

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7701349号
(P7701349)

(45)発行日 令和7年7月1日(2025.7.1)

(24)登録日 令和7年6月23日(2025.6.23)

(51)国際特許分類		F I		
B 0 1 D	39/16 (2006.01)	B 0 1 D	39/16	A
D 0 4 H	1/4374(2012.01)	B 0 1 D	39/16	E
D 0 4 H	1/4382(2012.01)	D 0 4 H	1/4374	
D 0 4 H	1/728(2012.01)	D 0 4 H	1/4382	
		D 0 4 H	1/728	
請求項の数 2 (全115頁)				
(21)出願番号	特願2022-521347(P2022-521347)	(73)特許権者	591163214	
(86)(22)出願日	令和2年10月8日(2020.10.8)		ドナルドソン カンパニー、インコーポ レイティド	
(65)公表番号	特表2022-552297(P2022-552297 A)		アメリカ合衆国 ミネソタ 5 5 4 3 1 , ブルーミントン, ウェスト ナインティ フォース ストリート 1 4 0 0	
(43)公表日	令和4年12月15日(2022.12.15)	(74)代理人	110003281	
(86)国際出願番号	PCT/US2020/054837		弁理士法人大塚国際特許事務所	
(87)国際公開番号	WO2021/072117	(72)発明者	イグナチオーデ レオン, パトリシア エー.	
(87)国際公開日	令和3年4月15日(2021.4.15)		アメリカ合衆国 ミネソタ 5 5 4 4 0 - 1 2 9 9 , ミネアポリス, ビー. オー . ボックス 1 2 9 9 , ウェスト ナイ ンティフォース ストリート 1 4 0 0	
審査請求日	令和5年10月5日(2023.10.5)	(72)発明者	サブストロム, ジェイコブ シー.	
(31)優先権主張番号	62/912,456		最終頁に続く	
(32)優先日	令和1年10月8日(2019.10.8)			
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)			
(31)優先権主張番号	62/947,998			
(32)優先日	令和1年12月13日(2019.12.13)			
	最終頁に続く			

(54)【発明の名称】 混合直径細繊維を含む濾材層

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

支持層、及び
細繊維層

を含む濾材であって、

前記細繊維層は、前記支持層上に配置され、

前記細繊維層は、太い細繊維及び細い細繊維を含み、前記太い細繊維は、少なくとも1
μmの平均直径を有し、且つ細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍であり、

前記細繊維層は、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含み、前記細繊維の第1の層
は、前記太い細繊維及び前記細い細繊維を含み、前記細繊維の第1の層は、前記支持層上
に配置され、及び前記細繊維の第2の層は、前記細繊維の第1の層上に配置され、

前記細繊維の第2の層は、2つの異なる直径の繊維を含み、

2つの異なる直径の前記細繊維は、細い細繊維及び太い細繊維を含み、前記太い細繊維は、
少なくとも1 μmの平均直径を有し、且つ前記細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍
の平均直径を有し、

前記細い細繊維は、前記細繊維の第1の層上に配置され、及び前記太い細繊維は、前記細
い細繊維上に配置される、濾材。

【請求項2】

請求項1に記載の濾材を含むフィルタエレメント。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願の相互参照

本出願は、その開示全体が参照により本明細書に組み込まれる、2019年10月8日に出願された米国仮特許出願第62/912,456号明細書；2019年12月13日に出願された米国仮特許出願第62/947,998号明細書；2019年12月23日に出願された米国仮特許出願第62/952,979号明細書；2020年3月19日に出願された米国仮特許出願第62/992,003号明細書；及び2020年4月3日に出願された米国仮特許出願第63/004,602号明細書の利益を主張する。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0002】

本開示は、（例えば、高い効率及び低い圧力降下を含む）高性能濾材を記載する。いくつかの実施形態において、本開示は、微細ガラス繊維を含めることなく、微細ガラス繊維を含む濾材の効率を達成する濾材を記載する。

【0003】

一態様において、本開示は、支持層及び細繊維層を含む濾材を記載する。細繊維層は、支持層上に堆積され、及び細繊維層は、太い細繊維及び細い細繊維を含む。少なくとも1 μm の平均直径を有する太い細繊維は、細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍である。

【0004】

いくつかの実施形態において、太い細繊維は、細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有する。

【0005】

いくつかの実施形態において、細繊維層は、細繊維の第1の層を含み、細繊維の第1の層は、太い細繊維及び細い細繊維を含む。

【0006】

いくつかの実施形態において、細繊維層は、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含み、細繊維の第1の層は、支持層上に堆積され、及び細繊維の第2の層は、細繊維の第1の層上に堆積される。

【0007】

細繊維層が細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含む場合、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、細繊維の第2の層の細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する繊維を含む。

【0008】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、2つの異なる直径の繊維を含む。細繊維の第2の層が2つの異なる直径の繊維を含む場合、2つの異なる直径の繊維は、細い細繊維及び太い細繊維を含み得、太い細繊維は、細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有する。

【0009】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層の細い細繊維は、細繊維の第1の層上に堆積され、及び細繊維の第2の層の太い細繊維は、細繊維の第2の層の細い細繊維上に堆積される。

【0010】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層の細い細繊維は、細繊維の第2の層の太い細繊維と混合される。

【0011】

いくつかの実施形態において、細繊維の少なくともいくつかは、繊維形成ポリマーを提供することと；繊維形成ポリマーと反応性であるポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせて、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される。

10

20

30

40

50

【0012】

いくつかの実施形態において、細繊維の少なくともいくつかは、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋することができないポリマーである非反応性ポリマーを含む繊維形成ポリマーを提供することと；自己架橋することができる1つ又は複数の反応性基を含むポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせて、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される。

【0013】

いくつかの実施形態において、細繊維の少なくともいくつかは、少なくとも1つの繊維形成ポリマーを提供することと；互いに反応性であり、且つ任意選択的に繊維形成ポリマーと反応性である少なくとも2つの反応性添加剤を提供することと；複数の細繊維を形成するために有効な条件下において、少なくとも1つの繊維形成ポリマー及び少なくとも2つの反応性添加剤を組み合わせることを含む方法によって調製される。

10

【0014】

いくつかの実施形態において、支持層は、スパンボンド層を含む。

【0015】

いくつかの実施形態において、支持層及び細繊維層は、最大で6 μm 、最大で9 μm 又は最大で11 μm である複合材中間流動細孔径を有する複合材を形成する。

【0016】

いくつかの実施形態において、細繊維層は、最大で5 μm 、最大で10 μm 、最大で30 μm 又は最大で50 μm の厚さを有する。

20

【0017】

いくつかの実施形態において、細い細繊維は、少なくとも0.2 μm の平均直径を有する。いくつかの実施形態において、細い細繊維は、最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 又は最大で0.6 μm の平均直径を有する。

【0018】

いくつかの実施形態において、細繊維は、油圧流体、燃料又は潤滑剤の少なくとも1つに適合する。

【0019】

別の態様において、本開示は、本明細書に記載される濾材を含むフィルタエレメントに記載する。濾材は、フィルタエレメントの効率層を形成するか、形成し得るか又はその一部を形成し得る。いくつかの実施形態において、フィルタエレメントは、負荷層をさらに含む。

30

【0020】

本明細書で使用される「繊維」は、最大で100マイクロメートルの平均繊維径を有する。本明細書で使用される「平均」直径を有する繊維は、複数の繊維の試料において、その試料中のその繊維の集団の平均繊維径が示された平均繊維径を有することを意味する。繊維の集団には、平均繊維径の25%以内の直径を有する繊維が含まれる。例えば、1 μm の平均直径を有する繊維の集団は、少なくとも750 nm及び最大で1250 nmの直径を有する繊維を含む。別の例では、250 nmの平均直径を有する繊維の集団は、少なくとも188 nm及び最大で313 nmの直径を有する繊維を含む。さらなる例では、500 nmの平均直径を有する繊維の集団は、少なくとも375 nm及び最大で625 nmの直径を有する繊維を含む。さらに別の例では、1400 nmの平均直径を有する繊維の集団は、少なくとも1050 nm及び最大で1750 nmの直径を有する繊維を含む。繊維径は、トップダウンSEM画像を使用して測定することができる。試料は、スパッタコーティングされ得る。有用なスパッタコータは、例えば、Au：Pdの比率が60：40である混合物を含む、金とパラジウムとの混合物であり得る。試料内の少なくとも30カ所で繊維の直径を測定することにより、より正確な繊維径の測定値を得ることができる。Trainable Weka Segmentation (ImageJプラグイン)などのソフトウェアが繊維の直径の分析に有用であり得る。

40

50

【0021】

本明細書で使用される「細繊維」は、最大で10マイクロメートル(μm)の直径を有する繊維を指す。いくつかの実施形態では、細繊維は、少なくとも50nm又は少なくとも0.1 μm の直径を有する。

【0022】

繊維に関する「直径」という用語は、繊維の円形断面の直径又は繊維の非円形断面の最大断面寸法のいずれかを指す。

【0023】

本明細書で使用される「粒径」という用語は、ISO 11171:2016に記載されているように決定された粒子の直径を指す。

【0024】

本明細書で使用される「混合」繊維又は「混合繊維構造」は、少なくとも2つの異なる直径を有する繊維を指し、第1の平均直径を有する繊維と、第2の平均直径を有する繊維とが混合される、即ち繊維が同時に形成若しくは堆積された結果として又は各ポリマー溶液の非常に短い(例えば、最大で10秒、最大で20秒又は最大で30秒の)パルスを使用することにより、繊維が媒体構造の同じ層内で混ぜられる。トップダウンSEM画像を使用して視覚化すると、第1の平均直径を有する繊維は、第2の平均直径を有する繊維の下及び上の両方に配置されているものとして観察され得る。

【0025】

本明細書で使用される「層状」繊維又は「層状繊維構造」は、少なくとも2つの異なる直径を有する繊維を指し、第1の平均直径を有する繊維は、異なる直径の繊維が交互に基板に適用された結果として、第2の平均直径を有する繊維と実質的に絡み合っていない。

【0026】

本明細書で使用される場合、特に明記されない限り、細孔径(例えば、平均中間流動細孔径又は平均最大細孔径)は、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。キャピラリーフローポロメトリーは、連続圧力スキャンモードを使用して実行され得る。使用され得る印加圧力の例示的な範囲は、0.0256バール~1.275バールである。例えば、Porofil Wetting Solution (Quantachrome Instruments, Anton Paar, Boynton Beach, FL)を含む、16ダイン/cmの表面張力及び0の接触角を有する湿潤液体を使用することは、有用であり得る。試料は、最初に、低圧から高圧に変化する湿潤状態で試験され、次に同様に低圧から高圧に変化する乾燥状態で試験される。試験は、典型的には、周囲温度条件(例えば、20℃~25℃)で行われる。湿潤曲線と乾燥曲線との両方の圧力のスキャン範囲全体で256個のデータポイントを収集することができる。典型的には、屈曲係数及び/又は形状係数は、使用されない(即ち調整係数を使用する他の試験方法と比較するために、1に等しい係数を使用することができる)。平均細孔径(例えば、平均中間流動細孔径又は平均最大細孔径)は、少なくとも3つの測定値(少なくとも3つの異なる試料の位置から取得)の中間から計算することができる。最大細孔径の個々の測定値は、バブルポイントで検出することができ、バブルポイントは、流体が試料を通過し始めた後に確認され、3つの連続測定値が少なくとも1%増加し、256データポイントが約17データポイント/分のレートにおいてスキャン全体で収集される。バブルポイントは、この3点の連続の開始の値である。中間流動細孔径の個々の測定は、湿潤曲線及び「半乾燥」曲線が交差する圧力を決定することによって算出され得る。半乾燥曲線は、 V_{dry} を2で数学的に除算することによって得られる。 V_{dry} は、直径の関数としての乾燥試料を通る空気流である。

【0027】

本明細書で使用される「 β 比」又は「 β 」は、上流の粒子と下流の粒子との比である。フィルタの効率が高いほど、 β 比が高くなる。 β 比は、以下のように定義される。

【数1】

10

20

30

40

50

$$\beta_d = \frac{N_{d,U}}{N_{d,D}}$$

式中、 $N_{d,U}$ は、直径 d 以上の粒子の単位流量当たりの上流の粒子数であり、 $N_{d,D}$ は、直径 d 以上の粒子の単位流量当たりの下流の粒子数である。 β に下付き文字が付いている場合、これは、比率が報告されている粒径を示す。

【0028】

本明細書で使用される「全体的な β 比」又は「全体的な β 」は、アッセイの過程におけるすべての下流の粒子の合計に対する、アッセイの過程におけるすべての上流の粒子の合計の比である。

【数2】

$$\text{全体的な } \beta_d = \frac{\sum N_{d,U}}{\sum N_{d,D}}$$

式中、 $N_{d,U}$ は、直径 d 以上の粒子の単位流量当たりの上流の粒子数であり、 $N_{d,D}$ は、直径 d 以上の粒子の単位流量当たりの下流の粒子数である。 β に下付き文字が付いている場合、これは、比率が報告されている粒径を示す。

【0029】

本明細書で使用される「濾過効率」又は「効率」は、以下のように計算される、フィルタによって除去された汚染物質のパーセンテージを指す。

【数3】

$$e_d = 100(1 - \frac{1}{\beta_d})$$

式中、 e は、濾過効率であり、 β は、上記のように定義される。したがって、本明細書で言及される効率は、累積効率である。 e に下付き文字が付いている場合、これは、比率が報告されている粒径を示す

【0030】

本明細書で使用される「圧力降下」（本明細書では「 dP 」又は「 ΔP 」とも呼ばれる）は、特定の流体速度で（汚染物質の添加前に）流体を、フィルタ又は濾材を強制的に通過させるのに必要な圧力（ポンプによって加えられる）に関連する。特に明記されない限り、圧力降下は、ISO 3968:2017に記載されているように測定される。

【0031】

「好ましい」及び「好ましくは」という用語は、特定の状況下で特定の利点をもたらし得る本発明の実施形態を意味する。しかしながら、同じ又は他の状況下において、他の実施形態も好ましくなり得る。さらに、1つ又は複数の好ましい実施形態の記載は、他の実施形態が有用でないことを暗示せず、且つ他の実施形態を本発明の範囲から除外するように意図されない。

【0032】

「含む」という用語及びその派生形は、これらの用語が本明細書及び特許請求の範囲に現れる場合に限定の意味を有さない。そのような用語は、述べられたステップ若しくは要素又はステップ若しくは要素の群を含むことを意味するが、他のステップ若しくは要素又はステップ若しくは要素の群を除外しないことを意味すると理解される。「からなる」とは、「からなる」という句に続くすべてを含み、それに限定されることを意味する。した

10

20

30

40

50

がって、「からなる」という句は、列挙される要素が必要又は必須であり、他の要素が存在し得ないことを示す。「本質的にからなる」とは、この句の後に列挙される要素を含むことを意味し、列挙される要素について本開示で指定される活性又は作用を妨害しないか又はそれに寄与しない他の要素に限定される。したがって、「本質的にからなる」という句は、列挙される要素が必要又は必須であることを示すが、他の要素は、任意選択であり、列挙される要素の活性又は作用に重大な影響を与えるかどうかに応じて存在する場合又は存在しない場合がある。

【0033】

本明細書で使用される場合、「実質的に含まない」という句は、句の後に列挙される要素が、列挙された要素に関して、本開示において明記される活性又は作用に干渉又は寄付する量で存在しないことを意味する。例えば、ガラスを「実質的に含まない」媒体は、濾材の効率に寄付するのに十分な量でガラスを含まない。

【0034】

特に明記されない限り、「1つの(a)」、「1つの(an)」、「その」、「少なくとも1つ」は交換可能に使用され、1つ又は2つ以上を意味する。

【0035】

本明細書では、端点による数値範囲の記載には、その範囲内に含まれるすべての数値も含まれる（例えば、1～5には、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5などが含まれる）。

【0036】

本明細書では、「最大」の数（例えば、最大で50）は、その数（例えば、50）を含む。

【0037】

個別のステップを含む、本明細書に開示される任意の方法では、ステップは、任意の実行可能な順序で行うことができる。また、必要に応じて、2つ以上のステップの任意の組み合わせを同時に行うことができる。

【0038】

そのように明記されない限り、すべての見出しは、読者の便宜のためであり、見出しに続く本文の意味を限定するために使用されるべきではない。

【0039】

本明細書全体を通して、「一実施形態」、「実施形態」、「特定の実施形態」又は「いくつかの実施形態」などへの言及は、実施形態に関連して説明される特徴、構成、組成又は特性が本開示の少なくとも1つの実施形態に含まれることを意味する。したがって、本明細書全体を通して様々な部分でのそのような句の出現は、必ずしも本開示の同じ実施形態に言及するわけではない。さらに、特定の特徵、構成、組成又は特性は、1つ又は複数の実施形態において任意の適切な要領で組み合わせることができる。

【0040】

標準的な方法（例えば、ASTM、TAPPI、AATCCなど）への言及は、特に明記しない限り、本開示の出願時に利用可能な最新の方法を指す。

【0041】

特に明記しない限り、本明細書及び特許請求の範囲で使用される成分の量及び分子量などを表すすべての数字は、いかなる場合でも「約」という用語によって変更されると理解されるべきである。測定量に関連して本明細書で使用される「約」という用語は、測定を行って、測定の目的及び使用される測定機器の精度に見合ったレベルのケアを行う当業者によって予期される測定量の変動を指す。したがって、特にそれとは反対の指示がない限り、本明細書及び特許請求の範囲に記載される数値パラメータは、本発明によって得られることが求められる所望の特性に応じて変化し得る近似値である。少なくとも、均等の原理を特許請求の範囲に限定する試みとしてではなく、各数値パラメータは、少なくとも報告された有効桁数に照らして、通常の丸め方を適用することによって解釈されるべきである。

10

20

30

40

50

【0042】

本発明の広い範囲を示す数値範囲及びパラメータは、近似値であるにもかかわらず、特定の例に示される数値は、可能な限り正確に報告される。しかしながら、すべての数値には、それぞれの試験測定で見出された標準偏差から必然的に生じる範囲が本質的に含まれる。

【0043】

本発明の上記の要約は、開示される各実施形態又は本発明のすべての実施を説明することを意図するものではない。以下の説明は、例示的な実施形態をより具体的に例示する。本明細書全体のいくつかの部分では、様々な組み合わせで使用する例のリストによってガイダンスが提供される。いずれの場合にも、列挙されるリストは、代表的な群としての役割のみを果たし、排他的なリストとして解釈されるべきではない。

【図面の簡単な説明】

【0044】

【図1A】図1Aは、実施例1に記載されるように作製されて、試験された試料（スクリム上に直接載せられた細い細繊維）に関する、経過時間（分）に対する β 値を示す。図1Aにおいて、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する。

【図1B】図1Bは、実施例1に記載されるように作製されて、FHA S Tベンチ上で試験された試料（スクリム上に直接載せられた細い細繊維）の例示的なSEM画像（1000倍の倍率）を示す。図1Bにおいて、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する。

【図1C】図1Cは、実施例1に記載されるように作製された試料（スクリム上に直接載せられた太い細繊維上に重ねられた細い細繊維）に関する、経過時間（分）に対する β 値を示す。図1Cにおいて、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する。

【図1D】図1Dは、実施例1に記載されるように作製されて、FHA S Tベンチ上で試験された試料（太い細繊維上に重ねられた細い細繊維）の例示的なSEM画像（1000倍の倍率）を示す。図1Dにおいて、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する。

【図1E】図1Eは、500倍の倍率（上部パネル）及び2000倍の倍率（下部パネル）の、（太い細繊維層上に細い細繊維を堆積させる前に）ナイロンスクリム上に堆積された太い細繊維層の例示的なSEM画像を示す。図1Eにおいて、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する。

【図1F】図1Fは、実施例1に記載されるように作製された試料（スクリム上に直接載せられた細い細繊維）の概略図を示す。

【図1G】図1Gは、実施例1に記載されるように作製された試料（スクリム上に直接載せられた太い細繊維上に重ねられた細い細繊維）の概略図を示す。

【図1H】図1Hは、例示的な媒体構造の概略図を示す。各構造において、支持媒体は、示されていないが、典型的には媒体の下流側に配置される。

【図1I】図1Iは、例示的な媒体構造の概略図を示す。各構造において、支持媒体は、示されていないが、典型的には媒体の下流側に配置される。

【図1J】図1Jは、例示的な媒体構造の概略図を示す。各構造において、支持媒体は、示されていないが、典型的には媒体の下流側に配置される。

【図1K】図1Kは、例示的な媒体構造の概略図を示す。各構造において、支持媒体は、示されていないが、典型的には媒体の下流側に配置される。

【図1L】図1Lは、実施例1に記載されるように作製された試料（スクリム上に直接載せられた太い細繊維上に重ねられた細い細繊維）の概略図を示す。

【図1M】図1Mは、例示的な媒体構造の概略図を示す。各構造において、支持媒体は、示されていないが、典型的には媒体の下流側に配置される。

【図2A】図2Aは、細い細繊維を達成するために溶液1（左のパネル）、混合直径（小

10

20

30

40

50

及び大) 混合細繊維を達成するために溶液 1 及び溶液 2 (中央のパネル) 並びに太い細繊維を達成するために溶液 2 (右のパネル) を使用して、実施例 2 に記載されるように作製された試料の例示的な SEM 画像 (1000 倍の倍率) を示す。

【図 2 B】図 2 B は、実施例 2 に記載されるように作製されて、試験された媒体に関する試験進行中の dP 増加を示す。

【図 2 C】図 2 C は、実施例 2 に記載されるように作製され、試験された裸スクリーン又は媒体に対する種々のダスト粒径に関する全体的な β 値を示す。

【図 3 A】図 3 A は、細い細繊維を達成するために溶液 1 (左のパネル)、混合直径 (小及び大) 混合細繊維を達成するために溶液 1 及び溶液 2 (中央のパネル) 又は太い細繊維を達成するために溶液 2 (右のパネル) を使用して、2 分間、ペンダントドロップ試料作製法 2 に従い、実施例 3 に記載されるように作製された試料の例示的な SEM 画像 (1000 倍の倍率) を示す。

【図 3 B】図 3 B は、混合直径 (小及び大) 混合細繊維を達成するために共紡糸溶液 1 及び溶液 2 を使用して、5 分間 (図 3 B) 又は 1 分間 (図 3 C)、方法 2 を使用して作製された試料の例示的な SEM 画像を示す。網目構造中の繊維の混合は、太い細繊維より上及び下に存在する単一の細い細繊維の存在によって示される。

【図 3 C】図 3 C は、混合直径 (小及び大) 混合細繊維を達成するために共紡糸溶液 1 及び溶液 2 を使用して、5 分間 (図 3 B) 又は 1 分間 (図 3 C)、方法 2 を使用して作製された試料の例示的な SEM 画像を示す。網目構造中の繊維の混合は、太い細繊維より上及び下に存在する単一の細い細繊維の存在によって示される。

【図 3 D】図 3 D は、細い細繊維、混合直径混合繊維又は太い細繊維媒体を含む媒体 (図 3 D) と、様々な坪量を有する、混合直径混合繊維を含む媒体 (図 3 E) の試験進行中の媒体 dP 増加の比較を示す。

【図 3 E】図 3 E は、細い細繊維、混合直径混合繊維又は太い細繊維媒体を含む媒体 (図 3 D) と、様々な坪量を有する、混合直径混合繊維を含む媒体 (図 3 E) の試験進行中の媒体 dP 増加の比較を示す。

【図 3 F】図 3 F は、単独で細い細繊維を含む媒体、混合直径混合繊維を含む媒体又は単独で太い細繊維を含む媒体 (図 3 F) 及び様々な坪量を有する、混合直径混合繊維を含む媒体 (図 3 G) のダスト粒径の範囲の全体的な β 値の比較を示す。

【図 3 G】図 3 G は、単独で細い細繊維を含む媒体、混合直径混合繊維を含む媒体又は単独で太い細繊維を含む媒体 (図 3 F) 及び様々な坪量を有する、混合直径混合繊維を含む媒体 (図 3 G) のダスト粒径の範囲の全体的な β 値の比較を示す。

【図 3 H】図 3 H は、単独で細い細繊維を含む媒体、混合直径混合繊維を含む媒体又は単独で太い細繊維を含む媒体での電界紡糸中の平均最大細孔径 (上部パネル) 及び平均中間流動細孔径 (下部パネル) の依存性を示す。点線は、データに関する最良の多項式適合を示し、プロット上に対応する方程式が提供される。

【図 4】図 4 は、混合直径混合繊維を含む媒体内に含まれる太い細繊維のフラクションの増加によって観察される坪量の増加を示す。はめ込み：太い細繊維含有量最大で 10% までの坪量の線形増加。

【図 5 A】図 5 A は、実施例 5 に記載されるように、様々な組成 (小直径繊維のみを含む媒体、2 ~ 20% の太い細繊維を有する混合直径層状繊維を含む媒体又は太い細繊維のみを含む媒体) の一連の繊維媒体試料に関する 1,000 倍の倍率での SEM 画像を示す。各パネル中の文字は、表 1 A に記載される電界紡糸シーケンスを示す。図 5 A のパネル中の文字は、表 1 A に記載される電界紡糸シーケンスを示す。

【図 5 B】図 5 B は、実施例 5 に記載されるように、様々な組成 (小直径繊維のみを含む媒体、2 ~ 20% の太い細繊維を有する混合直径混合繊維を含む媒体又は太い細繊維のみを含む媒体) の一連の繊維媒体試料に関する 1,000 倍の倍率での SEM 画像を示す。図 5 B のパネル中の文字は、表 1 A に記載される電界紡糸シーケンスを示す。

【図 5 C】図 5 C は、様々な組成及び構造の混合直径繊維媒体に関する、キャピラリーフローポロメトリーによって測定された (マイクロメートル (μm) での) 細孔径の比較を

10

20

30

40

50

示す（下部パネル、別々の層中の混合直径繊維に対して、上部パネル、単層内の混合直径繊維）。

【図 5 D】図 5 D は、性能指数（FOM）に及ぼす中間流動細孔径（上部パネル）及び太い細繊維中への混合繊維直径媒体の組み込み（下部パネル）の影響を示す。

【図 5 E】図 5 E は、実施例 5 に記載されるように作製されて、試験された試料（（5 % の太い細繊維を含む）混合繊維直径混合層）に関する、経過時間（分）に対する β 値を示す。

【図 5 F】図 5 F は、実施例 5 に記載されるように作製されて、試験された試料（太い細繊維の支持層上に堆積された（5 % の太い細繊維を含む）混合繊維直径混合層）に関する、経過時間（分）に対する β 値を示す。

【図 5 G】図 5 G は、実施例 5 に記載される混合直径混合繊維を含む媒体による試験進行中の媒体圧力降下増加の比較を示す。下部パネルは、上部パネルの一部分の拡大図を示す。

【図 5 H】図 5 H は、実施例 5 に記載される混合直径混合繊維を含む媒体による種々のダスト粒径に関する全体的な β 値の比較を示す。下部パネルは、上部パネルの一部分の拡大図を示す。

【図 5 I】図 5 I は、実施例 5 に記載される混合直径繊維の層を含む媒体による試験進行中の媒体圧力降下増加の比較を示す。下部パネルは、上部パネルの一部分の拡大図を示す。

【図 5 J】図 5 J は、実施例 5 に記載される混合直径繊維の層を含む媒体による種々のダスト粒径に関する全体的な β 値の比較を示す。下部パネルは、上部パネルの一部分の拡大図を示す。

【図 5 K】図 5 K は、媒体組成物が、繊維が混合されるか又は層状である、混合繊維直径を含むように変更された場合のクリーンな媒体の圧力降下を示す。

【図 6 A】図 6 A は、実施例 6 に記載されるように作製された、 0.43 g/m^2 の太い細繊維によって支持された 0.22 g/m^2 の細い細繊維（合計 0.65 g/m^2 ）を含む媒体試料の例示的な像を示す。細い細繊維の上部層は、太い細繊維の下層網目構造を被覆する。

【図 6 B】図 6 B は、実施例 6 に記載されるように作製された、固定量の太い細繊維によって支持された細い細繊維の様々な坪量（ 0.09 g/m^2 、 0.10 g/m^2 、 0.22 g/m^2 、 0.31 g/m^2 、 0.45 g/m^2 又は 0.56 g/m^2 ）を含む媒体試料に関する液体濾過試験時間中の圧力降下を示す。

【図 6 C】図 6 C は、実施例 6 に記載されるように作製された、固定量の太い細繊維によって支持された細い細繊維の様々な坪量（ 0.09 g/m^2 、 0.10 g/m^2 、 0.22 g/m^2 、 0.31 g/m^2 、 0.45 g/m^2 又は 0.56 g/m^2 ）を含む媒体試料に関する様々な直径の微粒子状汚染物質に関する効率を示す。

【図 7 A】図 7 A は、実施例 7 に記載されるように作製された層状媒体試料の例示的な像を示す（太い細繊維のベース層、それに細い細繊維の層並びに混合された細い細繊維及び太い細繊維の層が続き、太い細繊維の層が最上となり（太い／細い／混合／太い又は L／S／混合／L）；混合層は、表 1 A の設定 I に記載されるように作製された）。太い細繊維の最上層は、細い細繊維及び太い細繊維の混合を含む層を被覆する。

【図 7 B】図 7 B は、方法 6 及び実施例 6 に記載されるように作製された層状媒体試料（L／S／L）の断面図の例示的な像を示す。

【図 7 C】図 7 C は、実施例 7 に記載されるように作製され、試験された太い細繊維によって支持された、混合直径繊維の層を含む媒体試料に関する液体濾過試験時間中の圧力降下を示す。

【図 7 D】図 7 D は、実施例 7 に記載される太い細繊維によって支持された、混合直径繊維の層を含む媒体試料の微粒子状汚染物質に関する全体的な β 値を示す。

【図 8 A】図 8 A は、実施例 8 に記載されるように作製された太い細繊維層上に堆積させた、混合された細い細繊維及び太い細繊維の網目構造の代表的な SEM 像を示す。

【図 8 B】図 8 B は、実施例 8 に記載されるように作製され、試験された太いナノ繊維によって支持された、混合直径混合繊維の層を含む媒体試料に関する液体濾過試験時間中の

10

20

30

40

50

圧力降下を示す。

【図 8 C】図 7 C は、実施例 8 に記載されるように作製され、試験された太い細繊維によって支持された、混合直径混合繊維の層を含む媒体試料の微粒子状汚染物質に関する全体的な β 値を示す。

【図 9 A】図 9 A は、それぞれ三相構造及び二相構造を示す、ポリマーと、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物とを含む例示的な細繊維の断面図を示す。

【図 9 B】図 9 B は、それぞれ三相構造及び二相構造を示す、ポリマーと、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物とを含む例示的な細繊維の断面図を示す。

【図 10 A】図 10 A は、それぞれ三相構造及び二相構造を示す、ポリマーと、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物とを含む例示的な細繊維の図を示す。

10

【図 10 B】図 10 B は、それぞれ三相構造及び二相構造を示す、ポリマーと、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物とを含む例示的な細繊維の図を示す。

【図 11 A】図 11 A 及び図 11 B は、実施例 10 にさらに記載される細繊維の第 2 の層の坪量に対してプロットされた、（細繊維の第 1 の層、第 2 の層などを含む）複合材の平均最大細孔径に対する全細繊維坪量の比率を示す。図 11 B は、「x」によって示される細繊維損傷が生じずに液体濾過性能試験で残らなかった試料のより詳細な試験を可能にする、図 11 A の試料の部分集合を示す。破線は、濾過層の使用中に繊維損傷を受けるであろう複合材から、液体濾過性能試験に耐えることができ、且つ濾過層の使用中に繊維損傷を受けないであろう複合材を線引きするために期待される線の勾配を示す。円形データポイントは、損傷が生じずに液体濾過性能試験で残った試料を示す。破線の下に位置する円形データポイントは、太い細繊維の第 1 の層が方法 4、5、6 及び 7 に記載されるように堆積された媒体試料に対応する。

20

【図 11 B】図 11 A 及び図 11 B は、実施例 10 にさらに記載される細繊維の第 2 の層の坪量に対してプロットされた、（細繊維の第 1 の層、第 2 の層などを含む）複合材の平均最大細孔径に対する全細繊維坪量の比率を示す。図 11 B は、「x」によって示される細繊維損傷が生じずに液体濾過性能試験で残らなかった試料のより詳細な試験を可能にする、図 11 A の試料の部分集合を示す。破線は、濾過層の使用中に繊維損傷を受けるであろう複合材から、液体濾過性能試験に耐えることができ、且つ濾過層の使用中に繊維損傷を受けないであろう複合材を線引きするために期待される線の勾配を示す。円形データポイントは、損傷が生じずに液体濾過性能試験で残った試料を示す。破線の下に位置する円形データポイントは、太い細繊維の第 1 の層が方法 4、5、6 及び 7 に記載されるように堆積された媒体試料に対応する。

30

【図 12 A】図 12 A ～図 12 B は、実施例 11 にさらに記載される細繊維及び支持層の 1 つ又は複数の層を含む複合材に関する、複合材平均最大細孔径（図 12 A）又は複合材中間流動細孔径（図 12 B）に対してプロットされた初期圧力降下を示す。三角は、試験中に細繊維構造完全性を維持した試料を表し、四角は、試験中に細繊維破裂が生じた試料を表す。

【図 12 B】図 12 A ～図 12 B は、実施例 11 にさらに記載される細繊維及び支持層の 1 つ又は複数の層を含む複合材に関する、複合材平均最大細孔径（図 12 A）又は複合材中間流動細孔径（図 12 B）に対してプロットされた初期圧力降下を示す。三角は、試験中に細繊維構造完全性を維持した試料を表し、四角は、試験中に細繊維破裂が生じた試料を表す。

40

【図 13 A】図 13 A は、実施例 12 A に記載されるように作製された、太い細繊維層上に堆積させた層状 0.25 μm 及び 1.4 μm 繊維の網目構造の代表的な SEM 画像を示す。（すなわち、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の 5.6 倍の繊維直径を有する。）

【図 13 B】図 13 B は、実施例 12 A に記載されるように作製された、太い細繊維層上に堆積させた混合 0.25 μm 及び 1.4 μm の繊維の網目構造の代表的な SEM 画像を示す。

【図 13 C】図 13 C は、実施例 12 A にさらに記載されるようにパルス紡糸によって作

50

製された、混合（円）及び層状（四角） $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体に関する細孔径を比較するプロットを示す。

【図13D】図13Dは、実施例12Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、層状 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図13D～図13Gにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13E】図13Eは、実施例12Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図13D～図13Gにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13F】図13Fは、実施例12Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、層状 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図13D～図13Gにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13G】図13Gは、実施例12Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図13D～図13Gにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13H】図13Hは、実施例12Bにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、混合（円）及び層状（四角） $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体に関する細孔径を比較するプロットを示す。

【図13I】図13Iは、実施例12Bにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、混合 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図13I～図13Jにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13J】図13Jは、実施例12Bにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、層状 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図13I～図13Jにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13K】図13Kは、実施例12Cにさらに記載されるように、L／S／混合／L構造に含まれる $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体に関する細孔径を比較するプロットを示す。

【図13L】図13Lは、実施例12Cにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、混合 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図13L～図13Mにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図13M】図13Mは、実施例12Cにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、層状 $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図13L～図13Mにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図14A】図14Aは、実施例13Aに記載されるように作製された、太い細繊維層上に堆積させた層状 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維の網目構造の代表的なSEM画像を示す。（すなわち、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の2.8倍の繊維直径を有する。）

【図14B】図14Bは、実施例13Aに記載されるように作製された、太い細繊維層上に堆積させた混合 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ の繊維の網目構造の代表的なSEM画像を示す。

【図14C】図14Cは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合（円）及び層状（四角） $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 及び $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体に関する細孔径を比較するプロットを示す。

10

20

30

40

50

【図14D】図14Dは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合（円）及び層状（四角） $0.5\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体に関する性能指数（FOM）を比較するプロットを示す。

【図14E】図14Eは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、層状 $0.5\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図14E～図14Hにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図14F】図14Fは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合 $0.5\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における圧力降下を示す。図14E～図14Hにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図14G】図14Gは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、層状 $0.5\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図14E～図14Hにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図14H】図14Hは、実施例13Aにさらに記載されるようにパルス紡糸によって作製された、混合 $0.25\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む混合直径細繊維媒体における効率（全体的な β ）を示す。図14E～図14Hにおいて、下部パネルは、上部パネルのプロットの左下部分の拡大図を示す。

【図14I】図14Iは、実施例13Bにさらに記載されるように共紡糸によって作製された、混合 $0.5\mu\text{m}$ 及び $1.4\mu\text{m}$ 繊維を含む濾材に関する、効率（浸透率%、左軸）及び性能指数（FOM、正確な軸）の比較を示す。

【図15A】図15Aは、 $<4\mu\text{m}$ に関して $\beta=1000$ を有するガラス繊維含有媒体（原点の円）と比較された、実施例14に記載されるすべての混合直径細繊維媒体構造（四角）に関する $3\mu\text{m}$ 粒子に関する初期dP及び β 値の改善率%のクロスプロットを示す。

【図15B】図15Bは、実施例14にさらに記載される、 β 評価が1000である汚染物質径全体での種々の混合繊維媒体及びガラス繊維含有媒体（円）における初期dPを比較するプロットを示す。

【図16A】図16Aは、支持層上の細繊維層の例示的な断面図を示す。

【図16B】図16B～図16Dは、実施例にさらに記載されるように、細繊維層の厚さの測定方法の例示的な図を示す。

【図16C】図16B～図16Dは、実施例にさらに記載されるように、細繊維層の厚さの測定方法の例示的な図を示す。

【図16D】図16B～図16Dは、実施例にさらに記載されるように、細繊維層の厚さの測定方法の例示的な図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0045】

本開示は、（例えば、高い効率及び低い圧力降下を含む）高性能濾材を記載する。いくつかの実施形態において、本開示は、微細ガラス繊維を含めることなく、微細ガラス繊維を含む濾材の効率を達成する濾材を記載する。濾材は、支持層及び細繊維層を含む。細繊維層は、細繊維の少なくとも1つの層を含むが、任意選択的に細繊維の複数の層を含み得る。濾材に含まれる細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する「太い」細繊維を細繊維層が含むように混合直径を有する。「太い」細繊維は、少なくとも $1\mu\text{m}$ 又は $1\mu\text{m}$ より大きい平均直径を有する。いくつかの実施形態において、濾材は、ガラスを実質的に含まないか又はガラスを含まない。

【0046】

高効率の濾材としては、典型的には、微細ガラス繊維が含まれる。ガラス繊維は、細孔径制御をもたらし、且つ媒体中の他の繊維と協働して、実質的な流量、高容量、実質的な効率及び高い湿潤強度を媒体にもたらす。しかしながら、燃料又は油圧フィルタで使用される場合、ガラス繊維は、媒体から脱落し得、エンジン中に摩耗をもたらす。

10

20

30

40

50

【0047】

しかしながら、微細ガラス繊維を他の細繊維によって置き換えることは、困難であることが立証されてきた。特に、微細ガラス繊維を有する媒体と同じ効率を達成するために十分な非ガラス細繊維を含むことは、典型的には、媒体が低い透過性を有するような厚い又は高密度の細繊維層をもたらし、その結果、より短いフィルタ寿命及びより高いエネルギー使用に関連するレベルまで圧力降下が増加する。

【0048】

さらに、より薄いか又はより低密度の細繊維層を使用する場合、望ましい効率が一時的に達成され得、及び透過性が改善されて、許容可能な圧力降下値が達成され得るが、フィルタの寿命中に圧力降下が増加し、そのような細繊維層の効率は、典型的には崩壊する。効率のこのような降下は、繊維層の「破裂」によると考えられ、 β の損失によって反映される。(図1A及び図1Fを参照されたい。)追加的に、効率崩壊後に走査電子顕微鏡検査法(SEM)を使用して分析すると、ナノ繊維繊維層への損傷を観察することができる。(図1Bを参照されたい。)

【0049】

理論に束縛されることを望まないが、より薄いか又はより低密度の細繊維を使用するときに見られる効率崩壊は、細繊維によって架けられなければならない細孔径の変動をもたらす下層の支持層の変動の結果であると考えられる。下層にある支持層の細孔径がより大きく、細繊維の架橋が非常に大きい位置において、使用中に細繊維の破損が生じ、効率の損失が生じる。

【0050】

より均一な支持層が存在するが、そのような層の費用は、濾材でのそれらの使用を費用面で抑圧する。さらに、より均一な層は、ウェブ処理性能を含む濾材を製造するために必要とされる頑強性を必ずしも示さない。対照的に、スパンボンド支持層は、例えば、細孔径の大きい変動を示すが、安くて頑強な層であり、そのため、濾材中の支持層としての使用に関して特に適切となる。

【0051】

上記したように、本開示の濾材に含まれる細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する「太い」細繊維を細繊維層が含むように、混合直径を有する。いくつかの実施形態において、「太い」細繊維は、「細い」細繊維の平均繊維直径の最大で6倍の繊維直径を有する。理論に束縛されることを望まないが、より大きい直径の細繊維がより小さい直径の細繊維に支持を提供し、それによってより小さい直径の細繊維が下層の支持層の細孔に架かることが可能になり、及び媒体がより高い圧力に暴露されたときでさえ、繊維の「破裂」に抵抗すると考えられる。さらに、より小さい直径の細繊維はより小さい細孔の形態を可能にし、より高い効率値の達成が容認される。例えば、Wang et al., Physical Review Materials, 2020, 4:083803を参照されたい。

【0052】

予想外に、細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有する太い細繊維を含むことは、効率及び圧力降下における最良の組合せを提供した。細い細繊維の平均繊維直径の約2.8倍の平均繊維直径を有する太い細繊維は、細い細繊維単独を使用する細繊維の層よりも良好な繊維生存性をもたらしたが、濾材は、太い細繊維が細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有する混合直径細繊維で観察されるものと同じレベルの性能を示さなかった。(実施例13及び14を参照されたい。)

【0053】

いくつかの実施形態において、太い細繊維は、細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有し得る。上記したように、太い細繊維は細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有するが、太い細繊維及び細い細繊維の一方又は両方が、平均直径を提供する様々な径の繊維の分布を含み得る。太い細繊維及び細い細繊維が、例えば径の分布を含む場合、最小直

径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも少なくとも $0.2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\ \mu\text{m}$ 大きくなり得る。そのような実施形態において、太い細繊維及び細い細繊維は二峰性分布を形成し得る。いくつかの実施形態において、太い細繊維は、細い細繊維の直径よりも最大で $1\ \mu\text{m}$ 、最大で $2\ \mu\text{m}$ 又は最大で $3\ \mu\text{m}$ 大きい直径を有し得る。例示的な実施形態において、最小直径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも $0.2\ \mu\text{m} \sim 2\ \mu\text{m}$ の範囲で大きくなり得る。

【0054】

いくつかの実施形態において、さらに本明細書で記載されるように、細繊維層は、細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する太い細繊維を両方とも含む、単一（又は第1の）細繊維層を含む（図1Gを参照されたい）。いくつかの実施形態において、細繊維層は、複数の層（例えば、第1の細繊維層、第2の細繊維層など）を含み得る。

【0055】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、最大で $5\ \mu\text{m}$ 、最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 又は最大で $50\ \mu\text{m}$ である。理論に束縛されることを望まないが、細繊維層厚さが $50\ \mu\text{m}$ を超えることにより、望ましくなく高い圧力降下を有する媒体がもたらされると考えられる。いくつかの実施形態において、圧力降下を最小化することが望ましい場合、より薄い細繊維層の厚さ（例えば、最大で $5\ \mu\text{m}$ の厚さ、最大で $10\ \mu\text{m}$ の厚さ又は最大で $30\ \mu\text{m}$ の厚さ）が好ましくなり得る。

【0056】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、走査電子顕微鏡検査法（SEM）を使用して測定され得る。例えば、少なくとも細繊維層及び支持層を含む試料は、凍結中に（例えば、液体窒素中で）試料を断面切断することによってSEMのために作製することができる。細繊維層の前に支持層が切断されるように配置して、試料を断面切断することが有用であり得る。試料が液体窒素に沈められている間に試料を断面切断することがさらに有用であり得る。使用できる例示的な倍率は、 1000 倍である。ソフトウェアを使用して、SEM画像において細繊維部分の輪郭を描くことと、再シェーディングを可能にすることにより、試料の厚さの決定を容易にすることが有用であり得る。次に、再シェーディングされた画像を使用して、画像における細繊維部分の最大の厚さを決定することができる。いくつかの実施形態では、細繊維層の全厚さは、同じ試料の5つの別々の画像の少なくとも5つの最大の厚さを平均することによって決定することができる。

【0057】

1つの例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、主に太い細繊維を含み得、及び細繊維の第2の層は、主に細い細繊維を含み得る。例えば、細繊維の第1の層は、最大で 10% 又は最大で 20% 太い細繊維（すなわちより小さい直径の繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する細繊維）を含み得る。細繊維の第1の層が太い細繊維から構成されるか、又は主に太い細繊維を含む場合を含めて、いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、最大で 10% 又は最大で 20% のより大きい直径の細繊維（すなわちより細い繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の繊維直径を有する細繊維）を含み得る。

【0058】

理論に束縛されることを望まないが、より小さい直径のナノ粒子の大部分を構成する細繊維層の小さい直径の細繊維の小部分をより大きい直径のナノ繊維によって置き換えることにより、不織構造は、開放され得、及びより小さい直径のナノ繊維の網目構造に起因する効率を保持しながら、細繊維の第2の層の透過性及び深さ負荷に関する可能性が増加する。

【0059】

いくつかの実施形態において、本明細書でさらに論じられるように、太い細繊維及び細い細繊維は、単一細繊維層内で混合され得る。そのような混合により、細い細繊維のみを含む細繊維層と比較して、細繊維層の固体性が減少する。理論に束縛されることを望まな

いが、太い細繊維がスペーサーとして作用し、繊維間でのより多くの空気の動きが可能となるため、このような固体性の減少が見られると考えられる。

【0060】

本明細書に記載される濾材は、低い初期 d P 値を提供し、且つフィルタの期待された寿命を通して効率又は β 崩壊を示さない。（実施例 1 及び図 1 C を参照されたい。）追加的に、SEM を使用して分析したとき、媒体層が（例えば最大で 20 p s i を含む）圧力に暴露されるとき細繊維層への損傷が最小化される。（図 1 D を参照されたい。）

【0061】

支持層

本明細書に記載される濾材は、支持層（本文書中で基材とも記載される）を含む。支持層は、任意の適切な多孔質材料を含み得るか又はそれから形成され得る。

【0062】

典型的には、支持層には、繊維性材料が使用される。支持層の繊維は、天然繊維及び／又は合成繊維から形成することができる。適切な繊維には、セルロース繊維、ガラス繊維、金属繊維若しくは合成ポリマー繊維又はそれらの組み合わせ若しくは混合物が含まれ得る。

【0063】

特定の実施形態では、支持層は、少なくとも 5 ミクロン又は少なくとも 10 ミクロンの平均直径を有する繊維を含む。いくつかの実施形態では、支持層は、最大で 250 ミクロンの平均直径を有する繊維を含み得る。

【0064】

いくつかの実施形態では、支持層は、少なくとも 0.005 インチ（125 ミクロン）の厚さ、多くの場合に少なくとも 0.01 インチ（250 ミクロン）の厚さである。いくつかの実施形態では、支持層は、最大で 0.03 インチ（750 ミクロン）の厚さである。

【0065】

いくつかの実施形態では、支持層は、少なくとも 8 g/m^2 、少なくとも 10 g/m^2 、少なくとも 15 g/m^2 又は少なくとも 20 g/m^2 の坪量を有する。いくつかの実施形態では、支持層は、最大で 70 g/m^2 、最大で 100 g/m^2 又は最大で 150 g/m^2 の坪量を有する。例示的な実施形態では、支持層は、 $8 \text{ g/m}^2 \sim 150 \text{ g/m}^2$ の範囲の坪量を有する。別の例示的な実施形態では、支持層は、 $15 \text{ g/m}^2 \sim 100 \text{ g/m}^2$ の範囲の坪量を有する。支持層の坪量は、TAPPI T410 om-08 を用いて測定することができる。

【0066】

いくつかの実施形態では、支持層は、少なくとも 5 %、少なくとも 10 %、少なくとも 20 %、少なくとも 25 %、少なくとも 30 % 又は少なくとも 40 % の固体性を有する。いくつかの実施形態では、支持層は、最大で 10 %、最大で 20 %、最大で 25 %、最大で 30 %、最大で 40 % 又は最大で 50 % の固体性を有する。例示的な実施形態では、支持層は、10 % ～ 40 % の範囲の固体性を有する。別の例示的な実施形態では、支持層は、20 % ～ 30 % の範囲の固体性を有する。支持層の固体性は、方程式 $c = BW / \rho Z$ （BW は、TAPPI T410 om-08 を使用して測定される坪量であり、 ρ は、繊維の密度であり、及び Z は、TAPPI T411 om-15 によって測定される媒体の厚さである）を使用して算出され得る。媒体の厚さを測定する場合、1.5 p s i の足圧が使用され得る。

【0067】

いくつかの実施形態では、支持層は、少なくとも $5 \mu\text{m}$ 、少なくとも $10 \mu\text{m}$ 、少なくとも $15 \mu\text{m}$ 、少なくとも $20 \mu\text{m}$ 又は少なくとも $25 \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態では、支持層は、最大で $10 \mu\text{m}$ 、最大で $15 \mu\text{m}$ 、最大で $20 \mu\text{m}$ 、最大で $25 \mu\text{m}$ 、最大で $30 \mu\text{m}$ 、最大で $35 \mu\text{m}$ 、最大で $40 \mu\text{m}$ 、最大で $50 \mu\text{m}$ 、最大で $60 \mu\text{m}$ 、最大で $70 \mu\text{m}$ 、最大で $80 \mu\text{m}$ 又は最大で $90 \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。例示的な実施形態では、支持層は、 $10 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ の範囲の平

10

20

30

40

50

均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態では、平均中間流動細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0068】

いくつかの実施形態では、支持層は、最大で10 μm 、最大で15 μm 、最大で20 μm 、最大で25 μm 、最大で30 μm 、最大で35 μm 、最大で40 μm 、最大で50 μm 、最大で60 μm 、最大で70 μm 、最大で80 μm 、最大で90 μm 、最大で100 μm 又は最大で150 μm の平均最大細孔径を有する。例示的な実施形態では、支持層は、最大で90 μm の平均最大細孔径を有する。いくつかの実施形態において、平均最大細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0069】

いくつかの実施形態において、支持層は、少なくとも5 μm 、少なくとも10 μm 、少なくとも15 μm 、少なくとも20 μm 、少なくとも25 μm 、少なくとも30 μm 、少なくとも35 μm 、少なくとも40 μm 又は少なくとも50 μm の平均最小細孔径を有する。例示的な実施形態において、支持層は、少なくとも20 μm の平均最小細孔径を有する。いくつかの実施形態において、平均最小細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0070】

いくつかの実施形態では、支持層は、好ましくは、一貫した媒体構造を含み、即ち、媒体の特徴（例えば、細孔径、固体性、坪量若しくは厚さ又はそれらの特徴の組み合わせ若しくは媒体のこれらの特徴のそれぞれを含む）は、媒体の長さ及び幅にわたって一貫している。例えば、例示的な実施形態では、平均中間流動細孔径は、媒体の長さ及び幅にわたって30%を超えて、より好ましくは25%を超えて、さらにより好ましくは15%を超えて変化しない。

【0071】

しかしながら、いくつかの実施形態では、さらに、上記された通り、整合性又は均一性の少なくとも1つの態様（例えば細孔径整合性）は、（ウェブ処理性能を含む）濾材の製造に必要とされる頑強性のために犠牲となり得る。例えば、スパンボンド支持層は、細孔径の大きい変動を示すが、安価で頑強な層であり、そのため、特に濾材中の支持層として使用するのに適切となる。

【0072】

理論に拘束されることを望むものではないが、細繊維層（特に細繊維の第1の層）の繊維径、細繊維層の厚さ及び支持層の最大細孔径間の相互作用は、構造的に安定した効率的な媒体の達成に重要であると考えられる。例えば、より高い坪量（例えば、60 g/m^2 を超える）の支持層を単に使用する場合のみでは、構造的に安定した媒体とならない。なぜなら、支持層の最大細孔径が特定のサイズ（例えば、90 μm ）を超える場合、細繊維の直径が特定のサイズを下回る場合及び／又は細繊維の太さが細い場合、細繊維層は、十分に高い圧力降下での濾過中に層の構造が損なわれるためである。例えば、細い細繊維（例えば、最大で0.5 μm の平均直径を有する）が、88 μm の平均最大細孔径を有する支持層上の第1の細繊維層に使用された場合、細繊維層の坪量の増加には、媒体を介して流体を移動させるために持続不可能な高圧が必要であることが分かり；対照的に、細い細繊維層の坪量を減らすと、濾過中に層の構造が損なわれた。88 μm の平均最大細孔径を有する支持層上に堆積された第1の細繊維層における繊維の少なくとも1つの繊維径の増大（例えば、少なくとも0.6 μm 、より好ましくは少なくとも0.9 μm 、さらにより好ましくは1 μm の平均直径まで）は、媒体の効率を低下させたが、繊維径を大きくすると圧力降下も減少し、使用中に構造的に損なわれることのない構造的に安定した媒体が得られた。

【0073】

実施例10にさらに記載されるように、全体的な複合材の平均最大細孔径に対する全体的な細繊維坪量の比率のプロットを、細繊維の第2の層の坪量に対してプロットし、それによりFHA STベンチ試験中に損傷を経験するであろう細繊維層と相関する特徴（細繊維

10

20

30

40

50

維坪量及び全体的な複合材の平均最大細孔径)の識別が可能となる。図11に示すように、液体濾過性能試験に耐えることができ、濾過層の使用中に繊維損傷を受けないであろう複合材を、濾過層の使用中に繊維損傷を受けるであろう複合材から線引きすることができる。

【0074】

支持層は、任意の適切な材料で形成することができる。支持層に適した材料の例には、スパンボンド、ウェットレイド、カード又はメルトブロー不織布材料又は例えばスパンボンドーメルトブローースパンボンドを含むそれらの組み合わせが含まれる。繊維は、織布又は不織布の形態であり得る。合成不織布の例には、ポリエステル不織布、ナイロン不織布、ポリオレフィン(例えば、ポリプロピレン)不織布、ポリカーボネート不織布又はそれらのブレンド又は多成分不織布が含まれる。シート状支持層(例えば、セルローズ、合成及び／又はガラス又は組み合わせウェブ)は、フィルタ支持層の典型的な例である。適切な支持層の他の例には、ポリエステル又は二成分ポリエステル繊維又はポリプロピレン／ポリエチレンテレフタレート又はスパンボンドのポリエチレン／ポリエチレンテレフタレート二成分繊維が含まれる。

【0075】

いくつかの実施形態では、支持層は、好ましくは、ポリマー繊維を含み得る。いくつかの実施形態では、ポリマー繊維は、ナイロン繊維又はポリエステル繊維を含み得る。

【0076】

いくつかの実施形態では、支持層は、好ましくは、スパンボンド繊維を含み得る。

【0077】

1つの例示的な実施形態において、支持層は、ナイロンスクリムであり得る。

【0078】

例示的な実施形態において、支持層は、CEREX 23200 (Cerex Advanced Fabrics, Inc., Cantomont, FL)を含む。CEREX 23200はナイロン6, 6を含み、8.4ミル(0.21mm)の厚さ、67.8g/m²の坪量、28%の固体性及び615.1の固体性当たりの透過性を有する。CEREX 23200の細孔径は表2Cに示される。

【0079】

細繊維層

本明細書に記載される濾材は、細繊維層を含む。細繊維層は、支持層上に堆積した細繊維の第1の層(第1の細繊維層とも記載される)を常に含まる。本明細書にさらに論じられるように、細繊維層は、任意選択的に、1つ又は複数の追加的な細繊維の層を含み得る。例えば、細繊維層は、細繊維の第1の層上に堆積した第2の微繊維の層(第2の細繊維層とも記載される)を含み得る。

【0080】

いくつかの実施形態において、細繊維層は、少なくとも2µm、少なくとも3µm、少なくとも4µm又は少なくとも5µmの厚さを有し得る。

【0081】

いくつかの実施形態において、細繊維層は、最大で5µm、最大で10µm、最大で30µm又は最大で50µmの厚さを有し得る。

【0082】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、走査電子顕微鏡検査法(SEM)を使用して測定され得る。例えば、少なくとも細繊維層及び支持層を含む試料は、(例えば液体窒素中で)凍結しながら試料を横断切断することによってSEM用に調製され得る。支持層が細繊維層の前に切断される状態に試料を配向しながら、試料を横断切断することが有用であり得る。試料を液体窒素中に浸漬しながら、試料を断面切断することがさらに有用であり得る。使用され得る例示的な倍率は1000倍である。SEM画像中での細繊維部分のアウトライン化及び再陰影化を可能にすることにより、試料の厚さの決定を補助するソフトウェアを使用することは有用であり得る。次いで、再陰影化された画像

10

20

30

40

50

を使用し、画像中の細繊維部分の最大厚さが決定され得る。いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、同じ試料の5つの別々の画像からの少なくとも5つの最大厚さを平均化することによって決定され得る。

【0083】

細繊維の第1の層

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、「細い」細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する「太い」細繊維を含む。すなわち、細繊維の第1の層は、混合直径の繊維を含み得る。

【0084】

追加的に又は代わりに、細い細繊維は、細繊維の第2の層中に存在し得る。細い細繊維が、細繊維の第1の層ではなく細繊維の第2の層中に存在する場合、細繊維の第1の層は、第2の細繊維層の最小平均繊維直径の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する「太い」細繊維のみを含み得る。そのような実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第2の細繊維層の繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有し得る。上記したように、太い細繊維は、細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有し、太い細繊維及び細い細繊維の一方又は両方は、平均直径を提供する様々な径の繊維の分布を含み得る。第1の細繊維層の太い細繊維及び第2の細繊維層の細い細繊維が、例えば径の分布を含む場合、最小直径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きくなり得る。いくつかの実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、細い細繊維の直径よりも最大で1 μm 、最大で2 μm 又は最大で3 μm 大きい直径を有し得る。

【0085】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層の「太い」細繊維は、好ましくは少なくとも1 μm 又は1 μm より大きい平均直径を有する。細繊維の第1の層の「太い」細繊維は、最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 又は最大で10 μm の平均直径を有する。第1の細繊維層の例示的な画像は、図1Eに示されるように、支持層上に堆積した太い細繊維を含む。

【0086】

第1の細繊維層が「太い」細繊維及び「細い」細繊維を含み、及び太い細繊維が細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する実施形態において、細い細繊維は、最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 又は最大で0.6 μm の平均直径を有し得る。いくつかの実施形態において、第1の細繊維層の細い細繊維の平均繊維直径は、少なくとも0.2 μm であり得る。例えば、細い細繊維の平均繊維直径は、0.2 μm ～0.6 μm の範囲、0.3 μm ～0.5 μm の範囲又は0.2 μm ～0.3 μm の範囲であり得る。

【0087】

そのような実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第1の細繊維層の細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有し得る。上記したように、太い細繊維は細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有し、太い細繊維及び細い細繊維の一方又は両方は、平均直径を提供する様々な径の繊維の分布を含み得る。第1の細繊維層の太い細繊維及び第1の細繊維層の細い細繊維が、例えば径の分布を含む場合、最小直径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きくなり得る。いくつかのそのような実施形態において、太い細繊維及び細い細繊維は二峰性分布を形成し得る。いくつかの実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第1の細繊維層の細い細繊維の直径よりも最大で1 μm 、最大で2 μm 又は最大で3 μm 大きい直径を有し得る。

【0088】

「太い」細繊維及び「細い」細繊維直径の例示的な組合せとしては、例えば、 $1\ \mu\text{m}$ 及び $0.25\ \mu\text{m}$ の直径繊維（実施例1～11を参照されたい）；又は $1.4\ \mu\text{m}$ 及び $0.25\ \mu\text{m}$ の直径繊維（実施例12を参照されたい）が含まれる。実施例13は $1.4\ \mu\text{m}$ 及び $0.5\ \mu\text{m}$ の直径繊維をさらに開示するが、太い細繊維（ $1.4\ \mu\text{m}$ ）は細い細繊維（ $0.5\ \mu\text{m}$ ）の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有さない。

【0089】

理論に束縛されることを望まないが、太い細繊維を含む細繊維の層の包含が、太い細繊維を含む層を含まない濾材よりも、より「開放している」支持層を使用に可能にすると考えられる。より「開放している」支持層の使用により、フィルタを通過する材料が、流れを妨げる材料と遭遇することが少なくなるため、より小さい細孔又はより高い坪量を有する支持層よりも低い圧力降下が提供される。

【0090】

細繊維の第1の層－太い細繊維

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、主に（例えば95%より多くの）太い細繊維を含むか又は細い細繊維を含まない。そのような実施形態において、細い細繊維を含む細繊維の第2の層は、下記のように、第1の繊維の層上に堆積する。

【0091】

そのような実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第2の細繊維層の細い細繊維の直径よりも少なくとも $0.2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\ \mu\text{m}$ 大きい直径を有し得る。上記したように、太い細繊維は細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有し、太い細繊維及び細い細繊維の一方又は両方は、平均直径を提供する様々な径の繊維の分布を含み得る。第1の細繊維層の太い細繊維及び第2の細繊維層の細い細繊維が、例えば径の分布を含む場合、最小直径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも少なくとも $0.2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\ \mu\text{m}$ 大きくなり得る。いくつかのそのような実施形態において、太い細繊維及び細い細繊維は二峰性分布を形成し得る。いくつかの実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第2の細繊維層の細い細繊維の平均直径よりも最大で $1\ \mu\text{m}$ 、最大で $2\ \mu\text{m}$ 又は最大で $3\ \mu\text{m}$ 大きい平均直径を有し得る。

【0092】

濾材が細繊維の第2の層を含む場合を含む、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.005\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.01\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.05\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.1\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $1\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $1.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $2\ \text{g}/\text{m}^2$ 又は少なくとも $2.5\ \text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $1.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $2\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $2.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $3\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $3.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $4\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $4.5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $5\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $10\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $15\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $20\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $25\ \text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $50\ \text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.1\ \text{g}/\text{m}^2$ 及び最大で $20\ \text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。別の例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.1\ \text{g}/\text{m}^2$ 及び最大で $1\ \text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。さらなる例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $0.25\ \text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。細繊維の坪量は、次の方程式に従い、細繊維の質量及びスクリムの面積から算出され得る：細繊維層の全坪量＝（細繊維の質量）／（スクリムの面積）。細繊維の質量は、次の方程式に従い、繊維を製造するために使用されるポリマー及び紡糸条件から算出され得る：細繊維の質量＝（溶液中ポリマーの%w/v）×（ポンプ速度）×（紡糸時間）。

【0093】

濾材が細繊維の第2の層を含む場合を含む、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $5\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $10\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $20\ \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $15\ \mu\text{m}$ 、最大で $20\ \mu\text{m}$ 、最大で $25\ \mu\text{m}$ 、最大で 30

μm 又は最大で $35\mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $10\mu\text{m}\sim 25\mu\text{m}$ の範囲の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、平均中間流動細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0094】

濾材が細繊維の第2の層を含む場合を含む、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $10\mu\text{m}$ 、最大で $15\mu\text{m}$ 、最大で $20\mu\text{m}$ 、最大で $25\mu\text{m}$ 、最大で $30\mu\text{m}$ 又は最大で $35\mu\text{m}$ の平均最大細孔径を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層の平均最大細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

10

【0095】

濾材が細繊維の第2の層を含む場合を含む、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも細繊維の第1の層の太い細繊維の平均直径の厚さを有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.7\mu\text{m}$ 、少なくとも $1\mu\text{m}$ 、少なくとも $2\mu\text{m}$ 又は少なくとも $5\mu\text{m}$ の厚さを有する。

【0096】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、細繊維の第1の層の太い細繊維の平均直径を有するいくつかの繊維の厚さである厚さを有する。例えば、細繊維の第1の層は、少なくとも $2\mu\text{m}$ 、少なくとも $3\mu\text{m}$ 、少なくとも $4\mu\text{m}$ 又は少なくとも $5\mu\text{m}$ の厚さを有し得る。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、 $1\mu\text{m}$ より大きい厚さを有する。

20

【0097】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $5\mu\text{m}$ 、最大で $10\mu\text{m}$ 、最大で $30\mu\text{m}$ 又は最大で $50\mu\text{m}$ の厚さを有する。

【0098】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、走査電子顕微鏡検査法 (SEM) を使用して測定され得る。例えば、少なくとも細繊維層及び支持層を含む試料は、(例えば液体窒素中で) 凍結しながら試料を横断切断することによってSEM用に調製され得る。支持層が細繊維層の前に切断される状態に試料を配向しながら、試料を横断切断することが有用であり得る。試料を液体窒素中に浸漬しながら、試料を断面切断することがさらに有用であり得る。使用され得る例示的な倍率は 1000 倍である。SEM画像中での細繊維部分のアウトライン化及び再陰影化を可能にすることにより、試料の厚さの決定を補助するソフトウェアを使用することは有用であり得る。次いで、再陰影化された画像を使用し、画像中の細繊維部分の最大厚さが決定され得る。いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、同じ試料の5つの別々の画像からの少なくとも5つの最大厚さを平均化することによって決定され得る。

30

【0099】

濾材が細繊維の第2の層を含む場合を含む、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、細繊維の第2の層の固体性よりも低い固体性を有し得る。すなわち、細繊維の第1の層は、好ましくは、細繊維の第2の層よりも開放性であり得る。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも 0.1% 、少なくとも 0.5% 、少なくとも 1% 、少なくとも 5% 、少なくとも 10% 、少なくとも 20% 、少なくとも 25% 、少なくとも 30% 又は少なくとも 40% の固体性を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で 10% 、最大で 20% 、最大で 25% 、最大で 30% 、最大で 40% 又は最大で 50% の固体性を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $0.1\%\sim 40\%$ の範囲の固体性を有する。別の例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $0.1\%\sim 20\%$ の範囲の固体性を有する。細繊維層の固体性 (c) は、次の方程式を使用して、無次元繊維ドラッグパラメータ、 $F^*_{1.0}$ から算出され得る： $F^*_{1.0} = 4.3548e^{8.8822c}$ 。実施例にさらに記載されるように、 $F^*_{1.0}$ は、修正Kirsch-Fuchs方程式から算出され得る。

40

50

【0100】

細繊維の第1の層－混合直径細繊維

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、太い細繊維及び細い細繊維を含み、太い細繊維は、細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する。そのような実施形態において、細繊維の第2の層は、下記のように、繊維の第1の層上に堆積していても又は堆積していなくてもよい。

【0101】

いくつかの実施形態において、第1の細繊維層の太い細繊維は、第1の細繊維層の細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有し得る。上記したように、太い細繊維は細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均繊維直径を有し、太い細繊維及び細い細繊維の一方又は両方は、平均直径を提供する様々な径の繊維の分布を含み得る。太い細繊維又は細い細繊維が径の分布を含む場合、最小直径の太い細繊維の直径は、最大直径の細い細繊維の直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きくなり得る。いくつかの実施形態において、太い細繊維は、細い細繊維の直径よりも最大で1 μm 、最大で2 μm 又は最大で3 μm 大きい直径を有し得る。

【0102】

細繊維の第1の層が細い細繊維及び太い細繊維を含む場合、層は混合直径の繊維のいずれかの適切な混合物を含み得る。細繊維の第1の層に関して使用され得る例示的な層状繊維構造としては、表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの1つ又は複数が含まれる。細繊維の第2の層に関して使用され得る例示的な混合繊維構造としては、表1A～表1CのセットA6、セットD、セットD6、セットI又はセットLの1つ又は複数が含まれる。

【0103】

細繊維の第1の層が細い細繊維及び太い細繊維を含む場合、混合直径の繊維は、（同時に形成された結果として）混合され得る（図1Iを参照されたい）か、又は（基材に交互に適用された結果として）層状であり得る（図1J及び図1Lを参照されたい）か、或いは両方であり得る（図1Mを参照されたい）。混合直径の繊維が、（基材に交互に適用された結果として）層状である場合、細繊維の単一層は、太い細繊維及び細い細繊維の副層を含み得る。

【0104】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも0.5%の太い細繊維、少なくとも1%の太い細繊維、少なくとも2%の太い細繊維、少なくとも5%の太い細繊維、少なくとも7%の太い細繊維、少なくとも10%の太い細繊維、少なくとも12%の太い細繊維、少なくとも14%の太い細繊維、少なくとも16%の太い細繊維、少なくとも20%の太い細繊維、少なくとも50%の太い細繊維、少なくとも60%の太い細繊維、少なくとも70%の太い細繊維又は少なくとも80%の太い細繊維を含み得る。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最高1%の太い細繊維、最高2%の太い細繊維、最大で5%の太い細繊維、最大で7%の太い細繊維、最大で10%の太い細繊維、最大で12%の太い細繊維、最大で14%の太い細繊維、最大で16%の太い細繊維、最大で20%の太い細繊維、最大で50%の太い細繊維、最大で60%の太い細繊維、最大で70%の太い細繊維、最大で80%の太い細繊維又は最大で90%の太い細繊維を含み得る。いくつかの例示的な混合物は表1A～表1Cに示される。例えば、細繊維の第1の層は、表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含み得る。細繊維の第1の層の太い細繊維の追加的な例示的な範囲は、10%～90%の太い細繊維、20%～80%の太い細繊維又は30%～70%の太い細繊維を含む。

【0105】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、細い及び太い細繊維の直径、前駆

10

20

30

40

50

体紡糸溶液中の%固体、シリンジポンプ供給速度及び電界紡糸時間から推定され得る。

【0106】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、実施例の繊維の割合算出の部分に提供される方程式を使用して、紡糸時間に基づいて決定され得る。

【0107】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、ナノコンピュータ断層撮影（ナノCT）によって決定され得る。例えば、濾材の試料は、Z軸に沿って切断されたようにスキャンされる樹脂に包埋され得る。有用な画像は、例えば、Xradia 810 Ultra（Zeiss, Oberkochen, Germany）などのシンクロトロン品質のNanoscale 3D X線画像化機器を使用することによって得ることができる。デジタル構造を使用して、特定の直径を有する繊維の割合を決定するために、次いで画像を一緒につぎ合わせて3Dデジタル構造を形成することは、有用であり得る。細い／太い細繊維の割合は、デジタル構造中の全繊維（細い繊維及び太い繊維の両方）の数に対する細い／太い細繊維の数の比率によって算出され得る。

【0108】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、顕微鏡観察を使用して決定され得る。例えば、試料画像は、適切な倍率（例えば、500倍、1000倍又は2500倍）において、SEMを通して得られ得る。1つ又は複数の繊維集団の存在は、画像の範囲内のすべての繊維を数えることによって決定され得、続いて25%の変化量内でのグループ直径に基づいて細い細繊維及び太い細繊維に分類される。繊維径は、ImageJなどの画像加工ソフトウェアを使用して、測定及び／又は分類され得る。細い／太い細繊維の割合は、画像の範囲内の全繊維（細い繊維及び太い繊維の両方）の数に対する細い／太い細繊維の数の比率によって算出され得る。

【0109】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.1\mu\text{m}$ 、少なくとも $0.5\mu\text{m}$ 、少なくとも $1\mu\text{m}$ 、少なくとも $5\mu\text{m}$ 、少なくとも $10\mu\text{m}$ 、少なくとも $15\mu\text{m}$ 又は少なくとも $20\mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $0.5\mu\text{m}$ 、最大で $1\mu\text{m}$ 、最大で $5\mu\text{m}$ 、最大で $10\mu\text{m}$ 、最大で $15\mu\text{m}$ 、最大で $20\mu\text{m}$ 、最大で $25\mu\text{m}$ 、最大で $30\mu\text{m}$ 又は最大で $35\mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $10\mu\text{m}$ ～ $25\mu\text{m}$ の範囲の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、平均中間流動細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0110】

異なる直径の繊維が層状である場合、細繊維の第1の層の有効な細孔径は、最小細繊維を含む層によって規定される。

【0111】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.005\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.01\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.05\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.1\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $0.5\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $1\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $1.5\text{g}/\text{m}^2$ 、少なくとも $2\text{g}/\text{m}^2$ 又は少なくとも $2.5\text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で $1.5\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $2\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $2.5\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $3\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $3.5\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $4\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $4.5\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $5\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $10\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $15\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $20\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $25\text{g}/\text{m}^2$ 、最大で $50\text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.1\text{g}/\text{m}^2$ 及び最大で $20\text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。別の例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも $0.1\text{g}/\text{m}^2$ 及び最大で $1\text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。さらなる例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、 $0.43\text{g}/\text{m}^2$ の坪量を有する。異なる直径の繊維が層状である場合、細繊維の第1の層の坪量は相加的である。細繊維の第1の層の坪量は、次の方程式に従い、細繊維

の第1の層の質量及びスクリムの面積からであり得る：細繊維の第1の層の坪量＝（細繊維の第1の層の質量）／（スクリムの面積）。細繊維の質量は、次の方程式に従い、繊維を製造するために使用されるポリマー及び紡糸条件から算出され得る：細繊維の質量＝（溶液中ポリマーの％w／v）×（ポンプ速度）×（紡糸時間）。

【0112】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも0.5％、少なくとも1％、少なくとも5％、少なくとも10％、少なくとも20％、少なくとも25％、少なくとも30％又は少なくとも40％の固体性を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で10％、最大で20％、最大で25％、最大で30％、最大で40％又は最大で50％の固体性を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第1の層は、0.5％～30％の範囲の固体性を有する。細繊維の第1の層の固体性（c）は、次の方程式を使用して、無次元繊維ドラッグパラメータ、 $F_{1.0}^*$ から算出され得る： $F_{1.0}^* = 4.3548e^{8.8822c}$ 。実施例にさらに記載されるように、 $F_{1.0}^*$ は、修正Kirsch-Fuchs方程式から算出され得る。

【0113】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも細繊維の第1の層の平均繊維の平均直径の厚さを有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、少なくとも0.2μm、少なくとも0.3μm、少なくとも0.4μm、少なくとも0.5μm、少なくとも0.6μm、少なくとも0.7μm、少なくとも0.8μm、少なくとも0.9μm又は少なくとも1μmの厚さを有する。

【0114】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、細繊維の第1の層の平均直径を有するいくつかの繊維の厚さである厚さを有する。例えば、細繊維の第1の層は、少なくとも2μm、少なくとも3μm、少なくとも4μm又は少なくとも5μmの厚さを有し得る。

【0115】

いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、最大で1μm、最大で5μm、最大で10μm、最大で30μm又は最大で50μmの厚さを有する。

【0116】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、走査電子顕微鏡検査法（SEM）を使用して測定され得る。例えば、少なくとも細繊維層及び支持層を含む試料は、（例えば液体窒素中で）凍結しながら試料を横断切断することによってSEM用に調製され得る。支持層が細繊維層の前に切断される状態に試料を配向しながら、試料を横断切断することが有用であり得る。試料を液体窒素中に浸漬しながら、試料を断面切断することがさらに有用であり得る。使用され得る例示的な倍率は1000倍である。SEM画像中での細繊維部分のアウトライン化及び再陰影化を可能にすることにより、試料の厚さの決定を補助するソフトウェアを使用することは有用であり得る。次いで、再陰影化された画像を使用し、画像中の細繊維部分の最大厚さが決定され得る。いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、同じ試料の5つの別々の画像からの少なくとも5つの最大厚さを平均化することによって決定され得る。

【0117】

細繊維の第2の層

本明細書に記載される濾材は、細繊維の第1の層上に堆積した細繊維の第2の層を含み得る。いくつかの実施形態において、本明細書にさらに記載されるように、濾材は、第3の細繊維の層、第4の細繊維の層を追加的に含み得る。

【0118】

上記したように、いくつかの実施形態において、細繊維の第1の層は、細繊維の第2の層の繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含む。いくつかの実施形態において、第1の繊維層は、第2の細繊維層の最小繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含む。

【0119】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層の最小繊維は、最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 又は最大で0.6 μm の平均直径を有する。いくつかの実施形態において、第2の細繊維層の層の最小繊維の平均繊維直径は、少なくとも0.2 μm の平均直径を有する。例えば、第2の細繊維層の最小繊維の平均繊維直径は、0.2 μm ～0.6 μm の範囲、0.3 μm ～0.5 μm の範囲又は0.2 μm ～0.3 μm の範囲であり得る。

【0120】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、第1の細繊維層の繊維の平均繊維直径の多くとも3分の1の平均直径を有する繊維を含む単一層を含み得る（例えば、図1Hを参照されたい）。

【0121】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、混合直径の細繊維を含み得る。例えば、細繊維の第2の層は、2つの異なる直径の細繊維（すなわち細い細繊維及び太い細繊維）（図1I及び図1Jを参照されたい）を含み得、太い細繊維は細い細繊維の直径の少なくとも3倍の平均直径を有する。

【0122】

いくつかの実施形態において、第2の細繊維層の細い細繊維は、最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 又は最大で0.6 μm の平均直径を有する。いくつかの実施形態において、第2の細繊維層の細い細繊維の平均繊維直径は、少なくとも0.2 μm の平均直径を有する。例えば、第2の細繊維層の細い細繊維の平均繊維直径は、0.2 μm ～0.6 μm の範囲、0.3 μm ～0.5 μm の範囲又は0.2 μm ～0.3 μm の範囲であり得る。

【0123】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層の太い細繊維は、少なくとも1 μm 又は1 μm より大きい平均繊維直径を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層の太い細繊維は、最大で1 μm 、最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 又は最大で10 μm の平均繊維直径を有する。

【0124】

「太い」細繊維及び「細い」細繊維直径の例示的な組合せとしては、例えば、1 μm 及び0.25 μm の直径繊維（実施例1～11を参照されたい）；並びに1.4 μm 及び0.25 μm の直径繊維（実施例12を参照されたい）が含まれる。

【0125】

細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含む場合、混合直径の繊維は、（同時に形成された結果として）混合され得る（図1Iを参照されたい）か、又は（基材に交互に適用された結果として）層状であり得る（図1J及び図1Lを参照されたい）か、或いは両方であり得る（図1Mを参照されたい）。混合直径の繊維が、（基材に交互に適用された結果として）層状である場合、細繊維の単一層は、太い細繊維及び細い細繊維の副層を含み得る。

【0126】

細繊維の第2の層は、混合直径の繊維のいずれかの適切な混合物を含み得る。例えば、細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含む場合、細繊維の第2の層は、少なくとも0.5%の太い細繊維、少なくとも1%の太い細繊維、少なくとも2%の太い細繊維、少なくとも5%の太い細繊維、少なくとも7%の太い細繊維、少なくとも10%の太い細繊維、少なくとも12%の太い細繊維、少なくとも14%の太い細繊維、少なくとも16%の太い細繊維、少なくとも20%の太い細繊維、少なくとも50%の太い細繊維、少なくとも60%の太い細繊維、少なくとも70%の太い細繊維又は少なくとも80%の太い細繊維を含み得る。例えば、細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含む場合、細繊維の第2の層は、最大で1%の太い細繊維、最大で2%の太い細繊維、最大で5%の太い細繊維、最大で7%の太い細繊維、最大で10%の太い細繊維、最大で12%の太

10

20

30

40

50

い細繊維、最大で14%の太い細繊維、最大で16%の太い細繊維、最大で20%の太い細繊維、最大で50%の太い細繊維、最大で60%の太い細繊維、最大で70%の太い細繊維、最大で80%の太い細繊維又は最大で90%の太い細繊維を含み得る。いくつかの例示的な混合物は、表1A～表1Cに示される。例えば、細繊維の第2の層は、表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含み得る。

【0127】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、細い及び太い細繊維の直径、前駆体紡糸溶液中の%固体、シリンジポンプ供給速度及び電界紡糸時間から推定される。

【0128】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、実施例の繊維の割合算出の部分に提供される方程式を使用して、紡糸時間に基づいて決定され得る。

【0129】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、ナノコンピュータ断層撮影（ナノCT）によって決定され得る。例えば、濾材の試料は、Z軸に沿って切断されたようにスキャンされる樹脂に包埋され得る。有用な画像は、例えば、Xradia 810 Ultra（Zeiss, Oberkochen, Germany）などのシンクロトロン品質のNanoscale 3D X線画像化機器を使用することによって得ることができる。デジタル構造を使用して、特定の直径を有する繊維の割合を決定するために、次いで画像を一緒につぎ合わせて3Dデジタル構造を形成することは、有用であり得る。細い／太い細繊維の割合は、デジタル構造中の全繊維（細い繊維及び太い繊維の両方）の数に対する細い／太い細繊維の数の比率によって算出され得る。

【0130】

いくつかの実施形態において、太い細繊維の割合は、顕微鏡観察を使用して決定され得る。例えば、試料画像は、適切な倍率（例えば、500倍、1000倍又は2500倍）において、SEMを通して得られ得る。1つ又は複数の繊維集団の存在は、画像の範囲内のすべての繊維を数えることによって決定され得、続いて25%の変化量内でのグループ直径に基づいて細い細繊維及び太い細繊維に分類される。繊維径は、ImageJなどの画像加工ソフトウェアを使用して、測定及び／又は分類され得る。細い／太い細繊維の割合は、画像の範囲内の全繊維（細い繊維及び太い繊維の両方）の数に対する細い／太い細繊維の数の比率によって算出され得る。

【0131】

例えば、例示的な実施形態において、細繊維の第2の層は、少なくとも0.5%及び最大で20%の太い細繊維、より好ましくは、少なくとも1%及び最大で10%の太い細繊維又はさらにより好ましくは少なくとも5%及び最大で7%の太い細繊維を含み得る。追加的な範囲も、例えば少なくとも3%及び最大で9%の太い細繊維又は少なくとも4%及び最大で8%の太い細繊維を含めて、有用であり得る。理論に束縛されることを望まないが、細繊維の第2の層中の太い細繊維の割合を最適化することにより、細い細繊維構造を崩壊させて、効率の対応する損失をもたらすことなく、細い細繊維に支持が提供され则认为られる。

【0132】

いくつかの実施形態において、異なる直径の繊維が層状である場合、細繊維の第2の層は、細い細繊維を含む副層及び／又は太い細繊維の最上の副層上に堆積した太い細繊維を含む副層を含み得る（図1J～図1Mを参照されたい）。理論に束縛されることを望まないが、太い細繊維の最上層又は副層を含むことにより、濾材の意図された使用中に（下流側から）バックパルスクリーニングが実行される場合、以前に堆積した層が吹き飛ばされること及び／又は損傷を受けることから保護され得ると考えられる。

【0133】

細い及び太い細繊維の層のいずれの適切な組合せも使用され得る。細繊維の第2の層の

10

20

30

40

50

ために使用され得る例示的な層状繊維構造としては、表 1 A～表 1 C のセット A 5、セット B、セット D 5、セット E、セット I 5 又はセット J の 1 つ又は複数が含まれる。細繊維の第 2 の層のために使用され得る例示的な混合繊維構造としては、表 1 A～表 1 C のセット A 6、セット D、セット D 6、セット I 又はセット L の 1 つ又は複数が含まれる。

【0134】

いくつかの実施形態において、層状及び混合構造の両方が第 2 の細繊維層中に含まれ得る。例えば、実施例 7 にさらに記載されるように、第 2 の細繊維層は、細い細繊維の副層、次いで混合された細い細繊維及び太い細繊維の副層を含み得、及び太い細繊維の副層が最上層となり得る。

【0135】

いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、少なくとも $0.1 \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.5 \mu\text{m}$ 、少なくとも $1 \mu\text{m}$ 、少なくとも $5 \mu\text{m}$ 、少なくとも $10 \mu\text{m}$ 、少なくとも $15 \mu\text{m}$ 又は少なくとも $20 \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第 1 の層は、最大で $0.5 \mu\text{m}$ 、最大で $1 \mu\text{m}$ 、最大で $5 \mu\text{m}$ 、最大で $10 \mu\text{m}$ 、最大で $15 \mu\text{m}$ 、最大で $20 \mu\text{m}$ 、最大で $25 \mu\text{m}$ 、最大で $30 \mu\text{m}$ 又は最大で $35 \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第 1 の層は、 $10 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ の範囲の平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、平均中間流動細孔径は、好ましくは、キャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0136】

異なる直径の繊維が層状である場合、細繊維の第 2 の層の有効な細孔径は、最小細繊維を含む層によって規定される。

【0137】

いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、少なくとも 0.005 g/m^2 、少なくとも 0.01 g/m^2 、少なくとも 0.05 g/m^2 、少なくとも 0.1 g/m^2 、少なくとも 0.5 g/m^2 、少なくとも 1 g/m^2 、少なくとも 1.5 g/m^2 、少なくとも 2 g/m^2 又は少なくとも 2.5 g/m^2 の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、最大で 1.5 g/m^2 、最大で 2 g/m^2 、最大で 2.5 g/m^2 、最大で 3 g/m^2 、最大で 3.5 g/m^2 、最大で 4 g/m^2 、最大で 4.5 g/m^2 、最大で 5 g/m^2 、最大で 10 g/m^2 、最大で 15 g/m^2 、最大で 20 g/m^2 、最大で 25 g/m^2 、最大で 50 g/m^2 の坪量を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、少なくとも 0.1 g/m^2 及び最大で 20 g/m^2 の坪量を有する。別の例示的な実施形態において、細繊維の第 2 の層は、少なくとも 0.1 g/m^2 及び最大で 1 g/m^2 の坪量を有する。さらなる例示的な実施形態において、細繊維の第 2 の層は、 0.43 g/m^2 の坪量を有する。異なる直径の繊維が層状である場合、細繊維の第 2 の層の坪量は相加的である。細繊維の第 2 の層の坪量は、次の方程式に従い、細繊維の第 2 の層の質量及びスクリムの面積からであり得る：細繊維の第 2 の層の坪量 = (細繊維の第 2 の層の質量) / (スクリムの面積)。細繊維の第 2 の層の質量は、次の方程式に従い、繊維を製造するために使用されるポリマー及び紡糸条件から算出され得る：細繊維の質量 = (溶液中ポリマーの %w/v) × (ポンプ速度) × (紡糸時間)。

【0138】

いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、細繊維の第 1 の層の固体性よりも高い固体性を有する。すなわち、細繊維の第 1 の層は、好ましくは、細繊維の第 2 の層よりも開放性である。いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、少なくとも 0.5% 、少なくとも 1% 、少なくとも 5% 、少なくとも 10% 、少なくとも 20% 、少なくとも 25% 、少なくとも 30% 又は少なくとも 40% の固体性を有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第 2 の層は、最大で 10% 、最大で 20% 、最大で 25% 、最大で 30% 、最大で 40% 又は最大で 50% の固体性を有する。例示的な実施形態において、細繊維の第 2 の層は、 $0.5\% \sim 30\%$ の範囲の固体性を有する。細繊維の第 2 の層の固体性 (c) は、次の方程式を使用して、無次元繊維ドラッグパラメータ、 $F^*_{1.0}$ から

10

20

30

40

50

算出され得る： $F^*_{1.0} = 4.3548 \times 10^{8.8822}$ 。実施例にさらに記載されるように、 $F^*_{1.0}$ は、修正Kirsch-Fuchs方程式から算出され得る。

【0139】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、少なくとも細繊維の第2の層の平均細繊維の平均直径の厚さを有する。いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、少なくとも $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 又は少なくとも $1\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有する。

【0140】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、細繊維の第2の層の平均直径を有するいくつかの繊維の厚さである厚さを有する。例えば、細繊維の第2の層は、少なくとも $2\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $3\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $4\text{ }\mu\text{m}$ 又は少なくとも $5\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有し得る。

【0141】

いくつかの実施形態において、細繊維の第2の層は、最大で $5\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $10\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $30\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $40\text{ }\mu\text{m}$ 又は最大で $45\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有する。

【0142】

いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、走査電子顕微鏡検査法（SEM）を使用して測定され得る。例えば、少なくとも細繊維層及び支持層を含む試料は、（例えば液体窒素中で）凍結しながら試料を横断切断することによってSEM用に調製され得る。支持層が細繊維層の前に切断される状態に試料を配向しながら、試料を横断切断することが有用であり得る。試料を液体窒素中に浸漬しながら、試料を断面切断することがさらに有用であり得る。使用され得る例示的な倍率は1000倍である。SEM画像中での細繊維部分のアウトライン化及び再陰影化を可能にすることにより、試料の厚さの決定を補助するソフトウェアを使用することは有用であり得る。次いで、再陰影化された画像を使用し、画像中の細繊維部分の最大厚さが決定され得る。いくつかの実施形態において、細繊維層の全体の厚さは、同じ試料の5つの別々の画像からの少なくとも5つの最大厚さを平均化することによって決定され得る。

【0143】

いくつかの実施形態において、媒体の全体的な効率、細繊維の第2の層の厚さに直接関連し得る。

【0144】

濾材の特性

上記の通り、濾材は支持層及び細繊維の層を含む。これらの層は複合材を形成し得る。

【0145】

いくつかの実施形態において、濾材は、最大で $20\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは最大で $15\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは最大で $14\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均最大細孔径を有する。いくつかの実施形態において、濾材の複合材平均最大細孔径は少なくとも $0.1\text{ }\mu\text{m}$ である。本明細書で 사용되는場合、「複合材平均最大細孔径」は、支持層及び細繊維層を含む複合材の平均最大細孔径を指す。

【0146】

いくつかの実施形態において、濾材は、最大で $11\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは最大で $9\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは最大で $6\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有する。いくつかの実施形態において、濾材の複合材平均中間流動細孔径は、少なくとも $0.1\text{ }\mu\text{m}$ である。本明細書で 사용되는場合、「複合材平均中間流動細孔径」は、支持層及び細繊維層を含む複合材の平均中間流動細孔径に指す。

【0147】

細繊維層が複数の細繊維層を含む場合、複合材はそれぞれの細繊維層を含む。

【0148】

いくつかの実施形態において、複合材平均最大細孔径及び／又は複合材平均中間流動細孔径は、好ましくはキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される。

【0149】

理論に束縛されることを望まないが、複合材平均最大細孔及び複合材平均中間流動細孔

10

20

30

40

50

径は、中でも、細繊維直径、細い及び太い細繊維の相対量並びに複合材モルフォロジー（例えば層状又は混合）次第である。

【0150】

実施例11に記載されるように、濾材の複合材平均最大細孔径及び／又は複合材平均中間流動細孔径は、液体濾過中に少なくとも20psiの圧力降下に耐える濾材の能力に関連し得、且つ同じ条件に耐えることができない濾材よりも良好なフィルタ性能を示す。

【0151】

細繊維

本開示の細繊維は、繊維形成ポリマー材料を含む。いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、繊維形成ポリマー材料を単独で紡糸することによって製造され得る。いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、別の物質と組み合わせて繊維形成ポリマー材料を紡糸することによって製造され得る。

【0152】

様々な他の物質と混合又はブレンドされるポリマー材料を意図する細繊維技術は、Chungら、米国特許第6,743,273号明細書；Chungら、米国特許第6,924,028号明細書；Chungら、米国特許第6,955,775号明細書；Chungら、米国特許第7,070,640号明細書；Chungら、米国特許第7,090,715号明細書；Chungら、米国特許出願公開第2003/0106294号明細書；Barrisら、米国特許第6,800,117号明細書；及びGillinghamら、米国特許第6,673,136号明細書に開示されている。追加的に、Ferrerら、米国特許第7,641,055号明細書において、ポリスルホンポリマーと、ポリビニルピロリドンポリマーとを混合又はブレンドして、細繊維材料の電界紡糸において使用される単相ポリマー合金が得られることにより、水不溶性、高強度のポリマー材料が製造される。

【0153】

ポリマー及び反応性添加剤から製造される細繊維

いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、国際公開第2014/164130号パンフレットにさらに記載されるように、繊維形成ポリマー材料と、例えば繊維形成プロセス又は後処理プロセスにおいて、互いに反応することが可能である少なくとも2つの反応性添加剤とを組み合わせることによって製造され得る。少なくとも2つの反応性添加剤は、繊維形成ポリマーと任意選択的に反応性である。

【0154】

いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、少なくとも1つの繊維形成ポリマーと；互いに共有結合し、且つ任意選択的に繊維形成ポリマーと共有結合する少なくとも2つの反応性添加剤とを含み得る。いくつかの実施形態において、反応性添加剤の少なくとも1つは、自己縮合性である。いくつかの実施形態において、反応性添加剤の少なくとも1つは、そのような反応性添加剤を含まない場合の細繊維と比較して、細繊維の少なくとも1つの特性を強化する。これに関連して、「強化」とは、1つ又は複数の特性を改善又は発生させることを意味する。

【0155】

反応性添加剤は、電界紡糸などのプロセスのためのポリマー材料のために選択される溶媒中で、それらが好ましくは可溶性であるように選択される。

【0156】

特定の実施形態において、反応性添加剤は、モノマー、オリゴマー又は小分子量ポリマーである。例えば、特定の実施形態において、反応性添加剤は、3000ダルトン未満の重量平均分子量を有する。特定の実施形態において、細繊維を製造するのに使用される反応性添加剤のすべてが、3000ダルトン未満の重量平均分子量を有する。いくつかの実施形態において、反応性添加剤の重量平均分子量は、飛行時間二次イオン質量分光測定法（TOF-SIMS）を使用して決定され得る。

【0157】

反応性添加剤は、様々な反応性官能基を有することができる。例えば、それらとしては、アルコキシ基、ヒドロキシル基、酸基（例えば、カルボン酸基）、イソシアネート基、ジグリシジルエーテル基、ジクロロ基を挙げることができる。反応性添加剤として機能する化合物のいずれの1分子も、1つ又は複数の1種の官能基又は2種以上の異なる官能基を含むことができる。反応性添加剤は、様々な数又は種類の官能基を有する化合物の混合物を含むことができる。ヒドロキシル基官能性成分は、ジオール、トリオール、ポリオール又はその混合物を含むことができる。カルボン酸官能性成分としては、複数のカルボン酸基を有する化合物（例えば、二酸、三酸又はその混合物）を挙げることができる。グリシジルエーテル官能性成分は、複数のグリシジルエーテル基を有する化合物（例えば、ジグリシジルエーテル、トリグリシジルエーテル又はその混合物）を挙げることができる。アミン官能性成分としては、第一級アミン化合物、第二級アミン化合物、第三級アミン化合物又はその混合物を挙げることができる。アミン官能性成分としては、複数の第一級、第二級又は第三級アミン基を有する化合物（例えば、ジアミン、トリアミン又はその混合物）を挙げることができる。イソシアネート官能性成分は、複数のイソシアネート基を有する化合物（例えば、ジイソシアネート、トリイソシアネート又はその混合物）を挙げることができる。加えて、反応性添加剤は、2種以上の反応性官能基を有し得る。例えば、クエン酸及びジメチロールプロピオン酸は、ヒドロキシル及びカルボン酸基を有する。

【0158】

特定の実施形態において、反応性添加剤の少なくとも1つは、三官能性以上である。これは、反応性添加剤が1分子当たり3つ以上の反応性官能基を有することを意味する。例えば、1, 1, 1-トリメチロールプロパンは、三官能性アルコキシ含有化合物であり、グリセロール、ペンタエリトリール、エリトリール、トレイトール、ジペンタエリトリール、ソルビトールは多官能性ヒドロキシル基含有反応性添加剤であり、クエン酸及びジメチロールプロピオン酸は、多官能性カルボキシル酸含有反応性添加剤であり、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテルは、三官能性グリシジルエーテル含有反応性添加剤であり、トリフェニルメタントリイソシアネートは、三官能性イソシアネート含有反応性添加剤であり、及びトリエチレンテトラミン、トリメチロールプロパン及びトリ（ポリ（プロピレングリコール）アミン末端）エーテルは、多官能性アミン含有反応性添加剤である。

【0159】

以下は、官能基によって分類される種々の反応性添加剤の例である：（Ⅰ）アルコキシ官能性；（Ⅱ）ヒドロキシル官能性；（Ⅲ）酸官能性；（Ⅳ）グリシジルエーテル官能性；（Ⅴ）イソシアネート官能性；（Ⅵ）アミン官能性；及び（Ⅶ）ジクロロ官能性。種々の反応性の組合せ（すなわち互いに反応性である材料の組合せ）は、本開示の細繊維を製造する際に使用可能である。例えば、グループ（Ⅰ）からの1つ又は複数の反応性添加剤は、グループ（Ⅱ）及び／又は（Ⅲ）及び／又は（Ⅳ）及び／又は（Ⅴ）及び／又は（Ⅵ）からの1つ又は複数の反応性添加剤と反応することができる。グループ（Ⅱ）からの1つ又は複数の反応性添加剤は、グループ（Ⅲ）及び／又は（Ⅳ）及び／又は（Ⅴ）及び／又は（Ⅵ）からの1つ又は複数の反応性添加剤と反応することができる。グループ（Ⅲ）からの1つ又は複数の反応性添加剤は、グループ（Ⅳ）及び／又は（Ⅴ）及び／又は（Ⅵ）及び／又は（Ⅶ）からの1つ又は複数の反応性添加剤と反応することができる。

【0160】

ポリマー及び樹脂性アルデヒド組成物から製造される細繊維

いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、繊維形成ポリマー材料と、メラミンホルムアルデヒド樹脂などの樹脂性アルデヒド組成物とを組み合わせることによって製造され得る。

【0161】

いくつかの実施形態において、以下にさらに記載されるように、樹脂性アルデヒド組成物は、「ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物」を含む。「ポリマー反応性樹脂性アル

デヒド組成物」は、米国特許第 9, 587, 328 号明細書にさらに記載されるように、アルコキシ基を含む。最終繊維において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物の少なくとも一部分は、ポリマーの架橋に関与し、任意選択的に自己架橋に関与することが可能である。繊維形成ポリマー材料も反応性基を含む。これに関して、「反応性」とは、細繊維を製造する際に使用されるポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物のアルコキシ基によって架橋されることが可能な 1 つ又は複数の官能基（例えば、活性水素基）をポリマーが含むことを意味する。

【0162】

いくつかの実施形態において、以下にさらに記載されるように、樹脂性アルデヒド組成物は「ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物」を含む。ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、米国特許第 9, 435, 056 号明細書にさらに記載されるように、自己架橋のための反応性基を含む。最終繊維において、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物の少なくとも一部分は、自己架橋に関与する。

【0163】

本明細書で使用される場合、「樹脂」又は「樹脂性」は、特に繊維形成中に細繊維の表面に移動することができる性質のモノマー、オリゴマー及び／又はポリマーを意味する。本明細書中、「樹脂性アルデヒド組成物」という用語は、出発材料並びに最終繊維中の材料を意味する。

【0164】

これらの成分を、溶液中又は溶融した形態で組み合わせることができる。特定の実施形態において、細繊維は、溶液又は分散体から電界紡糸される。したがって、ポリマー材料及び樹脂性アルデヒド（例えば、メラミンアルデヒド）組成物は、電界紡糸のために適切な少なくとも 1 種の一般的な溶媒又は溶媒ブレンド中で分散可能又は可溶性である。

【0165】

ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物によって架橋されたポリマーから製造される細繊維
米国特許第 9, 587, 328 号明細書にさらに記載されるように、いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、繊維形成ポリマー材料と、アルコキシ基を含むポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば反応性メラミン-ホルムアルデヒド樹脂）とを組み合わせることによって製造され得る。

【0166】

図 9 A 及び図 9 B を参照すると、繊維 100 / 102 が形成すると、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、好ましくは、主にポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンアルデヒド組成物）を含む第 2 のコーティング相 22（繊維 102、図 9 B）などの少なくとも 1 つの外部同心（同軸）層（すなわち相）又はポリマー材料とポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物との混合物を含む第 2 のコーティング相 20（繊維 100、図 9 A）及び主にポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を含む第 3 の外部相（最外部相）30（図 9 A）などの 2 つの外部同心層（すなわち相）を形成する。すなわち、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、表面に移動して、二相繊維（図 9 B）又は三相繊維（図 9 A）を形成し得、そこでコア 10（図 9 A）又は 12（図 9 B）は主にポリマー材料（例えば、ナイロン）を含む。一般に、ポリマーと比較してポリマー反応性樹脂性アルデヒド含有量が多いほど、三相繊維を形成する傾向が大きくなる。

【0167】

いくつかの実施形態において、本開示の細繊維は、好ましくは、アルコキシ基を含むポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物及び活性水素基を含むポリマーから調製され得、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物対ポリマーのモル比は、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物のアルコキシ基対ポリマーの活性水素基のモル比が 5 : 100 より大きいか、又は 10 : 100 より大きいか、又は 20 : 100 より大きいか、又は 40 : 100 より大きいか、又は 60 : 100 より大きいようなものである。いくつかの実施形態において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物対ポリマーのモル比は、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物のアルコキシ基対ポリマーの活性水素基のモル比が、300 : 100

以下、250:100以下、又は210:100以下であるようなものであり得る。

【0168】

特定の実施形態において、5:100より大きいか、又は10:100より大きいか、又は20:100より大きいか、又は40:100より大きいか、又は60:100より大きいポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物対ポリマーの重量比が使用されることがありえる。いくつかの実施形態において、重量比は、コアポリマーを包囲するポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を含む有用な外部相の形成を制御するために使用され得る。主にポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンホルムアルデヒド）の外部コーティング層は、商業的に入手可能な繊維及び繊維層と比較して、本開示の細繊維及び細繊維層に、耐湿性などの改善された特性を提供する。これに関して、「主に」とは、参照された材料が、特定の領域（例えば、コーティング、層又は相）において、その領域中の材料の主要な量（すなわち50重量%より多い量）で存在することを意味する。

10

【0169】

例えば、例示的な実施形態において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物対ポリマーの重量比は、5:100~300:100の範囲にあり得る。別の例示的な実施形態において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物対ポリマーの重量比は、20:100~100:100の範囲にあり得る。

【0170】

適切なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、本明細書に記載される細繊維を製造する際に使用されるポリマーを架橋することができるアルコキシ基を1分子当たり2つ以上含む。例示的なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、縮合反応条件下で反応物によって種々のアルデヒドを処理することによって製造される合成樹脂である。有用な、そのような反応物としては、フェノール、尿素、アニリン、ベンゾグアナミン、グリコールウリル及びメラミンが含まれる。有用なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物としては、架橋反応で使用され得るアルデヒドベースの薬剤を含む。ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、典型的には、不揮発性である。また、（以下に詳細に記載されるように、ナイロンなどのポリマーと組み合わせられる場合）ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、電界紡糸などのプロセスのためのポリマー材料のために選択される溶媒中で可溶性なければならない。架橋剤として有用なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物としては、尿素及びアルデヒドの縮合生成物、フェノール及びアルデヒドの縮合生成物又はメラミン及びアルデヒドの縮合生成物が含まれる。架橋樹脂の1つの有用な分類としては、メラミン、尿素、ベンゾグアナミン、グリコールウリル及びアルデヒドを窒素化合物と反応させることによって製造される他の類似の樹脂などの窒素化合物をベースとする樹脂が含まれる。そのようなアミンベースの架橋樹脂は、プロセス溶媒中で可溶性であり、様々なポリマー種との反応性を有する。

20

30

【0171】

有用なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンアルデヒド組成物）は、架橋剤及び任意選択的に溶液中で組み合わせられ得るか、又は様々なポリマー材料との溶融形態であり得る他の非反応性の室温安定性の樹脂成分を含む。メラミンは、様々な他の共反応物と一緒に樹脂性組成物を形成する。

40

【0172】

有用なメラミンアルデヒド組成物としては、メラミン及びアルデヒド化合物間の反応によって一般に形成されるメラミンアルデヒド生産物が含まれる。有用なアルデヒド化合物としては、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒドなどを含むC₁~6アルカナルが含まれる。そのようなアルデヒドの混合物は、必要に応じて使用され得る。メラミンアルデヒド樹脂及び他の適切なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、1分子当たり少なくとも2つのアルコキシ基を有する成分を含む。典型的な部分的及び完全に反応するメラミンアルデヒドは、1分子当たり3~6又は4~6個のアルコキシ基を有する。

【0173】

50

特定の実施形態において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、尿素及びアルデヒドの縮合生成物、フェノール及びアルデヒドの縮合生成物、メラミン及びアルデヒドの縮合生成物又はその混合物を含む。特定の実施形態において、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、ベンゾグアナミン及びアルデヒドの縮合生成物、グリコールウリル及びアルデヒドの縮合生成物又はその混合物を含む。

【0174】

有用なポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンアルデヒド組成物）は、高度にメチル化されたメラミン；部分的にメチル化されたメラミン；メチル化された高イミノメラミン；高度にアルキル化された混合エーテルメラミン；高度にアルキル化、カルボキシル化された高イミノ混合エーテルメラミン；高度にn-ブチル化されたメラミン；n-ブチル化された高イミノ及び部分的にn-ブチル化されたメラミン；部分的にiso-ブチル化されたメラミン；部分的にn-ブチル化された尿素；部分的にiso-ブチル化された尿素；グリコールウリル；高度にアルキル化された混合エーテルメラミン-ホルムアルデヒド；高度にアルキル化された混合エーテルカルボキシル化メラミン樹脂；ヘキサブトキシメチルメラミン；ブトキシメチルメラミン；高度にアルキル化された混合エーテルメラミン；メトキシメチルメチロールメラミン、高度にメチル化されたメラミン樹脂；メタノール及びn-ブトキシエタノール／n-ブタノールブレンドによって共エーテル化されたメラミン-ホルムアルデヒド樹脂；n-ブタノールでメタノール及びn-ブタノールによって共エーテル化されたメラミン-ホルムアルデヒド樹脂；n-ブタノール及びブチルグリコールブレンド中で溶解したブチルメラミン-ホルムアルデヒド樹脂；ヘキサブトキシメチルメラミン；部分的にn-ブチル化されたメラミン；高固体、高度にメチル化されたメラミン樹脂；例えば、CYMEL 301、CYMEL 303 LF、CYMEL 350、CYMEL 3745、CYMEL MM-100、CYMEL 370、CYMEL 373、CYMEL 3749、CYMEL 323、CYMEL 325、CYMEL 327、CYMEL 328、CYMEL 385、CYMEL 481、CYMEL 1116、CYMEL 1130、CYMEL 1133、CYMEL 1135、CYMEL 1161、CYMEL 1168、CYMEL 1125、CYMEL 1141、CYMEL 202、CYMEL 203、CYMEL 254、CYMEL 1156、CYMEL 1158、CYMEL 9370、CYMEL MB-98、CYMEL MB-11-B、CYMEL MB-14-B、CYMEL 615、CYMEL 651、CYMEL 683、CYMEL 688、CYMEL MI-12-I、CYMEL MI-97-IX、CYMEL UM-15、CYMEL U-80、CYMEL UB-24-BX、CYMEL UB-25-BE、CYMEL UB-26-BX、CYMEL UB-30-B、CYMEL UB-90-BX、CYMEL U-227-8、CYMEL U-610、CYMEL U-640、CYMEL U-646、CYMEL U-662、CYMEL U-663、CYMEL U-665、CYMEL UI-19-I、CYMEL UI-19-IE、CYMEL UI-20-E、CYMEL UI-38-I、CYMEL 1123、CYMEL 659、CYMEL 1172、CYMEL 1170などを含めて、West Paterson, NJのCytec Industriesから入手可能なCYMELという商品名で販売される種々のポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物；並びにLUWIPAL LR 8955、LUWIPAL LR 8968及びLUWIPAL LR 8984を含めて、Ludwigshafen, GermanyのBASF AGから入手可能なLUWIPALという商品名で販売される種々のポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を含む、化合物及びその混合物を含む。そのような樹脂は、INEOS Melamines Inc. からも入手可能であり、RESIMENE（例えば、RESIMENE HM 2608）、MAPRENAL及びMADURITという商品名で販売される。必要に応じて、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物の種々の組合せが使用され得る。

【0175】

例示的な実施形態において、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂（本文中、単に「メラ

10

20

30

40

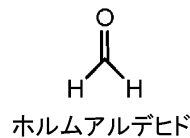
50

ミン組成物」又は「メラミン樹脂」と記載されるときもある）が使用される。メラミン－ホルムアルデヒド樹脂という記載は、メラミン1分子当たり2つ以上の（少なくとも2つの）アルコキシ官能基（メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシなど）を有するメラミンベースの樹脂を意味する。アルコキシ官能基の他に、メラミン－ホルムアルデヒド樹脂は、NH、ヒドロキシル又はカルボン酸官能性基を有し得る。非架橋メラミン－ホルムアルデヒドは、加熱時に架橋ポリマーを強化する、ポリマー架橋のために使用される熱硬化性プラスチック（熱硬化性物質）添加剤である。一旦硬化したら、異なる形状を形成するために再成形又は硬化が不可能である。架橋されたメラミン－ホルムアルデヒドプラスチックは、加熱によって軟化し、冷却時に硬化する他の種類の熱可塑性物質（例えば、アセテート、アクリル及びナイロン）とは異なり、それらの強度及び形状を保持する。架橋されたメラミン－ホルムアルデヒドは、着色抵抗があり、強溶媒及び水に抵抗を有する。メラミン－ホルムアルデヒド樹脂中の官能基次第で、未架橋樹脂は水溶性及び不水溶性の両方或いはアルコール、炭化水素（トルエン、キシレンなど）若しくはその他又はこれらの溶媒の混合物などの有機溶媒中に可溶性であり得る。

【0176】

メラミン－ホルムアルデヒド樹脂は、ホルムアルデヒドとメラミンとの反応から製造される。メラミン（化学式 $C_3H_6N_6$ ）及びホルムアルデヒド（化学式 CH_2O ）は、以下の構造：

【化1】



を有し、メラミンは、1, 3, 5-トリアジン-2, 4, 6-トリアミン；又は2, 4, 6-トリアミノ-s-トリアジン；又はシアヌロトリアミドである。メラミン－ホルムアルデヒド樹脂の代表的な構造は、構造I又はII：

10

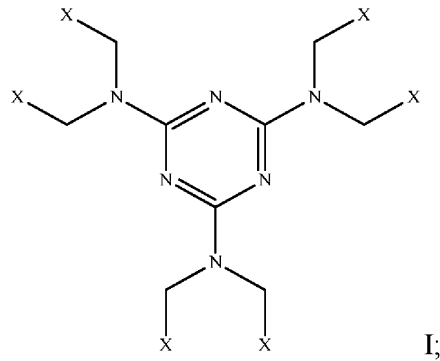
20

30

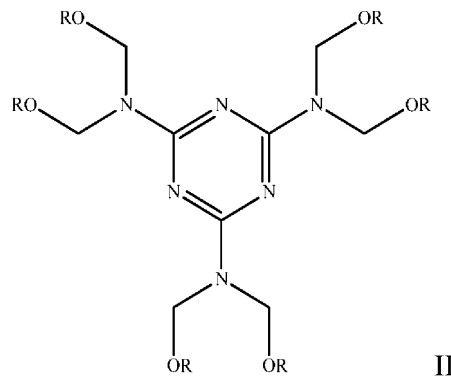
40

50

【化 2】



10



20

（化合物Ⅰ中、XはH又はアルコキシ又はヒドロキシルであり、且つ少なくとも2つのX基はアルコキシである）によって示される。好ましくは、化合物が2つ又は3つのアルコキシ基を有する場合、アルコキシ基は、同じ窒素置換基上に存在しない。メラミン樹脂化合物Ⅰは、最小2つの反応性又は架橋性アルコキシ基を必要とする。代表的な化合物ⅠⅠは、（ORがアルコキシ基（メトキシ、エトキシ、ブトキシなど）であるように、）RがH又はアルキル（メチル、エチル、ブチルなど）である、ヘキサ（アルコキシメチル）メラミン型樹脂と記載される完全反応化合物である。

30

【0177】

メラミン樹脂は、アミノ樹脂のより大きい分類の一部品である。それらは、合板及びパーティクルボード中で結合剤として且つ布地中で防しわ剤として使用される。それらは、電気デバイス及び種々の商業及び家庭用品用にも成形される。それらは、耐水性を増加させるために紙タオル中で架橋剤としても使用される。メラミン-ホルムアルデヒド樹脂を記載する際、非架橋メラミン樹脂を意味する。それは、CYMEL、LUWIPAL、RESIMENE、MAPRENALなどを含む種々の商品名で販売されている。

【0178】

例示的な、そのようなメラミン樹脂は、ヘキサ（メトキシメチル）メラミン（HMMM）（例えば、Rがメチルである上記の構造ⅠⅠ）である。フィルムを製造するために、HMMMのための反応パートナーとして、活性水素基（主にアミド、ヒドロキシル、カルボキシル又は無水官能基）を有するポリマーが使用された。

40

【0179】

必要に応じて且つポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物次第で、例えば、本明細書に記載される架橋反応は、スルホン酸、例えばパラトルエンスルホン酸などの強酸触媒を必要とし得る。特定の実施形態において、酸触媒などの触媒は、架橋速度を強化するために、ポリマー固体に基づき、好ましくは少なくとも4重量%の量で使用される。典型的には、本開示の架橋反応において、10重量%以下の酸触媒などの触媒が使用される。

【0180】

必要に応じて、本明細書で記載されるように、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物

50

及びポリマー材料間の架橋反応から形成される細繊維は、例えば、細繊維を熱処理に暴露することにより、速度及び架橋範囲に関して強化され得る。そのような熱処理は、典型的には、少なくとも80℃、少なくとも100℃又は少なくとも120℃及び典型的には150℃以下の温度を含み、典型的には少なくとも5秒間及び典型的には10分以内である。
【0181】

本開示の繊維において、本開示のポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物は、ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドを含むポリマー材料と組み合わせられる。ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドは、それが溶液又は分散体又は溶融した状態でポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物と組み合わせられ得るように選択される。ポリマー材料及びポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物の組合せは、特定の実施形態において、繊維が形成され得るように十分な時間、溶融状態又は溶液若しくは分散体中で実質的に安定でなければならない。

10

【0182】

ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドは、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物によって架橋可能な1つ又は複数の活性水素基を含む少なくとも1つの繊維形成ポリマーを含まなければならない。好ましいそのようなポリマー材料は、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物と反応することが可能であり、それに架橋可能である1つ又は複数の活性水素基を含む。活性水素基としては、限定されないが、チオール(−SH)、ヒドロキシル(−OH)、カルボキシレート(−CO₂H)、アミド(−C(O)−NH−若しくは−C(O)−NH₂)、アミノ(−NH₂)又はイミノ(−NH−)及び無水物(−CO)₂R基(加水分解時)が含まれる。これらの基は、ペンダントポリマー基中又はポリマー主鎖中に見られ得る。

20

【0183】

本開示のポリマー組成物中での使用に適切なポリマー材料としては、活性水素を有する付加ポリマー及び縮合ポリマー材料が含まれる。適切な例としては、ポリ(無水マレイン酸)、ポリ(メタ)アクリル酸、ポリアミド、セルロースエーテル及びエステル、ポリアミン、例えばキトサン並びにその混合物、ブレンド、合金及びブロック、グラフト又はランダムコポリマーが含まれる。そのようなコポリマーは、上記本文中に列挙されるものに加えて、1つ又は複数の他の部分を含み得る。これらの一般的な分類に含まれる好ましい材料として、架橋型又は非架橋型の、様々な加水分解度(例えば87%〜99.5%)のポリ(ビニルアルコール)が含まれる。好ましい付加ポリマーは、ガラス質である傾向があり、すなわち室温より高いT_g(ガラス転移温度)を有する。追加的に、ポリ(ビニルアルコール)材料などの低結晶化度を有するポリマー材料も本開示のポリマー材料として有用である。

30

【0184】

有用なポリマー材料の他の好ましい例としては、エチルセルロース、ヒドロキシルエチルセルロース、酢酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸フタル酸セルロース及びその混合物からなる群から選択されるセルロース誘導体；例えばスチレン(メタ)アクリル酸コポリマー及びエチレン(メタ)アクリル酸コポリマーを含む、ポリ(メタ)アクリル酸ホモポリマー及びコポリマー；例えばポリビニルブチラール及びエチレンコビニルアルコールコポリマーを含む、ポリビニルアルコールホモポリマー又はコポリマー；例えばスチレン無水マレイン酸コポリマーを含む、ポリ(無水マレイン酸)ホモポリマー又はコポリマー；及びポリウレタンが含まれる。本明細書中、ポリ(メタ)アクリル酸は、ポリ(アクリル酸)及びポリ(メタクリル酸)ポリマーを意味する。

40

【0185】

本開示の繊維の中のポリマー材料として、多数の種類のパリアミドも有用である。パリアミド縮合ポリマーの1つの有用な分類は、ナイロン材料である。「ナイロン」という用語は、すべての長鎖合成パリアミドの一般名である。典型的には、ナイロン命名法は、一連の数字を含み、例えば、ナイロン6,6は、出発材料がC₆ジアミン及びC₆二酸で

50

あることを示す（第1の桁はC₆ジアミンを示し、第2の桁はC₆ジカルボン酸化合物を示す）。別のナイロンは、より少量の水の存在下でε-カプロラクタムの重縮合によって製造され得る。この反応により、線形ポリアミドである（ε-アミノカプロン酸としても知られる環式ラクタムから製造される）ナイロン-6が形成される。さらに、ナイロンコポリマーも考えられる。例示的なナイロン材料としては、ナイロン-6、ナイロン6, 6、ナイロン6, 10、その混合物又はコポリマーが含まれる。

【0186】

反応混合物中で種々のジアミン化合物、種々の二酸化合物及び種々の環式ラクタム構造を組み合わせて、次いでポリアミド構造中でランダムに配置されたモノマー材料によってナイロンを形成することにより、コポリマーは製造され得る。例えば、ナイロン-6, 6-6, 10材料は、ヘキサメチレンジアミン並びに二酸のC₆及びC₁₀ブレンドから製造されるナイロンである。ナイロン-6-6, 6-6, 10は、εアミノカプロン酸、ヘキサメチレンジアミン並びにC₆及びC₁₀二酸材料のブレンドの共重合によって製造されるナイロンである。本明細書中、「コポリマー」という用語は、2種以上の異なるモノマーから製造されるポリマーを含み、ターポリマーなどを含む。

【0187】

本開示の繊維中のポリマー材料として、ブロックコポリマーも有用である。繊維が電界紡糸されるであろうそのようなコポリマーにより、溶媒又は溶媒ブレンドの選択は重要である。選択された溶媒又は溶媒ブレンドは、両ブロックが溶媒中に可溶性であるように選択される。有用なブロックコポリマーの例としては、Philadelphia, PAのArkema Inc. から入手可能であるPEBAX ε-カプロラクタム-b-エチレンオキシド；並びにエチレンオキシド及びイソシアネートのポリウレタンが含まれる。

【0188】

ポリビニルアルコールなどの付加ポリマー及びアクリル酸によるポリ（アクリロニトリル）コポリマーなどの非晶質付加ポリマーも有用である。それらは低圧力及び低温度において様々な溶媒及び溶媒ブレンド中に可溶性又は分散性であるため、それらは比較的容易に溶液紡糸され得る。例えば、87%から99.9+%までの加水分解度を有するポリ（ビニルアルコール）は、本開示の繊維中のポリマー材料として使用され得る。

【0189】

本実施形態における好ましいポリマーとしては、ポリアミド（特にナイロン）、ポリエステルアミド、ポリビニルアルコール、エチレン-コ-ビニルアルコールポリマー、ポリビニルブチラル及びポリ（無水マレイン酸）、ポリビニルピロリドン及びそのコポリマーが含まれる。好ましい活性水素基としては、ヒドロキシル、アミノ及びアミド基が含まれる。必要に応じて、ポリマー材料の種々の組合せが使用され得る。

【0190】

任意選択的に、反応性水素基を有するポリマーに加えて、本開示の繊維において使用されるポリマー材料は、1つ又は複数の非反応性ポリマーを含み得る。これに関して、「非反応性」とは、使用されるメラミン-ホルムアルデヒド樹脂又は他のポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋することができないこととして定義される。例えば、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋し得る基を有さない多数のポリオレフィン、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリエチレン及び他のそのような材料などのポリマー材料が使用され得る。他の非反応性ポリマーとしては、ポリアセタール、ポリエステル（例えば、ポリ（エチレンテレフタレート）（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリカプロラクトン（PCL）、ポリ-L-乳酸（PLLA）、ポリD-乳酸（PLDA）などを含む芳香族ベース及び脂肪族の両方）、ポリエステル-コ-ポリエチレンオキシド、ポリアルキレンスルフィド、ポリアリーレンオキシド（例えば、ポリフェニレンオキシドを含む）、ポリスルホン、変性ポリスルホン（例えば、ポリエーテルスルホンを含む）、ポリ（ビニルピリジン）（例えば、ポリ（4-ビニルピリジン）、ポリ（2-ビニルピリジン））並びにそれらのランダム及びブロックコポリマー（例えば、スチレンビニルピリジン、ビニルピリジン-コ-ブチルメタクリレート、ビニルピリジン-コ-メチルメタクリレー

トなどを含む)を含む)、ポリビニルアセテート及びそのコポリマー(例えば、エチレンーコビニルアセテートを含む)などが含まれる。これらの一般的な分類に入る好ましい材料としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ(塩化ビニル)、ポリ(メチルメタクリレート)、ポリスチレン及びそのコポリマー(ランダム及びABA型ブロックコポリマーなどのブロックコポリマーの両方を含む)を含むアクリル樹脂(例えば、スチレンアクリロニトリル(SAN)、スチレン無水マレイン酸(SMA)、スチレンーコビニルピリジン、スチレンーコブタジエン、スチレンーコエチレンプロピレン、スチレンーコメチルメタクリレート、スチレンーコエチルメタクリレート、スチレンーコブチルメタクリレート、スチレンーコメチルアクリレート、スチレンーコエチルアクリレート、スチレンーコブチルアクリレートなどを含む)、ポリ(フッ化ビニリデン)及びそのコポリマー(例えば、PVDFーコHFPを含む)、ポリ(塩化ビニリデン)、混合物、ブレンド又は合金が含まれる。有用なブロックコポリマーの例としては、ABA型コポリマー(例えば、スチレンーEPースチレン)(「EP」は、エチレンプロピレンを意味する)又はAB(例えば、スチレンーEP)ポリマー、Houston, TXのKraton Polymers U.S. LLCから入手可能であるKRATONスチレンーブタジエン及びスチレンーb水素化ブタジエン(エチレンプロピレン);並びにHampton, NHのSympaTex Technologies Inc.から入手可能であるSYMPATEXポリエステルーbエチレンオキシドが含まれる。必要に応じて、非反応性ポリマーの種々の組合せが使用され得る。

【0191】

必要に応じて、活性水素を有するポリマーの使用時に生じる架橋のプラスの効果に悪影響を及ぼさない量で、非反応性ポリマーが使用され得る。

【0192】

ポリ(フッ化ビニリデン)などの付加非反応性ポリマー、ジンジオタクチックポリスチレン、フッ化ビニリデン及びヘキサフルオロプロピレンのコポリマー、ポリビニルアセテート、非晶質付加ポリマー、例えばポリスチレン、ポリ(塩化ビニル)及びその種々のコポリマー並びにポリ(メチルメタクリレート)及びその種々のコポリマーは、低圧力及び低温度において様々な溶媒及び溶媒ブレンド中に可溶性又は分散性であるため、比較的容易に溶液紡糸され得る。しかしながら、それらが溶液紡糸される場合、ポリエチレン及びポリプロピレンなどの高度に結晶質のポリマーは、典型的には、高温、高圧力溶媒又は溶媒ブレンドを必要とする。したがって、ポリエチレン及びポリプロピレンの溶液紡糸は非常に困難である。

【0193】

ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物によって架橋されたポリマーから製造される繊維

米国特許第9,435,056号明細書にさらに記載されるように、いくつかの実施形態において、本開示の繊維は、繊維形成ポリマー材料と、自己架橋のための反応性基を含むポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物とを組み合わせることによって製造され得る。

【0194】

図10A及び図10Bを参照すると、繊維200/202が形成すると、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、好ましくは、主にポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物(例えば、メラミンアルデヒド組成物)を含む第2のコーティング相222(繊維202、図10B)などの少なくとも1つの外部同心層(すなわち相)又はポリマー材料とポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物との混合物を含む第2のコーティング相220(繊維200、図10A)及び主にポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物を含む第3の外部相(最外部相)230(図10A)などの2つの外部同心層(すなわち相)を形成する。すなわち、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、表面に移動して、二相繊維(図10B)又は三相繊維(図10A)を形成することができ、そこでコア210(繊維200)又は212(図10B)は主にポリマー材料(例えば、P4VPとも記載され

るポリ（４－ビニルピリジン）を含む。

【０１９５】

これに関して、「主に」とは、参照された材料が、特定の領域（例えば、コーティング、層又は相）において、その領域中の材料の主要な量（すなわち５０重量％より多い量）で存在することを意味する。

【０１９６】

好ましくは、本開示の細繊維は、反応基（好ましくは、アルコキシ基）を含む自己架橋性ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物及び反応基（すなわちポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物の反応基と反応可能である基）を含まないか、又は低量で含むポリマーから調製され、ここで、自己架橋性ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド対非反応性ポリマーの重量比が、５：１００より大きいか、又は１０：１００より大きいか、又は２０：１００より大きいか、又は４０：１００より大きいか、又は６０：１００より大きい。

【０１９７】

いくつかの実施形態において、自己架橋性ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物対非反応性ポリマーの重量比は、３００：１００以下、２５０：１００以下、２１０：１００以下又は１００：１００以下である。

【０１９８】

例えば、例示的な実施形態において、自己架橋性ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物対非反応性ポリマーの重量比は、５：１００～３００：１００の範囲にあり得る。別の例示的な実施形態において、自己架橋性ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物対非反応性ポリマーの重量比は、２０：１００～１００：１００の範囲にあり得る。

【０１９９】

いくつかの実施形態において、重量比は、ポリマー／半相互貫入網目構造型構造の形成を制御するために使用され得る。相互貫入網目構造は、自己架橋したポリマー非反応性樹脂性アルデヒドである。この構造は、本発明の細繊維及び細繊維層に、耐湿性などの改善された特性を提供し得る。

【０２００】

適切なポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、本明細書に記載される繊維製造プロセスにおいて自己架橋することができ反応基を１つ又は複数含む。そのような反応性基としては、アルコキシ基並びにヒドロキシル、カルボン酸及び／又は－NH基が含まれる。例示的なポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、縮合反応条件下で反応物によって種々のアルデヒドを処理することによって製造される合成樹脂である。有用な、そのような反応物としては、フェノール、尿素、アニリン、ベンゾグアナミン、グリコールウリル及びメラミンが含まれる。有用なポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物としては、自己架橋反応で使用されることが可能であるアルデヒドベースの薬剤を含む。樹脂性アルデヒド組成物は、典型的には、不揮発性である。また、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、電界紡糸などのプロセスのためのポリマー材料のために選択される溶媒中で可溶性なければならない。架橋剤として有用な樹脂性アルデヒド組成物としては、尿素及びアルデヒドの縮合生成物、フェノール及びアルデヒドの縮合生成物又はメラミン及びアルデヒドの縮合生成物が含まれる。架橋樹脂の１つの有用な分類としては、メラミン、尿素、ベンゾグアナミン、グリコールウリル及びアルデヒドを窒素化合物と反応させることによって製造される他の類似の樹脂などの窒素化合物をベースとする樹脂が含まれる。そのような自己架橋樹脂は、プロセス溶媒中で可溶性であり、様々なポリマー種との反応性を有する。

【０２０１】

有用なポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンアルデヒド組成物）は、架橋剤及び任意選択的に溶液中で組み合わせることが可能であるか、又は様々なポリマー材料との融融形態であることが可能である他の非反応性の室温安定性の樹脂成分を含む。メラミンは、様々な他の共反応物と一緒に樹脂性組成物を形成する。

【０２０２】

有用なメラミンアルデヒド組成物としては、メラミン及びアルデヒド化合物間の反応によって一般に形成されるメラミン-アルデヒド生産物が含まれる。有用なアルデヒド化合物としては、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒドなどを含むC₁~6アルカナールが含まれる。そのようなアルデヒドの混合物は、必要に応じて使用可能である。メラミンアルデヒド樹脂及び他の適切な樹脂性アルデヒド組成物は、1分子当たり少なくとも2つのアルコキシ基を有する成分を含む。典型的な部分的及び完全に反応するメラミンアルデヒドは、1分子当たり3~6又は4~6個のアルコキシ基を有する。

【0203】

特定の実施形態において、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、尿素及びアルデヒドの縮合生成物、フェノール及びアルデヒドの縮合生成物、メラミン及びアルデヒドの縮合生成物又はその混合物を含む。特定の実施形態において、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、ベンゾグアナミン及びアルデヒドの縮合生成物、グリコールウリル及びアルデヒドの縮合生成物又はその混合物を含む。

【0204】

有用なポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物（例えば、メラミンアルデヒド組成物）は、自己架橋するものの中でも、部分的にメチル化されたメラミン；メチル化された高イミノメラミン；高イミノ混合エーテルメラミン；n-ブチル化された高イミノ及び部分的にn-ブチル化されたメラミン；部分的にi s o-ブチル化されたメラミン；部分的にn-ブチル化された尿素；部分的にi s o-ブチル化された尿素；グリコールウリル；メトキシメチルメチロールメラミン樹脂が含まれる。

【0205】

自己架橋する種々のメラミン組成物は、例えば、CYMEL 3745、CYMEL M-100、CYMEL 3749、CYMEL 323、CYMEL 325、CYMEL 327、CYMEL 328、CYMEL 370、CYMEL 373、CYMEL 385、CYMEL 1158、CYMEL 1172、CYMEL UM-15、CYMEL U-64、CYMEL U-65、CYMEL U-21-571、CYMEL U-93-210、CYMEL U-216-10-LF、CYMEL U-227-8、CYMEL U-1050-10、CYMEL U-1052-8、CYMEL U-1054、CYMEL UB-25-BE、CYMEL UB-30-B、CYMEL U-662、CYMEL U-663、CYMEL U-1051、CYMEL UI-19-1、CYMEL UI-21E、CYMEL UI-27-EI、CYMEL UI-38-Iなどを含めて、West Paterson, NJのCytec Industriesから入手可能なCYMELという商品名で販売され、及び種々のメラミン組成物は、例えば、LUWIPAL LR 8955、LUWIPAL LR 8968及びLUWIPAL LR 8984を含めて、Ludwigshafen, GermanyのBASF AGから入手可能なLUWIPALという商品名で販売される。そのような樹脂は、INEOS Melamines Inc. から入手可能であり、RESIMENE（例えば、RESIMENE HM2608）、MAPRENAL及びMADURITという商品名で販売される。そのような材料の一次条件は、自己縮合（すなわち自己架橋）するその能力である。ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物の種々の組合せは、必要に応じて使用可能であるが、そのような組合せは、少なくとも1つの自己架橋性ポリマー非反応性アルデヒド成分を含む。

【0206】

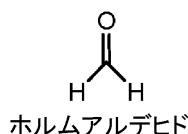
多くの好ましい実施形態において、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂（本文書中、単に「メラミン」組成物又は「メラミン」樹脂と記載されるときもある）が使用される。メラミン-ホルムアルデヒド樹脂という記載は、メラミン1分子当たり2つ以上の（少なくとも2つの）アルコキシ官能基（メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシなど）を有するメラミンベースの樹脂を意味する。アルコキシ官能基の他に、メラミンホルムアルデヒド樹脂は、自己架橋する能力を付与するために、イミン（-NH-）、カルボン酸（-C

(O) OH) 又はヒドロキシル (—OH) 官能基又はその組合せを含む。メラミン—ホルムアルデヒド樹脂中の官能基次第で、未架橋樹脂は、水溶性及び不水溶性の両方或いはアルコール、炭化水素（トルエン、キシレンなど）若しくはその他又はこれらの溶媒の混合物などの有機溶媒中に可溶性である。

【0207】

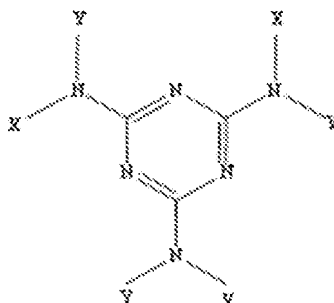
メラミン—ホルムアルデヒド樹脂は、ホルムアルデヒドとメラミンとの反応から製造される。メラミン（化学式 $C_3H_6N_6$ ）及びホルムアルデヒド（化学式 CH_2O ）は、以下の構造：

【化3】



を有し、メラミンは、1, 3, 5-トリアジン-2, 4, 6-トリアミン；又は2, 4, 6-トリアミノ-s-トリアジン；又はシアヌロトリアミドである。メラミン—ホルムアルデヒド樹脂の代表的な構造は、構造I：

【化4】



（化合物I中、各X及び各Yは、それぞれで独立して、 H 、 $-(CH_2)_x-O-R$ （ $R = H$ 又は $(C_1 \sim C_4)$ アルキルであり、且つ $x = 1 \sim 4$ である）又は $-(CH_2)_y-C(O)OH$ （ $y = 1 \sim 4$ ）であり、さらに、X及びY基の少なくとも2つは $-(CH_2)_x-O-R$ （ $R = (C_1 \sim C_4)$ アルキルであり、且つ $x = 1 \sim 4$ である）であり、及びX及びY基の少なくとも1つは、 H 、 $-(CH_2)_x-OH$ （ $x = 1 \sim 4$ ）及び／又は $-(CH_2)_y-C(O)OH$ （ $y = 1 \sim 4$ ）である）によって示される。好ましくは、化合物が2つ又は3つの $-(CH_2)_x-O-R$ （ $R = (C_1 \sim C_4)$ アルキルであり、且つ $x = 1 \sim 4$ である）基を有する場合、それらは、同じ窒素置換基上に存在しない。

【0208】

本開示の繊維において、本開示のポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物は、ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドを含むポリマー材料と組み合わせられる。ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドは、それが溶液又は分散体又は溶融した状態でポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物と組み合わせ可能であるように選択される。ポリマー材料及びポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物の組合せは、特定の実施形態において、繊維が形成可能であるように十分な時間、溶融状態又は溶液若しくは分散体中で実質的に安定でなければならない。

【0209】

ポリマー又はポリマー混合物又はブレンドは、少なくとも1つの繊維形成ポリマーを含まなければならない、且つポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物によって架橋可能な反

応基を含まないか、非常にわずかに含むべきである。存在すべきではない例示的なポリマー反応基は、活性水素基を含む。活性水素基としては、限定されないが、チオール（ $-SH$ ）、ヒドロキシル（ $-OH$ ）、カルボキシレート（ $-CO_2H$ ）、アミド（ $-C(O)-NH-$ 若しくは $-C(O)-NH_2$ ）、アミノ（ $-NH_2$ ）又はイミノ（ $-NH-$ ）及び無水物（ $-COO$ ）₂R基（加水分解時）が含まれる。

【0210】

本開示のポリマー組成物中で使用するために適切なポリマー材料としては、非反応性ポリマーである付加ポリマー及び縮合ポリマー材料が含まれる。これに関して、「非反応性」とは、上記及び米国特許第9,587,328号明細書に記載されるように、（反応性ポリマー（例えば、ナイロン）と比較して、）ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物を用いて架橋ができないこととして定義される。例えば、ポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋し得る基を有さない多数のポリオレフィン、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリエチレン及び他のそのような材料などのポリマー材料が使用され得る。他の非反応性ポリマーとしては、ポリアセタール、ポリエステル（例えば、ポリ（エチレンテレフタレート）（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）、ポリカプロラクトン（PCL）、ポリ-L-乳酸（PLLA）、ポリD-乳酸（PLDA）などを含む芳香族ベース及び脂肪族の両方）、ポリエステル-コポリエチレンオキシド、ポリアルキレンスルフィド、ポリアリーレンオキシド（例えば、ポリフェニレンオキシドを含む）、ポリスルホン、変性ポリスルホン（例えば、ポリエーテルスルホンを含む）、ポリ（ビニルピリジン）（例えば、ポリ（4-ビニルピリジン）、ポリ（2-ビニルピリジン）並びにそれらのランダム及びブロックコポリマー（例えば、スチレンビニルピリジン、ビニルピリジン-コブチルメタクリレート、ビニルピリジン-コメチルメタクリレートなどを含む）を含む）、ポリビニルアセテート及びそのコポリマー（例えば、エチレン-コビニルアセテートを含む）などが含まれる。これらの一般的な分類に入る好ましい材料としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ（塩化ビニル）、ポリ（メチルメタクリレート）、ポリスチレン及びそのコポリマー（ランダム及びABA型ブロックコポリマーなどのブロックコポリマーの両方を含む）を含むアクリル樹脂（例えば、スチレンアクリロニトリル（SAN）、スチレン無水マレイン酸（SMA）、スチレン-コビニルピリジン、スチレン-コブタジエン、スチレン-コエチレンプロピレン、スチレン-コメチルメタクリレート、スチレン-コエチルメタクリレート、スチレン-コブチルメタクリレート、スチレン-コメチルアクリレート、スチレン-コエチルアクリレート、スチレン-コブチルアクリレートなどを含む）、ポリ（フッ化ビニリデン）及びそのコポリマー（例えば、PVDF-コHFPEを含む）、ポリ（塩化ビニリデン）、混合物、ブレンド又は合金が含まれる。有用なブロックコポリマーの例としては、ABA型コポリマー（例えば、スチレン-EP-スチレン）（「EP」は、エチレンプロピレンを意味する）又はAB（例えば、スチレン-EP）ポリマー、Houston, TXのKraton Polymers U.S. LLCから入手可能であるKRATONスチレン-b-ブタジエン及びスチレン-b-水素化ブタジエン（エチレンプロピレン）；並びにHampton, NHのSympaTex Technologies Inc. から入手可能であるSYMPATEXポリエステル-b-エチレンオキシドが含まれる。必要に応じて、非反応性ポリマーの種々の組合せが使用され得る。

【0211】

ポリ（フッ化ビニリデン）などの付加非反応性ポリマー、ジンジオタクチックポリスチレン、フッ化ビニリデン及びヘキサフルオロプロピレンのコポリマー、ポリビニルアセテート、非晶質付加ポリマー、例えばポリスチレン、ポリ（塩化ビニル）及びその種々のコポリマー並びにポリ（メチルメタクリレート）及びその種々のコポリマーは、低圧力及び低温度において様々な溶媒及び溶媒ブレンド中に可溶性又は分散性であるため、比較的容易に溶液紡糸され得る。しかしながら、それらが溶液紡糸される場合、ポリエチレン及びポリプロピレンなどの高度に結晶質のポリマーは、典型的には、高温、高圧力溶媒又は溶媒ブレンドを必要とする。したがって、ポリエチレン及びポリプロピレンの溶液紡糸は非

常に困難である。

【0212】

必要に応じて且つポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物次第で、例えば、本明細書に記載される自己架橋反応は、スルホン酸、例えばパラートルエンスルホン酸などの強酸触媒を必要とし得る。特定の実施形態において、酸触媒などの触媒は、自己架橋速度を強化するために、ポリマー固体に基づき、好ましくは少なくとも4重量%の量で使用される。典型的には、本開示の自己架橋反応において、10重量%以下の酸触媒などの触媒が使用される。

【0213】

製造方法

別の態様において、本開示は、細繊維層及び支持層を製造する方法を記載する。

【0214】

細繊維層は、いずれかの適切な方法によって形成され得る。例えば、本開示の細繊維は、静電紡糸、力紡糸、湿式紡糸、乾式紡糸、溶融紡糸、押出紡糸、直接紡糸、ゲル紡糸などを含む様々な技術を使用して製造され得る。

【0215】

いくつかの実施形態において、第1の細繊維層は、好ましくは支持層上で形成される。

【0216】

細繊維は、例えば、静電又は溶融紡糸形成中に支持層上で捕集され、多くの場合、繊維製造後に熱処理される。好ましくは、細繊維の第1の層は、繊維の層として、浸透性粗繊維媒体（すなわち支持層）の層の第1の表面上に配置される。

【0217】

繊維の製造方法

本開示の細繊維を製造する繊維紡糸プロセスにおいて、紡糸されるポリマーは、典型的には、（例えば、溶媒中での溶解又は溶融させることによって）流体状態に変換される。次いで、流体ポリマーを強制的にスピナレットに通過させ、そこでポリマーは冷却されてゴム様状態となり、次いで固体状態となる。アルデヒド組成物は、固体状態への流体ポリマー遷移時に表面に移動し得る。湿式紡糸は、紡糸される溶媒中に溶解される必要があるポリマーのために典型的に使用される。繊維の沈澱及びそれが出るときに凝固を引き起こす化学浴にスピナレットを浸漬させる。このプロセスの名称は、この「湿式」浴に由来する。アクリル、レーヨン、アラミド、モドアクリル繊維及びスパンデックスは、このプロセスによって製造される。乾式紡糸は、溶媒中に溶解されたポリマーにも使用される。これは、凝固が溶媒の蒸発によって達成されるという点で異なる。この蒸発は、通常、空気又は不活性気体流によって達成される。関連する沈澱液体がないため、繊維を乾燥させる必要はなく、より容易に溶媒が回収される。溶融紡糸は、溶融され得るポリマーのために使用される。ポリマーは、スピナレットから押出された後、冷却によって凝固させる。

【0218】

典型的なプロセスにおいて、押出機に固体ポリマーのペレット又は顆粒を供給する。ペレットは押出スクリーによって圧縮、加熱及び溶融され、次いで紡糸ポンプに且つスピナレット中に供給される。直接紡糸プロセスは、固体ポリマーペレットの段階を回避する。ポリマー溶融体は、原材料から且つ紡糸ミルに直接ポンプ輸送されるポリマーフィニッシャーから製造される。直接紡糸は主にポリエステル繊維及びフィラメントの製造中に適用されて、高い製造能力（100トン／日より多い）に寄与する。乾式－湿式紡糸としても知られるゲル紡糸は、高強度又は繊維中の他の特別な特性を得るために使用される。ポリマーは「ゲル」状態にあり、部分的にのみ液体であり、それによってポリマー鎖はいくらか一緒に結合される。これらの結合により、繊維中に強い鎖間力が生じ、それによってその引張強さが増加する。また繊維内のポリマー鎖は大きい配向度を有し、それによって強度が増加する。繊維を最初に空気乾燥し、次いで液体浴中でさらに冷却する。このプロセスにより、いくつかの高強度ポリエチレン及びアラミド繊維が製造される。

【0219】

本開示の細繊維を製造するための別の方法は、メルトブロープロセスである。メルトブロー（本文書中、「MB」とも記載される）は、フィラメントを細くするために高速空気又は別の適切な力を使用して、ポリマー又は樹脂から直接、繊維様ウェブ又は物品を製造するためのプロセスである。このプロセスは、通常の布地繊維の径の繊維よりもむしろ、マイクロファイバーを製造するために、ほとんど排他的に使用されるため、ユニークである。MBマイクロファイバーは、一般に、 $2 \sim 4 \mu\text{m}$ （マイクロメートル又はミクロン又は μ ）の範囲の直径を有するが、それらは、 $0.1 \mu\text{m}$ と同程度に小さくてもよく、 $10 \sim 15 \mu\text{m}$ と同程度に大きくてもよい。軟化度、被覆又は不透明度及び多孔性などのMB不織布及び他の不織布間の差異は、フィラメント径の差異に一般に由来し得る。熔融ポリマーがダイホールから押出されるとすぐに、（ダイノーズピースの上部側面及び底部側面から出る）高速熱空気がポリマー流を細くし、マイクロファイバーが形成される。マイクロファイバーを含有する熱空気がコレクタースクリーンの方に進むと、大量の包囲空気（二次空気とも呼ばれる）が同伴され、それによって繊維は冷却され、凝固する。その後、凝固した繊維は捕集スクリーン上にランダムに配置され、自己結合不織布ウェブが形成する。繊維は、一般に、空気流中の乱流のため、ランダムに配置される（その上、高度に纏れる）が、コレクターの移動によって付与されるいくつかの方向性のため、機械方向においてわずかな偏りが存在する。コレクター速度及びダイノーズピースからのコレクター距離は、様々なメルトブローウェブを製造するために変更され得る。通常、熱空気を引き出すため及び繊維配置プロセスを強化するために、コレクタースクリーンの内部に真空が適用される。

【0220】

支持層のための浸透性の粗い繊維様材料を製造するために、本開示の細繊維を製造するための上記で列挙された方法のいずれも使用され得る。支持層のための浸透性の粗い繊維様材料を製造するために、スパンボンド技術が使用され得る。スパンボンド布は、押出、紡糸されたフィラメントを均一でランダムな様式で捕集ベルト上に堆積させ、続いて繊維を結合することによって製造される。繊維は、エアジェット又は静電荷によってウェブ配置プロセス中に分離される。捕集面は、通常、制御されていない様式で空気流が繊維を偏らせ、運搬することを防止するために穿孔される。ポリマーを部分的に熔融し、繊維と一緒に融合するために加熱されたロール又は加熱された針を適用することにより、結合はウェブに強度及び完全性を付与する。分子配向によって融点が増加するため、高度に延伸されない繊維は熱結合繊維として使用され得る。低融点結合部位として、ポリエチレン又はランダムエチレンプロピレンコポリマーが使用される。スパンボンド製品は、カーペット裏張り、ジオテキスタイル及び使い捨て医療用／衛生用製品中に利用される。布の製造が繊維の製造と組み合わせられるため、このプロセスは一般に、不織布を製造するために短繊維を使用する場合よりも経済的である。紡糸プロセスは、連続フィラメントヤーンの製造と類似であり、所与のポリマーのために類似の押出機条件を利用する。熔融ポリマーがスピナレットを出て、冷空気によって急冷されると繊維は形成される。このプロセスの目的は、ワイドウェブを製造することであり、したがって、幅全体で十分な繊維を生じるように、多数のスピナレットが並列して配置される。スピナレットの群は、多くの場合、ブロック又はバンクと記載される。商業的な製造では、繊維の被覆率を増加させるために、2つ以上のブロックが縦に並んで使用される。

【0221】

スパンボンドプロセスでは、移動ベルト又はスクリーン上での堆積の前に、スピナレットのアウトプットは、通常、繊維強度を増加させ、伸張性を減少させるために、繊維内で分子鎖を配向するように細くされなければならない百又はより個々のフィラメントからなる。これは、スピナレットを出た直後にプラスチック繊維を急速に伸長することによって達成される。実際には、繊維は、機械的に又は空気圧によって加速される。ほとんどのプロセスでは、繊維は、空気圧によって複数のフィラメント束で加速されるが、個々のフィラメントの線形に整列した列が空気圧によって加速される他の配列が記載されている。

【0222】

従来の布スパンボンドプロセスでは、繊維のいくつかの配向は、約3,200m/分の速度でフィラメントに風にあてて、部分配向ヤーン（POY）を製造することによって達成される。POYは、強度を強化するために、別々のステップにおいて機械的に延伸され得る。スパンボンドでは、製造フィラメント束は、6,000m/分以上の空気圧加速速度によって部分的に配向される。特に軽量構造（例えば17g/m²）に関して、そのような高速は、ウェブ形成の部分的配向及び高い速度をもたらす。高速でのワイドウェブの形成は、高度に生産的な操作である。

【0223】

多くの用途に関して、支持層の粗い繊維の部分配向は、機能的布（例えば、おむつカバーストック）を生じるために十分に強度を増加させ、伸張性を減少させる。しかしながら、一次カーペット裏張りなどのいくつかの用途は、非常に高い引張強さ及び低い伸張度を有するフィラメントを必要とする。そのような用途に関して、フィラメントは3.5:1の典型的な伸長比率で加熱されたロール上で伸長される。次いで、フィラメントは、移動ベルト又はスクリーン上に空気圧によって加速される。このプロセスはより遅いが、より強いウェブを与える。

【0224】

スパンボンドウェブは、移動ベルト上へのフィラメント束の空気圧堆積によって形成される。空気銃は、より低圧力の圧縮領域を通してフィラメントを移動させるために高压空気を使用するが、ベンチュリ管の場合のようにより高い速度を使用する。最大均一性を達成し、被覆するウェブに関して、個々のフィラメントは、ベルトに到達する前に分離され得る。張力下及び堆積前に、この分離は、束の上に静電荷を誘導することによって達成される。電荷は、摩擦電気又は高電圧電荷を適用することによって誘導され得る。前者は、接地導電性表面にフィラメントを摩擦した結果である。フィラメント上の静電荷は、1平方メートル当たり少なくとも30,000静電単位（esu/m²）であり得る。

【0225】

本開示の細繊維は、好ましくは、静電紡糸プロセスを使用して製造され得る。細繊維を形成するために適切な電界紡糸装置は、細繊維形成溶液を含有する貯蔵器及び複数のオフセット正孔を含む回転部分から一般になる放出デバイスを含む。それが静電界で回転すると、放出デバイス上の溶液の液滴は収集媒体の方に静電界によって加速される。その上に収集媒体（すなわち基材又は組み合わせられた基材）が配置される格子は、それから離れて配置された放出体に面する。空気は、格子を通して引き抜かれ得る。高い電圧静電ポテンシャルは、適切な静電電圧供給源によって放出体と格子との間で維持される。繊維を収集するために、放出体と格子との間に基材が配置される。

【0226】

特に、格子と放出体との間の静電ポテンシャルは材料に電荷を与え、それから液体が薄い繊維として放出され、それはグリッドの方に伸長されて、それらが到着すると、基材上で収集される。溶液中のポリマーの場合、溶媒の一部分は、基材へのそれらの飛行中に繊維から蒸発する。溶媒が蒸発し続けて、細繊維は基材繊維に接着する。静電界強度は、ポリマー材料が放出体から収集媒体まで加速されて、ポリマー材料を非常に薄いマイクロ繊維又はナノ繊維構造にするために加速が十分であることを確実にするように選択される。堆積の時間は、形成媒体上に堆積する放出された繊維の数を制御するために使用され得、それによりその上に堆積する各層の厚さの制御が可能となる。電界紡糸プロセスは、通常、（ポリマー上）5%～20%の固形分濃度を有するポリマー溶液を使用する。安全であり、容易に使用される溶媒は、工業用途において望ましい。他方、多くの場合、そのような溶媒によって形成される繊維は、広範囲の環境で存続し、機能する必要がある。

【0227】

単一直径繊維を含む細繊維の層を製造する方法

別の態様において、本開示は、支持層上に堆積される細繊維の層の製造を記載する。さらに上記されるように、細繊維の層は、より細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維の両方を含む細繊維の単一（又は第1の）層を含み得るか

、又は細繊維の層は、細繊維の第1の層が第2の細繊維層の最も細い繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含む、少なくとも2つの細繊維の層を含み得る。この章は、単一直径細繊維を含む第1の細繊維層を含む細繊維の層を製造する方法を記載する。以下の部分は、同じ層（例えば、第1の細繊維層又は第2の細繊維層）のより細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維の両方を含む細繊維の層の製造を記載する。

【0228】

適切なポリマー及びポリマー濃度は、細繊維の第1の層のための所望の径及び他の特性を与える当技術分野の通常の技術を有する人によって選択され得る。例えば、いくつかの実施形態において、繊維は、好ましくは、それらが濾過するために使用される流体（例えば、油圧流体、燃料、潤滑剤）に適合し得る。（細繊維構造が流体との単なる接触時に化学的にも物理的にも悪化しないように）それが流体又はその中の他のいずれか成分及び添加剤と反応せず、流体中に不溶性である場合、繊維は、流体に適合すると考えられる。例示的な実施形態において、ポリマー溶液は、実施例に記載される溶液2又は溶液4を含む。

【0229】

混合直径細繊維を含む細繊維の層を製造する方法

さらなる態様において、本開示は、同じ層中により細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維の両方を含む細繊維の層を含む細繊維の層の製造を記載する。そのような層は支持層（すなわち第1の細繊維層）上に直接堆積され得るか、又はそれは第1の細繊維層（すなわち第2の細繊維層）上に堆積され得るか、或いは両方である。加えて、同じ層中により細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維の両方を含む細繊維の層は、第3の細繊維層、第4の細繊維層などを形成し得る。

【0230】

適切なポリマー及びポリマー濃度は、細繊維の第2の層のための所望の径及び他の特性を与える当技術分野の通常の技術を有する人によって選択され得る。例えば、いくつかの実施形態において、繊維は、好ましくは、それらが濾過するために使用される流体（例えば、油圧流体、燃料、潤滑剤）に適合し得る。（細繊維構造が流体との単なる接触時に化学的にも物理的にも悪化しないように）それが流体又はその中の他のいずれか成分及び添加剤と反応せず、流体中に不溶性である場合、繊維は、流体に適合すると考えられる。例示的な実施形態において、ポリマー溶液は、実施例に記載される溶液1、溶液2、溶液3及び／又は溶液4を含む。

【0231】

いくつかの実施形態において、異なる直径の細繊維が混合される場合、繊維は同時に形成され得る。例えば、2つの（又はより多くの）繊維が電界紡糸によって形成される場合、繊維は、例えば、それぞれのシリンジが異なるポリマー溶液を含む2つ（又はより多くの）シリンジを使用することを含む共紡糸によって同時に形成され得る。加えて又は代わりに、それぞれのシリンジは、異なるシリンジポンプ供給速度を使用し得る。いくつかの実施形態において、異なる直径の細繊維が混合される場合、繊維は、それぞれのポリマー溶液の非常に短い（例えば、最高10秒、最高20秒又は最高30秒）パルスを使用する、繊維の交互形成によって形成され得る。

【0232】

いくつかの実施形態において、異なる直径の繊維が層状である場合、繊維は、繊維の交互形態によって形成され得る。例えば、2つの（又はより多くの）繊維が電界紡糸によって形成される場合、繊維は、例えば、それぞれのシリンジが異なるポリマー溶液を含む2つ（又はより多くの）シリンジを使用することを含む交互紡糸によって形成され得る。加えて又は代わりに、それぞれのシリンジは、異なるシリンジポンプ供給速度を使用し得る。いくつかの実施形態において、異なる直径の繊維が層状である場合、繊維は、少なくとも30秒のそれぞれのポリマー溶液のパルスを使用する、繊維の交互形成によって形成され得る。

【0233】

細い及び太い細繊維の層の組合せを形成するために使用され得るいずれの適切な方法も使用され得る。層状繊維構造を形成するために使用され得る例示的な方法としては、表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの方法の1つ又は複数が含まれる。混合繊維構造を形成するために使用され得る例示的な方法としては、表1A～表1CのセットA6、セットD、セットD6、セットI又はセットLの方法の1つ又は複数が含まれる。いくつかの実施形態において、層状繊維構造及び混合繊維構造の両方を含む層の組合せが形成され得る。そのような構造を形成する例示的な方法は、実施例7に記載される。

【0234】

使用方法及びフィルタエレメント

いくつかの実施形態において、本明細書に開示される濾材は、ワイヤー支持体を含むフィルタエレメントに含まれ得る。ワイヤー支持体は、支持層の下流に位置し得る。

【0235】

いくつかの実施形態において、例えば、フィルタエレメントに含まれる濾材を含む濾材は、プリーツを付けられ得る。

【0236】

本開示の濾材から、フラットパネルフィルタ、カートリッジフィルタ又は他の濾過部品を含むフィルタエレメントが製造され得る。そのようなフィルタエレメントの例は、米国特許第6,746,517号明細書；同第6,673,136号明細書；同第6,800,117号明細書；同第6,875,256号明細書；同第6,716,274号明細書；及び同第7,316,723号明細書に記載される。

【0237】

いくつかの実施形態において、フィルタエレメントは、効率層を含み得、及び効率層は、本明細書に開示される濾材を含み得る。すなわち、本明細書に記載される濾材は、効率層を形成し得るか、効率層の一部を形成し得る。いくつかの実施形態において、フィルタエレメントは、負荷層をさらに含み得る。例えば、深さ負荷層として作用するように設計されたメルトブロー不織布の層又は別の媒体を含めて、いずれの適切な媒体も負荷層として使用され得る。

【0238】

いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、例えば流体流を含む流体を濾過するために使用され得る。流体としては、空気、気体及び液体が含まれる。いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、流体流から微粒子を除去するために使用され得る。

【0239】

いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、空気を濾過するために使用され得る。本開示の濾材が空気を濾過するために使用される場合を含めて、いくつかの実施形態において、濾材は、フィルタエレメント中の他の層の上流に配置され得る。

【0240】

いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、気体を濾過するために使用され得る。気体流は、例えば、空気及び／又は工業廃棄ガスを含み得る。例示的な実施形態において、本開示の濾材は、その中の同伴オイルの実質的な量をエアゾールとして運送するディーゼルエンジンのクランクケースからブローバイ気体を濾過するために使用され得る。さらなる例示的な実施形態において、本開示の濾材は、気体タービンで使用され得る。

【0241】

いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、液体を濾過するために使用され得る。本開示の濾材が液体を濾過するために使用される場合を含めて、いくつかの実施形態において、濾材は、フィルタエレメント中の他の層の上流に配置され得る。例示的な液体としては、例えば、水性液体、油圧流体、オイル、燃料、潤滑剤などが含まれ得る。水性液体は、流出物、冷却水、プロセス水などのような天然及び人工流を含み得る。

【0242】

いくつかの例示的な実施形態において、本明細書で開示される濾材は、国際公開第2015/157638号パンフレット；国際公開第2016/210153号パンフレット；国際公開第2018/208819号パンフレット；米国特許第7,160,451号明細書；米国特許第7,238,285号明細書；米国特許第7,988,860号明細書；米国特許第8,263,214号明細書；米国特許第8,834,610号明細書；米国特許第8,673,040号明細書；又は米国特許第8,721,756号明細書のフィルタエレメント中の効率層を置き換え得る。

【0243】

いくつかの実施形態において、本開示の濾材は、例えば油圧用途を含めて、フロー速度が変動する用途において使用され得る。フロー速度の変動によって粒子が媒体開口部を通過する多数の機会がもたらされるため、例えば周期的フロー条件を含むフロー速度の変動は、濾材性能、特に濾材効率に悪影響を有する。

10

【0244】

本発明の時点で、フロー速度を変動することの濾材性能に対する影響は、典型的には、濾材の効率を増加させることによって最小化されたが、濾材の効率を増加させることは、圧力降下の対応する増加、すなわち流体を強制的に濾材に通過させるために必要な圧力の増加ももたらす。圧力降下のそのような増加は、（例えばバイパス弁によって）フィルタにバイパスが形成されるより多くの機会をもたらし、エネルギー消費を増加して、フィルタ寿命を短くする。対照的に、本開示の濾材は、圧力降下を悪化させることなく、周期的フロー条件下で効率増加を達成することができる。

20

【0245】

本明細書に記載される濾材を含むフィルタエレメント及びそれらのフィルタエレメントを製造し、且つ特に周期的フロー条件下で使用方法の追加的な例示的な実施形態は、本願と同日付で出願されたFILTER MEDIUM COMPRISING A FINE FIBER LAYER (Attorney Docket No. 0444.000106W001) という題名の同時係属中出願において提供される。

【0246】

本発明は、特許請求の範囲で定義される。しかしながら、以下では、非限定的な例示的な態様の非網羅的なリストが提供されている。これらの態様の任意の1つ又は複数の特徴は、本明細書に記載の別の例、実施形態又は態様の任意の1つ又は複数の特徴と組み合わせることができる。

30

【0247】

少なくとも1つの細繊維層を含む例示的な濾材の態様

態様A1は、支持層及び細繊維の第1の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細繊維の第1の層が太い細繊維及び細い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有する、濾材である。

【0248】

態様A2は、細繊維の第1の層の太い細繊維が少なくとも1 μm 若しくは1 μm より大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第1の層の太い細繊維が最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様A1の濾材である。

40

【0249】

態様A3は、細繊維の第1の層が細い細繊維を含み、細い細繊維が少なくとも0.2 μm の平均直径を有するか、又は細い細繊維が最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 若しくは最大で0.6 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様A1又はA2の濾材である。

【0250】

態様A4は、細繊維の第1の層が最大で10%の太い細繊維又は最大で20%の太い細繊維を含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

50

【0251】

態様A5は、細繊維の第1の層が少なくとも3%及び最大で9%の太い細繊維、少なくとも5%及び最大で7%の太い細繊維又は少なくとも4%及び最大で8%の太い細繊維を含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0252】

態様A6は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0253】

態様A7は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様A1～A6のいずれか1つの濾材である。

【0254】

態様A8は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノCTを使用して決定される、態様A1～A6のいずれか1つの濾材である。

【0255】

態様A9は、細繊維の第1の層が層状繊維構造を含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0256】

態様A10は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの1つ又は複数の層状繊維構造を含む、態様A9の濾材である。

【0257】

態様A11は、細繊維の第1の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、細繊維の第1の層内で、細い細繊維が太い細繊維の第1の副層上に堆積し、及び太い細繊維の第2の副層が細い細繊維上に堆積する、態様A9の濾材である。

【0258】

態様A12は、細繊維の第1の層が混合繊維構造を含む、態様A1～A8のいずれか1つの濾材である。

【0259】

態様A13は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA6、セットD、セットD6、セットI又はセットLの1つ又は複数の混合繊維構造を含む、態様A12の濾材である。

【0260】

態様A14は、第2の細繊維層をさらに含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0261】

態様A15は、細繊維が油圧流体、燃料又は潤滑剤の少なくとも1つに適合する、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0262】

態様A16は、支持層がナイロンを含む、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0263】

態様A17は、支持層が少なくとも5 μ m、少なくとも10 μ m、少なくとも15 μ m、少なくとも20 μ m又は少なくとも25 μ m及び最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m又は最大で90 μ mの平均中間流動細孔径を有する、上記態様のいずれか1つの濾材である。

【0264】

態様A18は、平均中間流動細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様A17の濾材である。

【0265】

10

20

30

40

50

態様 A 1 9 は、支持層が最大で 1 0 μm 、最大で 1 5 μm 、最大で 2 0 μm 、最大で 2 5 μm 、最大で 3 0 μm 、最大で 3 5 μm 、最大で 4 0 μm 、最大で 5 0 μm 、最大で 6 0 μm 、最大で 7 0 μm 、最大で 8 0 μm 、最大で 9 0 μm 、最大で 1 0 0 μm 又は最大で 1 5 0 μm の平均最大細孔径を有する、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 6 6 】

態様 A 2 0 は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 A 1 9 の濾材である。

【 0 2 6 7 】

態様 A 2 1 は、支持層が少なくとも 5 μm 、少なくとも 1 0 μm 、少なくとも 1 5 μm 、少なくとも 2 0 μm 、少なくとも 2 5 μm 、少なくとも 3 0 μm 、少なくとも 3 5 μm 、少なくとも 4 0 μm 又は少なくとも 5 0 μm の平均最小細孔径を有する、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

10

【 0 2 6 8 】

態様 A 2 2 は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 A 2 1 の濾材である。

【 0 2 6 9 】

態様 A 2 3 は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で 3 0 %より多く変動しないか、2 5 %より多く変動しないか又は 1 5 %より多く変動しない、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 7 0 】

20

態様 A 2 4 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で 1 4 μm 、最大で 1 5 μm 若しくは最大で 2 0 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも 0 . 1 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 7 1 】

態様 A 2 5 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で 1 1 μm 、最大で 9 μm 若しくは最大で 6 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも 0 . 1 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 7 2 】

30

態様 A 2 6 は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 A 2 4 又は A 2 5 の濾材である。

【 0 2 7 3 】

態様 A 2 7 は、太い細繊維が、細い細繊維よりも少なくとも 0 . 2 μm 、少なくとも 0 . 3 μm 又は少なくとも 0 . 4 μm 大きい直径を有する、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 7 4 】

態様 A 2 8 は、第 1 の細繊維層が少なくとも 2 μm 、少なくとも 3 μm 、少なくとも 4 μm 若しくは少なくとも 5 μm の厚さを有するか、又は第 1 の細繊維層が最大で 5 μm 、最大で 1 0 μm 、最大で 3 0 μm 若しくは最大で 5 0 μm の厚さを有するか、或いは両方である、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

40

【 0 2 7 5 】

態様 A 2 9 は、細繊維層の厚さが走査電子顕微鏡検査法 (S E M) を使用して決定される、態様 A 2 8 の濾材である。

【 0 2 7 6 】

態様 A 3 0 は、支持層がスパンボンド層を含む、上記態様のいずれか 1 つの濾材である。

【 0 2 7 7 】

態様 A 3 1 は、上記態様のいずれか 1 つの濾材を含むフィルタエレメントである。

【 0 2 7 8 】

態様 A 3 2 は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様 A

50

31のフィルタエレメントである。

【0279】

態様A33は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様A32のフィルタエレメントである。

【0280】

少なくとも2つの細繊維層を含む例示的な濾材の態様

態様B1は、支持層、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、及び第2の細繊維層の細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する繊維を含み、細繊維の第2の層は、第1の繊維の層上に堆積される、濾材である。

【0281】

態様B2は、細繊維の第1の層の細繊維が、0.6 μm より大きいか、少なくとも0.7 μm 、少なくとも0.8 μm 、少なくとも0.8 μm 、少なくとも1 μm 若しくは1 μm より大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第1の層の細繊維が最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様B1の濾材である。

【0282】

態様B3は、細繊維の第2の層が混合直径の細繊維を含む、態様1又は2の濾材である。

【0283】

態様B4は、細繊維の第2の層が太い細繊維及び細い細繊維を含み、太い細繊維が細繊維の第2の層の細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有する、態様B3の濾材である。

【0284】

態様B5は、細繊維の第2の層が太い細繊維及び細い細繊維を含み、太い細繊維が少なくとも1 μm 若しくは1 μm より大きい平均直径を有するか、又は太い細繊維が最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有するか、或いは両方であり、及び細い細繊維が少なくとも0.2 μm の平均直径を有するか、又は細い細繊維が最大で0.6 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様B3又はB4の濾材である。

【0285】

態様B6は、太い細繊維が1 μm より大きい平均直径を有する、態様B4又はB5の濾材である。

【0286】

態様B7は、細繊維の第2の層が最大で10%の太い細繊維又は最大で20%の太い細繊維を含む、態様B4～B6のいずれか1つの濾材である。

【0287】

態様B8は、細繊維の第2の層が少なくとも3%及び最大で9%の太い細繊維、少なくとも5%及び最大で7%の太い細繊維又は少なくとも4%及び最大で8%の太い細繊維を含む、態様B4～B7のいずれか1つの濾材である。

【0288】

態様B9は、細繊維の第2の層が表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含む、態様B4～B6のいずれか1つの濾材である。

【0289】

態様B10は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様B7～B9のいずれか1つの濾材である。

【0290】

10

20

30

40

50

態様 B 1 1 は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノ－CT を使用して決定される、態様 B 7 ～ B 9 のいずれか 1 つの濾材である。

【0291】

態様 B 1 2 は、細繊維の第 2 の層が層状繊維構造を含む、態様 B 3 ～ B 1 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0292】

態様 B 1 3 は、細繊維の第 2 の層が表 1 A ～ 表 1 C のセット A 5、セット B、セット D 5、セット E、セット I 5 又はセット J の 1 つ又は複数の層状繊維構造を含む、態様 B 1 2 の濾材である。

【0293】

態様 B 1 4 は、細繊維の第 2 の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、細繊維の第 2 の層内で、細い細繊維が太い細繊維の第 1 の副層上に堆積し、及び太い細繊維の第 2 の副層が細い細繊維上に堆積する、態様 B 1 2 の濾材である。

【0294】

態様 B 1 5 は、細繊維の第 2 の層が混合繊維構造を含む、態様 B 3 ～ B 1 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0295】

態様 B 1 6 は、細繊維の第 2 の層が表 1 A ～ 表 1 C のセット A 6、セット D、セット D 6、セット I 又はセット L の 1 つ又は複数の混合繊維構造を含む、態様 B 1 5 の濾材である。

【0296】

態様 B 1 7 は、細繊維の第 2 の層が細い細繊維の層、次いで混合された細い細繊維及び太い細繊維の層並びに太い細繊維の層を含む、態様 B 3 ～ B 1 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0297】

態様 B 1 8 は、細繊維が油圧流体、燃料又は潤滑剤の少なくとも 1 つに適合する、態様 B 1 ～ B 1 7 のいずれか 1 つの濾材である。

【0298】

態様 B 1 9 は、支持層がナイロンを含む、態様 B 1 ～ B 1 8 のいずれか 1 つの濾材である。

【0299】

態様 B 2 0 は、支持層が少なくとも $5\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $10\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $20\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $25\ \mu\text{m}$ 及び最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $15\ \mu\text{m}$ 、最大で $20\ \mu\text{m}$ 、最大で $25\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 、最大で $35\ \mu\text{m}$ 、最大で $40\ \mu\text{m}$ 、最大で $50\ \mu\text{m}$ 、最大で $60\ \mu\text{m}$ 、最大で $70\ \mu\text{m}$ 、最大で $80\ \mu\text{m}$ 又は最大で $90\ \mu\text{m}$ の平均中間流動細孔径を有する、態様 B 1 ～ B 1 9 のいずれか 1 つの濾材である。

【0300】

態様 B 2 1 は、平均中間流動細孔径がキャピラリーフローポロメトリーによって決定される、態様 B 2 0 の濾材である。

【0301】

態様 B 2 2 は、支持層が最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $15\ \mu\text{m}$ 、最大で $20\ \mu\text{m}$ 、最大で $25\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 、最大で $35\ \mu\text{m}$ 、最大で $40\ \mu\text{m}$ 、最大で $50\ \mu\text{m}$ 、最大で $60\ \mu\text{m}$ 、最大で $70\ \mu\text{m}$ 、最大で $80\ \mu\text{m}$ 、最大で $90\ \mu\text{m}$ 、最大で $100\ \mu\text{m}$ 又は最大で $150\ \mu\text{m}$ の平均最大細孔径を有する、態様 B 1 ～ B 2 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0302】

態様 B 2 3 は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーによって決定される、態様 B 2 2 の濾材である。

【0303】

態様 B 2 4 は、支持層が少なくとも $5\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $10\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $20\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $25\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $30\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $35\ \mu\text{m}$

10

20

30

40

50

、少なくとも $40\text{ }\mu\text{m}$ 又は少なくとも $50\text{ }\mu\text{m}$ の平均最小細孔径を有する、態様 B 1 ～ B 2 3 のいずれか 1 つの濾材である。

【0304】

態様 B 2 5 は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 B 2 4 の濾材である。

【0305】

態様 B 2 6 は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で 30 % より多く変動しないか、25 % より多く変動しないか又は 15 % より多く変動しない、態様 B 1 ～ B 2 5 のいずれか 1 つの濾材である。

【0306】

態様 B 2 7 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で $14\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $15\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは最大で $20\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも $0.1\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、態様 B 1 ～ B 2 6 のいずれか 1 つの濾材である。

【0307】

態様 B 2 8 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で $11\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $9\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは最大で $6\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも $0.1\text{ }\mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、態様 B 1 ～ B 2 7 のいずれか 1 つの濾材である。

【0308】

態様 B 2 9 は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 B 2 7 又は B 2 8 の濾材である。

【0309】

態様 B 3 0 は、細繊維の第 1 の層が、第 2 の細繊維層の細繊維の繊維直径よりも少なくとも $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\text{ }\mu\text{m}$ 大きい直径を有する細繊維を含む、態様 B 1 ～ B 2 9 のいずれか 1 つの濾材である。

【0310】

態様 B 3 1 は、第 1 の細繊維層が少なくとも $2\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $3\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $4\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $5\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有するか、又は第 1 の細繊維層が最大で $5\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $10\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $30\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは最大で $50\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有するか、或いは両方である、態様 B 1 ～ B 3 0 のいずれか 1 つの濾材である。

【0311】

態様 B 3 2 は、第 2 の細繊維層が少なくとも $2\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $3\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $4\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $5\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有するか、又は第 2 の細繊維層が最大で $5\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $10\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $30\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $40\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは最大で $45\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有するか、或いは両方である、態様 B 1 ～ B 3 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0312】

態様 B 3 3 は、第 1 の細繊維層又は第 2 の細繊維層又は両方の厚さが走査電子顕微鏡検査法 (SEM) を使用して決定される、態様 B 3 1 ～ B 3 2 の濾材である。

【0313】

態様 B 3 4 は、支持層がスパンボンド層を含む、態様 B 1 ～ B 3 3 のいずれか 1 つの濾材である。

【0314】

態様 B 3 5 は、態様 B 1 ～ B 3 4 のいずれか 1 つの濾材を含むフィルタエレメントである。

【0315】

態様 B 3 6 は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様 B 3 5 のフィルタエレメントである。

【0316】

態様 B 3 7 は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様 B 3 6 のフィルタエレ

10

20

30

40

50

メントである。

【0317】

例示的な層状濾材の態様

態様C1は、支持層、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細繊維の第2の層が第1の繊維の層上に堆積され、及びさらに細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有し、細い細繊維が細繊維の第1の層上に堆積され、及び太い細繊維が細い細繊維上に堆積され、細繊維の第1の層が、細繊維の第2の層の細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含む、濾材である。

10

【0318】

態様C2は、細繊維の第2の層の太い細繊維が細繊維の第2の層の細繊維の最大で10%を含む、態様C1の濾材である。

【0319】

態様C3は、細繊維の第2の層の太い細繊維が細繊維の第2の層の細繊維の少なくとも5%及び最大で7%を含む、態様C1又はC2の濾材である。

【0320】

態様C4は、細繊維の第2の層が表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの1つ又は複数の層状繊維構造を含む、態様C1の濾材である。

20

【0321】

態様C5は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様C2～C4のいずれか1つの濾材である。

【0322】

態様C6は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノCTを使用して決定される、態様C2～C4のいずれか1つの濾材である。

【0323】

態様C7は、細繊維の第2の層の太い細繊維が少なくとも1 μ m若しくは1 μ mより大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第2の層の太い細繊維が最大で1.1 μ m、最大で1.2 μ m、最大で1.3 μ m、最大で1.4 μ m、最大で1.5 μ m、最大で2 μ m、最大で3 μ m、最大で4 μ m、最大で5 μ m若しくは最大で10 μ mの平均直径を有するか、或いは両方である、態様C1～C6のいずれか1つの濾材である。

30

【0324】

態様C8は、細繊維の第1の層が、少なくとも0.6 μ m、少なくとも0.7 μ m、少なくとも0.8 μ m若しくは少なくとも0.9 μ m、少なくとも1 μ m又は1 μ mより大きい平均直径を有する細繊維を含むか、又は細繊維の第1の層が最大で1.1 μ m、最大で1.2 μ m、最大で1.3 μ m、最大で1.4 μ m、最大で1.5 μ m、最大で2 μ m、最大で3 μ m、最大で4 μ m、最大で5 μ m若しくは最大で10 μ mの平均直径を有する細繊維を含むか、或いは両方である、態様C1～C7のいずれか1つの濾材である。

【0325】

態様C9は、細繊維の第2の層の細い細繊維が少なくとも0.2 μ mの平均直径を有するか、又は細繊維の第2の層の細い細繊維が最大で0.6 μ mの平均直径を有するか、或いは両方である、態様C1～C8のいずれか1つの濾材である。

40

【0326】

態様C10は、支持層がナイロンを含む、態様C1～C9のいずれか1つの濾材である。

【0327】

態様C11は、支持層が少なくとも5 μ m、少なくとも10 μ m、少なくとも15 μ m、少なくとも20 μ m又は少なくとも25 μ m及び最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m又は最大で90 μ mの

50

平均中間流動細孔径を有する、態様C 1～C 10のいずれか1つの濾材である。

【0328】

態様C 12は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様C 11の濾材である。

【0329】

態様C 13は、支持層が最大で10 μm 、最大で15 μm 、最大で20 μm 、最大で25 μm 、最大で30 μm 、最大で35 μm 、最大で40 μm 、最大で50 μm 、最大で60 μm 、最大で70 μm 、最大で80 μm 、最大で90 μm 、最大で100 μm 又は最大で150 μm の平均最大細孔径を有する、態様C 1～C 12のいずれか1つの濾材である。

【0330】

態様C 14は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様C 13の濾材である。

【0331】

態様C 15は、支持層が少なくとも5 μm 、少なくとも10 μm 、少なくとも15 μm 、少なくとも20 μm 、少なくとも25 μm 、少なくとも30 μm 、少なくとも35 μm 、少なくとも40 μm 又は少なくとも50 μm の平均最小細孔径を有する、態様C 1～C 14のいずれか1つの濾材である。

【0332】

態様C 16は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様C 15の濾材である。

【0333】

態様C 17は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で30%より多く変動しないか、25%より多く変動しないか又は15%より多く変動しない、態様C 1～C 16のいずれか1つの濾材である。

【0334】

態様C 18は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で14 μm 、最大で15 μm 若しくは最大で20 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも0.1 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、態様C 1～C 17のいずれか1つの濾材である。

【0335】

態様C 19は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で11 μm 、最大で9 μm 若しくは最大で6 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも0.1 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、態様C 1～C 18のいずれか1つの濾材である。

【0336】

態様C 20は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様C 18又はC 19の濾材である。

【0337】

態様C 21は、太い細繊維が、細い細繊維よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有する、態様C 1～C 20のいずれか1つの濾材である。

【0338】

態様C 22は、第1の細繊維層が少なくとも2 μm 、少なくとも3 μm 、少なくとも4 μm 若しくは少なくとも5 μm の厚さを有するか、又は第1の細繊維層が最大で5 μm 、最大で10 μm 、最大で30 μm 若しくは最大で50 μm の厚さを有するか、或いは両方である、態様C 1～C 21のいずれか1つの濾材である。

【0339】

態様C 23は、第2の細繊維層が少なくとも2 μm 、少なくとも3 μm 、少なくとも4 μm 若しくは少なくとも5 μm の厚さを有するか、又は第2の細繊維層が最大で5 μm 、最大で10 μm 、最大で30 μm 、最大で40 μm 若しくは最大で45 μm の厚さを有す

10

20

30

40

50

るか、或いは両方である、態様 C 1 ～ C 2 2 のいずれか 1 つの濾材である。

【0340】

態様 C 2 4 は、第 1 の細繊維層又は第 2 の細繊維層又は両方の厚さが走査電子顕微鏡検査法 (SEM) を使用して決定される、態様 C 2 2 又は C 2 3 の濾材である。

【0341】

態様 C 2 5 は、支持層がスパンボンド層を含む、態様 C 1 ～ C 2 4 のいずれか 1 つの濾材である。

【0342】

態様 C 2 6 は、態様 C 1 ～ C 2 5 のいずれか 1 つの濾材を含むフィルタエレメントである。

【0343】

態様 C 2 7 は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様 C 2 6 のフィルタエレメントである。

【0344】

態様 C 2 8 は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様 C 2 7 のフィルタエレメントである。

【0345】

例示的な混合濾材の態様

態様 D 1 は、支持層、細繊維の第 1 の層及び細繊維の第 2 の層を含む濾材であって、細繊維の第 1 の層が支持層上に堆積され、細繊維の第 2 の層が第 1 の繊維の層上に堆積され、及びさらに細繊維の第 2 の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも 3 倍の平均直径を有し、且つ細い細繊維が太い細繊維と混合され、及び細繊維の第 1 の層が、細繊維の第 2 の層の細い細繊維の平均繊維直径の少なくとも 3 倍の平均直径を有する細繊維を含む、濾材である。

【0346】

態様 D 2 は、細繊維の第 2 の層の太い細繊維が細繊維の第 2 の層の細繊維の最大で 10 % を含む、態様 D 1 の濾材である。

【0347】

態様 D 3 は、細繊維の第 2 の層の太い細繊維が細繊維の第 2 の層の細繊維の少なくとも 3 % 及び最大で 9 %、少なくとも 5 % 及び最大で 7 % 又は少なくとも 4 % 及び最大で 8 % を含む、態様 D 1 又は D 2 の濾材である。

【0348】

態様 D 4 は、細繊維の第 2 の層が表 1 A ～ 表 1 C のセット A 6、セット D、セット D 6、セット I 又はセット L の 1 つ又は複数の混合繊維構造を含む、態様 D 1 の濾材である。

【0349】

態様 D 5 は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様 D 2 ～ D 4 のいずれか 1 つの濾材である。

【0350】

態様 D 6 は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノ CT を使用して決定される、態様 D 2 ～ D 4 のいずれか 1 つの濾材である。

【0351】

態様 D 7 は、細繊維の第 2 の層の太い細繊維が少なくとも $1\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは $1\text{ }\mu\text{m}$ より大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第 2 の層の太い細繊維が最大で $1.1\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $1.2\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $1.3\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $1.4\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $1.5\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $2\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $3\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $4\text{ }\mu\text{m}$ 、最大で $5\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは最大で $10\text{ }\mu\text{m}$ の平均直径を有するか、或いは両方である、態様 D 1 ～ D 6 のいずれか 1 つの濾材である。

【0352】

態様 D 8 は、細繊維の第 1 の層が、少なくとも $0.6\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $0.9\text{ }\mu\text{m}$ 、少なくとも $1\text{ }\mu\text{m}$ 若しくは $1\text{ }\mu\text{m}$ より大きい平均直径を有する細い細繊維を含むか、又は細繊維の第 1 の層が最大で $1.1\text{ }\mu\text{m}$

10

20

30

40

50

m、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有する細繊維を含むか、或いは両方である、態様D1～D7のいずれか1つの濾材である。

【0353】

態様D9は、細繊維の第2の層の細い細繊維が少なくとも0.2 μm の平均直径を有するか、又は細繊維の第2の層の細い細繊維が最大で0.3 μm 、最大で0.4 μm 、最大で0.5 μm 若しくは最大で0.6 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様D1～D8のいずれか1つの濾材である。

【0354】

態様D10は、支持層がナイロンを含む、態様D1～D9のいずれか1つの濾材である。

【0355】

態様D11は、支持層が少なくとも5 μm 、少なくとも10 μm 、少なくとも15 μm 、少なくとも20 μm 又は少なくとも25 μm 及び最大で10 μm 、最大で15 μm 、最大で20 μm 、最大で25 μm 、最大で30 μm 、最大で35 μm 、最大で40 μm 、最大で50 μm 、最大で60 μm 、最大で70 μm 、最大で80 μm 又は最大で90 μm の平均中間流動細孔径を有する、態様D1～D10のいずれか1つの濾材である。

【0356】

態様D12は、平均中間流動細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様D11の濾材である。

【0357】

態様D13は、支持層が最大で10 μm 、最大で15 μm 、最大で20 μm 、最大で25 μm 、最大で30 μm 、最大で35 μm 、最大で40 μm 、最大で50 μm 、最大で60 μm 、最大で70 μm 、最大で80 μm 、最大で90 μm 、最大で100 μm 又は最大で150 μm の平均最大細孔径を有する、態様D1～D12のいずれか1つの濾材である。

【0358】

態様D14は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様D13の濾材である。

【0359】

態様D15は、支持層が少なくとも5 μm 、少なくとも10 μm 、少なくとも15 μm 、少なくとも20 μm 、少なくとも25 μm 、少なくとも30 μm 、少なくとも35 μm 、少なくとも40 μm 又は少なくとも50 μm の平均最小細孔径を有する、態様D1～D14のいずれか1つの濾材である。

【0360】

態様D16は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様D15の濾材である。

【0361】

態様D17は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で30%より多く変動しないか、25%より多く変動しないか又は15%より多く変動しない、態様D1～D16のいずれか1つの濾材である。

【0362】

態様D18は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で14 μm 、最大で15 μm 若しくは最大で20 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも0.1 μm の複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、態様D1～D17のいずれか1つの濾材である。

【0363】

態様D19は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で11 μm 、最大で9 μm 若しくは最大で6 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも0.1 μm の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、態様D1～D18のいずれか1つの濾材である。

10

20

30

40

50

【0364】

態様D20は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様D18又はD19の濾材である。

【0365】

態様D21は、細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が、細い細繊維よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有する、態様D1～D20のいずれか1つの濾材である。

【0366】

態様D22は、細繊維の第1の層が、第2の細繊維層の細繊維の繊維直径よりも少なくとも0.2 μm 、少なくとも0.3 μm 又は少なくとも0.4 μm 大きい直径を有する細繊維を含む、態様D1～D21のいずれか1つの濾材である。

10

【0367】

態様D23は、第1の細繊維層が少なくとも2 μm 、少なくとも3 μm 、少なくとも4 μm 若しくは少なくとも5 μm の厚さを有するか、又は第1の細繊維層が最大で5 μm 、最大で10 μm 、最大で30 μm 若しくは最大で50 μm の厚さを有するか、或いは両方である、態様D1～D22のいずれか1つの濾材である。

【0368】

態様D24は、第2の細繊維層が少なくとも2 μm 、少なくとも3 μm 、少なくとも4 μm 若しくは少なくとも5 μm の厚さを有するか、又は第2の細繊維層が最大で5 μm 、最大で10 μm 、最大で30 μm 、最大で40 μm 若しくは最大で45 μm の厚さを有するか、或いは両方である、態様D1～D23のいずれか1つの濾材である。

20

【0369】

態様D25は、第1の細繊維層又は第2の細繊維層又は両方の厚さが走査電子顕微鏡検査法（SEM）を使用して決定される、態様D23又はD24の濾材である。

【0370】

態様D26は、支持層がスパンボンド層を含む、態様D1～D25のいずれか1つの濾材である。

【0371】

態様D27は、態様D1～D26のいずれか1つの濾材を含むフィルタエレメントである。

30

【0372】

態様D28は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様D27のフィルタエレメントである。

【0373】

態様D29は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様D28のフィルタエレメントである。

【0374】

少なくとも1つの細繊維層を含むプロセス態様による例示的な生成物

態様E1は、支持層及び細繊維の第1の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有し、且つ細繊維の少なくともいくつか、繊維形成ポリマーを提供することと；繊維形成ポリマーと反応性であるポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせ、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される、濾材である。

40

【0375】

態様E2は、支持層及び細繊維の第1の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有し、且つ細繊維の少なくともいくつか、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋することができないポリマーである非反応性ポリマーを含む繊維形成ポリマーを提供することと；自己架橋することができる1つ又は複数の

50

反応性基を含むポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせて、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される、濾材である。

【0376】

態様E3は、支持層及び細繊維の第1の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細い細繊維及び太い細繊維を含み、太い細繊維が細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有し、且つ細繊維の少なくともいくつか、少なくとも1つの繊維形成ポリマーを提供することと；互いと反応性であり、且つ任意選択的に繊維形成ポリマーと反応性である少なくとも2つの反応性添加剤を提供することと；複数の細繊維を形成するために有効な条件下において、少なくとも1つの繊維形成ポリマー及び少なくとも2つの反応性添加剤を組み合わせることを含む方法によって調製される、濾材である。

10

【0377】

態様E4は、細繊維の第1の層の太い細繊維が少なくとも1 μ m若しくは1 μ mより大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第1の層の太い細繊維が最大で1.1 μ m、最大で1.2 μ m、最大で1.3 μ m、最大で1.4 μ m、最大で1.5 μ m、最大で2 μ m、最大で3 μ m、最大で4 μ m、最大で5 μ m若しくは最大で10 μ mの平均直径を有するか、或いは両方である、態様E1～E3のいずれか1つの濾材である。

【0378】

態様E5は、細繊維の第1の層が細い細繊維を含み、細い細繊維が少なくとも0.2 μ mの平均直径を有するか、又は細い細繊維が最大で0.3 μ m、最大で0.4 μ m、最大で0.5 μ m若しくは最大で0.6 μ mの平均直径を有するか、或いは両方である、態様E1～E4のいずれか1つの濾材である。

20

【0379】

態様E6は、細繊維の第1の層が最大で10%の太い細繊維又は最大で20%の太い細繊維を含む、態様E1～E5のいずれか1つの濾材である。

【0380】

態様E7は、細繊維の第1の層が少なくとも3%及び最大で9%の太い細繊維、少なくとも5%及び最大で7%の太い細繊維又は少なくとも4%及び最大で8%の太い細繊維を含む、態様E1～E6のいずれか1つの濾材である。

30

【0381】

態様E8は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含む、態様E1～E7のいずれか1つの濾材である。

【0382】

態様E9は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様E6～E8のいずれか1つの濾材である。

【0383】

態様E10は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノCTを使用して決定される、態様E6～E8のいずれか1つの濾材である。

40

【0384】

態様E11は、細繊維の第1の層が層状繊維構造を含む、態様E1～E10のいずれか1つの濾材である。

【0385】

態様E12は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの1つ又は複数の層状繊維構造を含む、態様E11の濾材である。

【0386】

態様E13は、細繊維の第1の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、細繊維の第1の

50

層内で、細い細繊維が細繊維の第1の副層上に堆積し、及び太い細繊維の第2の副層が細い細繊維上に堆積する、態様E11の濾材である。

【0387】

態様E14は、細繊維の第1の層が混合繊維構造を含む、態様E1～E10のいずれか1つの濾材である。

【0388】

態様E15は、細繊維の第1の層が表1A～表1CのセットA6、セットD、セットD6、セットI又はセットLの1つ又は複数の混合繊維構造を含む、態様E14の濾材である。

【0389】

態様E16は、細繊維が油圧流体、燃料又は潤滑剤の少なくとも1つに適合する、態様E1～E15のいずれか1つの濾材である。

【0390】

態様E17は、支持層がナイロンを含む、態様E1～E16のいずれか1つの濾材である。

【0391】

態様E18は、支持層が少なくとも5 μ m、少なくとも10 μ m、少なくとも15 μ m、少なくとも20 μ m又は少なくとも25 μ m及び最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m又は最大で90 μ mの平均中間流動細孔径を有する、態様E1～E17のいずれか1つの濾材である。

【0392】

態様E19は、平均中間流動細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様E18の濾材である。

【0393】

態様E20は、支持層が最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m、最大で90 μ m、最大で100 μ m又は最大で150 μ mの平均最大細孔径を有する、態様E1～E19のいずれか1つの濾材である。

【0394】

態様E21は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様E20の濾材である。

【0395】

態様E22は、支持層が少なくとも5 μ m、少なくとも10 μ m、少なくとも15 μ m、少なくとも20 μ m、少なくとも25 μ m、少なくとも30 μ m、少なくとも35 μ m、少なくとも40 μ m又は少なくとも50 μ mの平均最小細孔径を有する、態様E1～E21のいずれか1つの濾材である。

【0396】

態様E23は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様E22の濾材である。

【0397】

態様E24は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で30%より多く変動しないか、25%より多く変動しないか又は15%より多く変動しない、態様E1～E23のいずれか1つの濾材である。

【0398】

態様E25は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で14 μ m、最大で15 μ m若しくは最大で20 μ mの複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも0.1 μ mの複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、態様E1～E24のいずれか1つの濾材である。

【0399】

10

20

30

40

50

態様 E 2 6 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で $11\ \mu\text{m}$ 、最大で $9\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $6\ \mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも $0.1\ \mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、態様 E 1 ～ E 2 5 のいずれか 1 つの濾材である。

【0400】

態様 E 2 7 は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 E 2 5 又は E 2 6 の濾材である。

【0401】

態様 E 2 8 は、太い細繊維が、細い細繊維よりも少なくとも $0.2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\ \mu\text{m}$ 大きい直径を有する、態様 E 1 ～ E 2 7 のいずれか 1 つの濾材である。

10

【0402】

態様 E 2 9 は、第 1 の細繊維層が少なくとも $2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $3\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $4\ \mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $5\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、又は第 1 の細繊維層が最大で $5\ \mu\text{m}$ 、最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $50\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、或いは両方である、態様 E 1 ～ E 2 8 のいずれか 1 つの濾材である。

【0403】

態様 E 3 0 は、第 1 の細繊維層の厚さが走査電子顕微鏡検査法 (SEM) を使用して決定される、態様 E 2 9 の濾材である。

【0404】

20

態様 E 3 1 は、支持層がスパンボンド層を含む、態様 E 1 ～ E 3 0 のいずれか 1 つの濾材である。

【0405】

態様 E 3 2 は、第 2 の細繊維層をさらに含む、態様 E 1 ～ E 3 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0406】

態様 E 3 3 は、態様 E 1 ～ E 3 2 のいずれか 1 つの濾材を含むフィルタエレメントである。

【0407】

態様 E 3 4 は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様 E 3 3 のフィルタエレメントである。

30

【0408】

態様 E 3 5 は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様 E 3 4 のフィルタエレメントである。

【0409】

少なくとも 2 つの細繊維層を含むプロセス態様による例示的な生成物

態様 F 1 は、支持層、細繊維の第 1 の層及び細繊維の第 2 の層を含む濾材であって、細繊維の第 1 の層が支持層上に堆積され、細繊維の第 2 の層の細い細繊維の平均直径の少なくとも 3 倍の平均直径を有する太い細繊維を含み、細繊維の第 2 の層が第 1 の繊維の層上に堆積され、且つ細繊維の少なくともいくつかは、繊維形成ポリマーを提供することと；繊維形成ポリマーと反応性であるポリマー反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせて、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される、濾材である。

40

【0410】

態様 F 2 は、支持層、細繊維の第 1 の層及び細繊維の第 2 の層を含む濾材であって、細繊維の第 1 の層が支持層上に堆積され、細繊維の第 2 の層の細い細繊維の平均直径の少なくとも 3 倍の平均直径を有する太い細繊維を含み、細繊維の第 2 の層が第 1 の繊維の層上に堆積され、且つ細繊維の少なくともいくつかは、ポリマー非反応性樹脂性アルデヒド組成物と架橋することができないポリマーである非反応性ポリマーを含む繊維形成ポリマーを提供することと；自己架橋することができる 1 つ又は複数の反応性基を含むポリマー非

50

反応性樹脂性アルデヒド組成物を提供することと；繊維形成ポリマー及び反応性樹脂性アルデヒド組成物を組み合わせて、複数の細繊維を形成することを含む方法によって調製される、濾材である。

【0411】

態様F3は、支持層、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含む濾材であって、細繊維の第1の層が支持層上に堆積され、細繊維の第2の層の細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維を含み、細繊維の第2の層が第1の繊維の層上に堆積され、且つ細繊維の少なくともいくつか、少なくとも1つの繊維形成ポリマーを提供することと；互いと反応性であり、且つ任意選択的に繊維形成ポリマーと反応性である少なくとも2つの反応性添加剤を提供することと；複数の細繊維を形成するために有効な条件下において、少なくとも1つの繊維形成ポリマー及び少なくとも2つの反応性添加剤を組み合わせることを含む方法によって調製される、濾材である。

10

【0412】

態様F4は、細繊維の第1の層の細繊維が、0.6 μm より大きいか、少なくとも0.7 μm 、少なくとも0.8 μm 、少なくとも0.8 μm 、少なくとも1 μm 若しくは1 μm より大きい平均直径を有するか、又は細繊維の第1の層の細繊維が最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様F1～F3のいずれか1つの濾材である。

20

【0413】

態様F5は、細繊維の第2の層が混合直径の細繊維を含む、態様F1～F4のいずれか1つの濾材である。

【0414】

態様F6は、細繊維の第2の層が、細い細繊維の平均直径の少なくとも3倍の平均直径を有する太い細繊維を含む、態様F5の濾材である。

【0415】

態様F7は、細繊維の第2の層が太い細繊維及び細い細繊維を含み、太い細繊維が少なくとも1 μm 若しくは1 μm より大きい平均直径を有するか、又は太い細繊維が最大で1.1 μm 、最大で1.2 μm 、最大で1.3 μm 、最大で1.4 μm 、最大で1.5 μm 、最大で2 μm 、最大で3 μm 、最大で4 μm 、最大で5 μm 若しくは最大で10 μm の平均直径を有するか、或いは両方であり、及び細い細繊維が少なくとも0.2 μm の平均直径を有するか、又は細い細繊維が最大で0.6 μm の平均直径を有するか、或いは両方である、態様F5又はF6の濾材である。

30

【0416】

態様F8は、太い細繊維が1 μm より大きい平均直径を有する、態様F5又はF6の濾材である。

【0417】

態様F9は、細繊維の第2の層が最大で10%の太い細繊維又は最大で20%の太い細繊維を含む、態様F5～F8のいずれか1つの濾材である。

【0418】

態様F10は、細繊維の第2の層が少なくとも3%及び最大で9%の太い細繊維、少なくとも5%及び最大で7%の太い細繊維又は少なくとも4%及び最大で8%の太い細繊維を含む、態様F5～F8のいずれか1つの濾材である。

40

【0419】

態様F11は、細繊維の第2の層が表1A～表1CのセットA5、セットA6、セットB、セットD、セットD5、セットD6、セットE、セットI、セットI5、セットI6、セットJ又はセットLの1つ又は複数の太い細繊維の割合を含む、態様F5～F8のいずれか1つの濾材である。

【0420】

態様F12は、太い細繊維の割合が紡糸時間に基づいて決定される、態様F9～F11

50

のいずれか1つの濾材である。

【0421】

態様F13は、太い細繊維の割合が顕微鏡観察又はナノCTを使用して決定される、態様F9～F11のいずれか1つの濾材である。

【0422】

態様F14は、細繊維の第2の層が層状繊維構造を含む、態様F5～F13のいずれか1つの濾材である。

【0423】

態様F15は、細繊維の第2の層が表1A～表1CのセットA5、セットB、セットD5、セットE、セットI5又はセットJの1つ又は複数の層状繊維構造を含む、態様F14の濾材である。

10

【0424】

態様F16は、細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、細い細繊維が細繊維の第1の層上に堆積され、及び太い細繊維が細い細繊維上に堆積される、態様F14の濾材である。

【0425】

態様F17は、細繊維の第2の層が混合繊維構造を含む、態様F5～F13のいずれか1つの濾材である。

【0426】

態様F18は、細繊維の第2の層が表1A～表1CのセットA6、セットD、セットD6、セットI又はセットLの1つ又は複数の混合繊維構造を含む、態様F17の濾材である。

20

【0427】

態様F19は、細繊維の第2の層が細い細繊維及び太い細繊維を含み、細繊維の第2の層内で、細い細繊維が太い細繊維の第1の副層上に堆積し、及び太い細繊維の第2の副層が細い細繊維上に堆積する、態様F5～F13のいずれか1つの濾材である。

【0428】

態様F20は、細繊維が油圧流体、燃料又は潤滑剤の少なくとも1つに適合する、態様F1～F19のいずれか1つの濾材である。

【0429】

態様F21は、支持層がナイロンを含む、態様F1～F20のいずれか1つの濾材である。

30

【0430】

態様F22は、支持層が少なくとも5 μ m、少なくとも10 μ m、少なくとも15 μ m、少なくとも20 μ m又は少なくとも25 μ m及び最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m又は最大で90 μ mの平均中間流動細孔径を有する、態様F1～F21のいずれか1つの濾材である。

【0431】

態様F23は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様F22の濾材である。

40

【0432】

態様F24は、支持層が最大で10 μ m、最大で15 μ m、最大で20 μ m、最大で25 μ m、最大で30 μ m、最大で35 μ m、最大で40 μ m、最大で50 μ m、最大で60 μ m、最大で70 μ m、最大で80 μ m、最大で90 μ m、最大で100 μ m又は最大で150 μ mの平均最大細孔径を有する、態様F1～F23のいずれか1つの濾材である。

【0433】

態様F25は、平均最大細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様F24の濾材である。

【0434】

50

態様 F 2 6 は、支持層が少なくとも $5\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $10\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $20\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $25\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $30\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $35\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $40\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $50\ \mu\text{m}$ の平均最小細孔径を有する、態様 F 1 ～ F 2 5 のいずれか 1 つの濾材である。

【0435】

態様 F 2 7 は、平均最小細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 F 2 5 の濾材である。

【0436】

態様 F 2 8 は、支持層が平均中間流動細孔径を有し、支持層の平均中間流動細孔径が、媒体の長さ及び幅全体で 30 % より多く変動しないか、25 % より多く変動しないか又は 15 % より多く変動しない、態様 F 1 ～ F 2 7 のいずれか 1 つの濾材である。

10

【0437】

態様 F 2 9 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で $14\ \mu\text{m}$ 、最大で $15\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $20\ \mu\text{m}$ の複合材平均最大細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも $0.1\ \mu\text{m}$ の複合材平均最大細孔径を有するか、或いは両方である、態様 F 1 ～ F 2 8 のいずれか 1 つの濾材である。

【0438】

態様 F 3 0 は、濾材が、支持層及び細繊維層を含む複合材を含み、濾材が最大で $11\ \mu\text{m}$ 、最大で $9\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $6\ \mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、又は濾材が少なくとも $0.1\ \mu\text{m}$ の複合材平均中間流動細孔径を有するか、或いは両方である、態様 F 1 ～ F 2 9 のいずれか 1 つの濾材である。

20

【0439】

態様 F 3 1 は、複合材細孔径がキャピラリーフローポロメトリーを使用して決定される、態様 F 2 9 又は F 3 0 の濾材である。

【0440】

態様 F 3 2 は、細繊維の第 1 の層が、第 2 の細繊維層の細繊維の繊維直径よりも少なくとも $0.2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $0.3\ \mu\text{m}$ 又は少なくとも $0.4\ \mu\text{m}$ 大きい直径を有する細繊維を含む、態様 F 1 ～ F 3 1 のいずれか 1 つの濾材である。

【0441】

態様 F 3 3 は、第 1 の細繊維層が少なくとも $2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $3\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $4\ \mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $5\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、又は第 1 の細繊維層が最大で $5\ \mu\text{m}$ 、最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $50\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、或いは両方である、態様 F 1 ～ F 3 2 のいずれか 1 つの濾材である。

30

【0442】

態様 F 3 4 は、第 2 の細繊維層が少なくとも $2\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $3\ \mu\text{m}$ 、少なくとも $4\ \mu\text{m}$ 若しくは少なくとも $5\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、又は第 2 の細繊維層が最大で $5\ \mu\text{m}$ 、最大で $10\ \mu\text{m}$ 、最大で $30\ \mu\text{m}$ 、最大で $40\ \mu\text{m}$ 若しくは最大で $45\ \mu\text{m}$ の厚さを有するか、或いは両方である、態様 F 1 ～ F 3 3 のいずれか 1 つの濾材である。

【0443】

態様 F 3 5 は、第 1 の細繊維層又は第 2 の細繊維層又は両方の厚さが走査電子顕微鏡検査法 (SEM) を使用して決定される、態様 F 3 3 又は F 3 4 の濾材である。

40

【0444】

態様 F 3 6 は、支持層がスパンボンド層を含む、態様 F 1 ～ F 3 5 のいずれか 1 つの濾材である。

【0445】

態様 F 3 7 は、態様 F 1 ～ F 3 6 のいずれか 1 つの濾材を含むフィルタエレメントである。

【0446】

態様 F 3 8 は、フィルタエレメントが効率層を含み、及び効率層が濾材を含む、態様 F 3 7 のフィルタエレメントである。

50

【0447】

態様F39は、フィルタエレメントが負荷層をさらに含む、態様F38のフィルタエレメントである。

【0448】

本発明は、以下の実施例によって例示される。特定の例、材料、量及び手順は、本明細書に記載されている本発明の範囲及び趣旨に従って広く解釈されるべきであることを理解されたい。

【実施例】

【0449】

ポリマー溶液の調製

溶液1を調製するために、ナイロンコポリマー樹脂 (Shakespeare Co., Columbia, SCから入手したSVP 651、45%のナイロン-6、20%のナイロン-6, 6及び25%のナイロン-6, 10を含む21, 500~24, 800の数平均分子量を有するターポリマー) をアルコール (エタノール、190プルーフ) に溶解し、60℃に加熱して9%ナイロン固形分溶液を調製した。冷却後、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂 (CYMEL 1133, Cytec Industries of West Paterson, NJ) を溶液に添加して、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂とナイロンとの重量比が20:100重量部になるようにした。メラミン-ホルムアルデヒド樹脂は、架橋剤として機能する。加えて、パラトルエンスルホン酸 (ポリマー固体に基づいて7%) を溶液に加えた。溶液を均一になるまで攪拌した。溶液1を使用して0.25 µmの繊維を作製した。

【0450】

17%ナイロン固形分溶液を使用したことを除いて、溶液1について記載したように溶液2を調製した (同様に、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂とナイロンの重量比は、20:100重量部になった)。溶液2を使用して1 µmの繊維を作製した。

【0451】

溶液1及び2についての 30 ± 5 cP及び 300 ± 5 cPの粘度値を、それぞれBrookfield LV DV-I Prime Viscometer及びFisher Scientific Model 8005温度制御水浴を組み合わせる25℃で測定した。

【0452】

12%ナイロン固形分溶液を使用し、及びメラミン-ホルムアルデヒド樹脂を添加しなかったことを除いて、溶液1について記載したように溶液3を調製した (同様にメラミン-ホルムアルデヒド樹脂とナイロンの重量比は20:100重量部にした)。溶液3は、Brookfield LV DV-I Prime ViscometerとFisher Scientific Model 8005温度制御水浴を組み合わせる25℃で測定すると、 77 ± 5 cPの粘度を有していた。溶液3を使用して0.5 µmの繊維を作製した。

【0453】

溶液4を調製するために、コポリアミド (Grillex D 1523A, EMS-Griltech, Switzerland) をエタノール、ベンジルアルコール及び水の溶媒混合物 (エタノール:ベンジルアルコール:水が16:1:1の重量比) に溶解し、60℃に加熱して21% (w/w) 溶液を調製した。溶液4は、Brookfield LV DV-I Prime Viscometer及びFisher Scientific Model 8005温度制御水浴を組み合わせる25℃で測定すると、 473 ± 10 cPの粘度を有していた。溶液4を使用して1.4 µmの繊維を作製した。

【0454】

ペンダントドロップによる試料の作製

ペンダントドロップ装置、即ちポリマー溶液で満たされたシリンジを使用して試料を作製した。シリンジに取り付けられた針に高電圧を印加し、ポリマー溶液を指定されたポン

10

20

30

40

50

プ速度においてポンプで送り込む。ポリマー溶液の液滴が針から出ると、この液滴は、静電界の影響下でテイラーコーンを形成する。十分に高い電圧でジェットをテイラーコーンから放出させ、このジェットを伸長して細繊維を形成し、コレクターとして機能する回転マンドレルに取り付けられた媒体上に堆積させる。

【0455】

24 kVの電圧、0.075 mL/分のポンプ速度で1つ又は複数のポリマー溶液を供給する1つ又は複数のシリンジから4インチの距離でのエレクトロスピニングにより、繊維を、シリンダー（直径が4インチ、300 rpmで回転）の周りに巻かれた支持層上に形成する。エレクトロスピニング後、形成された細繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0456】

方法1：

同じポンプ速度（0.075 mL/分）及び同じ持続時間（5分）で供給される、2つの異なるシリンジからの2つの異なるエレクトロスピニング前駆体溶液（溶液1及び溶液2）を共紡糸することにより、混合繊維層を、70 g/m²の坪量及び28%の固体性（Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL）を有する厚さ0.2 mmのспанボンドナイロンスクリム上に堆積させた。単一のシリンジからの溶液1又は溶液2を回転させて、それぞれ細い細繊維又は太い細繊維のみを含む層を形成することにより、同じポンプ速度及び持続時間を使用して2つの対照試料を別々に作製した。

【0457】

架橋による構造安定性を向上させるために、すべての試料に合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0458】

方法2：

同じポンプ速度（0.075 mL/分）及び同じ持続時間で供給される、2つの異なるシリンジからの溶液1及び溶液2を共紡糸することにより、一連の混合繊維層を、70 g/m²の坪量、28%の固体性を有する厚さ0.2 mmのспанボンドナイロンスクリム（Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL）上に堆積させた。2本のシリンジから溶液1又は溶液2のいずれかを共紡糸して、それぞれ細い細繊維又は太い細繊維のみを含む層を生成することにより、同じポンプ速度及び持続時間を使用して2つの対照試料を別々に作製した。方法1とは対照的に、（1本のシリンジではなく）2本のシリンジから溶液1又は溶液2のいずれかを共紡糸することにより、対照試料の坪量と、混合繊維層を含む試料の坪量とがより近づいた。

【0459】

すべての試料に対して、架橋による構造安定性を向上させるために合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0460】

方法3：

表1Aの一連のタイミングに従って同じポンプ速度（0.075 mL/分）で交互に供給される、溶液1又は溶液2を含む2本のシリンジの1つから交互に（「パルス」）紡糸することにより、異なる直径の繊維を有する一連の繊維層を、70 g/m²の坪量及び28%の固体性を有する厚さ0.2 mmのспанボンドナイロンスクリム（Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL）上に堆積させた。

【0461】

すべての試料に対して、架橋による構造安定性を向上させるために合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0462】

方法4：

2ステップの手順を使用して、一連の混合繊維構造を、 70 g/m^2 の坪量及び28%の固体性を有する厚さ0.2mmのспанボンドナイロンスクリム(Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL)上に堆積させた。

【0463】

第1のステップでは、溶液2をポンプ速度(0.075 mL/分)で2分間供給することにより、太い細繊維(0.43 g/m^2 の被覆率に相当)をスクリム上に堆積させて次の繊維の下側の支持層として機能させた。

【0464】

第2のステップでは、表1Aの一連のタイミングに従って同じポンプ速度(0.075 mL/分)で交互に供給される、溶液1又は溶液2(それぞれ細い細繊維及び太い細繊維用)を含む2本のシリンジのいずれかから交互に(「パルス」)紡糸することによって混合径の細繊維の層を堆積させた。

10

【0465】

およそ $0.65\sim 0.86\text{ g/m}^2$ の範囲の総坪量を有するすべての試料に対して、架橋による構造安定性を向上させるために合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を 140°C で10分間熱処理した。

【0466】

方法5

2ステップの手順を使用して、細い細繊維成分の寄与によって坪量が異なる一連の構造を、 70 g/m^2 の坪量及び28%の固体性を有する厚さ0.2mmのспанボンドナイロンスクリム(Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL)上に堆積させた。

20

【0467】

第1のステップでは、溶液2をポンプ速度(0.075 mL/分)で2分間供給することにより、太い細繊維(0.43 g/m^2 の被覆率に相当)をスクリム上に堆積させて次の繊維の下側の支持層として機能させた。

【0468】

第2のステップでは、 0.075 mL/分 のポンプ速度で溶液1を供給することにより、細い細繊維の層を堆積させた。細い細繊維の層の坪量は、 0.09 g/m^2 、 0.10 g/m^2 、 0.22 g/m^2 、 0.31 g/m^2 、 0.45 g/m^2 又は 0.56 g/m^2 であり、これらは、それぞれ48秒間、60秒間、120秒間、168秒間、240秒間又は300秒間のエレクトロスピニング時間を使用して達成した。エレクトロスピニング後、形成された繊維を 140°C で10分間熱処理した。

30

【0469】

40

50

【表 1】

表 1A. パルス電界紡糸シーケンス

試料番号	パルス紡糸シーケンス (2 分全期間)	構造及び組成*	坪量 (g/m ²) (太い細繊維支持層を 除く)	坪量 (g/m ²) (全細繊維)	% 固体性**
セット A	2 分 溶液 1 のみ	100% 細い細繊維	0.22	0.65	27
セット A5	102 秒 溶液 1 + 18 秒 溶液 2	層状, 2% 太い細繊維	0.25	0.68	30
セット A6	(51 秒 溶液 1 + 9 秒 溶液 2) x2	混合, 2% 太い細繊維	0.25	0.68	31
セット B	90 秒 溶液 1 + 30 秒 溶液 2	層状, 5% 太い細繊維	0.28	0.71	33
セット D	(30 秒 溶液 1 + 10 秒 溶液 2) x3	混合, 5% 太い細繊維	0.28	0.71	30
セット D5	72 秒 溶液 1 + 48 秒 溶液 2	層状, 7% 太い細繊維	0.31	0.74	32
セット D6	(18 秒 溶液 1 + 12 秒 溶液 2) x4	混合, 7% 太い細繊維	0.31	0.74	30
セット E	1 分 溶液 1 + 1 分 溶液 2	層状, 10% 太い細繊維	0.33	0.76	33
セット I	(10 秒 溶液 1 + 10 秒 溶液 2) x6	混合, 10% 太い細繊維	0.33	0.76	34
セット I5	42 秒 溶液 1 + 78 秒 溶液 2	層状, 16% 太い細繊維	0.36	0.79	34
セット I6	(14 秒 溶液 1 + 26 秒 溶液 2) x3	混合, 16% 太い細繊維	0.36	0.79	32
セット J	30 秒 溶液 1 + 90 秒 溶液 2	層状, 20% 太い細繊維	0.38	0.81	32
セット L	(10 秒 溶液 1 + 30 秒 溶液 2) x3	混合, 20% 太い細繊維	0.38	0.81	33
セット M	2 分 溶液 2 のみ	100% 太い細繊維	0.43	0.86	34

*(繊維数基準の)太い細繊維の割合は、以下の繊維の割合算出セクションに記載の通り、細い(溶液 1)及び太い(溶液 2)細繊維の直径、前駆体紡糸溶液中の固体性%、並びにシリジボンプ供給速度及び紡糸時間から評価された。

** Kirsch-Fuch 方程式から誘導される

【0470】

方法 6

様々なサイズの細繊維を有する複数の層を含む一連の媒体試料を作製した。試料には、太い細繊維のベース層、続いて細い細繊維の層及びその上の太い細繊維の層（太い／細い／太い又は L／S／L）が含まれていた。代わりに、試料には、太い細繊維のベース層、続いて細い細繊維の層、次に細い細繊維と太い細繊維とが混合された層及びその上の太い細繊維の層が含まれていた（太い／細い／混合／太い又は L／S／混合／L）。

【0471】

溶液 2 を 2 分間紡糸することにより、太い細繊維（0.43 g／m² の被覆率に相当）

10

20

30

40

50

をスクリム上に堆積させた。理論に拘束されることを望むものではないが、太い細繊維は、次の繊維層の下側の支持層として機能すると考えられる。次に、溶液 1 を 2 分間回転させることにより、細い細繊維の第 2 の層 (0.22 g/m^2 の被覆率に相当) を堆積させた。含まれる場合、細い細繊維及び太い細繊維の両方を含む中間 (混合) 層を、表 1 A の一連のタイミングに従い、それぞれ細い細繊維及び太い細繊維のための溶液 1 又は溶液 2 を含むシリンジから交互に (「パルス」) 紡糸することによって追加した。最後に、溶液 2 を 2 分間紡糸することにより、太い細繊維の最上層 (0.43 g/m^2 の被覆率に相当) を堆積させた。すべての溶液は、 0.075 mL/分 のポンプ速度で供給した。

【0472】

およそ $1.31 \sim 1.52 \text{ g/m}^2$ の範囲の総坪量を有するすべての試料に対して、架橋による構造安定性を向上させるために合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を 140°C で 10 分間熱処理した。

【0473】

方法 7 :

太い細繊維のベース層及び細い細繊維と太い細繊維との混合層を含む一連の媒体試料も作製した。

【0474】

最初に、 0.075 mL/分 のポンプ速度で溶液 2 を 2 分間紡糸することにより、太い細繊維を含む最初の細繊維層 (0.43 g/m^2 の被覆率に相当) を、 70 g/m^2 の坪量、28% の固体性を有する厚さ 0.2 mm のスパンボンドナイロンスクリム (Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL) 上に堆積させた。次に、同じポンプ速度 (0.075 mL/分) 及び同じ持続時間 (2.5 分又は 4.5 分) で供給される、2 つの異なるシリンジからの 2 つの異なるエレクトロスピニング前駆体溶液 (溶液 1 及び溶液 2) を共紡糸することにより、混合された細い細繊維と太い細繊維とを含む第 2 の細繊維層を堆積させた。

【0475】

すべての試料に対して、架橋による構造安定性を向上させるために合成後処理を行った。エレクトロスピニング後、形成された繊維を 140°C で 10 分間熱処理した。

【0476】

方法 8

最初に、 0.075 mL/分 のポンプ速度で溶液 4 を 2 分間紡糸することにより、太い (直径 $1.4 \mu\text{m}$) 細繊維を含む第 1 の細繊維層 (0.54 g/m^2 の被覆率に相当) を、 70 g/m^2 の坪量、28% の固体性を有する厚さ 0.2 mm のスパンボンドナイロンスクリム (Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL) 上に堆積させた。

【0477】

次に、表 1 B のタイミングシーケンスに従い、溶液 2 の代わりに溶液 4 を使用して、方法 4 に記載の通り、異なる直径 ($0.25 \mu\text{m}$ 及び $1.4 \mu\text{m}$) の繊維の混合層を製造した。(表 1 B のタイミングシーケンスは、表 1 A のタイミングシーケンスと同じであるが、溶液 2 の代わりに溶液 4 を使用するため、得られる層は異なる坪量及び繊維の割合を有する。)

【0478】

方法 9

最初に、 0.075 mL/分 のポンプ速度で溶液 4 を 2 分間紡糸することにより、太い (直径 $1.4 \mu\text{m}$) 細繊維を含む第 1 の細繊維層 (0.54 g/m^2 の被覆率に相当) を、 70 g/m^2 の坪量、28% の固体性を有する厚さ 0.2 mm のスパンボンドナイロンスクリム (Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL) 上に堆積させた。

【0479】

次に、表 1 C のタイミングシーケンスに従い、溶液 1 の代わりに溶液 3 及び溶液 2 の代

10

20

30

40

50

わりに溶液4を使用して、方法4に記載の通り、異なる直径（0.5 μm及び1.4 μm）の繊維の混合層を製造した。（表1Cのタイミングシーケンスは、表1Aのタイミングシーケンスと同じであるが、溶液1の代わりに溶液3及び溶液2の代わりに溶液4を使用するため、得られる層は異なる坪量及び繊維の割合を有する。）

【0480】

【表2】

表1B. パルス電界紡糸シーケンス		構造及び組成*	坪量 (g/m ²) (太い細繊維支持層を 除く)	坪量 (g/m ²) (全細繊維)	% 固体性**
試料番号	パルス紡糸シーケンス (2分全期間)				
セットA	2分 溶液1のみ	100% 細い細繊維	0.22	0.76	35
セットA5	102秒 溶液1+ 18秒 溶液4	層状, 1% 太い細繊維	0.27	0.81	36
セットA6	(51秒 溶液1+ 9秒 溶液4) x2	混合, 1% 太い細繊維	0.27	0.81	35
セットB	90秒 溶液1+ 30秒 溶液4	層状, 2% 太い細繊維	0.30	0.84	37
セットD	(30秒 溶液1+ 10秒 溶液4) x3	混合, 2% 太い細繊維	0.30	0.84	33
セットD5	72秒 溶液1+ 48秒 溶液4	層状, 4% 太い細繊維	0.35	0.89	37
セットD6	(18秒 溶液1+ 12秒 溶液4) x4	混合, 4% 太い細繊維	0.35	0.89	35
セットE	1分 溶液1+ 1分 溶液4	層状, 6.5% 太い細繊維	0.38	0.92	36
セットI	(10秒 溶液1+ 10秒 溶液4) x6	混合, 6.5% 太い細繊維	0.38	0.92	36
セットI5	42秒 溶液1+ 78秒 溶液4	層状, 11% 太い細繊維	0.43	0.97	39
セットI6	(14秒 溶液1+ 26秒 溶液4) x3	混合, 11% 太い細繊維	0.43	0.97	39
セットJ	30秒 溶液1+ 90秒 溶液4	層状, 17% 太い細繊維	0.46	1.0	39
セットL	(10秒 溶液1+ 30秒 溶液4) x3	混合, 17% 太い細繊維	0.46	1.0	40
セットM	2分 溶液4のみ	100% 太い細繊維	0.54	1.08	42

* (繊維数基準の)太い細繊維の割合は、以下の繊維の割合算出セクシオンに記載の通り、細い(溶液1)及び太い(溶液4)細繊維の直径、前駆体紡糸溶液中の固体性%、並びにシリンジポンプ供給速度及び紡糸時間から評価された。

** Kirsch-Fuch 方程式から誘導される

【0481】

10

20

30

40

50

【表 3】

表 1C. パルス電界紡糸シークエンス

試料番号	パルス紡糸シークエンス (2 分全期間)	構造及び組成*	坪量 (g/m ²) (太い細繊維支持層を 除く)	坪量 (g/m ²) (全細繊維)	固体性**
セット A	2 分 溶液 3 のみ	100% 細い細繊維	0.3	0.84	39
セット B	90 秒 溶液 2+ 30 秒 溶液 4	層状, 6.5% 太い細繊維	0.36	0.90	38
セット D	(30 秒 溶液 3+ 10 秒 溶液 4) x3	混合, 6.5% 太い細繊維	0.36	0.90	38
セット E	1 分 溶液 3+ 1 分 溶液 4	層状, 17% 太い細繊維	0.42	0.96	41
セット I	(10 秒 溶液 3+ 10 秒 溶液 4) x6	混合, 17% 太い細繊維	0.42	0.96	37
セット J	30 秒 溶液 3+ 90 秒 溶液 4	層状, 38% 太い細繊維	0.48	1.02	39
セット L	(10 秒 溶液 3+ 30 秒 溶液 4) x3	混合, 38% 太い細繊維	0.48	1.02	38
セット M	2 分 溶液 4 のみ	100% 太い細繊維	0.54	1.08	41

*(繊維数基準の)太い細繊維の割合は、以下の繊維の割合算出セクションに記載の通り、細い(溶液 3)及び太い(溶液 4)細繊維の直径、前駆体紡糸溶液中の固体性%、並びにシリンジポンプ供給速度及び紡糸時間から評価された。

** Kirsch-Fuch 方程式から誘導される

【0482】

方法 10

最初に、0.075 mL／分のポンプ速度で溶液 4 を 2 分間紡糸することにより、太い（直径 1.4 μm）細繊維を含む第 1 の細繊維層（0.54 g／m² の被覆率に相当）を、70 g／m² の坪量、28 % の固体性を有する厚さ 0.2 mm のスパンボンドナイロンスクリーン（Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL）上に堆積させた。

【0483】

次に、同じポンプ速度（0.075 mL／分）及び同じ持続時間（1 分、1.4 分、2

10

20

30

40

50

分、2.5分、3.6分又は4.5分)で供給される、2つの異なるシリンジからの2つの異なる電界紡糸前駆体溶液(溶液1及び溶液4)を共紡糸することにより、異なる直径(0.25 μm 及び1.4 μm)の混合細繊維を含む第2の細繊維層を堆積させた。

【0484】

すべての試料に、架橋によるロバスト性を向上させるために合成後処理を行った。電界紡糸後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0485】

方法11

最初に、0.075 mL/分のポンプ速度で溶液4を2分間紡糸することにより、太い(直径1.4 μm)細繊維を含む第1の細繊維層(0.54 g/m²の被覆率に相当)を、70 g/m²の坪量、28%の固体性を有する厚さ0.2 mmのспанボンドナイロンスクリム(Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL)上に堆積させた。

【0486】

次に、同じポンプ速度(0.075 mL/分)及び同じ持続時間(2分、3分、4分又は5分)で供給される、2つの異なるシリンジからの2つの異なる電界紡糸前駆体溶液(溶液3及び溶液4)を共紡糸することにより、異なる直径(0.5 μm 及び1.4 μm)の混合細繊維を含む第2の細繊維層を堆積させた。

【0487】

すべての試料に、架橋によるロバスト性を向上させるために合成後処理を行った。電界紡糸後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0488】

方法12

様々なサイズの細繊維を有する複数の層を含む一連の媒体試料を作製した。試料には、太い(直径1.4 μm)細繊維のベース層、続いて細い(直径0.25 μm)細繊維の層及びその上の太い(直径1.4 μm)細繊維の層(太い/細い/太い又はL/S/L)が含まれていた。別法では、試料には、太い(直径1.4 μm)細繊維のベース層、続いて細い(直径0.25 μm)細繊維の層、次に細い(直径0.25 μm)細繊維と太い(直径1.4 μm)細繊維が混合された層及びその上の太い(直径1.4 μm)細繊維の層が含まれていた(太い/細い/混合/太い又はL/S/混合/L)。

【0489】

溶液4を2分間紡糸することにより、太い細繊維(0.54 g/m²の被覆率に相当)をスクリム上に堆積させた。理論に拘束されることを望むものではないが、太い細繊維は、次の繊維層の下側の支持層として機能すると考えられている。次に、溶液1を2分間回転させることにより、細い細繊維の第2の層(0.22 g/m²の被覆率に相当)を堆積させた。含まれる場合、細い細繊維と太い細繊維の両方を含む中間(混合)層を、表1Bのタイミングシーケンスに従い、それぞれ細い細繊維用と太い細繊維用の溶液1又は溶液4を含むシリンジから交互に(「パルス」)紡糸することによって追加した。最後に、溶液4を2分間紡糸することにより、太い細繊維の最上層(0.54 g/m²の被覆率に相当)を堆積させた。すべての溶液は、0.075 mL/分のポンプ速度で供給した。

【0490】

すべての試料に、架橋によるロバスト性を向上させるために合成後処理を行った。電界紡糸後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0491】

方法13

最初に、0.075 mL/分のポンプ速度で溶液4を2分間紡糸することにより、太い(直径1.4 μm)細繊維を含む第1の細繊維層(0.54 g/m²の被覆率に相当)を、70 g/m²の坪量、28%の固体性を有する厚さ0.2 mmのспанボンドナイロンスクリム(Media Grade 23200, Cerex Advanced Fibers, Cantonment, FL)上に堆積させた。

【0492】

次に、溶液1を2分間、3回、回転させることにより、細い細繊維の3つの追加層（それぞれ0.22 g/m²の被覆率に相当）を堆積させた。

【0493】

最後に、溶液4を2分間紡糸することにより、太い細繊維の最上層（0.54 g/m²の被覆率に相当）を堆積させた。すべての溶液は、0.075 mL/分のポンプ速度で供給した。

【0494】

すべての試料に、架橋によるロバスト性を向上させるために合成後処理を行った。電界紡糸後、形成された繊維を140℃で10分間熱処理した。

【0495】

媒体の特性評価

走査型電子顕微鏡法（SEM）

60：40のAu：Pd混合物を含む金とパラジウムとの混合物で表面をスパッタコーティングすることにより、試料をトップダウンSEMイメージングのために作製した。典型的には、5 kV又は10 kVの加速電圧を使用し、画像を、二次電子検出器又は後方散乱電子検出器を使用して500倍、1000倍及び2500倍の倍率で収集した。

【0496】

支持層上に細繊維を含む3 mm×20 mmの試料を作製し、典型的には試料の細繊維側を下にして硬い表面上の計量スズに入れ、スズを液体窒素で満たして試料を沈めることにより、試料を、断面SEMイメージングのために作製した。少なくとも30秒後、カミソリの刃を使用して試料を切断して（液体窒素に浸したまま）断面を露出させた。切断して、さらに10～20秒が経過したら、試料を液体窒素から取り出し、SEMイメージングにセットした。次に、試料を60：40のAu：Pdでスパッタコーティングした。典型的には、5 kVの加速電圧を使用し、二次電子検出器を使用して1000倍の倍率で画像を収集した。

【0497】

紡糸時間に基づく繊維比率の計算

細い細繊維と太い細繊維の相対量（総繊維数ベース）を、次の式を使用して決定する：

【数4】

$$\% \text{太い繊維} = 100 \times \frac{(V_L/D_L^2)}{((V_L/D_L^2) + (V_S/D_S^2))}$$

式中、D_L及びD_Sは、それぞれ太い細繊維及び細い細繊維の直径であり；V_LとV_Sは、それぞれ太い細繊維及び細い細繊維を含むポリマーの体積である。体積Vは、以下に従って細い細繊維又は太い細繊維について計算する：

【数5】

$$V = \left(\% \frac{w}{v} \right) \times (\text{ポンプ速度} \times \text{紡糸時間}) \times \frac{1}{\rho}$$

式中、ρは、細い細繊維又は太い細繊維を含むポリマーの密度であり、%w/vは、ポリマー溶液の体積基準当たりの質量に基づく固形分を指す。

【0498】

繊維直径

実施例1～7で製造された細繊維試料は、10ミクロン以下の平均繊維直径を有した。典型的には、細い細繊維は、走査電子顕微鏡（SEM）によって測定した場合、200 nm

m～600nmの範囲の平均繊維直径を有した。典型的には、太い繊維は、走査電子顕微鏡（SEM）によって測定した場合、少なくとも700nmの平均繊維直径を有した。繊維径の選別をトップダウンSEMによって繊維を画像化し、得られた顕微鏡写真で繊維径（又は関心のある他の寸法）を測定することによって行った。ImageJ（FIJI Is Just ImageJ（FIJI）、ImageJの最新版）及び／又はTrainable Weka Segmentation（an ImageJ plugin）などの画像処理ソフトウェアを繊維の選別に使用した。繊維の直径を試料の少なくとも30か所で測定した。

【0499】

細繊維層の厚さ

上記のように作製した細繊維試料の厚さをSEMの断面分析による走査型電子顕微鏡法（SEM）によって測定した。試料の異なる部分からの少なくとも5つの画像の細繊維層の厚さを、FIJIを使用して決定した。具体的には、細繊維層の上部と下部とを、ポリゴンツールを使用して描画し、選択した細繊維断面の外側の領域を消去し、選択した細繊維断面の領域を、閾値ツールを使用して白に再着色して、選択したセクションの境界の繊維を補正し、画像の最大厚さを測定及び記録した。これらの最大値の5つを最も近い10分の1ミクロンに四捨五入し、平均化して細繊維試料の厚さを得た。

【0500】

キャピラリーフローポロメトリー（細孔径）

それぞれの試料に関して、3つの複製に基づき、平均最大細孔径、平均中間流動細孔径及び平均最小限細孔径を決定するために、キャピラリーフローポロメトリー（Porometer 3G micro, Through-Pore Size Analyzer, Quantachrome Instruments, Anton Paar, Boynton Beach, FL）測定を実行した。

【0501】

湿潤流体として、Porofil Wetting Solutionを使用した（Quantachrome Instruments, Anton Paar, Boynton Beach, FL）。直径25mmの試料に、1ミクロン～100ミクロン内の細孔径を決定するために、湿潤及び乾燥状態の両方で（最初に湿潤、次いで乾燥）0.0256バールから1.275バールまでの圧力スイープ（すなわち連続圧力スキャン）を受けさせた。

【0502】

試料は、湿潤及び乾燥した状態で低圧から高圧まで試験した。試験の飽和部分の気流及び試料の圧力は、一般に湿潤曲線と呼ばれる。乾燥曲線と湿潤曲線との両方の圧力のスキャン範囲全体で256のデータポイントを収集した。試験は、周囲条件（例えば、20℃～25℃）で行った。経験的な屈曲係数及び／又は形状係数を適用する細孔径の精細度の調整は、行わなかった。

【0503】

フローポロメトリー試験手順では、乾燥試料の一連の圧力（典型的にはx軸にプロット）及び気流（典型的にはy軸にプロット）のデータ並びに飽和（湿潤）試料の圧力及び気流のデータのセットを収集する。これらの2つのデータセットは、一般に乾燥曲線及び湿潤曲線と呼ぶ。即ち、

乾燥曲線 = V_{dry} = 圧力の関数としての乾燥試料を通る空気流

湿潤曲線 = V_{wet} = 圧力の関数としての飽和試料を通る空気流。

【0504】

キャピラリー理論に基づいて、試料全体の圧力（ ΔP ）を、Young-Laplaceの式を使用して細孔径（ d ）に変換することができる。

【数6】

$$d = \frac{4\gamma \cos \theta}{\Delta P} \times (\text{実験的因子})$$

10

20

30

40

50

ここで、

γ = 流体表面張力

θ = 流体接触角

d = 細孔直径

ΔP = 試料全体の圧力

である。

【0505】

この変換により、乾燥曲線と湿潤曲線を細孔径の関数として定義することができる。すなわち、

乾燥曲線 = V'_{dry} = 直径の関数としての乾燥試料を通る空気流

湿潤曲線 = V'_{wet} = 直径の関数としての飽和試料を通る空気流。

【0506】

累積流動細孔径分布 (Q) は、細孔径の関数として乾燥曲線に対する湿潤曲線の比率として定義される。ここで、

【数7】

$$Q(d) = \frac{V'_{wet}}{V'_{dry}}$$

である。

【0507】

最小限細孔径は、乾燥曲線及び湿潤曲線が交わった直径を決定することによって算出された。

【0508】

中間流動細孔径は、湿潤曲線及び「半乾燥」曲線が交差する圧力において算出された。半乾燥曲線は、 V'_{dry} を2で数学的に除算することによって得られる。

【0509】

最大細孔径は、バブルポイントを検出することによって決定された。流体が試料を通過し始めた後にバブルポイントが検出され、3回の連続測定値が少なくとも1%増加した。バブルポイントは、この連続した3つのポイントの開始時の値である。

【0510】

空気濾過性能

空気濾過性能を、14.7リットル／分 (L／分) の流量で直径4インチの媒体試料に加えられる0.3 μ mのオイル (セバシン酸ビス (2-エチルヘキシル)、Sigma-Aldrich) 液滴 (エアロゾル) を使用して粒子捕捉効率を測定する、高効率フラットシート (HEFS) TSI自動フィルタテスター、モデル8127、試験ベンチ (TSI Incorporated, Shoreview, MN) を使用して評価した。TSIのCertified Testモデル8127自動フィルタテスターは、最新の米国政府及び業界全体の仕様に従ってフィルタ、呼吸器カートリッジ及び濾材を試験するように設計され、42 CFR § 84 (1995年6月8日) の基準を満たしている。

【0511】

性能指数

性能指数は、濾材の性能及び最小のエネルギーの使用でストリームの特定のレベルの清浄度を提供する濾材の能力の尺度である。一般に、大きい性能指数の値は、小さい値よりも優れている。

【0512】

性能指数 (FOM) 値は、浸透率 (P 、上流と下流のカウントの比率)、圧力降下 (dP 、水柱インチ) 及び面速度 (u 、fpm) から算出した。

$FOM = (-\log_{10} P) / (dP / u)$

【0513】

10

20

30

40

50

浸透率（P）、圧力降下（dP）及び面速度（u）は、上記のようにHEFS TSI自動フィルタテスター、モデル8127、試験ベンチを使用して測定した。

【0514】

液体濾過性能試験

液体濾過性能をフラットシート、高精度、シングルパス2流体（FHAST）ベンチで評価した。FHASTベンチは、様々な径の粒子によって装填された油圧流体の貯蔵器を含み、次いで、粒子を装填した油圧流体は、媒体を通過し、媒体の上流及び媒体の下流で粒子数及び径が測定される。FHASTベンチは次の特徴を有する：流量制御：±2%の誤差で57mL/分～580mL/分；温度制御：±0.25℃の誤差で25℃～40℃；dP測定値：±0.065%の誤差で0psi～25psi；粒径：1.7μm～20μm；最大粒子濃度：1,000,000/mL；希釈性能：5：1～100：1。FHASTベンチを、油圧流体中10ミリグラム/リットル（mg/L）の濃度及び0.347L/分の流量で、ISO 11171：2016に準拠したISO Medium Test Dustを使用する定常流モードで使用して、直径2インチの媒体試料に添加した。特定の汚染物質の粒径での媒体のdPの値及び効率（市販の粒子カウンタ、特にISO 11171：2016（油圧流体動力ー液体の自動粒子カウンタのキャリブレーション）に準拠したISO Medium Test DustでキャリブレーションされたPAMAS 4132 Particle Counting System for Liquidsを使用して測定）を、事前設定された媒体の最大dP 20psi（2つの試験媒体dPセンサーで測定：（A）0psi～5psi、±0.025%精度の差圧トランスデューサー；高精度、低範囲dPセンサー、及び（B）0psi～25psi、±0.065%精度の差圧トランスデューサー；低精度、高範囲dPセンサー）に達した時点で終了する試験期間にわたって一定の時間間隔（約7秒ごと）で収集した。

【0515】

ベータ比を、ISO 16889：2008（油圧流体動力ーフィルターフィルタエレメントの濾過性能を評価するためのマルチパス法）を使用して、定常流動条件下（直径2インチの媒体試料を347mL/分で通る）で評価した。ただし、フラットシート性能を試験する場合、試験は、試験標準で要求されるマルチパスモードではなくシングルパスモードで行った。油圧流体（Mobil Aero HF, MIL-PRF-5606）に、10mg/Lの濃度のISO 12103-1 A3 Medium Test Dust（Powder Technology, Inc., Arden Hills, MN）を加えた。瞬時のベータ値を試験期間にわたって7秒ごとに記録した。試験は、20psiの最終dPに達した時点で終了する。

【0516】

固体性

不織布層（例えば、非細繊維層又は細繊維層及び非細繊維層を含む複合材を含む）の固体性（c）を、次の式を使用して計算する：

$$c = BW / \rho Z$$

式中、BWは坪量であり、ρは繊維の密度であり、Zは媒体の厚さである。

【0517】

厚さは、「Thickness (caliper) of paper, paper board, and combined board」という名称のTAPPI T411 om-15に従って測定し、1.5psiの足圧を使用した。坪量は、TAPPI T410 om-08を使用して測定した。

【0518】

細繊維層の厚さを測定することは困難であるため、細繊維層の固体性は、実験的に測定された圧力降下値を使用して、Kirsch-Fuchsの式（Kirsch et al., "Studies on Fibrous Aerosol Filters-III Diffusional Deposition of Aerosol in Fibrous Filter," Ann. Occup. Hyg. 1968; 11: 299-304

を参照されたい)の適合版を使用して計算する。圧力降下 (ΔP 又は dP) は、以下の液体濾過性能試験のセクションで説明するように、F H A S T ベンチを使用して決定する。

【0519】

まず、無次元の繊維ドラッグパラメータ $F^*_{1.0}$ を、次の修正された K i r s c h - F u c h s の式から計算する：

【数8】

$$\Delta P = \frac{4\left(\frac{BW}{\rho}\right)\mu U_{\infty}}{\pi D_f^2} F^*_{1.0}$$

10

式中、BWは坪量であり、 ρ は繊維の密度であり、 μ は液体(圧力降下試験に使用)の粘度であり、 U_{∞} は圧力降下試験中に媒体を通過する液体の速度であり、 D_f は有効繊維径である。 ΔP は、以下の液体濾過性能試験のセクションで説明するように、F H A S T ベンチから決定する。

【0520】

次に、固体性(c)を、次の式を使用して $F^*_{1.0}$ から計算する。

$$F^*_{1.0} = 4.3548 e^{8.8822c}$$

【0521】

混合繊維媒体の場合、有効繊維径は、細い繊維と太い繊維の相対量を考慮し、次の式から計算する：

20

【数9】

$$r_{eff} = \frac{\sum_{i=0}^n r_i^2 l_i}{\sum_{i=0}^n r_i l_i}$$

30

式中、 r_{eff} は有効繊維半径であり、 r_i は繊維iの半径であり、 l_i は繊維iの比率又は相対量である。有効繊維径 = $2 r_{eff}$ 。

【0522】

1つ又は複数の細繊維層の坪量は次のように計算する。

細繊維層の総坪量 = (細繊維の質量) / (スクリムの面積)

【0523】

細繊維の質量は次のように計算する。

細繊維の質量 = (溶液中のポリマー (%w/v)) × (ポンプ速度) × (紡糸時間)

【0524】

細繊維の形成方法が不明な場合、細繊維の質量は、(例えば、剥離又は離層することによる)細繊維のスクリム又は支持体からの分離後、次のように計算することができる。

40

細繊維の質量 = (媒体試料の総質量) - (裸スクリム又は支持体の質量)

【0525】

実施例1

ペンダントドロップ試料作製方法3、表1のセットA(スクリム上に直接堆積された細い細繊維)及びペンダントドロップ試料作製方法4、表1のセットA(スクリム上に堆積された太い細繊維層上に堆積された細い細繊維)に従って媒体を作製した。

【0526】

上記の液体濾過性能試験のセクションで説明するように、媒体を試験した。結果を図1A及び図1Cに示す。スクリム上に直接堆積された細い細繊維を含む媒体(図1Aに示す

50

結果)は、 0.74 psi の初期圧力降下を有した。スクリム上に堆積された太い細繊維層上に堆積された細い細繊維を含む媒体(図1Cに示す結果)は、 0.75 psi の初期圧力降下を有した。

【0527】

細い細繊維が太い細繊維層上に堆積される前にスクリム上に堆積された太い細繊維層の例示的な像を図1Eに示す。

【0528】

得られた媒体のSEM像を図1B(スクリム上に直接堆積された細い細繊維)及び図1D(スクリム上に堆積された太い細繊維層上に堆積された細い細繊維)に示す。スクリム上に直接堆積された細い細繊維(図1B)において、繊維「調整」及び損傷が観察された。スクリム上に堆積された太い細繊維層上に堆積された細い細繊維(図1D)において、繊維「調整」及び損傷が観察されなかった。

【0529】

実施例2

ペンダントドロップ試料作製法1に従って媒体を作製した。得られた不織布は、 1.64 g/m^2 の理論的坪量を有していた。

【0530】

2つの異なるシリンジから各単一のエレクトロスピンング前駆体溶液を共紡糸することによって作製した対照不織布媒体は、溶液1及び溶液2それぞれにおいて、 0.56 g/m^2 又は 1.08 g/m^2 の理論的坪量を有していた。

【0531】

得られた媒体のSEM画像を図2Aに示す。得られた媒体の特徴を表2Aに示す。

【0532】

空気濾過のためのこれらの媒体試料のFOM値を表2Bに示す。FOM値の比較から、異なる直径の混合繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体と比較して、改善された性能(汚染物質のより高い排除及びより低い圧力降下)を有することが示唆される(表2B)。

【0533】

本明細書に記載の通り、液体濾過性能を、フラットシート、高精度、シングルパス2流体(FHAST)ベンチで評価した。混合繊維を含む媒体及び細い細繊維を含む媒体に関して、同様の β 値が観察された(図2B)が、 dP の減少に関して、混合繊維を含む媒体では、細い細繊維のみを含む媒体(図2C)と比較して、利益は観察されなかった。液体濾過性能データ(図2B~図2C)は、ポロメトリー測定(表2C)と一致しており、混合繊維を含む媒体の細孔径は、細い細繊維のみを含む媒体の細孔径と比較して、より小さい。

【0534】

理論に束縛されることを望むことなく、混合繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体又は太い細繊維のみを含む媒体と比較して、より高い繊維の全被覆率を示すため、混合繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体と比較して、圧力降下のいかなる減少も示すことができなかったと考えられる。被覆率のこの差異は、比較坪量によって例証される:混合繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体の坪量(0.56 g/m^2)又は太い細繊維のみを含む媒体の坪量(1.08 g/m^2)と比較して、より高い坪量(1.64 g/m^2)を有した。

【0535】

10

20

30

40

50

【表 4】

表 2A

電界紡糸溶液	媒体	FHAST 上での 初期 dP	およその 繊維直径	例示的な像
	Cerex のみ (裸スクリーン)	0.3 psi	該当せず	
溶液 1	Cerex + 細い細繊維	2.9 psi	200-250 nm	図 2A, 左側パネル
溶液 1 + 溶液 2	Cerex + 混合繊維	3.3 psi	(混合)	図 2A, 中央パネル
溶液 2	Cerex + 太い細繊維	0.5 psi	700-1000 nm	図 2A, 右側パネル

10

【0536】

【表 5】

表 2B. HEFS から測定された FOM 値のまとめ

媒体	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
Cerex のみ	98.7	0.7	13.8
太い細繊維	84.7	2	60.7
混合繊維	6.09	11.7	174.8
細い細繊維	7.93	12.5	148.2

20

【0537】

【表 6】

表 2C. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定まとめ

媒体	最大細孔径 (μm)	中間流動細孔径 (μm)	最小細孔径 (μm)
Cerex のみ	66.4 ± 21.9	51.4 ± 12.1	29.1 ± 9.7
太い細繊維	25.2 ± 3.3	16.2 ± 4.3	9.1 ± 0.1
混合繊維	7.1 ± 1.2	3.4 ± 0.6	2.8 ± 0.5
細い細繊維	9.4 ± 0.8	4.5 ± 0.7	2.5 ± 0.3

30

【0538】

実施例 3

ペンダントドロップ試料作製方法 2 に従い、2 分間、3 分間又は 5 分間の電界紡糸時間で媒体を作製した。得られた不織布は、それぞれ 0.65 g/m²、0.98 g/m² 及び 1.63 g/m² の理論坪量を有した。

40

【0539】

2 分間、2 つの異なるシリンジからそれぞれの電界紡糸前駆体溶液を共紡糸することによって作製された対照の不織布の媒体は、溶液 1 及び溶液 2 に関して、それぞれ 0.44 g/m² 及び 0.86 g/m² の理論坪量を有した。

【0540】

得られた媒体の SEM 像を図 3 に示す。

【0541】

実施例 1 で記載された通り、坪量の増加は、細い細繊維及び太い細繊維を形成するために電界紡糸前駆体溶液の共紡糸の結果として観察された。このような坪量の増加に適応す

50

るために、同一の溶液を含有する２つのシリンジからの共紡糸によって作製された細い細繊維のみ又は太い細繊維のみの対照媒体試料も分析した。

【０５４２】

２分間の電界紡糸を使用して作製された媒体試料に関する空気濾過のためのＦＯＭ値の比較から、混合繊維層は、細い細繊維のみを含む媒体と比較して、改善された性能（汚染物質のより高い排除及びより低い圧力降下）を有することが示唆される（表３Ａ）。

【０５４３】

興味深いことに、（電界紡糸を長期化することによる）繊維被覆率の増加により、混合繊維媒体に関しても、スイープ圧力の低下のため、ＦＯＭ値の全体的な低下が導かれる。本明細書に記載の通り、液体濾過性能を、フラットシート、高精度、シングルパス２流体（ＦＨＡＳＴ）ベンチで評価した。細い細繊維のみの場合と比較して、混合繊維媒体に関して、より少ない圧力降下が観察された（図３Ｄ）。しかしながら、β値の比較（図３Ｆ）により、これらの試料は、効率を犠牲にして媒体ｄＰの改善が得られるという交換条件体制で操作されることが示される。異なる坪量を有するいくつかの混合繊維媒体試料の性能も比較し、より高い繊維被覆率は、より大きい圧力降下を引き起こす、より小さい細孔径のため（図３Ｇ－クリーン媒体ｄＰの比較）、効率の増加を導くことが観察された（図３Ｅ）。ＦＨＡＳＴベンチ結果はポロメトリー測定（表３Ｂを参照されたい）と一致しており、細孔径が媒体試料の全体的な性能に高度に関連することが示された。さらに、最大細孔径及び中間流動細孔径は、電界紡糸時間に依存した（図３Ｈ）。

【０５４４】

【表 ７】

表 3A. HEFS から測定された FOM 値のまとめ

媒体	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
Cerex のみ (裸スクリム)	98.7	0.7	13.8
太い細繊維, 2 分	89.1	1.3	64.4
混合繊維, 2 分	41.1	3.1	211.0
混合繊維, 3 分	21.1	5.4	209.1
混合繊維, 5 分	8.3	9.9	182.5
細い細繊維, 2 分	37.3	4	177.7

【０５４５】

【表 ８】

表 3B. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定のまとめ

媒体	最大細孔径 (um)	中間流動細孔径 (um)	最小細孔径 (um)	細繊維層の坪量 (g/m ²)
Cerex のみ (裸スクリム)	66.4 ± 21.9	51.4 ± 12.1	29.1 ± 9.7	0.00
太い細繊維, 2 分	33.0 ± 4.6	26.6 ± 5.6	23.0 ± 6.0	0.86
混合繊維, 2 分	18.6 ± 9.1	9.1 ± 4.2	7.7 ± 3.9	0.65
混合繊維, 3 分	8.8 ± 2.5	4.5 ± 1.2	3.8 ± 1.0	0.98
混合繊維, 5 分	5.3 ± 1.7	2.6 ± 0.5	2.0 ± 0.3	1.63
細い細繊維, 2 分	14.2 ± 4.2	6.7 ± 2.1	5.3 ± 1.4	0.44

【０５４６】

実施例 4

ペンダントドロップ試料作製方法３に従って媒体を作製した。

【０５４７】

繊維媒体構造及び組成物のより良好な制御の程度を与えるために、「パルス」シーケン

ス（細い細繊維及び太い細繊維がスクリム支持上に交互に堆積される）を試験した。すべての場合において、細い細繊維が最初に堆積され、続いて太い細繊維が堆積され、繊維の割合基準で、2%～20%（紡糸時間に基づく繊維の割合算出のセクションで説明された方程式を使用して算出される公称値）で変動する太い細繊維含有量を有する一連の層状繊維媒体試料が製造される。

【0548】

この方法は、異なる構造（層状又は混合繊維を含む（表1Aを参照されたい））の作製に勾配又は不均一細孔径をもたらすことを可能にする。SEM像は、媒体モルフォロジーを制御する能力の視覚的な確認を提供した。

【0549】

図4は、太い細繊維の相対量の増加によって観察される坪量の増加を示す。坪量の線形増加は、最大で10%の太い細繊維含有量で観察される。

【0550】

実施例5

ペンダントドロップ試料作製方法4に従って媒体を作製した。

【0551】

得られた媒体は、混合繊維直径繊維の層を堆積させる前に堆積された太い細繊維（1 μ m直径）の「支持層」を含んだ。

【0552】

実施例4のように、細い細繊維及び太い細繊維を交互に堆積させるために、「パルス」シーケンスが使用されたが、実施例4とは対照的に、太い細繊維で修飾されたスクリム支持が利用された。

【0553】

すべての場合において、手順の第2のステップにおいて（すなわち太い細繊維を含む第1の細繊維層の堆積後）、細い細繊維が最初に堆積され、続いて太い細繊維が堆積され、繊維の割合基準で、2%～20%（紡糸時間に基づく繊維の割合の算出のセクションで説明された方程式を使用して算出される公称値）で変動する太い細繊維含有量を有する一連の混合繊維直径媒体試料が製造される。

【0554】

SEM像は、媒体モルフォロジーを制御する能力の視覚的な確認を提供した（図5A、図5B）。図5Aは、細い細繊維のみを含む媒体（図5A、パネルA5、B、D5、E、I5、J）又は太い細繊維のみを含む媒体（図5A、パネルM）を示す。図5Bは、細い細繊維のみを含む媒体（図5B、パネルA）、混合直径の混合繊維を含む媒体（図5B、パネルA6、D、D6、I、I6、L）又は太い細繊維のみを含む媒体（図5B、パネルM）を示す。各パネルの文字は、表1Aで記載される電界紡糸シーケンスを示す。

【0555】

驚くべきことに、異なる組成の媒体試料に関して測定された細孔径は、太い細繊維のフラクションと弱い相関性を示すのみであった（表4A及び図5Cを参照されたい）。これらの結果は、適度な繊維被覆率（例えば、5 g/m²）の試料に関して、ポロメトリー試験は、そのような媒体に存在する細孔径の勾配の存在を捕獲することができないことを示唆する。それにもかかわらず、これらのデータは、細い細繊維のネットワーク中への太い細繊維の組み込みが、細孔径分布を広げることに有効であり得ることを実証する。

【0556】

層状繊維構造を有する混合繊維直径媒体構造又は混合繊維構造のFOM値（表4Bを参照されたい）によって測定される空気濾過の性能を比較することにより、構造が類似の効果（図5D、下部パネルを参照されたい）を有することが示唆される。一般に、（効率を付与する）細い細繊維のより多くが太い細繊維によって置換されたため、層状繊維構造及び混合繊維構造は両方ともより低い性能を示す。混合繊維構造に関して、FOMが純粋に細い細繊維ネットワークのものに匹敵したままである、太い細繊維含有量（5%～7%）

10

20

30

40

50

の最適範囲があるように思われる。特に、混合繊維構造媒体試料は、その大きい細孔径にもかかわらず、比較的高い FOM を保持した（図 5 D、上部パネル中の円）。しかしながら、FOM 値及び細孔径は、良好に相関しないように見える。

【0557】

【表 9】

表 4A. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定のとまとめ

	最大細孔径 (μm)	中間流動細孔径 (μm)	最小細孔径 (μm)
Cerex のみ (裸スクリム)	65.1 ± 15.6	48.5 ± 10.0	23.6 ± 11.7
セット A - 100% 細い細繊維	14.1 ± 1.5	6.6 ± 0.8	4.9 ± 1.6
セット A5 - 2% 太い細繊維, 層状	9.9 ± 3.9	5.4 ± 1.5	4.5 ± 1.2
セット B - 5% 太い細繊維, 層状	15.1 ± 6.5	8.4 ± 3.3	6.9 ± 2.4
セット D5 - 7% 太い細繊維, 層状	11.8 ± 1.2	7.1 ± 0.8	6.3 ± 0.7
セット E - 10% 太い細繊維, 層状	13.3 ± 0.5	9.2 ± 0.4	7.8 ± 0.7
セット I5 - 16% 太い細繊維, 層状	12.8 ± 3.5	7.5 ± 2.6	6.1 ± 1.8
セット J - 20% 太い細繊維, 層状	13.6 ± 0.9	8.6 ± 1.5	6.9 ± 1.0
セット A6 - 2% 太い細繊維, 混合	13.6 ± 1.6	7.2 ± 1.0	5.8 ± 0.8
セット D - 5% 太い細繊維, 混合	13.0 ± 1.6	8.2 ± 0.9	7.2 ± 0.9
セット D6 - 7% 太い細繊維, 混合	18.9 ± 5.9	11.2 ± 2.4	7.5 ± 2.1
セット I - 10% 太い細繊維, 混合	11.8 ± 1.2	7.2 ± 0.5	5.9 ± 0.1
セット I6 - 16% 太い細繊維, 混合	11.0 ± 1.8	7.0 ± 0.6	5.7 ± 0.6
セット L - 20% 太い細繊維, 混合	10.6 ± 0.6	7.3 ± 0.8	5.4 ± 0.6
セット M - 100% 太い細繊維	14.2 ± 0.7	11.2 ± 0.6	9.6 ± 0.8

【0558】

【表 10】

表 4B. HEFS から測定された FOM 値のとまとめ

媒体	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
裸 Cerex	98.7	0.7	14
セット A - 100% 細い細繊維	41.6	4.1	155
セット A5 - 2% 太い細繊維, 層状	45.7	3.9	146
セット B - 5% 太い細繊維, 層状	45.2	3.8	152
セット D5 - 7% 太い細繊維, 層状	56.3	3.2	130
セット E - 10% 太い細繊維, 層状	56.3	3.1	135
セット I5 - 16% 太い細繊維, 層状	59.2	3.3	115
セット J - 20% 太い細繊維, 層状	65.8	3.0	101
セット A6 - 2% 太い細繊維, 混合	77.6	2.8	65
セット D - 5% 太い細繊維, 混合	41.6	4.1	155
セット D6 - 7% 太い細繊維, 混合	45.2	3.9	148
セット I - 10% 太い細繊維, 混合	46.3	3.7	150
セット I6 - 16% 太い細繊維, 混合	54.1	3.1	143
セット L - 20% 太い細繊維, 混合	58.9	3.1	125
セット M - 100% 太い細繊維	63.8	2.8	116

【0559】

重要なことに、混合繊維直径の繊維を含む層に太い細繊維の支持層を提供することにより、混合繊維直径と同じ層を含んだが、太い細繊維のそのような支持層を含まなかった媒

体で観察される β 崩壊が排除された。例示的な比較は、図5 E及び図5 Fに示される。図5 Eは、方法3、表1 A、セットBに記載の通りに作製された（5 %の太い細繊維を含む）混合繊維直径の混合層を示す。混合層は、 0.71 g/m^2 の坪量を有し、支持層及び混合層は、 0.48 psi の初期圧力降下（ dP ）を有する。図5 Fは、方法4、表1 A、セットBに記載の通りに作製された太い細繊維（ 0.43 g/m^2 の坪量を有する太い細繊維）の支持層上に堆積された（5 %の太い細繊維を含む）混合繊維直径の混合層を示す。混合層は、 0.71 g/m^2 の坪量を有し、支持層及び2つの細繊維層は、 0.77 psi の初期圧力降下（ dP ）を有する。

【0560】

そのうえ、図5 G～図5 Jに示すように、5 %～7 %の太い細繊維含有量を有する混合繊維直径の繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体層と類似の効率を示すが、圧力降下のわずかな改善を示す。層状構造を有する混合繊維直径媒体構造及び混合繊維構造を有する混合繊維直径媒体構造において、類似の傾向が観察された。対照的に、10 %より多い太い細繊維媒体含有量を有する媒体において、圧力降下の減少は、効率の減少を伴った。（図5 G～図5 J及び図5 Kを参照されたい。）理論に束縛されることを望むことなく、混合繊維直径の繊維を含む媒体中の太い細繊維の量の増加により、細繊維構造が「開放される」と考えられる。

【0561】

実施例6

（ 0.09 g/m^2 、 0.10 g/m^2 、 0.22 g/m^2 、 0.31 g/m^2 、 0.45 g/m^2 又は 0.56 g/m^2 の坪量を有する）細い細繊維のネットワークの下に支持層として（少なくとも 0.43 g/m^2 の坪量を有する）太い細繊維の層を堆積させることを含む方法5により、媒体試料を作製した。圧力降下及び全体的な β 値を試験した。結果を図6 B～図6 Cに示す。

【0562】

細い細繊維の最上層が、支持する太い細繊維の下層ネットワークを被覆する例示的なSEM像を図6 Aに示す。

【0563】

坪量の範囲で細い細繊維の層を含む媒体は、低い圧力降下とともに良好な効率を示した。

【0564】

実施例7

媒体試料は、方法6に従って作製された。媒体には、太い細繊維の第1の細繊維層、続いて細い細繊維、次に細い細繊維と太い細繊維が混合された層及び最後に太い細繊維の層が含まれていた（太い／細い／混合／太い又はL／S／混合／Lと記載される）。代わりに、（太い細繊維の2つの層間の）混合繊維の内部層は、表1 Aに記載されるように、電界紡糸することによって堆積された。本明細書に記載の通り、圧力降下及び全体的な β 値を、フラットシート、高精度、シングルパス2流体（FHAST）ベンチで評価した。例示的な像を図7 A～図7 Bに示す。結果を図7 C～図7 Dに示す。

【0565】

太い細繊維層間に混合された細い及び太い直径の繊維層を含むことは、媒体クリーニング／再生のためにバックパルスが必要とする用途において、中間層の構造完全性を維持するために特に有用であると考えられる。

【0566】

実施例8

媒体試料は方法7に従って作製され、混合された細い細繊維及び太い細繊維の層の下に、（少なくとも 0.43 g/m^2 の坪量を有する）太い細繊維の層を含んだ。試料を、方法5に従って作製された媒体試料（細い細繊維のネットワークの下の太い細繊維の層）と比較した。

【0567】

混合された細い及び太い細繊維の層は、繊維の全数を基準として、約10 %の太い細繊維

10

20

30

40

50

維を含む。この百分率は、細い及び太い細繊維の直径、前駆体紡糸溶液中の固体性の百分率、シリンジポンプ供給速度並びに電界紡糸時間から評価された。混合された細い細繊維及び太い細繊維の層は、方法5を使用して作製された媒体の第2の（細い細繊維）層の坪量に近似させるか、又は方法5を使用して作製された媒体の第2の（細い細繊維）層中の繊維の全数に近似させることによって作製された。表5Aに示すように、得られた媒体層は $0.82\text{ g/m}^2 \sim 1.47\text{ g/m}^2$ の得られた坪量を有したが、方法5を使用して作製された媒体の第2の（細い細繊維）層は 0.56 g/m^2 の坪量を有した。

【0568】

得られた媒体の圧力降下及び全体的な β 値を試験した。結果を図8B～図8Cに示す。例示的なSEM像を図8Aに示す。

【0569】

【表11】

表5A. HEFS から測定されたFOM 値のまとめ

媒体	第2の細繊維層の坪量	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
Cerex のみ		98.7	0.7	13.8
混合繊維 (方法7)	0.82 g/m^2	32.7	5.3	154
混合繊維 (方法7)	1.47 g/m^2	22.1	7.9	138
細い細繊維 (方法5)	0.56 g/m^2	20.7	8	149

【0570】

【表12】

表5B. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定まとめ

媒体	最大細孔径 (um)	中間流動細孔径 (um)	最小細孔径 (um)
Cerex のみ	66.4 ± 21.9	51.4 ± 12.1	29.1 ± 9.7
混合繊維	4.9 ± 1.0	2.7 ± 0.8	2.1 ± 0.3
混合繊維	3.9 ± 1.4	1.8 ± 0.8	1.6 ± 0.7
細い細繊維	2.7 ± 1.2	1.7 ± 0.4	1.5 ± 0.4

【0571】

細い細繊維のネットワーク中での混合された太い細繊維の導入により、それらの層に関して観察されるより高い坪量にもかかわらず、細い細繊維のみを含む層と比較して、細孔径が増加した（表5Bを参照されたい）。

【0572】

HEFSベンチ試験による空気濾過性能の評価は、性能指数（FOM）を維持しながらも、細い細繊維のものよりも低い圧力降下が達成されたという点で、細孔径の結果と一致した（表5Aを参照されたい、約150の匹敵するFOMを有する細い細繊維に対する 0.82 g/m^2 の坪量の混合繊維）。

【0573】

本明細書に記載の通り、液体濾過性能を、フラットシート、高精度、シングルパス2流体（FHAST）ベンチで評価した。媒体dP（図8A）の有意な改善は、太い細繊維に支持された細い細繊維のネットワークと比較して、同時紡糸された試料に関して観察された。しかしながら、混合された細い細繊維及び太い細繊維によるこれらの媒体に関して、（混合されていない細い細繊維のみに関して、3ミクロンより大きい粒子に対しての1000の β と比較して、）5ミクロンより大きい汚染物質粒子に対して1000の β が達成されるように、効率の交換条件があった。全体として、太い細繊維の下層支持層を有する、混合された細い及び太い細繊維からなる媒体は、低い圧力降下とともに良好な効率を示

した。

【0574】

実施例9—媒体を含有する微細ガラス繊維との比較

実施例5の濾材を、微細ガラス繊維を含有する2つの液体媒体生成物と比較した。第1のガラス媒体は、4 μm未満の粒子に対して1,000のβ評価を有し、第2のものは、5 μmより大きい粒子に対して1,000のβ評価を有する。類似の製品は、Lyda l, Inc. (Manchester, CT) から商業的に入手可能であり、それぞれLyPore Grade 9428及びLyPore Grade 9221が含まれる。結果を図5G～図5J及び表6に示す。

【0575】

試験された微細ガラス繊維を含む2つの液体媒体生成物は、これらのガラス繊維含有媒体の厚さのため、より高い圧力降下を有し、続いていくらかの範囲の深さ負荷を許容した。最大で10%の太い細繊維含有量を含むすべての試料は、(わずかに良好ではない場合)特に最大で5 μmの径の汚染物質に対して、β5 μm=1,000と評価されるガラス媒体に匹敵する効率を有した。5 μmより大きい粒子に対して1,000のβ評価を有するガラス繊維媒体に対してベンチマークされた、媒体dP及び効率の改善を表6Aにまとめる。

【0576】

細い細繊維のみ(であるが、太い細繊維で指示されたもの)を含む媒体に対するこれらの2つの性能測定基準の比較を表6Bにまとめる。

【0577】

実施例6の媒体は、4 μm未満の粒子に対して1,000のβ評価を有する微細ガラス繊維を含む液体媒体生成物に対しても比較された。実施例6の媒体は、4 μm未満の粒子に対して1,000のβ評価を有するガラス繊維媒体の効率を上回って、有意により低い圧力降下を示した(図6A～図6Bを参照されたい)。

【0578】

【表13】

表6A. 3 μm 及び 5 μm 粒子に関する初期圧力降下(dP)及び全体的なβ値のガラス繊維媒体 (5 μmより大きい粒子に対してβ=1000)との比較

媒体	クリーンな媒体のdP (psi)	%改善*	全体的なβ (3 μm)	%改善*	全体的なβ (5 μm)	%改善*
ガラス繊維媒体 (5 μm より大きい粒子に対して β = 1000)	1.63	-	25	-	125	-
混合された細い及び太い細繊維						
セット A – 100%	0.75	54	55	116	222	78
セット A6 – 2%	0.84	48	58	128	188	51
セット D – 5%	0.65	60	34	32	112	(-11)
セット D6 – 7%	0.56	66	20	(-23)	63	(-49)
セット I – 10%	0.71	56	29	15	94	(-25)
層状の細い及び太い細繊維						
セット A5 – 2%	0.81	50	64	153	234	88
セット B – 5%	0.84	48	65	157	237	90
セット D5 – 7%	0.71	56	33	29	117	(-6)
セット E – 10%	0.65	60	29	15	88	(-29)

*改善のパーセント(%) は、[(試料値 – ガラス媒体値)/ガラス媒体値]x100としてガラス繊維媒体 (5 μmより大きい粒子に対してβ=1000)に対して報告され; 負の記号及び括弧は劣等性能を示す

【0579】

【表 1 4】

表 6B. (太い細繊維の層によって支持されたセット A – 100% 細い細繊維に対して) 3 μm 及び 5 μm 粒子に関する初期圧力降下(dP)及び全体的な効率(β 値)の比較

07162019 媒体	クリーンな 媒体の dP (psi)	% 改善*		全体的な β (3 μm)	% 改善*	全体的な β (5 μm)	% 改善*
セット A – 100%	0.75	-		55	-	222	-
混合された細い及び太い細繊維							
セット A6 – 2%	0.84		(-12)	58	6	188	(-15)
セット D – 5%	0.65		13	34	(-39)	112	(-50)
セット D6 – 7%	0.56		25	20	(-64)	63	(-72)
セット I – 10%	0.71		5	29	(-46)	94	(-58)
層状の細い及び太い細繊維							
セット A5 – 2%	0.81	(-8)		64	17	234	6
セット B – 5%	0.84	(-12)		65	19	237	7
セット D5 – 7%	0.71	5		33	(-40)	117	(-47)
セット E – 10%	0.65	13		29	(-47)	88	(-60)

【0 5 8 0】

実施例 7 の媒体は、4 μm 未満の粒子に対して 1, 0 0 0 の β 評価を有する微細ガラス繊維を含む液体媒体生成物に対しても比較された。特に、混合層が最大で 5 % の太い細繊維含有量を含んだ試料も、最大で 3 μm の汚染物質粒子に関して、4 μm 未満の粒子に対して 1, 0 0 0 の β 評価を有するガラス繊維媒体の効率に適合することが可能であった (図 7 A ~ 図 7 B)。

【0 5 8 1】

実施例 1 0

第 1 の細繊維層の繊維直径、細繊維層の厚さ及び複合材の平均最大細孔径間の相互作用をさらに試験するために、実施例 1 ~ 8 の試料の液体濾過性能試験に耐える能力を測定した。本実例において使用される場合、「複合材」は、(例えば、細繊維の第 1、第 2 などの層を含む) 細繊維のいずれかの層及び支持層を指す。複合材は、少なくとも 1 つの細繊維の層を含む。

【0 5 8 2】

試験される各試料に関して、複合材の平均最大細孔径に対する全細繊維坪量の比率は、細繊維の第 2 の層の坪量に対してプロットされた。

【0 5 8 3】

図 1 1 中、x 軸は、細繊維の第 2 の層の坪量を示し、y 軸は、

【数 1 0】

細繊維の全坪量

全体的な複合材の最大細孔径

10

20

30

40

50

を示す。本明細書で使用される場合、「細繊維の全坪量」は、（例えば、細繊維の第1、第2などの層を含む）細繊維のいずれかの層の坪量である。

【0584】

細繊維層内の細孔径が細繊維直径、固体性及び均一性などの複数の因子に依存するため及び細繊維の坪量が繊維直径、固体性及び均一性を反映するため、細孔径値を正規化するために複合材の平均最大細孔径値に対する細繊維の全坪量の比率が使用された。

【0585】

細繊維層の全坪量は次のように計算される。

細繊維層の総坪量 = (細繊維の質量) / (スクリムの面積)

【0586】

細繊維の質量は次のように計算される。

細繊維の質量 = (溶液中のポリマー (%w/v)) × (ポンプ速度) × (紡糸時間)

【0587】

細繊維の形成方法が不明な場合、細繊維の質量は、（例えば、剥離又は離層することによる）細繊維のスクリム又は支持体からの分離後、次のように計算され得る。

細繊維の質量 = (媒体試料の総質量) - (裸スクリム又は支持体の質量)

【0588】

細繊維の第2の層の坪量に対して、複合材の最大細孔径に対する坪量の比率をプロットすることにより、F H A S Tベンチ試験中に損傷を経験するであろう細繊維層と相関する特徴（複合材の細繊維坪量及び最大細孔径）の識別が可能となる。図11に示すように、液体濾過性能試験に耐えた試料は、液体濾過性能試験に耐えられず、SEM像を使用して可視化された繊維構造への損傷及び／又はβ崩壊を示す試料から識別された。

【0589】

破線は、液体濾過性能試験に耐えることが可能であり、且つ濾過層の使用中に繊維損傷を受けないであろう複合材を、濾過層の使用中に繊維損傷を受けるであろう複合材から線引きするために期待される線の勾配を示す。図11B中の点線は、類似の勾配を有する傾向線の特性を示す。破線の下に位置する円形のデータ点は、第1の太い細繊維の層が方法4、5、6及び7に記載されるように堆積された媒体試料に対応する。

【0590】

実施例11

（液体濾過性能試験法においてさらに記載される通り、0.56フィート／分の表面速度で）最大で20psiまでF H A S Tベンチ試験中の複合材試料の試料完全性は評価され、及び各複合材の初期圧力降下は、複合材平均最大細孔径及び複合材平均中間流動細孔径に対してプロットされた。本実施例において使用される場合、「複合材」は、（例えば、細繊維の第1、第2などの層を含む）細繊維のいずれかの層及び支持層を指す。複合材は、少なくとも1つの細繊維の層を含む。

【0591】

各試料の複合材最大細孔径及び複合材中間流動細孔径は、フローポロメトリーによって測定され、及び3回の測定を平均化して、複合材平均最大細孔径及び複合材平均中間流動細孔径を得た。各試料は、混合径の細繊維及び基板を含んでいた。一部の試料は、方法1、2又は3で説明したように作製された、「太い」細繊維及び「細い」細繊維を含む細繊維の層を含んでいた。一部の試料は、方法4、5、6又は7で説明したように作製された、細繊維の第1の層及び細繊維の第2の層を含み、細繊維の第1の層は、第2の細繊維層の最小繊維の平均繊維径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含んでいた。

【0592】

結果を図12に示す。三角形は、F H A S Tベンチ試験を通じて細繊維の構造的完全性を維持した試料を表し；四角形は、F H A S Tベンチ試験中に細繊維のブローアウトが発生した試料を表す（ベータ崩壊によって示される）。2つの細繊維層を含み、第1の層が、第2の細繊維層の最小繊維の平均繊維径の少なくとも3倍の平均直径を有する細繊維を含む試料は、塗りつぶされた形状で示されている。混合径の繊維を含む1つの細繊維層を

10

20

30

40

50

含む試料は、塗りつぶされていない形状で示されている。

【0593】

1つのみの細繊維層を有する媒体試料（即ち方法1、2又は3を使用して作製された）のほとんどは、細繊維の損傷を示した（白抜きの四角形で示されている）。

【0594】

1つのみの細繊維層を有するいくつかの媒体試料は、FHA S Tベンチ試験中に最大で20 p s iに耐えた（白抜きの三角形で示されている）。理論に拘束されることを望むものではないが、被覆率（坪量）が非常に高かったため、これらの細繊維層は、試験に耐えたと考えられるが、そのような高い坪量は、高い初期圧力降下の代償を伴う。

【0595】

対照的に、方法4、5、6又は7を使用して作製された、2つの細繊維層を含むすべての媒体試料は、細繊維の構造的完全性を維持した（塗りつぶされた三角形で示されている）。

【0596】

結果は、複合材の平均最大細孔径（図12A）及び複合材の平均中間流動細孔径（図12B）の両方が、FHA S Tベンチ試験に耐える複合材の能力と相関することを示している。液体濾過中の少なくとも20 p s iの圧力降下に耐える複合材の能力と高度に相関する臨床試験は、同じ条件に耐えられない濾材よりも優れた濾過性能を示している。

【0597】

20 μ mもの複合材の平均最大細孔径を有する一部の媒体試料は、FHA S Tベンチ試験に耐えたが、一部の媒体試料が試験で不合格になり始める移行ゾーンは、14 μ m～20 μ mの複合材の平均最大細孔径を有する媒体試料で観察された。

【0598】

同様に、11 μ mもの複合材の平均中間流動細孔径を有する一部の媒体は、FHA S Tベンチ試験に耐えたが、一部の媒体試料が試験で不合格になり始める移行ゾーンは、6 μ m～11 μ mの複合材の平均最大細孔径を有する媒体試料で観察された。

【0599】

例えば、11 μ mの複合材の平均最大細孔径を有する太い細繊維支持体を含まない試料は、FHA S Tベンチ試験に耐えることができないが、11 μ mの複合材の平均最大細孔径を有する太い細繊維支持体を含む試料は、FHA S Tベンチ試験に耐えることができる。より大きい細孔径を有する細繊維試料を使用できるため、得られる複合材の有害な圧力降下なしに効率を微調整することができる。

【0600】

実施例12A

媒体試料は方法8に従って作製され、混合直径の混合繊維（0.25 μ m繊維及び1.4 μ m繊維）の層の下に、（少なくとも0.54 g / m²の坪量を有する）太い細繊維の層を含んだ。

【0601】

S E M像は、媒体モルフォロジーを制御する能力の視覚的な確認を提供した（図13A、図13B）。図13Aは、細い細繊維のみを含む媒体（図13A、パネルA）、混合直径の層状繊維を含む媒体（図13A、パネルA5、B、D5、E、I5、J）又は太い細繊維のみを含む媒体（図13A、パネルM）を示す。図13Bは、細い細繊維のみを含む媒体（図13B、パネルA）、混合直径の混合繊維を含む媒体（図13B、パネルA6、D、D6、I、I6、L）又は太い細繊維のみを含む媒体（図13B、パネルM）を示す。各パネルの文字は、表1Bで記載される電界紡糸シーケンスを示す。

【0602】

各試料の複合材最大細孔径、中間流動細孔径及び最小限細孔径は、キャピラリーフローポロメトリーによって測定された。結果を表7Aに示す。混合された混合直径細繊維構造と層状の混合直径細繊維構造の細孔径の比較を図13Cに示す。

【0603】

10

20

30

40

50

圧力降下 (dP) 値を図 13D (表 1B のセット A、セット A5、セット B、セット D5、セット E、セット I5、セット J 及びセット M) 並びに図 13E (表 1B のセット A、セット A6、セット D、セット D6、セット I、セット I6、セット L 及びセット) に示す。このプロットは、4 μm 未満の粒子に関して 1,000 の β 評価を有するか、又は 5 μm 未満の粒子に関して 1,000 の β 評価を有する細繊維を含む匹敵する液体媒体生成物の値も示す。効率値 (全体的な β 評価) を図 13F (表 1B のセット A、セット A5、セット B、セット D5、セット E、セット I5、セット J 及びセット M) 並びに図 13G (表 1B のセット A、セット A6、セット D、セット D6、セット I、セット I6、セット L 及びセット) に示す。このプロットは、4 μm 未満の粒子に関して 1,000 の β 評価を有するか、又は 5 μm 未満の粒子に関して 1,000 の β 評価を有する細繊維を含む匹敵する液体媒体生成物の値も示す。

10

【0604】

図 13D～図 13J に示すように、1% の太い細繊維含有量を有する混合繊維直径の繊維を含む媒体は、細い細繊維のみを含む媒体層と類似の効率を示すが、圧力降下の有意な改善を示す。対照的に、5% より多い太い細繊維媒体含有量を有する媒体において、圧力降下の減少は、効率の減少を伴った。(図 13E 及び図 13G を参照されたい。) 理論に束縛されることを望むことなく、混合繊維直径の繊維を含む媒体中の太い細繊維の量の増加により、細繊維構造が「開放される」と考えられる。

【0605】

実施例 12B

媒体試料は方法 10 に従って作製され、混合された 0.25 μm 繊維及び 1.4 μm 細繊維の層の下に、(少なくとも 0.54 g/m^2 の坪量を有する) 太い細繊維の層を含んだ。

20

【0606】

得られた媒体は、(それぞれ 1 分、1.4 分、2 分、2.5 分、3.6 分又は 4.5 分間供給される前駆体溶液に対して) 0.38 g/m^2 、0.53 g/m^2 、0.76 g/m^2 、0.95 g/m^2 、1.37 g/m^2 又は 1.71 g/m^2 の坪量を有する混合細繊維層を含んだ。混合細繊維層は、繊維数基準で 6.5% の太い (1.4 μm 直径) 繊維含有量を含んだ。坪量及び算出された固体性を表 7C に示す。

【0607】

各試料の複合材最大細孔径、中間流動細孔径及び最小限細孔径は、キャピラリーフローポロメトリーによって測定された。結果を表 7B 及び図 13H に示す。

30

【0608】

図 13C (実施例 12A を参照されたい) は、同じ坪量並びに細い及び太い繊維の相対量を有する試料 (例えば、表 7B の第 1 列に対して、6.5% の太い繊維含有量の 0.38 g/m^2 の支持された繊維の表 1B のセット I) に関して、細い及び太い繊維の混合は、細孔径の増加によって示されるように、細繊維構造を有意に「開放する」ことを示す。図 13H は、混合繊維被覆率が増加することによって細孔径が減少する全体的な傾向を示しており、坪量が 0.38 から 0.53 g/m^2 に増加すると、細孔径減少はより顕著である。

40

【0609】

圧力降下 (dP) 値を図 13I に示し、効率値 (全体的な β 評価) を図 13J に示す。

【0610】

実施例 12C

媒体試料を方法 12 に従って作製し、これには、太い (直径 1.4 μm) 細繊維のベース層、続いて細い (直径 0.25 μm) 細繊維の層、次に細い (直径 0.25 μm) 細繊維と太い (直径 1.4 μm) 細繊維が混合された層及びその上の太い (直径 1.4 μm) 細繊維の層が含まれていた (太い/細い/混合/太い又は L/S/混合/L)。坪量及びされた固体性を表 7D に示す。

【0611】

50

L / S / 混合 / L 媒体の細孔径を測定し、結果を図 1 3 K に示す。

【 0 6 1 2 】

得られた圧力降下 (d P) 値を図 1 3 L に示し、効率値 (全体的な β 評価) を図 1 3 M に示す。

【 0 6 1 3 】

【表 1 5】

表 7D. 坪量及び算出された固体性のまとめ

	坪量	固体性**
100% 細い	0.22 g/m ²	37
混合 2% 太い	0.30 g/m ²	37
混合 4% 太い	0.35 g/m ²	37
混合 6.5% 太い	0.38 g/m ²	36
混合 11% 太い	0.43 g/m ²	35
混合 17% 太い	0.46 g/m ²	40
100% 太い	0.54 g/m ²	39

** Kirsch-Fuch 方程式から誘導される

【 0 6 1 4 】

【表 1 6】

表 7A. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定まとめ

	最大細孔径 (μm)	中間流動細孔径 (μm)	最小細孔径 (μm)
Cerex のみ (裸スクリーン)	65.1 $\pm$ 15.6	48.5 $\pm$ 10.0	23.6 $\pm$ 11.7
セット A – 100% 細い細繊維	6.2 $\pm$ 2.5	3.4 $\pm$ 0.5	3.2 $\pm$ 0.4
セット A5 – 1% 太い細繊維, 層状	7.4 $\pm$ 2.8	3.8 $\pm$ 0.8	3.5 $\pm$ 0.7
セット B – 2% 太い細繊維, 層状	7.3 $\pm$ 2.5	3.3 $\pm$ 0.7	2.9 $\pm$ 0.5
セット D5 – 4% 太い細繊維, 層状	9.0 $\pm$ 5.5	3.8 $\pm$ 1.0	3.4 $\pm$ 0.7
セット E – 6.5% 太い細繊維, 層状	4.9 $\pm$ 2.1	3.4 $\pm$ 1.2	3.1 $\pm$ 0.9
セット I5 – 11% 太い細繊維, 層状	6.7 $\pm$ 0.6	4.4 $\pm$ 0.4	3.9 $\pm$ 0.2
セット J – 17% 太い細繊維, 層状	10.5 $\pm$ 1.5	6.1 $\pm$ 0.6	5.4 $\pm$ 0.5
セット A6 – 1% 太い細繊維, 混合	5.3 $\pm$ 3.0	3.3 $\pm$ 1.2	2.9 $\pm$ 1.0
セット D – 2% 太い細繊維, 混合	8.2 $\pm$ 1.0	4.6 $\pm$ 1.1	4.0 $\pm$ 0.9
セット D6 – 4% 太い細繊維, 混合	9.6 $\pm$ 2.8	4.6 $\pm$ 0.9	4.1 $\pm$ 0.8
セット I – 6.5% 太い細繊維, 混合	10.3 $\pm$ 2.5	4.8 $\pm$ 0.6	4.2 $\pm$ 0.6
セット I6 – 11% 太い細繊維, 混合	7.2 $\pm$ 0.9	4.7 $\pm$ 0.6	4.2 $\pm$ 0.7
セット L – 17% 太い細繊維, 混合	8.2 $\pm$ 0.9	4.8 $\pm$ 0.2	4.3 $\pm$ 0.2
セット M – 100% 太い細繊維	11.8 $\pm$ 1.2	6.9 $\pm$ 0.5	6.0 $\pm$ 0.4

【 0 6 1 5 】

10

20

30

40

50

【表 17】

表 7B. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定のとめ。

	最大細孔径 (μm)	中間流動細孔径 (μm)	最小細孔径 (μm)
混合 - 0.38 g/m ²	17.3 ± 2.7	9.2 ± 3.3	6.3 ± 3.1
混合 - 0.53 g/m ²	9.1 ± 3.3	5.0 ± 2.1	4.2 ± 1.8
混合 - 0.76 g/m ²	7.7 ± 4.1	4.7 ± 2.0	3.9 ± 1.4
混合 - 0.95 g/m ²	8.3 ± 1.9	5.4 ± 1.0	4.7 ± 0.9
混合 - 1.37 g/m ²	4.8 ± 2.2	3.4 ± 1.4	3.0 ± 1.1
混合 - 1.71 g/m ²	1.9 ± 0.4	1.5 ± 0.3	1.4 ± 0.2

10

【0616】

【表 18】

表 7C. 坪量及び算出された固体性のとめ

	坪量	固体性**
混合/ 同時紡糸	0.38 g/m ²	34
混合/ 同時紡糸	0.53 g/m ²	37
混合/ 同時紡糸	0.76 g/m ²	36
混合/ 同時紡糸	0.95 g/m ²	34
混合/ 同時紡糸	1.37 g/m ²	33
混合/ 同時紡糸	1.71 g/m ²	35

20

** Kirsch-Fuch 方程式から誘導される

【0617】

実施例 13A

媒体試料は方法 9 に従って作製され、混合された 0.5 μm の繊維及び 1.4 μm の繊維の層の下に、（少なくとも 0.54 g/m² の坪量を有する）太い細繊維の層を含んだ。

30

【0618】

SEM 像は、媒体モルフォロジーを制御する能力の視覚的な確認を提供した（図 14A、図 14B）。図 14A は、細い細繊維のみを含む媒体（図 14A、パネル A）、混合直径の層状繊維を含む媒体（図 14A、パネル B、E、J）又は太い細繊維のみを含む媒体（図 14A、パネル M）を示す。図 14B は、細い細繊維のみを含む媒体（図 14B、パネル A）、混合直径の混合繊維を含む媒体（図 14B、パネル D、I、L）又は太い細繊維のみを含む媒体（図 14B、パネル M）を示す。各パネルの文字は、表 1C で記載される電界紡糸シーケンスを示す。

【0619】

各試料の複合材最大細孔径、中間流動細孔径及び最小限細孔径は、キャピラリーフローポロメトリーによって測定された。結果を表 8A に示す。混合された混合直径細繊維構造と層状の混合直径細繊維構造の細孔径の比較を図 14C に示す。

40

【0620】

実施例 8 で見られるように、細い細繊維のネットワーク中での混合された太い細繊維の導入により、それらの層に関して観察されるより高い坪量にもかかわらず、細い細繊維のみを含む層と比較して、細孔径が増加した（表 8A 及び図 14C を参照されたい）。

【0621】

HEFS ベンチ試験による空気濾過性能の評価の結果を表 8B に示す。性能指数（FOM）値を表 8B 及び図 14D に示す。圧力降下（dP）値を表 8B 及び図 14E（表 1C

50

のセットA、セットB、セットE、セットJ及びセットM並びに図14F（表1CのセットA、セットD、セットI、セットL及びセットM）、図14E及び図14Fに示す。このプロットは、4 μm 未満の粒子に関して1,000の β 評価を有するか、又は5 μm 未満の粒子に関して1,000の β 評価を有する細繊維を含む匹敵する液体媒体生成物の値も示す。効率値（全体的な β 評価）を図14G（表1CのセットA、セットB、セットE、セットJ及びセットM）並びに図14H（表1CのセットA、セットD、セットI、セットL及びセットM）に示す。このプロットは、4 μm 未満の粒子に関して1,000の β 評価を有するか、又は5 μm 未満の粒子に関して1,000の β 評価を有する細繊維を含む匹敵する液体媒体生成物の値も示す。

【0622】

これらの結果は、種々の構造を通して比較可能な圧力降下値（例えば、2～3 mm H₂O）において、38%の太い繊維含有量を有する層状構造が最も高い効率及び最良のFOMを示したことを示す。そのうえ、上記で示したように他の細い及び太い繊維直径の組合せを有する類似の構造の比較（例えば、0.25 μm ／1 μm 及び0.25 μm ／1.4 μm ）により、組合せ0.5 μm ／1.4 μm 直径繊維は、最適の媒体濾過性能を与えない（より低い効率及びより高い圧力降下）ことが示される。

【0623】

実施例13B

媒体試料は方法11に従って作製され、混合された0.5 μm の繊維及び1.4 μm の繊維の層の下に、（少なくとも0.54 g／m²の坪量を有する）太い細繊維の層を含んだ。

【0624】

得られた混合細繊維層は、（それぞれ2分、3分、4分又は5分間供給される前駆体溶液に対して）0.84 g／m²、1.25 g／m²、1.67 g／m²又は2.09 g／m²の坪量を有した。混合細繊維層は、繊維数基準で17%の太い繊維（1.4 μm 直径）含有量を含んだ。

【0625】

HEFSベンチ試験による空気濾過性能の評価の結果を表8B及び図14Iに示す。これらの結果は、0.5 μm 及び1.4 μm 繊維の混合構造により、効率の相応した改善を伴わずに、圧力降下（dP）の急激な増加のため、FOMが犠牲となる可能性があることを実証する。例えば、0.84 g／m²から2.09 g／m²まで坪量が増加すると、浸透率は約半分に減少する（39.9から22.22）が、dPは約2倍になる（4.4から8 mm H₂O）。

【0626】

【表19】

表8A. キャピラリーフローポロメトリーによる細孔径測定の結果

	最大細孔径 (μm)	中間流動細孔径 (μm)	最小細孔径 (μm)
Cerexのみ (裸スクリーン)	65.1 $\pm$ 15.6	48.5 $\pm$ 10.0	23.6 $\pm$ 11.7
セットA - 100% 細い細繊維	7.0 $\pm$ 4.7	2.8 $\pm$ 0.3	2.5 $\pm$ 0.3
セットB - 6% 太い細繊維, 層状	11.3 $\pm$ 3.0	3.5 $\pm$ 0.3	3.2 $\pm$ 0.3
セットE - 17% 太い細繊維, 層状	6.1 $\pm$ 1.4	3.7 $\pm$ 0.4	3.3 $\pm$ 0.3
セットJ - 38% 太い細繊維, 層状	9.0 $\pm$ 1.4	5.6 $\pm$ 1.0	5.0 $\pm$ 0.7
セットD - 6% 太い細繊維, 混合	9.3 $\pm$ 1.9	4.4 $\pm$ 0.3	3.6 $\pm$ 0.5
セットI - 17% 太い細繊維, 混合	9.0 $\pm$ 1.0	4.4 $\pm$ 0.8	3.5 $\pm$ 0.8
セットL - 38% 太い細繊維, 混合	15.1 $\pm$ 2.2	8.1 $\pm$ 0.4	6.6 $\pm$ 0.5
セットM - 100% 太い細繊維	16.5 $\pm$ 7.1	8.1 $\pm$ 2.3	6.2 $\pm$ 1.1

【0627】

【表 20】

表 8B. HEFS から測定された FOM 値のまとめ

	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
Cerex のみ (裸スクリム)	98.7	0.7	14
セット A - 100% 細い細繊維	53	2.8	166.8256
セット B - 6% 太い細繊維, 層状	59.7	2.4	158.1367
セット E - 17% 太い細繊維, 層状	58.7	2.3	170.4159
セット J - 38% 太い細繊維, 層状	44	3	201.3455
セット D - 6% 太い細繊維, 混合	61.3	2.6	137.5523
セット I - 17% 太い細繊維, 混合	55.9	3	141.6751
セット L - 38% 太い細繊維, 混合	63.5	2.5	135.4566
セット M - 100% 太い細繊維	71.5	2	122.5782

10

【0628】

【表 21】

表 8C. HEFS から測定された FOM 値のまとめ

	% 浸透率	dP (mm H ₂ O)	FOM
混合 - 0.84 g/m ²	39.9	4.4	153.637
混合 - 1.25 g/m ²	38.2	5	143.5212
混合 - 1.67 g/m ²	30.7	5.8	148.79
混合 - 2.09 g/m ²	22.2	8	139.3554

20

【0629】

30

40

50

【表 2 2】

表 9. (4 μm 未満の粒子に対して β = 1000 を有するガラス繊維含有媒体に対してベンチマークされた) 3 μm 粒子に関する初期圧力降下(dP)及び全体的な効率率(β 値)の比較

	方法	クリーンな媒体の dP (psi)	dP における% 改善*	全体的なβ (3 μm)	全体的な β における% 改善*
ガラス (4 μm 未満に 対してβ=1000)	該当せず	5.72	-	696	-
0.25 μm 細い及び 1 μm 太い繊維					
支持された同時紡糸 1.9 g/m ² 10% 太い	方法 7	1.79	69	239	(-66)
L/S/混合/L - 2% 太い	方法 6, 表 1A, セット A6	3.07	46	487	(-30)
支持された層状 - 5% 太い	方法 4, 表 1A, セット B	0.84	85	65	(-91)
支持された - 100% 細い 1 g/m ²	方法 4, 表 1A, セット A	3.63	37	916	32
0.5 μm 細い及び 1.4 μm 太い繊維					
支持された 100% 細い	方法 9, 表 1C, セット A	0.93	84	108	(-84)
0.25 μm 細い及び 1.4 μm 太い繊維					
支持された同時紡糸 1.71 g/m ² 6.5% 太い	方法 10	2.67	53	1358	95
L/S/混合/L - 100% 細い	方法 12, 表 1B, セット A	3.11	46	2607	275
L/S/混合/L - 17% 太い	方法 12, 表 1B, セット L	2.36	59	602	(-14)
支持された層状 - 1% 太い	方法 8, 表 1B, セット A5	1.11	81	205	(-71)
L/S/S/S/L	方法 13	3.76	34	6685	860

*% 改善は、[(試験値 - ガラス値)/ガラス値]x100 としてガラス繊維含有媒体 (公称β<4μm = 1,000)に対して報告され、負の記号及び括弧は劣等性能を示すために加えられる

【0 6 3 0】

実施例 1 4

本実施例は、細い（直径 0.25 μm又は0.5 μm）及び太い（直径 1 μm又は1.4 μm）繊維を組み込んだ媒体の3つのセットからの（3 μm粒子に対する圧力降下及び効率に関しての）最良性能の試料の比較を記載する。繊維直径の組合せは、0.25 μm及び1 μm；0.5 μm及び1.4 μm；並びに0.25 μm及び1.4 μmを含んだ。

【0 6 3 1】

結果を表 9 にまとめる。（4 μm未満の粒子に対して β = 1000 を有するガラス繊維含有媒体に対してベンチマークされた）3 μm粒子に対する初期圧力降下（d P）及び全

10

20

30

40

50

体的な効率（ β 値）の改善百分率を図 15 A に示す。図 15 A に示すように、4 つの構造は、ガラス繊維含有媒体と比較して、全体的な効率及び dP の両方において有意な改善を示した。このプロットにおいて、カドラント I は、標的領域（すなわちガラス繊維含有媒体と比較される dP 及び β の両方における利益）である。特に、混合繊維直径媒体構造のいずれも、カドラント I I I（ガラス繊維含有媒体と比較される dP 及び β の両方における低下）まで低下しなかった。図 15 B に示すように、混合繊維直径媒体構造のすべては、種々の粒子径に関して（ $\beta = 1000$ を有する）ガラス含有媒体構造に匹敵するか又はそれより良好な圧力降下を示す。

【0632】

混合繊維直径媒体構造は、広範囲にわたるプロセスウィンドウを使用して製造可能であるため、所望の効率は標的とされ得る。

【0633】

実施例 15

方法 12（L / S / 表 1 B、セット M / L）に従って作製された試料を、「細繊維層の厚さ」の方法に従って分析した。例示的な画像を図 16 A に示し、細繊維層の全深さを断面で確認でき、支持層の繊維を画像の下部で部分的に確認することができる。

【0634】

図 16 B は、多角形ツールを使用した細繊維の断面の描写を示す。図 16 C は、選択された細繊維の断面の外側の領域が除去された後の画像を示す。図 16 D は、（選択されたセクションの境界上の繊維を補償するために）閾値ツールを使用して白に再着色された後の選択された細繊維の断面の領域を示し、破線は、測定され、記録される画像の最大厚さ（ $5.97 \mu\text{m}$ ）を示す。これらの最大値の 5 つを最も近い 10 分の 1 ミクロンに四捨五入し、次にこれらの四捨五入した値を平均化した。結果を表 5 に示す。

【0635】

本明細書で引用されたすべての特許、特許出願及び刊行物並びに電子的に入手可能な資料の完全な開示は、参照により組み込まれる。本出願の開示と、参照により本明細書に組み込まれる文献の開示との間にいかなる矛盾が存在する場合にも、本出願の開示が優先するものとする。前述の詳細な説明及び実施例は、理解を明確にするためにのみ提供した。これらから不必要な限定が何らなされることはない。本発明は、図示及び説明された正確な詳細に限定されるものではなく、当業者に明らかな変形形態は、特許請求の範囲によって規定される本発明に含まれることになる。

10

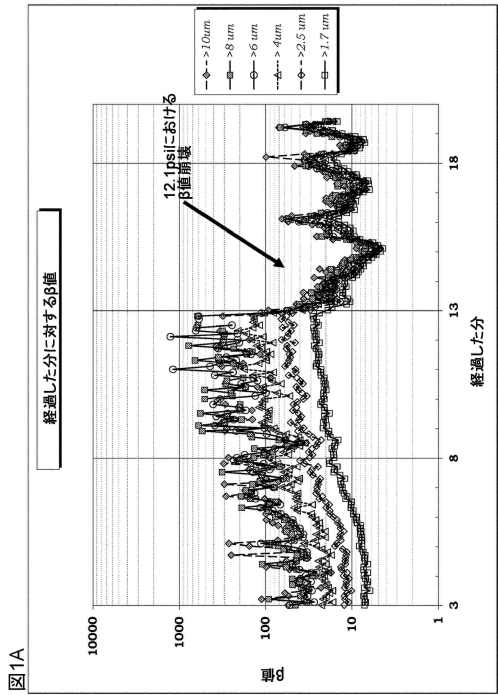
20

30

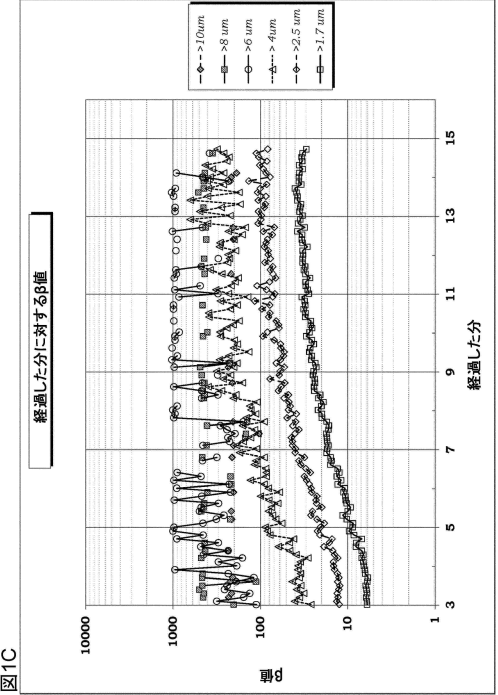
40

50

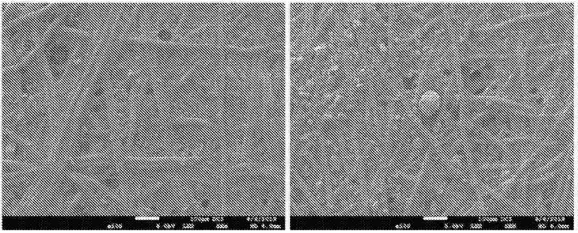
【図面】
【図 1 A】



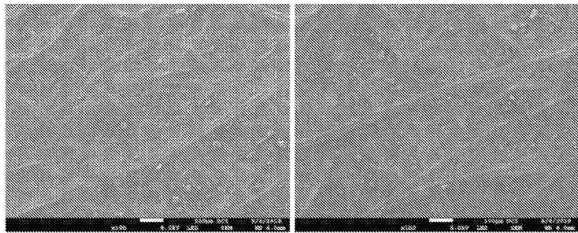
【図 1 C】



【図 1 B】
FIG. 1B



【図 1 D】
FIG. 1D



10

20

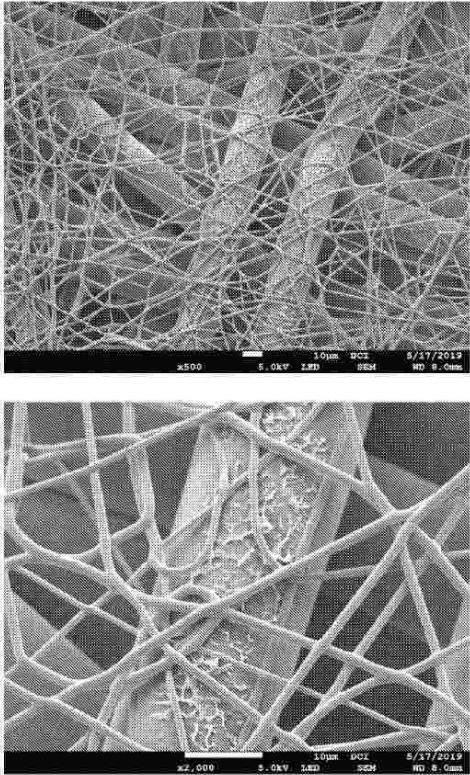
30

40

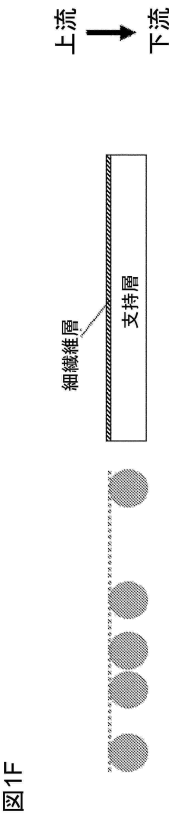
50

【図 1 E】

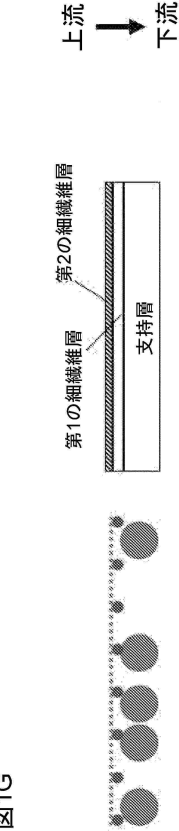
FIG. 1E



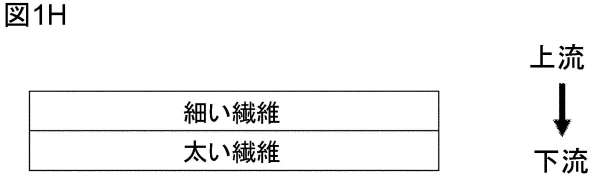
【図 1 F】



【図 1 G】



【図 1 H】



【図 1 I】

図 1I

混合された細い/太い繊維
太い繊維

【図 1 J】

図 1J

上流
↓
下流

太い繊維
細い繊維
太い繊維

上流
↓
下流

【図 1 K】

図 1K

太い繊維
混合された細い/太い繊維
太い繊維

【図 1 L】

図 1L

上流
↓
下流

太い繊維
細い繊維
太い繊維
細い繊維
太い繊維

上流
↓
下流

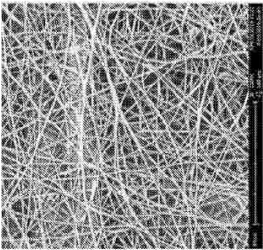
10

【図 1 M】

図 1M

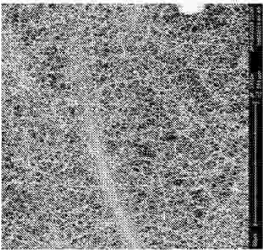
太い繊維
混合された細い/太い繊維
細い繊維
太い繊維

【図 2 A】



20

上流
↓
下流



30

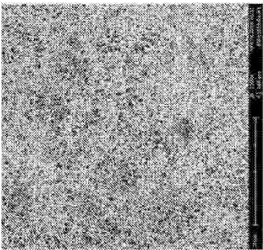
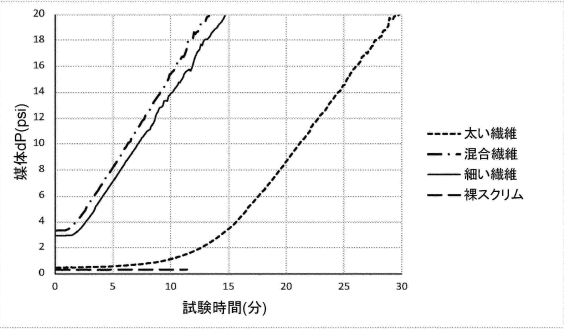


FIG. 2A

40

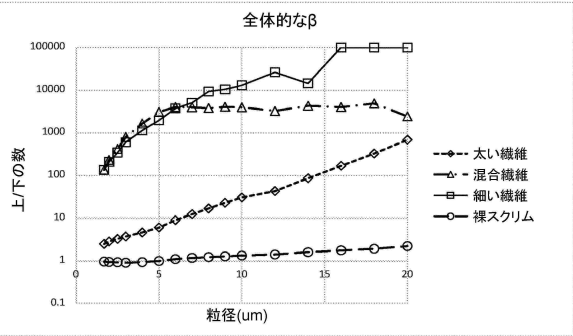
【図 2 B】

図2B



【図 2 C】

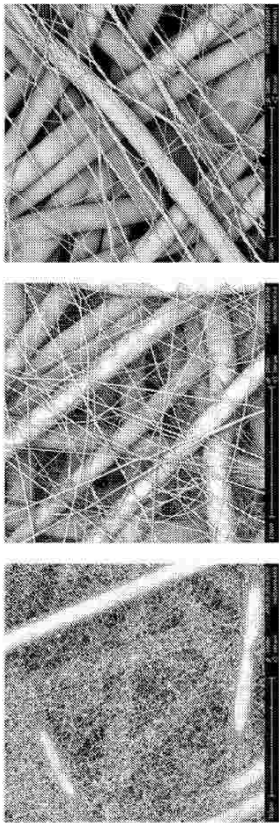
図2C



10

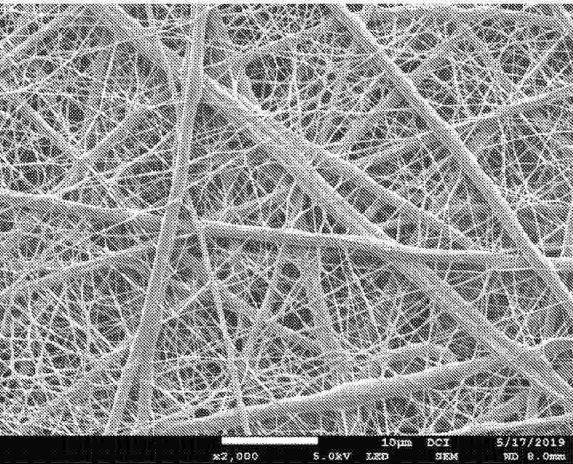
【図 3 A】

FIG. 3A



【図 3 B】

FIG. 3B



20

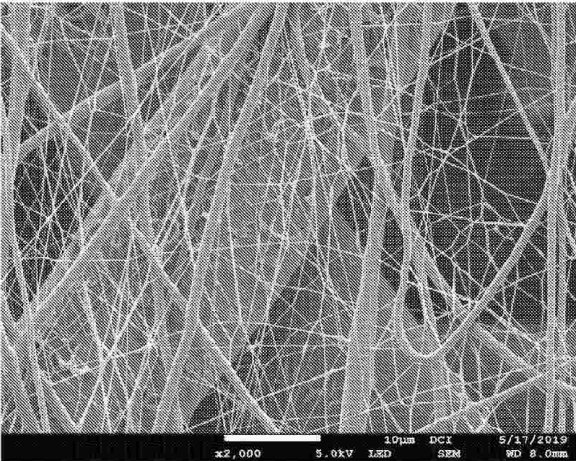
30

40

50

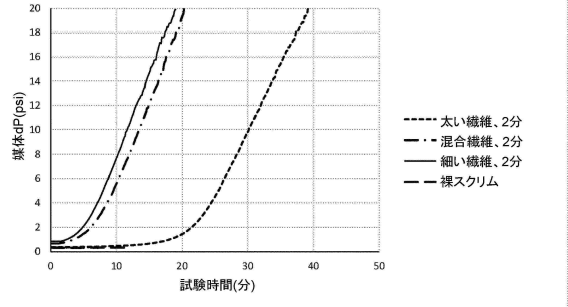
【図 3 C】

FIG. 3C



【図 3 D】

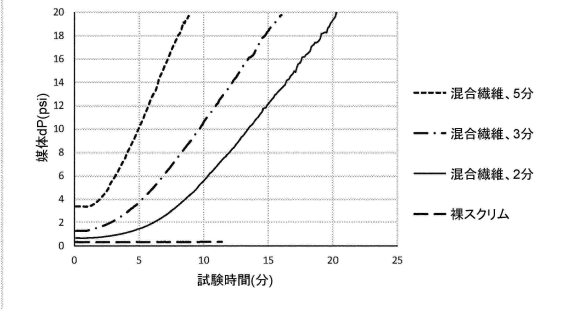
図3D



10

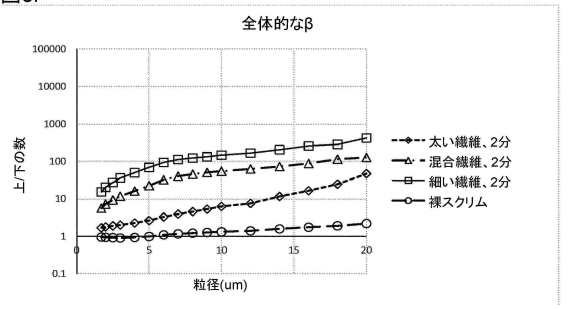
【図 3 E】

図3E



【図 3 F】

図3F



20

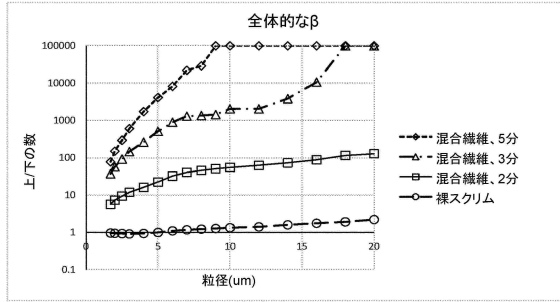
30

40

50

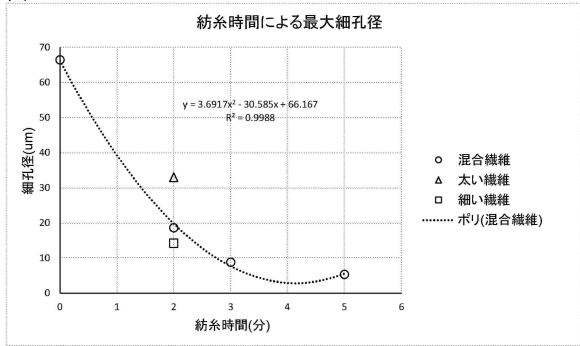
【図 3 G】

図3G

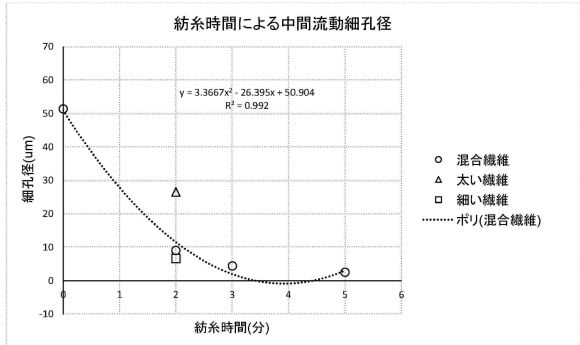


【図 3 H】

図3H



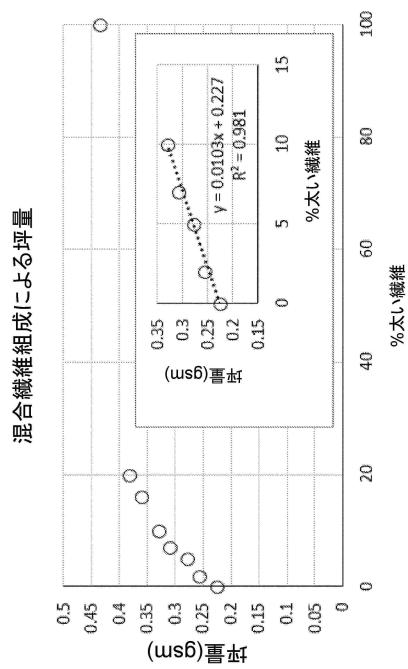
10



20

【図 4】

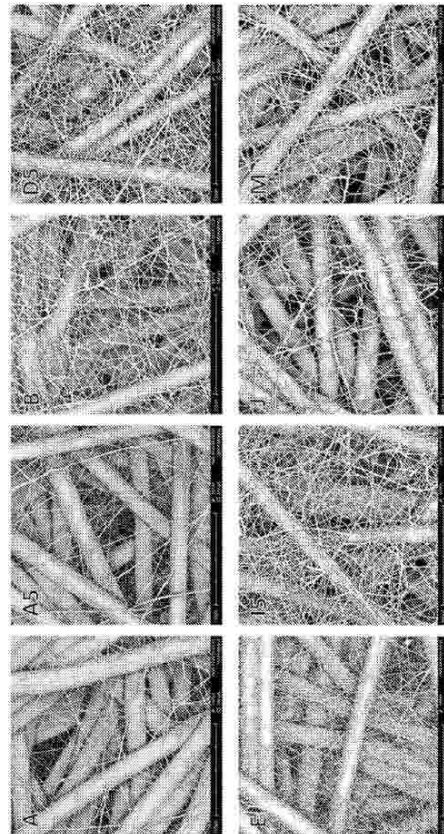
図4



30

【図 5 A】

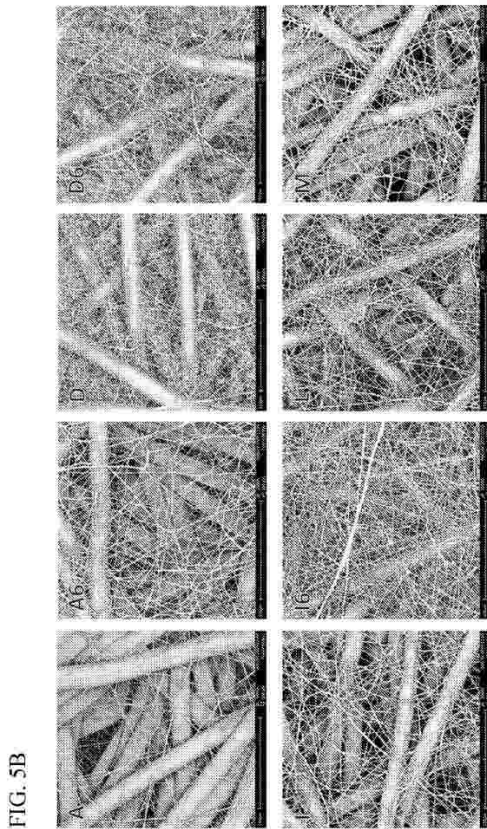
FIG. 5A



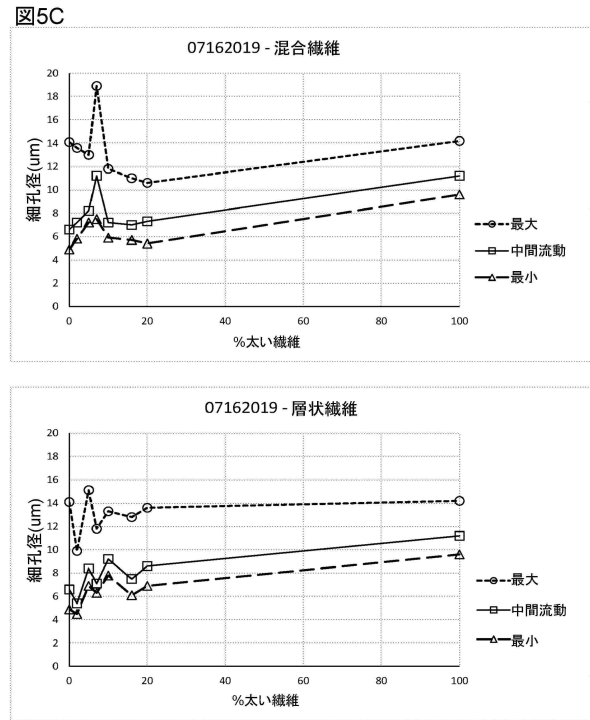
40

50

【図 5 B】



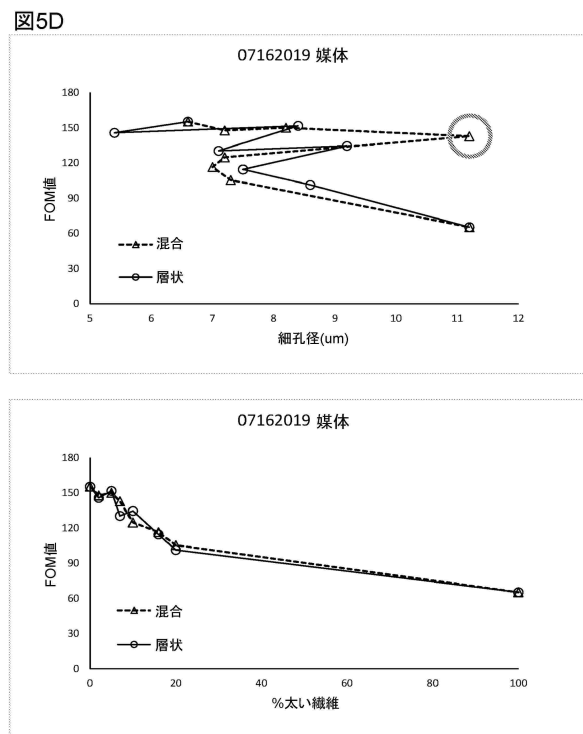
【図 5 C】



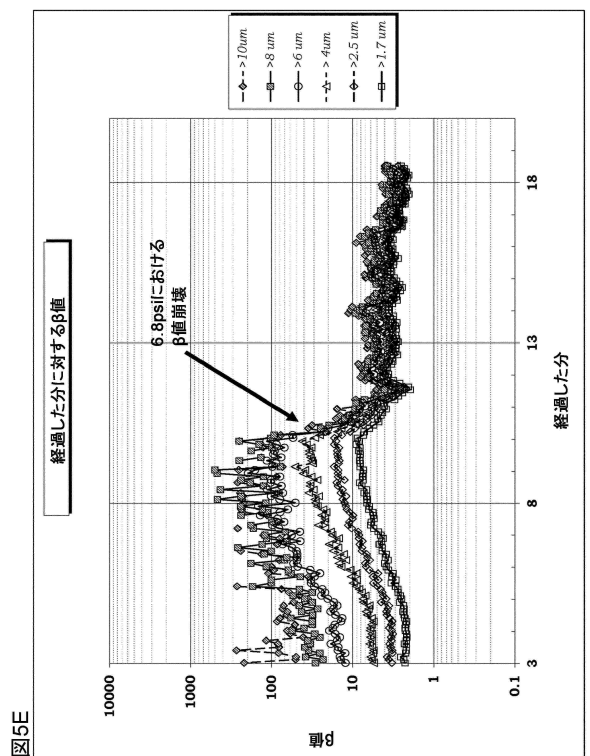
10

20

【図 5 D】



【図 5 E】

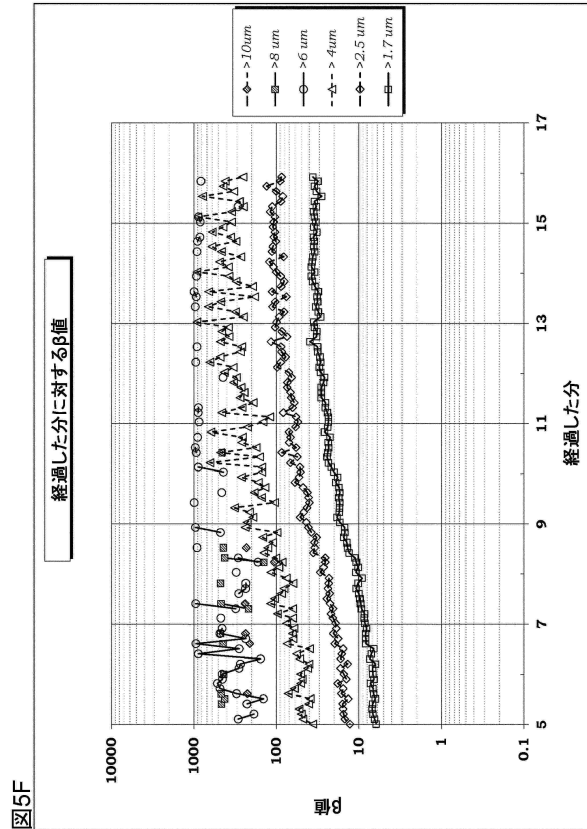


30

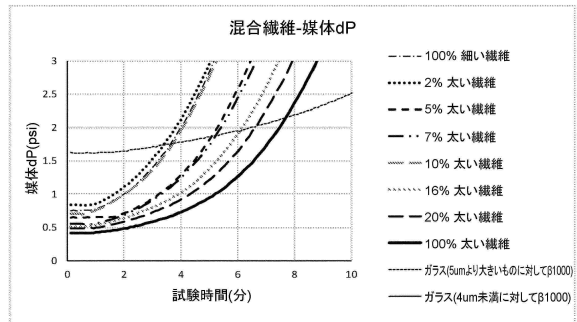
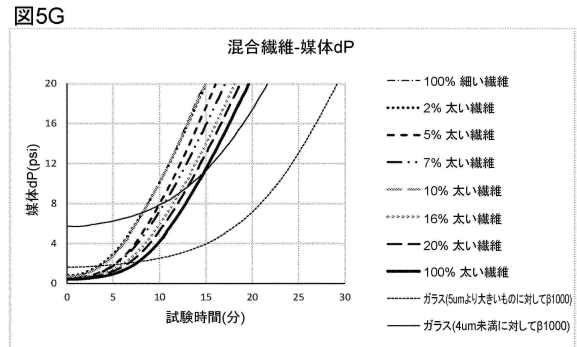
40

50

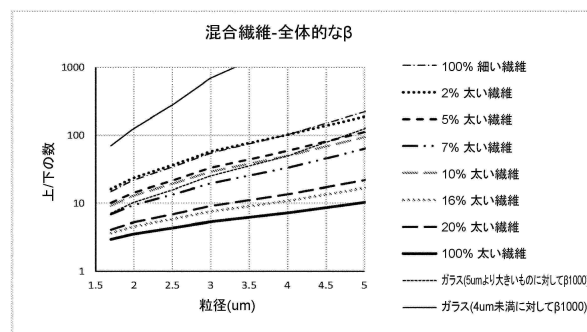
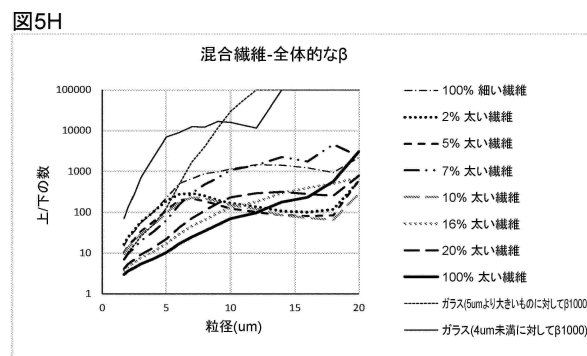
【図 5 F】



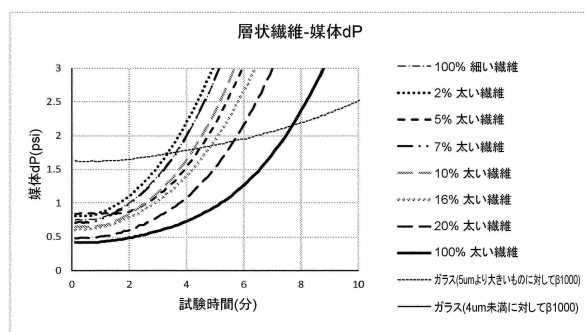
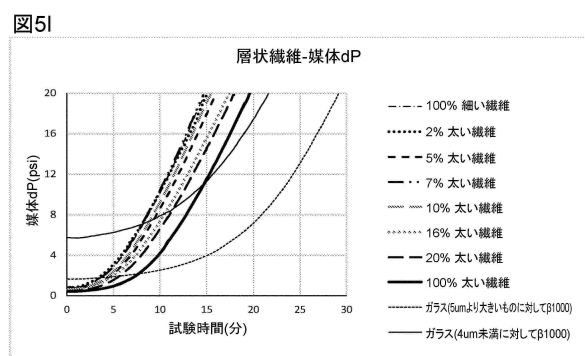
【図 5 G】



【図 5 H】



【図 5 I】



10

20

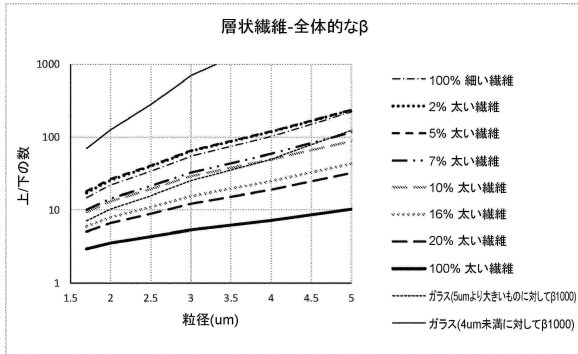
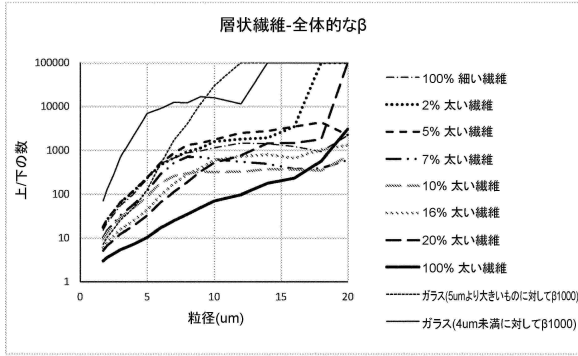
30

40

50

【図 5 J】

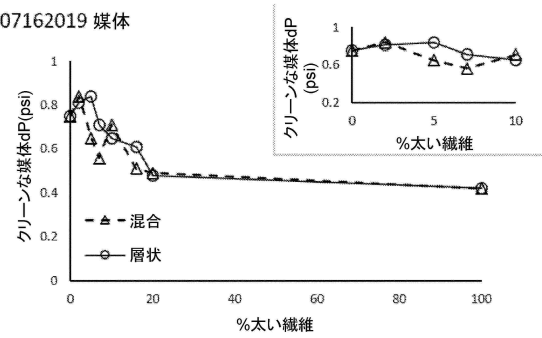
図5J



【図 5 K】

図5K

07162019 媒体

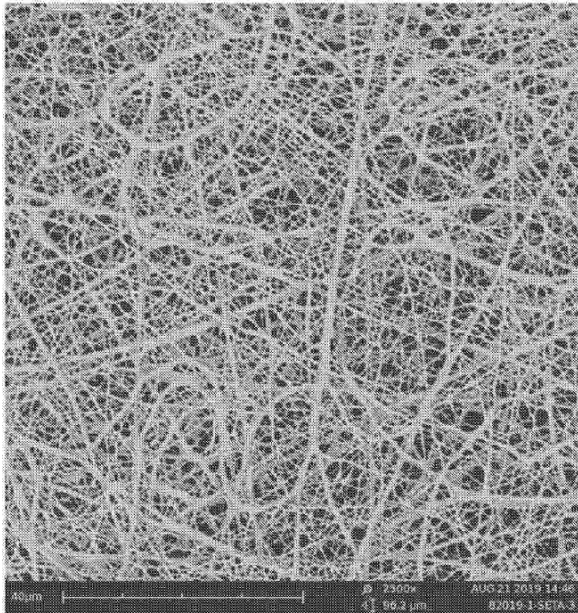


10

20

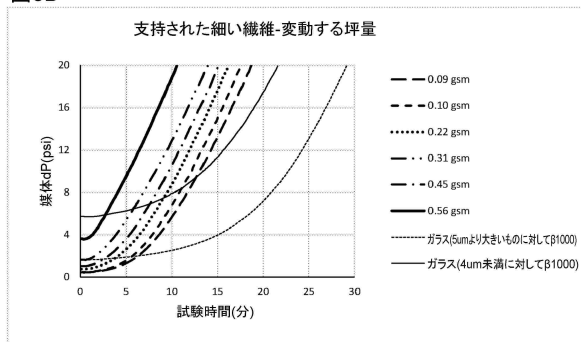
【図 6 A】

FIG. 6A



【図 6 B】

図6B



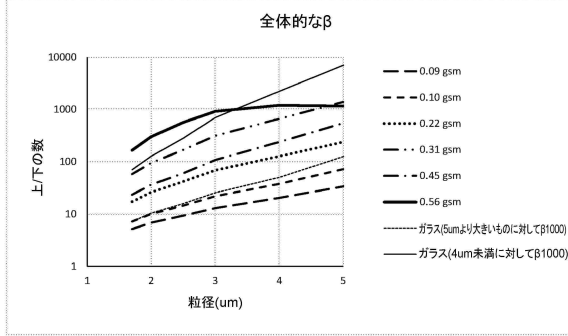
30

40

50

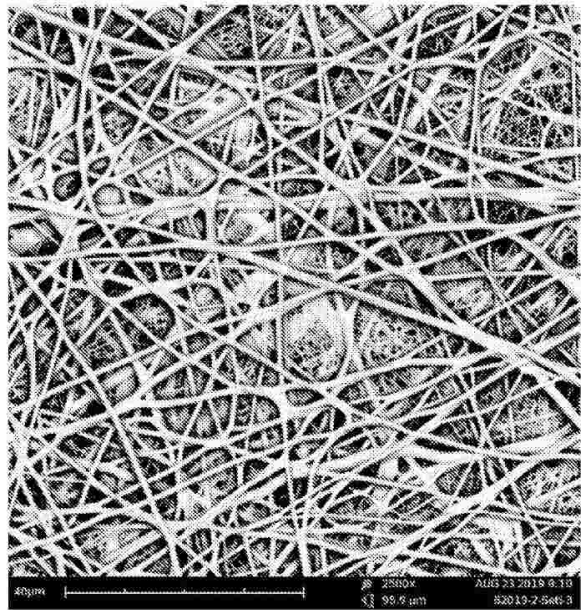
【図 6 C】

図6C



【図 7 A】

FIG. 7A

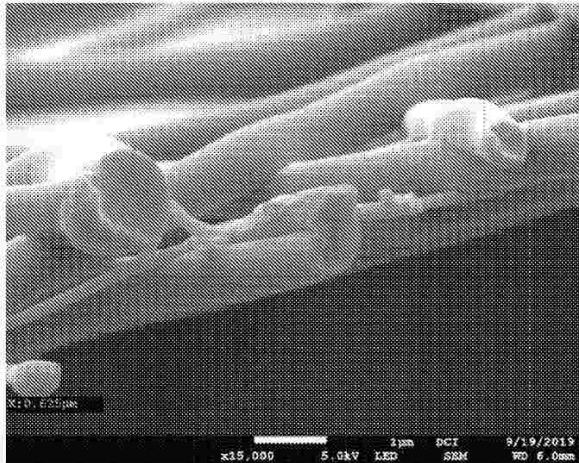


10

20

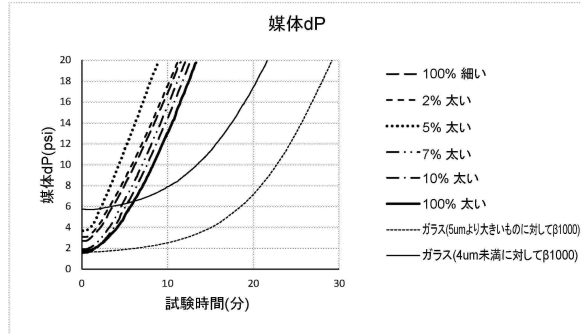
【図 7 B】

FIG. 7B



【図 7 C】

図7C



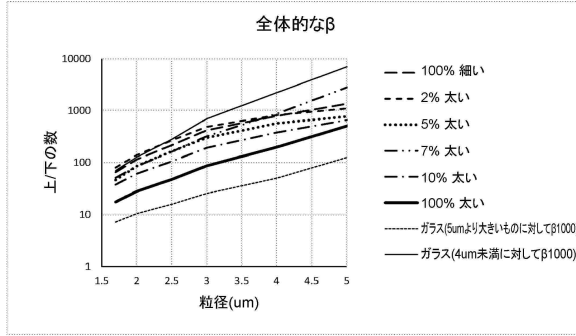
30

40

50

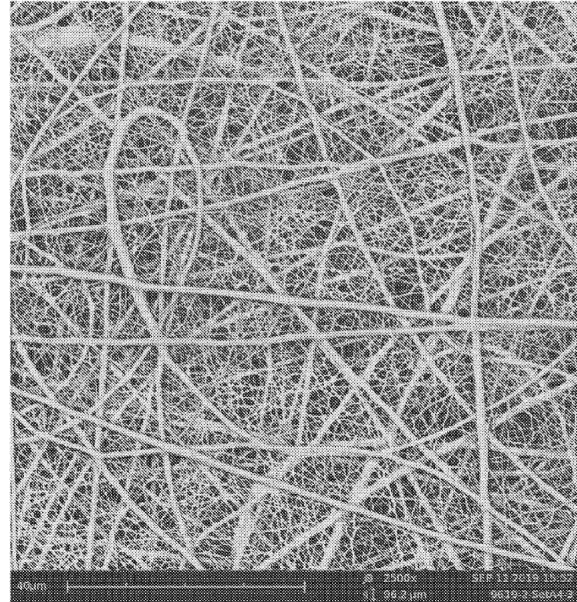
【図 7 D】

図7D



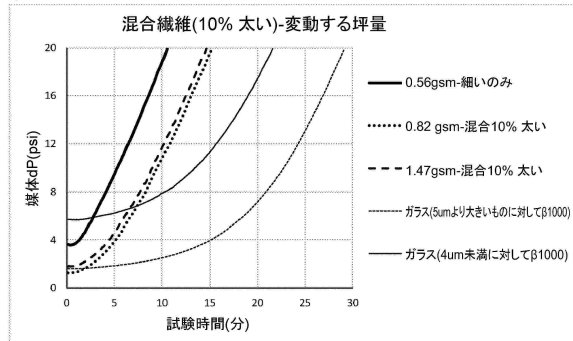
【図 8 A】

FIG. 8A



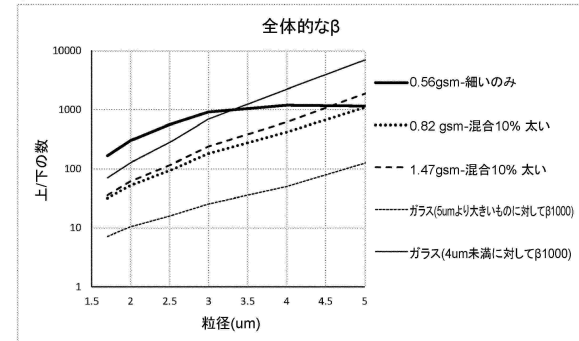
【図 8 B】

図8B



【図 8 C】

図8C



10

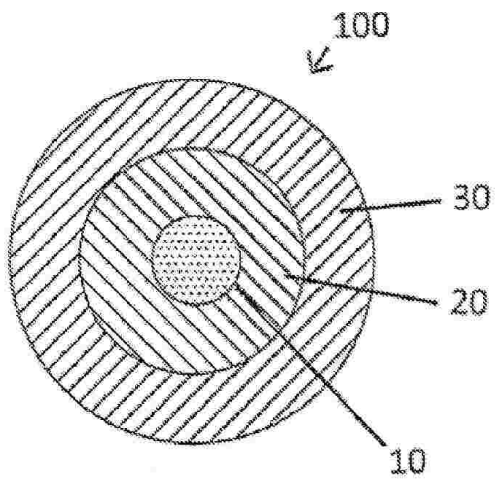
20

30

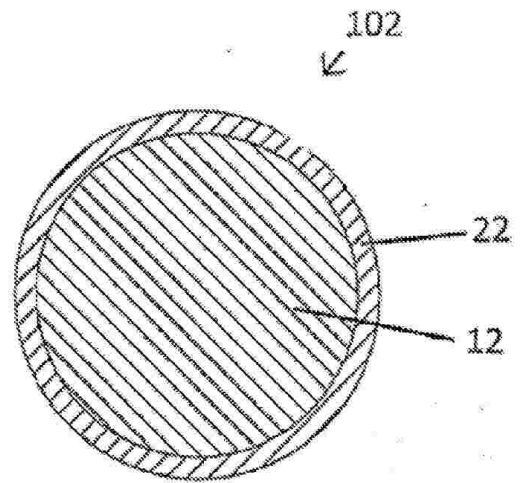
40

50

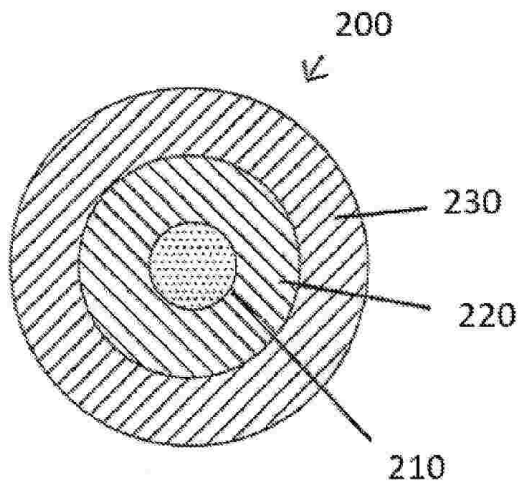
【図 9 A】
FIG. 9A



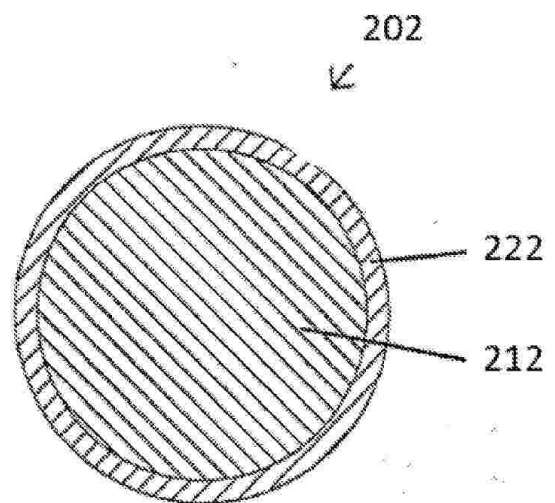
【図 9 B】
FIG. 9B



【図 10 A】
FIG. 10A



【図 10 B】
FIG. 10B



10

20

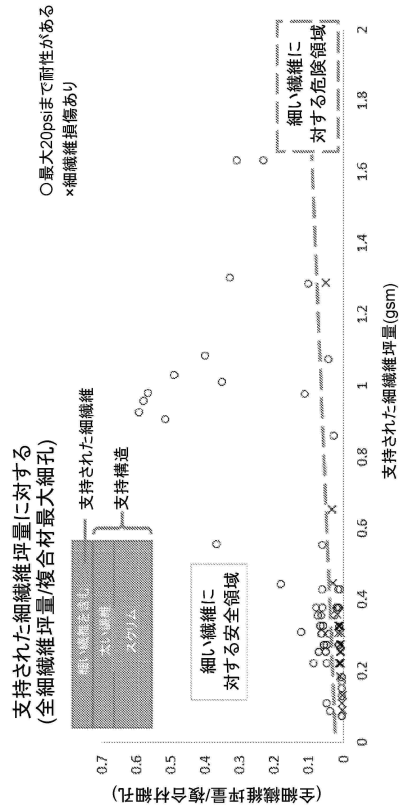
30

40

50

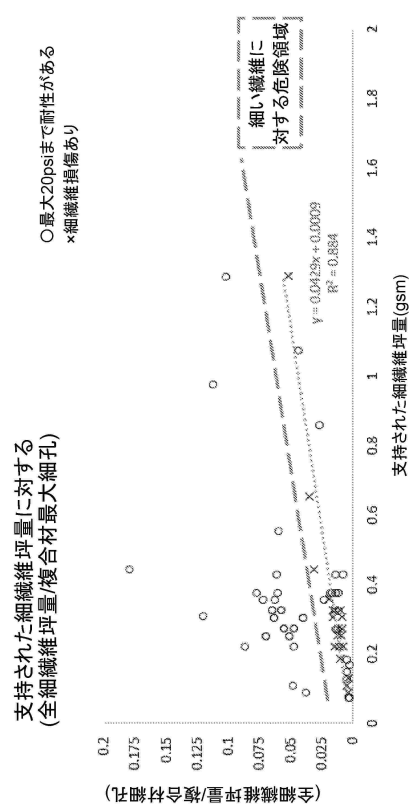
【図 1 1 A】

図 11A



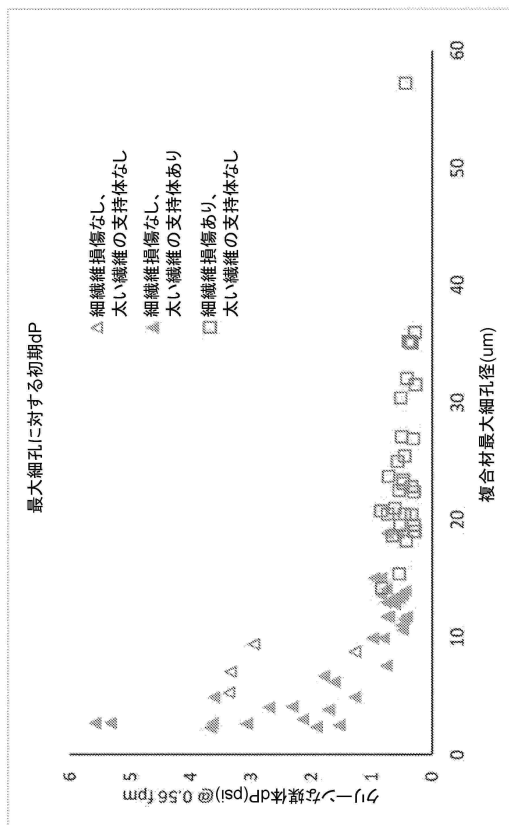
【図 1 1 B】

図 11B



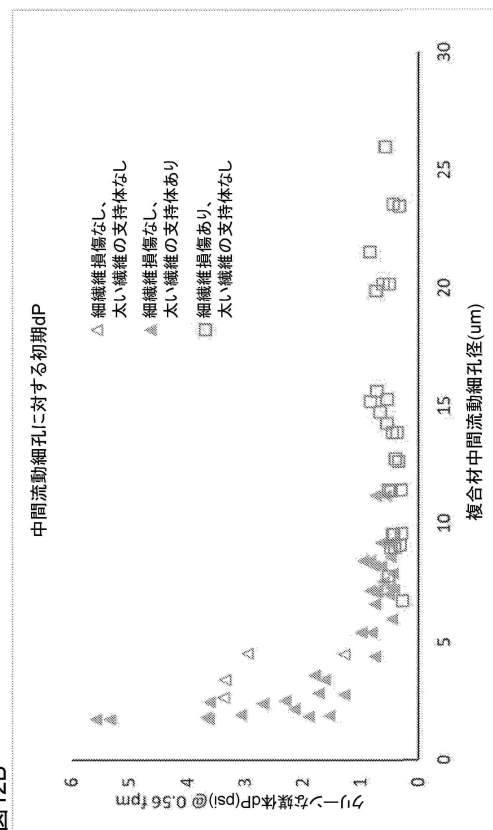
【図 1 2 A】

図 12A



【図 1 2 B】

図 12B



10

20

30

40

50

【図 13 A】

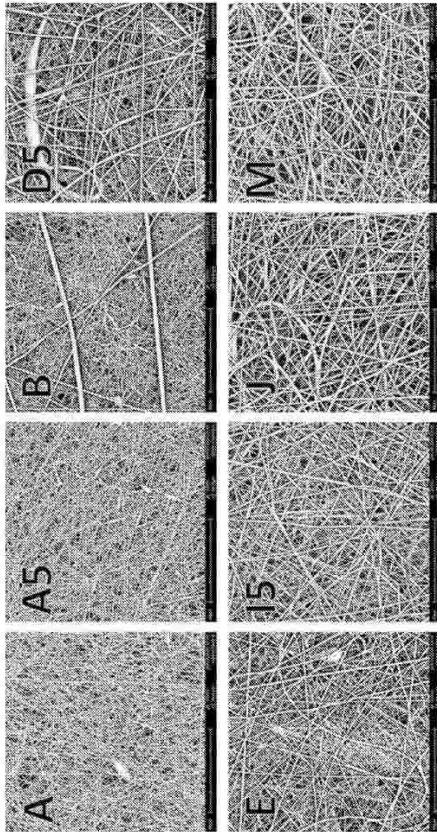


FIG. 13A

【図 13 B】

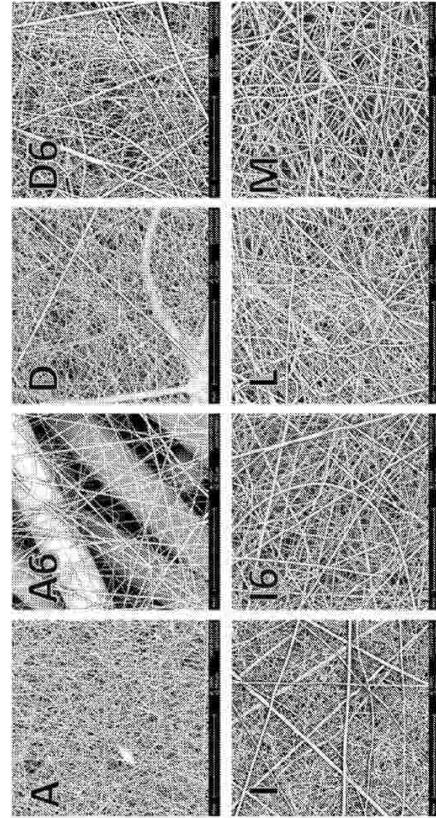
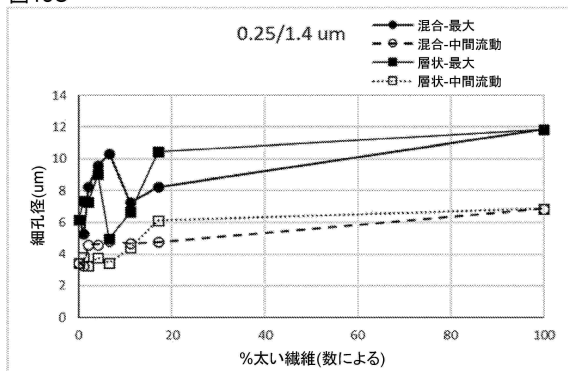


FIG. 13B

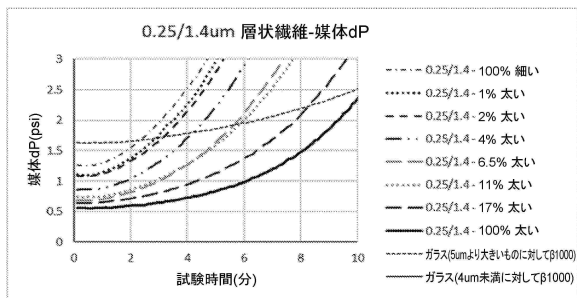
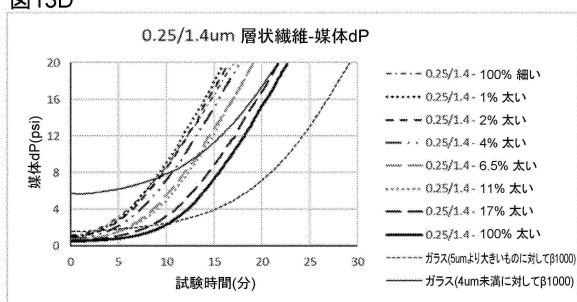
【図 13 C】

図13C



【図 13 D】

図13D



10

20

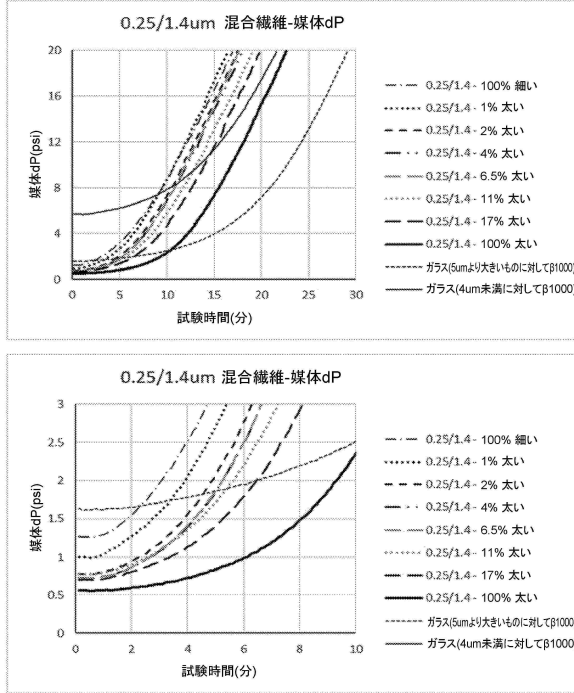
30

40

50

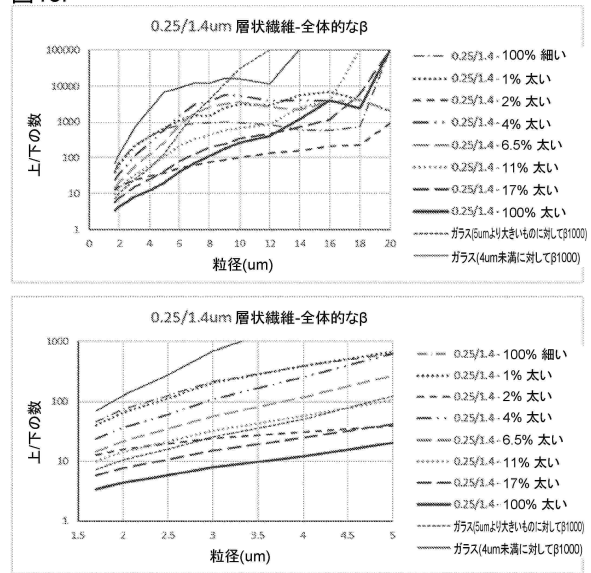
【図 13 E】

図13E



【図 13 F】

図13F

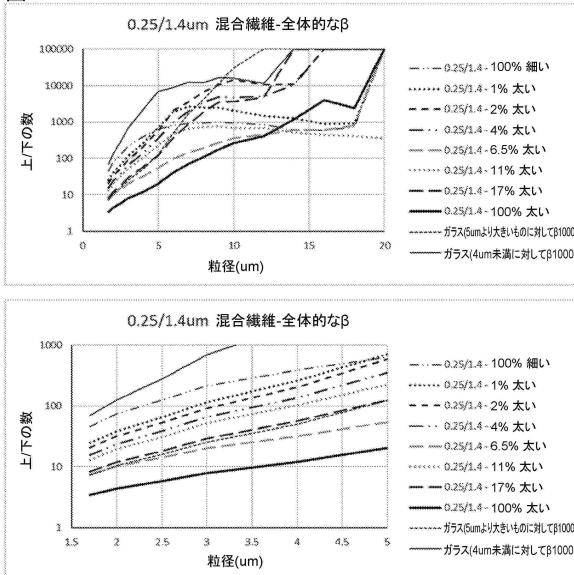


10

20

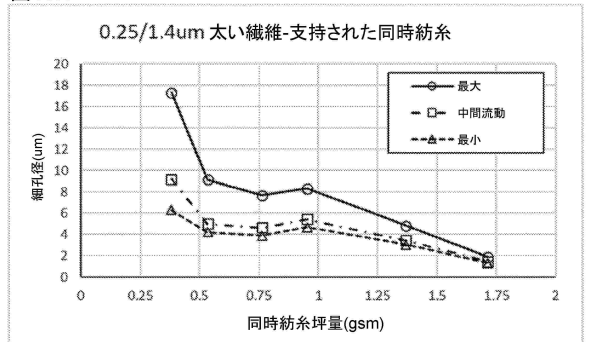
【図 13 G】

図13G



【図 13 H】

図13H



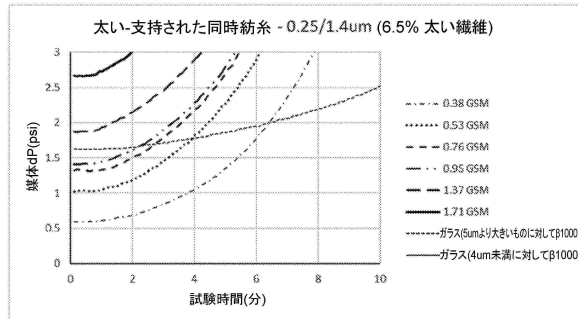
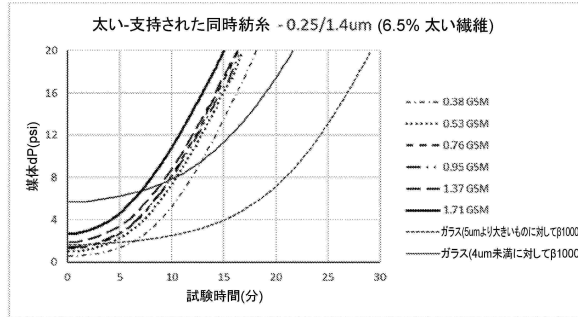
30

40

50

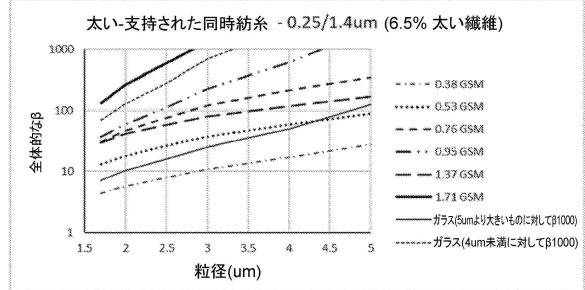
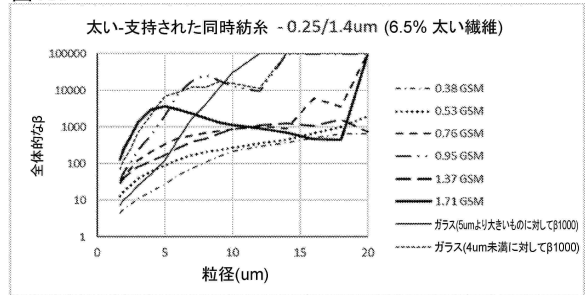
【図 13 I】

図13I



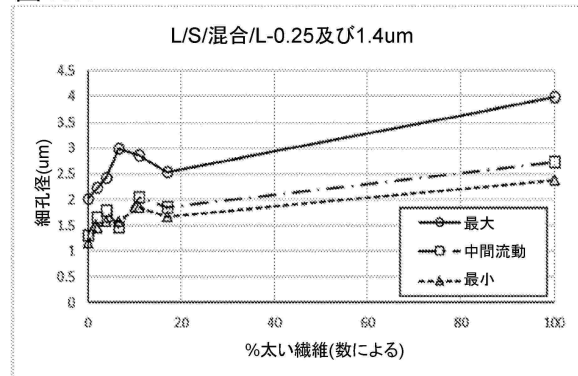
【図 13 J】

図13J



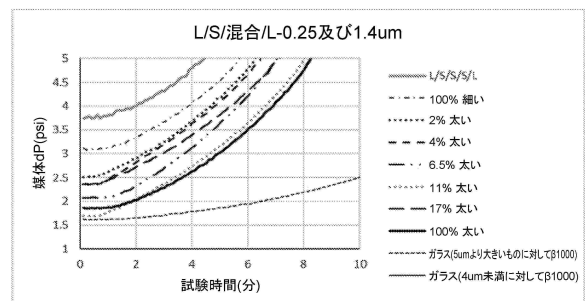
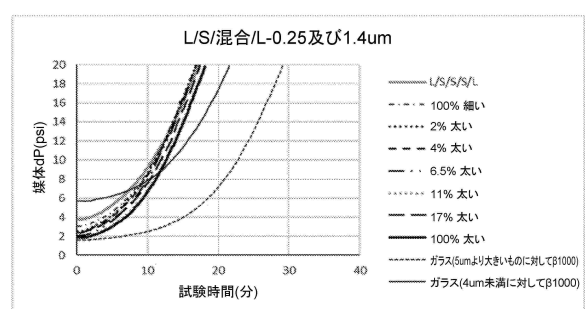
【図 13 K】

図13K



【図 13 L】

図13L



10

20

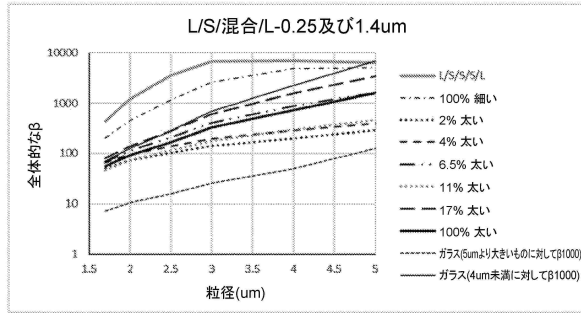
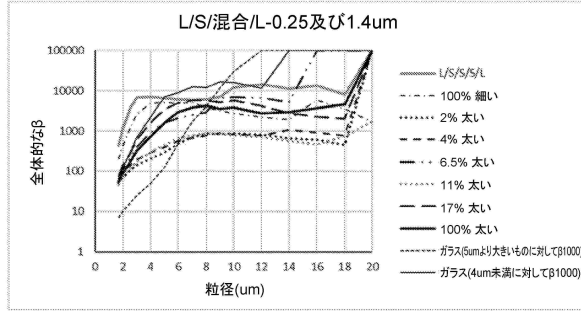
30

40

50

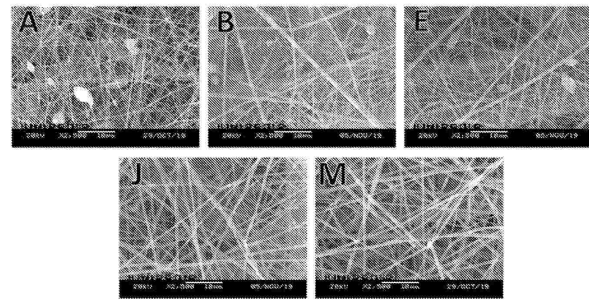
【図 1 3 M】

図13M



【図 1 4 A】

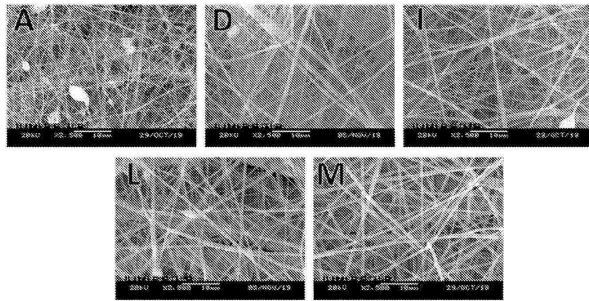
FIG. 14A



10

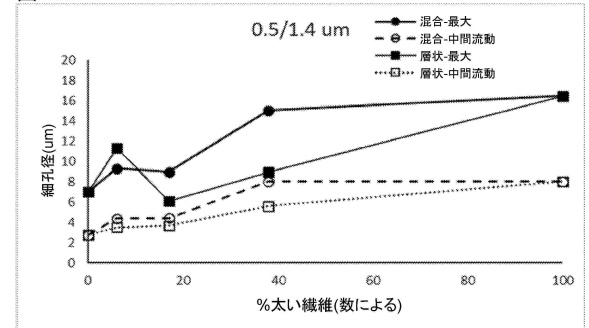
【図 1 4 B】

FIG. 14B



【図 1 4 C】

図14C



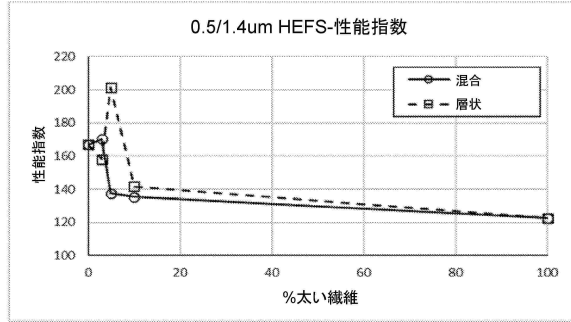
30

40

50

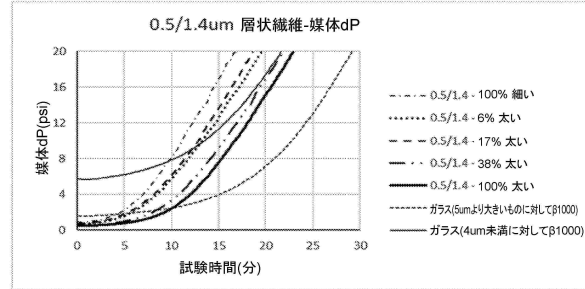
【図 1 4 D】

図14D

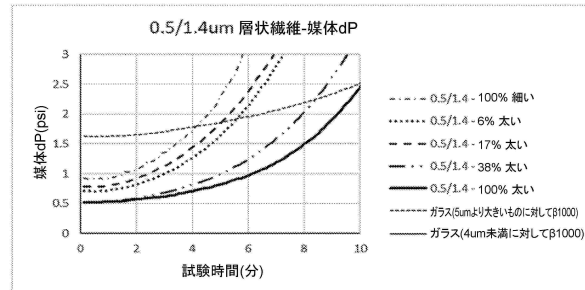


【図 1 4 E】

図14E



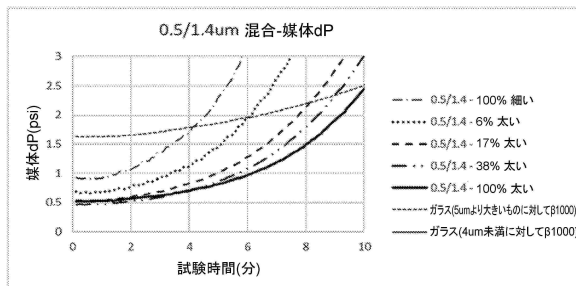
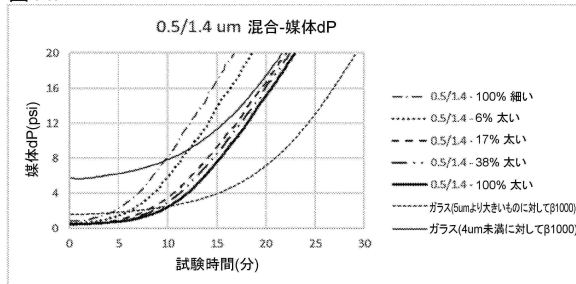
10



20

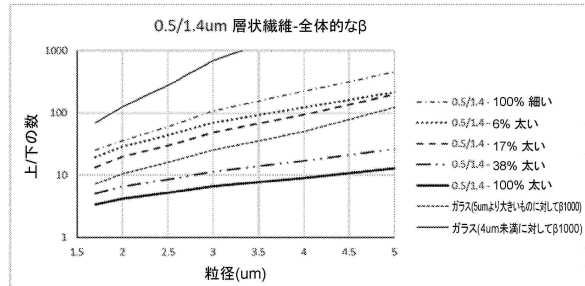
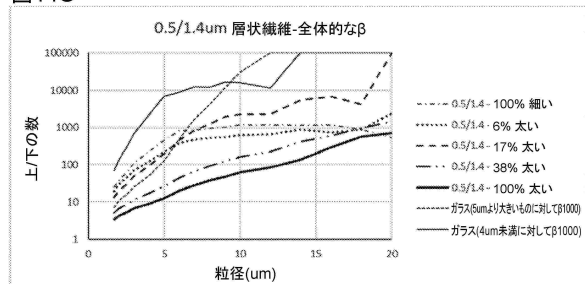
【図 1 4 F】

図14F



【図 1 4 G】

図14G



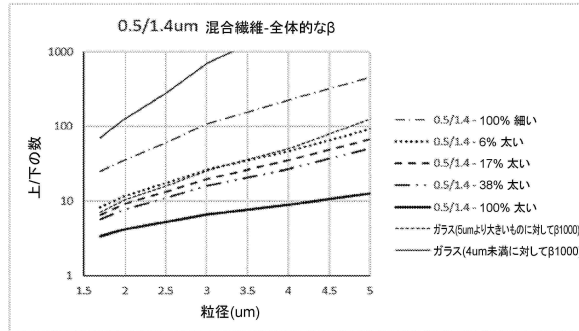
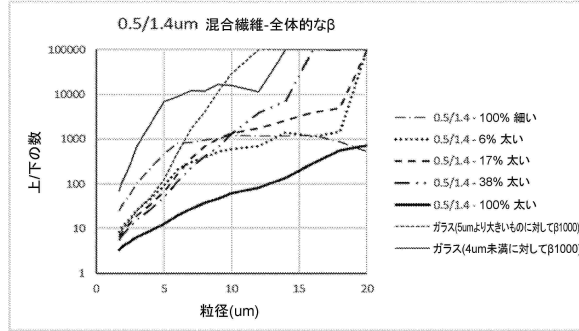
30

40

50

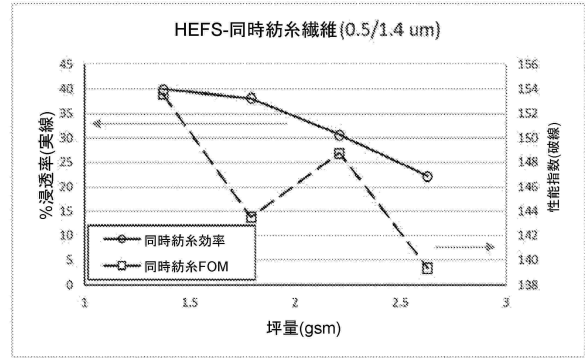
【図 1 4 H】

図14H



【図 1 4 I】

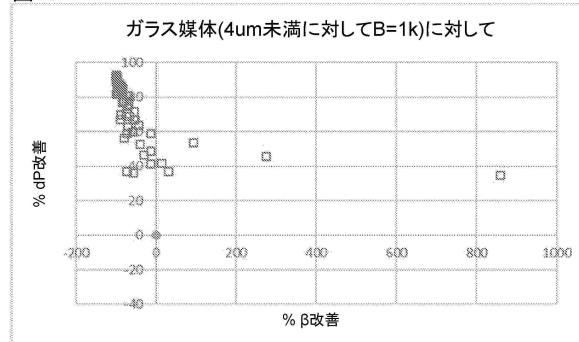
図14I



10

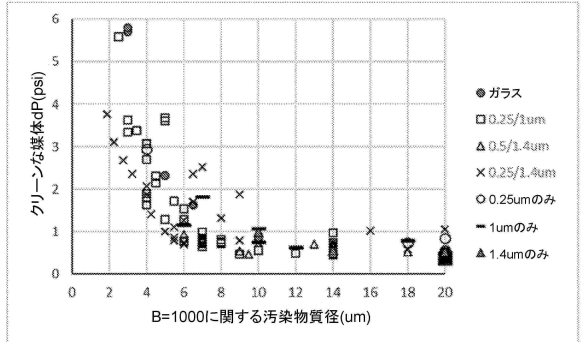
【図 1 5 A】

図15A



【図 1 5 B】

図15B

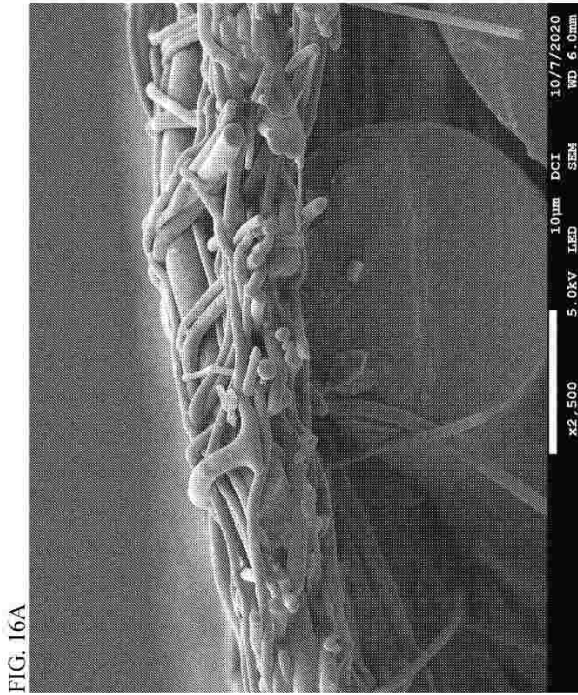


30

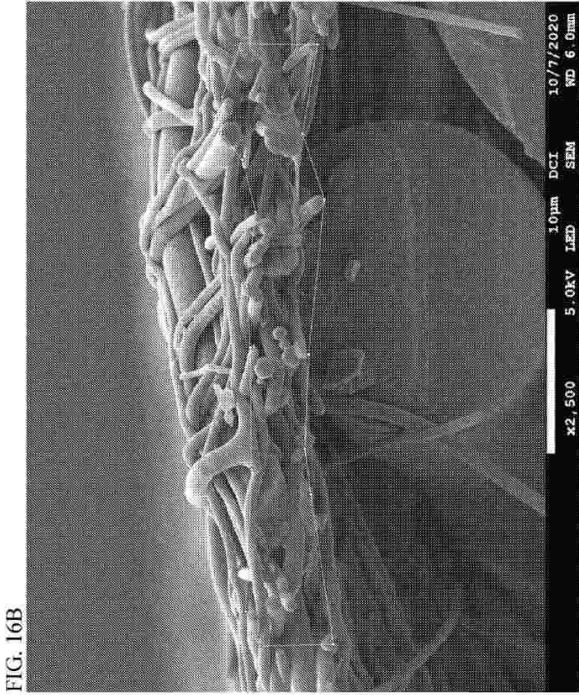
40

50

【図 16 A】

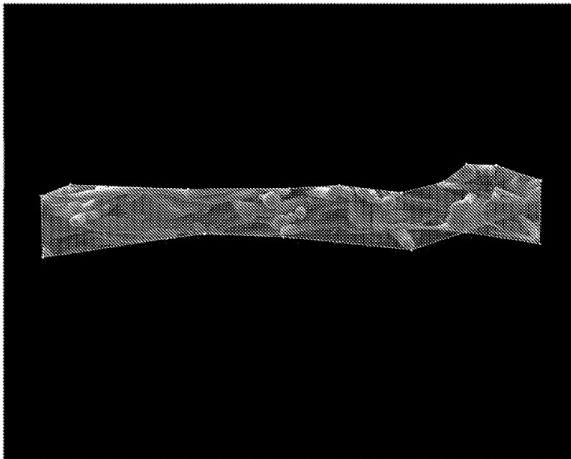


【図 16 B】



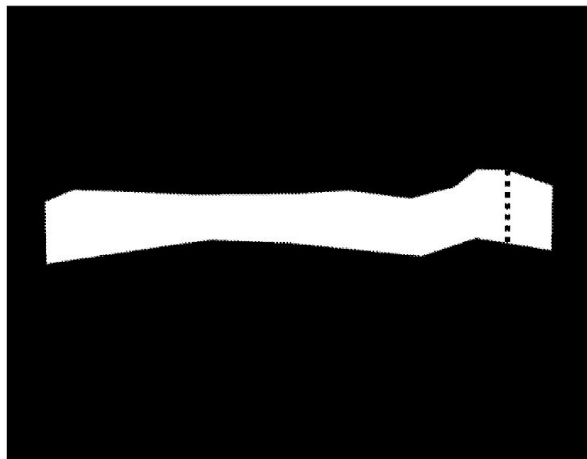
【図 16 C】

FIG. 16C



【図 16 D】

FIG. 16D



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(33)優先権主張国・地域又は機関

米国(US)

(31)優先権主張番号 62/952,979

(32)優先日 令和1年12月23日(2019.12.23)

(33)優先権主張国・地域又は機関

米国(US)

(31)優先権主張番号 62/992,003

(32)優先日 令和2年3月19日(2020.3.19)

(33)優先権主張国・地域又は機関

米国(US)

(31)優先権主張番号 63/004,602

(32)優先日 令和2年4月3日(2020.4.3)

(33)優先権主張国・地域又は機関

米国(US)

アメリカ合衆国 ミネソタ 55440-1299, ミネアポリス, ピー.オー.ボックス 1299, ウェスト ナインティフォース ストリート 1400

(72)発明者 ジョーンズ, デレク オー.

アメリカ合衆国 ミネソタ 55440-1299, ミネアポリス, ピー.オー.ボックス 1299, ウェスト ナインティフォース ストリート 1400

(72)発明者 ウィリス, クレントン ティー.

アメリカ合衆国 ミネソタ 55440-1299, ミネアポリス, ピー.オー.ボックス 1299, ウェスト ナインティフォース ストリート 1400

(72)発明者 ウィーク, トーマス エム.

アメリカ合衆国 ミネソタ 55440-1299, ミネアポリス, ピー.オー.ボックス 1299, ウェスト ナインティフォース ストリート 1400

審査官 河野 隆一郎

(56)参考文献 特開2019-077962(JP, A)

米国特許出願公開第2009/0266759(US, A1)

特開2007-170224(JP, A)

特開2011-089226(JP, A)

特開2018-126721(JP, A)

特表2011-512252(JP, A)

米国特許出願公開第2005/0026526(US, A1)

米国特許出願公開第2015/0157971(US, A1)

米国特許第06165572(US, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

B01D 39/00 - 41/04

D04H 1/00 - 18/04

B01D 29/00 - 29/96