

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-195991

(P2014-195991A)

(43) 公開日 平成26年10月16日(2014.10.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B32B 27/30 (2006.01)	B32B 27/30 D	4D006
C08J 9/28 (2006.01)	C08J 9/28 CEW	4F074
B32B 5/32 (2006.01)	B32B 5/32	4F100
B01D 71/36 (2006.01)	B01D 71/36	
B01D 69/12 (2006.01)	B01D 69/12	

審査請求 有 請求項の数 11 O L 外国語出願 (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-23590 (P2014-23590)
 (22) 出願日 平成26年2月10日 (2014.2.10)
 (31) 優先権主張番号 13/768,021
 (32) 優先日 平成25年2月15日 (2013.2.15)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 596064112
 ポール・コーポレーション
 Pall Corporation
 アメリカ合衆国, ニューヨーク州 11
 050, ポート ワシントン, ハーバ
 ー パーク ドライヴ 25
 (74) 代理人 100107456
 弁理士 池田 成人
 (74) 代理人 100162352
 弁理士 酒巻 順一郎
 (74) 代理人 100123995
 弁理士 野田 雅一
 (74) 代理人 100148596
 弁理士 山口 和弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 PTFE膜を含む複合体

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】効率的な濾過が可能な細孔を有するポリテトラフルオロエチレン (P T F E) 多孔質膜であって、容易にブリーツ加工ができる濾過材及びその製造方法の提供。

【解決手段】2ナノメートル~20ナノメートルの細孔を有するPTFE多孔質膜を中間層とし、より大きい細孔を有するフルオロポリマー多孔質膜を両外層とした、PTFE多孔質中間膜を含む複合体であって、PTFEシートとフルオロポリマーを含むシートを別々に高圧にかける行程と、各シート内に気孔を作りPTFE多孔質膜及びフルオロポリマー多孔質膜を形成する行程と、各多孔質膜を高温に暴露するがPTFE膜及びのフルオロポリマー膜の構造を安定化しない行程と、PTFE多孔質膜を2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置する行程と、3層の膜を200 以上でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満の温度に暴露し膜の構造を安定化する行程を含む方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第 1 の多孔質表面及び第 2 の多孔質表面、並びに約 2 ナノメートル～約 20 ナノメートルの範囲の細孔等級を備え、各々が少なくとも約 50 ナノメートルの細孔等級を有する第 1 及び第 2 のフルオロポリマー多孔質膜の間に挿入され結合し、約 0.2 N/cm～約 2.5 N/cm の範囲の剥離強度を有する PTFE 多孔質中間膜を含む複合体。

【請求項 2】

PTFE 多孔質中間膜の第 1 及び第 2 の多孔質表面が、各々約 1 以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する、請求項 1 に記載の複合体。

【請求項 3】

第 1 及び第 2 のフルオロポリマー多孔質膜が PTFE 膜である、請求項 1 又は 2 に記載の複合体。

【請求項 4】

約 2 ナノメートル～約 20 ナノメートルの範囲の細孔等級を有する PTFE 多孔質膜が、各々が少なくとも約 50 ナノメートルの細孔等級を有する第 1 及び第 2 の PTFE 多孔質膜の間に挿入され結合し、約 0.2 N/cm～約 2.5 N/cm の範囲の剥離強度を有する、結合された 3 枚の PTFE 多孔質膜からなる複合体。

【請求項 5】

約 2 ナノメートル～約 20 ナノメートルの範囲の細孔等級を有する PTFE 多孔質膜が、各々約 1 以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する第 1 及び第 2 の多孔質表面を有する、請求項 4 に記載の複合体。

【請求項 6】

第 1 及び第 2 の PTFE 多孔質膜が、約 50 ナノメートル～約 5 マイクロメートルの範囲の細孔等級を有する、請求項 3～5 のいずれか一項に記載の複合体。

【請求項 7】

第 1 及び第 2 の PTFE 多孔質膜が、約 0.1 マイクロメートル～約 1 マイクロメートルの範囲の細孔等級を有する、請求項 3～5 のいずれか一項に記載の複合体。

【請求項 8】

波形である、請求項 1～7 のいずれか一項に記載の複合体。

【請求項 9】

少なくとも 3 枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、少なくとも 1 枚のフルオロポリマー膜が PTFE 多孔質膜である複合体を製造する方法であって、

(1a) 少なくとも 1 枚の PTFE を含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(1b) シート内に初期気孔率を作り出して PTFE 多孔質膜を形成するステップと、

(1c) PTFE 多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせが PTFE 膜の構造を安定化しないステップと、

(2a) 少なくとも 1 枚のフルオロポリマーを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(2b) シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、

(2c) フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがフルオロポリマー膜の構造を安定化しないステップと、

(3a) (1c) の PTFE 多孔質膜を (2c) の 2 枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3 層の膜を形成するステップと、

(3b) 3 層の膜を高圧並びに高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約 200 で PTFE 及びフルオロポリマーの融解温度未満であり、温度と暴露時間の組み合わせが膜の構造を安定化するステップと

を含む方法。

【請求項 10】

10

20

30

40

50

少なくとも3枚のPTFE多孔質膜を含む複合体を製造する方法であって、

(1a) 少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(1b) シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、

(1c) PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、

(2a) 少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(2b) シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップであり、PTFE膜の気孔率が(1b)のPTFE膜の気孔率未満であるステップと、

(2c) PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、

(3a) (1c)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のPTFE多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、

(3b) 3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200 ~ 325 未満であるステップとを含む方法。

【請求項11】

少なくとも3枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、フルオロポリマー中間膜がPTFE多孔質膜である複合体を製造する方法であって、

(1a) 少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(1b) シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、

(1c) PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供し、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、

(1d) 安定化していないPTFE膜を所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(1e) 続いて、安定化していないPTFE膜を少なくとも約200 ~ 325 未満の高温に少なくとも約10秒間供するステップであり、高温に供されている間、膜が加熱要素と接触しないステップと、

(2a) 少なくとも1枚のフルオロポリマーを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、

(2b) シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、

(2c) フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがフルオロポリマー膜の構造を安定化しないステップと、

(3a) (1e)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、

(3b) 3層の膜を高圧並びに高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200 でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満であるステップと

を含む方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の背景】

【0001】

[0001] 延伸PTFE (ePTFE) 膜は、種々の液体及び気体濾過の用途において使用される。しかしながら、単層の小さい細孔のPTFE膜は、相対的に不安定であり得及び/又は効率的に機能しないことがある。さらに、単層の小さい細孔のPTFE膜のブリーツ加工は、膜の効率に悪影響を及ぼす。したがって、効率的な濾過を提供するこのような小さい細孔のPTFE膜を含み、好ましくはブリーツ加工できる物品が必要とされている。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 2 】

[0002]本発明のこれら及び他の利点は、以下に述べる説明から明らかになるであろう。

【 発明の概要 】

【 0 0 0 3 】

[0003]本発明の実施形態は、各々が少なくとも約50ナノメートルの細孔等級を有する第1及び第2のフルオロポリマー多孔質膜の間に挿入され結合し、約0.2N/cm~約2.5N/cmの範囲の剥離強度を有し、約2ナノメートル~約20ナノメートルの範囲の細孔等級を有するPTFE多孔質膜を含む複合体を提供する。複合体は、膜の間に接着剤がないことが好ましい。一実施形態において、約2ナノメートル~約20ナノメートルの細孔等級を有するPTFE多孔質膜は、第1及び第2の多孔質表面を備え、表面は各々、約1以上、いくつかの実施形態では、約2以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する。

10

【 0 0 0 4 】

[0004]別の実施形態では、結合された3つのPTFE多孔質膜からなる複合体が提供され、約2ナノメートル~約20ナノメートルの範囲の細孔等級を有するPTFE多孔質膜が、各々が少なくとも約50ナノメートルの細孔等級を有する第1及び第2のPTFE多孔質膜の間に挿入され結合し、約0.2N/cm~約2.5N/cmの範囲の剥離強度を有する。複合体は、膜の間に接着剤がないことが好ましい。一実施形態において、約2ナノメートル~約20ナノメートルの細孔等級を有するPTFE多孔質膜は、第1及び第2の多孔質表面を備え、表面は各々、約1以上、いくつかの実施形態では、約2以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する。

20

【 0 0 0 5 】

[0005]別の実施形態において、少なくとも3枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、少なくとも1枚のフルオロポリマー膜はPTFE多孔質膜である複合体を製造する方法は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(2a)少なくとも1枚のフルオロポリマーを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、(2c)フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1c)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満であり、温度と暴露時間の組み合わせが膜の構造を安定化するステップとを含む。(3b)の高温は少なくとも約200~325未満であることが好ましい。

30

【 0 0 0 6 】

[0006]本発明の実施形態による少なくとも3枚のPTFE多孔質膜を含む複合体を製造する方法は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(2a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップであり、PTFE膜の気孔率が(1b)のPTFE膜の気孔率未満であるステップと、(2c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1c)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のPTFE多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少な

40

50

くとも約200 ~ 325 未満であるステップとを含む。

【0007】

【0007】少なくとも3枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、フルオロポリマー中間膜はPTFE多孔質膜である複合体を製造する方法のさらに別の実施形態は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(1d)安定化していないPTFE膜を所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(1e)続いて、安定化していないPTFE膜を少なくとも約200 ~ 325 未満の高温に少なくとも約10秒間供するステップであり、高温に供されている間、膜が加熱要素と接触しないステップと、(2a)少なくとも1枚のフルオロポリマーを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけるステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、(2c)フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがフルオロポリマー膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1e)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200 でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満であるステップとを含む。(3b)の高温は少なくとも約200 ~ 325 未満であることが好ましく、(2a)のフルオロポリマーを含むシートはPTFEを含むシートであって、複合体は3枚のPTFE多孔質膜を含むことがより好ましい。

【0008】

【0008】複合体を含む濾過装置及び物品、並びに複合体を使用する方法もまた、本発明の実施形態にしたがって提供される。

【発明の詳細な説明】

【0009】

【0009】本発明の実施形態によれば、各々が少なくとも約50ナノメートルの細孔等級を有する第1及び第2のフルオロポリマー多孔質膜の間に挿入され結合し、約0.2N/cm ~ 約2.5N/cmの範囲の剥離強度を有し、約2ナノメートル~約20ナノメートルの範囲の細孔等級を有するPTFE多孔質膜を含む、少なくとも1枚のPTFE膜を含む複合体が提供される。

【0010】

【0010】典型的には、第1及び第2のフルオロポリマー多孔質膜はPTFE膜である。

【0011】

【0011】別の実施形態では、結合された3枚のPTFE膜からなる複合体が提供され、その中で、約2ナノメートル~約20ナノメートルの範囲の細孔等級を有するPTFE多孔質膜が、各々が少なくとも約50ナノメートルの細孔等級を有する第1及び第2のPTFE多孔質膜の間に挿入され結合し、約0.2N/cm ~ 約2.5N/cmの範囲の剥離強度を有する。

【0012】

【0012】複合体は、膜の間に接着剤がないことが好ましい。複合体のいくつかの実施形態では、約2ナノメートル~約20ナノメートルの細孔等級を有するPTFE多孔質膜は、第1及び第2の多孔質表面を備え、表面は各々、約1以上、いくつかの実施形態では、約2以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する。

【0013】

【0013】複合体のいくつかの実施形態では、第1及び第2のPTFE多孔質膜は、約50ナノメートル~約5マイクロメートルの範囲の細孔等級、例えば、約0.1マイクロメートル~約1マイクロメートルの範囲の細孔等級を有する。

【0014】

10

20

30

40

50

[0014]いくつかの実施形態では、複合体は波形である。

【0015】

[0015]少なくとも3枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、少なくとも1枚のフルオロポリマー膜は本発明の実施形態によるPTFE多孔質膜である複合体を製造する方法は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(2a)少なくとも1枚のフルオロポリマーを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、(2c)フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがフルオロポリマー膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1c)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満であり、温度と暴露時間の組み合わせが膜の構造を安定化するステップとを含む。(3b)の高温は少なくとも約200~325未満の範囲であることが好ましく、(2a)のフルオロポリマーを含むシートはPTFEを含むシートであって、複合体は3枚のPTFE多孔質膜を含むことがより好ましい。

10

20

【0016】

[0016]場合により、(1c)は、PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供し、温度と暴露時間の組み合わせはPTFE膜の構造を安定化しないことと、続いて安定していないPTFE膜を所与の暴露時間高圧にかけることの両方を含むことができる。

【0017】

[0017]本発明の実施形態による少なくとも3枚のPTFE多孔質膜を含む複合体を製造する方法は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(2a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップであり、PTFE膜の気孔率が(1b)のPTFE膜の気孔率未満であるステップと、(2c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1c)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のPTFE多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200~325未満であるステップとを含む。

30

【0018】

[0018]少なくとも3枚のフルオロポリマー多孔質膜を含み、フルオロポリマー中間膜はPTFE多孔質膜である複合体を製造する方法のさらに別の実施形態は、(1a)少なくとも1枚のPTFEを含むシートを所与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(1b)シート内に初期気孔率を作り出してPTFE多孔質膜を形成するステップと、(1c)PTFE多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがPTFE膜の構造を安定化しないステップと、(1d)安定化していないPTFE膜を所与の暴露時間高圧にかけると、(1e)続いて、安定化していないPTFE膜を少なくとも約200~325未満の高温に少なくとも約10秒間供するステップであり、高温に供されている間、膜が加熱要素と接触しないステップと、(2a)少なくとも1枚のフルオロポリマーを含むシートを所

40

50

与の暴露時間高圧にかけ、場合により、シートから潤滑剤を除去するステップと、(2b)シート内に初期気孔率を作り出してフルオロポリマー多孔質膜を形成するステップと、(2c)フルオロポリマー多孔質膜を所与の暴露時間高温に供するステップであり、温度と暴露時間の組み合わせがフルオロポリマー膜の構造を安定化しないステップと、(3a)(1e)のPTFE多孔質膜を(2c)の2枚のフルオロポリマー多孔質膜の間に配置し、3層の膜を形成するステップと、(3b)3層の膜を高圧及び高温(に供して、複合体を形成するステップであり、高温が少なくとも約200以上でPTFE及びフルオロポリマーの融解温度未満であるステップとを含む。(3b)の高温は約200以上325未満であることが好ましく、より好ましくは、(2a)のフルオロポリマーを含むシートはPTFEを含むシートであって、複合体は3枚のPTFE多孔質膜を含む。

10

【0019】

[0019]本発明による複合体は、安定した微細孔のPTFE膜を中間膜として提供することが有利であり、複合体は中間膜の性能に深刻な影響を与えることなく波形をつけることができる。さらに、又は代替として、複合体は、気泡を含有する流体の濾過などの用途に特に好適である。その理由は、複合体中の膜は容易に分離しないので、膜の間の気泡の捕捉(「プリスター」を生じ得る)を最小限にでき、同時に、膜は、膜の細孔構造に悪影響を及ぼすほどには、強固に結合(例えば、溶融によって)していないためである。

【0020】

[0020]複合体中の層は結合されており、約0.2N/cm~約2.5N/cmの範囲の剥離強度を有し、剥離強度は、ASTM D1876-08「Standard Test Method of Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test)」に準拠して決定される。約0.2N/cm~約2.4N/cmの範囲の剥離強度、いくつかの実施形態において、約0.2N/cm~約2.0N/cmの範囲の剥離強度が好ましい。

20

【0021】

[0021]本発明の好ましい実施形態によれば、3枚の多孔質膜は、3枚の膜を互いに接触させて配置し、組み合わせた膜に熱及び圧力を加えることによって、それらの間に別の接着剤材料を存在させることなく結合される。いかなる特定の理論に拘束されるものではないが、膜の表面で溶融はほとんど又は全く起こらないため、膜の細孔構造にほとんど又は全く悪影響を及ぼさないと考えられる。

30

【0022】

[0022]本発明の実施形態による方法は、連続的な膜の生産とバッチ生産の両方に好適であることが有利である。さらに、本発明の実施形態による方法は、「調整可能」であり、種々の細孔等級又はグレードの膜を効率的に生産できる。

【0023】

[0023]好ましい実施形態において、第1、第2、及び中間の多孔質膜はPTFE多孔質膜を含み、第1及び第2の多孔質膜は、例えば、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロピレンコポリマー、ポリフッ化ビニル、及びポリフッ化ビニリデン(PVDF)を含む任意のフルオロポリマー膜を含むことができる。

【0024】

[0024]本発明の実施形態によれば、フルオロポリマーを含むシート及び/又はPTFEを含むシートは、当技術分野で知られているように最初に調製することができる。典型的には、PTFE粉末樹脂(より微細な粉末樹脂は微細孔のPTFE中間膜用に使用され、より大きい粉末樹脂はより大きい細孔のフルオロポリマー又はPTFE膜用に使用される)は、流体潤滑剤と混合され、ピレットに形成され、プレス加工されてプリフォームが形成され、これが、25:1~100:1の範囲の縮小率を有する扇形ダイを通して押出加工されて、平らにされたシートを形成する。各平らにされたシートは目標とする厚さにカレンダー加工され、潤滑剤は、例えば潤滑剤を蒸発させるための高圧蒸気接触面を使用して、好ましくは、平らにされたシートから除去される。潤滑剤が除去されたカレンダー加工済シートは、一連の加熱された(100~175)変速式制御ローラの上を通過す

40

50

ることによって好ましくは機械方向に伸ばされ、延伸倍率は、典型的には元の長さの約 1.1 ~ 約 20 倍である。次に、機械方向配向シート（又はテープ）は横方向に延伸され、所望の延伸倍率、典型的には幅の約 1.2 ~ 約 30 倍の延伸倍率を達成することが好ましい。テープは、横方向に延伸している間又はその直後、加熱ゾーン（典型的な温度は、約 550 °F ~ 約 875 °F（約 288 ~ 468））を通過することが好ましい（しかしながら、加熱が膜の構造を安定化する当該技術分野で知られている方法と対照的に、本発明の実施形態によれば、加熱は短時間、例えば約 60 秒未満、好ましくは、約 10 秒 ~ 約 40 秒の範囲で行われるため構造は安定化しない）。

【0025】

[0025]本発明の実施形態によれば、得られる PTFE 多孔質膜若しくはフルオロポリマー多孔質膜及び/又は多層膜は、続いて所与の暴露時間高圧にかけられ、その後、少なくとも約 10 秒の暴露時間、少なくとも約 200 ~ 325 未満の高温に供される（個々に又は多層構造体内で膜（複数可）を安定化するために）。いくつかの実施形態において、高温に供されている間、個々の膜及び/又は多層構造体は加熱要素に接触しない。

10

【0026】

[0026]上記要約したように、横方向に延伸している間又はその直後、テープを加熱ゾーンに通すことに関して（典型的な温度は、約 550 °F ~ 約 875 °F（約 288 ~ 468））、当該技術分野で知られている調製と対照的に、本発明による好ましい実施形態では、これは加熱要素との接触なしで行われる。

【0027】

[0027]テープを加熱ゾーンに通した後、本発明の実施形態によれば、個々のフルオロポリマー多孔質膜、個々の PTFE 多孔質膜（好ましくは、二軸延伸 PTFE 多孔質膜）又は多層の多孔質膜は、高温に供される前に高圧下で圧縮される（例えば、カレンダー加工される、若しくは当該技術分野で知られている他の工程によって圧縮される）。膜の初期気孔率は、例えば、延伸、伸張、穿孔及び/又は当該技術分野で知られている他の工程によって作り出すことができる。典型的には、膜（複数可）及び/又は多層構造体は少なくとも約 30 ポンド/平方インチ (psi)（約 207 kPa）、例えば、約 50 psi（約 345 kPa）~ 約 600 psi（約 4140 kPa）の範囲又はそれ以上の圧力下で圧縮され、好ましくは、膜は約 225 psi（1552 kPa）~ 約 350 psi（2415 kPa）の範囲又はそれ以上の圧力下で圧縮される。

20

30

【0028】

[0028]典型的には、膜及び/又は多層構造体は、約 5 フィート/分 (fpm)（約 0.03 メートル/秒 (mps)）~ 約 30 fpm（約 0.15 mps）の範囲の速度でカレンダーロールを通過する。しかしながら、速度はより速くてもより遅くてもよい。速度は少なくとも約 10 fpm（約 0.05 mps）であることが好ましい。

【0029】

[0029]多孔質膜又は多層構造体は圧縮された後、膜を安定化するために所与の暴露時間高温に供され、高温は、約 200 から無修飾のフルオロポリマー及び PTFE の融点未満の範囲、好ましくは約 200 ~ 325 未満であり、これは、PTFE の融点未満（純粋な無修飾の PTFE の融点は約 345 である）であり、暴露時間は典型的には少なくとも約 10 秒、例えば、約 20 秒 ~ 約 35 分の範囲であり、好ましくは、暴露時間は少なくとも約 45 秒、例えば約 60 秒 ~ 約 20 分の範囲である。典型的には、高温は少なくとも約 200（しかし 325 未満）、例えば、約 220 ~ 約 320 の範囲であるが、温度はより高い（しかし 325 未満）又はより低くてもよい。必要に応じて、膜が高温に供されている間、膜は一方向に延伸される（例えば、約 5% ~ 約 50% 横方向に延伸される）及び/又は二軸延伸されることができ。

40

【0030】

[0030]典型的には、膜及び/又は多層構造体は、約 5 fpm（約 0.03 mps）~ 約 30 fpm（約 0.15 mps）の範囲の速度で加熱された空気室を通過する。しかしながら、速度はより速くてもより遅くてもよい。速度は少なくとも約 10 fpm（約 0.0

50

5 m p s) であることが好ましい。

【 0 0 3 1 】

[0031] 高温での暴露時間は高圧での暴露時間と異なり得る。

【 0 0 3 2 】

[0032] 本発明の実施形態による複合体中で使用される微細孔 P T F E 膜 (微細孔の P T F E 膜は複合体中の中間膜である) を製造する方法の 1 つの好ましい実施形態によれば、P T F E 膜は、膜の主要な表面 (上面及び下面) が加熱されたローラなどの加熱要素に直接接触することなく、高温に供される (膜を安定化させるために) 。もっと正確に言えば、膜の少なくとも一方の主要な表面は、例えば対流熱又は放射熱 (赤外線、マイクロ波若しくは加熱された空気を含む) に暴露される、例えば、少なくとも約 2 0 0 ~ 3 2 5 未満の温度でオープンを通過する間、膜を少なくとも対向する縁部で拘束して収縮を防止しながら、コンペアオープンなどの加熱された空気室内の加熱空気に暴露する。いかなる特定の機構に拘束されるものではないが、膜の主要な表面を加熱要素に直接接触させることなく多孔質膜を P T F E の融点未満の高温に供することはアニール工程に似ており、結晶構造を安定化しながら細孔の融合及び / 又は閉塞をより少なくすると考えられる。対照的に、いかなる特定の機構に拘束されるものではないが、膜の主要な表面の一方又は両方を加熱要素に直接接触させながら多孔質膜を P T F E の融点以上の高温に供することは焼結工程に似ており、細孔の融合及び / 又は閉塞をより多くすると考えられる。

10

【 0 0 3 3 】

[0033] 代替として、又はさらに、微細孔の P T F E 多孔質中間膜を高温に供すること (膜を安定化するために) は、P T F E 膜をより大きい細孔のフルオロポリマー又は P T F E 膜の間に挿入する、例えば、P T F E 膜をより大きい細孔の膜によって適切な位置に保持し、多層構造体が約 2 0 0 ~ 3 2 5 未満の範囲の高温に供され、P T F E 中間膜を安定化する。

20

【 0 0 3 4 】

[0034] P T F E 中間膜を適切な位置に保持することに関して、膜の層はロールから解かれて、より微細孔のより保持力のある P T F E 膜の層は、より大きい細孔の膜の層の間に積層される。積層された 3 つの膜は、特定の力及び速度でカレンダーに投入され、さらなる加工において複合体の取扱いを容易にするためのわずかな結合が層にもたらされる。必要に応じて、複合体は、特定の速度、伸張及び温度でテンターを通過させられて (それは、加熱要素と接触すること、又は加熱要素と接触しないことを含み得る) 、熱が膜の層を安定化する。カレンダー及び / 又はテンターを出ると、膜の層は機械的に結合されて、複合体は単層として扱える。

30

【 0 0 3 5 】

[0035] 必要に応じて、複合体又は複合体のロールはさらに加工され、例えば、複合体にディウェッティングを起こさない性質を付与する、及び複合体を組み立ててエレメント形態にする。

【 0 0 3 6 】

[0036] 本発明による膜及び複合体は、良好な機械的安定性を有し、例えば、例示的には、1 5 0 まで 3 0 分間加熱され冷却して、約 4 0 % ~ 約 5 0 % の寸法変化を示している未処理の膜と対照的に、本発明のいくつかの実施形態による複合体中の膜は、約 1 % ~ 約 3 0 % の範囲の寸法変化を示す。

40

【 0 0 3 7 】

[0037] いくつかの実施形態において、例えば、膜の主要な表面 (すなわち膜の上面と下面) を加熱要素に接触させることなく高温に供することを含む工程によって調製された、P T F E 中間膜の第 1 及び第 2 の多孔質表面は各々、約 1 以上 (例えば、約 1 ~ 約 5 の範囲で) 、さらに典型的には、約 1 . 5 以上、好ましくは、約 2 以上、例えば、約 2 ~ 約 5 の範囲である、非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する。

【 0 0 3 8 】

[0038] 非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を決定するための種々の方法

50

がある。この出願における実施例3では、膜表面のSEM画像を得て、オートキャド(AUTOCAD)ソフトウェア(AutoDesk, Inc., San Rafael, CA)を使用して複写される。平らになって溶け合った(融合)ノードの外辺部周囲に線が引かれ、ソフトウェアがすべての融合ノードの総面積を計算する。同様に、(異なる線種を使用して)非融合ノードの外辺部周囲に線が引かれ、ソフトウェアがすべての平らになった融合ノードの総面積を計算する。ソフトウェアは、非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を計算する。

【0039】

[0039]フルオロポリマー多孔質膜及びPTFE多孔質膜に使用される細孔構造は、流体から除去される粒子のサイズ、処理されるべき流体の組成及び処理された流体の所望の流出物のレベルに依存する。複合体中のフルオロポリマー多孔質膜及びPTFE多孔質膜は、任意の好適な細孔構造(PTFE多孔質中間膜は、ナノメートル範囲の任意の好適な細孔構造を有することができる)、例えば、細孔等級、細孔径(例えば、バブルポイント、若しくは例えば米国特許第4,340,479号に記載されている K_L (例えば、約65~約100psiの範囲)によって明示される、又は毛管凝縮フローポロメトリー(capillary condensation flow porometry)によって明示される)、平均流量孔(MFP)サイズ(例えば、ポーパーポロメーター(Porvair Porometer)(Porvair plc, Norfolk, UK)、若しくは商標ポロラックス(POROLUX)(Porometer.com; Belgium)のもとで市販されているポロメーターなどのポロメーターを用いて特徴づける場合)、細孔直径(例えば、米国特許第4,925,572号に記載されている改良OSU F2試験を用いて特徴づける場合)、除去評価、又は金粒子効率若しくは負荷試験評価(例えば、Mizuno, T.ら、「A Novel Filter Rating Method Using Less Than 30-nm Gold Nanoparticle and Protective Ligand」、IEEE Transactions of Semiconductor Manufacturing, 22(4)、452、(2009)に記載されている)を有することができる。

【0040】

[0040]IEEE Transactions of Semiconductor Manufacturing, 22(4)、452、(2009)のMizuno, T.らに基づく金粒子濾過効率を決定する典型的な方法は、以下の通り要約できる。材料：超純水(UPW)源；金コロイドナノ粒子、単分散、NISTトレーサブル源；好ましくは、表面処理剤、例えばメルカプトコハク酸又は2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール；カートリッジ又は平板ディスク用のフィルターハウジング；流量制御及び測定、圧力制御及び測定；注入又はシリンジポンプ；UPWのpH、抵抗率、TOC、温度測定；並びにAu濃度を測定するための誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)。試験プロトコル：汚染を最小限にしながら、フィルターカートリッジ又は平板試料を設置し；フィルターをアルコールで予め湿らせて、続いてUPWでフラッシングし；フィルターを表面処理剤中で30分間前処理して、すべての面にコーティングを施し；フィルターを湿らすためにUPW流を開始し；閉じ込められた空気を除去するためにハウジングに通気孔をつけ；UPWのTOC、抵抗率、pH、温度を監視し；フィルターの下流の試料をUPW対照として集め(汚染を最小限にしながら)、代表的な試料を集め；Auコロイド懸濁液(適当な表面処理剤を含有するUPW中で希釈された、適当な濃度で)を注入し；最低濃度を使用して、ICP-MSにおいて対数減少値(LRV)3の分解能を得て(平板試料については、全体積をAu NPのチャレンジ濃度にして、ポンプ又は N_2 圧を用いてチャレンジ懸濁液を平板試料に流すことができる)；上流及び下流試料のアリコート例えば10、30及び60分の時点で集め；未加工で追跡可能な市販されている較正用Au標準としてUPW対照試料を用いて、ICP-MSを介してAu濃度を測定し、Auコロイド濃度の範囲の直線性をチェックし(希釈液が上流試料用に必要な場合がある)；ICP-MSのAu測定(例えば、AuコロイドはAuCl₃であってもよい

)からAuコロイドNP濃度を計算し; 60分の試料からのLRV: $LRV = \log(\text{上流} / \text{下流})$ を計算する。

【0041】

[0041]本発明の実施形態による複合体中の小さい細孔のPTFE多孔質中間膜は、約1ナノメートル~約50ナノメートルの範囲の細孔等級を有することが好ましく、典型的には、約2ナノメートル~約35ナノメートルの範囲、好ましくは、約5ナノメートル~約20ナノメートルの範囲の細孔等級を有する。本発明による複合体中の大きい細孔のフルオロポリマー(好ましくはPTFE)多孔質膜は、典型的には、約50ナノメートル~約5マイクロメートルの範囲、好ましくは、約0.1マイクロメートル~約1マイクロメートルの範囲の細孔等級を有する。

10

【0042】

[0042]フルオロポリマー多孔質膜、好ましくは、PTFE多孔質膜は、任意の所望の臨界湿潤表面張力(CWST、例えば米国特許第4,925,572号に定義されている)を有することができる。CWSTは、例えば、米国特許第5,152,905号、第5,443,743号、第5,472,621号及び第6,074,869号にさらに開示されている、当技術分野で知られているように選択することができる。典型的には、膜は、約19ダイン/cm(約 19×10^{-5} N/cm)~約25ダイン/cm(約 25×10^{-5} N/cm)の範囲のCWSTを有する。

【0043】

[0043]膜及び/又は複合体の表面特性は、(例えば、CWSTに影響を及ぼすために、表面電荷、例えば正若しくは負の電荷を含むために、及び/又は表面の極性若しくは親水性を変えるために)湿式若しくは乾式酸化によって、コーティング若しくはポリマーを表面上に付着させることによって、又はグラフト反応によって改質できる。改質は、例えば、照射、極性若しくは荷電したモノマー、荷電したポリマーによる表面のコーティング及び/又は硬化、並びに化学修飾を行って官能基を表面に付着させることを含む。グラフト反応は、エネルギー源、例えばガスプラズマ、蒸気プラズマ、コロナ放電、熱、バン・デ・グラーフ起電機、紫外線、電子ビーム若しくは種々の他の形態の放射線への暴露によって、又はプラズマ処理を使用した蒸着によって活性化されてもよい。

20

【0044】

[0044]いくつかの実施形態において、複合体は3枚の膜からなる。しかしながら、他の実施形態において、複合体、及び/又は複合体を含むフィルター及び/又はフィルターエレメントは、異なる構造及び/又は機能を有し得る追加の要素、層又は構成要素、例えば、予備濾過、支持体、排水、スペーシング及び緩衝作用の任意の1つ又は複数のうちの少なくとも1つを含むことができる。例示的には、フィルターはまた、少なくとも1つの追加要素、例えばメッシュ及び/又はスクリーンを含むことができる。

30

【0045】

[0045]本発明の実施形態によれば、フィルター、フィルター要素及び/又は複合体は、平面状、ひだ状、中空円筒状を含む種々の構成を有することができる。

【0046】

[0046]フィルター、フィルター要素及び/又は複合体自体は、典型的には、少なくとも1つの入口と少なくとも1つの出口を備え、入口と出口との間に少なくとも1つの流体流路を画定するハウジング内に配置されて、その中で複合体は流体流路を横切って、フィルター装置を提供する。クロスフロー用途のために、フィルター、フィルター要素及び/又は複合体は、少なくとも1つの入口と少なくとも2つの出口を備え、入口と第1の出口との間に少なくとも第1の流体流路、並びに入口と第2の出口との間に第2の流体流路を画定するハウジング内に配置されて、複合体が第1の流体流路を横切ってフィルター装置を提供することが好ましい。フィルター装置は滅菌可能であってもよい。好適な形状及び少なくとも1つの入口と少なくとも1つの出口を提供する任意のハウジングを使用してもよい。

40

【0047】

50

[0047]ハウジングは、任意の不浸透性の熱可塑性材料を含む任意の好適な堅い不浸透性の材料から作製でき、これは加工処理される流体と適合性がある。例えば、ハウジングは、ステンレススチールなどの金属又はポリマーから作製できる。一実施形態において、ハウジングはポリマーであり、いくつかの実施形態において、透明若しくは半透明のポリマー、例えばアクリル、ポリプロピレン、ポリスチレン、又はポリカーボネート樹脂である。

【0048】

[0048]以下の実施例は本発明をさらに例示しているが、当然、その範囲を何ら限定するものと解釈すべきではない。

実施例 1

10

【0049】

[0049]この実施例は、本発明の実施形態による複合体の調製を説明しており、細孔定格 10 nm の PTFE 膜を第 1 と第 2 の細孔定格 450 nm (0.45 ミクロン) の PTFE 膜の間に挿入する。

0.45 ミクロンの PTFE 膜の調製

【0050】

[0050]PTFE 樹脂ファインパウダーを炭化水素系流体潤滑剤と混合し、続いてピレットに形成する。空気圧プレスによって、ピレットにおよそ 70 ~ 90 psi (約 483 ~ 約 621 kPa) を加え、1 分間保持してプリフォームを形成する。油圧ラム押出機によって、プリフォームを縮小率 50 : 1 となるように 650 psi の圧力で扇形ダイアセンブリを通して押し出して、およそ 54 ミル (約 1372 ミクロン) の厚さの平らなシートにする。

20

【0051】

[0051]平らなシートをカレンダー加工して、目標とする最終厚さ 10 ミル (約 254 ミクロン) にする。次いで、潤滑剤を蒸発させるための高圧蒸気接触面を用いて潤滑剤を平らなシートから除去する。

【0052】

[0052]潤滑剤が除去されたカレンダー加工済シートを 150 に加熱した一連の変速式 (速い及び遅い) 制御ローラの上を通過させて、機械方向に伸ばす。媒体を元の長さの 1.1 倍に延伸する。続いて、機械方向配向媒体の縁部を横方向にクリップで挟み、クリップ間距離を増加させることによって機械方向配向媒体を横方向に延伸して、17 : 1 の延伸倍率を達成する。横方向に延伸した直後、テープを 850 ° F (約 454) で 20 秒間、加熱したオープン (加熱要素に接触していない輻射熱) に通す。

30

10 nm の PTFE 膜の調製

【0053】

[0053]PTFE 樹脂ファインパウダーを炭化水素系流体潤滑剤と混合し、続いてピレットに形成する。空気圧プレスによって、ピレットにおよそ 70 ~ 90 psi (約 483 ~ 約 621 kPa) を加え、1 分間保持してプリフォームを形成する。油圧ラム押出機によって、プリフォームを縮小率 50 : 1 となるように 650 psi の圧力で扇形ダイアセンブリを通して押し出して、およそ 54 ミル (約 1372 ミクロン) の厚さの平らなシートにする。

40

【0054】

[0054]平らなシートをカレンダー加工して、目標とする最終厚さ 8 ミル (約 203 ミクロン) にする。次いで、潤滑剤を蒸発させるための高圧蒸気接触面を用いて潤滑剤を平らなシートから除去する。

【0055】

[0055]潤滑剤が除去されたカレンダー加工済シートを 150 に加熱した一連の変速式 (速い及び遅い) 制御ローラの上を通過させて、機械方向に伸ばす。媒体を元の長さの 3

50

．0倍に延伸する。続いて、機械方向配向媒体の縁部を横方向にクリップで挟み、クリップ間距離を増加させることによって機械方向配向媒体を横方向に延伸して、21：1の延伸倍率を達成する。横方向に延伸した直後、テープを650°F（約343℃）で20秒間、加熱したオープン（加熱要素に接触していない輻射熱）に通す。

複合体の形成

【0056】

[0056]膜の層をロールから解いて、10nmの細孔膜（より微細なより保持力のある膜）のシート層を450nmの細孔膜（より大きい細孔の膜）のシート層の間に積層する。

【0057】

[0057]積層した3枚の膜を300psi（約2068kPa）、速度10fpm（0.05mps）でカレンダーに投入し、さらなる加工において複合体の取扱いを容易にするためのわずかな接着を層にもたす。カレンダーを出る3つの層は約5ミル（約127ミクロン）の総厚を有し、延伸なしで、加熱された空気室（オープン；加熱された要素と接触していない輻射熱）を15fpm（約0.08mps）の速度で通過し、300℃の温度に60秒間暴露する。加熱された空気室を出ると、膜の層は機械的に接着されて、複合体は単層として扱える。

【0058】

[0058]複合体の性質は以下の通りである。

【0059】

[0059]米国特許第4,340,479号に記載されている65～100psiの範囲のイソプロピルアルコール（IPA） K_L は、54.0～61.0であり、金粒子効率評価（Mizuno, T.ら、「A Novel Filter Rating Method Using Less Than 30-nm Gold Nanoparticle and Protective Ligand」、IEEE Transactions of Semiconductor Manufacturing, 22(4), 452, (2009)に記載され、先に要約されている）は、1.0～2.7logの除去であり、10nmの細孔等級に対応している。デルタPは8.7～15.4水銀柱インチであり、厚さは4.8～6.2ミル（約122～約157ミクロン）の範囲である。

【0060】

[0060]150℃まで30分間加熱した後、冷却し、複合体は6.0%～17.0%収縮する。

実施例2

【0061】

[0061]この実施例は、本発明の実施形態による複合体の調製を説明しており、10nmのPTFE膜を第1と第2の0.45ミクロンのPTFE膜の間に挿入し、複合体の調製は加熱された要素に接触することを含む。

【0062】

[0062]0.45ミクロン及び10nmのPTFE膜は、実施例1と同様にして調製する。

複合体の形成

【0063】

[0063]膜の層をロールから解いて、10nmの細孔膜（より微細なより保持力のある膜）のシート層を450nmの細孔膜（より大きい細孔の膜）のシート層の間に積層する。

【0064】

[0064]積層した3枚の膜を300psi（約2068kPa）、速度10fpm（0.05mps）でカレンダーに投入し、さらなる加工において複合体の取扱いを容易にするためのわずかな接着を層にもたす。カレンダーを出る3つの層は約5ミル（約127ミ

10

20

30

40

50

クロン)の総厚を有する。外側の膜の層をアルミニウム箔(7ミル(約178ミクロン)の厚さ)と接触させ、315で20分間強制空気オープンの中に置く。複合体を室温に冷却し、8時間後、箔インターリーブを除去する。

【0065】

[0065]複合体の性質は以下の通りである。

【0066】

[0066]米国特許第4,340,479号に記載された65~100psiの範囲のイソプロピルアルコール(IPA)K_Lは、54.3~61.5であり、金粒子効率値は2.0~2.4logの除去であり、10nmの細孔等級に対応している。デルタPは5.3~5.8水銀柱インチであり、厚さは3.7~4.6ミル(約94~約117ミクロン)の範囲である。

10

【0067】

[0067]150まで30分間加熱した後、冷却し、複合体は8.1%~15.6%収縮する。

実施例3

【0068】

[0068]この実施例は、本発明の実施形態による複合体の調製を説明しており、第1及び第2の多孔質表面(各々が約1以上の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する)を有する10nmのPTFE膜を第1と第2の0.45ミクロンのPTFE膜の間に挿入する。

20

【0069】

[0069]0.45ミクロンのPTFE膜は、実施例1と同様にして調製する。

10nmのPTFE膜の調製

【0070】

[0070]PTFE樹脂ファインパウダーを炭化水素系流体潤滑剤と混合し、続いてビレットに形成する。空気圧プレスによって、ビレットにおよそ70~90psi(約483~約621kPa)を加え、1分間保持してプリフォームを形成し、油圧ラム押出機によって、プリフォームを縮小率50:1となるように650psiの圧力で扇形ダイアセンプリを通して押し出して、およそ54ミル(約1372ミクロン)の厚さの平らなシートにする。

30

【0071】

[0071]平らなシートをカレンダー加工して、目標とする最終厚さ8ミル(約203ミクロン)にする。次いで、潤滑剤を蒸発させるための高圧蒸気接触面を用いて潤滑剤を平らなシートから除去する。

【0072】

[0072]潤滑剤が除去されたカレンダー加工済シートを150に加熱した一連の変速式(速い及び遅い)制御ローラの上を通過させて、機械方向に伸ばす。媒体を元の長さの3.0倍に延伸する。続いて、機械方向配向媒体の縁部を横方向にクリップで挟み、クリップ間距離を増加させることによって機械方向配向媒体を横方向に延伸して、21:1の延伸倍率を達成する。横方向に延伸した直後、テープを343で20秒間、加熱したオープン(加熱要素に接触していない輻射熱)に通す。

40

【0073】

[0073]その後、300psi(約2068kPa)の高圧下室温でPTFE多孔質膜をカレンダー加工して、0.5ミル(約13ミクロン)の最終目標厚さにする。媒体を10fpm(0.05mps)の速度でカレンダーロールに通す。

【0074】

[0074]多孔質膜を圧縮した後、加熱された空気室(オープン;加熱された要素と接触していない輻射熱)を通過させ、延伸なしで、300の温度に60秒間暴露する。膜を1

50

0 f p m (0 . 0 5 m p s) の速度で加熱された空気室に通す。

【 0 0 7 5 】

[0075]膜の第1及び第2の多孔質表面は、約2.2の非融合ノジュール面積と融合ノジュール面積との比を有する。

複合体の形成

【 0 0 7 6 】

[0076]膜の層をロールから解いて、10nmの細孔膜（より微細なより保持力のある膜）のシート層を450nmの細孔膜（より大きい細孔の膜）のシート層の間に積層する。

【 0 0 7 7 】

[0077]積層した3枚の膜を300psi（約2068kPa）、速度10fpm（0.05mps）でカレンダーに投入し、さらなる加工において複合体の取扱いを容易にするためのわずかな接着を層にもたらず。カレンダーを出る3つの層は約5ミル（約127ミクロン）の総厚を有し、延伸なしで、加熱された空気室（オープン；加熱された要素と接触していない輻射熱）を15fpm（約0.08mps）の速度で通過し、300の温度に60秒間暴露する。加熱された空気室を出ると、膜の層は機械的に接着されて、複合体は単層として扱える。

【 0 0 7 8 】

[0078]複合体の性質は以下の通りである。

【 0 0 7 9 】

[0079]米国特許第4,340,479号に記載された65~100psiの範囲のイソプロピルアルコール（IPA） K_L は、42.0~44.2である。デルタPは11.3~14.9水銀柱インチであり、厚さは5.9~6.2ミル（約150~約157ミクロン）の範囲である。

【 0 0 8 0 】

[0080]150まで30分間加熱した後、冷却し、複合体は6.0~8.0%収縮する。

実施例4

【 0 0 8 1 】

[0081]この実施例は、本発明の実施形態による複合体の調製を説明しており、10nmのPTFE膜を第1と第2の0.45ミクロンのPTFE膜の間に挿入する。

【 0 0 8 2 】

[0082]0.45ミクロンのPTFE膜は、実施例1と同様にして調製する。

10nmのPTFE膜の調製

【 0 0 8 3 】

[0083]PTFE樹脂ファインパウダーを炭化水素系流体潤滑剤と混合し、続いてビレットに形成する。空気圧プレスによって、ビレットにおよそ70~90psi（約483~約621kPa）を加え、1分間保持してプリフォームを形成し、油圧ラム押出機によって、プリフォームを縮小率50:1となるように650psiの圧力で扇形ダイアセンブリを通して押し出して、およそ54ミル（約1372ミクロン）の厚さの平らなシートにする。

【 0 0 8 4 】

[0084]平らなシートをカレンダー加工して、目標とする最終厚さ8ミル（約203ミクロン）にする。次いで、潤滑剤を蒸発させるための高圧蒸気接触面を用いて潤滑剤を平らなシートから除去する。

【 0 0 8 5 】

[0085]潤滑剤が除去されたカレンダー加工済シートを150に加熱した一連の変速式（速い及び遅い）制御ローラの上を通過させて、機械方向に伸ばす。媒体を元の長さの3

10

20

30

40

50

．0倍に延伸する。続いて、機械方向配向媒体の縁部を横方向にクリップで挟み、クリップ間距離を増加させることによって機械方向配向媒体を横方向に延伸して、21：1の延伸倍率を達成する。横方向に延伸した直後、テープを343で20秒間、加熱したオープン（加熱要素に接触していない輻射熱）に通す。

【0086】

[0086]その後、300psi（約2068kPa）の高圧下室温でPTFE多孔質膜をカレンダー加工して、0.5ミル（約13ミクロン）の最終目標厚さにする。媒体を10fpm（0.05mps）の速度でカレンダーロールに通す。

複合体の形成

10

【0087】

[0087]膜の層をロールから解いて、10nmの細孔膜（より微細なより保持力のある膜）のシート層を450nmの細孔膜（より大きい細孔の膜）のシート層の間に積層する。

【0088】

[0088]積層した3枚の膜を300psi（約2068kPa）、速度10fpm（0.05mps）でカレンダーに投入し、さらなる加工において複合体の取扱いを容易にするためのわずかな接着を層にもたらず。カレンダーを出る3つの層は約5ミル（約127ミクロン）の総厚を有し、延伸なしで、加熱された空気室（オープン；加熱された要素と接触していない輻射熱）を15fpm（約0.08mps）の速度で通過し、300の温度に60秒間暴露する。加熱された空気室を出ると、膜の層は機械的に接着されて、複合体は単層として扱える。

20

【0089】

[0089]複合体の性質は以下の通りである。

【0090】

[0090]米国特許第4,340,479号に記載された65～100psiの範囲のイソプロピルアルコール（IPA） K_L は、82.3～86.7である。デルタPは22.5～27.5水銀柱インチであり、厚さは4.6～4.8ミル（約117～約122ミクロン）の範囲である。

【0091】

[0091]150まで30分間加熱した後、冷却し、複合体は6.0～7.0%収縮する。

30

【0092】

[0092]本明細書に引用した刊行物、特許出願及び特許を含むすべての参考文献は、あたかも各参考文献が参照により組み込まれると個別に及び具体的に示され、その全体が本明細書に示されているのと同じ程度まで参照により本明細書に組み込まれている。

【0093】

[0093]用語「1つ(a)」、「1つ(an)」、「その(the)」及び「少なくとも1つ」の使用、並びに本発明の説明の文脈において（特に以下の特許請求の範囲の文脈において）類似した指示物は、本明細書に特に指示がない又は文脈と明らかに矛盾しない限り、単数と複数の両方に及ぶものと解釈されるべきである。1つ又は複数の項目のリストが続く用語「少なくとも1つ」（例えば、「A及びBの少なくとも1つ」）の使用は、本明細書に特に指示がない又は文脈と明らかに矛盾しない限り、列挙された項目（A若しくはB）から選択される1つの項目、又は列挙された項目の2つ以上の任意の組み合わせ（A及びB）を意味するものと解釈されるべきである。用語「含む(comprising)」、「有する(having)」、「含む(including)」及び「含有する(containing)」は、別段の注記のない限り、オープンエンドの用語（すなわち、「を含むが、これらに限定されない」を意味する）として解釈されるべきである。本明細書での値の範囲の列挙は、本明細書に別段の指示がない限り、単に、範囲内に入る各別個の値を個々に言及する簡便な方法として役立つことを意図しており、それが個々に本明細書に記載されているかのように、各別個の値は本明細書の中に組み込まれる。本明細書

40

50

において特に指示がない限り、又は文脈と明らかに矛盾しない限り、本明細書で記載されているすべての方法は、任意の好適な順序で実施することができる。本明細書で提供される任意の及びすべての例、又は例示的言語（例えば「など」）の使用は、単に本発明をより明らかにすることを意図しており、特に請求されない限り、本発明の範囲を限定するものではない。本明細書中の言語は、本発明の実施に不可欠な任意の非請求要素を示すと解釈されるべきではない。

【 0 0 9 4 】

[0094]本発明の好ましい実施形態は、発明を実施するために発明者に知られている最良の形態を含め、本明細書に記載されている。それらの好ましい実施形態の変形形態は、前述の説明を読めば当業者に明らかになるであろう。本発明者らは、当業者が適宜このような変形形態を用いることを期待し、本発明者らは、本明細書に具体的に記載した以外の方法で本発明が実施されることを意図する。したがって、本発明は、適用法によって許容されるように、本明細書に添付の特許請求の範囲に記載の主題のすべての修正形態及び等価物を含む。さらに、本明細書において特に指示がない限り、又は文脈と明らかに矛盾しない限り、すべての可能な変形形態における上記要素の任意の組み合わせは本発明に含まれる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
B 0 1 D 71/32	(2006.01)	B 0 1 D 71/32	
B 0 1 D 69/02	(2006.01)	B 0 1 D 69/02	

(72)発明者 トーマス シー . グセル
 アメリカ合衆国, ニューヨーク州, グレン ヘッド, ワシントン アベニュー 19

(72)発明者 マイケル ジー . アイシー
 アメリカ合衆国, フロリダ州, ペース, シスルダウン コート 5610

(72)発明者 アマーナス シン
 アメリカ合衆国, ニューヨーク州, セルデン, バイシクル パス 274エヌ

(72)発明者 ジョアンナ フィールドینگ
 アメリカ合衆国, フロリダ州, ペンサコーラ, ノースポイント プレイス 4523

Fターム(参考) 4D006 GA02 GA44 HA21 HA41 HA71 JA25C MA02 MA03 MA08 MA09
 MA22 MB16 MB20 MC28 MC29 MC30X NA35 NA36 NA62 PA01
 4F074 AA39 AD01 AG20 CA04 CA07 CB37 CB47 CC02Z CC04X CC04Y
 CC04Z CC22X CC32Z CC47Y DA03 DA20 DA43
 4F100 AK18C BA03 BA06 BA10A BA10B BA11A BA11B BA21A BA21B DC02A
 DC02B DD12C DG01A DG01B DG15A DG15B DJ00A DJ00B DJ00C DJ10C
 EJ19 EJ42C EJ43C EJ58C GB56 JD15A JD15B JH01A JH01B JL12A
 JL12B YY00A YY00B YY00C

【外国語明細書】

2014195991000001.pdf