

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-503881

(P2017-503881A)

(43) 公表日 平成29年2月2日(2017.2.2)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)		
C08J 9/26 (2006.01)	C08J 9/26	1 O 2	4 F 0 7 4	
B01J 20/30 (2006.01)	C08J 9/26	C E Y	4 G 0 6 6	
B01J 20/26 (2006.01)	B01J 20/30		4 L 0 3 1	
D06M 23/08 (2006.01)	B01J 20/26	H	4 L 0 3 3	
D06M 15/27 (2006.01)	D06M 23/08			

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 45 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-541288 (P2016-541288)
(86) (22) 出願日	平成26年12月16日 (2014.12.16)
(85) 翻訳文提出日	平成28年7月27日 (2016.7.27)
(86) 國際出願番号	PCT/US2014/070448
(87) 國際公開番号	W02015/095100
(87) 國際公開日	平成27年6月25日 (2015.6.25)
(31) 優先権主張番号	61/917,517
(32) 優先日	平成25年12月18日 (2013.12.18)
(33) 優先権主張國	米国 (US)

(71) 出願人	505005049 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー
	アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133 -3427, セントポール, ポストオ フィス ボックス 33427, スリーエ ム センター
(74) 代理人	100088155 弁理士 長谷川 芳樹
(74) 代理人	100107456 弁理士 池田 成人
(74) 代理人	100128381 弁理士 清水 義憲
(74) 代理人	100162352 弁理士 酒巻 順一郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】分離用の多孔質物品

## (57) 【要約】

纖維性多孔質マトリックス及び多孔質ポリマー粒子を含む多孔質物品が提供される。多孔質ポリマー粒子は、纖維性多孔質ポリマーマトリックス全体に分散されている。本多孔質物品を使用して、分離装置又は分離装置を含むシステムを調製することができる。本多孔質物品は、微生物（即ち、細胞検体）等の標的物質を試料から分離するために使用され得る。

【選択図】図3

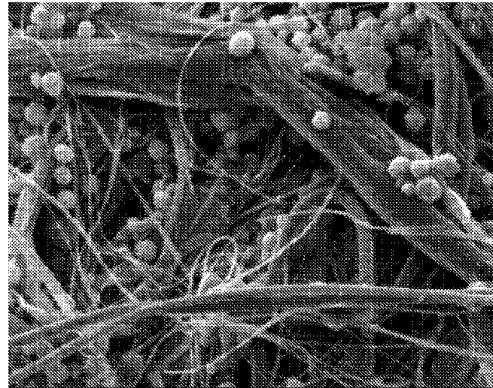


Fig. 3

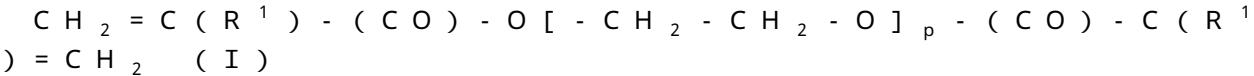
10μm

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

a ) 多孔質ポリマー粒子であって、

i ) モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも 10 重量パーセントの式 ( I )



(式中、 $p$  が少なくとも 1 に等しい整数であり、 $\text{R}^1$  が水素又はアルキルである)

の第 1 のモノマーを含む、モノマー組成物と、

i i ) 少なくとも 500 グラム / モルの重量平均分子量を有するポリ (プロピレングリコール) と、を含む反応混合物の重合生成物を含み、

前記ポリ (プロピレングリコール) が前記重合生成物に取り込まれずに、前記多孔質ポリマー粒子が形成されている、多孔質ポリマー粒子と、

b ) 繊維性多孔質マトリックスであって、前記多孔質ポリマー粒子が前記繊維性多孔質マトリックス全体に分散される、繊維性多孔質マトリックスと、を含む、多孔質物品。

## 【請求項 2】

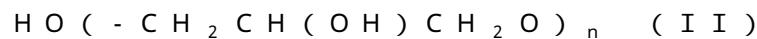
前記繊維性多孔質マトリックスが不織布繊維を含む、請求項 1 に記載の多孔質物品。

## 【請求項 3】

前記反応混合物が、

1 ) 第 1 の体積を有する第 1 の相であって、

i ) 式 ( II )



(式中、 $n$  が少なくとも 1 に等しい整数である)

の化合物と、

i i ) 非イオン性界面活性剤と、を含む、第 1 の相と、

2 ) 第 2 の体積を有し、前記第 1 の相中に分散される第 2 の相であって、

前記第 1 の体積が前記第 2 の体積よりも大きく、

i ) 前記モノマー組成物の前記総重量に基づいて少なくとも 10 重量パーセントの式 ( I ) の前記モノマーを含む前記モノマー組成物と、

i i ) 少なくとも 500 グラム / モルの重量平均分子量を有する前記ポリ (プロピレングリコール) と、を含む、第 2 の相と、を含み、

前記ポリ (プロピレングリコール) が前記重合生成物に取り込まれずに、前記多孔質ポリマー粒子が形成されている、請求項 1 又は 2 に記載の多孔質物品。

## 【請求項 4】

前記モノマー組成物が 1 つの (メタ) アクリロイル基を有する第 2 のモノマーを更に含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の多孔質物品。

## 【請求項 5】

前記モノマー組成物が式 ( III ) 又は式 ( IV )



(式中、

$\text{R}^1$  が、水素又はメチルであり、

$\text{Y}$  が、単結合、アルキレン、オキシアルキレン、又はポリ (オキシアルキレン) であり、

$\text{R}^2$  が、炭素環式基又は複素環式基であり、

$\text{R}^3$  が、直鎖又は分枝鎖アルキルである)

の第 2 のモノマーを更に含む、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の多孔質物品。

## 【請求項 6】

前記繊維性多孔質マトリックスがポリマー纖維を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の多孔質物品。

## 【請求項 7】

10

20

30

40

50

前記多孔質物品が、前記多孔質物品の総乾燥重量に基づいて10～55重量パーセントの多孔質ポリマー粒子と、前記多孔質物品の前記総乾燥重量に基づいて45～90重量パーセントの纖維性多孔質マトリックスと、を含む、請求項1～6のいずれか一項に記載の多孔質物品。

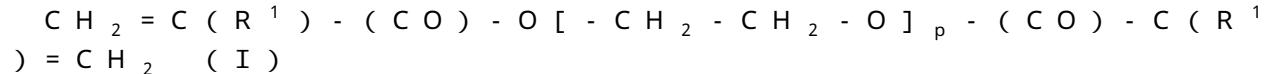
**【請求項8】**

前記纖維性多孔質マトリックスが、複数のポリマー纖維、無機纖維、又はこれらの組み合わせを含む不織布纖維層である、請求項1～7のいずれか一項に記載の多孔質物品。

**【請求項9】**

a) 複数の多孔質ポリマー粒子を提供する工程であって、前記多孔質ポリマー粒子が、

i) モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも10重量パーセントの式(I)



(式中、pが少なくとも1に等しい整数であり、R<sup>1</sup>が水素又はアルキルである)のモノマーを含む、モノマー組成物と、

i i) 少なくとも500グラム／モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、を含む反応混合物の重合生成物を含み、

前記ポリ(プロピレングリコール)が前記重合生成物に取り込まれず、前記多孔質ポリマー粒子が形成されている、工程と、

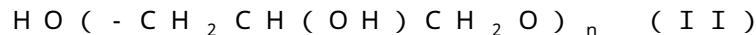
b) 前記多孔質ポリマー粒子を纖維性多孔質マトリックス全体に分散させる工程と、を含む、多孔質物品を製造する方法。

**【請求項10】**

前記反応混合物が、

1) 第1の体積を有する第1の相であって、

i) 式(I I)



(式中、nが少なくとも1に等しい整数である)

の化合物と、

i i) 非イオン性界面活性剤と、を含む、第1の相と、

2) 第2の体積を有し、前記第1の相中に分散される第2の相であって、

前記第1の体積が前記第2の体積よりも大きく、

i) 少なくとも10重量パーセントの式(I)の前記モノマーを含むモノマー組成物と、

i i) 少なくとも500グラム／モルの重量平均分子量を有する前記ポリ(プロピレングリコール)と、を含む、第2の相と、を含み、

前記ポリ(プロピレングリコール)が前記重合生成物に取り込まれず、前記多孔質ポリマー粒子が形成されている、請求項9に記載の方法。

**【請求項11】**

前記多孔質物品が、前記多孔質物品の総乾燥重量に基づいて10～55重量パーセントの多孔質ポリマー粒子と、前記多孔質物品の前記総乾燥重量に基づいて45～90重量パーセントの纖維性多孔質マトリックスと、を含む、請求項9又は10に記載の方法。

**【請求項12】**

a) 容器であって、流体ストリームを前記容器に通す入口及び出口を有する容器と、

b) 前記容器内に配置された請求項1～8のいずれか一項に記載の多孔質物品と、を備える、分離装置。

**【請求項13】**

a) 分離装置であって、

i) 入口及び出口を有する容器と、

i i) 前記容器内に配置された請求項1～8のいずれか一項に記載の多孔質物品と、を備える、分離装置と、

b) 前記分離装置を通る流体ストリームであって、前記容器の前記入口に入り、前記容

10

20

30

40

50

器内に配置された前記多孔質物品と接触し、前記出口から出る、流体ストリームと、を備える、システム。

【請求項 1 4】

前記流体ストリームが標的物質を含み、前記多孔質物品が前記標的物質を前記流体ストリームから除去する、請求項 1 3 に記載のシステム。

【請求項 1 5】

前記標的物質が微生物を含む、請求項 1 4 に記載のシステム。

【請求項 1 6】

a ) 分離装置を提供する工程であって、前記分離装置が、

i ) 入口及び出口を有する容器と、

i i ) 前記容器内に配置された請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の多孔質物品と、を備える、工程と、

b ) 標的物質を含む流体ストリームを前記分離装置に通す工程であって、前記流体ストリームが前記容器の前記入口に入り、前記容器内に配置された前記多孔質物品と接触し、前記出口から出る、工程と、

c ) 前記標的物質を前記流体ストリームから除去する工程であって、前記標的物質が前記多孔質物品によって拘束又は捕捉される、工程と、を含む、標的物質を分離する方法。

【請求項 1 7】

前記標的物質が微生物を含む、請求項 1 6 に記載の方法。

【請求項 1 8】

前記微生物が前記多孔質物品による拘束又は捕捉後も生存可能である、請求項 1 6 又は 1 7 に記載の方法。

【請求項 1 9】

前記多孔質物品によって拘束又は捕捉された微生物の量を検出する工程を更に含む、請求項 1 6 ~ 1 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 2 0】

前記標的物質の除去が前記流体ストリームを精製する、請求項 1 6 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

(関連出願の相互参照)

本出願は、2013年12月18日出願の米国特許仮出願第61/917517号の利益を主張するものであり、その開示は参照により本明細書に援用されている。

【0 0 0 2】

(発明の分野)

多孔質物品、多孔質物品を製造する方法、多孔質物品を含有する分離装置、及び分離装置を含有するシステムが提供される。

【0 0 0 3】

微生物の汚染による感染に関する懸念が世界的に高まっている。そのため、様々な食品、臨床、環境、若しくは他の試料を分析して、存在し得る微生物を特定及び／又は定量化することが所望されるか又は必要とされている。微生物は、多くの場合、特定及び／又は定量化の前に、試料中の他の成分のうちの少なくとも幾つかから分離されるか又は濃縮されなければならない。加えて、様々な微生物を除去することによって流体試料のような様々な材料を精製することが所望されるか又は必要とされる場合もある。

【0 0 0 4】

微生物の分離又は除去に使用されている材料の多くは、無機材料である。そのような材料は、例えば、特許出願公開(国際公開第2006/133519(A1)号(Finnieら)、国際公開第2012/078426号(Kshirsagarら)、及び国際公開第2012/078374号(Kshirsagarら)に記載されている。

10

20

30

40

50

## 【0005】

孔を有する様々なポリマー粒子が調製されている。これらのうちの幾つかは、例えば、イオン交換樹脂又は他のクロマトグラフィ樹脂として使用されている。他のものは、例えば、様々な活性剤を吸着及び/又は送達するために使用されている。そのような粒子は、例えば、米国特許出願公開第2010/0104647号(Ting)、米国特許出願公開第2011/0123456号(Panditら)、米国特許第6,048,908号(Kitagawa)、並びに特許出願公開(国際公開第2013/077981号(Sahouani)、国際公開第2007/075508号(Rasmussenら)及び国際公開第2007/075442号(Rasmussenら))に記載されている。

## 【0006】

10

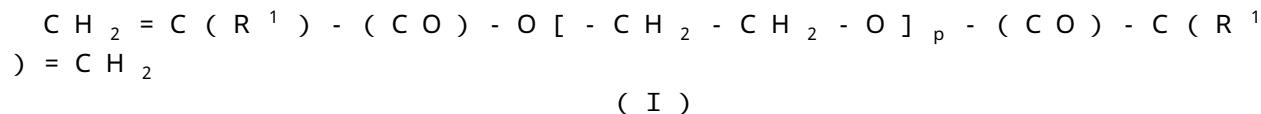
## (概要)

纖維性多孔質マトリックスと、纖維性多孔質マトリックス全体に分散された多孔質ポリマー粒子と、を含む多孔質物品が提供される。多孔質物品は、分離装置又は分離装置を含むシステムにおいて使用され得る。多孔質物品は、微生物(即ち、細胞検体)のような標的材料を試料から分離するために使用され得る。より具体的には、標的材料は、多孔質物品により拘束又は捕捉され得る。

## 【0007】

20

第1の態様では、多孔質物品が提供される。多孔質物品は、a)多孔質ポリマー粒子と、b)纖維性多孔質マトリックスと、を含み、この多孔質ポリマー粒子が纖維性多孔質マトリックス全体に分散される。多孔質ポリマー粒子は、i)モノマー組成物と、ii)少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、を含有する反応混合物の重合生成物を含む。モノマー組成物は、モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも10重量%の式(I)

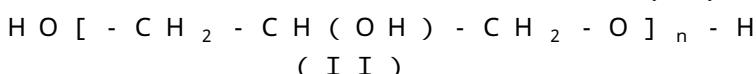


の第1のモノマーを含有する。式(I)中、変数pは少なくとも1に等しい整数であり、R<sup>1</sup>は水素又はアルキルである。ポリ(プロピレングリコール)が重合生成物に取り込まれずに、多孔質ポリマー粒子が形成される。

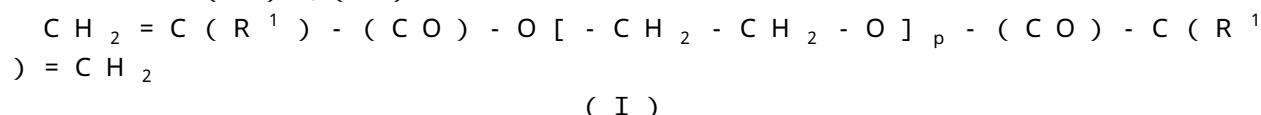
## 【0008】

30

第1の態様の一実施形態において、多孔質ポリマー粒子の形成に用いられる反応混合物は、(a)第1の相と(b)第1の相中に分散される第2の相とを含み、第1の相の体積は第2の相の体積よりも大きい。第1の相は、(i)式(I I)



(式中、変数nは少なくとも1に等しい整数である)の化合物と、(ii)非イオン性界面活性剤と、を含有する。第2の相は、モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも10重量%(i)式(I)



の第1のモノマーを含有するモノマー組成物と、(ii)少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、を含有する。式(I)中、変数pは少なくとも1に等しい整数であり、基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。

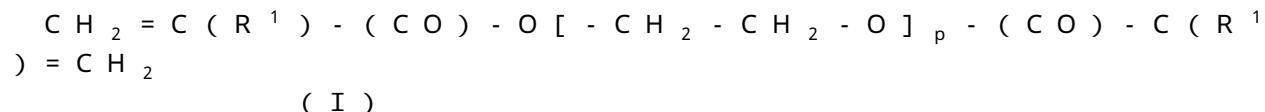
## 【0009】

40

第2の態様では、多孔質物品を製造する方法が提供される。本方法は、a)複数の多孔質ポリマー粒子を提供する工程と、b)多孔質ポリマー粒子を纖維性多孔質マトリックス全体に分散させる工程と、を含む。多孔質ポリマー粒子は、i)モノマー組成物と、ii)少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、を含有する反応混合物の重合生成物を含む。モノマー組成物は、モノマー組成物の

50

総重量に基づいて少なくとも 10 重量 % の式 ( I )



の第 1 のモノマーを含有する。式 ( I ) 中、変数  $p$  は少なくとも 1 に等しい整数であり、 $\text{R}^1$  は水素又はアルキルである。ポリ ( プロピレンギリコール ) が重合生成物に取り込まれずに、多孔質ポリマー粒子が形成される。

#### 【 0 0 1 0 】

第 3 の態様では、分離装置が提供される。分離装置は、a ) 流体ストリームを容器に通す入口及び出口を有する容器と、b ) 容器内に配置された多孔質物品と、を備える。多孔質物品は、上述のものと同じである。

#### 【 0 0 1 1 】

第 4 の態様では、システムが提供される。このシステムは、a ) 入口及び出口を有する容器と、b ) 容器内に配置された多孔質物品と、を含む分離装置を含む。多孔質物品は、上述のものと同じである。システムは分離装置に通す流体ストリームを更に含み、この流体ストリームは、容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る。

#### 【 0 0 1 2 】

第 5 の態様では、標的材料を分離する方法が提供される。本方法は、分離装置を提供する工程を含む。分離装置は、入口及び出口を有する容器を含む。多孔質物品は、上述のものと同じである。本方法は、標的材料を含む流体ストリームを分離装置に通す工程を更に含み、この工程において、流体ストリームは容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る。本方法は、標的材料を流体ストリームから除去する工程をなお更に含み、この工程において、標的材料は多孔質物品により拘束又は捕捉される。第 5 の態様の幾つかの実施形態において、標的材料は、微生物である。

#### 【 図面の簡単な説明 】

#### 【 0 0 1 3 】

【図 1】調製実施例 1 に記載されるように調製された多孔質ポリマー粒子の走査型電子顕微鏡写真 ( SEM ) である。

【図 2】2 つの異なる拡大率での実施例 1 に記載の多孔質物品の走査型電子顕微鏡写真である。

【図 3】2 つの異なる拡大率での実施例 1 に記載の多孔質物品の走査型電子顕微鏡写真である。

#### 【 0 0 1 4 】

#### ( 詳細な説明 )

繊維性多孔質マトリックスと、繊維性多孔質マトリックス全体に分散された多孔質ポリマー粒子と、を含む多孔質物品が提供される。この多孔質物品を使用して、分離装置又は分離装置を含むシステムを調製することができる。多孔質物品は、微生物 ( 即ち、細胞検体 ) のような標的材料を試料から分離するために使用され得る。

#### 【 0 0 1 5 】

多孔質ポリマー粒子及び繊維性多孔質マトリックスは両方とも、空隙体積又は自由体積を有する。繊維性多孔質マトリックス中の空隙により、流体ストリームが多孔質物品の中又は上を流れることが可能になると共に、繊維性多孔質マトリックス全体に分散された多孔質ポリマー粒子と接触することも可能になる。多孔質ポリマー粒子は、その外側表面上に孔を有し、少なくとも幾つかの実施形態においては中空内部を有する場合もある。用語「多孔質ポリマー粒子」及び「ポリマー粒子」は同義に使用される。

#### 【 0 0 1 6 】

用語「ポリマー」及び「ポリマー材料」は同義に使用され、1 種以上のモノマーを反応させることによって形成された材料を指す。この用語は、ホモポリマー、コポリマー、ターポリマー、又はこれらに類するものを包含する。同様に、用語「重合する」及び「重合

10

20

30

40

50

」は、ホモポリマー、コポリマー、ターポリマーなどであり得るポリマー材料を製造するプロセスを指す。

【0017】

用語「1つの(a)」、「1つの(an)」、及び「その(the)」は、「少なくとも1つの」と同義に使用され、記載される要素のうちの1つ以上を意味する。

【0018】

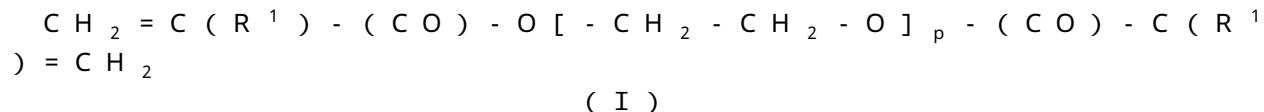
用語「及び／又は(and/or)」は、一方又は両方を意味する。例えば、「A及び／又はB」は、Aのみ、Bのみ、又はA及びBの両方を意味する。

【0019】

用語「モノマー組成物」は、モノマーを含む重合性組成物の一部分、及びモノマーのみを指す。より具体的には、モノマー組成物は、少なくとも式(I)の第1のモノマーを含む。用語「反応混合物」には、例えば、モノマー組成物、ポリ(プロピレンジコール)、後述する他の任意成分、第1の相及び第2の相に含まれるもの等が包含される。反応混合物中の成分によっては、化学反応を経ない場合もあるが、化学反応及び結果として得られるポリマー材料に影響し得るものもある。10

【0020】

第1の態様では、多孔質物品が提供される。多孔質物品は、a)多孔質ポリマー粒子と、b)纖維性多孔質マトリックスと、を含み、この多孔質ポリマー粒子が纖維性多孔質マトリックス全体に分散される。多孔質ポリマー粒子は、i)モノマー組成物と、ii)少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレンジコール)と、を含有する反応混合物の重合生成物を含む。モノマー組成物は、モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも10重量%の式(I)20



の第1のモノマーを含有する。式(I)中、変数pは少なくとも1に等しい整数であり、R<sup>1</sup>は水素又はアルキルである。

【0021】

式(I)中の変数pは、30以下、20以下、16以下、12以下、又は10以下の整数である。モノマーのエチレンオキシド部分(即ち、基-[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O]<sub>p</sub>-)の数平均分子量は、多くの場合、1200グラム/モル以下、1000グラム/モル以下、800グラム/モル以下、1000グラム/モル以下、600グラム/モル以下、400グラム/モル以下、200グラム/モル以下、又は100グラム/モル以下である。式(I)中の基R<sup>1</sup>は、水素又はメチルである。30

【0022】

好適な式(I)の第1のモノマーは、エチレンジメタクリレートについてはSR206、ジエチレンジメタクリレートについてはSR231、トリエチレンジメタクリレートについてはSR205、ポリエチレンジメタクリレートについてはSR210及びSR210A、ポリエチレンジコール(200)ジアクリレートについてはSR259、ポリエチレンジコール(400)ジ(メタ)アクリレートについてはSR603及びSR344、ポリエチレンジコール(600)ジ(メタ)アクリレートについてはSR252及びSR610、並びにポリエチレンジコール(1000)ジメタクリレートについてはSR740の商品名でSartomer(Exton, PA, USA)から市販されている。40

【0023】

多孔質ポリマー粒子の形成に用いられる反応混合物は、少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレンジコール)も含む。ポリプロピレンジコールは、重合生成物がモノマー組成物から形成される際に、重合生成物内に部分的に同伴されるポロゲンとして機能する。ポリプロピレンジコールが重合性基を有さないため、この材料は重合生成物の形成後に除去され得る。以前に同伴されたポリプロピレンジコ50

ールが除去されたとき、孔（即ち、空隙体積又は自由体積）が作成される。同伴されたポリプロピレングリコールの除去により得られたポリマー粒子は多孔質である。少なくとも幾つかの実施形態においては、これらの多孔質ポリマー粒子は中空の中心を有し得る。孔の存在又は孔及び中空中心の両方の存在が、ポリマー粒子を、試料から標的材料を拘束又は捕捉するのに十分適したものにする。

#### 【0024】

任意の好適な分子量のポリ（プロピレングリコール）がポロゲンとして使用され得る。分子量は、ポリマー粒子中に形成される孔の大きさに影響し得る。即ち、孔の大きさは、ポリ（プロピレングリコール）の分子量に伴って増大する傾向がある。重量平均分子量は、多くの場合、少なくとも500g/mol、少なくとも800g/mol、又は少なくとも1000g/molである。ポリ（プロピレングリコール）の重量平均分子量は、最大10,000g/mol、又はそれ以上であり得る。使用を容易にするために、室温で液体であるポリ（プロピレングリコール）が選択されることが多い。最大約4000g/mol又は5000g/molの重量平均分子量を有するポリ（プロピレングリコール）は、室温で液体である傾向がある。室温で液体でないポリ（プロピレングリコール）は、アルコール（例えば、エタノール、n-プロパノール、又はイソ-プロパノール）等の好適な有機溶媒中に初めに溶解される場合に使用することができる。ポリ（プロピレングリコール）の重量平均分子量は、多くの場合、500~10,000g/molの範囲内、1000~10,000g/molの範囲内、1000~8000g/molの範囲内、1000~5000g/molの範囲内、1000~4000g/molの範囲内である。

10

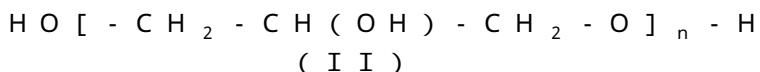
20

30

40

#### 【0025】

第1の態様の多くの実施形態において、多孔質ポリマー粒子の形成に用いられる反応混合物は、(a)第1の相と、(b)第1の相中に分散されている第2の相と、を含み、第1の相の体積は第2の相の体積よりも大きい。第1の相は、(i)式(I)



（式中、変数nは少なくとも1に等しい整数である）の化合物と、(ii)非イオン性界面活性剤と、を含有する。第2の相は、(i)上述の式(I)のモノマーを含むモノマー組成物と、

(ii)少なくとも500グラム/molの重量平均分子量を有するポリ（プロピレングリコール）と、  
を含有する。

#### 【0026】

反応混合物の第2の相は反応混合物の第1の相に分散されており、第1の相の体積は第2の相の体積よりも大きい。即ち、第1の相は連続相であると見なし得ると共に、第2の相は連続相中に分散した相であると見なし得る。第1の相は、反応混合物内で第2の相を液滴として懸濁させるための非共重合性媒体を提供する。第2の相の液滴は、(i)重合が行われ得るモノマー組成物と、(ii)少なくとも500グラム/mol重量平均分子量を有するポリ（プロピレングリコール）であるポロゲンと、を含む。第2の相中の式(I)のモノマーは、典型的には、第1の相とは混和性を持たない。

#### 【0027】

反応混合物の第1の相は、(i)式(I)の化合物と、(ii)非イオン性界面活性剤と、を含む。第1の相は、典型的には、第2の相を第1の相中で液滴として分散させるのに好適な粘度及び体積となるように配合される。第1の相の粘度が高すぎると、第2の相を分散させるのに必要な剪断力を付与するのが困難になる場合がある。しかし、粘度が低すぎると、第2の相を懸濁させること、及び/又は比較的均一に、かつ互いが十分に分散したポリマー粒子を形成することが困難になる場合がある。

#### 【0028】

好適な式(I)の化合物は、典型的には、1~20の範囲、1~16の範囲、1~12の範囲、1~10の範囲、1~6の範囲、又は1~4の範囲のnの値を有する。多くの

50

実施形態において、式(II)の化合物は、変数nが1に等しいグリセロールである。式(II)の化合物の例としては、他にも、ジグリセロール(nは2に等しい)、ポリグリセロール-3(nは3に等しい)、ポリグリセロール-4(nは4に等しい)、又はポリグリセロール-6(nは6に等しい)がある。ポリグリセロールは、ポリグリセリンと呼ばれることがあり、多くの場合、分子量が異なる材料(即ち、nの値が異なる材料)の混合物である。ポリグリセロール、ジグリセロール、及びグリセロールは、例えばSolvay Chemical(Brussels, Belgium)及びWilleshire Technologies(Princeton, NJ, USA)から市販されている。

#### 【0029】

第1の相は、式(II)の化合物に加えて、非イオン性界面活性剤も含む。非イオン性界面活性剤は、最終のポリマー粒子の表面上における多孔性を増大させる。第1の相は、典型的には、第2の相中でモノマーの重合反応に干渉する可能性があるイオン性界面活性剤を含まないか、又は実質的に含まない。本明細書で使用される場合、イオン性界面活性剤に関して用語「実質的に含まない」とは、イオン性界面活性剤を第1の相に意図的に添加するわけではないものの、第1の相中の他の成分中に微量不純物として存在する場合があることを意味する。任意の不純物は、典型的には、第1の相の総重量に基づいて0.5重量%以下、0.1重量%以下、又は0.05重量%以下、又は0.01重量%以下の量で存在する。

#### 【0030】

任意の好適な非イオン性界面活性剤を第1の相にて使用することが可能である。非イオン性界面活性剤は、多くの場合、分子の一部分に、反応混合物の他の成分と水素結合可能なヒドロキシル基又はエーテル結合(例えば、-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-)を有する。好適な非イオン性界面活性剤としては、アルキルグルコシド、アルキルグルカミド、アルキルポリグルコシド、ポリエチレンギリコールアルキルエーテル、ポリエチレンギリコールとポリプロピレンギリコールとのブロックコポリマー、及びポリソルベートが挙げられるが、これらに限定されない。好適なアルキルグルコシドの例としては、オクチルグルコシド(オクチル- -D-グルコピラノシドとも呼ばれる)及びデシルグルコシド(デシル- -D-グルコピラノシドとも呼ばれる)が挙げられるが、これらに限定されない。好適なアルキルグルカミドの例としては、オクタノイル-N-メチルグルカミド、ノナノイル-N-メチルグルカミド、及びデカノイル-N-メチルグルカミドが挙げられるが、これらに限定されない。これらの界面活性剤は例えば、Sigma Aldrich(St. Louis, MO, USA)又はSpectrum Chemicals(New Brunswick, NJ, USA)から入手可能である。好適なアルキルポリグルコシドの例としては、APG(例えばAPG 325)の商品名でCognis Corporation(Monheim, Germany)から市販されているもの、並びにTRITON(例えばTRITON BG-10及びTRITON CG-110)の商品名でDow Chemical(Midland, MI, USA)から市販されているものが挙げられるが、これらに限定されない。ポリエチレンギリコールアルキルエーテルの例としては、Sigma Aldrich(St. Louis, MO, USA)からBRIJ(例えばBRIJ 58及びBRIJ 98)という商品名で市販されているものが挙げられるが、これらに限定されない。ポリエチレンギリコールとポリプロピレンギリコールとのブロックコポリマーの例としては、BASF(Florham Park, NJ, USA)からPLURONICという商品名で市販されているものが挙げられるが、これらに限定されない。ポリソルベートの例としては、ICI American, Inc.(Wilmington, DE, USA)からTWEENという商品名で市販されているものが挙げられるが、これらに限定されない。

#### 【0031】

界面活性剤は、第1の相中に任意の好適な量で存在し得る。多くの場合、界面活性剤は、第1の相の総重量に基づいて少なくとも0.5重量%、少なくとも1重量%、又は少なくとも2重量%に等しい量で存在する。界面活性剤は、第1の相の総重量に基づいて最大

10

20

30

40

50

15重量%、最大12重量%、又は最大10重量%の量で存在し得る。例えば、界面活性剤は、多くの場合、第1の相の総重量に基づいて0.5~15重量%の範囲、1~12重量%の範囲、0.5~10重量%の範囲、又は1~10重量%の範囲の量で第1の相中に存在する。

#### 【0032】

任意に、式(I)の化合物と混和性の水又は有機溶媒が第1の反応混合物中に存在し得る。好適な有機溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、n-プロパノール、又はイソプロパノール等のアルコールが挙げられる。任意の水又は有機溶媒のいずれかの量は、第1の相の所望の粘度を得ることができるように選択される。任意の水又は任意の有機溶媒の量は、多くの場合、第1の相の総重量に基づいて10重量%以下、5重量%以下、又は1重量%以下である。これより多い量の水が含まれる場合、気孔率が減少することがある。幾つかの実施形態では、第1の相は任意の水又は有機溶媒を全く又は実質的に含まない。任意の水又は有機溶媒に関して本明細書で使用される場合、用語「実質的に含まない」とは、水又は有機溶媒を第1の相に意図的に添加するわけではないものの、第1の相中の他の成分中に不純物として存在する場合があることを意味する。例えば、任意の水又は有機溶媒の量は、第1の相の総重量に基づいて1%未満、0.5重量%未満、又は0.1重量%未満である。

10

#### 【0033】

反応混合物は、第1の相中に分散している第2の相を含む。第2の相は、i)モノマー組成物と、ii)少なくとも500グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、の両方を含む。モノマー組成物は、第2の相において重合されて、ポリマー粒子を形成する。ポリプロピレングリコールは、重合生成物がモノマー組成物から形成される際に、重合生成物内に部分的に同伴されるポロゲンとして機能する。

20

#### 【0034】

第1の相の体積は、第2の相の体積よりも大きい。第1の相の体積は、第2の相の体積と比較して十分に大きいため、第1の相中では第2の相が液滴の形態で分散することが可能である。各液滴中で、モノマー組成物が重合して重合生成物を形成する。第2の相から粒子を形成するために、第1の相と第2の相の体積比は、典型的には、少なくとも2:1とされる。体積比の増大について(例えば、比率が、少なくとも3:1、少なくとも4:1、又は少なくとも5:1のとき)、比較的均一な大きさ及び形状を有するビーズが形成され得る。但し、体積比が大きすぎる場合、反応効率が低下する(即ち、ポリマー粒子の生成量が減少する)。体積比は、一般に、25:1以下、20:1以下、15:1以下、又は10:1以下である。

30

#### 【0035】

幾つかの実施形態において、第2の相のモノマー組成物中のモノマーは、上述の式(I)の第1のモノマーのみである。他の実施形態において、式(I)の第1のモノマーは、少なくとも1つの第2のモノマーと組み合わせて使用してもよい。第2のモノマーは、エチレン性不飽和基のような単一のフリーラジカル重合性基を有し、このエチレン性不飽和基は、多くの場合、式 $H_2C = CR^1 - (CO) -$ (式中、 $R^1$ は水素又はメチルである)の(メタ)アクリロイル基である。好適な第2のモノマーは、第1の相とは混和性がないが、式(I)の第1のモノマーとは混和性のある場合もあれば又は混和性のない場合もある。第2のモノマーは、多くの場合、多孔質ポリマー材料の疎水性又は親水性を変更するために添加される。但し、これらのモノマーを添加した場合、ポリマー粒子の多孔性が減少し、かつ又はポリマー粒子の大きさが増大する可能性がある。

40

#### 【0036】

幾つかの第2のモノマーの例は、式(III)のものである。



この式において、基 $R^1$ は水素又はメチルである。多くの実施形態において、 $R^1$ は水素である。基Yは、単結合、アルキレン、オキシアルキレン、又はポリ(オキシアルキレ

50

ン)である。基 R<sup>2</sup>は、炭素環式基又は複素環基である。これらの第2のモノマーは、第2の相中で式(I)の第1のモノマーとは混和性を持つ傾向があるが、第1の相とは混和性を持たない。

#### 【0037】

本明細書で使用される場合、用語「アルキレン」は、アルカンのラジカルであり、直鎖、分枝状、環状、二環状の基、又はそれらの組み合わせを含む、二価の基を指す。本明細書で使用される場合、用語「オキシアルキレン」は、アルキレン基に直接結合したオキシ基である二価の基を指す。本明細書で使用される場合、用語「ポリ(オキシアルキレン)」は、多数のオキシアルキレン基を有する二価の基を指す。好適な Y アルキレン及びオキシアルキレン基は、典型的には、1~20個の炭素原子、1~16個の炭素原子、1~12個の炭素原子、1~10個の炭素原子、1~8個の炭素原子、1~6個の炭素原子、又は1~3個の炭素原子を有する。オキシアルキレンは、多くの場合、オキシエチレン又はオキシプロピレンである。好適なポリ(オキシアルキレン)基は、典型的には、2~20個の炭素原子、2~16個の炭素原子、2~12個の炭素原子、2~10個の炭素原子、2~8個の炭素原子、2~6個の炭素原子、又は2~4個の炭素原子を有する。ポリ(オキシアルキレン)基は、多くの場合、ポリ(オキシエチレン)であり、これはポリ(エチレンオキシド)又はポリ(エチレングリコール)と呼ばれることがある。

10

#### 【0038】

炭素環式 R<sup>2</sup>基は単一の環を有する場合もあれば、又は縮合環若しくは二環状環等の複数の環を有する場合もある。各環は飽和、部分的に不飽和、又は不飽和であってよい。各環の炭素原子は、アルキル基で置換されている場合もあれば又は置換されていない場合もある。炭素環状基は、多くの場合、5~12個の炭素原子、5~10個の炭素原子、又は6~10個の炭素原子を有する。炭素環式基の例としては、フェニル、シクロヘキシリ、シクロペンチル、イソボルニル及びこれらに類するものが挙げられるが、これらに限定されない。これらの炭素環状基のいずれかは、1~20個の炭素原子、1~10個の炭素原子、1~6個の炭素原子、又は1~4個の炭素原子を有するアルキル基で置換され得る。

20

#### 【0039】

複素環 R<sup>2</sup>基は、縮合環若しくは二環状環のような、単一の環又は複数の環を有し得る。各環は飽和、部分的に不飽和、又は不飽和であってよい。複素環基は、酸素、窒素、又は硫黄から選択される少なくとも1つのヘテロ原子を含有する。複素環状基は、多くの場合、3~10個の炭素原子及び1~3個のヘテロ原子、3~6個の炭素原子及び1~2個のヘテロ原子、又は3~5個の炭素原子及び1~2個のヘテロ原子を有する。複素環状環の例としては、テトラヒドロフルフリルが挙げられるが、これに限定されない。

30

#### 【0040】

第2のモノマーとして用いられる式(III)の例示的なモノマーとしては、ベンジル(メタ)アクリレート、2-フェノキシエチル(メタ)アクリレート(SR339及びSR340の商品名でSartomerから市販されているもの)、イソボルニル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート(SR285及びSR203の商品名でSartomerから市販されているもの)、3,3,5-トリメチルシクロヘキシリ(メタ)アクリレート(CD421及びCD421Aの商品名でSartomerから市販されているもの)、並びにエトキシリ化ノニルフェノールアクリレート(SR504、CD613及びCD612の商品名でSartomerから市販されているもの)が挙げられるが、これらに限定されない。

40

#### 【0041】

その他の第2のモノマーの例としては、式(IV)のアルキル(メタ)アクリレートがある。



式(IV)中、基 R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。多くの実施形態において、R<sup>1</sup>は水素である。基 R<sup>3</sup>は、1~20個の炭素原子、1~10個の炭素原子、1~6個の炭素原子

50

、又は1～4個の炭素原子を有する、直鎖又は分枝状アルキルである。これらの第2のモノマーは、第2の相中で式(Ⅰ)の第1のモノマーとは混和性を持つ傾向があるが、第1の相とは混和性を持たない。

#### 【0042】

式(IV)のアルキル(メタ)アクリレートの例としては、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、n-プロピル(メタ)アクリレート、イソプロピル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、n-ペンチル(メタ)アクリレート、2-メチルブチル(メタ)アクリレート、n-ヘキシル(メタ)アクリレート、4-メチル-2-ペンチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、2-メチルヘキシル(メタ)アクリレート、n-オクチル(メタ)アクリレート、イソオクチル(メタ)アクリレート、2-オクチル(メタ)アクリレート、イソノニル(メタ)アクリレート、イソアミル(メタ)アクリレート、n-デシル(メタ)アクリレート、イソデシル(メタ)アクリレート、2-プロピルヘプチル(メタ)アクリレート、イソトリデシル(メタ)アクリレート、イソステアリル(メタ)アクリレート、オクタデシル(メタ)アクリレート、2-オクチルデシル(メタ)アクリレート、ドデシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート及びヘプタデカニル(メタ)アクリレートが挙げられるが、これらに限定されない。

10

#### 【0043】

幾つかの実施形態では、モノマー組成物中のモノマーは、式(Ⅰ)の第1のモノマーと、式(III)、式(IV)、又はこれらの両方の第2のモノマーのみである。任意の好適な量の第1のモノマー及び第2のモノマーが使用され得るが、但し、モノマー組成物が少なくとも10重量%の式(Ⅰ)の第1のモノマーを含有することを条件とする。式(II)、式(IV)、又はこれらの両方の第2のモノマーを添加した場合、多孔質ポリマー粒子の疎水性が増大する傾向がある。モノマー組成物は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて10～90重量%の第1のモノマー、及び10～90重量%の第2のモノマーを含有する。例えば、第2の相は、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて20～80重量%の第1のモノマー及び20～80重量%の第2のモノマー、25～75重量%の第1のモノマー及び25～75重量%の第2のモノマー、30～70重量%の第1のモノマー及び30～70重量%の第2のモノマー、又は40～60重量%の第1のモノマー及び40～60重量%の第2のモノマーを含有し得る。

20

30

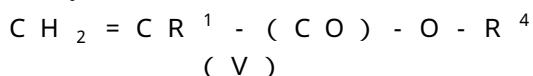
#### 【0044】

調製したポリマー粒子の最終用途に応じて、モノマー組成物中に少なくとも1種の親水性第2のモノマーを含むのが望ましい場合がある。親水性第2のモノマーを添加した場合、ポリマー粒子が、水性試料等の水性材料に曝される用途に適したものになる傾向がある。加えて、親水性の第2のモノマーを使用することによって、例えば、湿式載置プロセスを使用して多孔質物品を調製する間、多孔質ポリマー粒子を水中に分散し易くすることができる。親水性第2のモノマーは、第1の相と混和性でないように選択される。これらのモノマーは式(Ⅰ)の第1のモノマーと混和性であっても混和性でなくてもよい。

#### 【0045】

幾つかの親水性第2のモノマーの例としては、式(V)のヒドロキシル基含有モノマーがある。

40



式(V)中、基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。多くの実施形態において、R<sup>1</sup>は水素である。基R<sup>4</sup>は、1つ以上のヒドロキシル基又は式-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>q</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH(式中、qは少なくとも1に等しい整数である)の基で置換されたアルキルである。アルキル基は、典型的には、1～10個の炭素原子、1～6個の炭素原子、1～4個の炭素原子、又は1～3個の炭素原子を有する。ヒドロキシル基の数は、多くの場合、1～3の範囲である。変数qは、多くの場合、1～20の範囲、1～15の範囲、1～10の範囲、又は1～5の範囲である。多くの実施形態において、式(IV)の第2のモノマーは

50

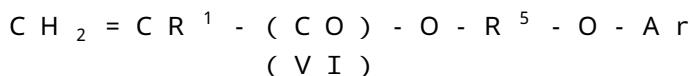
単一のヒドロキシル基を有する。

【0046】

式(V)のモノマーの例としては、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、及び4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート)、2-ヒドロキシルブチル(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート(例えば、Sartomer(Exton, PA, USA)からCD570、CD571及びCD572)という商品名で市販されているモノマー、及びグリコールモノ(メタ)アクリレートが挙げられるが、これらに限定されない。

【0047】

親水性第2のモノマーの他の例としては、式(IV)のヒドロキシル基含有モノマーがある。



式(V I)中、基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。多くの実施形態において、R<sup>1</sup>は水素である。基R<sup>5</sup>は、少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたアルキレンである。好適なアルキレン基は、多くの場合、1~10個の炭素原子、1~6個の炭素原子、又は1~4個の炭素原子を有する。アルキレン基R<sup>5</sup>は1~3ヒドロキシル基で置換され得るが、多くの場合、単一のヒドロキシル基で置換される。基Arは、6~10個の炭素原子を有するアリール基である。多くの実施形態において、Ar基はフェニルである。式(IV V I)のモノマーの一例としては、2-ヒドロキシ-2-フェノキシプロピル(メタ)アクリレートがある。

【0048】

第2のモノマーが、ヒドロキシル基含有モノマー(即ち、式(V)又は(V I)で表されるモノマー)である場合、式(I)の第1のモノマーと組み合わせることができるこのモノマーの量は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて2重量%以下である。約2重量%を超える式(V)又は(V I)の第2のモノマーを使用すると、結果として得られるポリマー粒子の多孔性が低下する傾向がある。

【0049】

その他の親水性モノマーは、結果として得られるポリマー粒子の多孔性を低下させることなく、式(V)又は(V I)の第2のモノマーよりも多くの量で、第2のモノマーとして使用することが可能である。例えば、式(V II)のスルホン酸含有モノマーが、モノマー組成物中に式(I I)の第1のモノマー又はその塩と共に含まれ得る。



式(V II)中、基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。多くの実施形態において、R<sup>1</sup>は水素である。基R<sup>6</sup>は、1~10個の炭素原子、1~6個の炭素原子、又は1~4個の炭素原子を有するアルキレンである。式(V II)のスルホン酸含有モノマーの例としては、スルホエチル(メタ)アクリレート及びスルホプロピル(メタ)アクリレートが挙げられるが、これらに限定されない。pH条件に応じて、これらの第2のモノマーはイオン(例えば、アニオン)特性を多孔質ポリマー粒子に付与し得る。対イオンは、多くの場合、アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオン、アンモニウムイオンのようなカチオン、又はテトラアルキルアンモニウムイオンのようなアルキル置換アンモニウムイオンである。

【0050】

第2のモノマーが式(V II)のスルホン酸含有モノマーである場合、モノマー組成物は、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて最大20重量%のこのモノマーを含有し得る。幾つかの実施形態では、モノマー組成物中のモノマーは、式(I)の第1のモノマー、及び式(V II)の第2のモノマーのみである。モノマー組成物は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて80~99重量%の式(I)の第1のモノマー、及び1~20重量%の式(V II)の第2のモノマーを含有する。例えば、モ

10

20

30

40

50

ノマー組成物は、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて85～99重量%の第1のモノマー及び1～15重量%の第2のモノマー、90～99重量%の第1のモノマー及び1～10重量%の第2のモノマー、並びに95～99重量%の第1のモノマー及び1～5重量%の第2のモノマーを含有し得る。

#### 【0051】

他の実施形態では、モノマー組成物に、式(I)の第1のモノマー、及び2つの第2のモノマーが含まれる。2つの第2のモノマーとは、式(VII)のもののようなスルホン酸含有モノマー、及び式(V)又は(VI)のもののようなヒドロキシル基含有モノマーである。ヒドロキシル基含有モノマーがスルホン酸含有モノマーと合わせられている場合、結果として得られるポリマー粒子の多孔率を実質的に低下させることなく、より多量のヒドロキシル基含有モノマーをモノマー組成物に添加することが可能である。即ち、ヒドロキシル基含有モノマーの量は、モノマー組成物中のモノマーの重量に基づいて2重量%を超える可能性がある。モノマー組成物は、多くの場合、80～99重量%の式(I)の第1のモノマーと、1～20重量%の第2のモノマーと、を含有し、第2のモノマーは、スルホン酸含有モノマーとヒドロキシル基含有モノマーとの混合物である。最大50重量%、最大40重量%、最大20重量%、又は最大10重量%の第2のモノマーは、ヒドロキシル基含有モノマーであり得る。

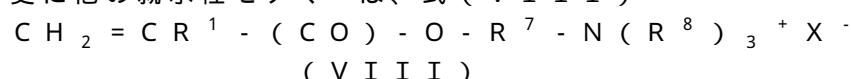
10

#### 【0052】

多孔質ポリマー粒子にイオン(例えば、アニオン)特性を付与し得る他の第2のモノマーは、カルボン酸基(-COOH)を有する。そのようなモノマーの例としては、(メタ)アクリル酸、マレイン酸、及びカルボキシエチルアクリレートが挙げられるが、これらに限定されない。カルボン酸基を有するモノマーが添加されている場合、このモノマーは、典型的には、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて20重量%以下、15重量%以下、10重量%以下、又は5重量%以下の量で存在する。例えば、モノマー組成物は、多くの場合、80～99重量%の式(I)の第1のモノマーと、第2のカルボン酸基を有する1～20重量%のモノマーと、を含有する。例えば、モノマー組成物は、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて85～99重量%の第1のモノマーと1～15重量%の第2のモノマー、90～99重量%の第1のモノマーと1～10重量%の第2のモノマー、及び95～99重量%の第1のモノマーと1～5重量%の第2のモノマーを含有し得る。

20

更に他の親水性モノマーは、式(VIII)



30

のものであり、第四級アンモニウム基を有する。基R<sup>7</sup>は、1～10個の炭素原子、1～6個の炭素原子、又は1～4個の炭素原子を有するアルキレンである。基R<sup>8</sup>は、1～4個の炭素原子、又は1～3個の炭素原子を有するアルキルである。アニオンX<sup>-</sup>は、任意のアニオンであってもよいが、多くの場合、塩化物などのハロゲン化物である。あるいは、アニオンは硫酸塩であってもよく、2つのアンモニウム含有カチオン性モノマーと会合し得る。

40

#### 【0053】

例としては、(メタ)アクリルアミドアルキルトリメチルアンモニウム塩(例えば、3-メタクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、及び3-アクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロライド)、並びに(メタ)アクリルオキシアルキルトリメチルアンモニウム塩(例えば、2-アクリロキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド、2-メタクリルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド、3-メタクリルオキシ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、3-アクリロキシ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、及び2-アクリロキシエチルトリメチルアンモニウムメチルサルフェート)が挙げられるが、これらに限定されない。pH条件に応じて、これらの第3のモノマーは、多孔質ポリマー粒子にイオン(例えば、カチオン)特性を付与し得る。

50

## 【0054】

式(VII)の第2のモノマーが添加されている場合、このモノマーは、典型的には、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて20重量%以下、15重量%以下、10重量%以下、又は5重量%以下の量で存在する。例えば、モノマー組成物は、多くの場合、80～99重量%の式(I)の第1のモノマーと、1～20重量%の式(VII)の第2のモノマーと、を含有する。例えば、モノマー組成物は、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて85～99重量%の第1のモノマーと1～15重量%の第2のモノマー、90～99重量%の第1のモノマーと1～10重量%の第2のモノマー、及び95～99重量%の第1のモノマーと1～5重量%の第2のモノマーを含有し得る。

## 【0055】

多くの場合、カルボン酸基若しくはその塩、スルホン酸基若しくはその塩、(例えば、式(VII)のもの)、又はアンモニア基(例えば、式(VII)のもの)を有するものなどにイオン性モノマーが添加されている場合、このイオン性モノマーは、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて1～10重量%の範囲内、1～5重量%の範囲内、又は1～3パーセントの範囲内のような少量で存在する。特に、約10マイクロメートル未満、約5マイクロメートル未満、約4マイクロメートル未満、又は約3マイクロメートル未満の平均径を有する多孔質ポリマー粒子を調製することが望ましい場合、イオン性モノマー組成物中より低い濃度のモノマーが好ましくあり得る。疎水性材料又は非イオン性材料を捕捉するためには、イオン性モノマーを全く含まない又は実質的に含まないモノマー組成物を有することが好ましい場合がある。本明細書で使用される場合、イオン性モノマーの量に関して、「実質的に含まない」とは、そのようなモノマーが意図的に添加されていないか、あるいはモノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて1重量%以下、0.5重量%以下、0.2重量%以下、又は0.1重量%以下の量で添加されていることを意味する。

## 【0056】

幾つかの実施形態において、モノマー組成物は、式(I)の第1のモノマーのみを含有するか、又は式(I)の第1のモノマーと多孔質ポリマー粒子の疎水性を増大させるために添加される式(III)の第2のモノマーとの混合物を含有することが好ましい。例えば、幾つかのモノマー組成物は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて10～90重量%の第1のモノマーと、10～90重量%の第2のモノマーと、を含有する。例えば、モノマー組成物は、20～80重量%の第1のモノマー及び20～80重量%の第2のモノマー、25～75重量%の第1のモノマー及び25～75重量%の第2のモノマー、30～70重量%の第1のモノマー及び30～70重量%の第2のモノマー、又は40～60重量%の第1のモノマー及び40～60重量%の第2のモノマーを含有し得る。

## 【0057】

モノマー組成物は、少なくとも2つの重合性基を有する第3のモノマーを任意に含有し得る。重合性基は、典型的には、(メタ)アクリロイル基である。多くの実施形態において、第3のモノマーは2つ又は3つの(メタ)アクリロイル基を有する。第3のモノマーは、典型的には、第1の相とは混和性でなく、式(I)の第1のモノマーと混和性であっても混和性でなくてもよい。

## 【0058】

幾つかの第3のモノマーは、ヒドロキシル基を有する。このようなモノマーは、式(I)の第1のモノマーのように架橋剤として機能し得るが、親水性の性質が増大したポリマー粒子を提供し得る。ヒドロキシル基含有第3のモノマーの例は、グリセロールジ(メタ)アクリレートである。

## 【0059】

幾つかの第3のモノマーは、少なくとも3つの重合性基を有するように選択される。このような第3のモノマーを添加して、結果として得られるポリマー粒子により高い剛性を付与することができる。これらの第3のモノマーの添加により、水に曝されたときに、ポ

10

20

30

40

50

リマー粒子の膨潤が最小限に抑えられる傾向にある。好適な第3のモノマーとしては、エトキシル化(15)トリメチロールプロパントリアクリレート(SartomerからSR9035という商品名で市販されているもの)、及びエトキシル化(20)トリメチロールプロパントリアクリレート(SartomerからSR415という商品名で市販されているもの)などのエトキシル化リメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート類；プロポキシル化(3)トリメチロールプロパントリアクリレート(SartomerからSR492という商品名で市販されているもの)、及びプロポキシル化(6)トリメチロールプロパントリアクリレート(SartomerからCD501という商品名で市販されているもの)などのプロポキシル化リメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート類；トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリアクリレート(SartomerからSR368及びSR368Dという商品名で市販されているもの)などのトリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレートトリ(メタ)アクリレート類；並びにプロポキシル化(3)グリセロールトリアクリレート(SartomerからSR9020及びSR9020HPという商品名で市販されているもの)などのプロポキシル化グリセリルトリ(メタ)アクリレートが挙げられるが、これらに限定されない。

10

## 【0060】

第3のモノマーがモノマー組成物中に存在する場合、任意の好適な量を使用することが可能である。第3のモノマーは、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて20重量%以下の量で使用される。幾つかの実施形態では、第3のモノマーの量は、15重量%以下、10重量%以下、又は5重量%以下である。

20

## 【0061】

幾つかの実施形態では、モノマー組成物は、少なくとも10重量%、少なくとも20重量%、少なくとも30重量%、少なくとも35重量%、少なくとも40重量%、少なくとも45重量%、少なくとも50重量%、少なくとも55重量%、少なくとも60重量%、少なくとも65重量%、少なくとも70重量%、少なくとも75重量%の少なくとも80重量%、少なくとも90重量%、又は少なくとも95重量%の式(I)の第1のモノマーを含有する。モノマー組成物の残りの量は、上述の第2及び第3のモノマーの任意の組み合わせを含み得る。幾つかの実施形態において、任意の残りの量は、式(III)のモノマーである。

30

## 【0062】

モノマー組成物は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの総重量に基づいて10~100重量%の第1のモノマーと、0~90重量%の第2のモノマーと、0~20重量%の第3のモノマーと、を含有する。例えば、モノマー組成物は、10~90重量%の第1のモノマーと、10~90重量%の第2のモノマーと、0~20重量%の第3のモノマーと、を含有し得る。モノマー組成物は、モノマー組成物の総重量に基づいて10~89重量%の第1のモノマーと、10~89重量%の第2のモノマーと、1~20重量%の第3のモノマーと、を含有し得る。

## 【0063】

モノマー組成物に加えて、第2の相は、ポロゲンとして機能するポリ(プロピレングリコール)を含有する。ポリ(プロピレングリコール)は第2の相中のモノマー組成物中で可溶性であるが、第1の相中では分散性である。言い方を変えれば、ポリ(プロピレングリコール)は第2の相と完全に混和し、第1の相とは部分的に混和する。モノマー組成物の重合後にポリ(プロピレングリコール)を除去し、ポリマー粒子中に孔(例えば空隙体積又は自由体積)を付与する。このポリ(プロピレングリコール)は重合性基を有さず(即ち、それはモノマーではない)、一般に、第2の相中で形成するポリマー粒子に共有結合していない。ポリ(プロピレングリコール)の幾らかは重合生成物中に同伴されると考えられる。更に、重合生成物が第2の相中に形成されると、ポリ(プロピレングリコール)の幾らかが第1の相と第2の相との間の界面に配置されると考えられる。形成する重合生成物の表面にポリ(プロピレングリコール)が存在することで、表面多孔性を有するポリマー粒子が形成される。表面多孔性は、図1等のポリマー粒子の電子顕微鏡写真から確

40

50

認することができる。

**【0064】**

第2の相は、最大50重量%のポリ(プロピレンジコール)を含有し得る。より多くの量のポリ(プロピレンジコール)が使用される場合、第2の相中に含まれるモノマー組成物の量は、均一に形作られるポリマー粒子を形成するには不十分な場合がある。多くの実施形態において、第2の相は、第2の相の総重量に基づいて45重量%以下、40重量%以下、35重量%以下、30重量%以下、又は25重量%以下のポリ(プロピレンジコール)を含有し得る。第2の相は、典型的には、少なくとも5重量%のポリ(プロピレンジコール)を含有する。より少ない量のポリ(プロピレンジコール)が使用される場合、結果として得られるポリマー粒子の多孔性は不十分な場合がある。第2の相は、典型的には、少なくとも10重量%、少なくとも15重量%、又は少なくとも20重量%のポリ(プロピレンジコール)を含有し得る。幾つかの実施形態では、第2の相は、第2の相の総重量に基づいて、5~50重量%、10~50重量%、10~40重量%、10~30重量%、20~50重量%、20~40重量%、又は25~35重量%のポリ(プロピレンジコール)を含有する。

10

**【0065】**

幾つかの実施形態では、第2の相は、第2の相の総重量に基づいて50~90重量%のモノマー組成物と10~50重量%のポリ(プロピレンジコール)、60~90重量%のモノマー組成物と10~40重量%のポリ(プロピレンジコール)、50~80重量%のモノマー組成物と20~50重量%のポリ(プロピレンジコール)、又は60~80重量%のモノマー組成物と20~40重量%のポリ(プロピレンジコール)を含有する。

20

**【0066】**

モノマー組成物及びポリ(プロピレンジコール)に加えて、第2の相は、多くの場合、モノマー組成物のフリーラジカル重合のための反応開始剤を含有する。本分野において既知の任意の好適な反応開始剤が使用され得る。反応開始剤は、熱反応開始剤、光反応開始剤、又はこれらの両方であり得る。使用される特定の反応開始剤は、多くの場合、第2の相中の溶解度に基づいて選択される。反応開始剤は、多くの場合、モノマー組成物中のモノマーの重量に基づいて0.1~5重量パーセント、0.1~3重量%、0.1~2重量%、又は0.1~1重量%の濃度で使用される。

30

**【0067】**

熱反応開始剤が反応混合物に添加される場合、ポリマー粒子は室温(即ち、20~25)又は高温で形成され得る。重合に必要な温度は、多くの場合、使用される特定の熱反応開始剤に依存する。熱反応開始剤の例としては、有機過酸化物及びアゾ化合物が挙げられる。

**【0068】**

光反応開始剤が反応混合物に添加されると、化学線の適用によりポリマー粒子が形成され得る。好適な化学線としては、赤外線領域、可視領域、紫外線領域の電磁放射線、又はそれらの組み合わせが挙げられる。

40

**【0069】**

紫外線領域において好適な光反応開始剤の例としては、ベンゾイン、ベンゾインアルキルエーテル(例えば、ベンゾインメチルエーテル、及びアニソインメチルエーテルのような置換ベンゾインアルキルエーテル)、フェノン(例えば、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノンなどの置換アセトフェノン及び2-メチル2-ヒドロキシプロピオフェノンなどの置換-ケトール)、ホスフィンオキシド、ポリマー光反応開始剤などが挙げられるが、これらに限定されない。

**【0070】**

市販の光反応開始剤としては、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-プロパン-1-オン(例えば、Ciba Specialty Chemicalsから商品名DAROCUR 1173で市販)、2,4,6-トリメチルベンゾイル-ジフェニル-ホス

50

フィンオキシドと 2 - ヒドロキシ - 2 - メチル - 1 - フェニル - プロパン - 1 - オンとの混合物（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 D A R O C U R 4 2 6 5 で市販）、2 , 2 - ジメトキシ - 1 , 2 - ジフェニルエタン - 1 - オン（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 6 5 1 で市販）、ビス（2 , 6 - ジメトキシベンゾイル）- 2 , 4 , 4 - トリメチル - ベンチルホスフィンオキシドと 1 - ヒドロキシ - シクロヘキシリ - フェニル - ケトンとの混合物（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 1 8 0 0 で市販）、ビス（2 , 6 - ジメトキシベンゾイル）- 2 , 4 , 4 - トリメチル - ベンチルホスフィンオキシドの混合物（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 1 7 0 0 で市販）、2 - メチル - 1 [ 4 - ( メチルチオ ) フェニル ] - 2 - モルホリノプロパン - 1 - オン（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 9 0 7 で市販）、1 - ヒドロキシ - シクロヘキシリ - フェニル - ケトン（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 1 8 4 で市販）、2 - ベンジル - 2 - ( デミチルアミノ ) - 1 - [ 4 - ( 4 - モルホリニル ) フェニル ] - 1 - ブタノン（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 3 6 9 で市販）、ビス（2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイル）- フェニルホスフィンオキシド（例えば、Ciba Specialty Chemicals から商品名 I R G A C U R E 8 1 9 で市販）、エチル - 2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィネート（例えば、BASF ( Charlotte, NC ) から商品名 L U C I R I N T P O - L で市販）、及び 2 , 4 , 6 - トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド（例えば、BASF ( Charlotte, NC ) から商品名 L U C I R I N T P O で市販）が挙げられるが、これらに限定されない。  
10

### 【 0 0 7 1 】

反応混合物は、多くの場合、少なくとも 5 重量 % の第 2 の相（分散相）と、最大 9 5 重量 % の第 1 の相（連続相）と、を含む。幾つかの実施形態では、反応混合物は、5 ~ 4 0 重量 % の第 2 の相と 6 0 ~ 9 5 重量 % の第 1 の相、5 ~ 3 0 重量 % の第 2 の相と 7 0 ~ 9 5 重量 % の第 1 の相、1 0 ~ 3 0 重量 % の第 2 の相と 7 0 ~ 9 0 重量 % の第 1 の相、又は 5 ~ 2 0 重量 % の第 2 の相と 8 0 ~ 9 5 重量 % の第 1 の相を含有する。重量 % は、反応混合物の総重量に基づいている。  
20

### 【 0 0 7 2 】

ポリマー粒子又はビーズを調製するために、液滴の第 2 の相を第 1 の相中に形成する。第 2 の相の成分は、多くの場合、第 1 の相の添加前に混合される。例えば、モノマー組成物、反応開始剤、及びポリ（プロピレングリコール）が一緒にブレンドされ、次に、第 2 の相であるこのブレンドされた組成物が第 1 の相に添加され得る。結果として得られる反応混合物は、多くの場合、高剪断下で混合されて、微小エマルジョンを形成する。分散している第 2 の相の液滴の大きさは、剪断力の量又は混合速度によって制御され得る。液滴の大きさは、重合前に光学顕微鏡下に混合物のサンプルを設置することによって決定され得る。任意の所望の液滴の大きさが使用され得るが、平均液滴直径は、多くの場合、2 0 0 マイクロメートル未満、1 0 0 マイクロメートル未満、5 0 マイクロメートル未満、2 5 マイクロメートル未満、1 0 マイクロメートル未満、又は 5 マイクロメートル未満である。例えば、平均液滴直径は、1 ~ 2 0 0 マイクロメートル、1 ~ 1 0 0 マイクロメートル、5 ~ 1 0 0 マイクロメートル、5 ~ 5 0 マイクロメートル、5 ~ 2 5 マイクロメートル、又は 5 ~ 1 0 マイクロメートルの範囲内であり得る。  
40

### 【 0 0 7 3 】

光開始剤が使用される場合、反応混合物は、多くの場合、所望の化学線によって貫通され得る厚さで非反応性表面上に広げられる。反応混合物は、液滴の合着を引き起こさない方法を用いて広げられる。例えば、反応混合物は押し出し方法を用いて形成され得る。多くの場合、化学線は電磁スペクトルの紫外線領域内である。紫外線が反応混合物層の上部表面からのみ適用される場合、層の厚さは最大約 1 0 ミリメートルであり得る。反応混合  
50

物層が上部表面及び下部表面の両方から紫外線に曝される場合、その厚さは最大約20m等、より大きくてよい。反応混合物は、モノマー組成物を反応させてポリマー粒子を形成するのに十分な時間、化学線に供される。反応混合物層は、化学線源の強度及びその反応混合物層の厚さに応じて、多くの場合、5分以内、10分以内、20分以内、30分以内、45分以内、又は1時間以内に重合される。

#### 【0074】

熱反応開始剤が使用される場合、液滴は、反応混合物を混合し続けながら重合され得る。あるいは、反応混合物は、任意の所望の厚さになるように非反応性表面上に広げられ得る。反応混合物層は、上部表面から、下部表面から、又は両方から加熱されて、ポリマー粒子を形成し得る。その厚さは、多くの場合、紫外線等の化学線の使用を伴うその使用に相当するように選択される。10

#### 【0075】

多くの実施形態では、光反応開始剤は、より低い温度が重合に使用され得るため、熱反応開始剤よりも好ましい。即ち、紫外線等の化学線を使用して、熱反応開始剤での使用に必要とされる温度に感受性であり得る反応混合物の様々な成分の分解を最小限に抑えることができる。更に、熱反応開始剤の使用に典型的に関連する温度は、第1の相と分散している第2の相との間の反応混合物の様々な成分の溶解度を不必要に変更し得る。

#### 【0076】

重合反応中に、モノマー組成物は、第1の相中に懸濁された第2の相の液滴中で反応する。重合が進行すると、第2の相中に含まれるポリ(プロピレングリコール)が重合生成物中に部分的に同伴される。ポリ(プロピレングリコール)の幾らかの部分が連鎖移動反応によりポリマー生成物に共有結合することが可能であるが、ポリ(プロピレングリコール)がポリマー生成物に結合していないことが好ましい。重合生成物は粒子の形態である。幾つかの実施形態では、粒子は、比較的均一な寸法及び形状を有するポリマービーズである。20

#### 【0077】

重合生成物(即ち、同伴されたポリ(プロピレングリコール)を含有するポリマー粒子)の形成後、重合生成物が第1の相から分離され得る。任意の好適な分離方法が使用され得る。例えば、第1の相の粘度を低下させるために、多くの場合、水が添加される。重合生成物の粒子はデカンテーション、濾過、又は遠心分離によって他の成分から分離することができる。重合生成物の粒子は、これらを水中で懸濁させ、デカンテーション、濾過、又は遠心分離により再度回収することにより更に洗浄することができる。30

#### 【0078】

次に、重合生成物の粒子は、1つ以上の洗浄工程に供されて、ポリ(プロピレングリコール)ポロゲンを除去することができる。ポリ(プロピレングリコール)の除去に好適な溶媒としては、例えばアセトン、メチルエチルケトン、トルエン、及びエタノール、n-プロパノール、又はイソプロパノール等のアルコール類が挙げられる。言い方を変えれば、同伴されたポリ(プロピレングリコール)は、溶媒抽出法を用いて重合生成物から除去される。ポリ(プロピレングリコール)がかつて存在していた場所に孔が作成される。

#### 【0079】

多くの実施形態において、結果として得られる多孔質ポリマー粒子(ポリ(プロピレングリコール)ポロゲンの除去後の重合生成物)は、200マイクロメートル未満、100マイクロメートル未満、50マイクロメートル未満、25マイクロメートル未満、10マイクロメートル未満、又は5マイクロメートル未満の平均直径を有する。例えば、多孔質ポリマー粒子は、1~200マイクロメートル、1~100マイクロメートル、1~50マイクロメートル、1~25マイクロメートル、1~10マイクロメートル、又は1~5マイクロメートルの範囲内の平均直径を有し得る。粒子は、多くの場合、ビーズの形態である。40

#### 【0080】

ポリマー粒子は、通常、粒子表面に分布する複数の孔を有する。幾つかの実施形態では

10

20

30

40

50

、ポリマー粒子は、粒子表面に分布する複数の孔を有することに加えて、中空である。ポリ(プロピレングリコール)ポロゲンの除去後、結果として得られるポリマー粒子は、主に水である第1の相を使用して調製されたポリマー粒子よりも多孔性である傾向がある。

#### 【0081】

多孔質物品は、纖維性多孔質マトリックス内に分散された多孔質ポリマー粒子を含む。纖維性多孔質マトリックスは、織布又は不織布のいずれかであり得る。多くの実施形態において、多孔質物品は、不織纖維性多孔質マトリックス内で網の目に絡んだ多孔質ポリマー粒子を含む。不織纖維性多孔質マトリックスは、多くの場合、紡織又は編み合わせではなく、織り交ぜた(interlaid)纖維の層の形態である。不織纖維性多孔質マトリックスは、例えば、エアレイド技術、メルトブロー加工又はスパンボンド加工の他、毛羽立て加工、湿式積層、及びこれらの組み合わせのようなスパンボンド積層技術などの任意の好適なプロセスにより、調製することが可能である。幾つかの用途では、スパンレイド又は湿式載置技術により纖維性不織布マトリックスを調製することが好ましい場合がある。

10

#### 【0082】

不織纖維性多孔質マトリックスの調製に用いるのに適した纖維は、通常、放射線及び／若しくは様々な溶剤に対して安定なものなどのパルプ化可能な(pulpable)又は押し出し可能な纖維である。有用な纖維としては、ポリマー纖維、無機纖維、及びこれらの組み合わせが挙げられる。多くの実施形態において、纖維はポリマー纖維を含み、多くの場合、複数の異なる種類のポリマー纖維を含む。例えば、ポリマー纖維のうちの少なくとも幾つかは、ある程度の親水性を呈するように選択され得る。

20

#### 【0083】

好適なポリマー纖維としては、(動物若しくは植物源由来の)天然ポリマー及び／又は合成ポリマー(熱可塑性及び溶媒分散性ポリマーを含む)から作製されたものが挙げられる。有用なポリマーとしては、ウール；シルク；セルロース系ポリマー類(例えば、セルロース、レーヨンのようなセルロース誘導体など)；フッ化ポリマー類(例えば、ポリ(フッ化ビニル)、ポリ(フッ化ビニリデン)、ポリ(フッ化ビニリデン-コ-ヘキサフルオロプロピレン)のようなフッ化ビニリデンのコポリマー、ポリ(エチレン-コ-クロロトリフルオロエチレン)のようなクロロトリフルオロエチレンのコポリマーなど)；塩素化ポリマー類；ポリオレフィン類(例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ(1-ブテン)、エチレンとプロピレンとのコポリマー、オレフィンのコポリマー(例えばエチレン又はプロピレンと1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテン及び1-デセンとのコポリマー、例えば、ポリ(エチレン-コ-1-ブテン、ポリ(エチレン-コ-1-ブテン-コ-1-ヘキセン))など)；ポリ(イソプレン)類；ポリ(ブタジエン)類；ポリアミド類(例えば、ナイロン6、ナイロン6,6、ナイロン6,12、ポリ(イミノアジポイルイミノヘキサメチレン)、ポリ(イミノアジポイルイミノデカメチレン)、ポリカプロラクタムなど)；ポリイミド類(例えば、ポリ(ピロメリットイミド)など)；ポリエーテル類；ポリ(エーテルスルホン)類(例えば、ポリ(ジフェニルエーテルスルホン)、ポリ(ジフェニルスルホン-コ-ジフェニレンオキシドスルホン)など)；ポリ(スルホン)類；ポリ(ビニルアセテート)のようなポリ(ビニルエステル)類；ビニルアセテートのコポリマー類(例えば、ポリ(エチレン-コ-ビニルアセテート)、アセテート基のうちの少なくとも幾つかが加水分解されてポリ(エチレン-コ-ビニルアルコール)をはじめとする様々なポリ(ビニルアルコール類)が提供されているコポリマー類、及びこれらに類するもの)；ポリ(ホスファゼン)類；ポリ(ビニルエーテル)類；ポリ(ビニルアルコール)類；ポリアラミド類(例えば、DuPont Co., Wilmington, DEが「KEVLAR」という商品名で販売しているポリ(パラフェニレンテレフタルアミド)及び纖維のようなパラ-アラミド類、例えば、「KEVLAR 1F306」及び「KEVLAR 1F694」(両方とも少なくとも4mmの長さのアラミド纖維を含む)のようなパルプを構成する纖維の長さに基づいて様々なグレードで市販されているパルプ類；及びこれらに類するもの)；ポリ(カーボネート)類；及びこれらに類するもの；並びにこれらの組み合わせが挙げられる。

30

40

50

## 【0084】

幾つかの実施形態では、疎水性及び親水性ポリマー纖維の混合物が使用される。例えば、纖維性多孔質マトリックスは、ポリアミド及びポリスルホンのような親水性纖維と、ポリオレフィンのような疎水性纖維との混合物を含み得る。幾つかの具体例では、ポリマー纖維は、ポリアミド、ポリオレフィン、ポリスルホン、及びこれらの組み合わせを含む。更により具体的な例としては、ナイロン、ポリエチレン、ポリプロピレン、及びこれらの組み合わせが挙げられる。

## 【0085】

好適な無機纖維としては、ガラス、セラミックス、及びこれらの組み合わせから選択される少なくとも1種類の無機材料を含むものが挙げられる。これらの纖維を加えることにより、多くの場合、纖維性多孔質マトリックスを強化することが可能である。例えば、無機纖維を含有する多孔質マトリックス層は、多くの場合、壊れることなく、屈曲、折り畳み、又はプリーツ状にすることが可能である。有用な無機纖維としては、例えば、纖維ガラス（例えば、Eガラス、Sガラスなど）、セラミック纖維（例えば、金属酸化物（アルミナなど）、炭化ケイ素、窒化ホウ素、炭化ホウ素などで製造された纖維）、及びこれらの組み合わせが挙げられる。有用なセラミック纖維は、少なくとも部分的に結晶性であり得る（認識可能なX線粉末回折図形を示す、又は結晶質相及び非晶質（ガラス）相の両方を含有する）。幾つかの用途において、無機纖維は、纖維ガラス及びこれらの組み合わせを含む。

10

## 【0086】

不織纖維性多孔質マトリックスの形成に用いられる纖維は、特定用途（例えば、特定の種類の試料）にとって十分な構造的一体性及び十分な多孔性を有する多孔質マトリックスを提供できる長さ及び直径のものであり得る。纖維の長さは、多くの場合、少なくとも約0.5ミリメートル、少なくとも1つのミリメートル、少なくとも2ミリメートル、少なくとも3ミリメートル、少なくとも4ミリメートル、少なくとも6ミリメートル、少なくとも8ミリメートル、少なくとも10ミリメートル、少なくとも15ミリメートル、少なくとも20ミリメートル、少なくとも25ミリメートル、又は少なくとも30ミリメートルである。纖維の直径は、例えば、少なくとも10マイクロメートル、少なくとも20マイクロメートル、少なくとも40マイクロメートル、又は少なくとも60マイクロメートルであり得る。纖維の長さ及び直径は、纖維の性質及び用途のタイプなどの要因によって異なる。

20

## 【0087】

多孔質ポリマー粒子の捕捉を促進する目的で、及び/又は大きい表面積を確保する目的で、不織布の形成に用いる纖維、纖維性多孔質マトリックスは、多くの場合、（例えば、主纖維が多くのより小さな結合フィブリルで取り囲まれた形態の）少なくとも1つのフィブリル化纖維を含有する。主纖維は、一般に、0.5ミリメートル～5ミリメートルの範囲内の長さ、及び1マイクロメートル～20マイクロメートルの範囲内の直径を有し得る。フィブリルは、典型的には、 $\mu\text{m}$ 未満の直径を有し得る。多くの実施形態において、フィブリル化纖維は、ポリエチレン又はポリプロピレンのようなポリオレフィンから調製される。

30

## 【0088】

不織纖維性多孔質マトリックスは、複数の異なる種類の纖維を含有し得る。幾つかの実施形態において、多孔質マトリックスは、2、3、4種類、又は更にはより多くの異なる種類の纖維を使用して形成され得る。例えば、強度及び一体性をもたらすためにナイロン纖維を加えることができる一方、粒子を捕捉するためにフィブリル化ポリエチレンを加えることができる。加えて、ナイロン纖維が親水性特性をもたらすのに対して、フィブリル化ポリエチレンは多孔質マトリックスに疎水性特性をもたらす。フィブリル化纖維及び非フィブリル化纖維を組み合わせて使用した場合、フィブリル化纖維と非フィブリル化纖維との重量比は、多くの場合、少なくとも1：2、少なくとも1：1、少なくとも2：1、少なくとも3：1、少なくとも5：1、又は更には少なくとも8：1である。

40

50

## 【0089】

不織纖維性多孔質マトリックスは、多くの場合、少なくとも1つのポリマーバインダーを更に含有する。好適なポリマーバインダーは、比較的不活性な（纖維又は多孔質ポリマー粒子のいずれかと化学的相互作用をほとんどあるいは全く示さない）天然及び合成ポリマー材料を含む。有用なポリマーバインダーとしては、ポリマー樹脂（例えば、粉末及びラテックスの形態）、ポリマーバインダー纖維、及び同類物、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。

## 【0090】

不織纖維性多孔質マトリックスに好適なポリマー樹脂としては、天然ゴム、ネオブレン、スチレン-ブタジエンコポリマー、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、及びこれらの組み合わせが挙げができるが、これらに限定されない。多くの実施形態において、ポリマー樹脂は、アクリレート樹脂を含む。

10

## 【0091】

好適なポリマーバインダー纖維には、接着専用タイプの纖維、及び2成分纖維が含まれる。接着専用タイプの纖維の例としては、Eastman Chemical Products (Kingsport, TN, USA) からKODEL（例えば、KODEL 43UD）という商品名で市販されているものが挙げられる。2成分纖維は、例えば、並列形態、シース-コア形態などであり得る。並列2成分纖維の例には、ポリオレフィン、熱結合された2成分纖維、Chisso Corporation (Osaka, Japan) からCHISSO（例えば、CHISSO ES）という商品名で市販されているものがある。シース-コア2成分纖維の例には、Unitika Ltd. (Osaka, Japan) からMELTY（例えば、MELTY 4080）という商品名で市販されているもの、及びMinifibers, Inc. (Johnson City, TN) から市販されている、エチルビニルアセテート（シース）及びポリプロピレン（コア）製のものがある。バインダーは、シース-コア2成分纖維のシース部分である。

20

## 【0092】

不織纖維性多孔質マトリックスは、多くの場合、ポリオレフィン纖維、ポリアミド纖維、ガラス纖維、及びポリマーバインダーの混合物を含む。幾つかの特定の実施形態において、不織纖維性多孔質マトリックスは、ナイロン纖維、フィブリル化ポリエチレン纖維、ガラス纖維、及びポリマーバインダー纖維の混合物（例えば、シース-コアの2成分纖維）を含有する。幾つかの実施例では、不織纖維性多孔質マトリックスは、40～80重量%のフィブリル化ポリエチレン纖維、10～30重量%のナイロン纖維、5～20重量%のガラス纖維、及び5～20重量%のポリマーバインダー纖維を含有する。他の実施例では、不織纖維性多孔質マトリックスは、50～70重量%のフィブリル化ポリエチレン纖維、10～25重量%のナイロン纖維、5～15重量%のガラス纖維、及び5～20重量%のポリマーバインダー纖維を含有する。更に他の例では、纖維性多孔質マトリックスは、55～65重量%のフィブリル化ポリエチレン纖維、10～20重量%のナイロン纖維、5～15重量%のガラス纖維、及び10～20重量%のポリマーバインダー纖維を含有する。

30

## 【0093】

多くの実施形態において、纖維性多孔質マトリックスは、纖維及びバインダーのみを含有する。例えば、少なくとも90重量%、少なくとも95重量%、少なくとも98重量%、少なくとも99重量%、又は少なくとも99.5重量%の乾燥纖維性多孔質マトリックスは、纖維又はバインダーのいずれかである。

40

## 【0094】

多孔質物品は、纖維性多孔質マトリックス、及び纖維性多孔質マトリックス全体に分散された多孔質ポリマー粒子の両方を含む。多くの実施形態において、多孔質物品は、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて少なくとも10重量%の多孔質ポリマー粒子を含有する。多孔質ポリマー粒子の量が約10重量%未満の場合、多孔質物品が標的材料を流体ストリームから効率的に分離するのに十分な多孔質ポリマー粒子を含有していない可能性がある

50

。幾つかの実施例では、多孔質物品は、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて少なくとも 15 重量%、少なくとも 20 重量%、少なくとも 25 重量%、又は少なくとも 30 重量%の多孔質ポリマー粒子を含有する。

#### 【0095】

他方、多孔質物品は、通常、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて 55 重量%以下の多孔質ポリマー粒子を含有する。多孔質ポリマー粒子の量が約 55 重量%を超える場合、多孔質物品が十分な量の纖維性多孔質マトリックスを含有していない可能性がある。つまり、その多孔質物品が流体ストリームと接触した際に、流体ストリームを一体的に保持するための強度が十分に発揮されない可能性がある。幾つかの実施例において、多孔質物品は、多孔質物品の総重量に基づいて 50 重量%以下、45 重量%以下、又は 40 重量%以下の多孔質ポリマー粒子を含有する。

10

#### 【0096】

言い方を変えれば、多孔質物品は、多くの場合、10 ~ 55 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 45 ~ 90 重量%の纖維性多孔質マトリックス、15 ~ 50 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 50 ~ 85 重量%の纖維性多孔質マトリックス、20 ~ 50 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 50 ~ 80 重量%の纖維性多孔質マトリックス、20 ~ 45 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 55 ~ 80 重量%の纖維性多孔質マトリックス、25 ~ 40 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 60 ~ 75 重量%の纖維性多孔質マトリックス、又は 30 ~ 40 重量%の多孔質ポリマー粒子、及び 60 ~ 70 重量%の纖維性多孔質マトリックスを含有する。この量は、多孔質物品の総乾燥重量に基づいている。

20

#### 【0097】

多くの実施形態において、多孔質物品（乾燥時）は、多孔質ポリマー粒子及び纖維性多孔質マトリックスのみを含有する。例えば、多孔質物品は、乾燥時、少なくとも 90 重量%、少なくとも 95 重量%、少なくとも 98 重量%、少なくとも 99 重量%、又は少なくとも 99.5 重量%の結合済み多孔質ポリマー粒子、及び纖維性多孔質マトリックスを含有する。

30

#### 【0098】

纖維性多孔質マトリックスに含まれる任意のポリマーバインダーは、多孔質物品内の多孔質ポリマー粒子に実質的に付着しないことが好ましい。換言すれば、多孔質物品を走査電子顕微鏡で調べると、多孔質ポリマー粒子の合計表面積の 5 パーセント未満がポリマーバインダーで被覆されている。例えば、多孔質ポリマー粒子の合計表面積の 4 パーセント未満、3 パーセント未満、2 パーセント未満、又は更には 1 パーセント未満が、ポリマーバインダーで被覆される。

#### 【0099】

第 2 の態様では、多孔質物品を製造する方法が提供される。本方法は、a) 複数の多孔質ポリマー粒子を提供する工程と、b) 多孔質ポリマー粒子を纖維性多孔質マトリックス全体に分散させる工程と、を含む。多孔質ポリマー粒子は、上述のものと同じであり、上述の方法を使用して調製され得る。任意の好適な方法を使用することで、多孔質ポリマー粒子を纖維性多孔質マトリックス全体に分散させることができる。多くの実施形態において、多孔質ポリマー粒子は、纖維性多孔質マトリックス内で網の目に絡んでいる。

40

#### 【0100】

1 つの特定の方法では、多孔質物品は、湿式積層又は「湿式載置」プロセスを使用して調製される。このプロセスで形成される分散液は、(a) 複数の纖維、(b) 複数の多孔質ポリマー粒子、(c) 任意のポリマーバインダー、及び(d) 水、水混和性の有機溶剤、又はこれらの混合物などの分散用液を含有する。纖維、多孔質ポリマー粒子、及びポリマーバインダー成分が一緒に分散用液中に分散されてもよい。あるいは、これらの成分のうちの 1 つ以上が、他の成分が導入される前に分散されてもよい。幾つかの実施形態において、纖維（例えば、疎水性纖維）は、添加剤、表面処理剤、又は化学基を有し、分散用液中の纖維の分散を容易にする。例えば、ポリオレフィン系纖維は、無水マレイン酸又は無水コハク酸官能基を有してもよく、又はポリエチレン纖維を調製するために溶解プロ

50

セス中に好適な界面活性剤が添加されてもよい。

#### 【0101】

湿式載置プロセスは、多くの場合、纖維の少なくとも一部分にポリマーバインダーを少なくとも部分的に堆積させる工程と、分散液から分散用液を除去する工程と、を更に含む。纖維上へのポリマーバインダーの堆積は、ポリマーバインダーの性質に応じて、分散用液の除去若しくは脱水工程の前又は後のいずれかに行うことができる。例えば、ポリマーラテックスがポリマーバインダーとして使用される場合、多孔質ポリマー粒子が添加される前又は添加された後、及び脱水工程の前に、ポリマーラテックスを纖維上に沈降させることができある。最初の脱水後、熱を加えて脱水を完了し、結果として得られる堆積ラテックスを固めることができる。ポリマーバインダー纖維がポリマーバインダーとして使用される場合、一般的には、最初に脱水を行った後、熱を加えて、脱水を完了させ、かつポリマーバインダー纖維を融解させる（それにより纖維上にポリマーバインダーを堆積させる）ことができる。10

#### 【0102】

1種類以上の補助剤又は添加剤がこの種の多孔質物品を調製する際に使用され得る。有用な補助剤としては、加工助剤（例えば、ポリマーバインダーの纖維上への沈降を助けることができる、アルミン酸ナトリウム及び硫酸アルミニウムなどの沈降剤）、並びに結果として得られる多孔質物品の全体的性能を高めることができる物質などが挙げられる。そのような補助剤（使用した場合）の存在し得る量は、例えば、多孔質物品（例えば、纖維、多孔質ポリマー粒子及びポリマーバインダー）の総乾燥重量に基づいて5重量%、最大4重量%、最大3重量%、最大1重量%、又は最大0.5重量%の量であり得る。多孔質物品中に含まれ得る多孔質ポリマー粒子の量を最大限にするように、補助剤の総量は、典型的には、可能な限り少量に抑えられるように選択される。20

#### 【0103】

もう1つの特定の湿式載置プロセスでは、分散用液（例えば、水、水混和性の有機溶剤、例えばアルコール、又はこれらの混合物）の存在下で纖維（例えば、短纖維）が容器内でブレンドされて、スラリーを形成することができる。スラリーが形成された後、多孔質ポリマー粒子、ポリマーバインダー、及び任意の沈降剤（例えば、ミョウバンのようなpH調整剤）がスラリーに添加され得る。

#### 【0104】

当該技術分野において既知のハンドシート法（hand-sheetmethod）を用いて湿式載置プロセスが実行されるときに、3つの成分（即ち、纖維、ポリマーバインダー、及び多孔質ポリマー粒子）を分散液に添加する順序が濃縮デバイスの最終的な性能に重大な影響を及ぼすことは見出されなかった。ポリマーバインダーがラテックスである場合、多孔質ポリマー粒子が添加された後にポリマーバインダーを添加することが好ましくあり得る。このような後の添加が、多孔質マトリックスの纖維に対する多孔質ポリマー粒子の接着を改善し得る。他のポリマーバインダーの場合、多孔質ポリマー粒子が添加される前に、多孔質マトリックスに添加することが好ましくあり得る。多孔質ポリマー粒子の孔がポリマーバインダーで遮断されるのを回避するために、ポリマーバインダーの選択肢及び量を慎重に選択する必要がある。30

#### 【0105】

形成後、分散混合物は、型に注がれてもよく、この型の底部はスクリーンで被覆されてもよい。分散用液は、（濡れたシートの形態の）混合物からスクリーンを通して排水させることができる。十分な量の液体が排水された後、一般に、濡れたシートが成形型から取り外されて、加圧、加熱、又はこれらの2つの組み合わせによって乾燥され得る。一般的に、圧力は、約300～約600kPaの範囲内である。湿潤シートの乾燥に用いられる温度は、90～200の範囲内、100～175の範囲内、100～150の範囲内、又は90～120の範囲内であり得る。乾燥によって、多くの場合、全ての又は大部分の分散用液（例えば、分散液を形成するために加えられた分散液の量に基づいて最大85重量%、最大90重量%、最大95重量%、最大98重量%、又は最大9940

重量%の分散用液)が除去される。湿式載置プロセスにおいてポリマーバインダー纖維がポリマーバインダーとして使用される場合、典型的には、沈降剤は不要であり、加えられる熱を用いてポリマーバインダー纖維を融解することができる。

#### 【0106】

結果として得られる多孔質物品は、少なくとも0.1ミリメートル、少なくとも0.2ミリメートル、少なくとも0.5ミリメートル、少なくとも0.8ミリメートル、少なくとも1ミリメートル、少なくとも2ミリメートル、少なくとも4ミリメートル、又は少なくとも5ミリメートルの平均厚さを有する乾燥シートである。平均厚さは、多くの場合、最大20ミリメートル、最大15ミリメートル、最大12ミリメートル、又は最大10ミリメートルである。所望される場合、カレンダ加工を用いることにより、乾燥シートの加圧又は溶着を更に行うことが可能である。10

#### 【0107】

多孔質物品において、多孔質ポリマー粒子は、利用される纖維の性質に応じて、化学的相互作用(例えば、化学結合)又は物理的相互作用(例えば、吸着若しくは機械的捕捉)のいずれかにより、纖維性多孔質マトリックス内に捕捉することができる。

#### 【0108】

多孔質ポリマー粒子は、多くの場合、多孔質物品内の纖維性多孔質マトリックス全体に本質的に均一に分散されることが好ましい。

#### 【0109】

一般に、乾燥多孔質物品の平均孔径は、走査電子顕微鏡(SEM)で測定した場合、0.1~10マイクロメートルの範囲内であり得る。20~80容量パーセントの範囲、又は40~60容量パーセントの範囲内にある空隙体積は、有用であり得る。乾燥多孔質物品の多孔性を、纖維混合物中に直径又は剛性がより大きい纖維を使用することによって修正する(増加させる)ことができる。20

#### 【0110】

多孔質物品は可撓性であり得る(例えば、0.75インチ(直径約2cm)のコアに巻き付けられた多孔質シートであってもよい)。この可撓性により、シートをプリーツ状にしたり、又は丸めたりすることが可能となり得る。多孔質シートは、開孔構造を有し、この細孔構造によって、試料(例えば、液体試料のような流体ストリーム)の通過に対する抵抗力が最小限に抑えられる傾向がある。抵抗力が最小限に抑えられるため、比較的高い背圧を発生させることなく、比較的高容量の液体を比較的速く通すことができる。30

#### 【0111】

カレンダ加工されていない多孔質シートは、所望の大きさに切断され、分離装置内で使用され得る。所望により(例えば、シート全体の有意な圧力低下が懸念事項ではない場合)、多孔質シートをカレンダ加工して、使用前にその引張り強度を増大させることができる。多孔質物品をプリーツ状にする必要のある場合、乾燥及びカレンダ加工が典型的には回避される。

#### 【0112】

多孔質物品を使用して、標的材料を試料から分離することができる。例えば、多孔質物品を使用して、試料から微生物(即ち、細胞検体)を濃縮することができる。多孔質物品を試料と接触させるための任意の方法が使用され得る。例えば、多孔質物品を試料中に浸漬させてもよく、試料を多孔質物品上に注いでもよく、試料を多孔質物品を含有する管若しくはウエル中に注いでもよく、又は試料を多孔質物品上若しくは中に通してもよい。試料が多孔質物品全体に分散された多孔質ポリマー粒子と接触するような様式で、試料が多孔質物品と接触することが好ましい。40

#### 【0113】

第3の態様では、分離装置が提供される。分離装置は、a)流体ストリームを容器に通す入口及び出口を有する容器と、b)容器内に配置された多孔質物品と、を備える。多孔質物品は、上述のものと同じである。任意の好適な容器を使用することが可能である。容器及び多孔質物品の両方が、所望される任意の大きさを有し得る。多くの実施形態において、

て、多孔質物品が、容器の少なくとも 25 容量パーセント、少なくとも 50 容量パーセント、又は少なくとも 75 容量パーセントを充填する。

#### 【0114】

幾つかの実施形態において、容器は、多孔質物品を含有するカラム又はカートリッジ（例えば、フィルタカートリッジ）である。流体ストリームは、カラム又はカートリッジの第1の端部に入り、カラム又はカートリッジの第2の端部から出る。流体ストリームは、カラム又はカートリッジ内に入っている間、多孔質物品と接触する。一実施例において、分離装置は、シリンジフィルタのようなフィルタの形態である。試料がシリンジ内に設置し、その後、多孔質物品を含有するフィルタに通す。分離装置のうちのいずれにおいても、流体ストリームは、多孔質物品上、多孔質物品中、又はこれらの両方を通ることができる。フィルタは、1枚以上の多孔質物品シートを収容することができる。複数の層の多孔質シートを使用することによって、標的材料を拘束する能力を高めることができる。分離装置内に含まれる多孔質物品の量は、多くの場合、特定の試料の標的材料を分離（例えば、捕捉又は濃縮）するのに十分であるように選択される。

10

#### 【0115】

所望される場合、分離装置は、例えば、1つ以上のプレフィルタ（例えば、試料を多孔質物品の中に通す前に試料から比較的大きい食物粒子を除去するため）、多孔質物品の支持体又はベース（例えば、フリット又はグリッドの形態）、又は分離装置全体に圧力差を加えるためのマニホールド（例えば、試料を多孔質物品の中に通すのを助けるため）などの1つ以上の他の構成要素を更に含有し得る。

20

#### 【0116】

所望される場合、分離装置は、使用前に（例えば、制御された熱、エチレンオキシドガス、又は放射線で）滅菌されてもよく、検出エラーを引き起こし得る試料のいかなる汚染も低減又は防止することができる。これは、標的材料が微生物である場合に、特に有用である。

30

#### 【0117】

任意の好適な試料が分離装置内に導入されてもよい。分離装置内に含まれる多孔質物品内の多孔質ポリマー粒子の組成物は、所望のタイプの標的材料を捕捉するように変更されてもよい。幾つかの実施形態では、試料から微生物を捕捉するように多孔質ポリマー粒子組成物が選択される。この実施形態において、多孔質ポリマー粒子の形成に使用されるモノマーは、典型的には、イオン基を含有していない。あるいは、モノマー組成物中の1重量%未満、0.5重量%未満、又は0.1重量%未満のモノマーは、イオン性モノマーである。

#### 【0118】

標的材料が微生物である場合、その微生物は、分離装置内の多孔質物品によって捕捉される。微生物は、医療、環境、食品、飼料、臨床、及び検査室の試料、並びにこれらの組み合わせを含むが、これらに限定されない様々な試料中に存在し得る。医療又は獣医学試料としては、例えば、臨床診断のためにアッセイされる生物源（例えばヒト又は動物）由來の細胞、組織、又は流体を挙げることができる。環境試料は、例えば、医療施設又は獣医学施設、工業施設、土壤、水源、食品調理領域（食品接觸及び非接觸領域）、研究室、又はバイオテロリズムに供されていた可能性のある領域から得たものであり得る。食品の加工、取扱い、及び調理領域の試料が、多くの場合、細菌病原菌による食品供給汚染について特に懸念されるものである。

40

#### 【0119】

液体の形態で得られる試料、又は液体中の固体の分散液又は懸濁液の形態で得られる試料は、直接使用されてもよく、又は濃縮（例えば、遠心分離により）若しくは希釈（例えば、緩衝（pH調整された）溶液の添加により）されてもよい。固体若しくは半固体形態の試料は、直接使用されてもよく、又は例えば、所望される場合、流動体媒質（例えば緩衝溶液）で洗浄若しくはすすぎ、又は流動体媒質中に懸濁若しくは分散させることにより抽出されてもよい。試料は表面から（例えばスワビング又はすすぎにより）採取され得る

50

。好ましくは、試料は、流体（例えば、液体であるか、又は液体中に固体を分散させたもの、又は第1の液体を第2の液体中に分散させたもの）である。

#### 【0120】

試料の具体例としては、食品（例えば、新鮮な農作物、ひき肉）、飲料（例えば、ジュース又は炭酸飲料）、水（飲用水を含む）、及び生物学的流体が挙げられる。生物学的流体としては、例えば、全血又はこれらの成分（例えば、血漿、血小板が富化された血液成分、血小板濃縮物、又は濃厚赤血球）細胞調製物（例えば、分散組織、骨髓穿刺液、又は椎体骨髓）、細胞懸濁液、尿、唾液、骨髓、肺流体、脳流体、創傷滲出液、創傷生検試料、眼流体、脊髄液及び溶解済み調製物（例えば、緩衝液の溶解を用いる等の公知の手順によって形成され得る細胞溶解物）が挙げられる。

10

#### 【0121】

微生物は、濃縮された状態で試料から分離され得る。幾つかの実施形態において、微生物は、微生物の検出を阻害し得る他の試料成分から分離され得る。最適には、更なる濃縮が望ましい場合、試料を分離装置に通す前又は通した後のいずれかで、培養物が試料から成長し得る。このような培養増菌は一般的又は一次的（大部分若しくは本質的に全ての微生物の濃度を増菌するように）であり得るか、又は特異的又は選択的（1つ以上の選択された微生物のみの濃度（複数可）を増菌するように）であり得る。

#### 【0122】

試料の体積は、特定の用途によって異なり得る。例えば、試料が診断又は研究に適用される場合、試料の体積は、典型的には、マイクロリットルの範囲（例えば、10マイクロリットル以上）であり得る。この試料が食品病原体試験アッセイ又は飲用水安全性試験に使用される場合、試料容量は、典型的には、ミリリットル～リットルの範囲（例えば、100ミリリットル～3リットル）であり得る。バイオプロセシング又は製剤処方などの産業用途において、あるいは飲料水などの液体を浄化した場合、体積は数万リットルであり得る。

20

#### 【0123】

試料は、所望される任意の時間にわたって、分離装置内の多孔質物品と接触してもよい。幾つかの実施形態において、接触時間は、試料の大きさに応じて約10秒～約60分間である。混合（例えば、分離装置を振盪するか若しくは分離装置の容器内部に攪拌棒を付加すること）によって、又は分離装置全体に圧力差を印加し、その多孔質物品に試料を通過し易くすることによって）及び／又は（例えば、周囲温度での）インキュベーションによって、多孔質物品と試料との間の接触が強化され得る。

30

#### 【0124】

第4の態様では、システムが提供される。このシステムは、a) 入口及び出口を有する容器と、b) 容器内に配置された多孔質物品と、を含む分離装置を含む。多孔質物品は記載されているのと同じものである。システムは分離装置に通す流体ストリームを更に含み、この流体ストリームは、容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る。

#### 【0125】

任意の方法を用いて、流体ストリームを分離装置に供給することができる。幾つかの実施形態において、本システムは、流体ストリームを供給するポンプを含む。本質的に、任意の種類のポンプ（例えば、蠕動ポンプ）が使用され得る。他の実施形態では、他の機器を使用して、分離装置全体の圧力差を確立することができる。例えば、シリンジ又はプランジャーを使用してもよい。有用な流速は、試料の性質及び特定用途などの要因によって異なる。例えば、約100ミリリットル／分以上の分離装置を通る流体ストリームの流速が効率的であり得る。より複雑な試料の場合、より長い接触時間及びより遅い流速が有用であり得る。多くの試料では、1～100ミリリットル／分の範囲内、1～50ミリリットル／分の範囲内、又は1～20ミリリットル／分の範囲内の流速が利用され得る。予め濾過された、ないしは別の方法で浄化された食品試料の場合、約6ミリリットル／分（1.5ミリリットル／15秒）の流速が有用であり得る。

40

50

## 【0126】

分離装置に含まれる多孔質物品の接触時間、流速及び量、並びにその多孔質物品に含まれる多孔質ポリマー粒子の量はいずれも、分離装置において標的材料が除去される効率に影響を及ぼし得る。標的材料が微生物である実施形態において、試料から微生物が除去される率は、少なくとも90パーセント、少なくとも95パーセント、少なくとも98パーセント、又は少なくとも99パーセントであり得る。

## 【0127】

流体ストリームを分離装置に通した後、1種以上の任意の添加剤を多孔質物品と接触させることができる。多孔質物品を任意の添加剤と接触させる任意の好適な方法が使用され得る。例えば、多孔質物品が分離装置内に配置された状態で、任意の添加剤をその多孔質物品内に通す方法が挙げられる。あるいは、多孔質物品が分離装置から除去されてもよく、又は分離装置全体が任意の添加剤内に設置されてもよい。任意の添加剤としては、例えば、溶解試薬、生物発光アッセイ試薬、核酸捕捉試薬（例えば、磁石ビーズ）、微生物用培地、緩衝液（例えば、固体試料を湿らせる）、微生物染色試薬、洗浄用緩衝液（例えば、結合していない物質を洗い流すため）、溶出剤（例えば、血清アルブミン）、界面活性剤（例えば、Dow Chemical, Houston, TXから入手可能なTRITON X-100非イオン性界面活性剤）、機械的磨耗／溶出試薬（例えばガラスビーズ）及び緩衝液が挙げられる。

10

## 【0128】

第5の態様では、標的材料を分離する方法が提供される。本方法は、分離装置を提供する工程を含む。分離装置は、入口及び出口を有する容器を含む。多孔質物品は、上述のものと同じである。本方法は、標的材料を含む流体ストリームを分離装置に通す工程を更に含み、この工程において、流体ストリームは容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る。本方法は、標的材料を流体ストリームから除去する工程をなお更に含み、この工程において、標的材料は、多孔質物品により拘束（例えば、化学的に若しくは物理的に吸着）されるか又は捕捉される。

20

## 【0129】

標的材料が多孔質物品により拘束又は捕捉されている間、試料の流体ストリームが分離装置に通される。標的材料を分離（除去）するメカニズムは、多孔質物品内の多孔質ポリマー材料の組成、多孔質ポリマー材料内の孔径の他、標的材料の大きさ及び／又は構造によって異なり得る。

30

## 【0130】

幾つかの実施形態において、標的材料は、微生物である。微生物が標的材料として捕捉されるようにする目的で、多孔質ポリマー材料は、典型的には、スルホン酸基若しくはその塩、カルボン酸基若しくはその塩、及び／又は第四級アンモニウム基のようなイオン基を有さない。微生物は、多くの場合、多孔質ポリマー粒子の大きさと同程度であるか、又は多孔質ポリマー粒子よりも小さい。この意味で、本明細書に記載の多孔質物品を使用して試料から微生物を分離することができることは、驚くべきことである。理論に束縛されるものではないが、任意の微生物を典型的に伴う脂質が多孔質ポリマー粒子に吸収されるため、結果として微生物が同時に捕捉される。微生物が通常孔よりもかなり大きいため、これら自体が多孔質ポリマー粒子の孔に進入しない可能性が高いが、微生物の一部は、多孔質ポリマー粒子の孔内に拘束されることがあり得る。

40

## 【0131】

標的材料を流体ストリーム又は試料から除去する目的は、様々であり得る。幾つかの実施形態において、標的材料の除去は、精製を目的とする。標的材料が微生物である場合、分離装置を使用して、精製された流体ストリームを提供することができる。例えば、流体ストリームは、分離装置内の多孔質物品によって除去される微生物を含有し得る水であってもよい。他の実施形態において、標的材料の除去は、標的材料の存在を検出することを目的とする。分離装置が標的材料（例えば、微生物）を流体ストリームから除去し、分離装置内の多孔質物品上にある標的材料を濃縮する。

50

## 【0132】

標的材料を分離する方法は、捕捉された標的材料を多孔質物品から単離又は除去する工程を更に含み得る。標的材料が微生物である実施形態では、例えば、溶出剤を分離装置の上又は中に通すことにより、捕捉された微生物を多孔質物品から除去することができる。

## 【0133】

標的材料を分離する方法における工程はいずれも、手動で（例えば、バッチ単位による方法で）実行されてもよく、又は（例えば、連続若しくは半連続処理を可能にするように）自動化されてもよく。

## 【0134】

本明細書に記載の分離装置を使用して、様々な微生物が濃縮され得る。好適な微生物は、例えば、細菌（グラム陰性細菌及びグラム陽性細菌の両方を含む）、真菌、酵母菌、カビ、原生動物、ウイルス（非エンベロープ型及びエンベロープ型ウイルスの両方を含む）、細菌性内生胞子（例えば、バチルス（*Bacillus*）（炭疽菌（*Bacillus anthracis*）、セレウス菌（*Bacillus cereus*）及び枯草菌（*Bacillus subtilis*）を含む）、及びクロストリジウム（（*Clostridium*）（ボツリヌス菌（*Clostridium botulinum*）を含む）、クロストリジウム・ディフィシル（*Clostridium difficile*）、及びウェルシュ菌（*Clostridium perfringens*））、並びにこれらの組み合わせであり得る。微生物がその後に検出され得る。微生物の分離及び検出は、食品安全性又は医療、環境、若しくはテロ対策の理由から特に重要であり得る。

10

## 【0135】

分離及び除去の対象となる微生物の属としては、リステリア（*Listeria*）、大腸菌（*Escherichia*）、サルモネラ（*Salmonella*）、カンピロバクター（*Campylobacter*）、クロストリジウム（*Clostridium*）、ヘリコバクター（*Helicobacter*）、マイコバクテリウム（*Mycobacterium*）、ブドウ球菌（*Staphylococcus*）、シゲラ（*Shigella*）、腸球菌（*Enterococcus*）、バチルス（*Bacillus*）、ナイセリア（*Neisseria*）、シゲラ（*Shigella*）、連鎖球菌（*Streptococcus*）、ビブリオ（*Vibrio*）、エルシニア（*Yersinia*）、ボルデテラ（*Bordetella*）、ボレリア（*Borrelia*）、Pシュードモナス（*Pseudomonas*）、サッカロミセス（*Saccharomyces*）、カンジダ（*Candida*）及びこれらに類するもの、並びにこれらの組み合わせが挙げられるが、これらに限定されない。試料は複数の微生物系統を含有してもよく、いずれの株も他の株とは独立に検出され得る。分離及び検出の標的となり得る特定の微生物系統としては、大腸菌（*Escherichia coli*）、腸炎エルシニア（*Yersinia enterocolitica*）、仮性結核菌（*Yersinia pseudotuberculosis*）、コレラ菌（*Vibrio cholerae*）、腸炎ビブリオ（*Vibrioparahaemolyticus*）、ビブリオバルニフィカス（*Vibrio vulnificus*）、リステリア・モノサイトゲネス（*Listeria monocytogenes*）、黄色ブドウ球菌（*Staphylococcus aureus*）、サルモネラ菌（*Salmonella enterica*）、パン酵母（*Saccharomyces cerevisiae*）、カンジダ・アルビカンス（*Candida albicans*）、ブドウ球菌腸毒素（*Staphylococcal enterotoxin ssp*）、セレウス菌（*Bacillus cereus*）、炭疽菌（*Bacillus anthracis*）、バチルス・アトロファエウス（*Bacillus atrophaeus*）、枯草菌（*Bacillus subtilis*）、ウェルシュ菌（*Clostridium perfringens*）、ボツリヌス菌（*Clostridium botulinum*）、クロストリジウム・ディフィシル（*Clostridium difficile*）、エンテロバクター・サカザキ（*Enterobacter sakazakii*）、ヒト感染性非エンベロープ型腸内ウイルス、緑膿菌（*Pseudomonas aeruginosa*）及びこれらに類するもの、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。幾つかの実施形態において、微生物系統には、リステリア・モノサイトゲネス（*Listeria monocytogenes*）、大腸菌（*Escherichia coli*）、サルモネラ菌（*Salmonella enterica*）、ブドウ球菌腸毒素（*Staphylococcal enterotoxin ssp*）、及びこれらの組み合わせがある。

30

## 【0136】

分離装置の多孔質物品上に捕捉又は拘束された微生物は、現在公知である又は今後開発される本質的に任意の所望の方法によって検出され得る。このような方法には、例えば、培養による方法（これは時間が許す場合は好ましくあり得る）、顕微鏡（例えば透過光型

40

50

顕微鏡又はエピ蛍光顕微鏡（蛍光染料で標識した微生物を可視化するために使用することができる）及びその他の画像手法、免疫学的検出方法、並びに遺伝子学的検出方法が挙げられる。微生物の捕捉後の検出プロセスは、任意に、試料マトリックスの試料成分を除去するために洗浄する工程、分離装置の多孔質物品をスライスするか、若しくは別の方法で細かくする工程、溶出緩衝液若しくは溶解剤を染色するか、沸騰させるか、又は使用して、微生物を濃縮デバイスから放出する工程などを含み得る。検出方法は、多くの場合、微生物の生存率に依存する。多孔質物品による微生物の除去は、典型的には、微生物の生存率に悪影響を及ぼさない。

#### 【0137】

本明細書で使用される場合、微生物に関して用語「生存率」とは、その微生物が少なくとも微生物の検出所要時間にわたって複製能力を有することを意味する。

10

#### 【0138】

免疫学的検出は、標的微生物に由来する抗原物質の検出であり、この物質は一般的に、細菌又はウイルス粒子の表面にあるマーカーとして作用する生物学的分子（例えばタンパク質又はプロテオグリカン）である。抗原物質の検出は、典型的には、抗体、ファージディスプレイなどの方法から選択されるポリペプチド、又はスクリーニング方法から得られたアプタマーによるものであり得る。

#### 【0139】

免疫学的検出方法は周知であり、例えば、免疫沈降及び酵素結合免疫吸着検査法（ELISA）が挙げられる。抗体結合は、様々な方法で（例えば一次抗体又は二次抗体のいずれかを、蛍光染料で、量子ドットで、又は化学発光若しくは着色基質を生成し得る酵素で標識し、かつプレートリーダー又はラテラルフローデバイスのいずれかを使用することによって）検出され得る。

20

#### 【0140】

検出は、遺伝子学的アッセイによって（例えば核酸ハイブリッド形成又はプライマーを用いた増幅によって）実行することもでき、これが好ましい方法であることが多い。捕捉又は拘束された微生物が溶解されて、それらの遺伝子学的物質をアッセイに利用可能なものにする。溶解方法は周知であり、これには例えば、超音波処理、浸透性ショック、高温処理（例えば約50～約100）、及びリゾチーム、グルコラーゼ、チモラーゼ（zymolose）、リチカーゼ、プロテイナーゼK、プロテイナーゼE、及びウイルスエンドリシン（enolysins）などの酵素と共にインキュベーションすることが挙げられる。

30

#### 【0141】

多くの一般的に使用されている遺伝子学的検出アッセイは、DNA及び/又はRNAを含む、特定の微生物の核酸を検出する。遺伝子学的検出方法に使用される条件の厳密性は、検出される核酸配列の変異レベルに相關する。塩濃度及び温度の非常に厳密な条件は、検出を標的の正確な核酸配列に限定することができる。このように、標的核酸配列において小さな変異を有する微生物株は、非常に厳密な遺伝子学的アッセイを使用して区別することができる。遺伝子学的検出は、一本鎖核酸プローブが微生物の変性核酸にハイブリッド化してプローブ鎖を含む二本鎖核酸が生成される、核酸ハイブリダイゼーションに基づいて行われる。当業者であれば、ゲル電気泳動、細管式電気泳動、又はその他の分離方法の後でハイブリッドを検出するための、放射性、蛍光、及び化学発光標識などのプローブ標識に精通している。

40

#### 【0142】

特に有用な遺伝子学的検出方法は、プライマーを用いた核酸増幅に基づくものである。プライマーを用いた核酸増幅方法には、例えば、熱サイクル方法（例えばポリメラーゼ連鎖反応（PCR）、逆転写ポリメラーゼ連鎖反応（RT-PCR）、及びリガーゼ連鎖反応（LCR））、並びに等温方法及び鎖置換増幅（SDA）（及びこれらの組み合わせ、好ましくはPCR又はRT-PCR）が挙げられる。増幅された生成物を検出するための方法としては、例えばゲル電気泳動分離及び臭化工チジウム染色、並びに生成物中に組み込んだ蛍光標識又は放射性標識の検出が挙げられるが、これらに限定されない。増幅生成

50

物の検出前に分離工程を必要としない方法（例えば、リアルタイムPCR又はホモジニアス検出法）も使用することができる。

【0143】

生物発光検出法は周知であり、例えば、その記載内容が参照により本明細書に援用されている米国特許第7,422,868号（Fanら）に記載されているものを含む、アデノシン三リン酸（ATP）検出方法が挙げられる。他の発光に基づく検出方法も利用され得る。

【0144】

本発明のプロセスが株特異的ではないため、これは、複数の微生物株が標的とされて同じ試料内でアッセイすることができる、一般的な捕捉システムを提供する。例えば、食品試料の汚染についてアッセイする場合、同じ試料内でリストリア・モノサイトゲネス（*Listeria monocytogenes*）、大腸菌（*Escherichia coli*）、及びサルモネラ（*Salmonella*）の全部について試験を行うことが望ましい場合がある。単一の捕捉工程が行われ、その後、例えば、これらの微生物株のそれぞれ由来の異なる核酸配列を増幅するための特異的プライマーを使用して、PCR又はRT-PCRアッセイが行われ得る。したがって、各菌株について個別の試料取扱い及び調製手順の必要性が回避され得る。

10

【0145】

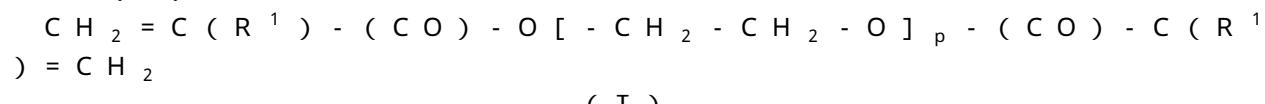
多孔質物品と、多孔質物品を製造する方法と、分離装置と、システムと、標的材料を分離する方法と、を含む、様々な実施形態が提供される。

20

【0146】

実施形態1は、a) 多孔質ポリマー粒子と、b) 多孔質ポリマー粒子が纖維性多孔質マトリックス全体に分散された纖維性多孔質マトリックスと、を含む多孔質物品である。多孔質ポリマー粒子は、i) モノマー組成物と、ii) 少なくとも500グラム／モルの重量平均分子量を有するポリ（プロピレングリコール）と、を含有する反応混合物の重合生成物を含む。モノマー組成物は、モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも10重量%の式(I)

30



30

の第1のモノマーを含有する。式(I)中、変数pは少なくとも1に等しい整数であり、R<sup>1</sup>は水素又はアルキルである。ポリ（プロピレングリコール）が重合生成物に取り込まれずに、多孔質ポリマー粒子が形成される。

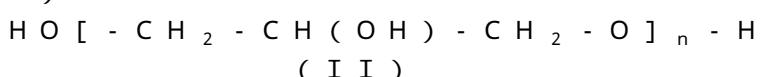
【0147】

実施形態2は、纖維性多孔質マトリックスが不織布纖維を含む、実施形態1に記載の多孔質物品である。

【0148】

実施形態3は、多孔質ポリマー粒子の形成に用いられる反応混合物が、(a) 第1の相と、(b) 第1の相中に分散されている第2の相を含み、第1の相の体積が第2の相の体積よりも大きい、実施形態1又は2に記載の多孔質物品である。第1の相は、(i) 式(I) (II)

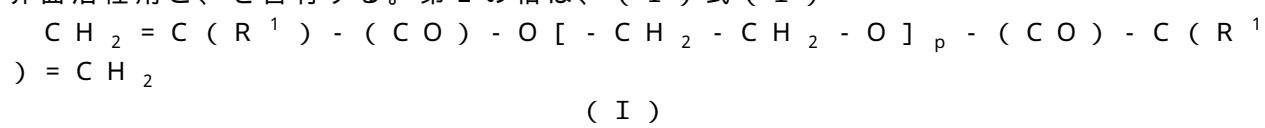
40



40

（式中、変数nは少なくとも1に等しい整数である）の化合物と、(ii) 非イオン性界面活性剤と、を含有する。第2の相は、(i) 式(I)

50



50

（式中、変数pは少なくとも1に等しい整数であり、R<sup>1</sup>は水素又はメチルである）のモノマーを含むモノマー組成物と、(ii) 少なくとも500グラム／モルの重量平均分子量を有するポリ（プロピレングリコール）と、を含有する。ポリ（プロピレングリコ-

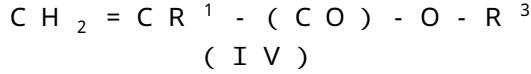
ル)が重合生成物に取り込まれずに、多孔質ポリマー粒子が形成される。

【0149】

実施形態4は、モノマー組成物が、1つの(メタ)アクリロイル基を有する第2のモノマーを更に含む、実施形態1～3のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

【0150】

実施形態5は、モノマー組成物が式(I II)又は式(IV)の第2のモノマーを更に含む、実施形態1～3のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

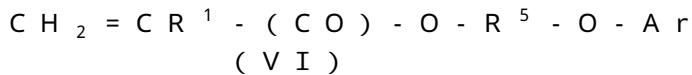
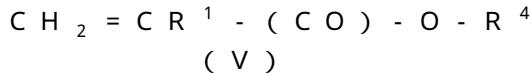


10

基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。基Yは、単結合、アルキレン、オキシアルキレン、又はポリ(オキシアルキレン)である。基R<sup>2</sup>は、炭素環式基又は複素環基である。基R<sup>3</sup>は、直鎖又は分枝状アルキルである。

【0151】

実施形態6は、モノマー組成物が式(V)又は式(VI)のヒドロキシル基含有モノマーである第2のモノマーを更に含む、実施形態1～3のいずれか一項に記載の多孔質物品である。



20

基R<sup>1</sup>は水素又はメチルである。基R<sup>4</sup>は、1つ以上のヒドロキシル基又は式-(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>q</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH(式中、qは少なくとも1に等しい整数である)の基で置換されたアルキルである。基R<sup>5</sup>は、少なくとも1つのヒドロキシル基で置換されたアルキレンであり、基Arは、アリール基である。

【0152】

実施形態7は、モノマー組成物が、イオン基を有する第2のモノマーを更に含む、実施形態1～3のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

【0153】

実施形態8は、繊維性多孔質マトリックスがポリマー繊維を含む、実施形態1～7のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

30

【0154】

実施形態9は、ポリマー繊維がポリアミド、ポリオレフィン、ポリスルホン、又はこれらの組み合わせを含む、実施形態8の多孔質物品である。

【0155】

実施形態10は、繊維性多孔質マトリックスがフィブリル化ポリオレフィンポリマー繊維を含む、実施形態8又は9の多孔質物品である。

【0156】

実施形態11は、繊維性多孔質マトリックスが無機繊維を更に含む、実施形態8～10のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

40

【0157】

実施形態12は、無機繊維がガラス繊維、セラミック繊維、又はこれらの組み合わせを含む、実施形態11の多孔質物品である。

【0158】

実施形態13は、繊維性多孔質マトリックスがポリマーバインダーを更に含む、多孔質物品の実施形態1～12のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

【0159】

実施形態14は、多孔質物品が多孔質物品の総乾燥重量に基づいて10～55重量%の多孔質ポリマー粒子と、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて45～90重量%の繊維性多

50

孔質マトリックスと、を含む、実施形態 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

**【0160】**

実施形態 15 は、多孔質物品が多孔質物品の総乾燥重量に基づいて 20 ~ 50 重量 % の多孔質ポリマー粒子と、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて 50 ~ 80 重量 % の纖維性多孔質マトリックスと、を含む、実施形態 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

**【0161】**

実施形態 16 は、纖維性多孔質マトリックスが、複数のポリマー纖維、無機纖維、又はこれらの組み合わせを含む不織布纖維層である、実施形態 1 ~ 15 のいずれか一項に記載の多孔質物品である。 10

**【0162】**

実施形態 17 は、纖維性多孔質マトリックスが不織纖維層であり、多孔質ポリマー粒子が不織纖維層内で網の目に絡む、実施形態 1 ~ 15 のいずれか一項に記載の多孔質物品である。

**【0163】**

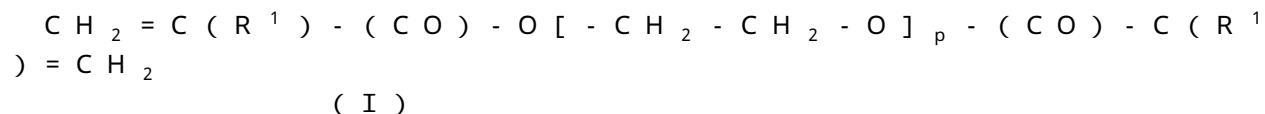
実施形態 18 は、不織布纖維層がポリオレフィン纖維、ポリアミド纖維、及びガラス纖維を含む、実施形態 17 の多孔質物品である。

**【0164】**

実施形態 19 は、多孔質ポリマー粒子がビーズの形態である、実施形態 1 ~ 18 のいずれか一項に記載の多孔質物品である。 20

**【0165】**

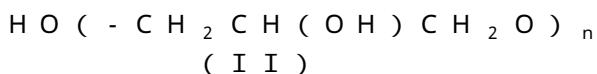
実施形態 20 は、多孔質物品を製造する方法である。本方法は、a) 複数の多孔質ポリマー粒子を提供する工程と、b) 多孔質ポリマー粒子を纖維性多孔質マトリックス全体に分散させる工程と、を含む。多孔質粒子は、i) モノマー組成物と、ii) 少なくとも 500 グラム / モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)ポリマーと、を含有する反応混合物の重合生成物を含む。モノマー組成物は、モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも 10 重量 % の式(I)



の第 1 のモノマーを含有する。式(I)中、変数 p は少なくとも 1 に等しい整数であり、R<sup>1</sup> は水素又はアルキルである。ポリ(プロピレングリコール)が重合生成物に取り込まれず、多孔質ポリマー粒子が形成される。 30

**【0166】**

実施形態 21 は、反応混合物が、1) 第 1 の体積を有する第 1 の相と、2) 第 2 の体積を有し、第 1 の相に分散された第 2 の相と、を含有し、第 1 の体積が第 2 の体積よりも大きい、実施形態 20 の方法である。第 1 の相は、i) 式 (II) の化合物と、ii) 非イオン界面活性剤と、を含有する。



式 (II) 中、変数 n は少なくとも 1 に等しい整数である。第 2 の相は、i) モノマー組成物の総重量に基づいて少なくとも 10 重量 % の式(I)のモノマーを含むモノマー組成物と、ii) 少なくとも 500 グラム / モルの重量平均分子量を有するポリ(プロピレングリコール)と、を含有する。ポリ(プロピレングリコール)が重合生成物に取り込まれず、多孔質ポリマー粒子が形成される。 40

**【0167】**

実施形態 22 は、纖維性多孔質マトリックスが、複数のポリマー纖維、無機纖維又はこれらの組み合わせを含んだ不織布纖維層であり、多孔質ポリマー粒子が不織纖維層内で網の目に絡む、実施形態 20 又は 21 の方法である。 50

**【 0 1 6 8 】**

実施形態 2 3 は、多孔質物品が多孔質物品の総乾燥重量に基づいて 10 ~ 55 重量 % の多孔質ポリマー粒子と、多孔質物品の総乾燥重量に基づいて 45 ~ 90 重量 % の纖維性多孔質マトリックスと、を含む、実施形態 2 0 ~ 2 2 のいずれか一項に記載の方法である。

**【 0 1 6 9 】**

実施形態 2 4 は、a ) 流体ストリームを容器に通す入口及び出口を有する容器と、b ) 容器内に配置された請求項 1 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の多孔質物品と、を備える分離装置である。

**【 0 1 7 0 】**

実施形態 2 5 は、a ) 分離装置と、b ) 分離装置に通す流体ストリームと、を備え、流体ストリームが容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る、システムである。分離装置は、a ) 流体ストリームを容器に通す入口及び出口を有する容器と、b ) 容器内に配置された請求項 1 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の多孔質物品と、を備える。

**【 0 1 7 1 】**

実施形態 2 6 は、流体ストリームが標的材料を含み、多孔質物品によって流体ストリームから標的材料が除去される、実施形態 2 5 のシステムである。

**【 0 1 7 2 】**

実施形態 2 7 は、実標的材料が微生物を含む、実施形態 2 6 に記載のシステムである。

**【 0 1 7 3 】**

実施形態 2 8 は、流体ストリームが脂質を更に含む、実施形態 2 7 に記載のシステムである。

**【 0 1 7 4 】**

実施形態 2 9 は、多孔質物品によって除去される微生物を生存し得る状態に維持し、その微生物が検出又はアッセイされるようにする、実施形態 2 7 又は 2 8 に記載のシステムである。

**【 0 1 7 5 】**

実施形態 3 0 は、微生物が細菌、真菌、酵母菌、原生動物、ウイルス、細菌性内生胞子、これらの成分、又はこれらの組み合わせを含む、実施形態 2 7 ~ 2 9 のいずれか一項に記載のシステムである。

**【 0 1 7 6 】**

実施形態 3 1 は、標的材料を分離するための方法である。本方法は、分離装置を提供する工程を含む。分離装置は、入口及び出口を有する容器を含む。多孔質物品は、上述のものと同じである。本方法は、標的材料を含む流体ストリームを分離装置に通す工程を更に含み、この工程において、流体ストリームは容器の入口に入り、容器内に配置された多孔質物品と接触し、出口から出る。本方法は、標的材料を流体ストリームから除去する工程をなお更に含み、この工程において、標的材料は多孔質物品により拘束又は捕捉される。第 5 の態様の幾つかの実施形態において、標的材料は、微生物である。

**【 0 1 7 7 】**

実施形態 3 2 は、標的材料が微生物を含む、実施形態 3 1 の方法である。

**【 0 1 7 8 】**

実施形態 3 3 は、流体ストリームが脂質を更に含む、実施形態 3 2 に記載の方法である。

**【 0 1 7 9 】**

実施形態 3 4 は、微生物が多孔質物品によって拘束又は捕捉された後も生存し得る、実施形態 3 1 又は 3 2 に記載の方法である。

**【 0 1 8 0 】**

実施形態 3 5 は、微生物が細菌、真菌、酵母菌、原生動物、ウイルス、細菌性内生胞子、これらの成分、又はこれらの組み合わせを含む、実施形態 3 1 ~ 3 4 のいずれか一項に記載の方法である。

10

20

30

40

50

## 【0181】

実施形態36は、多孔質物品により拘束又は捕捉された微生物の量を検出する工程を更に含む、実施形態31～35のいずれか一項に記載の方法である。

## 【0182】

実施形態37は、標的材料の除去によって流体ストリームが精製される、実施形態31～36のいずれか一項に記載の方法である。

## 【実施例】

## 【0183】

特に指示がない限り、実施例において使用される全ての化学物質はSigma-Aldrich Corp. (Saint Louis, MO)から得ることができる。本明細書において別途記載のない限り、全ての微生物学的な補給品及び試薬は、Sigma-Aldrich又はVWRのいずれかから標準製品として購入されたものである。10

## 【0184】

## 【表1】

表1:実施例において使用された材料及び物品

材料	説明
SR 339	Sartomer Company, Inc. (Exton, PA, USA)から入手された2-フェニキシエチルアクリレートエステルモノマーの商品名。
SR 603	Sartomer Company, Inc. (Exton, PA, USA)から入手された、400g／モルの重量平均分子量を有する、ポリエチレングリコール(400)ジメタクリートモノマーの商品名。
PPG	Alfa Aesar(Ward Hill, MA, USA)から入手された、4000g／モルの重量平均分子量を有するポリプロピレングリコール。
IRGACURE 819	BASF(Florham Park, NJ, USA)から入手された光反応開始剤ビス-(2, 4, 6-トリメチルベンゾイル)-フェニルホスフィンオキシドの商品名。
APG 325 N	Cognis Corporation(Cincinnati, OH, USA)から入手された非イオン性アルキルポリグルコシド界面活性剤の商品名。
IPA	Sigma-Aldrich Corp. (St. Louis, MO, USA)から入手されたイソプロピルアルコール。
繊維1	Minifibers, Inc. (Johnson City, TN, USA)から「SHORT STUFFポリエチレン」という商品名で市販されている短フィブリル化ポリエチレン繊維。
繊維2	Minifibers, Inc. (Johnson City, TN, USA)から入手された、長さが1／2インチ(1センチメートル)及び線形質量密度が1デニールの、短ナイロン繊維。
繊維3	Minifibers, Inc. (Johnson City, TN, USA)から入手された、長さが5ミリメートル及び線形質量密度が2デニールの2成分(エチレンビニルアセテート及びポリプロピレンからなる)繊維。
繊維4	Schuller Inc. (Denver, CO, USA)からMICRO-STAND 106-475という商品名で市販されているガラス繊維。
DI水	精製システムに通したときに18メガオームの抵抗力を有する、脱イオン水。 Millipore(Waltham, MA, USA)からMILLI-Q GRADIENTシステムという商品名で市販されている。
バーフィールド緩衝液	7. 2 ± 0. 2に等しいpHを有する一塩基リン酸カリウム緩衝溶液。3M Company(Saint Paul, MN, USA)から購入可能(カタログ番号FTBFD90)。
トリプシンソイ寒天プレート	メーカーの指示に従い、3重量%のDIFCO Tryptic Soy Agarを使用して調製されたプレート。 DIFCO Tryptic Soy Agarは、Benton Dickinson(Sparks, MD, USA)から購入されたものであり得る。
トリプシンソイプロス	メーカーの指示に従い、3. 7重量%のDIFCO トリプシンソイプロス粉末(Benton Dickinson(Sparks, MD, USA)から購入可能)を使用して調製されたプロス。
MOXプレート	Hardy Diagnostics(Santa Maria, CA, USA)から市販されているリストリア(Listeria)向けに修正されたOxford Mediumを使用して調製されたプレート。
大腸菌(E. coli)プレート	3M Company(Saint Paul, MN, USA)から3M E. COLI/COLIFORM PETRIFILM PLATEという商品名で市販されているプレート。
シリング	「BD LUER-LOK」という商品名で市販されている先端部を有するシリング。VWR(West Chester, PA, USA)から購入可能。
フィルタホルダー	Millipore Corp. (Bedford, MA, USA)からSWINNEXという商品名で市販されている13ミリメートルのフィルタホルダー。
ストマッカー	STOMACHER 400 Circulator Laboratory Blenderという商品名で市販されているブレンダー。 VWR(West Chester, PA, USA)から購入可能。
ストマッカーバッグ	FILTRA-BAGという商品名で市販されているポリエチレン試料バッグ。VWR(West Chester, PA, USA)から購入可能。
大腸菌(E. coli)	American Type Culture Collection(Manassas, VA, USA)から購入された大腸菌(Escherichia coli)ATCC 11229。
L. モノサイトゲネス(L. monocytogenes)	American Type Culture Collection(Manassas, VA, USA)から購入されたリストリア・モノサイトゲネス(Listeria monocytogenes)ATCC 51414。

## 【0185】

## 調製実施例1：多孔質ポリマー粒子の調製

モノマー SR 339(50グラム)及びSR 603(50グラム)をPPG(43グラム)及びIRGACURE 819(250ミリグラム)と混合した。混合物を約40～50の範囲で加熱しながら、20分間激しく攪拌した。次いで、この混合物を、7.5グラムの界面活性剤APG 325 Nに予め混合された750グラムのグリセロールに加えて、混合物を20分間剪断混合した。その後、混合物を2シートのポリエチレンテレフタレートフィルム(DuPont, Wilmington, DEから「MELINEX ST 500」という商品名で入手可能)の間に薄く広げた。硬化材料の表面から約15cmのところに置かれた100ワット、長波長のBLACK RAY UVランプ(UVP, LLC, Upland, CAから入手されたもの)を使用して、混合物を紫外光で15～20分間硬化させた。40

## 【0186】

10

20

30

40

50

その後、硬化した混合物を過剰の水(500mL)中に分散させ、30分間振騰させ、EPPENDORF 5810 R遠心分離器(Eppendorf, Germanyから入手されたもの)で3000rpmにて遠心分離させた。上清を除去した後、結果として得られた粒子を500mLの水に再懸濁させて2回目のゆすぎを行い、続いて遠心分離を行った。この後、粒子を500mLのIPA中に懸濁させ、20分間振騰させた。このようなIPA中での振騰によってPPGが抽出され、粒子中に空隙(即ち、孔又は自由体積)が残った。次いで、粒子を300rmpで30分間遠心分離させ、上清を捨てた。図1に見られる粒子中の空隙体積(即ち、孔体積)は、除去されたPPGの体積に等しいものであると予期される。

## 【0187】

10

## 実施例1～2及び比較例1：多孔質物品の調製

下表2に示すようなそれぞれ異なる量の纖維1及び纖維2、纖維3、及び纖維4を混合することにより、3つの纖維プレミックスを調製した。4Lのブレンダー('WARING COMMERCIAL HEAVY DUTY BLENDER, MODEL 37 BL84'という商品名でVWR(Radnor, PA, USAから市販されているもの)で、3リットルの冷たい脱イオン水に纖維1を加えて、中速度で30秒間ブレンドした。この混合物を塊(nit)又は凝集(clump)のない均一な纖維分散体となっているかどうかについて検査した。纖維2、3及び4を加え、混合物を低速で更に15秒間ブレンドして、凝集塊を崩壊させた。調製実施例1からの多孔質ポリマー粒子を実施例1及び2に加え、更に1リットルの脱イオン水を加えて、低速で15秒間混合した。比較例1は多孔質ポリマー粒子を含有しなかった。

20

## 【0188】

20

底部の細かいメッシュスクリーンとドレイン弁を備える、測定値約30センチメートル(12インチ)平方及び高さ12インチ(30センチメートル)の箱を有する、パッド作製装置(Williams Apparatus(Watertown, NY)から入手、商品名「TAPPI」)を使用して、フェルトを調製した。寸法約35.6センチメートル(14インチ)×30センチメートル(12インチ)のポリエチレンスパンボンド(Fiberweb, Cincinnati, OH, USAから入手されたPET LUTRADUR 7240)片が、スクリーン上のスクリムとしてスクリーン上に載置した。この箱をスクリーンの上方約1センチメートルの高さまで水道水で満たした。纖維とナノ多孔質微粒子(多孔質ポリマー粒子)との混合物を箱に注ぎ込み、弁を直ちに開いて真空を作り、箱から水を抜いた。結果として得られた湿式載置フェルトは、およそ0.8～1ミリメートルの厚さであった。

30

## 【0189】

この湿式載置フェルトを装置から、20センチメートル平方の吸取紙シート(Anchor Paper(St. Paul, MN)から入手された96ポンドの白色紙)上に移した。このフェルトを2～4層の吸取紙の間に挟み込み、余分な水を吸い取らせた。続いてプレス後のフェルトを吸取紙の新たなシート上に移し、110℃に設定したオーブン(SPX Thermal Product Solutions(White Deer, PA)から「BLUE M STABIL-THERM OVEN, MODEL OV-560A2」という商品名で入手されたもの)内に約2.5時間設置し、残りの水分を除去し、多孔質湿式載置マトリックスを形成させた。

40

## 【0190】

## 【表2】

表2:実施例1～2及び比較例1の組成物

材料	実施例1 (グラム)	実施例2 (グラム)	比較例1 (グラム)
繊維1	11.04	11.01	11.02
繊維2	3.01	3.01	3.01
繊維3	2.27	2.27	2.25
繊維4	1.75	1.75	1.74
調製実施例1の多孔質ポリマー粒子	10.00	17.00	0.00

10

## 【0191】

## 実施例3～5及び比較例2：飲用水からの細菌除去

Tryptic Soy Agarプレート上でストリークされた大腸菌(*E. coli*)培養物を、37℃で一晩インキュベートした。このプレートから、単離されたコロニーを除去し、標準微生物学的ループを使用して10mLトリプシンソイプロス内に摂取し、振騰インキュベータ(New Brunswick Scientific製のInnovate 44)内で37℃にて20～22時間インキュベートした。約 $2 \sim 3 \times 10^9$  CFU/mLを含有する一晩培養物を、バターフィールド緩衝液で連続希釈して、約 $1 \times 10^6$  CFU/mLを有する接種物を得た。

20

## 【0192】

200mLのDI水(Millipore, Millipore, MA)に $10^6$  CFU/mLの接種物の1:100希釈物を接種し、前濾過試料を調製した結果、約 $10^4$  CFU/mL(約4 Log CFU/mL)を含有する水試験試料を得た。

20

## 【0193】

## 実施例3

実施例1に記載の多孔質物品から直径47ミリメートルのディスクをダイパンチして、特注生産されたポリカーボネート製ディスクホルダー内に設置した。このディスクホルダーは、3つの部分を有する円筒状のもので、測定値は直径約60ミリメートル、高さ約45ミリメートルであった。下部には、多孔質物品ディスク及び試料排出口(outlet port)用の支持スクリーンが収容されていた。頂部は、Cole Parmer製蠕動ポンプに接続されたポリ塩化ビニル(PVC)チューブを通る試料吸込口(inlet port)を除いて、取り囲まれてあり、空気を抜くことができるよう、上流側に通気孔を有していた。上流側及び下流側の両方での漏れを防ぐためにO-リング型のシールを使用した。内側のねじにより閉止圧を付与した。47ミリメートルの多孔質物品ディスクを支持スクリーン上に設置し、O-リングをディスク上に加え、ホルダーを閉じて、分離装置を調製した。

30

## 【0194】

この多孔質物品を2連で試験した。1/8インチ壁厚のPVCチューブ(VWRカタログ番号60985-522)を使用したCole Parmer蠕動ポンプ(型番7553-70)で、不織布多孔質物品ディスクが収容されている分離装置に前濾過試料を12mL/分の流速でポンピングした。濾液は、250mLの滅菌ガラス瓶に回収した。1回目の100mL分の濾液を回収して棄てた。2回目の100mL分の濾液を更なる処理のために回収した。

40

## 【0195】

各濾過試験の後、分離装置を分解し、滅菌済ピンセットを使用して不織布多孔質物品を除去した。不織布多孔質物品の試験毎に、ディスクホルダーを濾過済みかつ滅菌済みの500mLの脱イオン水でゆすいだ。

## 【0196】

1mL容量の第2の濾液100mLを、9mLのバターフィールド緩衝液を含有する管に加えて、1:10の希釈物を得た。管のキャップを閉めて、10秒間振盪することによ

50

り、手動で混合した。1 mL 容量を除去し、9 mL のバターフィールド緩衝液を含有する他の管に加えて、1 : 100 の希釀物を得た。同様にして、この濾液を 1 : 1000 及び 1 : 10000 になるように、更に希釀した。希釀物毎に 1 mL 容量を大腸菌 (E. coli) プレート上に 2 連でプレーティングした。

#### 【0197】

プレートをメーカーの指示に従って 37 ℃ で 18 ~ 20 時間インキュベートした。P P E T R I F I L M P L A T E R E A D E R ( 3 M Company 製 ( Saint Paul , MN , USA ) ) でプレートを読み取って、コロニー数を計数した。また、前濾過試料の希釀及びプレーティングも、同じ手順を使用して行った。CFU / mL でのコロニー数を Log CFU / mL 値に変換した。対数減少値 ( 「 L R V 」 ) は、プレーティングされた濾液、及びプレーティングされた前濾過試料から得た計数に基づいて、次の等式 (A) を用いて算出された。結果は、表 3 に示すとおりである。

等式 (A) : L R V = ( 前濾過試料中の CFU / mL の対数 ) - ( 濾過試料中の CFU / mL の対数 ) 。

#### 【0198】

##### 実施例 4

実施例 1 の 47 ミリメートル径の多孔質物品ディスクを 2 つ使用したことを除き、実施例 4 を実施例 3 と同様に試験した。結果は、表 3 に示すとおりである。

#### 【0199】

##### 実施例 5

実施例 2 の 47 ミリメートル径の多孔質物品ディスクを 2 つ使用したことを除き、実施例 5 を実施例 3 と同様に試験した。流速は 70 mL / 分であり、前濾過試料は 100 mL であった。結果は、表 3 に示すとおりである。

#### 【0200】

##### 比較例 2

比較例 1 の 47 ミリメートル径のディスクを 2 つ使用したことを除き、比較例 2 を実施例 3 と同様に試験した。流速は 70 mL / 分及び前濾過試料は 100 mL であった。結果は、表 3 に示すとおりである。

#### 【0201】

#### 【表 3】

表3: 飲用水からの細菌除去効率

濾過 実施例番号	多孔質物品又は マトリックス実施例番号	流速(mL/分)	前濾過試料における Log CFU	LRV
3	1	12	4.29	0.53
4	1	12	4.29	1.51
5	2	70	4.22	1.28
CE-2	CE-1	70	4.22	0.98

#### 【0202】

##### 実施例 6 ~ 7 : ひき肉試料からの大腸菌 (E. coli) の除去

ひき肉 (牛及び七面鳥) は現地の食品雑貨店から購入されたものである。

#### 【0203】

11 グラムの牛ひき肉 ( 脂肪分 15 % ) 試料を殺菌したストマッカーバッグに加え、99 mL のバターフィールド緩衝液と STOMACHER 400 CIRCULATOR LABORATORY BLENDER で 30 秒サイクルで 230 rpm の速度でブレンドして、混合牛ひき肉試料マトリックスを作製した。

#### 【0204】

トリプシンソイ寒天プレート上に一夜ストリークした培養物から大腸菌 (E. coli) の単一コロニーを 10 mL のトリプシンソイプロスに接種し、振騰培養機 ( New Brunswick Scientific 製の INNOVA 44 ) で 37 ℃ にて 18 ~ 20 時

10

20

30

40

50

間インキュベートした。結果として得られた約  $1 \times 10^9$  CFU / mL 含有の細菌原液をバターフィールド緩衝液で連続希釀し、約  $1 \times 10^5$  CFU / mL の接種物（大腸菌（E. coli）懸濁液）が得られ、これをブレンドされた牛ひき肉試料に接種することで「添加牛肉試料」約  $1 \times 10^3$  CFU / mL を得た。

#### 【0205】

七面鳥ひき肉マトリックスが使用されたことを除き同じ手順を用い、「添加七面鳥ひき肉試料」を調製した。

#### 【0206】

##### 実施例 6

実施例 1 に記載の多孔質物品から直径 14 ミリメートルのディスクをダイパンチし、13 ミリメートル径の SWINNE X ホルダー（Millipore（Waltham, MA, USA）から購入したもの）内に設置した。多孔質物品を 2 連で試験した。シリンジを使用して、1 mL 容量の添加牛ひき肉を多孔質物品ディスクに通して濾過した。10

#### 【0207】

濾液を 1.5 mL の滅菌ポリプロピレンマイクロチューブに回収した。100 マイクロリットル容量を 900 マイクロリットルのバターフィールド緩衝液に加えて、1 : 10 の希釀物を得た。100 マイクロリットル容量を混合した後、900 マイクロリットルのバターフィールド緩衝液に加えて、1 : 100 の希釀物を得た。牛ひき肉試料由来の濾液を無希釀にて（希釀せずに）大腸菌（E. coli）プレート上にプレーティングした。七面鳥ひき肉試料由来の濾液を 1 : 10 及び 1 : 100 の希釀率にて大腸菌（E. coli）プレート上にプレーティングした。プレートをメーカーの指示に従って 37 度 18 ~ 20 時間インキュベートした。PETRIFILM PLATE READER (3M Company 製) でプレートを読み取って、コロニー数を計数した。また、前濾過（添加ひき肉）試料も希釀し、プレーティングして、上述の手順と同様に読み取った。前濾過牛ひき肉試料の平均コロニー数は、3950 CFU / mL であった。20

#### 【0208】

プレーティングされた濾液及び前濾過試料から得られたコロニー数に基づいて、等式 B 及び C を使用して、捕捉効率を計算した。結果は表 4 に記載されている。

等式 B : 対照 % = ( プレーティングされた濾液のコロニー数 / 前濾過試料のコロニー数 ) × 100 30

等式 C : 捕捉効率又は捕捉 % = 100 - 対照 %

#### 【0209】

##### 実施例 7

実施例 2 の湿式載置物（wet-laid）から直径 14 mm のディスクをダイパンチし、13 mm 径の SWINNE X ホルダー（Millipore（Waltham, MA, USA）から購入したもの）内に設置した。湿式載置を 2 連で試験した。シリンジを使用して、1 mL 容量の添加七面鳥ひき肉を湿式載置ディスクに通して濾過した。

#### 【0210】

濾液を 1.5 mL の滅菌ポリプロピレンマイクロチューブに回収した。100 マイクロリットル容量を混合した後、900 マイクロリットルのバターフィールド緩衝液に加えて、1 : 100 の希釀物を得た。七面鳥ひき肉試料由来の濾液を 1 : 10 及び 1 : 100 の希釀率にて大腸菌（E. coli）プレート上にプレーティングした。プレートをメーカーの指示に従って 37 度 18 ~ 20 時間インキュベートした。PETRIFILM PLATE READER (3M Company 製) でプレートを読み取って、コロニー数を計数した。また、前濾過（添加ひき肉）試料も希釀し、プレーティングして、上述の手順と同様に読み取った。前濾過七面鳥ひき肉試料の平均コロニー数は、3100 CFU / mL であった。40

#### 【0211】

プレーティングされた濾液及び前濾過試料から得られたコロニー数に基づいて、等式 B 及び C を使用して、捕捉効率を計算した。結果は表 4 に記載されている。50

【0212】

【表4】

表4:ひき肉試料からの大腸菌(*E. coli*)の除去効率

濾過実施例番号	多孔質物品実施例番号	捕捉率%
6	1	99
7	1	98

【0213】

実施例8及び比較例3：牛ひき肉からの*L. monocytogenes* (*L. monocytogenes*) の除去

10

牛ひき肉は現地の食品雑貨店から購入されたものである。11グラムの牛ひき肉（脂肪分15%）試料を殺菌したストマッカーバッグに加え、99mLのバターフィールド緩衝液とSTOMACHER 400 CIRCULATOR LABORATORY BLENDERで30秒サイクルで230rpmの速度でブレンドして、ブレンドされた牛ひき肉試料マトリックスを作製した。

【0214】

トリプシンソイ寒天プレート上に一夜ストリークした培養物から*L. monocytogenes* (*L. monocytogenes*) の單一コロニーを10mLのトリプシンソイプロスに接種し、振騰培養機（New Brunswick Scientific製のINNOVA 44）で37にて18～20時間インキュベートした。結果として得られた約 $1 \times 10^9$  CFU/mLを含有する細菌原液を、バターフィールド緩衝液で連続希釈して約 $1 \times 10^6$  CFU/mLの接種物（*L. monocytogenes* (*L. monocytogenes*) 懸濁液）が得られ、これをブレンドされた牛ひき肉試料に接種して、約 $1 \times 10^5$  CFU/mLの「添加牛肉試料」を得た。

20

【0215】

## 実施例8

実施例1に記載の多孔質物から14ミリメートル径の多孔質物品ディスクをダイパンチし、13mmのSWINNEYホルダー（Millipore（Waltham, MA, USA）から購入したもの）内に設置した。上流側での漏れを防ぐために、O-リング型のシールを使用した。多孔質物品ディスクを支持スクリーン上に設置し、多孔質物品ディスクの上にO-リングを加えて、ホルダーを閉じた。

30

【0216】

多孔質物品を2連で試験した。シリنجを使用して1mL容量の添加牛ひき肉を多孔質物品ディスクに通して濾過した。

【0217】

1mLのバターフィールド緩衝液含有の1.5mL滅菌ポリプロピレンマイクロチューブに、濾液を回収した。これらの管から100マイクロリットル容量を900マイクロリットルのバターフィールド緩衝液に加えて、1:10の希釈物を得た。前濾過試料（添加牛肉試料）をもう一度希釈して、1:100に希釈された前濾過試料を得た。各希釈物から100マイクロリットル容量をMOX寒天平板培地上にスプレッドブレーティング（spread plated）した。プレートを37で18～20時間をインキュベートし、コロニー数に関する分析を手動で行った。前濾過試料の平均コロニー数は、 $52 \times 10^3$  CFU/mLであった。

40

【0218】

ディスクが黒く変色し、捕捉された*L. monocytogenes* (*L. monocytogenes*) が成長したことが、示唆された。添加物なしの牛ひき肉試料をブレーティングした。背景叢レベル（background flora level）は約4CFU/mLであった。

【0219】

ブレーティングされた濾液から得たコロニー数に基づいて捕捉効率を計算し、上述の等式B及びCを用いて前濾過試料をブレーティングした。捕捉率の結果は、表5のとおりで

50

ある。

【0220】

比較例3

比較例1の纖維性多孔質マトリックスから直径14mmのディスクをダイパンチし、これを使用して、シリンジを用い1mLの添加牛ひき肉を濾過した。実施例8に関して記載されるように、濾液を2連で試験した。捕捉率の結果は、表5のとおりである。ディスクが黒く変色し、捕捉されたL.モノサイトゲネス(*L. monocytogenes*)が成長したことが、示唆された。

【0221】

【表5】

10

表5：牛ひき肉由来の*L. monocytogenes*の除去効率

濾過実施例番号	多孔質物品又はマトリックス実施例番号	捕捉率%
8	2	55*
CE-3	CE-1	24

\* 標準偏差は13%であった。

【図1】

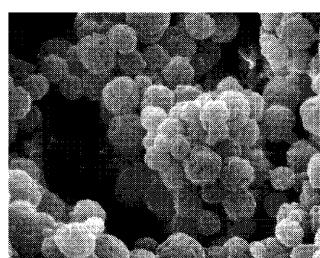


Fig. 1

【図3】

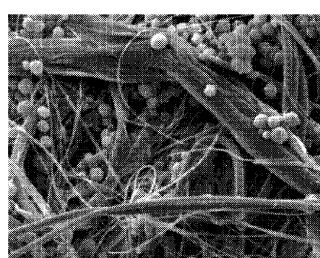


Fig. 3

【図2】

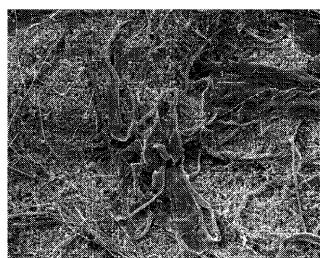


Fig. 2

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT				
				International application No PCT/US2014/070448
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. B01J20/28 B01J20/30 B01J20/26 B01D15/00 C08J9/26 C08J9/16 C08J9/28 C08F2/30 C08F220/12				
ADD. According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01J B01D C08J C08F G01N				
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched				
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data				
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X, P L	WO 2014/186328 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 20 November 2014 (2014-11-20) page 23, line 31 - page 24, line 9 page 24, lines 17-18 page 2, lines 17-31 page 7, lines 23-28 page 8, lines 23-26 page 21, lines 16-28 page 2, line 32 - page 3, line 12 page 24, line 24 - page 25, line 2 page 9, lines 5-6 ----- -/-/	1-11 1-11		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed				
Date of the actual completion of the international search  20 April 2015		Date of mailing of the international search report  28/04/2015		
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.O. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Hilgenga, Klaas		

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/US2014/070448
---

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>WO 2009/061759 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]; WICKERT PETER D [US]; SHANNON SIMON) 14 May 2009 (2009-05-14)</p> <p>page 42, lines 3-4,7-9,11-12</p> <p>page 10, lines 24-27</p> <p>page 11, lines 1-5</p> <p>page 11, lines 26-27</p> <p>page 12, lines 1-2,7-9</p> <p>page 8, line 3</p> <p>page 35, lines 10-13,14,21</p> <p>page 32, lines 17-19</p> <p>page 32, line 23</p> <p>page 33, lines 30-32</p> <p>page 23, lines 15-16,25-26</p> <p>page 29, lines 18-19</p> <p>page 35, lines 22-23</p> <p>page 30, lines 4-5,7</p> <p>page 14, lines 14,17,18</p> <p>page 18, lines 7-8</p> <p>page 40, lines 7-9</p> <p>page 42, lines 3-4,8,22-23</p> <p>page 20, line 27</p> <p>-----</p> <p>WO 2009/085424 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]; WICKERT PETER D [US]; CULLER SCOTT R) 9 July 2009 (2009-07-09)</p> <p>page 20, paragraphs 72, 73,74</p> <p>page 17, paragraphs 62, 63</p> <p>page 23; example 4</p> <p>-----</p>	1,2,4-9, 12-20
X		1,2, 12-14, 16,20

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No
PCT/US2014/070448

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)			Publication date
WO 2014186328 A1	20-11-2014	NONE			
WO 2009061759 A1	14-05-2009	CN 101910268 A EP 2217646 A1 JP 5426564 B2 JP 2011503293 A KR 20100106353 A US 2010311850 A1 US 2014193875 A1 WO 2009061759 A1			08-12-2010 18-08-2010 26-02-2014 27-01-2011 01-10-2010 09-12-2010 10-07-2014 14-05-2009
WO 2009085424 A1	09-07-2009	CN 101939257 A EP 2240406 A1 JP 5643106 B2 JP 2011507792 A KR 20100111681 A US 2010266847 A1 WO 2009085424 A1			05-01-2011 20-10-2010 17-12-2014 10-03-2011 15-10-2010 21-10-2010 09-07-2009

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I テーマコード(参考)  
D 0 6 M 15/27

(81) 指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,R0,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,D0,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US

(72) 発明者 クシャーサガー, マンジリ ティー.

アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター

(72) 発明者 サホウアニ, ハッサン

アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター

F ターム(参考) 4F074 AA17 AA24A AA41A AA48A AA71 AC34 AE04 AG01 CB16 CB28

CC22Z DA43

4G066 AA71C AB06D AB07A AC12C AC13C AC17B AC21A AC21D AC26C BA09  
BA16 BA22 CA01 DA07 DA20 FA07 FA31 FA37

4L031 AB34

4L033 AB07 AC15 CA20