含数量为约1.59%、质量为80.00%、表面积为20.16%和比表面积为0.12%的粗纤维。总纤维的数均纤维直径为约 $0.955\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.680\mu\text{m}$ 。纳米纤维的数均纤维直径为约 $0.616\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $0.587\mu\text{m}$ 。微纤维的数均纤维直径为约 $1.402\mu\text{m}$ 并且中值纤维直径为约 $1.392\mu\text{m}$ 。由于如此少的粗纤维成像,所以无法获得统计学上有效的平均直径和中值直径。对比实例C8具有96.440%的过滤效率和86.3Pa的阻力。有效品质因数是 $0.39 (\text{Pa} \cdot \text{g}/\text{cm}^3)^{-1}$ 。与其他对比实例相比,对比实例C8携带了+8.5kV的相对较高的静电荷。虽然对比实例C8介质具有良好的过滤效率,但其高阻力使得该材料不适合用作面罩过滤元件。

[0177] 将实例1-8和对比实例C1-C8的各种纤维材料的测定的和/或计算的特性整理在下表1-4中。应当指出,与对比实例的那些相比,实例1-8通常表现出高孔隙率、弗雷泽渗透性和静电荷的值,以及低的表观密度值。虽然一些对比实例具有与实例1-8类似的孔径,但是它们也表现出不希望的较高的压降,这被认为是由较少的开放结构和较高的基重导致的。所有实例提供了优异的静电充电,但特别是实例5-8(其是用聚合物中的充电促进添加剂制备的)。实例1-8甚至在进一步的卷对卷处理和储存8个月或更长时间之后,还保留至少+10.0kV的静电荷。

[0178] 本发明的实例还提供了比对比实例一致更高的有效品质因数,使其适合用作面罩和其他呼吸装置中的过滤元件。

[0179]

表 1 - 介质中的纤维数量分布

实例编号	总纤维		纳米纤维 [< 1 μm]			微纤维 [1 - 3 μm]			粗纤维 [> 3 μm]		
	平均值 [μm]	中值 [μm]	平均值 [μm]	中值 [μm]	数量百分比 [%]	平均值 [μm]	中值 [μm]	数量百分比 [%]	平均值 [μm]	中值 [μm]	数量百分比 [%]
1	0.598	0.295	0.333	0.262	89.61	1.771	1.733	7.14	5.329	4.331	3.25
2	0.655	0.331	0.338	0.281	85.40	1.808	1.667	11.68	5.330	5.435	2.92
3	0.953	0.559	0.445	0.421	69.91	1.511	1.487	24.78	5.038	4.763	5.31
4	0.929	0.530	0.457	0.387	73.50	1.634	1.475	21.37	4.752	4.051	5.13
5	0.659	0.364	0.385	0.335	86.24	1.740	1.479	11.64	5.870	4.292	2.12
6	0.740	0.360	0.351	0.293	81.01	1.678	1.719	14.53	4.747	4.303	4.47
7	0.774	0.443	0.428	0.393	82.98	1.691	1.406	11.17	3.934	3.814	5.85
8	0.774	0.443	0.428	0.393	82.98	1.691	1.406	11.17	3.934	3.814	5.85
C1	2.483	2.072	0.910	0.910	1.37	1.935	1.853	75.34	4.348	3.845	23.29
C2	2.131	1.780	0.830	0.877	11.03	1.745	1.695	73.10	4.812	3.934	15.86
C3	2.650	2.006	0.746	0.788	16.54	1.847	1.760	55.64	5.388	4.704	27.82
C4	3.092	2.599	0.944	0.986	2.54	2.030	2.006	55.08	4.600	4.257	42.37
C5	1.181	0.638	0.543	0.503	72.28	1.762	1.576	18.81	5.121	4.963	8.91
C6	0.765	0.506	0.499	0.439	85.21	1.534	1.336	11.27	4.763	4.093	3.52
C7	0.331	0.254	0.281	0.237	96.07	1.547	1.444	3.93	0.000	0.000	0.00
C8	0.955	0.680	0.616	0.587	78.57	1.402	1.392	19.84	12.127	12.127	1.59

[0180]

表 2 - 介质中的纤维质量分布

实例 编号	纳米纤维 [< 1 $\mu\text{m}$ ]			微纤维 [1 - 3 $\mu\text{m}$ ]			粗纤维 [> 3 $\mu\text{m}$ ]		
	质量 (体 积) 百分比 [%]	表面积百 分比 [%]	比表面积 百分比 [%]	质量 (体 积) 百分比 [%]	表面积百 分比 [%]	比表面积 百分比 [%]	质量 (体 积) 百分比 [%]	表面积百 分比 [%]	比表面积 百分比 [%]
1	9.30	49.89	98.63	16.98	21.16	1.19	73.72	28.94	0.18
2	9.26	44.04	97.78	30.46	32.22	2.06	60.28	23.74	0.16
3	7.83	32.66	91.85	27.53	39.28	7.67	64.64	28.06	0.49
4	8.89	36.19	92.99	28.86	37.58	6.45	62.24	26.23	0.56
5	11.24	50.42	97.51	26.27	30.73	2.35	62.49	18.85	0.14
6	8.09	38.40	96.84	26.48	32.94	2.85	65.43	28.67	0.31
7	13.05	45.87	96.75	24.56	24.39	2.71	62.39	29.73	0.54
8	13.05	45.87	96.75	24.56	24.39	2.71	62.39	29.73	0.54
C1	0.14	0.50	3.09	37.92	58.71	84.94	61.93	40.79	11.97
C2	1.18	4.30	21.87	36.35	59.88	72.29	62.47	35.83	5.84
C3	0.85	4.66	39.25	17.82	38.78	51.67	81.33	56.56	9.09
C4	0.19	0.78	6.56	19.76	36.18	69.50	80.06	63.05	23.94
C5	7.14	33.26	92.10	18.72	28.08	6.81	74.14	38.65	1.09
C6	16.97	55.51	95.69	20.85	22.58	3.91	62.18	21.91	0.40
C7	49.40	81.60	99.36	50.60	18.40	0.64	0.00	0.00	0.00
C8	8.70	50.70	90.24	11.30	29.14	9.64	80.00	20.16	0.12



[0181]

表 3 - 介质特性

实例编号	BW [gsm]	MFP [ $\mu\text{m}$ ]	BP [ $\mu\text{m}$ ]	BP/MFP 比率	厚度[ $\mu\text{m}$ ]	孔隙率 [%]	表观密度 [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	弗雷泽 [( $\text{m}^3/\text{min}$ )/ $\text{m}^2$ ]	E.S.电荷 [kV]
1	30	9.3	20.5	2.2	814	96.13	0.0371	10.49	+17.4
2	30	10.1	23.4	2.3	816	95.78	0.0369	10.79	+16.8
3	29	13.2	31.8	2.4	1074	95.90	0.0266	15.91	+12.8
4	27	14.1	30.7	2.2	850	95.95	0.0316	12.92	+12.8
5	32	9.0	19.6	2.2	795	95.10	0.0398	11.00	+18.6
6	22	11.7	22.8	1.9	534	94.93	0.0410	14.36	+18.2
7	14	13.2	27.4	2.1	515	96.65	0.0277	23.26	+18.4
8	29	9.9	20.9	2.1	1031	97.65	0.0277	16.37	+18.4
C1	50	12.1	22.1	1.8	664	91.55	0.0751	9.94	+3.6
C2	47	11.6	22.4	1.9	789	93.54	0.0602	12.28	+1.6
C3	48	15.5	27.5	1.8	563	90.89	0.0854	6.74	+5.7
C4	88	9.1	19.4	2.1	1138	91.35	0.0777	6.31	+1.6
C5	43	5.2	11.8	2.3	456	90.02	0.0947	4.24	0
C6	35	2.9	5.2	1.8	256	88.14	0.1368	2.16	+14.8
C7	31	1.8	3.3	1.9	209	87.06	0.1483	1.13	+12.6
C8	23	4.9	8.0	1.6	226	91.44	0.0996	6.10	+8.5

[0182]

表 4 - 空气过滤特性

样品 编号	BW [gsm]	表观密度 [g/cm <sup>3</sup> ]	$\Delta P$ [Pa]	P [%]	FE [%]	$QF = -\ln(P/100)/\Delta P$ [1/Pa]	$eQF = QF/\text{表观密度}$ [1/(Pa · g/cm <sup>3</sup> )]
1	30	0.0371	39.2	0.270	99.730	0.151	4.07
2	30	0.0369	38.2	2.300	97.700	0.099	2.67
3	29	0.0266	26.5	2.140	97.860	0.145	5.45
4	27	0.0316	21.6	2.970	97.030	0.163	5.16
5	32	0.0398	37.3	1.000	99.000	0.124	3.11
6	22	0.0410	31.4	1.500	98.500	0.134	3.27
7	14	0.0277	17.7	7.800	92.200	0.145	5.22
8	29	0.0277	36.3	1.100	98.900	0.124	4.49
C1	50	0.0751	45.1	0.149	99.851	0.144	1.92
C2	47	0.0602	41.2	0.370	99.630	0.136	2.26
C3	48	0.0854	36.3	0.400	99.600	0.152	1.78
C4	88	0.0777	42.2	0.270	99.730	0.140	1.81
C5	43	0.0947	113.8	12.80	87.200	0.018	0.19
C6	35	0.1368	217.7	0.274	99.726	0.027	0.20
C7	31	0.1483	381.5	0.003	99.997	0.027	0.18
C8	23	0.0996	86.3	3.560	96.440	0.039	0.39

[0183] 尽管已相当充分详细地描述了本发明,但将要理解的是这种细节不必严格地遵守,相反本领域技术人员可想到所有落入如由所附权利要求限定的本发明范围内的其他的变化和修改。

[0184] 凡在此列举或确定某一数值范围之处,该范围包括其端点以及位于该范围内的所有单独的整数和分数,并且还包包括由其中这些端点和内部整数及分数的所有各种可能组合形成的每一个较窄范围以在相同程度的所述范围内形成更大数值群的子群,如同明确给出了这些较窄范围中的每一个一样。当数值范围在此被描述为大于指定值时,该范围仍然是有限的并且被如在此所述的本发明的上下文内切实可行的值限定其上 限。当数值范围在此被描述为小于指定值时,该范围仍然被非零值限定其下限。当量、浓度、或者其他值或参数以范围、优选范围、或一系列上限优选值和下限优选值给出 时,这应当被理解为具体披露了由任何范围上限或优选值与任何范围下限或优选值的 任一配对所形成的所有范围,而不论该范围是否被单独披露。

[0185] 在本说明书中,除非在使用情形下另外明确指明或相反指示,在本发明主题的实施例被论述或描述为包含、包括、含有、具有某些特征或要素、由某些特征或要素组 成或由某些特征或要素构成时,除了明确论述或描述的那些以外的一个或多个特征或 要素也可存在于该实施例中。然而,本发明主题的替代实施例可被论述或描述为基本 上由某些特征或要素组成,其中将实质改变操作原理或实施例的区别特性的实施例特 征或要素在此不存在。本发明主题的另一个替代实施例可被论述或描述为由某些特征 或要素组成,在该实施例中或在其非本质变型中,仅存在所具体论述或描述的特征或 要素。另外,术语“包含/包括”旨在包括由术语“基本上由...组成”和“由...组成” 涵盖的实例。相似地,术语“基本上由...组成”旨在包括由术语“由...组成”涵盖的 实例。

[0186] 在本说明书中,除非在使用背景下另外明确指明或相反指示,在此所述的量、尺寸、范围、制剂、参数以及其他数量和特征,尤其是当由术语“约”修饰时,可以但 不必是精确的,并且还可接近和/或大于或小于(如所希望的)所述值,以反映公差、转换因子、四舍五入、测量误差等,并且将在指定值之外的在本发明上下文中具有与 指定值等效功能和/或操作的那些值包括在所述指定值内。

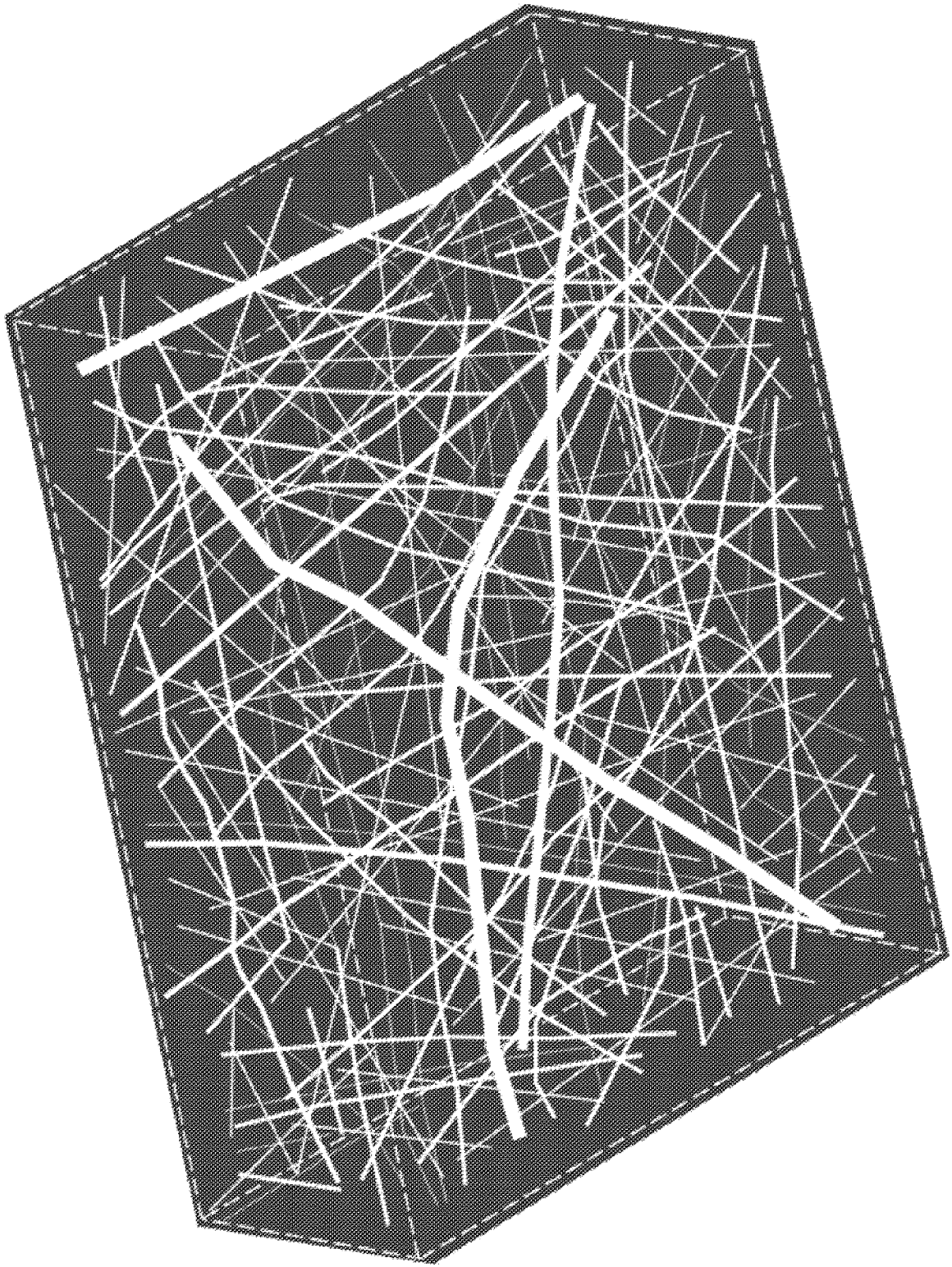


图 1

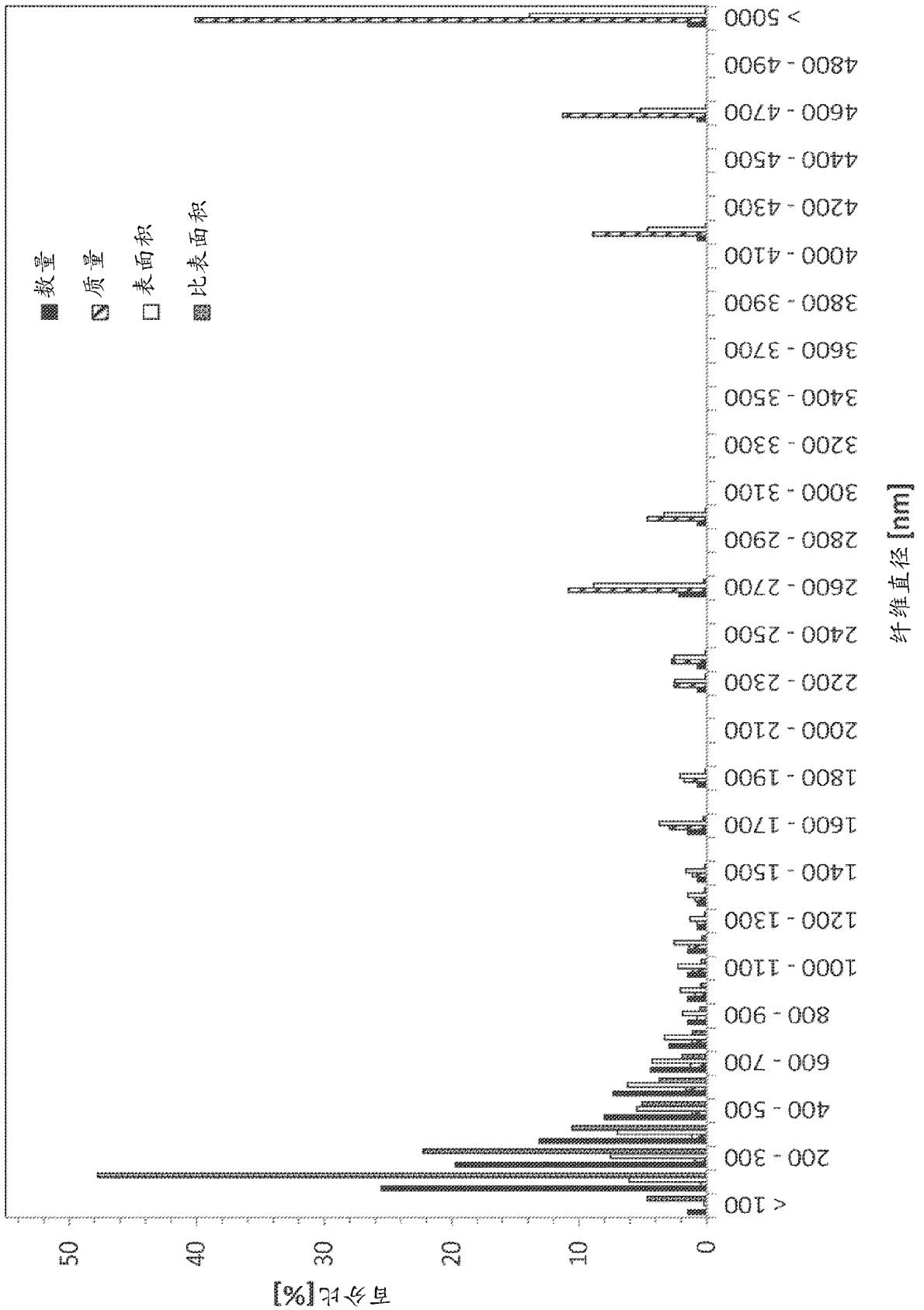


图 2

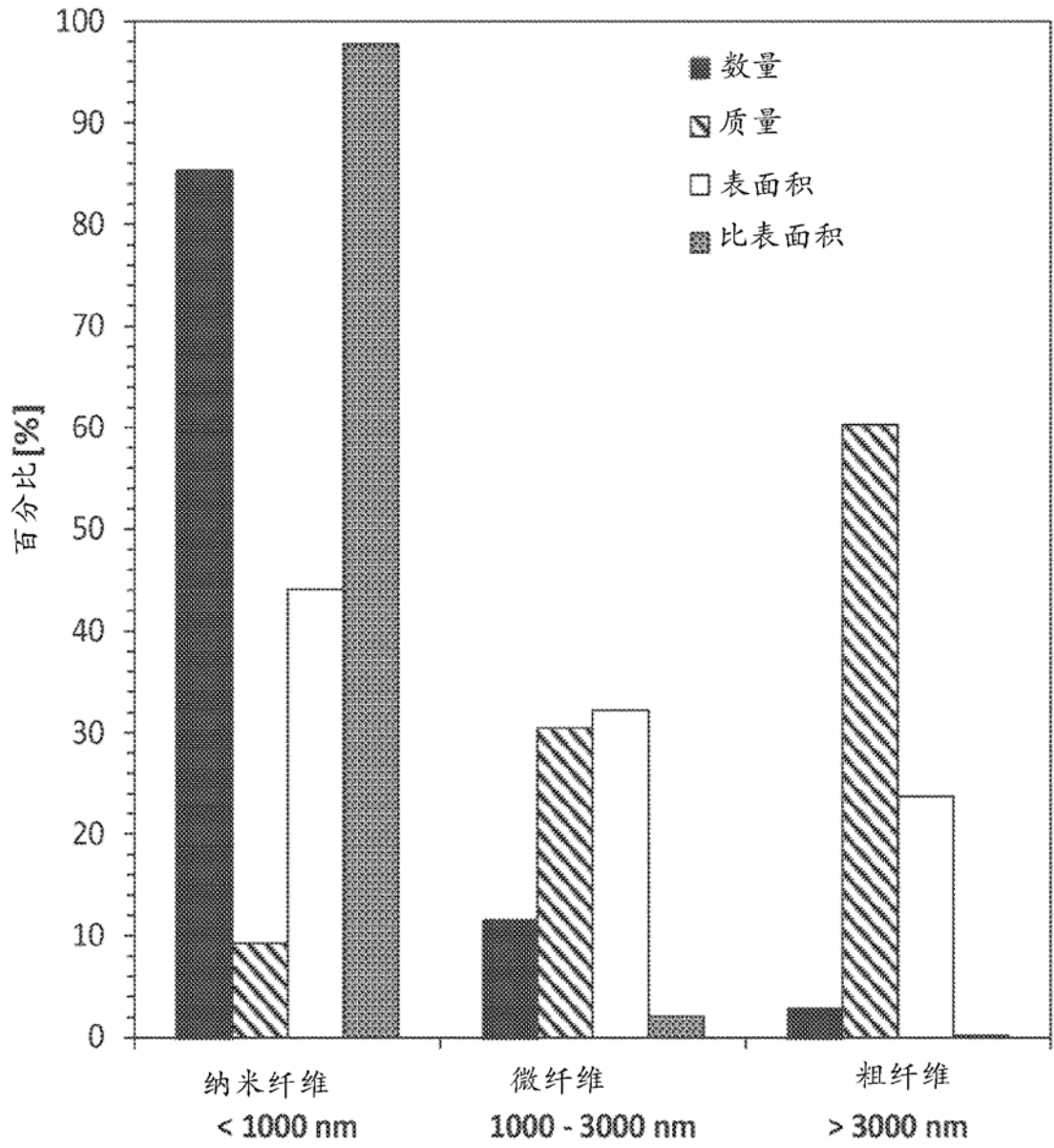


图 3

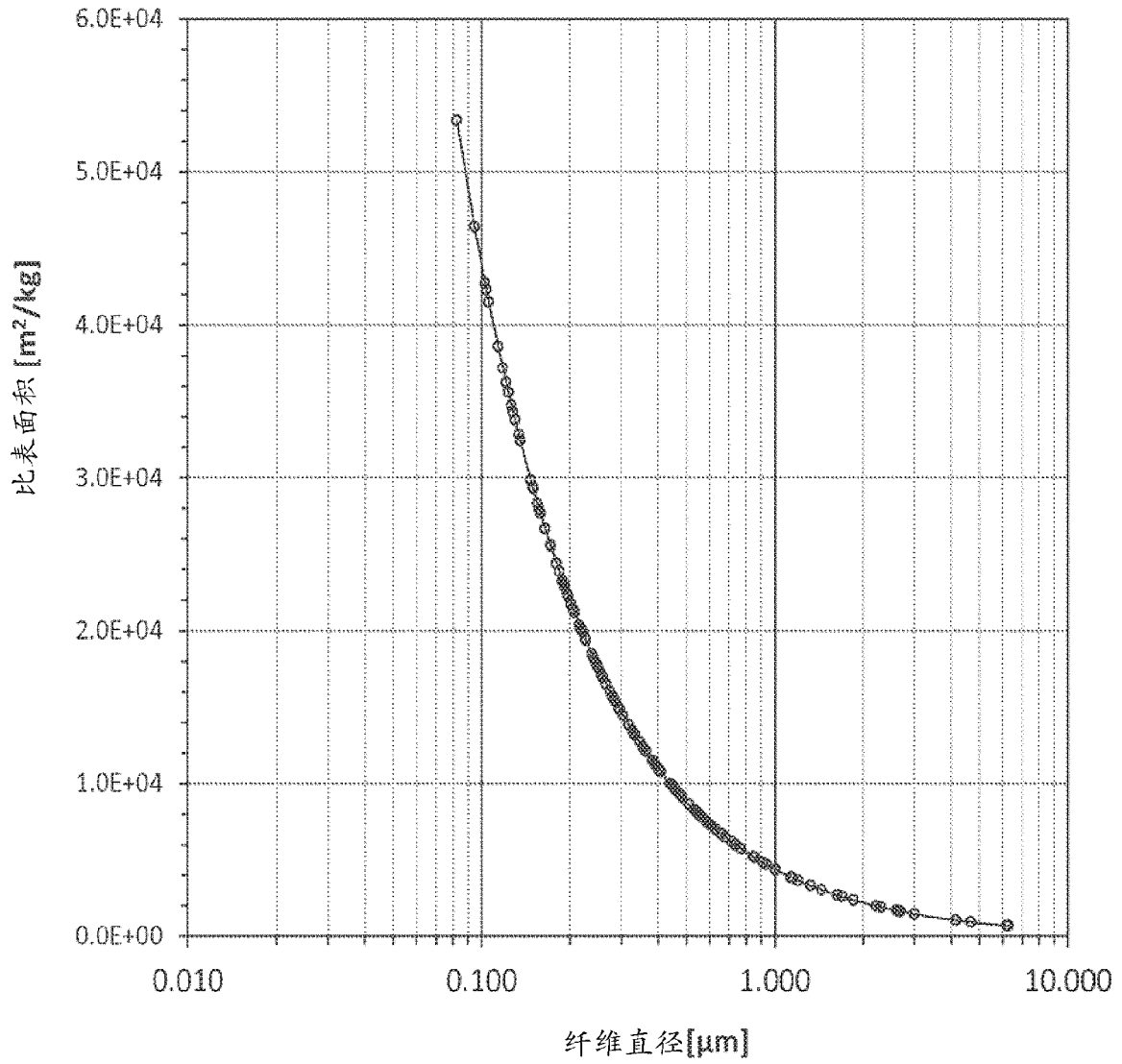


图 4

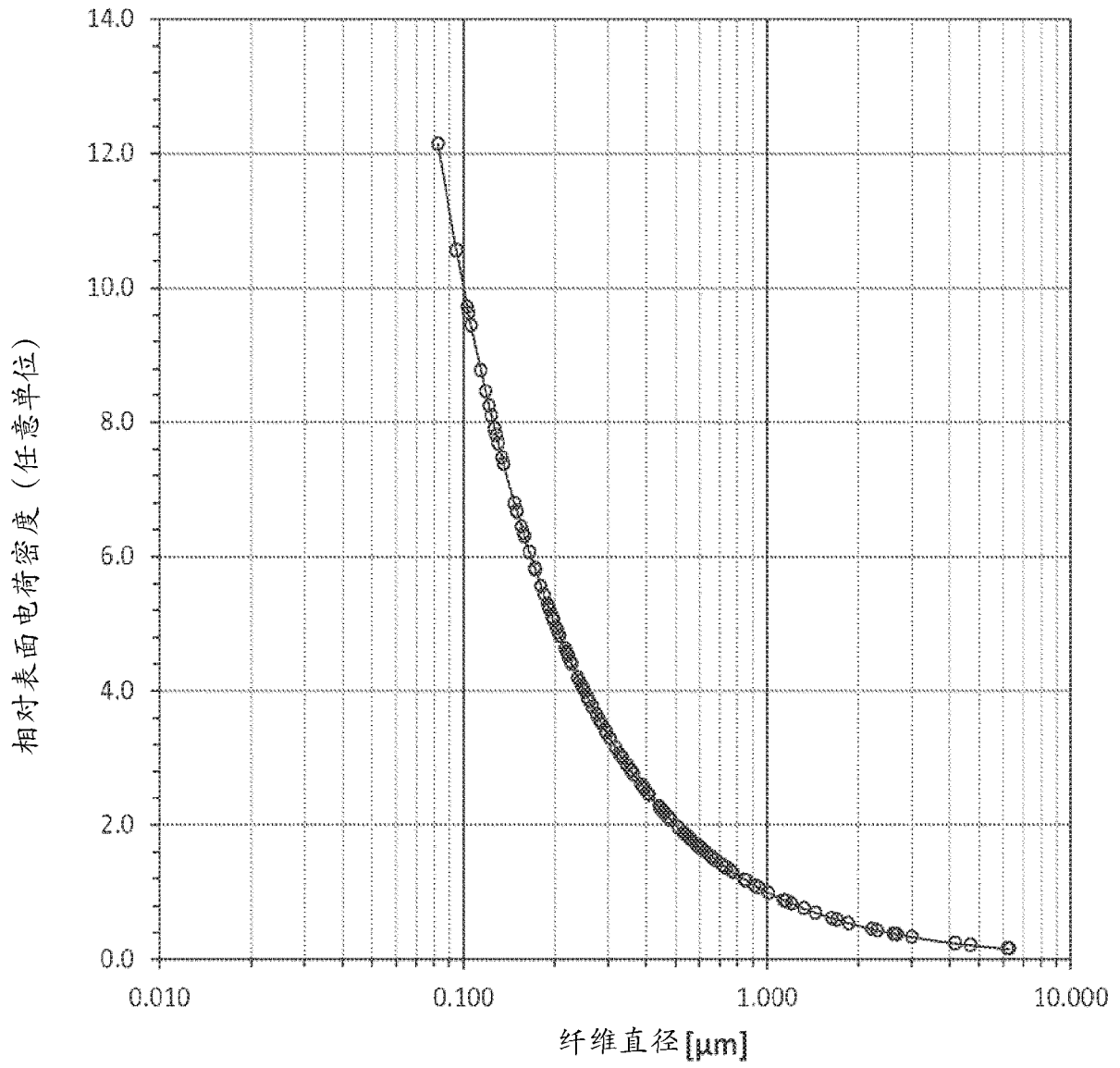


图 5



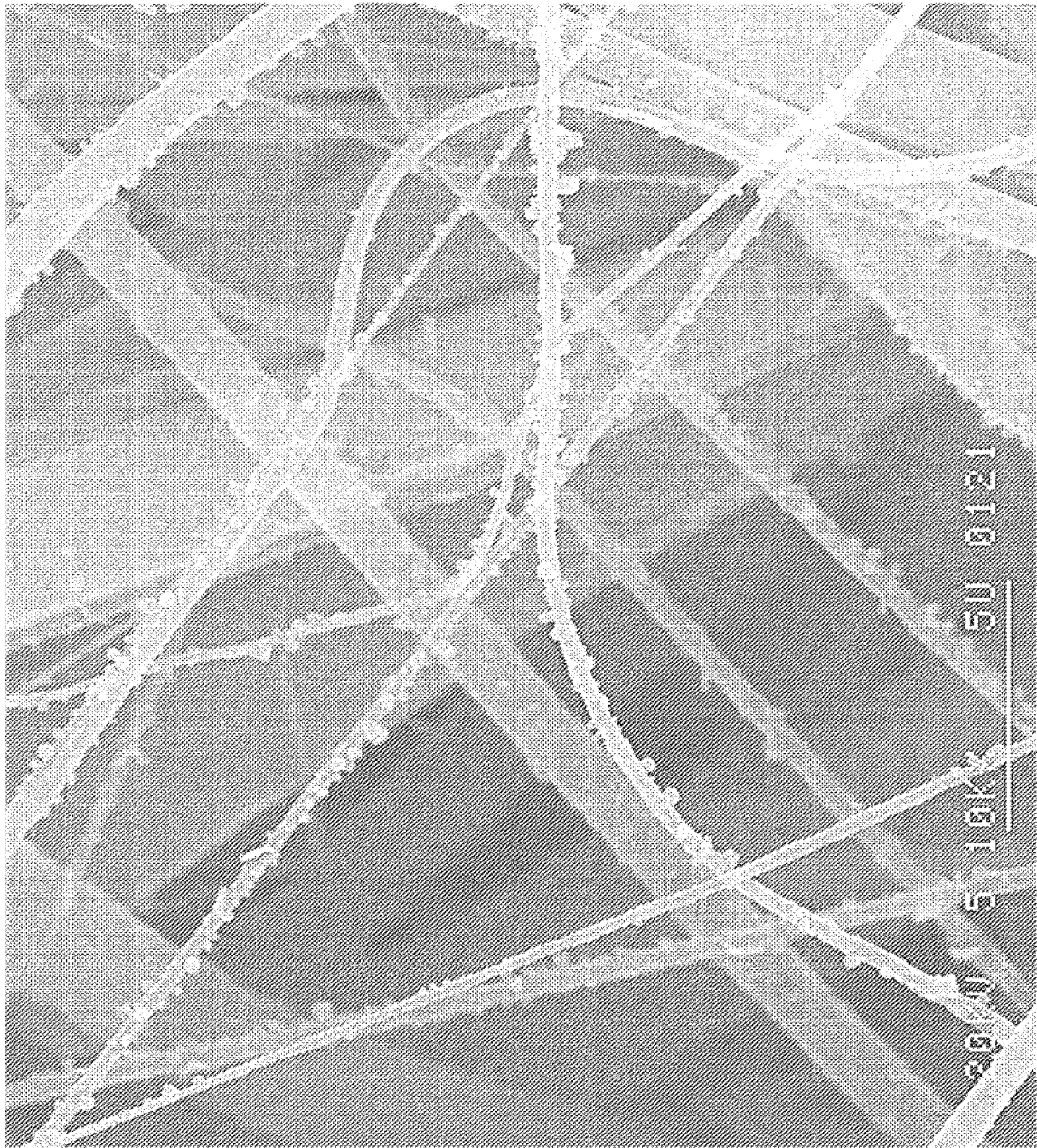


图 6

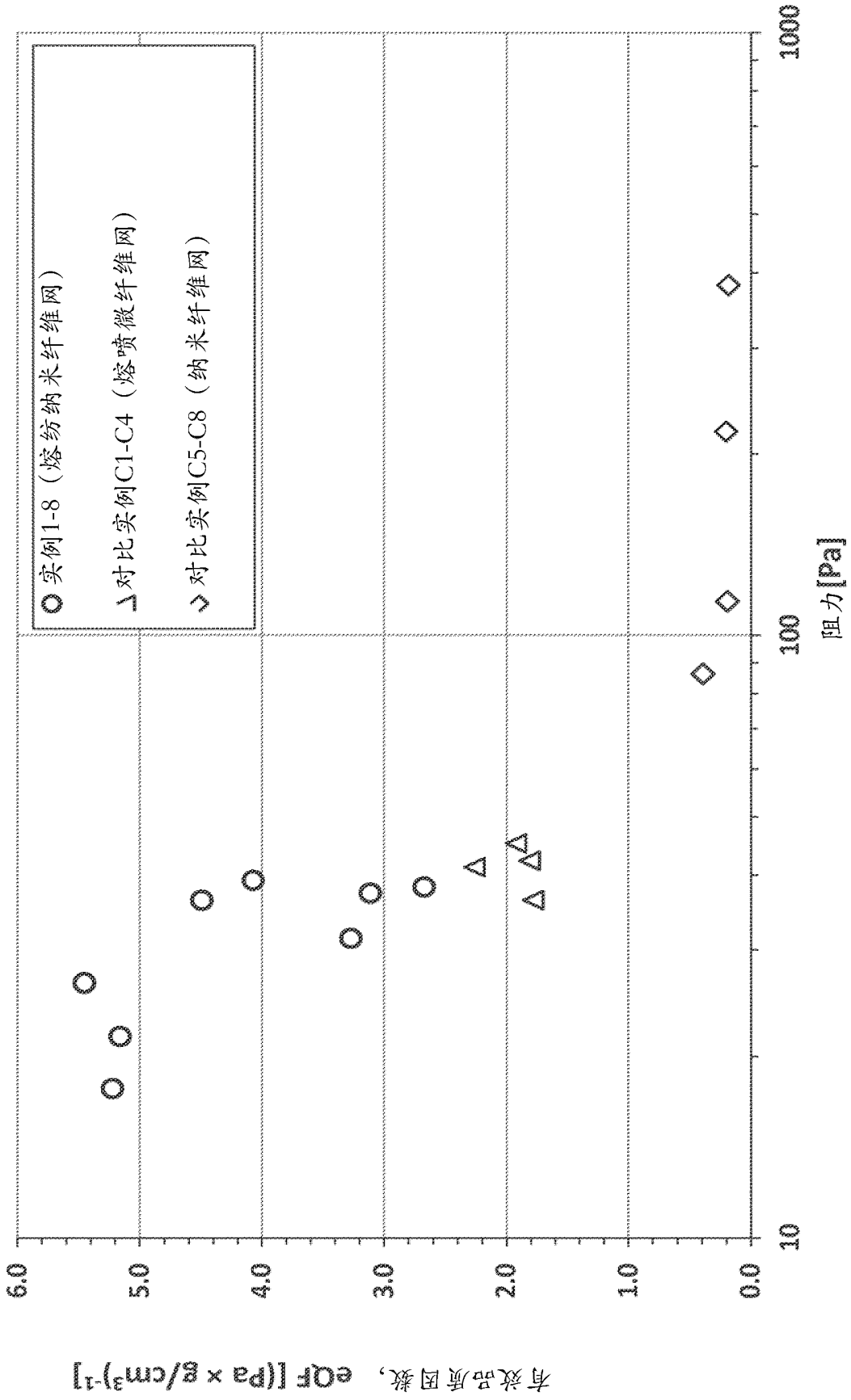


图 7

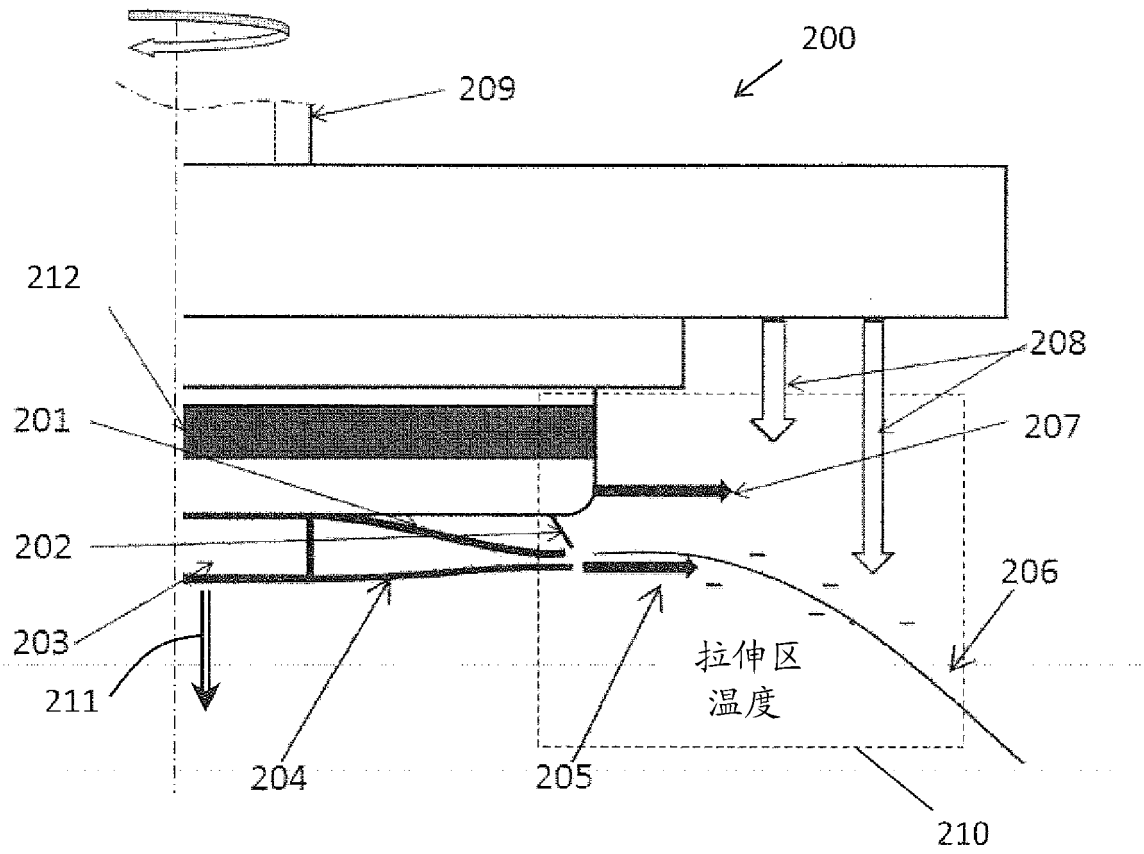


图 8