

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2015-511173

(P2015-511173A)

(43) 公表日 平成27年4月16日(2015.4.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B O 1 D 39/16 (2006.01)	B O 1 D 39/16 A	4 C 0 8 0
B O 1 D 46/10 (2006.01)	B O 1 D 46/10 A	4 D 0 0 6
D O 1 D 5/08 (2006.01)	D O 1 D 5/08 D	4 D 0 1 9
D O 1 F 6/32 (2006.01)	D O 1 F 6/32	4 D 0 5 8
D O 4 H 1/728 (2012.01)	D O 4 H 1/728	4 L 0 3 5
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 72 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2014-554841 (P2014-554841)
 (86) (22) 出願日 平成25年1月25日 (2013.1.25)
 (85) 翻訳文提出日 平成26年9月19日 (2014.9.19)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2013/023073
 (87) 国際公開番号 W02013/112793
 (87) 国際公開日 平成25年8月1日 (2013.8.1)
 (31) 優先権主張番号 61/605, 510
 (32) 優先日 平成24年3月1日 (2012.3.1)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 61/620, 179
 (32) 優先日 平成24年4月4日 (2012.4.4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 61/709, 450
 (32) 優先日 平成24年10月4日 (2012.10.4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 507152349
 ゼウス インダストリアル プロダクツ
 インコーポレイテッド
 アメリカ合衆国 29118 サウス カ
 ロライナ州 オレンジバーグ インダスト
 リアル ブールバード 3737
 (74) 代理人 100094112
 弁理士 岡部 譲
 (74) 代理人 100096943
 弁理士 臼井 伸一
 (74) 代理人 100102808
 弁理士 高梨 憲通
 (74) 代理人 100128646
 弁理士 小林 恒夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電界紡糸多孔質体

(57) 【要約】

イースピンされた材料は、濾過材として機能してもよく、又は他の用途に付されてもよい。イースピンされた材料は、イースピンされたポリ(テトラフルオロエチレン) (イースピンされた P T F E) を含んでいてもよい。イースピンされた材料の1つ又は複数の層を備えていてもよい。イースピンされた材料の特性は適合させることができる。例えば、勾配布はイースピンされた P T F E を含んでいてもよい。勾配布は2層以上のイースピンされた P T F E を備えていてもよい。

【選択図】 図 1

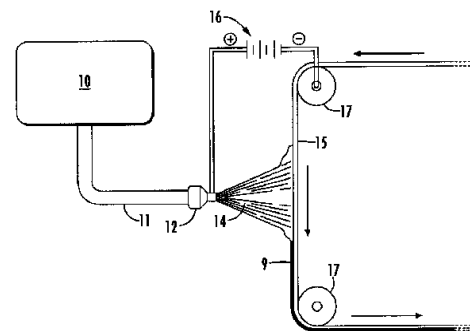


FIG. 1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

フィルタであって、
支持構造体と、
電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）を含み、前記支持構造体によって支持される、マットと、
を備える、フィルタ。

【請求項 2】

流体フィルタである、請求項 1 に記載のフィルタ。

【請求項 3】

強制流路と組み合わせられ、該強制流路に取り外し可能に搭載される、請求項 1 に記載のフィルタ。

【請求項 4】

濾過材であって、

電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）を含むマットであって、該マットが H E P A 基準 I E S T - R P - C C 0 0 1 . 3 を満たし得るように構成され、前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）が約 2 5 0 n m ~ 約 1 5 0 0 n m の平均繊維直径を有する不織繊維を含み、該マットの平均厚さが約 2 0 0 μ m 以下である、マット、
を備える、濾過材。

【請求項 5】

前記マットが不織布を含み、該不織布が前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）を含む、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 6】

前記平均繊維直径が約 5 0 0 n m 以下である、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 7】

前記平均繊維直径が約 4 0 0 n m 以下である、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 8】

前記マットが前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットであり、該電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの平均厚さが約 1 0 0 μ m 以下である、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 9】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットが、0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マット面積 1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、約 4 0 m m H ₂ O 以下の圧力損失をもたらすように構成される、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 10】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットが、0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マット面積 1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、約 4 m m H ₂ O 以下の圧力損失をもたらすように構成される、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 11】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 3 0 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 12】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 2 5 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 11 に記載の濾過材。

【請求項 13】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 2 0 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 12 に記載の濾過材。

【請求項 14】

10

20

30

40

50

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約10グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項13に記載の濾過材。

【請求項15】

濾過材を製造する方法であって、

分散液を準備する工程であって、

所与の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、

繊維化ポリマーと、

分散媒と、

該分散液が所与の導電率を有するように、任意の導電性種と、

を含む、分散液を準備する工程と、

前記分散液を電界紡糸し、HEPA基準IEST-RP-CC001.3を満たし得る高分子マットを得る工程と、

からなる、方法。

【請求項16】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項15に記載の方法。

【請求項17】

前記フッ素化ポリマーが、フッ素化エチレンプロピレン、ポリフッ化ビニリデン、ペルフルオロアルコキシ、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー(THV)、ポリ(エチレン-co-テトラフルオロエチレン)、エチレンクロロトリフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体からなる群から選択される、請求項15に記載の方法。

【請求項18】

前記導電性種が水溶性塩である、請求項15に記載の方法。

【請求項19】

前記導電性種が水酸化アンモニウムである、請求項15に記載の方法。

【請求項20】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約230nm以下である、請求項15に記載の方法。

【請求項21】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約160nm以下である、請求項20に記載の方法。

【請求項22】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約130nm以下である、請求項21に記載の方法。

【請求項23】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約80nm以下である、請求項22に記載の方法。

【請求項24】

前記高分子マットが約200μm以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項15に記載の方法。

【請求項25】

前記高分子マットが約100μm以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項15に記載の方法。

【請求項26】

濾過材であって、

空気から、0.3μm未満の粒径を有する浮遊粒子を少なくとも99.999%除去するようなULPAフィルタとして機能し得る、不織電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット、

10

20

30

40

50

を備え、

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットが、平均繊維直径約250nm～約1500nmを有する不織繊維を含み、

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの平均厚さが、約200μm以下である、濾過材。

【請求項27】

前記平均繊維直径が約500nm以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項28】

前記平均繊維直径が約400nm以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項29】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの平均厚さが約100μm以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項30】

0.3μmの粒子、5.3cm/sの速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット面積100cm²を用いて、HEPA MIL-STD 282の下で試験した場合に、前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットにわたる圧力損失が、約40mm H₂O以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項31】

0.3μmの粒子、5.3cm/sの速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット面積100cm²を用いて、HEPA MIL-STD 282の下で試験した場合に、前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットにわたる圧力損失が、約30mm H₂O以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項32】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約30グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項26に記載の濾過材。

【請求項33】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約25グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項32に記載の濾過材。

【請求項34】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約20グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項33に記載の濾過材。

【請求項35】

濾過材を製造する方法であって、

分散液を準備する工程であって、

所与の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、

繊維化ポリマーと、

分散媒と、

該分散液が所与の導電率を有するように、任意の導電性種と、

を含む、分散液を準備する工程と、

前記分散液を電界紡糸し、空気から、0.3ミクロン未満の粒径を有する浮遊粒子を少なくとも99.999%除去するようなULPAフィルタとして機能し得る高分子マットを得る工程と、

からなる、方法。

【請求項36】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項35に記載の方法。

【請求項37】

前記フッ素化ポリマーが、フッ素化エチレンプロピレン、ポリフッ化ビニリデン、ペルフルオロアルコキシ、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー(THV)、ポリ(エチレン-co-テトラフルオロエチレン

10

20

30

40

50

)、エチレンクロロトリフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体からなる群から選択される、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 38】

前記導電性種が水溶性塩である、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 39】

前記導電性種が水酸化アンモニウムである、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 40】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 230 nm 以下である、請求項 35 に記載の方法。

10

【請求項 41】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 160 nm 以下である、請求項 40 に記載の方法。

【請求項 42】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 130 nm 以下である、請求項 41 に記載の方法。

【請求項 43】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 80 nm 以下である、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 44】

前記高分子マットが約 200 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 35 に記載の方法。

20

【請求項 45】

前記高分子マットが約 100 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 46】

電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)を含むマットであって、
約 1003 nm 未満の平均繊維直径と、
約 8.1 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下より大きい密度と、
を有する、マット。

30

【請求項 47】

前記平均繊維直径が約 852 nm 未満であり、
前記密度が約 9.6 グラム毎平方メートル毎ミル厚さより大きい、
請求項 46 に記載のマット。

【請求項 48】

請求項 46 に記載のマットを備える分離膜。

【請求項 49】

請求項 46 に記載のマットを備える布。

【請求項 50】

請求項 46 に記載のマットを備える組織スキャフォールド。

40

【請求項 51】

前記組織スキャフォールドを生細胞と組み合わせ、該生細胞が少なくとも該組織スキャフォールド上で成長する、請求項 50 に記載の組織スキャフォールド。

【請求項 52】

前記組織スキャフォールドを生細胞と組み合わせ、該生細胞が該組織スキャフォールドの少なくとも孔中で成長する、請求項 50 に記載の組織スキャフォールド。

【請求項 53】

マットを製造する方法であって、
分散液を準備する工程であって、

約 230 nm 未満の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、

50

繊維化ポリマーと、
分散媒と、
を含み、
約 $250 \mu S / cm$ を超える導電率を有する、
分散液を準備する工程と、
前記分散液を電界紡糸するし、該マットを得る工程と、
からなる、方法。

【請求項 54】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項 53 に記載の方法。

10

【請求項 55】

前記平均粒径が約 160 以下であり、
前記導電率が約 $300 \mu S / cm$ 以上である、
請求項 53 に記載の方法。

【請求項 56】

勾配布であって、
2 層以上の電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)繊維であって、該 2 つ以上の層が、異なる密度を有する少なくとも 2 層を含み、該布の断面が 1 つ又は複数の密度勾配を示す、勾配布。

20

【請求項 57】

前記布の断面を通過する空気流が、
前記層のいずれかを単独で通過する濾過効率に比して高い濾過効率と、
前記層のいずれかを単独で示される圧力損失の範囲内にある圧力損失と、
をもたらす、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 58】

3 層以上からなる、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 59】

前記層が前記布の長さ及び幅に沿って連続する、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 60】

各層の厚さが約 $0.5 \mu \sim 1000 \mu$ である、請求項 56 に記載の勾配布。

30

【請求項 61】

前記密度勾配が、前記断面の厚さにわたって密度が増大する層を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 62】

前記密度勾配が、前記断面の厚さにわたって密度が増大する層及び密度が減少する層を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 63】

最大密度を有する層が前記断面の内側にある、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 64】

前記密度勾配が、前記布の断面にわたって実質的に均一な密度勾配を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

40

【請求項 65】

不織布であって、
電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)からなり、
前記不織布が、ASTM F1670 の血液透過試験を合格するとともに、
少なくとも約 $2.5 cfm$ の通気率をもたらすことができるように構成される、
不織布。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は包括的に、多孔質体、並びにかかる多孔質体を製造及び使用する方法に関する。

【 0 0 0 2 】

[関連出願の相互参照]

本出願は、2012年1月27日付けで出願された米国仮出願第61,591,555号、2012年3月1日付けで出願された米国仮出願第61,605,510号、2012年4月4日付けで出願された米国仮出願第61,620,179号、及び2012年10月4日付けで出願された米国仮出願第61,709,450号それぞれの利益を主張するものである。

【 0 0 0 3 】

[参照による援用]

2012年1月27日付けで出願された米国仮出願第61,591,555号、2012年3月1日付けで出願された米国仮出願第61,605,510号、2012年4月4日付けで出願された米国仮出願第61,620,179号、2012年10月4日付けで出願された米国仮出願第61,709,450号それぞれの内容は全て引用することにより本明細書の一部をなす。

【 背景技術 】

【 0 0 0 4 】

例えば、本発明の範囲を限定することを意図するものではないが、多孔質体は、気体流又は液体流から微粒子を除去するために、フィルタ又は濾過材として使用することができる。いずれのタイプのフィルタ（故に、濾過材）を使用するかという選択は、除去すべき粒子のサイズ及び特徴、除去条件、及び/又は粒子を除去する気体原料若しくは液体原料に応じて求められる。

【 0 0 0 5 】

濾材を通過する気体又は液体の流れは典型的に、圧力差又は圧力損失をもたらす。好ましくは、所与の濾過プロセスに関連付けられる圧力損失は、気体又は液体を濾過するのに必要とされるエネルギーを最小限に抑えるために、可能な限り小さくあるべきである。しかしながら、時間の経過とともに、圧力損失は、濾材中の微粒子物質の蓄積に起因して増大する傾向にある。圧力損失が過剰になれば、フィルタを交換するか又は清浄しなければならず、これは、時間及び/又は費用のかかるプロセスと考えられる。

【 0 0 0 6 】

濾材は一般的に、深層濾過材又は表面濾過材のいずれかとみなすことができる。表面濾過では、濾材の表面上に粒子を捕集及び蓄積する。ほとんどの表面フィルタは、微細孔膜からなる。表面濾過材は通常、最も効果的な濾過効率をもたらす。何百万もの孔を有する膜の構造は、その表面上でサブミクロン粒子を捕捉するようになっている。概して、微粒子は膜の表面上で捕集されるため、表面濾過膜の支持基板は単に、濾過プロセスにおいて最低限の役割を担う支持体であればよい。すなわち、典型的には、濾材内又は濾材の反対側に微粒子が貫通することはない。深層濾過と比較すると、表面濾過材の有利な特徴はより小さい筐体に関するものであり、これは、同じレベルの濾過効率を実現するのにより少ないカートリッジ/集塵袋しか必要としないことを意味する。深層濾過に比べ、表面濾過は、10 μ m未満の最大寸法を有する微粒子等に対する、微小粒子の捕捉により適している。深層濾過材よりも初期費用はかかるものの、表面濾過材は典型的に、交換サイクルの頻度が少なく、廃棄処理経費が低くなる。

【 0 0 0 7 】

深層濾過では、粒子が、濾材を貫通して、濾材の深度全体を通じて捕捉されることになる傾向にある。深層濾過材は、広い孔径分布を有し、その夾雑物保持容量（dirt holding capacity）の一部については吸着保留率に依存している。デプスフィルタ（depth filter）によっては、機械的保留率が最大になるようなグラジエント孔構造を有する。大抵のデプスフィルタは、表面フィルタよりも更に大きく開口したメルトブロー不織布等の粗繊維からなる。深層濾過材の構造内の繊維間の隙間は多くの場合、捕集される粒子よりもか

10

20

30

40

50

なり大きい。塵粒子は、濾過材の表面を貫通し、開孔を「封鎖」し、濾過材を閉塞させて、圧力損失を増大させる。結果として、個々の塵粒子が濾材内及び濾材の反対側に貫通するにつれて大気放出が起こり得る。従来の深層濾過材ではめったに微小粒子を効率的に捕集することができない。表面濾過材と比較すると、深層濾過材は、 $10\mu\text{m}$ を超える最大寸法を有するより広範な粒子を除去するのにより適している。表面濾過材と比較すると、深層濾過材は初期により経済的であるが、より短いフィルタ寿命、より高頻度の交換、及びより高い廃棄処理経費を有する。

【0008】

深層濾過材の例としては、スパンボンド布及びメルトブロー布が挙げられる。これらの材料は、溶融加工可能な多種多様な材料から作ることができる。使用の際、メルトブロー濾材は典型的に、比較的小さい圧力損失を伴って高い濾過効率を示す。

10

【0009】

表面濾過材の一例は、延伸ポリ(テトラフルオロエチレン)(ePTFE)材料である。ePTFE膜は、典型的に過酷な環境及び高温であっても良好に性能を発揮することができる点で有益である。ePTFE膜は典型的に、濾過効率が高いものの、高い圧力損失を伴い得ることが多い。

【0010】

一般に、ポリ(テトラフルオロエチレン)(PTFE)は、高温及び腐食環境に対する非常に優れた耐性をもたらすものの、不活性かつ無毒性で、身体用移植片に度々使用される、熱可塑性物質である。PTFEは、従来の溶融高分子法(マトリクスモールディング以外)では加工することができないが、ペーストとして押し出した後に、多種多様な形態に延伸して、繊維、リボン、膜又は管を製造することができる。ePTFEはこのようにして作られる。PTFEを加工するための代替的な手段は、コーティングを形成するのに使用することができるか、又は代替的に繊維形成ポリマー及び静電紡糸(「電界紡糸」又は「イースピンされた(espun)」)と組み合わせることができるPTFEの分散液を供給して、ナノファイバに基づく不織布、被覆材、端物又は複合体を製造することである。PTFEのこれらの形態は通常、高温で焼結されるか又は部分的に焼結されて、所望の機械的特性を呈する。静電紡糸法はこれまでに、例えば、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5、特許文献6及び特許文献7(それぞれその全体が引用することにより本明細書の一部をなす)に提示されるように記載されている。さらに、特許文献8、特許文献9及び特許文献5(その全体が引用することにより本明細書の一部をなす)は、水性分散液又は他の分散液から布へとPTFEを加工及び静電紡糸して、続いて該布を焼結して最終安定形態を実現することに関する情報を提示している。ePTFE及び電界紡糸PTFEではともに、多孔質構造が高表面積に作り出される。有益には、特許文献10(その全体が引用することにより本明細書の一部をなす)で立証されるようなより均一な材料を実現するために、より高粘度の分散液が近年使用されている。

20

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】米国特許第2,158,416号

40

【特許文献2】米国特許第4,432,916号

【特許文献3】米国特許第4,287,139号

【特許文献4】米国特許第4,143,196号

【特許文献5】米国特許第4,043,331号

【特許文献6】米国特許第4,689,186号

【特許文献7】米国特許第6,641,773号

【特許文献8】米国特許第4,323,525号

【特許文献9】米国特許第4,044,404号

【特許文献10】米国特許第8,178,030号

【特許文献11】米国特許出願公開第2012/0114722号

50

【特許文献 12】米国特許出願公開第 2010/0193999 号
【特許文献 13】米国特許第 6,743,273 号
【特許文献 14】米国特許第 7,815,427 号
【特許文献 15】米国特許出願公開第 2003/0017208 号
【特許文献 16】米国特許出願公開第 2008/0307766 号
【特許文献 17】米国特許出願公開第 2009/0127747 号
【特許文献 18】米国特許出願公開第 2009/0199717 号
【特許文献 19】米国特許出願公開第 2010/0018641 号
【特許文献 20】米国特許出願公開第 2011/0111012 号
【特許文献 21】米国特許第 6,743,273 号
【特許文献 22】米国特許第 7,815,427 号
【特許文献 23】米国特許出願公開第 2003/0017208 号
【特許文献 24】米国特許出願公開第 2008/0307766 号
【特許文献 25】米国特許出願公開第 2009/0199717 号
【特許文献 26】米国特許出願公開第 2010/0018641 号
【特許文献 27】米国特許出願公開第 2011/0111012 号
【特許文献 28】米国特許出願公開第 2011/0139008 号
【特許文献 29】米国特許出願公開第 2010/0218595 号
【特許文献 30】米国特許出願公開第 2009/0071327 号
【特許文献 31】米国特許出願公開第 2006/0201511 号
【特許文献 32】米国特許出願公開第 2005/0183232 号

10

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

限定するものではないが、様々な用途に使用される濾過材等の代替的な多孔質体を提供することが有益となるであろう。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本開示の一態様は、多孔質であり、また少なくとも幾つかの実施例では、濾過材として機能するように構成されるイースピンされた材料を提供することである。好ましくは（例えば任意に）、イースピンされた材料は、イースピンされたポリ（テトラフルオロエチレン）（イースピンされた PTFE）を含む。実施の形態によっては、1つ又は複数の付加的な層を備えていてもよい。

30

【0014】

濾過材に関する本開示の或る特定の態様では、フィルタが、支持構造体と、支持構造体上に支持されるイースピンされた PTFE を含むか又はそれから基本的になるイースピンされたマットとを備えていてもよい。本開示の或る特定の態様では、濾過システムが、強制流路（例えば、気体又は液体）に取り外し可能に搭載されたフィルタアセンブリを備え、該フィルタアセンブリが、支持構造体と、その上に支持されるイースピンされた PTFE マットとを備える。

40

【0015】

実施の形態によっては、濾過材が、HEPA 基準 IEST-RP-CC001.3 を満たし得るイースピンされた PTFE マットを備えていてもよく、この際、イースピンされた PTFE マットは、約 250 nm ~ 約 1500 nm の平均繊維直径を有する不織繊維（nonwoven fibers）を含み、イースピンされた PTFE マットの平均厚さが約 200 μm 以下であるか；イースピンされた PTFE マットは、約 463 nm ~ 約 1500 nm の平均繊維直径を有する不織繊維を含み、イースピンされた PTFE マットの平均厚さが約 200 μm 以下であるか；又は、イースピンされた PTFE マットは、約 1500 nm ~ マットを形成するように電界紡糸された分散液中のポリ（テトラフルオロエチレン）微粒子の平均粒径の 3 倍の平均繊維直径を有する不織繊維を含み、イースピンされた PTFE マ

50

ットの平均厚さが約 200 μm 以下である。実施の形態によっては、平均繊維直径は、約 500 nm 未満又は約 400 nm 未満であってもよい。他の繊維直径は本開示の範囲内のものである。

【0016】

イースピンされた PTFE マットの平均厚さは、様々な値をとることができ、或る特定の実施の形態では、約 100 μm 以下であってもよい。イースピンされた PTFE マットにわたる圧力損失は低い方が有益である。例えば、実施の形態によっては、圧力損失が約 40 mm H₂O 以下又は約 30 mm H₂O 以下をとり得る。イースピンされた PTFE マットの密度は様々な値をとることができる。例えば、幾つかの実施の形態によれば、イースピンされた PTFE マットの密度が、約 30 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下、約 25 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下、約 20 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下、又は約 10 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下であってもよい。

10

【0017】

本開示の別の態様は、濾過材として任意に使用し得る、多孔質のイースピンされた材料を製造する方法を提供することであり、該方法は、分散液を準備する工程であって、所与の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、繊維化ポリマーと、溶媒又は他の好適な分散媒と、分散液が所与の導電率を有するように、任意の導電性種とを含む分散液を準備する工程と；分散液を電界紡糸し、HEPA 基準 IEST-RP-CC001.3 を満たし得る高分子マットを得る工程とを含む。フッ素化ポリマーは様々なものを採用することができ、例えば、ポリ(テトラフルオロエチレン)、又はフッ素化エチレンプロピレン(FEP)、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、ペルフルオロアルコキシ(PFA)、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー(THV)、ポリ(エチレン-co-テトラフルオロエチレン)(ETFE)、エチレンクロロトリフルオロエチレン(ECTFE)、ポリクロロトリフルオロエチレン(PCTFE)、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体からなる群から選択されるポリマーであってもよい。

20

【0018】

導電性種は、水中でイオンに解離するとともに、分散液の構造を崩壊させないいずれの試薬であってもよい。導電性種は、例えば、水溶性塩、例えばアンモニウム塩とすることができる。分散液中のフッ素化ポリマーの所与の平均粒径は、様々な値をとることができ、実施の形態によっては、約 230 nm 以下、約 160 nm 以下、約 130 nm 以下、又は約 80 nm 以下とすることができる。実施の形態によっては、電界紡糸する工程は、高分子マットが約 200 μm 以下(例えば約 100 μm 以下)の平均厚さを有するような時間で実施する。

30

【0019】

本開示の高分子マットは、多種多様な用途に付すことができる。最終用途に応じて、例えば、高分子マットを支持してもよく、及び/又はいずれかの好適な方法で強度を高分子マットに付与してもよい。例えば、本開示の高分子マットをフィルタの一部とする実施の形態では、フィルタが支持構造体を備えていてもよく、支持構造体は、高分子マットの周りに少なくとも部分的に広がるか、又はより詳細には、高分子マットの周り一面に広がって、高分子マットの周囲を囲むフレームを含んでいてもよい。支持構造体は更に、フレームに接続して、高分子マットの対向面にわたって広がる横材を含んでいてもよく、そのため、高分子マットは、横材の対向する群の間に位置する。加えて及び/又は代替的に、支持構造体は、本開示の高分子マットの1つ若しくは複数の層と重ね合わすことができる材料の1つ若しくは複数の層を備えていてもよく、又は、1つ若しくは複数の層の形態であってもよい。層は、積層又は機械的な締結等といった任意の好適な方法で互いに接続されていてもよく、電界紡糸ポリマー層(複数の場合もあり)に追加される1つ又は複数の層は、支持機能に加えて、又は支持機能の代わりに、いずれかの好適な機能をもたらすものであってもよい。

40

【0020】

50

本開示の各高分子マットでは、高分子マットの繊維部分を合着させることによって、典型的にマットの多孔度を維持又は少なくとも実質的に維持しつつ、高分子マットに強度を付与することが可能である。例えば、この合着は、焼結、又は焼結を含むプロセスによってもたらされ得る。例えば、合着には何らかの溶融が含まれ得るが、任意のかかる溶融は、制御されるか、又はさもなければ、高分子マットの多孔度を制御（例えば、維持）するために最低限に抑えられるものとする。例えば、本開示に一態様によれば、フィルタが、焼結され、及び／又は熱的に融合された繊維を有する電界紡糸ポリマーマットを含んでいてもよい。

【0021】

本開示の或る特定の実施の形態によれば、勾配布（gradient fabric）の形態で電界紡糸 P T F E を含むか又はそれから基本的になる濾過材が提供される。実施の形態によっては、フィルタが、支持構造体と、その上に支持される電界紡糸 P T F E 勾配布濾過材とを含む。或る特定の実施の形態では、支持構造体と、その上に支持される電界紡糸 P T F E 勾配布濾過材とを含むフィルタを備える濾過システムが提供され、該フィルタは強制流路（例えば、気体又は液体）に取り外し可能に搭載される。

10

【0022】

或る特定の実施の形態では、電界紡糸 P T F E が、典型的に二次元濾過性能及び三次元濾過性能の両方に関連付けられる利得をもたらし得る。結果として、本開示の態様によっては、2種類の濾過材の濾過能の範囲の間を埋めるとともに、濾過の利用の幅を広げ得る材料が提供される。或る特定の実施の形態では、電界紡糸 P T F E が、流れ抵抗を低減させるとともに、圧力損失を下げる点で深層濾過（三次元）特徴を有するものの、より高い濾過効率及び微粒子放出のために表面膜（二次元）特徴をもたらす。本開示の態様によっては、電界紡糸 P T F E が、厚さだけでなく密度によっても濾過材の有効な孔径を制御することができるという更にもう1つの潜在的な利点をもたらす。

20

【0023】

本開示の一態様は、2層以上のイースピニングされた P T F E 繊維からなる勾配布を提供することである。2つ以上の層が、異なる密度を有する少なくとも2層を含み、布の断面が1つ又は複数の密度勾配を示し、この際、布の断面を通過する空気流が、層のいずれかを単独で通過する濾過効率に比して高い濾過効率、及び層のいずれか単独で示される圧力損失の範囲内にある圧力損失をもたらす。

30

【0024】

具体的な実施の形態において、勾配布は3層以上からなってもよい。2つ以上の層（例えば3層以上）は、実施の形態によっては、布の長さ及び幅に沿って連続するものであってもよい。層の厚さは様々な値をとることができ、例えば、各層の厚さが約 0.5 μ ~ 約 1000 μ とすることができる。

【0025】

実施の形態によっては、密度勾配が断面の厚さにわたって密度が増大する層を含むため、空気流が最も密度の小さい層から最も密度の大きい層へ、又はより密度の小さい層からより密度の大きい層へと通過する。他の実施の形態では、密度勾配が、断面の厚さにわたって密度が減少する層を含むため、空気流が最も密度の大きい層から最も密度の小さい層へ、又はより密度の大きい層からより密度の小さい層へと通過する。更に別の実施の形態では、密度勾配が、断面の厚さにわたって密度が増大するとともに、密度が減少する層を含む。或る特定の実施の形態では、最大密度を有する層が断面の内側にあるため、空気流が、初めに、より小さい密度を有する1つ又は複数の層を通過した後に、最大密度を有する層を通過してから、より小さい密度を有する1つ又は複数の層を通過する。実施の形態によっては、密度勾配が、布の断面にわたって実質的に均一な密度勾配を含んでいてもよい。実施の形態によっては、勾配布が、1つ又は複数の付加的な部材、例えば、布を取り付ける基板を更に備えていてもよい。

40

【0026】

更なる例として、本開示の電界紡糸ポリマーマットは、分離膜、人工布（engineered f

50

abrics)、及び組織スキャフォールディングとして使用してもよく、又はそれらに組み込まれていてもよく、又は任意の他の好適な様式で使用することもできる。これらの及び他の目的のために、電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)を含むか、それからなるか、又はそれから基本的になるマットは、約1003nm未満の平均繊維直径、及び約8.1グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下より大きい密度を有していてもよい。

【0027】

別の具体的な例としては、本開示のイースピンされたPTFEマットが、熱的快適性をもたらすように水蒸気及び空気の放出を可能にすると同時に、水及び/又は他の液体の透過を防止(例えば、実質的に防止)する通気性材料であるように構成されていてもよく、又はその一部であってもよい。具体的な一例において、不織布は、電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)を含むか又はそれから基本的になり、不織布は、ASTM F1670の血液透過試験を合格するとともに、少なくとも約2.3cfm、又は少なくとも約3cfmの通気率をもたらし得るように構成され、該通気率は、それらの値のうちの1つから約9.0cfm未満、若しくは約8.5cfm未満までに及ぶ範囲、又は任意の他の好適な範囲であってもよい。より具体的な例として、ASTM F1670の血液透過試験を合格するイースピンされたPTFE不織布は、約20μの厚さ、約8.14cfmの通気率、及び約442cmの静水頭(hydro head); 約40μの厚さ、約6.24cfmの通気率及び約474cmの静水頭; 約60μの厚さ、約4.43cfmの通気率及び約533cmの静水頭; 約22μの厚さ、約9.96cfmの通気率及び約395cmの静水頭; 及び/又は、約68μの厚さ、約2.98cfmの通気率及び約664cmの静水頭を有し得る。

【0028】

多種多様なイースピンされたPTFE不織マット及びその使用は本開示の範囲内であるため、本発明の態様を定義するのに多種多様な数量化(例えば、値、値の範囲等)等を提供するために、上記に提示した特徴及び値、本開示全体を通じて提供される同様の他の特徴及び値を、様々な組合せ及びサブコンビネーションで利用してもよい。

【0029】

上述には、基本的な理解を提示するために、本開示の幾つかの態様の簡略化した概要を提示している。上述の概要は、克明なものでなく、本発明の主要若しくは重要な要素を特定するものでも、又は本発明の範囲を詳述することを意図するものでもない。上述の概要の目的は、後に述べるより詳細な説明への準備段階として簡略化した本開示の幾つかの概念を提示することである。例えば、他の態様は以下で明らかになるであろう。

【0030】

当業者に係るベストモードを含む完全な実施可能な開示は、添付の図面を参照して本明細書の残りの部分でより詳細に説明する。

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図1】本開示の一態様により使用され得るオリフィス(ニードル)に基づく電界紡糸装置の概略図である。

【図2】繊維が直径1003±105nmである、比較例による電界紡糸PTFE繊維のマットの走査型電子顕微鏡写真(「SEM」)である。

【図3】繊維が直径852±141nm(例えば約850nm)である、本開示の第1の例示的な実施形態による電界紡糸PTFE繊維のマットのSEMである。

【図4】図4Aは、繊維が直径463±113nmである、本開示の第2の例示的な実施形態による電界紡糸PTFE繊維のマットの低解像度SEM顕微鏡写真である。図4Bは、図4Aのマットの高解像度SEM顕微鏡写真である。

【図5】繊維が直径651±111nm(例えば約650nm)である、本開示の第3の例示的な実施形態による電界紡糸PTFE繊維のマットのSEMである。

【図6】繊維が直径609±86nm(例えば約550nm)である、本開示の第4の例示的な実施形態による電界紡糸PTFE繊維のマットのSEMである。

【図 7】様々なイースピンされた P T F E 不織布の平均孔径対厚さの比較を示すグラフ（例えば棒チャート）である。

【図 8】様々なイースピンされた P T F E 不織布の多孔度（ガーレー単位）対厚さの比較を示すグラフ（例えば棒チャート）である。

【図 9】本開示の実施形態による、ステンレス鋼箔シート上の均質なイースピンされた P T F E の概略横断面図である。

【図 10】本開示の実施形態による、ステンレス鋼箔シート上における勾配を有するイースピンされた P T F E の概略横断面図である。

【図 11】本開示の実施形態によるフィルタアセンブリの概略正面図である。フィルタアセンブリの背面図は正面図と実質的に同じであり得る。

【図 12】本開示の幾つかの実施形態の耐水性及び通気率の特徴の例示的な範囲を図示するチャートである。

【発明を実施するための形態】

【0032】

本開示の実施形態を以下でより詳細に説明する。しかしながら、本発明は、多くの異なる形態で具現化することができ、本明細書中に記載される実施形態に限定するように解釈されるものでなく、むしろ、これらの実施形態は、本開示を十分かつ完全なものとなるように、また本発明の範囲を当業者に十分に伝えるように、提示されるものである。実際に、本発明の範囲又は趣旨を逸脱することなく本開示において様々な修正及び変更をなし得ることは、当業者に明らであらう。例えば、一実施形態の一部として例示又は記載される特徴を、別の実施形態に使用して、更なる実施形態としてもよい。故に、本開示は、添付の特許請求の範囲及びそれらの均等物の範囲内にあるかかる修正及び変更を包含することを意図されるものである。本明細書中及び特許請求の範囲で使用する場合、数量を特定していない単数形（"a," "an," and "the"）には、文脈上明確に指示がある場合を除き、複数の指示対象が含まれる。

【0033】

本開示の態様は、電界紡糸（本明細書中、「イースピン（espin）」、「イースピンされた（espin）」及び／又は「イースピニング（espinning）」とも称され得る）繊維を含むか又はそれから基本的になる不織布（本明細書中、「布」、「シート」、「膜」、「マット」及び／又は「濾過材」とも称され得る）に関するものである。或る特定の実施形態では、不織布が電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）（イースピンされた P T F E）を含むが、他の実施形態も本開示の範囲内である。すなわち、本開示の詳細な説明のセクションでは P T F E ポリマーについて言及されることが多いが、限定するものではないが、他のフッ素化ポリマー等の他の好適なポリマーを代替的に又は付加的に使用してもよい。別の言い方をすれば、本開示の詳細な説明のセクションの幾つかの箇所では P T F E について具体的に言及してはいるが、他の種類のポリマーを使用してもよい。例えば、幾つかの実施形態によれば、本明細書中に詳述される方法において P T F E の代わりに、分散液形態で提供し得るいずれの好適なポリマーも使用することができる。具体的な実施形態によっては、ポリマーはフッ素化ポリマーを含む。例えば、本開示により電界紡糸され得るポリマーとしては、フッ素化エチレンプロピレン（F E P）、ポリフッ化ビニリデン（P V D F）、ペルフルオロアルコキシ（P F A）、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー（T H V）、ポリ（エチレン - c o - テトラフルオロエチレン）（E T F E）、エチレンクロロトリフルオロエチレン（E C T F E）、P C T F E（ポリクロロトリフルオロエチレン）、ポリエーテルエーテルケトン（P E E K）、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体が挙げられるが、これらに限定されない。

【0034】

水性分散液又は他の分散液からの P T F E の加工及び静電紡糸のためのプロセスに関連する一般情報は、例えば、特許文献 8 及び特許文献 9（その全体が引用することにより本明細書の一部をなす）に提示されている。或る特定の実施形態では、本開示により使用さ

10

20

30

40

50

れる電界紡糸プロセスが、少なくとも一部、特許文献 10（その全体が引用することにより本明細書の一部をなす）に記載されるプロセスを基礎とする。

【0035】

一態様において、本開示は、或る特定のプロセスパラメータの修正によって電界紡糸材料の特性を制御することを提供するものである。本開示に基づき製造され得る不織布は、例えば、本発明の範囲を限定することを目的とすることなく、濾過材として機能することができ、従来の濾過材料に優る多数の利点をもたらし得る。例えば、幾つかの実施形態によれば、濾過材として使用されるイースピンされた不織布の調製は、微視的性質（例えば、繊維直径及び／又は繊維充填）及び巨視的性質（例えば、孔径、均一性及び濾過性能）の両方について或る程度の制御を可能とする。

10

【0036】

電界紡糸プロセス

電界紡糸マットは、分散液（例えば、溶液又は懸濁液／分散液）に由来の電荷により材料を引き付けることによって調製することができる。このようにして製造された繊維は典型的に、無作為に捕集されて、不織材料を製造する。

【0037】

或る特定の実施形態では、PTFEの電界紡糸が、少なくとも一部、特許文献 10 及び特許文献 11（両者はその全体が引用することにより本明細書の一部をなす）に詳細に記載されるプロセスを基礎とし得る。

【0038】

溶液形態で提供され得る様々な種類のポリマーを電界紡糸することができる。或る特定の実施形態では、溶液電界紡糸（solution electrospinning）を介して調製される電界紡糸マットを、本開示の複合体に組み込むことができる。溶液から電界紡糸され得る例示的なポリマーとしては、ナイロン、ポリウレタン（PU）、ポリエステル、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体が挙げられるが、これらに限定されない。

20

【0039】

或る特定の実施形態では、分散液に基づく電界紡糸によって1つ又は複数の電界紡糸された繊維質層が提供される。分散液に基づく電界紡糸では、分散液形態で提供され得る最も多くの種類のポリマーを電界紡糸することができる。実施形態によっては、ポリマーがポリ（テトラフルオロエチレン）（PTFE）を含む。本明細書中に提示される検討の大部分はPTFEに焦点を当てているが、本明細書中に詳述される方法においてPTFEの代わりに他のポリマーを使用することができることに留意されたい。例えば、実施形態によっては、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）を電界紡糸して、繊維質マットを提供する。具体的な実施形態によっては、電界紡糸された繊維質マットがフルオロポリマーを含む。本開示により電界紡糸され得る例示的なポリマーとしては、フッ素化エチレンプロピレン（FEP）、ポリフッ化ビニリデン（PVDF）、ペルフルオロアルコキシ（PFA）、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー（THV）、ポリ（エチレン-co-テトラフルオロエチレン）（ETFE）、エチレンクロロトリフルオロエチレン（ECTFE）、PCTFE（ポリクロロトリフルオロエチレン）、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体が挙げられるが、これらに限定されない。

30

40

【0040】

PTFE不織材料を製造するのに好適な方法の例を、本開示の様々な実施形態により以下で説明する。概説すると、イースピング分散液と称され得る、電界紡糸される分散液は、前駆体分散液を変性することによって調製することができる。本開示の幾つかの実施形態によれば、前駆体分散液及びイースピング分散液の両者には、PTFE粒子が含まれるため、それらは、PTFE前駆体分散液及びPTFEイースピング分散液と称され得る。PTFE前駆体分散液及びPTFEイースピング分散液は典型的に、均質混合された分散液である。本開示は、PTFE前駆体分散液からPTFEイースピング分散液が作られる例を含むが、本開示はこのような例に限定されない。例えば、少なくとも理論

50

上では、P T F E 前駆体分散液を初めに作ることなく、P T F E イースピニング分散液を作ってもよい。例えば、P T F E イースピニング分散液は、所望の添加剤を全て分散媒（例えば溶媒）に同時に供給することによっても作ることができる。

【 0 0 4 1 】

P T F E 前駆体分散液の、また任意に P T F E イースピニング分散液中の固形分（すなわち及び / 又は例えば、分散液中の P T F E 粒子の含有量）は、好ましくは（例えば任意に）約 5 0 重量 % ~ 約 8 0 重量 %、より詳細には（例えば任意に）約 5 5 重量 % ~ 約 6 5 重量 % である。本開示の幾つかの態様により有用な P T F E 前駆体分散液は市販されているか、又は P T F E を、例えば 1 つ又は複数の溶媒又は他の好適な分散媒と組み合わせて調製することができる。市販の P T F E 前駆体分散液の一例は、約 5 9 w t % ~ 6 1 w t % の P T F E 固体（A S T M D 4 4 4 1 に準拠して測定）、6 . 0 w t % ~ 7 . 2 w t % の界面活性剤、8 . 5 ~ 1 0 . 5 の 2 5 における p H、1 . 5 0 ~ 1 . 5 3 の比重、及び 3 5 c P のブルックフィールド粘度最大値を有する D a i k i n D 2 1 0 P T F E である。異なる特徴を有する他の P T F E 前駆体分散液を使用してもよい。好適な P T F E 前駆体分散液の具体例は、本開示の例示的な実施形態に従って以下でより詳細に述べられる。

10

【 0 0 4 2 】

P T F E の特性（例えば、分子量、多分散指数、粒径、粒径分布）は様々なものを採用することができる。実施形態によっては、P T F E 前駆体分散液及び P T F E イースピニング分散液中における P T F E 粒子の平均粒径は、約 0 . 0 5 μ m ~ 約 1 μ m（例えば、約 0 . 1 μ m ~ 約 0 . 5 μ m）とすることができる。実施形態によっては、P T F E 前駆体分散液及び P T F E イースピニング分散液中における P T F E の平均粒径が、約 0 . 5 μ m 未満、約 0 . 4 μ m 未満、約 0 . 3 μ m 未満、又は約 0 . 2 μ m 未満である。例えば、幾つかの実施形態によれば、P T F E 前駆体分散液及び P T F E イースピニング分散液中における P T F E 粒子の平均粒径は、約 0 . 0 8 μ m、約 0 . 1 3 μ m、約 0 . 1 6 μ m、約 0 . 2 3 μ m 又は約 0 . 2 5 μ m とすることができる。分散媒は、限定するものではないが、水溶液又はアルコール溶液（例えば、メタノール、エタノール又はイソプロパノール）を含む、分散液を作るのに好適な任意の溶媒又は他の分散媒であってもよい。

20

【 0 0 4 3 】

上記で触れたように、P T F E イースピニング分散液は、1 つ又は複数の添加剤を P T F E 前駆体分散液に添加すること等によって、P T F E 前駆体分散液から作ることができる。以下でより詳細に述べられる多種多様な添加剤は本開示の範囲内である。例えば、P T F E イースピニング分散液は概して 1 つ又は複数の繊維化ポリマーを更に含み、該繊維化ポリマーを P T F E 前駆体分散液に添加してもよい。

30

【 0 0 4 4 】

繊維化ポリマーは、不織ウェブの形成を促進させるのに十分であるとともに、好ましくは（例えば任意に）、電界紡糸プロセス後に除去される結果、P T F E に基づく電界紡糸材料をもたらす得る任意のポリマーである。繊維化ポリマーは典型的に、分散液の分散媒（例えば溶媒）に高溶解性であるようなものが選択される。例えば、溶媒（例えば分散媒）が水である場合、任意の好適な水溶性ポリマーを繊維化ポリマーとして使用することができる。代替的に、溶媒がアルコールである場合、任意の好適なアルコール可溶性ポリマーを使用することができる。幾つかの実施形態において、例えば、繊維化ポリマーは、ポリサッカライド（例えば、デンプン、キトサン、N - [(3 ' - ヒドロキシ - 2 ' , 3 ' - ジカルボキシ) エチル] キトサン、デキストラン及びセルロースエーテル、イソプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、酢酸セルロース、硝酸セルロース、セルロースエチルエーテル、セルロースエチルヒドロキシエチルエーテル及びセルロースメチルヒドロキシエチルエーテルを含むセルロース系ポリマー）；ガム（例えば、グアガム化合物、コンニャクグルコマンナン、ブルラン、キサンタンガム、i - カラギーナン、アルギネート、アルギン酸のアンモニウム塩）；ポリアクリレート（例えば、ポリアクリル酸、ポリ（メタクリル酸）、ポリ（2 - ヒドロキシエチル

40

50

アクリレート)、ポリ(2-(ジメチルアミノ)エチルメタクリレート-co-アクリル
 アミド)、ポリ(1-グリセロールメタクリレート)、ポリ(2-ヒドロキシエチルメタ
 クリレート/メタクリル酸)90:10、ポリ(2-ヒドロキシプロピルメタクリレート
)、ポリ(2-メタクリロキシエチルトリメチルアンモニウムブロミド)、ポリ(エチル
 アクリレート/アクリル酸)、ポリ(n-ブチルアクリレート/2-メタクリロキシエチ
 ルトリメチルアンモニウムブロミド)、ポリ(3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-2
 -メタクリロキシエチルジメチルアンモニウムクロリド、ジメチルスルフェート 第4級
 (poly(3-chloro-2-hydroxypropyl-2-methacryloxyethyl dimethyl ammonium chloride, di
 methyl sulfate quaternary)及びポリ(エチレン/アクリル酸)92:8); ポリアクリ
 ルアミド及び加水分解ポリアクリルアミド(例えば、ポリ(N-イソプロピルアクリルア
 ミド)、ポリ(2-アクリルアミド-2-メチル-1-プロパンスルホン酸)、80:2
 0、ポリ(アクリルアミド/アクリル酸)、ポリ(アクリルアミド/2-メタクリロキシ
 エチルトリメチルアンモニウムブロミド)、ポリ(N-イソ-プロピルアクリルアミド)
 、ポリ(ジメチルドデシル(2-アクリルアミドエチルアンモニウムブロミド)); ポリ
 アミン(ポリ(ビニルアミン)、ポリ(4-アミノ-スルホ-アニリン)、ポリエチレン
 イミン、ポリ(アリルアミン塩酸塩)、ポリアニリン、ポリ(g-グルタミン酸)、ポリ
 (メチレンヨウ素2-N-メチルピリジニウム)、ポリ(2-エチル-2-オキサゾリン
)、ポリ[N-(p-スルホフェニル)アミノ-3-ヒドロキシメチル-1,4-フェニ
 レンイミノ-1,4-フェニレン]、ポリ(ベンジルトリメチルアンモニウムクロリド
)及びポリ(1-リシン臭化水素酸塩)); ビニルポリマー及びビニルピリジンポリマー
 (例えば、これらのビニルモノマーから調製され得るポリマーは、ポリビニルアルコール
 、ポリ(ビニルアルコール)12%アセチル、ポリビニルピロリドン、ポリ(ビニルスル
 ホキシド)、ポリ(N-ビニルピロリドン-co-ビニルアセテート)、ポリ(2-ビニ
 ルピリジン)、ポリ(4-ビニルピリジンN-オキシド)、ポリ(4-ビニルピリジン)
 、ポリ(2-ビニルピリジンN-オキシド)、ポリ(ビニルメチルエーテル)、ポリ(ビ
 ニルアミン)塩酸塩、ポリ(ビニルホスホン酸)、ポリ(ビニルスルホン酸)ナトリウム
 塩、ポリ(2,4-ジメチル-6-トリアジニルエチレン)、ポリ(3-モルホリニルエ
 チレン)、ポリ(N-1,2,4-トリアゾリルエチレン)、ポリ(メトキシエチレン)
 、ポリ(N-ビニルピロリドン/2-ジメチルアミノエチルメタクリレート)を含むが、
 これらに限定されない); ポリ(N-プロパノイルイミノエチレン)、ポリ(N-メチル
 ピリジニウム-2,5-ジイルエテニレン)、ポリ(N-ビニルピロリドン/ビニルアセ
 テート)、ポリ(2-ビニル-1-メチルピリジニウムブロミド)、ポリ(ジアリルジメ
 チルアンモニウムクロリド)、ポリ(オキシエチレン)ソルビタンモノラウレート、ポリ
 (エチレンヨウ素4-N-ブチルピリジニウム)、ポリ(スチレンスルホン酸)、N-メ
 チル-4(4'-ホルミルスチリル)ピリジニウム、メトスルフェートアセタール、ポリ
 (アリルアンモニウムクロリド)、ポリ(リン酸アリルアンモニウム)、ポリ(イタコン
 酸)、ポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロリド)、ポリ(マレイン酸)、ポリ(ブ
 タジエン/マレイン酸)); ポリエーテル(例えば、ポリエチレンオキシド、ポリ(エチ
 レングリコール)ビス(2-アミノエチル)、ポリ(エチレングリコール)モノメチルエ
 ーテル、ポリ(エチレングリコール)-ビスフェノールAジグリシジルエーテル付加物及
 びポリ(エチレンオキシド-b-プロピレンオキシド)); 並びにこれらのコポリマー、
 誘導体及びブレンドからなる群から選択することができる。特に好ましい(例えば、任意
 の)繊維化ポリマーはポリエチレンオキシドである。

【0045】

繊維化ポリマーの分子量は様々な値をとることができるが、典型的には約50000 a
 m uより大きいものとする。有用なポリマー分子量は、ポリマーの化学的な構成成分に応
 じて様々な値をとることができる。本開示の実施形態では、繊維化ポリマーが、約500
 00 a m u ~ 4000000 a m u (例えば、約200000 a m u ~ 900000 a m
 u)の分子量を有するポリエチレンオキシドとすることができ、該分子量は粘度平均分子
 量とする。ポリエチレンオキシド繊維化ポリマーは、約200000 a m u、約3000

10

20

30

40

50

00amu、約400000amu、約500000amu、約600000amu、又は約900000amuの数平均分子量を有していてもよい。繊維化ポリマーは好ましくは（例えば任意に）、水（又は他の分散液溶媒）における高溶解度を有し、室温では約0.5wt%より大きい溶解度が好ましい（例えば随意選択される）。繊維化ポリマーは、約385で焼結した場合、約5wt%未満の灰分を有することが好ましく（例えば随意選択され）、値は更に低い方がより好ましい。

【0046】

分散液中に存在する繊維化ポリマーの量は様々な値をとることができる。実施形態によっては、分散液は、分散液の総重量に対して、約1重量%～約10重量%の繊維化ポリマーを含む。実施形態によっては、PTFEに対する繊維化ポリマーの重量比が様々な値をとる。例えば、繊維化ポリマーの量は、イースピニング分散液中のPTFEの約3.0重量%～約5.5重量%とすることができる。本開示により必要とされる繊維化ポリマーの量は、ポリマーの化学的な構成成分に応じて様々な値をとることができる。

10

【0047】

イースピニング分散液は、当該技術分野で既知の任意の好適な方法によって形成することができる。実施形態によっては、PTFE前駆体分散液を水溶液中で繊維化ポリマーと混合して、イースピニング分散液又は中間分散液を形成し、その後、好ましくは（例えば任意に）均質化させてもよい。水性混合物を包括的に使用するが、本開示から逸脱することなく、他の溶媒又は分散媒を使用することもできることに留意されたい。繊維化ポリマー分散液の分散媒又は溶媒は、PTFE前駆体分散液中のものと同じ分散媒又は溶媒であってもよい。PTFEイースピニング分散液を形成するための混合時間は様々な値をとることができる。概して、PTFEイースピニング分散液は、高剪断を回避するように調製される。好ましい（例えば任意の）一方法では、ポリエチレンオキシド繊維化ポリマーをPTFE前駆体分散液に添加した後、ポリエチレンオキシドを含むPTFE前駆体分散液を攪拌することなく徐々に（例えば数日にわたって）ゲル化させ（その時点でゲル層の形成が現れる）、続いて、ジャーローラーに移し、更に数日間一定速度でPTFEイースピニング分散液のジャーを回す。ジャーローラーは、ジャーを回転させて、均質混合された材料を調製及び/又は維持するための手段であり、ジャーは、材料が適切に混合されることを確実なものとするように典型的に調節することができる回転速度で連続的に回転するものとする。例示的なジャーローラーは、例えば、Diemat, Inc.、the Mikrons（登録商標）group、Paul N. Gardner Company、Detroit Process Machinery、及びPaul O. Abbeから入手可能である。任意の好適な方法を、外観検査により一般に一樣でありかつ好適な粘度を有する材料をもたらすPTFEイースピニング分散液を製造するのに使用することができる。PTFEイースピニング分散液中における或る程度の不均質性は許容されることに留意されたい。これは、実施形態によっては、紡糸前にPTFEイースピニング分散液を濾過するためである。所望の粘稠度又は粘度を得るために、PTFEイースピニング分散液中における溶媒又は他の好適な分散媒の量は、様々な値をとることができる。

20

30

【0048】

以下でより詳細に述べられるように、繊維化ポリマーに加えられる添加剤は、PTFE前駆体分散液に添加してもよい。

40

【0049】

本開示の実施形態では、PTFEイースピニング分散液の粘度が典型的に、それから一樣で粘稠性の繊維を形成することが可能な或る特定の所望の範囲内にある。例えば、本開示は、一樣で粘稠性の繊維の形成及びより早い構築をもたらす、約50000cPより大きい粘度を有するPTFEイースピニング分散液の使用を企図するものである。例えば、実施形態によっては、PTFEイースピニング分散液の粘度が、約50000cP～約300000cP（例えば、約70000cP～約150000cP）である。粘度は例えばブルックフィールド粘度計で測定することができる。PTFEイースピニング分散液の望ましい粘度は、実行される電界紡糸方法に応じて様々な値をとり得る。例えば、オリフィス（ニードル）に基づく装置は、自由表面（free surfaced）に基づく装置よりも幾ら

50

か大きい粘度を必要とし得る。

【0050】

得られる高粘性混合物中に閉じ込められる空気が全くないかそれに近い均一なPTFEイースピニング分散液を作製することが、好ましい（例えば随意選択される）。したがって、PTFEイースピニング分散液は、例えば、様々な混合及び／又は濾過プロトコルによって、閉じ込められた空気を除去するとともに、凝集塊又はゲルを除去するように処理してもよい。

【0051】

図1を参照すると、PTFEイースピニング分散液を電界紡糸することによってPTFE電界紡糸材料9を形成することができる。この際、PTFEイースピニング分散液は、電界紡糸プロセスのための電荷源12として作用する固定された導体素子を備える制御ポンプ装置内に装填されていてもよい。導体素子は、1つ又は幾つかのオリフィスを有していてもよく、なお、PTFEイースピニング分散液は、オリフィス（複数の場合もあり）を通じてターゲットに向けて吐出され、オリフィス（複数の場合もあり）及びターゲットは、反対の電荷を有する（又は、ターゲットをアースにつなげることも可能である。本開示により使用され得る装置に関する更なる詳細は、例えば、特許文献12（その全体が引用することにより本明細書の一部をなす）に提示されている。

【0052】

図1に概略的に図示される電界紡糸装置をより詳細に参照すると、リザーバ10に、PTFEイースピニング分散液を装填することができる。運搬システム11（例えば、1つ又は複数のポンプ装置を備え得る）が、リザーバ10から、1つ又は複数のオリフィス自体であるか又はそれらを備え得る電荷源12へと、PTFEイースピニング分散液を運搬する。ポンプ装置からの射出容積は典型的に、生成されるPTFE電界紡糸材料9の望ましい構成、例えば、PTFE電界紡糸材料の望ましい繊維直径に応じて決まる所定量に設定される。オリフィスに基づくシステムを使用する場合、オリフィスのサイズは好ましくは、限定するものではないが、直径約0.01mm～約3.0mmである。ターゲット（又は、「捕集面」）15は、電荷源12から離れるように位置する。（限定するものではないが）直流電源を備える電源16が、電荷源とターゲットとの間に電荷電位を確立するため、紡糸PTFE分散液14がターゲットと反対に帯電する。電荷源12は好ましくは（例えば任意に）、精密直流電源16の正極側に接続している。電源16の負極側は好ましくは（例えば任意に）、捕集面又はターゲット15に接続している。好ましくない場合もあるが、実施形態によっては、極性を反対にしてもよい。ターゲット15をアースにつなげることも可能である。紡糸PTFE分散液14は、ターゲット15に静電的に誘引され、その上に堆積して、PTFE電界紡糸材料9を形成する。限定するように意図されるものではないが、様々な電界紡糸技法は、例えば、特許文献13、特許文献14、特許文献15、特許文献16、特許文献17、特許文献18、特許文献19、及び特許文献20（それらは全て、その全体が引用することにより本明細書の一部をなす）に記載されている。

【0053】

ターゲット／捕集面15は、静置するものであっても、又は動いていてもよい（例えば、それは、輸送ローラー17上で移動すること等によって衝突帯域を通過する連続的又は略連続的な材料であってもよい）ため、捕集面は、コンベアといったエンドレスベルト等とすることができる。捕集面15は、例えば、ドラム（例えば、電界紡糸材料を巻き付けることができるシリンダー）又はシートとすることができる。典型的にドラムを堆積中に回転させると、得られる三次元PTFE電界紡糸材料9をこの「管」型形態で使用するか、又は切断してシート形態の電界紡糸材料とすることができる。シートは、別個の寸法を有する平らな捕集面である。更なる実施形態によっては、捕集面15が、コーティング、すなわち被覆され得る任意の材料である。捕集面15を形成する材料の形状、サイズ及びジオメトリは、様々なものを採用することができる。例えば、捕集面15は、限定するものではないが、埋込み型医療機器（例えば、組織スキャフォールディング、ステント、グ

10

20

30

40

50

ラフト及び閉塞器 (occlusion devices)) を含む機器とすることができる。かかる実施形態では、機器を P T F E 電界紡糸材料 9 で被覆するように電界紡糸が実行される。かかる実施形態では、機器を、電界紡糸前に別の材料でコーティングしてもよく、又は、P T F E 電界紡糸材料 9 が機器上に被覆層を形成するように機器を直接被覆してもよい。捕集面 1 5 は、電荷を消失させることが可能な任意の好適な材料であってもよい。実施形態によっては、捕集面 1 5 は、金属、セラミック、繊維ガラス、グラファイト、又は高分子材料 (例えば、P T F E 又はフッ素化ポリマー) であってもよい。実施形態によっては、捕集面 1 5 の材料が、ステンレス鋼、銅、コバルトクロム、ニッケルチタン (例えばニチノール) 及びマグネシウム合金から選択され得る。

【0054】

電源 1 6 上の電圧は典型的に、ポリマー / P T F E イースピニング分散液を一様に引き出すように望ましい電圧まで上げられる。印加電圧は様々な値をとり得るが、典型的には約 2 0 0 0 ボルト ~ 約 2 0 0 0 0 ボルトである。電源 1 6 の接続により誘発される電荷は、帯電ポリマーを電荷源 1 2 と反発し、それを捕集面 1 5 へと誘引させる。捕集面 1 5 は好ましくは (例えば任意に)、オリフィスシステム 1 2 と垂直に置かれ、面全体が、ターゲットに向かって引き抜かれた繊維で一様に被覆されるように、少なくとも一方向に動かされる。実施形態によっては、捕集面のあらゆる側面で被覆されるように、捕集面 1 5 を回転させてもよい (例えば、捕集面としてはドラム又は三次元機器が挙げられる)。

【0055】

代替的に、P T F E イースピニング分散液を、以下で述べられるような開口溶液槽の電界紡糸装置を用いて (例えば、布シートへと) 電界紡糸してもよい。例えば、開口溶液槽による電界紡糸装置は、摂動を作り出す、ワイヤ、シリンダー、スパイク、鋭角、又は同様のジオメトリの紡糸電極を有していてもよい。開口溶液槽の (トロフ) ユニットでは、射出容積が、分散液の粘度、分散液の導電率、分散液の表面張力、溶液槽からターゲットまでの距離、及び電圧に依存する。これらの因子は、布の厚さ及び望ましい繊維直径にも影響を及ぼし得る。電荷源は好ましくは (例えば任意に)、精密直流電源の正極側に接続される。電源の負極側は好ましくは (例えば任意に)、捕集面に接続される。代替的に、捕集面をアースにつなげることも可能である。極性は反対にしてもよいが、これは好ましいとは言えない。印加電圧は様々な値をとることができるが、約 1 0 0 mm ~ 約 4 0 0 mm の典型的な捕集距離では典型的に約 4 0 0 0 0 ボルト ~ 約 2 0 0 0 0 0 ボルト (例えば、約 8 0 0 0 0 ボルト ~ 約 1 2 0 0 0 0 ボルト) である。

【0056】

電源の接続により誘導される電荷が、帯電ポリマーを電荷源と反発し、帯電ポリマーを捕集面へと引き寄せる。開口溶液槽による電界紡糸では、典型的に捕集面がシートとなる。シート表面は任意の好適な金属又は高分子材料とすることができ、ステンレス鋼を特に好ましい材料とし得る。電源上における電圧を望ましい電圧まで上げると、ポリマー / P T F E イースピニング分散液が一様に引き出されて、分散液がターゲットへと引き寄せられる。捕集ターゲットを開口溶液槽の上方に配置してもよく、面全体が好ましくは (例えば任意に) 一様に被覆されるように、捕集ターゲットは少なくとも一方向に動かされる。

【0057】

本開示により使用され得る、本タイプ及び他のタイプの装置に関する更なる詳細、並びに、電界紡糸装置の操作のための有用なパラメータは、例えば、特許文献 1 0 (その全体が引用することにより本明細書の一部をなす) に提示されている。本開示により使用される電界紡糸材料を提供し得る他のタイプの装置及びそれらの使用法は、例えば、特許文献 2 1、特許文献 2 2、特許文献 2 3、特許文献 2 4、特許文献 2 5、特許文献 2 6、特許文献 2 7 (それらは全て、その全体が引用することにより本明細書の一部をなす) に記載されている。

【0058】

どの方法を使用して、P T F E 電界紡糸材料 (例えば、図 1 の P T F E 電界紡糸材料 9) を形成するかに関わりなく、電界紡糸材料は、捕集面を適切に被覆した後に、好ましく

10

20

30

40

50

は（例えば任意に）加熱される。より詳細には、例えば、イースピニング P T F E 分散液により調製された不織布は典型的に、焼結されると、望ましい特性を呈する（例えば、より粘り気が少なく、より強く、より耐久性のある電界紡糸材料を提供する）。電界紡糸材料は、適所で（すなわち、全捕集面を炉内に入れることによって）加熱してもよく、又は、加熱前に捕集面から電界紡糸材料を除去して独立した電界紡糸材料を炉内に入れることによって焼結してもよい。加熱工程は多数の目的にかなう。加熱工程は、（例えば、分散媒（例えば、水等の溶媒）を電界紡糸製品から除去することによって）電界紡糸材料を乾燥させるのに役立ち得る。加熱工程は、繊維化ポリマーを揮発させて除去するのにも役立ち得る。加熱工程は付加的に、P T F E 粒子の焼結をもたらし得る。限定するように意図されるものではないが、この焼結工程は、それらの強度、耐久性及び他の所望の特徴を有するイースピンされた P T F E 不織布をもたらすために重要であると考えられる。焼結によりもたらされる P T F E 粒子及び / 又は繊維の結合は、P T F E 粒子及び / 又は繊維の幾らかの溶融を伴い得る。必要に応じて、P T F E 不織の多孔度を制御（例えば、維持）しようとする方法で、幾らかのかかる溶融を制御するか、さもなければ最低限に抑えることができる。

10

【 0 0 5 9 】

P T F E 電界紡糸材料を加熱する時間及び温度は、様々な値をとることができる。例えば、典型的な実施形態では、炉の温度は約 2 5 0 ~ 約 5 0 0 （例えば、約 3 5 0 ~ 約 4 8 5 ）である。P T F E 電界紡糸材料を加熱する時間は、一部、炉の温度に依存し得る。時間は、P T F E 電界紡糸材料の厚さにも依存する可能性があり、電界紡糸材料が厚い程、典型的に、乾燥及び / 又は焼結により長い時間が必要とされる。実施形態によっては、加熱 / 焼結を行う温度は、一部、（例えば、P T F E の加熱 / 焼結に使用され得る高温に耐えることができないおそれがある）勾配構造内の任意の他の成分の特徴に依存し得る。

20

【 0 0 6 0 】

或る特定の実施形態では、概して、残存する水の少なくとも幾らか（好ましくはほとんど）を蒸発させて、繊維化ポリマーの少なくとも幾らか（好ましくはほとんど）を分解させるとともに、その後の残る材料の排除を経るような時間、サンプルを熱に曝す。実施形態によっては、P T F E 電界紡糸材料を 1 時間以内加熱するが、より長い加熱時間を使用しても、本開示を逸脱することはない。実施形態によっては、材料を、約 3 0 分以内、約 2 0 分以内、約 1 0 分以内、又は約 5 分以内加熱する。例えば、或る特定の実施形態では、約 1 分 ~ 約 3 0 分、好ましくは約 5 分 ~ 約 1 0 分間、加熱及び / 又は焼結を行う。

30

【 0 0 6 1 】

乾燥、揮発、焼結等は、同時に又は一連の工程で行ってもよい。いずれの理論にも限定されることを意図するものではないが、幾らかの乾燥（例えば、溶媒の除去）が電界紡糸の完了時に起こると考えられる。さらに、この時点で、或る程度のわずかな繊維の再編成も起こると考えられる。その後、電界紡糸材料を加熱すると、（例えば、約 8 0 重量 % を超える、好ましくは（例えば任意に）約 9 0 重量 % 又は 9 5 重量 % を超える、最も好ましくは（例えば任意に）約 9 8 重量 % 又は 9 9 重量 % を超える）好ましくは（例えば任意に）残存する分散媒（例えば、溶媒）及び繊維化ポリマーの大部分が、P T F E 電界紡糸材料から除去される。イースピンされた布が加熱時に収縮を受けることが一般的に理解される。いずれの理論にも限定されるものではないが、収縮は、電界紡糸プロセス後の初めの乾燥及び繊維の再編成、並びに加熱による分散媒及び繊維化ポリマーの除去の二段階で起こると考えられる。

40

【 0 0 6 2 】

上述のように、加熱は焼結ももたらし得る。焼結とは、不織 P T F E に基づく電界紡糸材料を作製するような個々の P T F E 粒子の融解を指す。電界紡糸材料の焼結は包括的に、より強くより耐久性のある電界紡糸材料の形成をもたらす。焼結の程度は様々なものとすることができる。加熱中、様々な方法（例えば熱量測定）により焼結の程度を評価するために、電界紡糸材料をモニタリングしてもよい。加熱は包括的に、電界紡糸材料を、例

50

えば視覚的に評価することができる物理的变化に付すものである。例えば、電界紡糸材料は視覚的に粘り気があり、更には粘着性であれば、これは包括的に、電界紡糸材料をより長時間加熱すべきであることを示唆する。電界紡糸材料の変色（例えば黄変）があれば、それは通常、繊維化ポリマーの存在（すなわち、不完全な分解）を表し、このことも、電界紡糸材料をより長時間加熱すべきことを示唆する。

【0063】

P T F E がイースピンされた材料は好ましくは繊維質である。特に好ましいイースピンされた繊維は、少なくとも約 $0.01\ \mu\text{m}$ の直径を有する。特に好ましい例示的な実施形態において、焼結後に、P T F E がイースピンされた材料は、繊維間の接点の間が約 $0.1\ \mu\text{m}$ ~ 約 $50\ \mu\text{m}$ の距離範囲となるような密度で堆積された繊維を有する。

10

【0064】

イースピンされた濾過材及びそれらの調製

本開示の一態様は、1つ又は複数の繊維質の P T F E がイースピンされた不織材料を含むか又はそれらから基本的になる濾過材の提供である。かかるイースピンされた P T F E 濾過材は、少なくとも幾つかの実施形態では、濾過材が過酷な環境及び/又は高温での利用における使用に適する点で有益である。

【0065】

様々な試験方法を使用して、濾過材の特性を評価することが可能である。例えば、従来の T S I 8130 Auto Filter Tester を用いて、H E P A 及び U L P A に関する濾過効率 (F E %) 及び圧力損失 (P m m H₂O) を求めることができる。実施形態によっては、イースピンされた P T F E を含むか又はそれから基本的になる濾材が高濾過効率を示す。例えば、本開示の幾つかの実施形態では、イースピンされた P T F E 濾材が、($0.3\ \mu\text{m}$ の粒子、 $5.3\ \text{cm/s}$ の速度、及び平らなシートの $100\ \text{cm}^2$ の試験面積を用いるとともに、T S I 8130 Auto Filter Tester を利用する) I E S T - R P - C C 001.3 (1995) を用いて評価した場合に、 $0.3\ \mu\text{m}$ の粒子を少なくとも 99.97% を除去 (すなわち捕捉) する H E P A 効率基準を満たす。濾過性能は、濾材が、透過パーセンテージ及び最終的な圧力損失として表される、所与の濃度及び所与の流速で特定の汚染を除去する能力を特徴づけるものである。よって、濾過効率は、100% から透過パーセンテージを減算することによって算出される。

20

30

【0066】

フィルタを、T S I 8130 Auto Filter Tester により試験する場合、特定の流速における透過による示度及び圧力損失という2つの値が与えられる。圧力損失は、空気をフィルタに通すのに必要とされるエネルギーに比例する。圧力損失は、定格空気流速におけるサンプルにわたる圧力水頭差であり、圧力損失は典型的に水のインチで表される。圧力損失は、例えば、H E P A 又は U L P A 試験の一環として測定される。圧力損失は、空気又は水を濾過材に流すエネルギーコストの指標を提示するものである。

【0067】

実施形態によっては、イースピンされた P T F E を含むか又はそれから基本的になる濾材を用いて実施される濾過は、濾過すべき材料をイースピンされた P T F E 濾材に通過させる際に、低い圧力損失を示す。実施形態によっては、H E P A 効率基準を満たすイースピンされた P T F E マット (例えばイースピンされた P T F E 不織布) を濾過に使用すると、H E P A マイクロガラス系濾過材よりも低い圧力損失が示される。例えば、或る特定の具体的な実施形態では、P T F E 濾材にわたる圧力損失を、約 $40\ \text{mm H}_2\text{O}$ 未満、約 $35\ \text{mm H}_2\text{O}$ 未満、約 $30\ \text{mm H}_2\text{O}$ 未満、約 $25\ \text{mm H}_2\text{O}$ 未満、又は約 $20\ \text{mm H}_2\text{O}$ 未満とすることができる。

40

【0068】

実施形態によっては、H E P A 効率基準を満たし得るイースピンされた P T F E マットは、典型的に H E P A 濾過に使用される他の材料 (例えば、H E P A マイクロガラス系濾

50

過材)よりも薄いと思われる。例えば、実施形態によっては、H E P A 効率基準を満たし得るイースピンされたP T F E マットが、約300 μ m未満、約200 μ m未満、約150 μ m未満、約100 μ m未満、約80 μ m未満の平均厚さを有する。或る特定の具体的な実施形態では、H E P A 効率基準を満たし得るイースピンされたP T F E マットが、約50 μ m未満の平均厚さを有する。

【0069】

本開示の一態様では、イースピンされたP T F E マットが、低流れ抵抗を有する表面フィルタ、及び相互に接続する多孔質構造を有するデプスフィルタのように同時に機能し得る。これに関して、少なくとも本開示の幾つかの実施形態によれば、イースピンされたP T F E 濾過材(例えばイースピンされたP T F E 不織材料)は、2つの異なる濾過プラットフォームである表面濾過及び深層濾過の両方の特徴をもたらすように構成され、イースピンされたP T F E 濾過材はそれぞれの利得を相乗的に併せ持つ。イースピンされたP T F E 濾過材の膜状の表面濾過材の特徴は、優れた濾過効率の提供を図ることであるのに対し、イースピンされたP T F E 濾過材の三次元の相互に接続する孔構造の特徴は、低流れ抵抗、故に低圧力損失の提供を図ることである。

10

【0070】

本開示により製造される濾過材の用途は様々なものを採用することができる。既述のように、実施形態によっては、濾過材を、H E P A フィルタとして使用することができる。本明細書中に記載されるもの等のH E P A フィルタは、例えば、医療施設内(例えば、病院、例えば特別処置室(例えば、手術室)、分娩室、空気感染性疾患を患う患者を収容する部屋、免疫不全症状を患う患者を収容する部屋、研究施設、調剤施設、及び無菌室(例えば、滅菌供給室(sterile supply rooms)))における空気の質を確保するような用途を有し得る。本明細書中に記載されるもの等のH E P A フィルタは、研究施設(例えば、マイクロエレクトロニクス、製薬、生物学、ナノ材料、又は化学に関わる研究、開発及び製造に関する工業用クリーンルーム)、自動車、航空機、及び家における空気の質を確保するのに也可以使用することができ、電気掃除機においても使用することができ、解析用の重量分析にも使用することができ、また、個人用保護装置(例えば呼吸器システム)内でも使用することができる。実施形態によっては、無毒性及び/又は無害微粒子物質、並びに毒性及び/又は有害微粒子物質、例えば、放射性物質、生体有害物質、核物質、細菌、真菌又はウイルス微粒子物質等を含むいずれのタイプの微粒子物質の濾過にも、H E P A フィルタを使用することができる。

20

30

【0071】

本開示によりもたらされる濾過材は、任意の好適なタイプのフレーム構造又は構造内に組み込むように改変することで、濾過機器(すなわちフィルタ)をもたらすことができる。実施形態によっては、フィルタが、支持構造体と、支持構造体により(例えばその上に)支持される、イースピンされたP T F E を含むか又はそれから基本的になるイースピンされたマットとを有し、このようなフィルタは、以下でより詳細に検討されるように、強制流路(例えば、気体又は液体)に取り外し可能に搭載されていてもよい。濾過される気体は例えば空気とすることができる。

【0072】

例えば、特許文献28、特許文献29、特許文献30、特許文献31、及び特許文献32(その全体が引用することにより本明細書の一部をなす)に記載されている濾過材(例えば、H E P A 濾過材)を、本開示において記載される濾過材に置き換えてもよい。用途に応じて、濾過材は、いずれの好適な形態(例えば、平板で、単層型、折り畳み型、多層型、及び/又はひだ状)で濾過機器に組み込んでよい。

40

【0073】

有益には、実施形態によって、イースピンされたP T F E の特性を調整することができる。イースピンされた材料の特性を調整する能力は、所与のタイプの濾過に適切なP T F E がイースピンされた不織材料を製造する上で有用となり得る。かかる目的で調整され得るP T F E がイースピンされた不織布の例示的な特性としては、繊維直径、繊維充填の密

50

度、繊維充填の均一性、及び不織構造における不良度（すなわち不均一性）が挙げられる。

【 0 0 7 4 】

これらの特性を本開示により制御及び調整するには様々な方法が存在する。P T F E がイースピンされた材料は、その調製方法（例えば、紡糸プロセスのパラメータ）に応じて様々なものとなり得る巨視的性質及び微視的性質を有する。例えば、イースピンされた不織材料ではP T F E 繊維の様々な平均繊維直径を得ることができる。当業者に既知のイースピンされた材料の繊維直径を制御するには幾つかの方法が存在する。イースピンされた材料の繊維直径を制御することは通常、プロセスパラメータ又は材料パラメータのいずれかに関連する。

10

【 0 0 7 5 】

繊維直径を制御する一方法は、イースピニング分散液の導電率を増大させることによって、紡糸プロセス中にイースピンされた材料の伸縮性を上げることである。例えば、導電率を増大させると、概して、より小さな繊維直径を有する不織布がもたらされる。そして、イースピニング分散液の導電率を減少させると、概して、より大きな繊維直径を有する不織布がもたらされる。イースピニング分散液の導電率を改変させ得るには様々な手段が存在する。例えば、実施形態によっては、試薬が分散液の安定性に悪影響を及ぼさないものであれば、分散媒（例えば水）中でイオンに解離する任意の好適な添加剤 / 試薬を分散液に添加してもよい。例えば、本開示の実施形態によれば、この目的で使用され得る導電性種としては、アンモニウム若しくは金属塩（塩化物、硝酸塩、硫酸塩、炭酸塩等）、弱酸（硝酸、ギ酸、酢酸等）、又は弱塩基（水酸化アンモニウム、ピリジン等）が挙げられるが、これらに限定されない。本開示により使用され得る1つの例示的な導電性種は、炭酸アンモニウムである。実施形態によっては、導電性種が、典型的には酸化物及び硫化物を除いた任意の塩である。

20

【 0 0 7 6 】

添加すべき導電性種の量は様々な値をとることができる。概して、導電性種の量は、分散液の導電率の望ましい変化をもたらすのに必要な量とすることができる。実施形態によっては、導電率の増大が、系に添加される導電性種の量に比例する。しかしながら、導電率の増大は典型的に試薬に特異的なものであるため、望ましい導電率を有する分散液を製造するのに必要とされる導電性種の量は、導電性種によって異なると考えられる。限定するように意図されるものではないが、本開示の幾つかの実施形態では、分散液に添加される / 含まれる導電性種の量を、分散液の重量に対して約 0 . 0 0 1 重量 % ~ 約 5 0 重量 % とすることができる。例えば、或る特定の導電性種では、分散液に添加される / 含まれる導電性種の量が、分散液の重量に対して、約 0 . 0 1 重量 % ~ 約 1 0 重量 %、約 0 . 0 1 重量 % ~ 約 5 重量 %、約 0 . 0 1 重量 % ~ 約 1 重量 %、又は約 0 . 0 5 重量 % ~ 約 1 重量 % である。

30

【 0 0 7 7 】

分散液の望ましい導電率は様々な値をとることができる。実施形態によっては、適切なウェブ均一性をもたらすものの構造を圧密化しない導電率の範囲を、約 2 0 0 μ S / c m ~ 約 1 0 0 0 μ S / c m（例えば、約 3 0 0 μ S / c m ~ 約 8 0 0 μ S / c m）の範囲とする。他の実施形態では、構造を緻密化することなく良好な均一性をもたらす導電率を、約 5 0 μ S / c m ~ 約 1 0 0 0 μ S / c m の範囲とする。分散液の導電率は、例えば、In Lab 731（登録商標）導電率プローブを用いたMettler Toledo（登録商標）SevenMulti（登録商標）Modular Meter Systemを用いて測定することができる。P T F E 分散液は概して所与の初期導電率を備え、これは様々な値をとり得る。さらに、本明細書中に更に記載されるように、分散液の導電率の選択が、分散液中におけるP T F E 粒径の影響を受け得ることに留意されたい。言い換えると、少なくとも本開示の幾つかの実施形態によれば、導電率及びP T F E 粒径は典型的に、所与の繊維サイズを有するイースピンされた材料を実現するために、合わせて検討される。

40

50

【 0 0 7 8 】

イースピニング分散液の導電率を改質させることは、得られる不織布に他の形でも影響を及ぼし得る。実施形態によっては、導電率を改質させることによって、繊維の充填の密度が影響を受ける可能性がある。例えば、イースピニング分散液の導電率を増大させると、実施形態によっては、平均繊維直径の低減がもたらされるとともに、繊維充填の均一性及び／又は密度も影響を受ける可能性がある。実施形態によっては、導電率を増大させると、密に充填された圧密化された繊維からなる幾分均一な布がもたらされ得る。しかしながら、導電率を増大させると大抵、均一性は改善されるものの、ウェブ構造も圧密化して、所望の濾過能力を示さないイースピンされた材料を導くおそれがある。

【 0 0 7 9 】

不織布内の繊維充填の均一性、及び不織布内の充填の密度は、（例えば走査型電子顕微鏡検査により）視覚的に評価することができる。均一性の別の尺度は、例えば、イースピンされた材料の平均孔径及び泡立ち点孔径（最大孔）を比較することによって求めることができる孔径均一性である。布の密度も、グラム毎平方メートル（GSM）単位の重量を、イースピンされた材料の全厚（ミル単位）と比較することによって、GSM／ミル厚さの比について求めることができる。実施形態によっては、イースピンされたPTFEを含むか又はそれから基本的になる濾過材内の繊維の充填が、約30以下、約25以下、約20以下、約15以下、又は約10以下のGSM／ミル比を有する濾過材をもたらす。実施形態によっては、GSM／ミル比が、約8～約25、例えば約9～約15である。

【 0 0 8 0 】

本開示の幾つかの実施形態では、紡糸用PTFE分散液が調製される前駆体PTFE分散液中におけるPTFEの特定の平均粒径を選択することによって、PTFEがイースピンされた不織布における繊維直径を制御することができる。PTFE又は任意の他の高分子材料を分散液から電界紡糸する場合、粒径は、繊維構造にかかる構成単位とみなされる。それ故、実施形態によっては、これらの構成単位（粒子）のサイズを小さくすることによって、不織布における得られる繊維の直径が比例して小さくなる。それに対応して、他の実施形態では、平均粒径が大きくなると、直径がより大きな繊維を含むイースピンされた不織材料がもたらされ得る。しかしながら、包括的に、PTFE粒径を改変すること単独では必ずしも、濾過用途に典型的に必要なとされるような、高品質で欠陥の無い不織布を製造する確実な手段とはならないことが見出された。

【 0 0 8 1 】

本開示の幾つかの実施形態では、分散液の導電率及びPTFE粒径の2つのパラメータが、望ましい結果をもたらすように、合わせて（例えば同調して）働く。言い換えると、実施形態によっては、望ましい特徴を有するイースピンされたPTFE不織布を製造するために、分散液の導電率及びPTFE粒径の所定の組合せがもたらされる。概して、パラメータを単独で調節して、繊維直径が小さい不織布を得ることもできるが、実施形態によっては、検討されるこれらのパラメータがいずれも単独では、得られるPTFE不織布の濾過特性の十分な制御をもたらさないことがあるため、本開示では包括的にこれらのパラメータを合わせて検討する。PTFE粒径と分散液の導電率との或る特定の組合せは実際に、望ましくない大規模な欠陥及び不均一性を生み出すおそれがある。これらの欠陥及び不均一性は、濾過における利用を検討するのに重要なものである。例えば、濾過の目的では、繊維サイズを小さくすることが望ましいと思われるが、実施形態によっては、繊維サイズを小さくすることによって、繊維のより高密度な充填がもたらされるおそれがある。このようなイースピンされたPTFE材料では、濾材が、紡糸中の繊維の圧密化に起因して、非常に大きな流量制限を有することがある。このような濾材は同様に、濾過における使用時に高い圧力損失及びエネルギー損失を示すと考えられる。

【 0 0 8 2 】

既述のように、PTFE粒径を小さくすることだけでは、実施形態によっては、平均繊維直径を小さくすることがあり、PTFEイースピニング分散液における導電率を増大させることだけでは、実施形態によっては、平均繊維直径を小さくすることがある。例えば

、一実施形態では、分散液における平均 P T F E 粒径を、約 2 3 0 n m から約 1 3 0 n m に小さくすることによって、不織布における P T F E 繊維直径が約 3 5 % 小さくなった。同様に、約 2 3 0 n m の平均粒径を有する P T F E 分散液の導電率を、2 5 0 μ S / c m から 6 0 0 μ S / c m に増大させることによって、不織布における P T F E 繊維直径が約 1 5 % 小さくなった。このデータから、粒径及び導電率の両方が、最終的な不織布の繊維直径に影響を及ぼす役割を果たすことは明らかであるものの、これらのパラメータを合わせて検討することが有益となり得ることが更に明らかとなる。

【 0 0 8 3 】

様々な平均繊維直径は、P T F E 分散液の粒径及び導電率の両方を微調整することによってもたらされ得る。実施形態によっては、約 1 5 0 0 n m 以下、約 1 0 0 0 n m 以下、約 9 0 0 n m 以下、約 8 0 0 n m 以下、約 7 0 0 n m 以下、約 6 0 0 n m 以下、約 5 0 0 n m 以下、約 4 0 0 n m 以下、約 3 0 0 n m 以下、約 2 0 0 n m 以下、又は約 1 0 0 n m 以下の P T F E 繊維直径が、分散液の P T F E 粒径と分散液の導電率との適切な組合せによって得ることができる。故に、実施形態によっては、P T F E 繊維の平均直径が、約 2 5 0 n m ~ 約 1 5 0 0 n m (例えば、約 4 6 3 n m ~ 約 1 5 0 0 n m、又は約 1 5 0 0 n m ~ イースピニング分散液中における P T F E の平均粒径の 3 倍) の範囲内となる。実施形態によっては、P T F E 繊維の平均直径が約 4 0 0 n m ~ 約 9 0 0 n m となる。

10

【 0 0 8 4 】

実施形態によっては、本明細書中に記載される電界紡糸プロセスが、(例えば、コーティングとして使用されるのではなく)自己支持型の自立し得る高分子(例えば P T F E)マットを製造し得ることに留意されたい。しかしながら、実施形態によっては、最終的なイースピンされた製品が、他のポリマー(例えば、最終製品における付加的な高分子膜若しくはフィルム層として、又は P T F E を含む分散液に供給して、混合高分子マットをもたらすようなもの)を含んでいてもよい。かかる他のポリマーは、電界紡糸材料を含んでいても、又は含んでいなくてもよい。概して、溶液又は分散液形態に入れられ得る任意のポリマーは、イースピンされ得るものとする。例えば、本開示によりイースピンされ得る或る特定の好適な材料としては、ナイロン、ポリウレタン(P U)、ポリエステル、フッ素化エチレンプロピレン(F E P)、それらの組合せ等が挙げられる。流れる(course)分散液(例えば懸濁液)をイースピンすることにより調製される不織布は典型的に焼結されて、望ましい特性を呈するが、溶液からイースンすることにより調製される不織布は、紡糸及び乾燥中にそれらの特性を呈していてもよい。

20

30

【 0 0 8 5 】

以下、イースピンされた P T F E 不織布の比較例の説明後に、第 1 から第 6 までの例示的な実施形態について論じる。第 1 から第 6 までの例示的な実施形態は、言及される変形及び当業者にとって明らかな変形を別にすれば上述の実施形態と同様のものであってもよい。

【 0 0 8 6 】

イースピンされた P T F E 不織布の比較例

本開示の一態様では、比較の目的として以下に記載される比較例を使用する。比較例において、ポリ(エチレンオキシド)の形態の繊維化ポリマー(例えば、ポリエチレンオキシド)(3 0 0 0 0 0 k D a、4 0 グラム)を、1 L の P T F E 粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約 5 日間ゲル化させた。比較例の前駆体分散液の P T F E 粒子は、約 2 3 0 n m の平均粒径を有するものであった。比較例の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社から D a i k i n D X - 9 0 2 5 として入手した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも 4 8 時間ローリングさせて混ぜ合わせると(約 1 0 r p m)、粘性でオフホワイトの P T F E イースピニング分散液が生成した。P T F E イースピニング分散液の導電率はおよそ 2 5 0 μ S / c m であった。

40

【 0 0 8 7 】

P T F E イースピニング分散液をトロフに充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極(charging electrode)として使用するとともに、該円筒ローラーを P T F E イ

50

ースピニング分散液でコーティングした。0.002インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5インチ×17.5インチ)を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンバ内に通し、捕集面として使用した。その上に、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ230cmであり、使用した電圧は80kVであった。その後、PTFE電界紡糸材料を焼結すると、比較例のイースピンされたPTFE不織布が形成した。

【0088】

図2に示すように、比較例の得られたイースピンされたPTFE不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンされた不織布に広がる複数の孔(例えば、蛇行経路)を規定するように構成される。生成される繊維は、ソフトウェア、すなわちImageJ(登録商標)ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、 1003 ± 105 nmの平均繊維直径を有するものであった。比較例のイースピンされたPTFE不織布(例えばマット)の典型的な特性は、同じパラメータを用いているが、比較のために異なる厚さを対象とする2つの例示的なPTFE調製物についてのデータを示す以下の表1に示す。

【0089】

【表1】

表1：比較例のPTFE不織材料の比較

サンプル	1	2
厚さ(ミル)	1.2	1.4
坪量(g/m ²)	9.4	14.6
平均流量孔径(ミクロン)	4.2	3.1
泡立ち点(ミクロン)	7.2	5.1
ガーレー数(秒/100cc)	1.2	2.4
紡糸用分散液の粘度(cP)フルックフィールド [®] #	97000	104000

S-25スピンドルを用いて2.5RPMで計測した測定値

【0090】

第1の例示的な実施形態

本開示の第1の例示的な実施形態では、ポリ(エチレンオキシド)の形態の繊維化ポリマー(例えば、ポリエチレンオキシド)(300000kDa、40グラム)を、1LのPTFE粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約5日間ゲル化させた。第1の例示的な実施形態の前駆体分散液のPTFE粒子は、約230nmの平均粒径を有するものであった。第1の例示的な実施形態の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社からDaikin DX-9025として入手した。水酸化アンモニウム(28重量%~33重量%水溶液として準備される)を、ゲル化した分散液に添加すると、最終濃度が5体積%の水酸化アンモニウムが生成した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも48時間ローリングさせて混ぜ合わせると(約10rpm)、粘性でオフホワイトのPTFEイースピニング分散液が生成した。PTFEイースピニング分散液の導電率はおよそ600μS/cmであった。

【0091】

PTFEイースピニング分散液を溶液槽に充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極として使用するとともに、該円筒ローラーをPTFEイースピニング分散液でコーティングした。0.002インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5インチ×17.5インチ)を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンバ内に通し、捕集面として使用した。その上に、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離

はおよそ230cmであり、使用した電圧は80kVであった。その後、PTFE電界紡糸材料を焼結すると、第1の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布が形成した。

【0092】

図3に示すように、第1の例示的な実施形態の得られたイースピンスされたPTFE不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンスされた不織布に広がる複数の孔（例えば、蛇行経路）を規定するように構成される。生成される繊維は、ソフトウェア、すなわちImageJ（登録商標）ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、 $852 \pm 141 \text{ nm}$ （約850nm）の平均繊維直径を有するものであった。比較のために異なる厚さをとる、第1の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布（例えばマット）の典型的な特性を以下の表2に示す。

【0093】

【表2】

表2：第1の例示的な実施形態のPTFE不織材料の比較

サンプル	1	2	3
厚さ(ミル)	0.8	1.6	2.5
坪量(g/m ²)	8.2	16.1	28.1
平均流量孔径(ミクロン)	2.9	2.3	1.8
泡立ち点(ミクロン)	4.4	3.3	3.0
カーレー数(秒/100cc)	1.6	3.7	6.8
粘度(cP)ブルックフィールド [®] #	104000		

S-25スピンドルを用いて2,5RPMで計測した測定値

【0094】

第2の例示的な実施形態

本開示の第2の例示的な実施形態では、ポリ（エチレンオキシド）の形態の繊維化ポリマー（例えば、ポリエチレンオキシド）（300000kDa、40グラム）を、1LのPTFE粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約5日間ゲル化させた。第2の例示的な実施形態の前駆体分散液のPTFE粒子は、約160nmの平均粒径を有するものであった。第2の例示的な実施形態の前駆体分散液は、3M（登録商標）からDyneon（登録商標）TF5032Zとして入手した。ゲル化した分散液を、少なくとも48時間混ぜ合わせると（約10rpm）、粘性でオフホワイトのPTFEイースピニング分散液が生成した。PTFEイースピニング分散液の導電率はおおよそ1200μS/cmであった。

【0095】

PTFEイースピニング分散液を溶液槽に充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極として使用するとともに、該円筒ローラーを上述の分散液でコーティングした。0.002インチ厚のステンレス鋼箔シート（15.5インチ×17.5インチ）を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンパ内に通し、捕集面として使用した。その上に、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離はおおよそ180cmであり、使用した電圧は60kV～70kVであった。その後、PTFE電界紡糸材料を焼結すると、第2の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布が形成した。

【0096】

図4A及び図4Bに示すように、第2の例示的な実施形態の得られたイースピンスされたPTFE不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンスされた不織布に広が

る複数の孔（例えば、蛇行経路）を規定するように構成される。生成される繊維は、ソフトウェア、すなわちImageJ（登録商標）ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、 463 ± 113 nmの平均繊維直径を有するものであった。比較のために異なる厚さをとる、第2の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布（例えばマット）の典型的な特性を以下の表3に示す。

【0097】

【表3】

表3：第2の例示的な実施形態のPTFE不織材料の比較

サンプル	1	2
厚さ(μm)	1.3	0.9
坪量(g/m ²)	41.9	36.7
平均流量孔径(μm)	1.6	1.6
泡立ち点(μm)	4.6	2.9
粘度(cP)ブルックフィールド [®] #	107000	147000

S-25スピンドルを用いて2,5RPMで計測した測定値

10

20

【0098】

第3の例示的な実施形態

本開示の第3の例示的な実施形態では、ポリ（エチレンオキシド）の形態の繊維化ポリマー（例えば、ポリエチレンオキシド）（300000kDa、40グラム）を、1LのPTFE粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約5日間ゲル化させた。第3の例示的な実施形態の前駆体分散液のPTFE粒子は、約130nmの平均粒径を有するものであった。第3の例示的な実施形態の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社からRD-V4として入手した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも48時間ローリングさせて混ぜ合わせると（約10rpm）、粘性でオフホワイトのPTFEイースピニング分散液が生成した。PTFEイースピニング分散液の導電率はおよそ300μS/cmであった。

30

【0099】

PTFEイースピニング分散液をリザーバに充填し、紡糸用のワイヤ型自由表面電極に送った。0.002インチ厚のステンレス鋼箔シート（15.5インチ×17.5インチ）を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンバ内に通し、ここで、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ260cmであり、使用した電圧は約100kVであった。その後、PTFE電界紡糸材料を焼結すると、第3の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布が形成した。

40

【0100】

図5に示すように、第3の例示的な実施形態の得られたイースピンスされたPTFE不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンスされた不織布に広がる複数の孔（例えば、蛇行経路）を規定するように構成される。生成される繊維は、ソフトウェア、すなわちImageJ（登録商標）ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、 651 ± 111 nm（例えば、約650nm）の平均繊維直径を有するものであった。比較のために異なる厚さをとる、第3の例示的な実施形態のイースピンスされたPTFE不織布（例えばマット）の典型的な特性を以下の表4に示す。

【0101】

50

【表 4】

表 4：第 3 の例示的な実施形態の P T F E 不織材料の比較

サンプ ^ル	1	2	3
厚さ(ミル)	0.9	2.0	2.6
坪量(g/m ²)	13.2	23.3	30.1
平均流量孔径(ミクロン)	2.0	1.9	1.7
泡立ち点(ミクロン)	2.8	2.7	2.6
カー ^レ 数(秒/100cc)	5.0	8.1	10.2
粘度(cP)フ ^ル ックフ ^ィ ール ^ト #	82000		

S-25 スピンドルを用いて 2.5 RPM で計測した測定値

【0102】

第 4 の例示的な実施形態

本開示の第 4 の例示的な実施形態では、ポリ(エチレンオキシド)の形態の繊維化ポリマー(例えば、ポリエチレンオキシド)(300000kDa、40グラム)を、1Lの P T F E 粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約 5 日間ゲル化させた。第 4 の例示的な実施形態の前駆体分散液の P T F E 粒子は、約 80nm の平均粒径を有するものであった。第 4 の例示的な実施形態の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社から RD-V5 として入手した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも 48 時間ローリングさせて混ぜ合わせると(約 10rpm)、粘性でオフホワイトの P T F E イースピニング分散液が生成した。P T F E イースピニング分散液の導電率はおよそ 80 $\mu S/cm$ であった。

【0103】

P T F E イースピニング分散液をリザーバに充填し、紡糸用のワイヤ型自由表面電極に送った。0.002 インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5 インチ x 17.5 インチ)を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンバ内に通し、ここで、複合 P T F E 繊維を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ 260cm であり、使用した電圧は約 100kV であった。その後、P T F E 電界紡糸材料を焼結すると、第 4 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E 不織布が形成した。

【0104】

図 6 に示すように、第 4 の例示的な実施形態の得られたイースピンされた P T F E 不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンされた不織布に広がる複数の孔(例えば、蛇行経路)を規定するように構成される。生成される繊維は、ソフトウェア、すなわち Image J (登録商標)ソフトウェアを用いることにより少なくとも 50 本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、 $609 \pm 86nm$ (例えば、約 550nm) の平均繊維直径を有するものであった。比較のために異なる厚さをとる、第 4 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E 不織布(例えばマット)の典型的な特性を以下の表 5 に示す。

【0105】

【表 5】

表 5：第 4 の例示的な実施形態の P T F E 不織材料の比較

サンプ ^o ル	1	2	3
厚さ(ミル)	1.2	1.8	2.4
坪量(g/m ²)	11.8	20.4	26.2
平均流量孔径(ミクロン)	2.9	2.3	1.8
泡立ち点(ミクロン)	4.4	3.3	3.0
ガーラー数(秒/100cc)	2.9	5.5	7.4
粘度(cP)ブルックフィールド ^o #	92700		

S-25 スピンドルを用いて 2.5 RPM で計測した測定値

【0106】

第 5 の例示的な実施形態

本開示の第 5 の例示的な実施形態では、ポリ(エチレンオキシド)の形態の繊維化ポリマー(例えば、ポリエチレンオキシド)(300000kDa、40グラム)を、1Lの P T F E 粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約 5 日間ゲル化させた。第 5 の例示的な実施形態の前駆体分散液の P T F E 粒子は、約 160nm の平均粒径を有するものであった。第 5 の例示的な実施形態の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社から RD-V7 として入手した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも 48 時間ローリングさせて混ぜ合わせると(約 10rpm)、粘性でオフホワイトの P T F E イースピニング分散液が生成した。水酸化アンモニウムの形態の導電性種(28重量%~33重量%水溶液として準備される)を添加すると、最終濃度がイースピニング分散液中 5 体積%の水酸化アンモニウムが生成した。イースピニング分散液の導電率はおよそ 450μS/cm であった。イースピニング分散液をリザーバに充填し、紡糸用のワイヤ型自由表面電極に送った。0.002 インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5 インチ×17.5 インチ)を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピニングチャンバ内に通し、ここで、複合 P T F E 繊維を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ 260cm であり、使用した電圧は約 100kV であった。その後、P T F E 電界紡糸材料を焼結すると、第 5 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E 不織布が形成した。

【0107】

第 5 の例示的な実施形態の得られた不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンされた不織布に広がる複数の孔(例えば、蛇行経路)を規定するように構成される。生成される繊維は、 $690 \pm 117 \text{ nm}$ (例えば約 650nm)の平均繊維直径を有するものであった。比較のために異なる厚さをとる、第 5 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E 不織布(例えばマット)の典型的な特性を以下の表 6 に示す。

【0108】

10

20

30

40

【表 6】

表 6：第 5 の例示的な実施形態の P T F E 不織材料の比較

サンプ ^ル	1	2	3
厚さ(ミル)	0.9	1.4	2.4
坪量(g/m ²)	10.6	16.4	29.2
平均流量孔径(ミクロン)	2.2	2.0	1.7
泡立ち点(ミクロン)	2.7	2.5	2.1
カーレー数(秒/100cc)	4.2	6.8	13.2
粘度(cP)フルックフィード [＃]	92700		

＃ S-25 スピンドルを用いて 2.5 RPM で計測した測定値

【0109】

第 6 の例示的な実施形態

本開示の第 6 の例示的な実施形態では、ポリ(エチレンオキシド)の形態の繊維化ポリマー(例えば、ポリエチレンオキシド)(300000kDa、40グラム)を、1Lの P T F E 粒子前駆体水分散液に添加した後、分散液を約 5 日間ゲル化させた。第 6 の例示的な実施形態の前駆体分散液の P T F E 粒子は、約 230nm の平均粒径を有するものであった。第 6 の例示的な実施形態の前駆体分散液は、ダイキン工業株式会社から Dai kin DX-9025 として入手した。ゲル化した分散液を、上述のジャーローラー等を用いて少なくとも 48 時間ローリングさせて化合させると(約 10rpm)、粘性でオフホワイトの P T F E 中間分散液が生成した。中間分散液からサンプルを採取し、炭酸アンモニウム[＃]の形態の様々な量の塩を各サンプルに添加すると、P T F E イースピニング分散液が作製された。イースピニング分散液の量及びそれぞれの導電率を表 7 に列挙する。

【0110】

第 6 の例示的な実施形態の P T F E イースピニング分散液の各々を別々に、21ゲージのニードルがルアーロック継手により取り付けられた 10mL 容シリンジに充填した。0.002 インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5 インチ x 17.5 インチ)を回転ドラムに載せた。シリンジは、0.5ml/時の流速で設定した。使用した捕集距離はおおよそ 10cm であり、使用した電圧は約 15kV ~ 20kV であった。その後、P T F E 電界紡糸材料を焼結すると、第 6 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E 不織布が形成した。

【0111】

第 6 の例示的な実施形態の得られた不織布は本質的に繊維質であり、複数の繊維が、イースピンされた不織布に広がる複数の孔(例えば、蛇行経路)を規定するように構成される。第 6 の例示的な実施形態の生成される繊維の得られる平均繊維直径、及び他の特徴を表 7 に示す。

【0112】

【表 7】

表 7：第 6 の例示的な実施形態による、P T F E イースピニング分散液中に含まれる炭酸アンモニウム塩の量、及び他の関連特性

100mL の分散液中の塩 (g)	分散液の粘度 (cPs)	分散液の導電率 (μ S/cm)	分散液の pH	得られる繊維直径 (nm)
0.05	134000	738	9.5	1080 \pm 160
0.10	159000	1283	9.5	900 \pm 140
0.15	161000	1738	9.5	710 \pm 130
0.20	169000	2270	9.5	620 \pm 08

10

【 0 1 1 3 】

上記の例は、粒径及び導電率の両方を変えることによる繊維サイズの制御を例示するものである。プロセス条件が各材料について最適化されていると仮定して、以下の表 8 に、これらのパラメータの組合せによる所見の概要を述べる。表 8 を参照して、比較例と第 3 の例示的な実施形態とを対比させると、粒径を包括的に単独で低減させることによって、平均繊維直径が約 3 5 % 低減したことが見て取れる (1 0 0 3 n m 対 6 5 1 n m)。表 8 を参照して、比較例と第 1 の例示的な実施形態とを対比させると、粒径を一定に保ったまま導電率を増大させることによって、より小さい繊維が得られたことが見て取れる。第 2 の例示的な実施形態を、第 3 及び第 4 の例示的な実施形態と比較することによっても、導電率を増大させることによってより小さい繊維が得られたことが示される。このデータから、粒径及び導電率のパラメータの一方を単に制御するのでは、繊維サイズ及び / 又は濾過能に関する完全な制御をもたらすのに十分とは言えないことが、指摘又は示唆され得る。少なくとも理論上は、粒径と導電率との正しく組み合わせることによって、繊維直径を更に 0 . 1 μ m 未満まで低減し得ることが検討に値すると思われる。

20

【 0 1 1 4 】

表 8 の最終列は、布のミル厚さに対するグラム毎平方メートル (G S M) の比を示し、繊維が各材料についてどの程度密に充填されたかという指標を与えるものである。表 8 を参照して、比較例と第 1 の例示的な実施形態とを対比させると、導電率を増大させた場合に、繊維がより密に充填することが見て取れる。その上、第 2 の例示的な実施形態を表 8 中の他のものと比較すると、最大導電率を有するイースピニング分散液が、繊維が表 8 の他のものよりもかなり密に充填されるマットを形成することが証明される。G S M / ミル比が 3 0 より大きいことに加えて、第 2 の例示的な実施形態は、表 8 のタイのものとは比べて最小の平均孔径も有する。第 2 の例示的な実施形態では、繊維サイズと繊維の密な充填との組合せが、マットを通る空気流の抑制をもたらし得るため、マットが、比較的芳しくないフィルタ材料となると見なすことができる。

30

40

【 0 1 1 5 】

【表 8】

表 8：様々な分散液から形成される P T F E マット

(例えば、イースピンされた P T F E 不織布) の特性決定

実施例/ 実施形態	分散液中に おける PTFE 粒径 (nm)	イースピング 分散液の導電率 ($\mu S/cm$)	マットにおける 平均繊維直径 (nm)	マットの密度 (GSM/ミル)
比較例	230	約 250	1003 \pm 105	8.1
第 1 の例示的 な実施形態	230	約 600	852 \pm 141	11.4
第 2 の例示的 な実施形態	160	約 1200	463 \pm 113	31.5
第 3 の例示的 な実施形態	130	約 300	651 \pm 111	11.7
第 4 の例示的 な実施形態	80	約 80	609 \pm 86	9.6
第 5 の例示的 な実施形態	160	約 450	690 \pm 117	12.1

10

20

【 0 1 1 6 】

繊維の特徴は、濾過性能の差異と言い換えられる。濾過性能は、 $0.3 \mu m$ の粒子、 $5.3 cm/s$ の速度、及び平らなシートの $100 cm^2$ の試験面積を用いた、H E P A M I L - S T D 2 8 2 試験方法を用いて評価した。表 9 は、H E P A マイクロガラスフ

ィルタ (H&V (Hollingsworth and Vose)) の最も薄いサンプルと、 99.97% の H E P A 基準効率を満たす、第 1、第 3 及び第 4 の例示的な実施形態のマットとの比較を示すものである。比較例のマットは H E P A 効率基準を満たすことができなかった。対照的に、導電率改質剤を含む第 1 の例示的な実施形態は、H E P A 効率基準を満たすことができた。比較的小さな粒径を有する第 3 及び第 4 の例示的な実施形態も、圧力損失が低減されて、H E P A 効率基準を満たした。しかしながら、幾つかの例示的な実施形態では、繊維サイズ及び充填に応じて異なる圧力損失が現れた。第 1 及び第 4 の例示的な実施形態については、H E P A 効率基準を満たす第 3 の例示的な実施形態よりも厚い布を作製しなければならず、結果として、より大きな圧力損失がもたらされた。これらの所見から、様々な技法を用いて H E P A 効率を満たすことはできるものの、最終的な布の性能を表す、粒径

30

40

【 0 1 1 7 】

【表 9】

表 9：様々な分散液から形成される P T F E マット

(例えば、イースピンされた P T F E 不織布) の濾過特性

サンプル	平均厚さ (ミル)	Frazier 通気度 (cfm)	FE%	ΔP (mmH ₂ O)
HEPA マイクロガラス	12.5	4.0	99.992	40.1
第1の例示的な実施形態	2.4	4.7	99.996	27.5
第4の例示的な実施形態	1.6	6.6	99.990	22.0
第3の例示的な実施形態	1.2	8.2	99.983	15.7

10

【0118】

表 9 中のデータは更に、イースピンされた P T F E マットの例示的な実施形態が、標準形 H E P A マイクロガラスフィルタ (H&V (Hollingsworth and Vose) H E P A マイクロガラス (0.0125 インチ厚)) に匹敵する濾過効率 (F E %) を提示したことを示している。しかしながら、イースピンされた P T F E マットは、H E P A マイクロガラスよりも著しく小さい厚さで供給され得るとともに、依然として望ましいレベルの濾過効率を提示した。加えて、第 3 の例示的な実施形態の P T F E 不織材料は、H E P A 濾過効率を、第 1 の例示的な実施形態の P T F E 不織材料の厚さの半分 (例えば約半分) で実現した。

20

【0119】

加えて、第 3 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の 1.2 ミル厚の切片にわたる圧力損失は、標準形 H E P A マイクロガラスフィルタ (H&V (Hollingsworth and Vose) H E P A マイクロガラス (0.0125 インチ厚)) により生じるものよりも著しく小さかった。故に、本出願中に提示するようにパラメータを適切に変えることによって、H E P A マイクロガラス濾材よりも薄いまたはその厚さに匹敵し、また、H E P A マイクロガラス濾材と比較して匹敵する濾過効率とともに、匹敵するか又はそれよりも小さい圧力損失を伴う H E P A フィルタとして機能し得るイースピンされたポリマー系濾過材を得ることが可能である。

30

【0120】

表 9 によるデータに関して、例えば、本開示の態様によれば、標準形 H E P A マイクロガラスフィルタ (H&V (Hollingsworth and Vose) H E P A マイクロガラス (0.0125 インチ厚)) と比較して、第 3 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の 0.0015 インチ厚の切片は、

- ・ 96 % 薄く、
- ・ 空気流が、標準形 H E P A マイクロガラスフィルタを通るものの 2 倍よりも大きく、
- ・ 55 % 小さい圧力を要し (P がより小さい)、かつ、
- ・ およそ同等の粒子捕捉効率をもたらす。

40

【0121】

本開示の一態様によれば、第 3 の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の厚さが約 0.001 インチ ~ 約 0.0015 インチの範囲であれば、各々が H E P A 効率基準を満たすとともに、標準形 H E P A マイクロガラスフィルタ (H&V (Hollingsworth and Vose) H E P A マイクロガラス (0.0125 インチ厚)) よりも小さい圧力を要し (P がより小さい)、圧力の低下が約 47 % ~ 約 61 % の範囲をとり、圧力の低下が空気流の増大に比例する。

【0122】

表 10 は、U L P A 標準形、e P T F E 材料、並びに第 3 及び第 5 の例示的な実施形態

50

のマットの間の比較を示すものである。イースピンされた P T F E 系材料は、99.999%の U L P A 基準効率を満たす最も薄い材料について比較している。

【0123】

【表10】

表10：ULPA（すなわち、99.999%以上の）効率における濾過特性

サンプル	平均厚さ(μm)	Frazier 通気度(cfm)	FE%	ΔP (mmH ₂ O)
ULPA 標準形	N/A	N/A	99.999	52.5
ePTFE	0.3	3.5	99.999	46.9
第3の例示的な実施形態	1.9	4.7	99.999	30.7
第5の例示的な実施形態	1.3	5.8	100.00	22.6

10

【0124】

表10中のデータは更に、例示的な実施形態のイースピンされた P T F E マットが、標準形 U L P A 材料よりもかなり小さい圧力損失を提示したことを示している。より詳細には、約 50 μm 及び 35 μm の厚さをそれぞれ有する第3及び第5の例示的な実施形態の P T F E 不織材料が、e P T F E 材料よりもかなり小さい圧力損失で、99.999%の U L P A 基準効率を満たした。

20

【0125】

表10によるデータに関して、e P T F E の 0.0003 インチ厚のサンプルと比較して、第3の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の 0.0019 インチ厚のサンプル及び第5の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の 0.00133 インチ厚のサンプルは、

- ・空気流が、e P T F E のサンプルを通るものより 34%（第3の例示的な実施形態）及び 62%（第5の例示的な実施形態）大きく、

- ・34%（第3の例示的な実施形態）及び 52%（第5の例示的な実施形態）小さい圧力を要し（P がより小さい）、かつ、

30

- ・およそ同等の粒子捕捉効率をもたらす。

【0126】

本開示の一態様によれば、第3の例示的な実施形態のイースピンされた P T F E の厚さが約 0.002 インチ（例えば 0.00019）～約 0.0025 インチの範囲であれば、各々が U L P A 効率要件を満たすとともに、標準形 U L P A 媒体よりも小さい圧力を要し（P がより小さい）、圧力の低下が約 20%～約 48%の範囲をとり、圧力の低下が空気流の増大に比例する。

【0127】

流動性に関して、上記の表2、表4及び表5による選択データと比較すると、図7及び図8は、第1、第3及び第4の例示的な実施形態の P T F E 不織材料の種々の厚さについての、それぞれ平均孔径及び多孔度（ガーレー単位として特性決定される）に対する厚さの比較を示すグラフ（例えば棒チャート）である。ガーレー単位は、100立方センチメートルの空気が、4.88水柱インチの圧力差で1.0平方インチの材料を通過するのに要する秒数として定義される。

40

【0128】

図7及び図8の各々では、左から右に、

- ・1番目、4番目及び7番目の棒が、20 μm、40 μm及び60 μmの厚さをそれぞれ有する、第1の例示的な実施形態の P T F E 不織材料に関するものであり、

- ・2番目、5番目及び8番目の棒が、20 μm、40 μm及び60 μmの厚さをそれぞれ

50

れ有する、第4の例示的な実施形態のPTFE不織材料に関するものであり、かつ、

・3番目、6番目及び9番目の棒が、 $20\mu\text{m}$ 、 $40\mu\text{m}$ 及び $60\mu\text{m}$ の厚さをそれぞれ有する、第3の例示的な実施形態のPTFE不織材料に関するものである。

【0129】

図7及び図8から分かるように、該範囲では、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEのイースピンのされた不織布が、第1及び第4の例示的な実施形態のイースピンのされた不織布と比較して、流れ抵抗の増大に起因して、比較的小さい孔、及びより大きいガーレー数を有した。例えば、 $20\mu\text{m}$ の厚さを有する第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEについての孔径は、 $60\mu\text{m}$ の厚さを有する第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEについての孔径と類似する。より詳細には、 $20\mu\text{m}$ の厚さを有する第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、 $1.98\mu\text{m}$ の平均孔径を有し、 $60\mu\text{m}$ の厚さを有する第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、 $1.96\mu\text{m}$ の平均孔径を有する。加えて、 $20\mu\text{m}$ の厚さを有する第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、5のガーレー数 ($s/100cc$) を有するのに対し、 $60\mu\text{m}$ の厚さを有する第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、6.8のガーレー数 ($s/100cc$) を有する。したがって、第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEと比較して、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEでは、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEが、より大きい濾過効率を可能にするとともに、材料を通るより良好な空気流も可能となる。

10

20

【0130】

上述の値の幾つかについてより包括的に検討すると、例えば、約 $20\mu\text{m}$ の厚さを有する第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、約 $1.98\mu\text{m}$ の平均孔径及び約5のガーレー数 ($s/100cc$) を有し、約 $60\mu\text{m}$ の厚さを有する第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、約 $1.96\mu\text{m}$ の平均孔径及び約6.8のガーレー数 ($s/100cc$) を有する。すなわち、この詳細な説明のセクション及び本開示の図面全体を通じて、概算 (例えば「約」) と明示的に指定していない測定値又は値も、代替的に概算 (例えば「約」) をとることができる。

【0131】

第1及び第4の例示的な実施形態と比較される第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEに関する別の例として、本開示の一態様によれば、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、上述の焼結プロセス中に亀裂に対する大きな (例えばかなり大きな) 耐性を示す。この亀裂に対する耐性の増大は、生産工程の途中、例えば、電界紡糸製造プロセスを連続する生産ラインに組み込む場合等に、何らかの問題を減らすことを意図するものである。第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEと比較される第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEに関する別の例として、本開示の態様によれば、より薄い材料でも濾過効率を得ることができるため、大きい厚さの材料を構築する必要がなくなり、電界紡糸製造ラインの高速化が可能となる。第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEと比較される第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEに関する別の例として、本開示の態様によれば、イースピンのされた布を緻密化することなく、より小さな繊維を生成することができ、これにより、圧力損失が小さいより良好な濾過特性が可能となる。第1の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEと比較される第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEに関する別の例として、本開示の態様によれば、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEが、粒子捕捉試験においてより信頼性の高いものとなり得る。第4の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEと比較される第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEに関する別の例として、第3の例示的な実施形態のイースピンのされたPTFEは、捕集面15 (図1) にくっつきにくいため、製造を能率化することを図るものである。

30

40

【0132】

電界紡糸PTFE勾配布

本開示の或る特定の実施形態では、2層以上のイースピンのされたPTFE繊維を組み合

50

わせて、密度勾配のついた布を作製してもよい。或る特定の態様では、本開示により、密度勾配を有する不織布、並びにそれらの製造方法及び使用方法が提供される。かかる材料は、実施形態によっては、従来の濾過材を超える多数の利点をもたらし得る。例えば、本明細書中に記載される不織布の或る特定の微視的性質（例えば、繊維直径、繊維充填）及び巨視的性質（例えば、孔径、均一性、密度、濾過性能）を調整することが可能である。

【0133】

図9及び図10は、ステンレス鋼箔シート17上におけるイースピンされたPTFEのマットの概略横断面図である。より詳細には、図9のマット（箔シート17を含まない）は、一定の（例えば実質的に一定の）繊維直径及び圧密化密度を有する（例えば、断面を通じて実質的に同じ繊維サイズを有し、また断面を通じて実質的に同じ密度を有する）、均質な（例えば実質的に均質な）イースピンされたPTFEフィルタ18の形態をとる。対照的に、図10のマット（箔シート17を含まない）は、様々な繊維直径及び様々な圧密化密度を有する、勾配のついたイースピンされたPTFEフィルタ19の形態をとる。

【0134】

図9及び図10に示される配向について、フィルタ18及びフィルタ19の各々では、PTFE繊維が上方から堆積し、フィルタを通る空気流の方向は、上方から下方への鉛直方向となる。図10に示される配向について、勾配フィルタ19は下部及び上部を備える。勾配フィルタ19の下部と比較すると、勾配フィルタ19の上部が、より大きい繊維、より小さい密度及びより大きい孔径を有する。したがって、勾配フィルタ19の厚さを流れる流体は優先的に、より大きい繊維直径及びより小さな圧密化密度を有する勾配フィルタ領域（より大きい実効孔径）を初めに通過するものの、本開示は、流れのこのような方向を限定するように意図されるものではなく、流体が反対方向に流れる（すなわち、初めに、より小さい繊維直径及びより大きい圧密化密度を有する領域（初めにより小さい実効孔径）を通る）、フィルタ及び濾過材も包含し得る。

【0135】

本明細書中で使用される場合、「勾配密度」は、布内の様々な層の密度に関するものを意図するものであり、詳細には、布の片面から布の厚さを通して布のもう一方の面へと通過する場合の（すなわち、布の断面にわたる）布内の層の密度変化を指す。或る特定の実施形態では、布の密度が、片面からもう一方の面に向かって変化するように、布を準備する。この密度変化は典型的に段階的であり（すなわち、好ましい実施形態では、各密度変化が、布の幅を通じて比較的同程度である）、実施形態によっては、層から層への密度変化が厳密に段階的でなく、布の厚さにわたって密度の1つ又は複数の大きな増大及び/又は減少が存在していてもよい。同様に、或る特定の実施形態では、密度変化が規則的である（すなわち、布の厚さを通じて密度変化が規則的な間隔で生じる）ものの、実施形態によっては、密度変化が不規則である（すなわち、密度変化が、布の厚さを通じて規則的な間隔を置いていない）。或る特定の実施形態では、布の厚さにわたる変化度が比較的段階的及び/又は比較的均一であるため、勾配フィルタは、構造の点で厳密には「層状」ではないと考えることができることに留意されたい。

【0136】

実施形態によっては、勾配は、増大する（又は、減少する）密度を有する2つ以上の層によってもたらされ得るため、布の厚さにわたる各層は、その前の層よりも大きい（又は小さい）密度を有する。他の実施形態では、勾配が、布の厚さにわたって密度の増大及び減少の両方をもたらすものであってもよい。例えば、或る特定の実施形態では、布が、布の或る部分の厚さにわたって密度が増大する層と、密度が減少する1つ又は複数の層とを備えていてもよい（例えば、最大密度を有する層が布の厚さの内側にある布）。

【0137】

本明細書中で使用される場合、「層」という用語は、特定の平均厚さの単位を指すことを意味する。層は、必ずしも別個の及び/又は均一な厚さではない。例えば、実施形態によっては、様々な層に由来する繊維の或る程度の撚り合いが存在していてもよい。布が、層間の小さい範囲の撚り合い又は混紡を示す場合、これらの別個の範囲は勾配と考えなく

てもよい。層は、布の長さ及び／又は幅に沿って連続的であっても不連続的であってもよい。実施形態によっては、本開示の勾配布は、複数の層、例えば、単一の層状材料の積み重ねを備えるとして記載することができる。

【0138】

本開示の密度勾配のついた布は様々な方法で得ることができる。本開示の或る特定の実施形態では、密度勾配のついた布の少なくとも1つの層が、電界紡糸によって提供される。或る特定の実施形態では、密度勾配のついた布のあらゆる層が電界紡糸によって提供される。

【0139】

一実施形態では、(PTFE又は別の材料を含み得る)第1のマットを準備するとともに、10 イースピニング装置に第1のマットを1回又は複数回通過させて、それにより1つ又は複数のイースピンされた層が第1のマット上に堆積することによって、勾配密度が実現される。第1のマットは、電界紡糸によって又は他の手段によって準備することができる。堆積された繊維の繊維直径及び密度、並びに層の厚さは、本明細書中により詳細に説明されるように、各パスに使用される加工パラメータに応じて様々な値をとることができる。後続のパスは、より小さい若しくはより大きい繊維直径、及び／又はより小さい若しくはより大きい堆積密度、及び／又はより薄い若しくはより厚い堆積厚さをもたらすものであってもよい。布の最終的な望ましい厚さ、密度、勾配効果、及び／又は濾過特徴が実現される。

【0140】

別の実施形態では、イースピニング装置内の複数のイースピニング帯域を通る単一パスを実施することによって、勾配密度が実現される。繊維直径、密度及び厚さは、個々の帯域の各々に使用される加工パラメータに応じて様々な値をとることができる。各帯域は、より小さい若しくはより大きい繊維直径、及び／又はより小さい若しくはより大きい堆積密度、及び／又はより薄い若しくはより厚い厚さをもたらすことができるため、布の最終的な望ましい厚さ、密度、勾配効果、及び／又は濾過特徴が実現される。或る特定の実施形態では、勾配布を製造するのに、上記の2つのアプローチ及び／又は他のアプローチを組み合わせ使用してもよい。

【0141】

或る特定の実施形態では、勾配布が単一種類の材料からなる。「単一種類」の材料とは、勾配布の様々な層の化学的な構成成分が同じであるものの、それらの物理特性は異なり得ることを意味する。例えば、勾配布は、或る特定の実施形態では、層が異なる物理特性、例えば、異なる密度、多孔度、及び／又は繊維サイズ等を有し得る2つ以上の電界紡糸PTFE層から構成され得る。所与の勾配布は、実施形態によっては、材料が上部又はその中に実装される任意の基板、支持体等を除いて、単一種類の材料を含み得ることに留意されたい。例えば、或る特定の実施形態では、単一種類の材料(例えば電界紡糸PTFE)を含むか又はそれから基本的になる勾配布を基層に積層して、より強い強度をもたらすことができる。基板、支持体等の性質は様々なものを採用することができる。或る特定の好ましい実施形態では、勾配布が電界紡糸PTFEから基本的になり、勾配布を取り付ける任意の他の部材は、電界紡糸以外の手段によって製造される材料を含むものとする。

【0142】

本開示の幾つかの実施形態はイースピンされたPTFEに関するものであるものの、或る特定の他の実施形態では、布が、1つ又は複数の他の高分子層を備えていてもよい。実施形態によっては、1つ又は複数の他の層が他の電界紡糸材料を含む。溶液中に置くことができる様々なポリマーは、イースピンされる可能性を有する。分散液にすることができるポリマー粒子(PTFE等)もイースピンすることができる。分散液から調製されたイースピンされた材料は典型的に焼結して、望ましい特性を呈するが、溶液からイースピンされるポリマーは概して、紡糸及び乾燥中にそれらの特性を呈するため、典型的に焼結を必要としない(しかし、最終的な布を使用前に焼結しても構わない)。布の組成にかかわらず、イースピンされた層(複数の場合もあり)を、互いに及び／又は他の種類の層に

10

20

30

40

50

取り付けて、濾過に使用される布を製造することは、包括的に、焼結プロセスを介して達成される。それ故、勾配布は概して、例えば濾過材として使用される焼結形態である。

【0143】

本明細書中に記載される勾配布は概して、異なる特性（例えば、異なる繊維サイズ及び／又は異なる圧密化密度）を有する2層以上の電界紡糸PTFE繊維から構成される。実施形態によっては、2層からなる勾配布が提供される。しかしながら、層（各層は、隣接する層と異なる繊維サイズ及び／又は異なる圧密化密度を有する）の数は、2から約50までの（又は、実施形態によっては、50より更に大きい）様々な値をとり得る。例示的な実施形態によっては、布が約2から約10までの層からなる。

【0144】

本開示の勾配布の各層は、単一の電界紡糸パス又は複数の電界紡糸パスのいずれで堆積されていてもよい。電界紡糸パスの数は、或る特定の実施形態では、層の望ましい厚さに基づいて選択することができる。一実施形態では、電界紡糸マットを再度、これまでに述べた装置に通過させてもよく、異なる繊維直径及び／又は密度及び／又は厚さのPTFE繊維（又は、別の種類の繊維）の第2の層が、最初にイースピンされたマット上に堆積される。異なる繊維直径及び／又は密度及び／又は厚さのPTFE繊維（又は、別の種類の繊維）の付加的な層を、望ましい厚さ又は他の布特徴が得られるまでこのように堆積させてもよい。

【0145】

電界紡糸法を介して直接製造される高分子PTFEマットは、典型的に脆弱であるため、上述のように、典型的に焼結させて、十分に強い耐久性の布とする必要がある。実施形態によっては、加熱／焼結を行う温度が、一部、勾配構造内の任意の他の成分の特徴（例えば、PTFEの加熱／焼結に別段使用される可能性のある高温に耐えることができないおそれがある）に依存することがある。

【0146】

或る特定の実施形態では、概して、残存する水の少なくとも幾らか（好ましくはほとんど）を蒸発させて、繊維化ポリマーの少なくとも幾らか（好ましくはほとんど）を分解させるとともに、その後の残る材料の排除を経るような時間、高分子PTFEマットを熱に曝す。

【0147】

様々な特性の制御

一般に、小さい繊維を含む濾過材は、より大きな表面積をもたらすため、より大きな濾過効率を実現することができる。しかしながら、より小さい繊維は、充填密度を増大させる傾向にもある結果、圧力損失（ P ）が大きくなり、濾過用途におけるより大きいエネルギー消費、フィルタ寿命の短縮、及び高コストへと変換される。大きい繊維を含む媒体は典型的により大きい物理的支持体をもたらし、使用中のフィルタの崩壊が防止されるとともに、低 P を伴う良好な流動性が確実なものとなる。しかしながら、これらの媒体は、小さい表面積に起因して芳しくない濾過効率を有することがある。或る特定の実施形態では、本明細書中に記載されるもの等の勾配媒体の目的は、濾過効率を改善（例えば、大幅に改善）させるとともに、より大きい繊維媒体の低 P を維持することによって、最適な濾過性能を得ることである。

【0148】

既に示したように、本明細書中に記載される勾配布の1つの利点は、所与の物理特性を有する材料をもたらすようにそれらの層を調整し得ることである。布の個々の層の特性を調整することによって、実施形態によっては、（例えば、並外れた圧力損失特徴、並外れた濾過効率、又は両方を示す）濾過材として有用な勾配布が与えられ得る。

【0149】

例えば、或る特定の実施形態では、勾配布の所与の層の特性の制御は、1つ又は複数の電界紡糸層の厚さ、繊維直径、圧密化密度、及び／又はウェブ均一性を変えることによって達成される。それらの制御のためのこれらのパラメータ及び例示的な手段は、以下でよ

10

20

30

40

50

り詳細に検討する。さらに、様々な層の化学的な構成成分の選択は、様々な種類のポリマーの電界紡糸繊維の導入を通じて、更なる度合いの制御をもたらし得る。本開示の幾つかの実施形態では、電界紡糸 P T F E の繊維直径を制御することが有益である。繊維直径を制御するには、通常、プロセスパラメータ又は材料パラメータのいずれかに関連する幾つかの方法が存在する。上述から繰り返しているが、繊維直径を減少させるための 1 つの例示的な手段は、紡糸用材料（すなわち、分散液又は溶液）の導電率を増大させることによって、紡糸プロセス中に紡糸用材料の伸縮性を増大させることである。これは、分散液又は溶液の安定性に悪影響を及ぼさない導電性種を添加することによって行うことができる。例えば、本開示により有用となり得る導電性種としては、アンモニウム塩若しくは金属塩（塩化物、硝酸塩、硫酸塩等）、弱酸（硝酸、ギ酸、酢酸等）、又は弱塩基（水酸化アンモニウム、ピリジン等）が挙げられるが、これらに限定されない。導電率を単独で増大させることによる繊維サイズの減少は、密に充填された微細繊維で構成される極めて均一な布をもたらし得る。しかしながら、この布は、紡糸中の繊維の圧密化に起因して、非常に大きな流量制限を有する結果、大きい圧力損失及びエネルギー損失を招くことがある。

【 0 1 5 0 】

また上述から繰り返しているが、繊維直径を制御するための別の手段は、分散液の粒径を調節することに関する。P T F E（又は、分散液に由来の任意の他の高分子材料）を電界紡糸する場合、粒径は、繊維構造に関する構成単位であると考えられる。それ故、これらの構成単位（粒子）のサイズを低減させることによって、それから生成される繊維の繊維直径は直径に比例して小さくなる。しかしながら、繊維サイズは粒径を調節することによって低減させることができるものの、不適切なレベルの導電率では典型的に、マクロスケールの欠陥及び不均一性に起因して、高品質の濾過材はもたらされないと考えられる。

【 0 1 5 1 】

更に上述から繰り返しているが、導電率を増大させるか又は粒径を低減させるかいずれかによって、繊維直径の低減がもたらされ得る。しかしながら、単独で採用しても、これら 2 つの方法はいずれも、製造される布の濾過特性に関する最適な制御をもたらさない。それ故、或る特定の実施形態では、繊維直径を制御するこれらの方法が、マクロスケールの欠陥及び / 又は不均一性が全くないかそれに近い、望ましい繊維直径を有する層をもたらすように連携して有益に使用される。電界紡糸法及び材料の様々なパラメータ間の関係は、それ自体が根本的な繊維直径を規定するものである。

【 0 1 5 2 】

本開示の或る特定の実施形態に従って有益に制御され得る電界紡糸層の別の特性は、圧密化密度である。圧密化密度を制御するには、通常、プロセスパラメータ又は材料パラメータのいずれかに関連する幾つかの方法が存在する。圧密化密度を制御するための 1 つの方法は、上記のように、分散液の安定性に悪影響を及ぼさない導電性種を添加することによって、紡糸用溶液の導電率を調節することである。圧密化密度を制御するのに使用され得る別の方法は、イースピニング中に電圧を増大させることであり、これにより包括的に、電界紡糸マットのより大きな圧密化がもたらされる。

【 0 1 5 3 】

より大きな圧密化密度を実現するために様々な他の方法を使用してもよい。以下は、より大きい又はより小さい圧密化密度の堆積物を生成するための付加的な実施形態であり、限定するように意図されるものではなく、この目的で知られる任意の好適な方法を使用することができる。当然のことながら、幾つかはより大きい又はより小さい圧密化密度の布を製造するのに同時に実施することができないため、これらの技法全てが適合するとは限らない。しかしながら、関連する場合には、或る特定の場合に、単一の技法を用いて製造され得るものよりも大きい又は小さい圧密化密度の布を製造するのに、技法の 1 つ又は複数を合わせて使用してもよい。本開示の或る特定の実施形態に適用することができ、かつマットの電界紡糸に関連する、一般指針には、下記が含まれる： 1) 所与の厚さについて、ワンパス堆積（すなわち、単一層の生成）の方が、同じ厚さに達するのに、複数のパス（すなわち、複数の層の生成）よりも大きい圧密化密度を有し； 2) ターゲット / 堆積表

10

20

30

40

50

面上に堆積する第 1 の電界紡糸層が、その設定の加工条件の下で最大レベルの圧密化を有し； 3) 複数のパスについて、堆積層は、層の数が増えるほどより小さい圧密化密度を有し； 4) ターゲット / 堆積表面からの距離が増大するほど、圧密化密度は減少し； 5) 所与の厚さ及び同数のパスについて、パス同士の間の時間間隔が長いほど、圧密化密度は小さくなり、かつ 6) 堆積物の「水分が多いほど」（すなわち、分散液の濃度が小さいほど）、圧密化が大きくなる。

【 0 1 5 4 】

実施形態によっては、製造後に布を加工することによって、布の圧密化及び緻密化を実現することができる。例えば、焼結後に熱及び圧力を用いて布をカレンダー加工してもよい。上記のように、電界紡糸 P T F E に基づく勾配布は、或る特定の実施形態において、最小限の圧力損失を伴って高い濾過効率を示す。実施形態によっては、布をカレンダー加工するといった布の焼結後の圧密化によって、更に大きな効率を得ることができる（しかし、これは、或る特定の実施形態では、圧力損失の対応する増大をもたらすおそれもある）。別の実施形態では、温度及び圧力をかけて、異なる繊維直径及び / 又は密度の層を合わせて積層させてもよい。これは、溶融温度が積層温度よりも低い熱可塑性ポリマー繊維を用いる場合に特に有利である。この場合、繊維が溶融して小さい孔構造が作られると同時に、積層体が合着される。

10

【 0 1 5 5 】

材料の特性を改質するように調節され得る付加的な物理的パラメータは、電界紡糸マットの均一性である。マクロスケール及びミクロスケール両方における高い均一性が有益である。電界紡糸中の繊維のランダムな堆積は目的のものであるが、芳しくないプロセス制御は、堆積中に繊維束が形成されるような繊維の干渉をもたらすおそれがある。そのため、束を最低限に抑えることが有益である。不十分若しくは過剰な分散液又は凝固した分散液に起因する、シリンダー又はワイヤによるランダムでないイースピニングは、ワイヤ又はシリンダー上の所与の位置から紡糸される繊維の量に影響を及ぼし（すなわち、繊維の量を減少又は増大させ）、また繊維の一樣でない分布をもたらすことがある。或る特定の実施形態では、分散液への添加剤が、繊維束を作る傾向を低減させることによって、イースピニング均一性を改善させ得る。繊維束の低減は、より滑らかでより一樣な表面をもたらし、結果として、布の厚さの変動を抑える。

20

【 0 1 5 6 】

調整され得る別の物理的パラメータは孔径である。様々な他のパラメータ（例えば、P T F E がイースピンされた堆積層の繊維直径、密度、厚さ及びウェブ均一性）が、焼結材料における層の孔径（及び実効孔径）を決定する。マットのこれらの特質は、本明細書中に記載するように、制御することができるため、これにより、孔径に関しても或る程度の制御がもたらされ、更に、材料の濾過特性に関しても或る程度の制御が与えられる。本開示の層状の勾配布は、実施形態によっては、勾配構造を有しない同等の布よりも小さい圧力損失を伴って、濾過効率の向上という付加的な望ましい特性を示す。

30

【 0 1 5 7 】

電界紡糸材料の所与の層の或る特定の物理的特徴を改質させるための他の手段が知られており、それも本明細書で採用してもよい。例えば、実施形態によっては、基板（例えば、金属基板）と直接接触する電界紡糸繊維を平らにしてもよく、これにより、中間孔径が更に一層小さくなり得る。より水分の多い堆積でも、或る特定の実施形態では、より平らな繊維がもたらされることが期待され得る。故に、これらの特質が組み込まれた層が多くの場合、最小孔径の層を含む。

40

【 0 1 5 8 】

本明細書中で使用される場合、P T F E がイースピンされた層及び他のイースピンされた層に関して、「孔径」とは、例えば、（例えば、泡立ち点による A S T M F 3 1 6 孔径特性決定（その全体が引用することにより本明細書の一部をなす）により規定されるように）空気流及び / 又は水流によって測定した場合の、（実際の孔径ではなく）実効孔径を指すことを意図するものである。イースピンされた繊維マットの性質を考慮すれば、顕

50

微鏡検査法を用いてかかる材料の実際の孔径を測定することは一般に不可能であることに留意されたい。本開示の勾配布内の所与のイースピンされた層の実効孔径は、約 $0.05 \mu\text{m}$ ~ 約 $50 \mu\text{m}$ の範囲をとることができる。実施形態によっては、例えば、勾配布内に 3 層以上を適用して、その後に焼結している（かかる実施形態と同様に、各層を別個に試験することができない）場合等には、所与の層の実効孔径を正確に知ることができないことに留意されたい。しかしながら、各層の実効孔径は、同じ厚さの単一層 PTFE 電界紡糸布を作製することによって概算することができる。実施形態によっては、布の実効孔径が総じて、個々の層の実効孔径の組合せを反映するとは限らない。

【0159】

本開示の勾配布の層状構成に起因して、上記のようなイースピンされた層の物理特性の 1 つ又は複数は、布の断面（厚さ）内で層毎に様々な値をとることができる。1 つの例示的な構成では、平均孔径が、勾配布の断面にわたる層評価に基づき、大きいものから小さいものへと変化する。

10

【0160】

本開示の勾配布の個々の層内のかかる特性を制御する能力は、特定の用途のための濾過機器を設計する上で関係があり得る。例えば、一実施形態では、濾過すべき気体又は液体を初めに大きな孔の層に通過させた後に、より小さい孔の層に通過させるような濾過システムを製造することによって、高効率かつ低圧力損失の 2 層フィルタが提供される。別の実施形態では、均圧が重要であるが、相互汚染は望ましくないフィルタが提供される。この際、濾過材は、3 つ以上の層を含み、例えば、外側の大きな孔の層と、1 つ又は複数の内側のより小さい孔の層とのサンドイッチ構成を特徴とし得る。

20

【0161】

最後の層（すなわち、気体又は液体が、濾過材を出る前に最後に通過する層）としてより小さい孔の層を有する構成が、単一方向フィルタにとって最も適切である。しかしながら、このタイプのフィルタが必ずしも望ましいとは限らない。例えば、実施形態によっては、他の電界紡糸された熱可塑性層をフィルタ内に組み込んでもよい。電界紡糸された熱可塑性層は、或る特定の実施形態において、PTFE 焼結温度における熱可塑性繊維の溶解に起因して、極めて小さい孔径を有する層をもたらす。或る特定のフィルタの構成におけるかかる層の使用は、フィルタの内側の層に小さい孔径が望まれる（例えば、均圧性能が望まれる）実施形態等で有益であり得る。

30

【0162】

包括的な方法及び指針

以下に、電界紡糸 PTFE の勾配構成体に関連付けられる包括的な方法及び指針を、本開示の範囲を限定することを目的とするものではなく例として検討する。

【0163】

イースピンされた PTFE の実施形態では、繊維化ポリマーと PTFE との比率を変え、ことなく、水、若しくは水を含む添加剤の添加、又は分散液からの水の除去によって、分散液の粘度を変更することができる。

【0164】

第 1 のイースピンされたポリマー層は、第 1 の望ましい厚さ、典型的には約 $0.5 \mu\text{m}$ ~ 約 $1000 \mu\text{m}$ で、加工条件及び材料条件の第 1 のセットにおいて、ステンレス鋼表面上へと施して、第 1 のイースピンされた繊維マットを得ることができる。堆積は、単一パス又は複数のパスのいずれを用いても達成することができる。複数のパスアプローチは、複数のイースピニング位置を有する装置における単一パス、又は単一のイースピニング位置を有する装置における複数のパスのいずれを用いて達成してもよい。

40

【0165】

その後包括的に、第 2 のイースピンされたポリマー層を、第 2 の望ましい厚さ、典型的には約 $0.5 \mu\text{m}$ ~ 約 $1000 \mu\text{m}$ で、ただし加工条件及び材料条件の第 2 のセットにおいて、第 1 のイースピンされた繊維マット上へと施す。堆積は、上記の通り、単一パス又は複数のパスのいずれを用いて達成することができる。所望であれば、任意に異なるセッ

50

トの加工条件及び材料条件を用いて、第3、第4等のイースピンされたポリマー層を添加してもよい。

【0166】

或る特定の実施形態では、堆積される第1の層（すなわち、第1のイースピンされた繊維マット）が、最小繊維直径及び／又は最高レベルの圧密化密度を有すると考えられるが、本開示はこれに限定されるものではない。実施形態によっては、堆積される最後の層が典型的に、最大繊維直径及び／又は最低圧密化密度を有すると考えられる。

【0167】

多層構造が完成したら、典型的にはそれを、約35～約485の温度の炉に入れて、層を全て合着させる。合着温度の選択は、材料の選択に応じて決まる。布の厚さ及び繊維直径は焼結後に求めることができる。

【0168】

このようにして製造される布の特性を評価するのに様々な試験方法を使用した。以下で検討する例示的な実施形態では、サンプルのHEPA試験及びULPA試験に関する濾過効率（FE%）及び圧力損失（ $P_{mm} H_2O$ ）が、従来のTSI 8130 Auto Filter Testerに基づき決まる。HEPA性能を求めるのに使用される標準的な方法はMIL-STD 282であり、ULPA性能を求めるのに使用される標準的な方法はIES-RP-CC007である。所与のチャレンジ用のエアロゾルにおける濾過性能及び流速は、 $0.075 \mu m$ のメジアン径、 1.86 未満の幾何標準偏差、及び $12 mg/m^3 \sim 20 mg/m^3$ の濃度を有するNaClエアロゾルによるエアロゾルの発生に基づくものである。濾過性能試験に関する空気の流れは $5.3 cm/s$ に設定され、透過%及びPは、1分間の充填後、試験の最後に測定される。濾過効率は、100%効率から透過%を減算することによって算出される。

【0169】

布の厚さは、デジタル式厚さ（挟み）ゲージを用いて測定される。繊維直径は、Phenom（登録商標）Electron Microscopeを用いて、また、ソフトウェア、すなわちImageJ（登録商標）ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって測定される。

【0170】

布の坪量は天秤を用いて測定する。該方法は、布サンプルを既知の面積に切断して、校正した天秤により布サンプルの重量を測定することからなる。いずれのサイズの標準化ダイでも使用することができるが、方法及び計算の一貫性を保つために、イースピンされたPTFEの坪量試験の目的では、 $3 in^2$ のダイを使用する。

【0171】

ガーレー数は、Gurley Densometer試験ユニットを用いて測定する。試験方法は、入れ子のシリンダー設備により供給される一定体積の空気を、既知の円形オリフィス面積を有する2枚の板の間に保持されるサンプルに、低い一定圧力で通すことからなる。流体リザーバには一部、空気シールとして作用する油が充填されているものとする。

【0172】

第7の例示的な実施形態

第7の例示的な実施形態では、比較例を参照して、PTFEイースピング分散液を上述の通りに準備した。第7の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液は、82500cPの粘度を有するものであった。第7の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液をトロフに充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極として使用するとともに、該円筒ローラーをPTFEイースピング分散液でコーティングした。 0.002 インチ厚のステンレス鋼箔シート（ 15.5 インチ× 17.5 インチ）を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピングチャンバ内に通し、捕集面として使用した。この際、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離はおおよそ $230 cm$ であり、使用した電圧は $80 kV$ であった。合計6回のパスを行って、目的とする $63 \mu m$ の

(焼結された)布構造を完成させた。

【0173】

その後、PTFE電界紡糸材料を2時間乾燥させた後、725°Fで20分間焼結させた。得られる均質な(例えば、実質的に均質な)不織布は、ソフトウェア、すなわちImageJ(登録商標)ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、883ナノメートルの平均繊維直径とともに、65μmの平均厚さを有するものであった。第7の例示的な実施形態の均質なイースピンされたPTFE不織布(例えばマット)の典型的な特性を、以下の表11に示す。

【0174】

【表11】

10

表11：第7の例示的な実施形態の均質な電界紡糸PTFE不織布の特性

繊維直径(nm)	883
厚さ(μm)	65
坪量(g/m ²)	21.60
カーラー数(s/100cc)	2.24
濾過効率(%)	96.41
圧力損失(mm H ₂ O)	10.7

20

【0175】

第8の例示的な実施形態

第8の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液は、第8の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液が25mLの水酸化アンモニウムを更に含む以外は、第7の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液と同様に調製した。第8の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液は、およそ480μS/cmの導電率、及び107000cPの粘度を有するものであった。第8の例示的な実施形態のPTFEイースピング分散液をトロフに充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極として使用するとともに、該円筒ローラーをPTFEイースピング分散液でコーティングした。0.002インチ厚のステンレス鋼箔シート(15.5インチ×17.5インチ)を導電性布上に載せた。ステンレス箔をイースピングチャンバ内に通し、捕集面として使用した。この際、PTFE電界紡糸材料を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ230cmであり、使用した電圧は80kVであった。単一パスを行って、目的とする38μmの(焼結された)布構造を完成させた。

30

【0176】

その後、PTFE電界紡糸材料を2時間乾燥させた後、725°Fで20分間焼結させた。得られる均質な(例えば、実質的に均質な)不織布は、ソフトウェア、すなわちImageJ(登録商標)ソフトウェアを用いることにより少なくとも50本の繊維の測定値の平均をとることによって評価される、774ナノメートルの平均繊維直径とともに、56μmの平均厚さを有するものであった。第8の例示的な実施形態の均質なイースピンされたPTFE不織布(例えばマット)の典型的な特性を、以下の表12に示す。

40

【0177】

【表 1 2】

表 1 2 : 第 8 の例示的な実施形態の均質な電界紡糸 P T F E 不織布の特性

繊維直径 (nm)	774
厚さ (μm)	56
坪量 (g/m^2)	25.11
カパー数 (s/100cc)	3.90
濾過効率 (%)	99.27
圧力損失 (mm H ₂ O)	15.0

10

【0 1 7 8】

第 9 の例示的な実施形態

第 9 の例示的な実施形態では、第 8 の例示的な実施形態の P T F E イースピニング分散液を溶液槽に充填し、ここで、回転する円筒ローラーを帯電用電極として使用するとともに、該円筒ローラーを回転させ分散液でコーティングした。0.002 インチ厚のステンレス鋼箔シート (15.5 インチ × 17.5 インチ) を導電性布上に載せた。ステンレス

20

【0 1 7 9】

次に、第 7 の例示的な実施形態による P T F E イースピニング分散液で予め充填した溶液槽を直ちに電界紡糸機器に移して、電界紡糸 P T F E 繊維でコーティングしたステンレス鋼箔をイースピニングチャンパに通し、ここで、P T F E 繊維の第 2 の層を堆積させた。使用した捕集距離はおよそ 230 cm であり、使用した電圧は 80 kV であった。単一パスを行って、目的とする 20 μm の布構造を完成させ、これを組み合わせると、焼結時に、目的とする合計およそ 40 μm の厚さが得られると考えられる。

30

【0 1 8 0】

その後、P T F E 電界紡糸材料を 2 時間乾燥させた後、725 °F で 20 分間焼結させた。得られる電界紡糸 P T F E 勾配不織布は、48 μm の平均厚さとともに、下側に 774 nm の平均繊維直径及び上側に 883 nm の平均繊維直径を有するものであった。第 9 の例示的な実施形態の勾配布の典型的な特性を、以下の表 1 3 に示す。

【0 1 8 1】

【表 1 3】

表 1 3 : 第 9 の例示的な実施形態の電界紡糸 P T F E 不織勾配布の特性

繊維直径 (nm)	883(上)/774(下)
厚さ (μm)	48
坪量 (g/m^2)	21.44
カパー数 (s/100cc)	2.62
濾過効率 (%)	99.89
圧力損失 (mm H ₂ O)	11.17

40

【0 1 8 2】

50

第7、第8及び第9の例示的な実施形態の布の特性の比較を表14に示す。第9の例示的な実施形態の勾配布は、第7の例示的な実施形態の均質な大きい繊維の濾材についての96.41%に比べ、また第8の例示的な実施形態の均質な小さい繊維の濾材についての99.27%に比べて、99.89%と大幅に改善された濾過効率を示した。勾配フィルタは、空気流が初めに大きい繊維の層を通過した後に、小さい繊維の層を通過するように、構成及び試験した。この効率は、それぞれ65 μm 及び56 μm の大きい繊維及び小さい繊維のフィルタと比較して、試験した3つの濾過材のうち勾配布が最も薄い、すなわち48 μm の厚さを有する場合にも実現された。

【0183】

重要なことに、大きい繊維及び小さい繊維のフィルタについての10.7 mm及び15.0 mmの圧力損失と比較して、勾配布フィルタについての圧力損失は11.17 mmであった。故に、大きい繊維から小さい繊維への勾配が、最低限の繊維圧密化及びより大きな濾過表面積もたらすことによって、比較的小さい低圧力損失とともに高濾過効率を得られた。

【0184】

【表14】

表14：第7、第8及び第9の例示的な実施形態の電界紡糸PTFE不織布の特性の比較

サンプル	大きい繊維 (第7の例示的な実施形態)	小さい繊維 (第8の例示的な実施形態)	勾配布 (第9の例示的な実施形態)
繊維直径(nm)	883	774	883(上)/774(下)
厚さ(μm)	65	56	48
坪量(g/m^2)	21.60	25.11	21.44
カーレー数(s/100cc)	2.24	3.90	2.62
濾過効率(%)	96.41	99.27	99.89
圧力損失(mm H ₂ O)	10.7	15.0	11.17

【0185】

表14に示されるように、より小さい繊維を有する布は、より大きい繊維を有する布よりも低い粒子透過率(より良好な効率)を示す。より小さい繊維を有する布は、より大きい繊維を有する布で観測されるよりも高い圧力損失を示す。故に、濾過効率及び圧力損失が様々な値をとるため、濾過性能における実性能/実効率の有意な数量化を得るためには、濾過効率又は圧力損失を単独で信頼することはできない。濾過効率及び圧力損失の両方を説明する必要がある。そのようにする1つの手段は、濾過透過率と圧力損失との積を測定及び比較することである。2つの積の値が小さいほど、濾過材の性能は良好となる。この用語は「濾過効力」と称されるものであり、3つの濾過材についての比較を表15に示す。故に、各繊維直径について単に透過率を圧力損失で乗じることによって、直接比較可能なデータが得られる。

【0186】

大抵、濾過効率に関する高い値は、圧力損失に関する高い値と相関関係にあり、逆もまた同様である。2つの併用効果を調べて、所与の材料の濾過特徴を評価することが重要である。最良の濾過材は、低い透過率及び低い圧力損失の特徴を有するものと考えられる。併用効果が得られるように圧力損失を透過率で乗じて、この効果をモデル化することができる。

【 0 1 8 7 】

表 1 5 に示されるように、大きい繊維の媒体は、最も高い透過率及び最も低い圧力損失を示した。小さい繊維の媒体は、かなり小さい透過率（すなわち、より良好な濾過効率）を示したが、最も高い圧力損失を有していた。本方法による勾配媒体及び本明細書中に概説される材料を提供することによって、両アプローチの利点を単一媒体に集約した。本明細書中に記載されるような勾配媒体は、実施形態によっては、低い圧力損失も維持しながら、高いレベルの濾過効率を実現することができる。1つの例示的な勾配媒体（表 1 5 に示されるデータ）（第 9 の例示的な実施形態）は、最も低い透過率と、大きい繊維を含む媒体（第 7 の例示的な実施形態）により示されるものよりもわずかに高いだけの圧力損失をはっきりと示している。勾配布の算出された濾過効力は、大きい繊維の媒体又は小さい繊維の媒体のいずれのものよりも著しく良好である。故に、他の媒体と比べて勾配媒体が最良の濾過効力を示した。

【 0 1 8 8 】

【表 1 5】

電界紡糸 P T F E 不織勾配布の濾過効力の比較

サンプル	大きい繊維 (第7の例示的な実施形態)	小さい繊維 (第8の例示的な実施形態)	勾配布 (第9の例示的な実施形態)
繊維直径 (nm)	883	774	883(上)/774(下)
*透過率 (P) (%)	3.59	0.73	0.11
濾過効率 (%)	96.41	99.27	99.89
圧力損失 (mm H ₂ O)	10.7	15.0	11.17
濾過効力 (P*ΔP)	38.41	10.95	1.23

*粒子が媒体を通過する割合。ゼロパーセントの透過率は 1 0 0 % の濾過効率と考えられる。

【 0 1 8 9 】

上述には、より詳細にはイースピンされた不織布の形態をとり得る数々のイースピンされたマットを開示してあり、以下は、本開示のイースピンされたマットをどのように使用し得るかをという他の例を繰り返すものである。先に述べたように、イースピンされたマット（例えば、限定するものではないが、上述のイースピンされた勾配布を含む、上記のイースピンされたマットの任意の 1 つ又は複数）は、フィルタアセンブリの濾過材とすることができる。より具体的な例として、図 1 1 は、本開示の実施形態による流体（例えば、気体、又はより詳細には空気）フィルタ 2 0 の概略図である。フィルタ 2 0 は、支持構造体 2 4 に少なくとも部分的に収容される濾過材 2 2 を備える。濾過材 2 2 は、図 1 1 に斑点を付けることによって概略的に図示される。濾過材 2 2 は、上記のイースピンされたマットの任意の 1 つ又は複数を含むことができ（例えば、図 2 ～図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）、ここで、複数の層が存在する場合には、それらを互いに重ね合わせて、例えば、限定するものではないが、勾配布としてもよい。濾過材 2 2 が複数の層を含む場合、層は、上記のイースピンされたマットの 1 つ又は複数を、従来の濾過材の 1 つ又は複数の層と組み合わせて含んでいてもよい。濾過材 2 2 は、例えば、平板で、単層型、折り畳み型、多層型及び / 又はひだ状といったいずれの好適な形態もとる得る。

【 0 1 9 0 】

図 1 1 に示される実施形態では、支持構造体 2 4 が、周囲フレーム 2 6 と、横材 2 8 とを備える従来の構造であってもよく、支持構造体は、高分子材料、ボール紙及び / 又は板

紙等の任意の好適な材料から構成され得る。フレーム 26 は、濾過材 22 の周辺端部の周りに少なくとも部分的に広がるか、又はより詳細には、周辺端部の周り一面に広がって、周辺端部を囲む。フレーム 26 の各側面は、C 字又は U 字の経路構成部材の形をとっていてもよく、経路構成部材の溝はそれぞれ濾過材 22 の縁部分を受けるものである。横材 28 はフレーム 26 と接続して、濾過材 22 の反対面にも広がるため、濾過材は、対向する横材群の間に位置するものである。使用の際、圧力勾配は、フィルタ 20 にわたって規定されるため、濾過される気体は、上流の横材群の横材 28 の間に定められる開口を流れて、濾過材 22 を流れ、その後、下流の横材群の横材 28 の間に定められる開口を流れる。代替的な実施形態では、横材を、違う形で構成するか、省略してもよく、同様に、フレーム 26 も省略するか、違う形で構成するか、又は他の好適な支持構造体で置き換えることができる。例えば、濾過材を、濾過に関する任意の好適な従来の様式、例えば、筐体に取り外し可能に収められるカートリッジ形態で構成することは本開示の範囲内である。より包括的には、従来のフィルタアセンブリ等における従来の濾過材の代わりに、本開示の濾過材を使用してもよい。

10

【0191】

本開示のイースピンされたマットを濾過においてどのように使用し得るかという具体的な例として、エアフィルタの基礎としてイースピンされた PTFE を単独で使用してもよく（例えば、それからなるか、又はそれから本質的になるものであってもよく）、又は、エアフィルタが、他の濾過材と組み合わせてイースピンされた PTFE を含んでいてもよい。本開示の一態様では、イースピンされた PTFE を含むか又はそれから基本的になるフィルタの利点は、イースピンされた PTFE 層間の孔構造及びイースピンされた PTFE の三次元構造を両方調節することができるという兼ね合わせされた利得に基づくものとされる。繊維サイズ及び密度の調節による制御された孔径、並びに三次元構造に起因する蛇行する孔経路のために、イースピンされた PTFE を含むか又はそれから基本的になるフィルタは、少なくとも幾つかの従来の濾過材に比べて、より高い濾過効率に関するより良好な有効表面積を示すことができる。加えて、イースピンされた PTFE 濾過材の三次元構造を通る複数の孔経路は、少なくとも幾つかの従来の濾過材に比べてより低い圧力損失を可能とする。イースピンされた PTFE 濾過材のこれらの組み合わせされた因子は、少なくとも幾つかの従来の濾過材に比べて、エネルギー消費を下げて、より長いフィルタ寿命をもたらすことで、フィルタ交換の頻度を減らす結果、休止時間を短くすることができる（例えば、総じて、使用者にかかるコストを大幅に節約する）。本開示の一態様では、イースピンされた PTFE 濾過材の付加的な利得として、優れた耐薬品性、広い熱的動作範囲、並外れて大きい流速、本質的に疎水性の材料、U.S.P. Class VI 対応の非脱粒特徴、イースピンされた PTFE 濾過材からの最低限の抽出量、及びイースピンされた PTFE 濾過材が細菌を捕捉及び保持する能力が挙げられ得る。

20

30

【0192】

少なくとも 1 つの実施形態では、本開示のイースピンされた PTFE 濾過材（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 10、並びに図 11 のフィルタを参照）を含むか又はそれから基本的になる、暖房、換気及び空調（HVAC）フィルタが、13 以上、又はより詳細には 17 以上の最小効率の報告値（MERV）を有し、HEPA 及び ULPA（「超低透過率の空気」）濾過効率を満たすか又はこれを上回って、圧力損失が大幅に低減される。圧力損失は、マイクロガラス媒体等の少なくとも幾つかの従来の濾過材に比べて少なくとも 30% 低くすることができる。本開示の一態様では、ULPA フィルタが、空気から、0.3 μm 未満のサイズを有する浮遊粒子（例えば、粉塵、花粉、カビ及び細菌）を少なくとも 99.999% 除去（すなわち捕捉）することができる。この効率の要件/条件は、特定の試験条件下で、パーセントとして表される、濾材が所与の濃度で特定の汚染を除去する能力を特徴とする。

40

【0193】

本開示の少なくとも 1 つの実施形態による別の具体例として、本開示のイースピンされた PTFE 濾過材（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 10 を参照）から構成される工業用

50

集塵袋フィルタが非常に好ましいことに、ASTM D-6830-02に準拠する標準媒体に匹敵する。イースピンされたPTFE濾過材は、少なくとも99.9999%の濾過効率を有し、圧力損失が最低30%低減する。この比較は、少なくとも99.9999%の濾過効率を有する、延伸ポリ(テトラフルオロエチレン)(ePTFE)材料から構成される工業用集塵袋フィルタに対するものである。

【0194】

本開示のイースピンされたマット(例えば、図2~図6、図9及び図10を参照)を濾過においてどのように使用し得るかという別の具体例として、ベントフィルタの基礎としてイースピンされたPTFEを単独で使用してもよく(例えば、それからなるか、又はそれから本質的になるものであってもよく)、又は、ベントフィルタが、他の濾過材と組み合わせてイースピンされたPTFEを含んでいてもよい。ベントフィルタは、上記のエアフィルタのような(例えば、極めて類似する)ものであってもよく、違いは、使用の際に、空気又は気体の通過がベントフィルタのどちらの方向へでも可能であることである。故に、ベントフィルタを使用する上での目的は、典型的に、ベントフィルタを用いて2つの環境の相互分離を保つことにあるため、空気又は気体以外のものは何もベントフィルタを経由して入ることがなく、また、空気又は気体以外のものは何もベントフィルタを経由して出ることがないのにもかかわらず、どちらの環境でも一定の圧力平衡が維持される。このような用途では、ベントフィルタが、それを通る粉塵及び汚れの移動を制限するのに対し、気体は厳しい環境条件に耐えてそれを通過し得る。この気体の通過は、格納容器の封を破損する恐れがある形で圧力が蓄積することを防止するためのものとされる。例えば、格納容器の封が破損すると、高い反応性の成分が水及び/又は破碎屑に曝されるおそれがあるため、格納容器の封を破損しないことが典型的に望まれる。例として、本開示のベントフィルタは、原子力発電所から排気される空気の一部等において、(例えば、核分裂又は核融合の結果生じる)浮遊する放射性汚染物質の通過を制限するのに使用することができる。同様に、本開示のベントフィルタは、空気感染性疾患の流布を制限するのに使用することができる。本開示のベントフィルタはまた、クリーンルーム(例えば、汚染レベルが制御される部屋)の清浄度を促すのにも使用することができる。クリーンルームは、例えば、エレクトロニクス、半導体、消費者製品及び医療機器の製造に利用され得る。

【0195】

本開示のイースピンされたマット(例えば、図2~図6、図9及び図10を参照)を濾過においてどのように使用し得るかという別の具体例として、液体フィルタの基礎としてイースピンされたPTFEを単独で使用してもよく(例えば、それからなるか、又はそれから基本的になるものであってもよく)、又は、液体フィルタが、他の濾過材と組み合わせてイースピンされたPTFEを含んでいてもよい。本開示のエアフィルタに関する特徴と同様に、繊維直径及び密度により孔径を制御する能力は、本開示の液体フィルタについても高効率及びより低い圧力損失をもたらし得る。本開示の一態様では、液体フィルタにおけるイースピンされたPTFEが、疎水性かつ広い多種多様な溶媒に対して不活性であるため、本開示の液体フィルタは多種多様な濾過環境に適応することができる。一態様において、イースピンされたPTFEの耐薬品性及び高温性能は、極めて攻撃的な溶媒及びプロセスからの固体の除去を可能とする。例として、イースピンされたPTFEを含むか又はそれから基本的になる液体フィルタは、化学処理、飲料加工に、また製薬、半導体及び化学的な用途に使用することができる。

【0196】

本開示のイースピンされたマット(例えば、図2~図6、図9及び図10を参照)をどのように使用し得るかという別の具体例として、分離膜の基礎としてイースピンされたPTFEを単独で使用してもよく(例えば、それからなるか、又はそれから基本的になるものであってもよく)、又は、分離膜が、他の濾過材と組み合わせてイースピンされたPTFEを含んでいてもよい。本開示の分離膜は、例えば、産業用途において、例えば経済的側面の改善の目的で、蒸発装置及び蒸留装置の代わりに使用してもよい。本開示の分離膜を用いた一例によれば、分離膜/イースピンされたPTFEの疎水性、耐薬品特徴、及び

高温に耐えられる能力の各々が利用される。例えば、分離膜は、それを通る水及び極性化学種の通過を制限し得るのに対し、それを通る有機材料の通過は許容する。上述のように、本開示の一態様によれば、分離膜の特性は、分離膜を形成するか又はその一部であるイースピンされた P T F E の孔のサイズを制御することによって制御され得る。

【 0 1 9 7 】

少なくとも 1 つの実施形態では、本開示のイースピンされた P T F E 濾過材（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）を含むか又はそれから基本的になる分離膜を、電池セパレータとして使用することができる。このような電池セパレータは典型的に、長さ及び幅の両方にわたって均一性及び整合性を有するように構成されるため、良好な破壊強度を含む良好な物理的強度、及び高い透過性を有する。より詳細には、電池セパレータの破壊強度は 1 2 g m / ミクロンよりもの大きいものとなり、透過性に関しては、電池セパレータが、1 0 ~ 1 2 の範囲の M a c M u l l i n 数を有し得る。同様に、本開示のイースピンされた P T F E 濾過材（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）で構成される分離膜は、燃料電池等の他の種類のエネルギー貯蔵装置に使用することができる。

10

【 0 1 9 8 】

本開示のイースピンされたマット（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）をどのように使用し得るかという別の具体例として、人工布の基礎としてイースピンされた P T F E を単独で使用してもよく（例えば、それからなるか、又はそれから基本的になるものであってもよく）、又は、人工布が、他の媒体と組み合わせてイースピンされた P T F E を含んでいてもよい。人工布は、多種多様な最終使用用途のために製造され得る。例えば、本開示の人工布は、高機能布及び / 又は防護布と特徴づけられ得る。高機能布は、機能性、例えば、湿度管理、水等の流体の撥水性、耐水性、耐風性、紫外線防護性、抗菌性及び / 又は温度調節をもたらし得る。より詳細には、少なくとも理論上では、布の分解を抑制するため、また細菌によって発生する匂いを制御するため等に、抗菌性添加剤を本開示のイースピンされた P T F E マット（例えば、イースピンされた P T F E 不織布）に含めてもよい。

20

【 0 1 9 9 】

別の例として、本開示のイースピンされた P T F E マット（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）は、熱的快適性をもたらすように水蒸気及び空気の放出を可能にすると同時に、水又は他の液体の透過を防止（例えば、実質的に防止）する防水通気性材料であるように構成されていてもよく、又はその一部であってもよい。本開示の一態様によれば、電界紡糸 P T F E は、標準的な延伸ポリ（テトラフルオロエチレン）（ e P T F E ）材料と比べ、より良好な透気性を可能とすると同時に、疎水性及び孔径の制御をもたらすといった利点を有する。本開示の人工高機能布は、例えば、航空宇宙産業に、電線絶縁体として、梱包用に及び / 又は一時的な封入容器又は環境のために使用することができる。別の例として、上記のように、人工布は、他の媒体と組み合わせてイースピンされた P T F E を含んでいてもよく、より具体的な例として、衣類又は他の布において、イースピンされた P T F E は、衣類又は他の布の外層であってもよく、衣類又は他の布は更に、イースピンされた P T F E に据えられる（例えば、積層、又はその他の手段で直接的若しくは間接的に接続される）材料の内層（例えば最内層）を備えていてもよい。ここで、内層は、使用者の皮膚から汗を吸収する働きをし、汗を 1 つ又は複数の外層へと移動させることができる。内層は、毛細管作用（例えばウィッキング）により水分を運ぶことができる。限定するものではないが、ポリエステル等の合成材料及びマイクロファイバに基づく布といった任意の好適な従来の内層を使用することができる。

30

40

【 0 2 0 0 】

本開示の人工防護布（例えば、イースピンされた P T F E マット）（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）は、例えば、物理的環境における極端な変化、危険な労働条件、及び / 又は人間の行為により生じる災害から着用者を保護するような衣類を製造するのに使用することができる。かかる人工防護布におけるイースピンされた P T F E マット（複数の場合もあり）については、それらの三次元構造、制御された孔径及び通気性が、

50

着用者を快適にする一方で、環境災害から保護する。本開示の人工防護布は、例えば、高機能衣、個人用防護服、防塵マスク、医療用テキスタイル及び／又は医療用ユニフォームに使用することができる。従来の布を含む従来の商品に関して、置換が適切であると考えられる状況では、それらの従来の商品中、従来の布の１つ又は複数を本開示の電界紡糸不織布で置き換えてもよい。

【０２０１】

さらに本開示の人工布（例えば高機能布）に関して、イースピンされたＰＴＦＥは、かなりの耐水性及びかなりの通気性を同時に示すように構成することができる。これに関連して、図１２は、約３ミルの厚さを有する本開示の第３の例示的な実施形態のイースピンされたＰＴＦＥ不織布に関するデータセットを特定する範囲３０を図示するチャートである。第３の例示的な実施形態の３ミルのイースピンされたＰＴＦＥ不織布は、以下でより詳細に検討されるように試験にかけ、試験から得られたデータは、範囲３０のデータ点のセットの統計学的なサンプルとする。図１２はまた、少なくとも部分的に予測に利用し得る本開示の実施形態に関するデータセットを特定する範囲３２、３４、３６を含む。

10

【０２０２】

範囲３０、３２、３４、３６によりそれぞれ特定されるデータセットのデータ点に関して、図１２は、耐水性を増大させる値が鉛直軸に沿って上向きに延び、かつ通気性／透気性の程度を増大させる値が水平軸に沿い右に向かって延びるカルテシアン座標系を含む。第３の例示的な実施形態の３ミルのイースピンされたＰＴＦＥ不織布に関する耐水性は、それを通る水の透過に対する布の耐性を測定する静水圧試験を用いて求めた。静水圧試験では、静水圧が、布の上面と対面接触させるとともに、上面から上方に延びる水柱によりもたらされ、布の反対の下面は周囲大気に曝しておいた。耐水性の度合いは、水が布を透過した水柱の高さ（すなわち、水柱ミリメートル単位の静水圧）により定量化した。第３の例示的な実施形態のイースピンされたＰＴＦＥ不織布に関する立方フィート毎分単位の通気性／透気性は、ＡＳＴＭ Ｄ７３７（Ｆｒａｚｉｅｒ透気度試験）で定められる差圧透気度試験を用いて求めた。Ｆｒａｚｉｅｒ透気度は、空気の逆流に対する抵抗性であり、それは通常、０．５水柱インチの差圧における cfm/ft^2 単位で示される。

20

【０２０３】

理解を容易にするため、極めて概略的に説明すると、図１２のチャートは、ベン図等からなると特徴づけられ得るものの、例えば、図１２の範囲３０、３２、３４、３６をそれぞれ規定する閉じた外周線は単純な閉曲線に限定されるものではない（例えば、範囲３０、３２、３４をそれぞれ規定する閉じた外周線は包括的に円形であるか、又はより詳細には、円形の形のいずれかであるのに対して、範囲３６を規定する閉じた外周線は包括的に長方形であるか、又はより詳細には、丸みをおびた角を有する矩形である）ことに留意されたい。図１２に示されるカルテシアン座標系では、範囲３０、３２、３４、３６の各々が、その範囲内にあるデータ点を全て含むデータセットを規定する。本開示の一態様において、各範囲３０、３２、３４、３６に関し、範囲は、範囲を規定する切れ目のない外周線と一致するデータ点のセットと、範囲を規定する切れ目のない外周線に取り囲まれているデータ点との両方を包含する（すなわち、範囲は、範囲を規定する切れ目のない外周線の外側のデータ点を包含しない）。本開示の別の態様では、各範囲３０、３２、３４、３６に関し、範囲は、範囲を規定する切れ目のない外周線に取り囲まれているデータ点のセットを包含するに過ぎない（すなわち、範囲は、範囲を規定する切れ目のない外周線と一致するデータ点も、範囲を規定する切れ目のない外周線の外側のデータ点も包含しない）。

30

40

【０２０４】

図１２に関して、本開示の一態様は、耐水性が増大するとともに、通気性を維持するようにイースピンされたＰＴＦＥ不織布を調整することを求める、十分に高い透気性を有するイースピンされたＰＴＦＥ不織布の提示である。少なくとも部分的に予測されるように、イースピンされたＰＴＦＥ不織布が、図１２における範囲３０、３２、３４、３６のいずれか１つ又は複数に入る耐水性及び／又は透気性の範囲を有することは、本開示の範囲

50

内である。例えば、少なくとも部分的に予測されるように、本開示の実施形態（複数の場合もあり）のイースピニングされた P T F E 不織布（複数の場合もあり）は、範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 のいずれか 1 つに含まれる最小の耐水性の値から、範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 のいずれか 1 つに含まれる最大の耐水性の値までの範囲をとる耐水性、及び / 又は範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 のいずれか 1 つに含まれる最小の透気性の値から、範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 のいずれか 1 つに含まれる最大の透気性の値までの範囲をとる透気性を有することができ、いずれの他の好適な範囲（例えば、範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 内）も本開示の範囲内である。上述にかかわらず、図 1 2 の範囲 3 0、3 2、3 4、3 6 は例として提示されるものであるため、他の範囲、データセット及び / 又はデータ範囲も本開示の範囲内である。

10

【0205】

上述から少なくとも部分的に繰り返しているが、本開示の人工防護布（例えば、イースピニングされた P T F E マット）（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 1 0 を参照）は、液体バリア特性及びかなりの通気性を同時に示すように構成することができる。したがって、これらの布は、例えば、医療用の外科用ドレープ及びドレープアクセサリ、並びに外科用ガウン、アイソレーションガウン等の防護衣に使用することができる。本開示の一態様によれば、ナイロン及びポリプロピレンといった他のポリマーからなる他のナノファブリックと異なり、メルトブロー又はイースピニングにより、本開示のイースピニングされた P T F E 不織布（例えばマット）の少なくとも幾つかは、かなり大きい静水頭（例えば、より良好なバリア特性）を証明した。同時に、本開示のイースピニングされた P T F E 不織布の少なくとも幾つかは、e P T F E 膜と比べてより良好な快適性及び通気性をもたらすようなより高い透気性を維持している。

20

【0206】

表 1 6 は、本開示の比較例及び例示的な実施形態に関する血液透過データ間の比較を示す。包括的に表 1 6 に示されるデータでは、液体バリア試験を、A N S I / A A M I P B 7 0 : 2 0 1 2（「保健医療及び施設における使用を目的とする防護衣及びドレープの液体バリア性能及び分類」）により 4 つのレベルに分類する。A N S I / A A M I P B 7 0 : 2 0 1 2 により規定されるレベルのうち 2 つは、異なる量の水が、A A T C C T e s t M e t h o d 1 2 7 に準拠する透過率及び静水圧に影響を及ぼすことを要件とする。表 1 6 では、A A T C C T e s t M e t h o d 1 2 7 に準拠して、静水圧（すなわち静水頭）に関するデータを取得した。外科用ドレープ及びドレープアクセサリについては、A N S I / A A M I P B 7 0 : 2 0 1 2 により規定されるレベルのうち 1 つが、A S T M F 1 6 7 0（「人工血液による耐透過性」）により特定される試験の合格を要件とする。表 1 6 では、A S T M F 1 6 7 0（「人工血液による耐透過性」）に準拠して「血液透過」データを取得した。

30

【0207】

【表 16】

表 16：血液透過試験に関する、比較例と例示的な実施形態との比較

比較例/実施形態	厚さ (μ)	透気率 (cfm)	水頭(cm)	血液透過 (合格/不合格)
比較用のePTFE膜	不明	3.5	>1000	合格
比較用のスパンボンド/ 3層メルトブロー/スパンボンド	不明	65	52	不合格
比較用のスパンボンド/ サブミクロンのメルトブロー/スパンボンド	不明	43	110	不合格
比較用の非通気性 ポリエチレンフィルム	不明	0.0072	>1000	合格
比較用のePTFEの延伸した (tentured)特殊な膜	8	3.18	693	合格
比較用のePTFEの 延伸した特殊な膜	15	1.67	805	合格
第1の例示的な実施形態	20	8.14	442	合格
第1の例示的な実施形態	40	6.24	474	合格
第1の例示的な実施形態	60	4.43	533	合格
第5の例示的な実施形態	22	9.96	395	合格
第5の例示的な実施形態	68	2.98	664	合格

【0208】

表 16 を参照すると、例示的な実施形態のサンプルは全て、395 cm 以上の静水頭値を示し、血液透過試験に合格した。対照的に、試験したサブミクロンのメルトブロー不織布は、110 cm を超える静水頭を示し、それらは全て血液透過試験に不合格であった。試験した ePTFE 膜は全て、3.5 cfm 以下の低い透気率を示した。約 20 μ の厚さを有する例示的な実施形態のサンプルは、約 395 cm ~ 約 442 cm の静水頭を有し、血液透過試験に合格した一方で、約 8 cfm ~ 約 10 cfm の範囲の透気率を示した。これらの透気率は ePTFE 膜に関するものよりもかなり大きいため、イースピンされた PTFE 不織布が、長時間の外科手術中等に水蒸気を逃がすことによってより良好な快適性をもたらすように働くことが示される。例えば、第 1 の例示的な実施形態の 20 μ 厚のサンプルは、高い静水頭値を示し、血液透過試験に首尾よく合格した一方で、高い透気性を維持しているため、医療用防護布に有益であると思われる。

【0209】

本開示のイースピンされたマット（例えば、図 2 ~ 図 6、図 9 及び図 10 を参照）をどのように使用し得るかという別の具体例として、組織スキャフォールディングの基礎としてイースピンされた PTFE を単独で使用してもよく（例えば、それからなるか、又はそれから基本的になるものであってもよく）、又は、組織スキャフォールディングが、他の好適な媒体と組み合わせてイースピンされた PTFE を含んでもよい。本開示の一態様によれば、組織スキャフォールドは、生体系において損傷したか、欠乏しているか又は機能が低下している成分を交換又は補修するのに使用することができる、構造特性及び機

能特性を有する材料である。組織スキャフォールドは、組織スキャフォールドに又はその上に移植される細胞の成長を助け（例えば誘導し）、及び／又は、周囲組織から組織スキャフォールドに移動する細胞の成長を助ける（例えば誘導する）ように構成することができる。例えば、かかる細胞成長は、組織スキャフォールディング（例えばイースピンされたマット）の孔内に延びる結果、多孔質構造が、細胞接着及び細胞増殖のための基材を提供するものとなる。

【0210】

本開示の一態様によれば、イースピンされたPTFE不織布の生体適合性を伴う、イースピンされたPTFE不織布の三次元特徴及び多孔質特徴は、イースピンされたPTFE不織布の孔径が好適な範囲内にある場合に、イースピンされたPTFE不織布が組織スキャフォールディングとして十分に機能することを可能にする。例えば、イースピンされたPTFE不織布の孔構造は、付加的な組織の発生及び成長を可能とする細胞及び栄養素が、イースピンされたPTFE不織布に入るか又は全体に広がる容易なアクセスを可能とし得る。加えて及び／又は代替的に、イースピンされたPTFE不織布の孔により規定される蛇行経路、イースピンされたPTFE不織布の密度、及びイースピンされたPTFE不織布の繊維直径は、細胞の内部成長を望み通りに（例えば必要に応じて）阻害するように制御することができる。一例では、イースピンされたPTFE不織布の孔径（複数の場合もあり）を、0.2ミクロン未満から10ミクロンまでの範囲とすることができる。これに関連して、0.2ミクロン未満の孔径（複数の場合もあり）は、イースピンされたPTFE不織布の孔内への細胞成長を阻害することができる。したがって、かかる細胞の内部成長を制限することが望ましければ、イースピンされたPTFE不織布の孔径（複数の場合もあり）を約0.2ミクロン未満とすればよく、反対に、細胞の内部成長が望ましければ、イースピンされたPTFE不織布の孔径（複数の場合もあり）を約0.2ミクロン～約10ミクロンの範囲とすればよい。本開示の他の態様による他の孔径を利用してもよい。本開示の組織スキャフォールディング等は、例えば、グラフト；ステントグラフト；器官を配置するか若しくは保護するか、若しくは筋肉若しくは腱等の裂傷組織の隙間を埋めるような結合性スキャフォールディング；患部組織若しくは損傷組織の置換；薬物送達若しくは細胞療法にかかる埋込み型機器；創傷治療；再生膜に又はそれらとして、及び／又は、任意の他の好適な様式で 사용할ことができる。

【0211】

本開示の幾つかの実施形態では、図2～図6、図9及び図10の各々に示される不織布は、生細胞が不織布の外側表面上で及び／又は不織布の孔内で成長する組織スキャフォールディングと特徴づけることができる。

【0212】

上述したような物品、構成体等の各々に関して、それは、別段の指示がない限り、本開示の不織材料を含むか、それから基本的になるか、又はさもなければそれを組み込んでいてもよい。これに関連して、本開示の不織材料を含むか、それから基本的になるか、又はそれを組み込み得る物品、構成体等では、例によっては、それらの1つ又は複数の材料を本開示の不織材料の1つ又は複数で置き換えた以外、物品、構成体等を従来のものとする。

【0213】

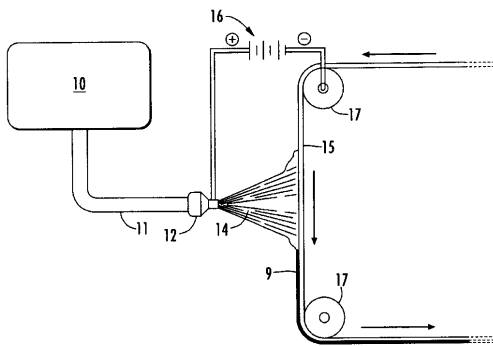
上述から繰り返しているが、この詳細な説明のセクション及び本開示の図面全体を通じて、概算（例えば「約」）と明示的に指定していない測定値又は値も、代替的に概算（例えば「約」）をとることができる。

【0214】

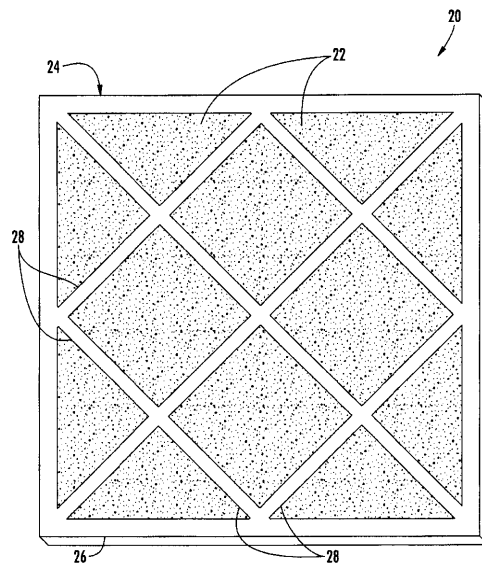
多くの修正及び本発明の他の実施形態も、本発明が属する技術分野における当業者には、上述の説明に示される教示の利得を有することが想到されるであろう。それ故、当然のことながら、上記の例は、本発明の範囲を限定するように意図されるものではない。本開示は例示的な実施形態を参照して上記に説明されているが、特許請求の範囲に記載される本発明の趣旨及び範囲を逸脱することなく、様々な付加、修正及び変更をなし得るこ

とも、当業者には理解されるであろう。

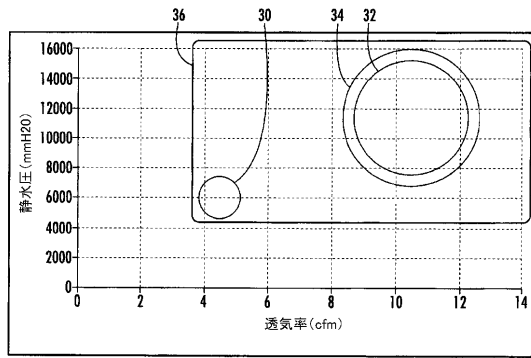
【図 1】



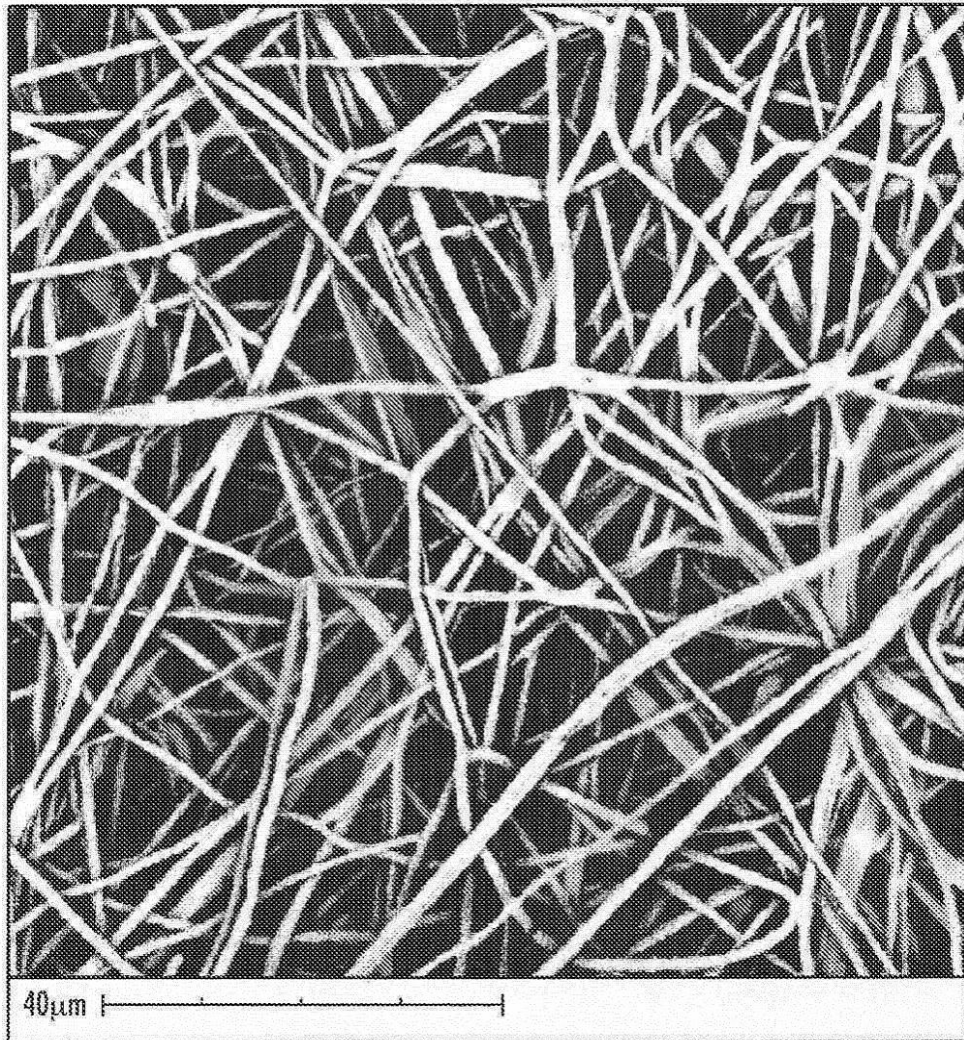
【図 1 1】



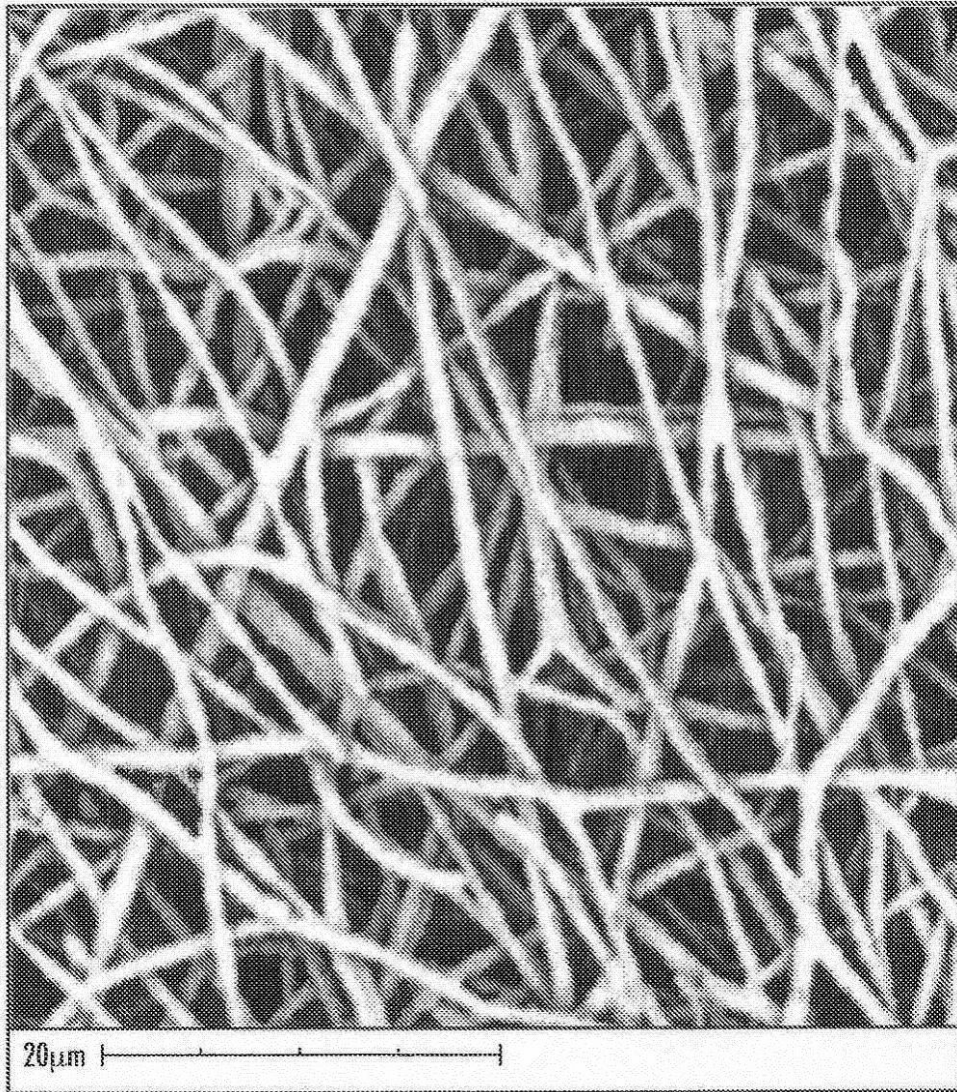
【図 12】



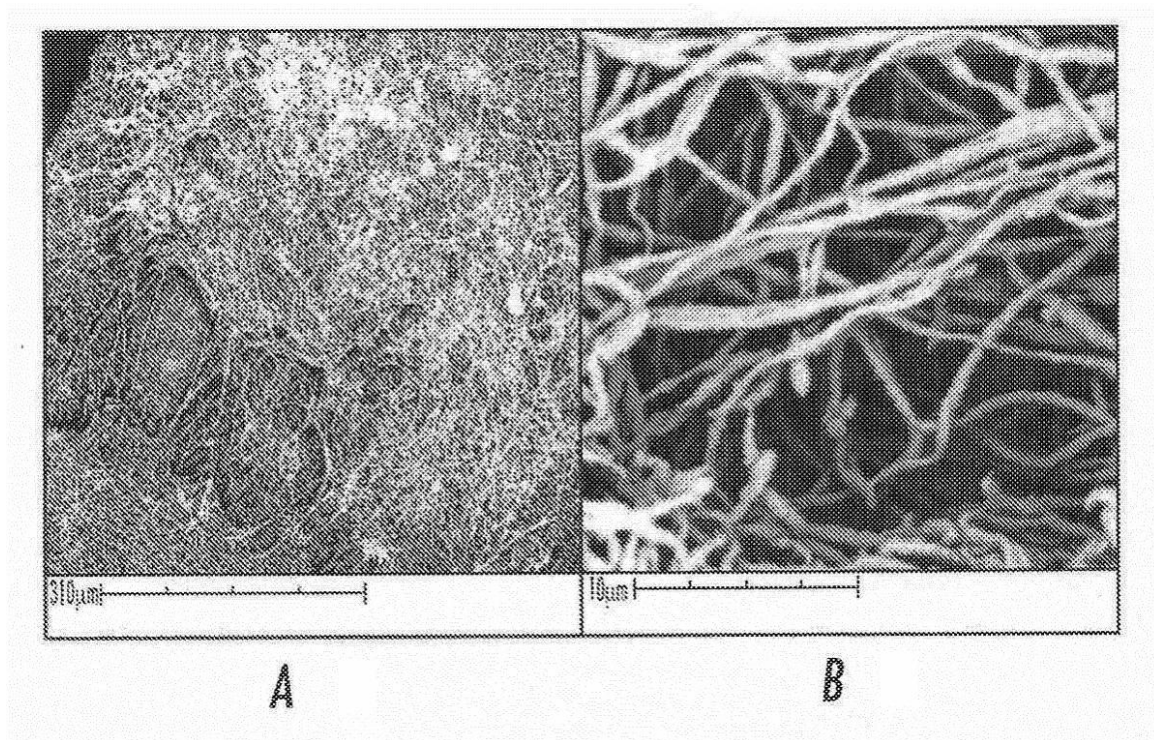
【 図 2 】



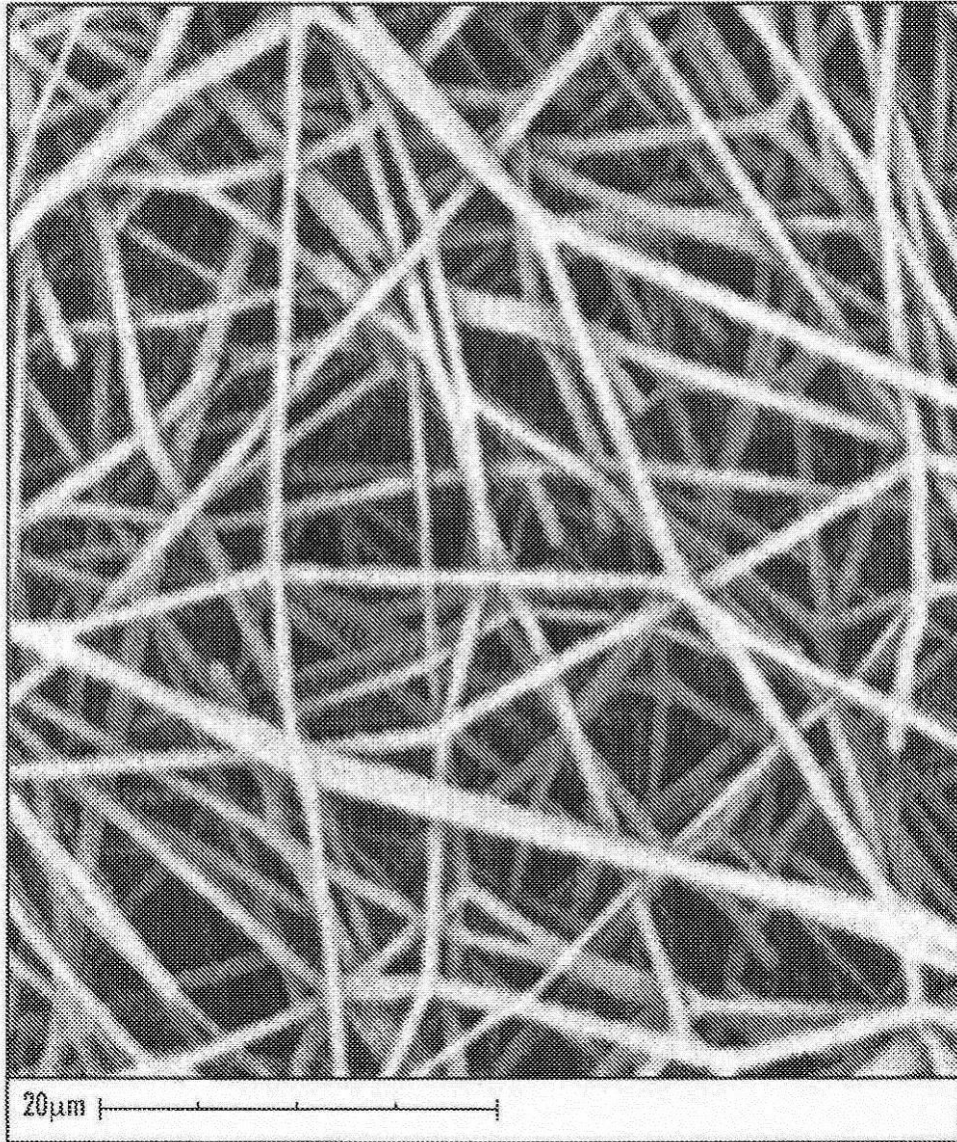
【図 3】



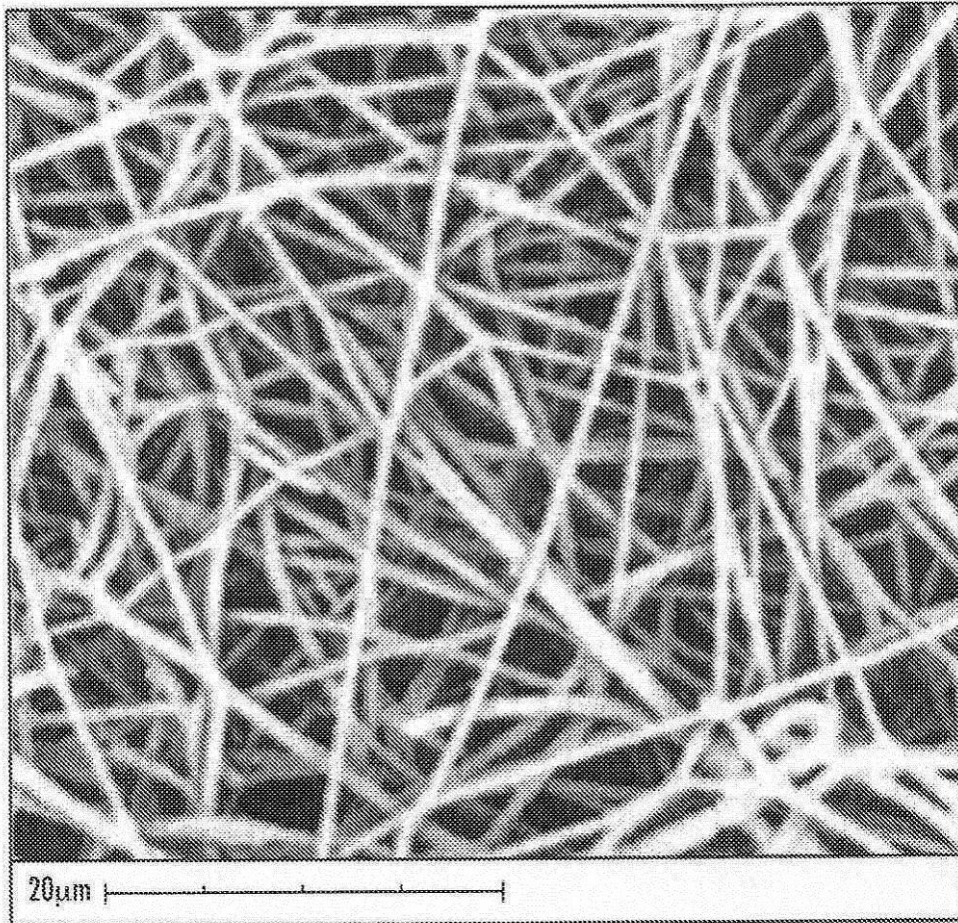
【 図 4 】



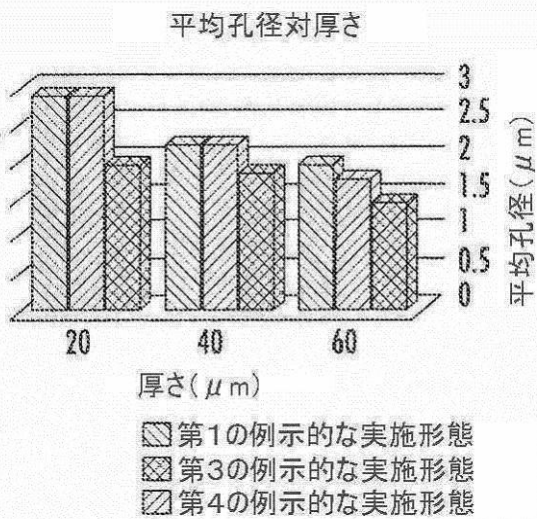
【図 5】



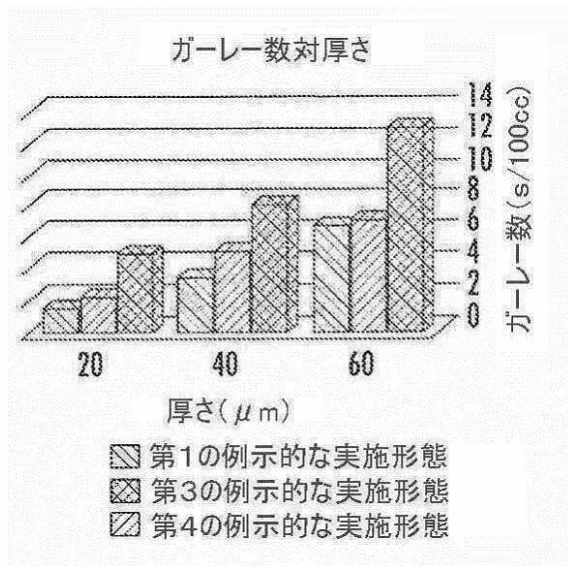
【図 6】



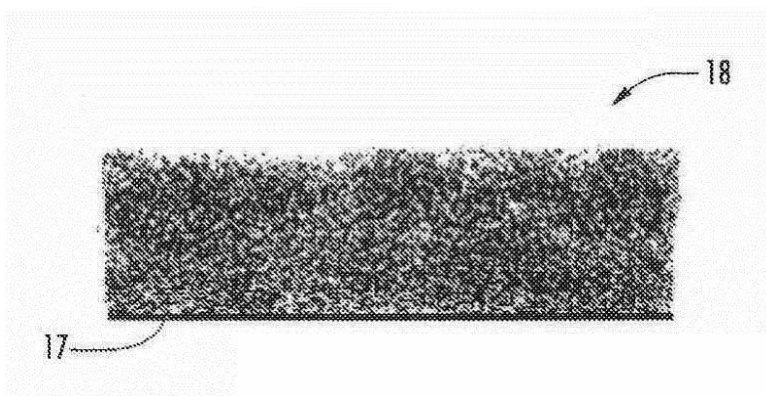
【図 7】



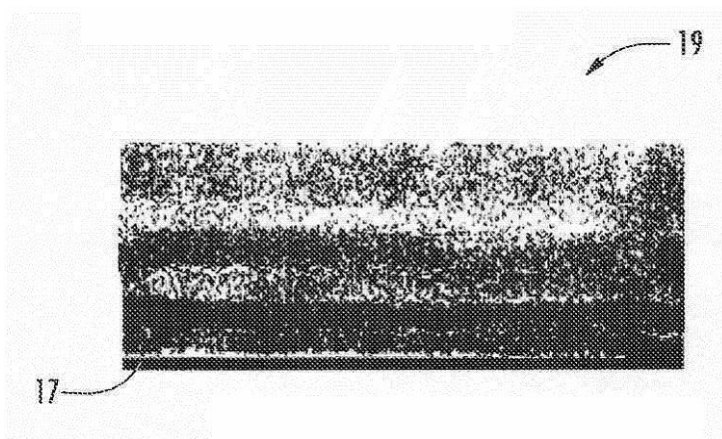
【図 8】



【図 9】



【図 10】



【手続補正書】

【提出日】平成26年12月8日(2014.12.8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

フィルタであって、
支持構造体と、
電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）を含み、前記支持構造体によって支持される
、マットと、
を備える、フィルタ。

【請求項 2】

流体フィルタである、請求項 1 に記載のフィルタ。

【請求項 3】

強制流路と組み合わせられ、該強制流路に取り外し可能に搭載される、請求項 1 に記載の
フィルタ。

【請求項 4】

濾過材であって、

電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）を含むマットであって、該マットが H E P A
基準 I E S T - R P - C C 0 0 1 . 3 を満たし得るように構成され、前記電界紡糸ポリ（
テトラフルオロエチレン）が約 2 5 0 n m ~ 約 1 5 0 0 n m の平均繊維直径を有する不織
繊維を含み、該マットの平均厚さが約 2 0 0 μ m 以下である、マット、
を備える、濾過材。

【請求項 5】

前記マットが不織布を含み、該不織布が前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）
を含む、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 6】

前記平均繊維直径が約 5 0 0 n m 以下である、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 7】

前記平均繊維直径が約 4 0 0 n m 以下である、請求項 4 に記載の濾過材。

【請求項 8】

前記マットが前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットであり、該電界紡糸
ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの平均厚さが約 1 0 0 μ m 以下である、請求項 4
に記載の濾過材。

【請求項 9】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットが、0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c
m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マット面積
1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、約 4
0 m m H ₂ O 以下の圧力損失をもたらすように構成される、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 10】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットが、0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c
m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マット面積
1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、約 4
m m H ₂ O 以下の圧力損失をもたらすように構成される、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 11】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 3 0 グラム毎平方メ
ートル毎ミル厚さ以下である、請求項 8 に記載の濾過材。

【請求項 12】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 2 5 グラム毎平方メ
ートル毎ミル厚さ以下である、請求項 11 に記載の濾過材。

【請求項 13】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 2 0 グラム毎平方メ
ートル毎ミル厚さ以下である、請求項 12 に記載の濾過材。

【請求項 14】

前記電界紡糸ポリ（テトラフルオロエチレン）マットの密度が、約 1 0 グラム毎平方メ
ートル毎ミル厚さ以下である、請求項 13 に記載の濾過材。

【請求項 15】

濾過材を製造する方法であって、
分散液を準備する工程であって、
所与の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、
繊維化ポリマーと、
分散媒と、
該分散液が所与の導電率を有するように、任意の導電性種と、
を含む、分散液を準備する工程と、
前記分散液を電界紡糸し、H E P A 基準 I E S T - R P - C C 0 0 1 . 3 を満たし得る
高分子マットを得る工程と、
からなる、方法。

【請求項 16】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記フッ素化ポリマーが、フッ素化エチレンプロピレン、ポリフッ化ビニリデン、ペルフルオロアルコキシ、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー(T H V)、ポリ(エチレン - c o - テトラフルオロエチレン)、エチレンクロロトリフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体からなる群から選択される、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 18】

前記導電性種が水溶性塩である、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 19】

前記導電性種が水酸化アンモニウムである、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 20】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 2 3 0 n m 以下である、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 21】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 1 6 0 n m 以下である、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 1 3 0 n m 以下である、請求項 21 に記載の方法。

【請求項 23】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 8 0 n m 以下である、請求項 22 に記載の方法。

【請求項 24】

前記高分子マットが約 2 0 0 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 25】

前記高分子マットが約 1 0 0 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 26】

濾過材であって、
空気から、0 . 3 μ m 未満の粒径を有する浮遊粒子を少なくとも 9 9 . 9 9 9 % 除去するような U L P A フィルタとして機能し得る、不織電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット、
を備え、
前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットが、平均繊維直径約 2 5 0 n m ~

約 1 5 0 0 n m を有する不織繊維を含み、

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの平均厚さが、約 2 0 0 μ m 以下である、濾過材。

【請求項 2 7】

前記平均繊維直径が約 5 0 0 n m 以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 2 8】

前記平均繊維直径が約 4 0 0 n m 以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 2 9】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの平均厚さが約 1 0 0 μ m 以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 3 0】

0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット面積 1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットにわたる圧力損失が、約 4 0 m m H ₂ O 以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 3 1】

0 . 3 μ m の粒子、5 . 3 c m / s の速度、及び平面形状の前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マット面積 1 0 0 c m ² を用いて、H E P A M I L - S T D 2 8 2 の下で試験した場合に、前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットにわたる圧力損失が、約 3 0 m m H ₂ O 以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 3 2】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約 3 0 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 2 6 に記載の濾過材。

【請求項 3 3】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約 2 5 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 3 2 に記載の濾過材。

【請求項 3 4】

前記電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)マットの密度が、約 2 0 グラム毎平方メートル毎ミル厚さ以下である、請求項 3 3 に記載の濾過材。

【請求項 3 5】

濾過材を製造する方法であって、

分散液を準備する工程であって、

所与の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、

繊維化ポリマーと、

分散媒と、

該分散液が所与の導電率を有するように、任意の導電性種と、

を含む、分散液を準備する工程と、

前記分散液を電界紡糸し、空気から、0 . 3 μ m 未満の粒径を有する浮遊粒子を少なくとも 9 9 . 9 9 9 % 除去するような U L P A フィルタとして機能し得る高分子マットを得る工程と、

からなる、方法。

【請求項 3 6】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項 3 5 に記載の方法。

【請求項 3 7】

前記フッ素化ポリマーが、フッ素化エチレンプロピレン、ポリフッ化ビニリデン、ペルフルオロアルコキシ、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンとのコポリマー(T H V)、ポリ(エチレン - c o - テトラフルオロエチレン)、エチレンクロロトリフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、並びにそれらのコポリマー、ブレンド及び誘導体からなる群から選択される、請求項 3 5 に記載の

方法。

【請求項 38】

前記導電性種が水溶性塩である、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 39】

前記導電性種が水酸化アンモニウムである、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 40】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 230 nm 以下である、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 41】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 160 nm 以下である、請求項 40 に記載の方法。

【請求項 42】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 130 nm 以下である、請求項 41 に記載の方法。

【請求項 43】

前記フッ素化ポリマーの所与の平均粒径が約 80 nm 以下である、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 44】

前記高分子マットが約 200 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 45】

前記高分子マットが約 100 μ m 以下の平均厚さを有するような時間で、前記電界紡糸する工程を実施する、請求項 35 に記載の方法。

【請求項 46】

電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)を含むマットであって、
約 1003 nm 未満の平均繊維直径と、
約 8.1 グラム毎平方メートル毎ミル厚さより大きい密度と、
を有する、マット。

【請求項 47】

前記平均繊維直径が約 852 nm 未満であり、
前記密度が約 9.6 グラム毎平方メートル毎ミル厚さより大きい、
請求項 46 に記載のマット。

【請求項 48】

請求項 46 に記載のマットを備える分離膜。

【請求項 49】

請求項 46 に記載のマットを備える布。

【請求項 50】

請求項 46 に記載のマットを備える組織スキャフォールド。

【請求項 51】

前記組織スキャフォールドを生細胞と組み合わせ、該生細胞が少なくとも該組織スキャフォールド上で成長する、請求項 50 に記載の組織スキャフォールド。

【請求項 52】

前記組織スキャフォールドを生細胞と組み合わせ、該生細胞が該組織スキャフォールドの少なくとも孔中で成長する、請求項 50 に記載の組織スキャフォールド。

【請求項 53】

マットを製造する方法であって、
分散液を準備する工程であって、
約 230 nm 未満の平均粒径を有する微粒子形態のフッ素化ポリマーと、
繊維化ポリマーと、
分散媒と、

を含み、
約 $250 \mu S / cm$ を超える導電率を有する、
分散液を準備する工程と、
前記分散液を電界紡糸して該マットを得る工程と、
からなる、方法。

【請求項 54】

前記フッ素化ポリマーがポリ(テトラフルオロエチレン)である、請求項 53 に記載の方法。

【請求項 55】

前記平均粒径が約 $160 nm$ 以下であり、
前記導電率が約 $300 \mu S / cm$ 以上である、
請求項 53 に記載の方法。

【請求項 56】

勾配布であって、
2 層以上の電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)繊維であって、該 2 つ以上の層が、異なる密度を有する少なくとも 2 層を含み、該布の断面が 1 つ又は複数の密度勾配を示す、勾配布。

【請求項 57】

前記布の断面を通過する空気流が、
前記層のいずれかを単独で通過する濾過効率に比して高い濾過効率と、
前記層のいずれかを単独で示される圧力損失の範囲内にある圧力損失と、
をもたらず、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 58】

3 層以上からなる、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 59】

前記層が前記布の長さ及び幅に沿って連続する、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 60】

各層の厚さが約 $0.5 \mu m$ ~ 約 $1000 \mu m$ である、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 61】

前記密度勾配が、前記断面の厚さにわたって密度が増大する層を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 62】

前記密度勾配が、前記断面の厚さにわたって密度が増大する層及び密度が減少する層を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 63】

最大密度を有する層が前記断面の内側にある、請求項 56 に記載の勾配布。



【請求項 64】

前記密度勾配が、前記布の断面にわたって実質的に均一な密度勾配を含む、請求項 56 に記載の勾配布。

【請求項 65】

不織布であって、
電界紡糸ポリ(テトラフルオロエチレン)からなり、
前記不織布が、ASTM F1670 の血液透過試験を合格するとともに、
少なくとも約 $2.5 cfm$ の通気率をもたらすことができるように構成される、
不織布。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2013/023073
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>B01D 69/10(2006.01)i, B01D 69/06(2006.01)i, B01D 71/36(2006.01)i, B01D 69/02(2006.01)i, D04H 1/728(2012.01)i</i>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01D 69/10; B01D 63/14; B01D 24/00; B05D 5/12; B01D 39/08; B01D 39/16; B01D 39/00; B01D 46/54; A01N 25/10; A01P 1/00; B05D 5/10; B29C 47/06; B01D 39/14		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) cKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: filter, electrospun poly(tetrafluoroethylene), filtration medium, mat, gradient fabric, nonwoven fabric		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	US 2010-0107881 A1 (HEALEY, DAVID T. et al.) 6 May 2010 See claims 2, 6, 8-9 and 13; paragraphs [0081] and [0102].	1-14, 26-34, 46-52 , 56-64 15-25, 35-45, 53-55 , 65
X A	US 2008-0307971 A1 (HORIE, YURI et al.) 18 December 2008 See claims 1-10; paragraphs [0023]-[0026].	1-14, 26-34, 46-52 15-25, 35-45, 53-65
A	US 2011-0174720 A1 (CHEN, LIANG et al.) 21 July 2011 See claims 1, 18-19; paragraphs [0317]-[0319].	1-65
A	US 2011-0309014 A1 (HOSoya, TAKAYOSHI et al.) 22 December 2011 See claims 1-3, 8-9 and 12-20; paragraph [0127].	1-65
A	US 2008-0110342 A1 (ENSOR, DAVID S. et al.) 15 May 2008 See claims 1, 38 and 54.	1-65
A	WO 2010-124899 A1 (SAATI S.P.A.) 4 November 2010 See claims 1-2 and 7; pp. 13-15.	1-65
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 14 May 2013 (14.05.2013)		Date of mailing of the international search report 15 May 2013 (15.05.2013)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office 189 Cheongsu-ro, Seo-gu, Daejeon Metropolitan City, 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer LEE, Dong Wook Telephone No. 82-42-481-8163 

International application No.
PCT/US2013/023073

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX PA	US 2012-0114722 A1 (BALLARD, ROBERT L. et al.) 10 May 2012 See claims 1, 22 and 29.	1-14, 26-34, 46-52 15-25, 35-45, 53-65

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2013/023073

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2010-0107881 A1	06.05.2010	CN 101668576 A	10.03.2010
		CN 102438721 A	02.05.2012
		EP 2125158 A1	02.12.2009
		EP 2403625 A1	11.01.2012
		JP 2010-520049 A	10.06.2010
		US 2008-0202078 A1	28.08.2008
		US 2009-0272084 A1	05.11.2009
		US 2011-0162337 A1	07.07.2011
		US 7883562 B2	08.02.2011
		US 8197569 B2	12.06.2012
		US 8202340 B2	19.06.2012
		US 8257459 B2	04.09.2012
		WO 2008-106490 A1	04.09.2008
		WO 2010-101640 A1	10.09.2010
		WO 2011-011083 A2	27.01.2011
		WO 2011-011083 A3	03.06.2011
US 2008-0307971 A1	18.12.2008	CN 101163533 A	16.04.2008
		CN 101163533 B	22.06.2011
		EP 1878482 A1	16.01.2008
		EP 1878482 A4	05.05.2010
		EP 1878482 B1	06.07.2011
		JP 2006-326579 A	07.12.2006
		JP 5037034 B2	13.07.2012
		KR 10-2008-0017324 A	26.02.2008
		WO 2006-115270 A1	02.11.2006
US 2011-0174720 A1	21.07.2011	WO 2011-046657 A2	21.04.2011
		WO 2011-046657 A3	29.09.2011
US 2011-0309014 A1	22.12.2011	CA 2748248 A1	01.07.2010
		CN 102264449 A	30.11.2011
		EP 2384803 A1	09.11.2011
		KR 10-2011-0117062 A	26.10.2011
		TW 201032885 A	16.09.2010
		WO 2010-073958 A1	01.07.2010
US 2008-0110342 A1	15.05.2008	CN 101534954 A	16.09.2009
		DE 112007002725 T5	24.09.2009
		GB 0906387 D	20.05.2009
		GB 2455948 A	01.07.2009
		GB 2455948 B	09.11.2011
		JP 2010-509056 A	25.03.2010
		KR 10-2009-0082418 A	30.07.2009
		US 2010-0031617 A1	11.02.2010
		US 7789930 B2	07.09.2010
		WO 2008-063870 A1	29.05.2008
WO 2010-124899 A1	04.11.2010	CN 102421499 A	18.04.2012

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2013/023073

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2012-0114722 A1	10.05.2012	EP 2424641 A1	07.03.2012
		JP 2012-525243 A	22.10.2012
		KR 10-2012-0029409 A	26.03.2012
		US 2012-0012523 A1	19.01.2012
		None	

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
A 6 1 L 9/16 (2006.01)		A 6 1 L 9/16	F	4 L 0 4 5
B 0 1 D 69/06 (2006.01)		B 0 1 D 69/06		4 L 0 4 7
B 0 1 D 71/36 (2006.01)		B 0 1 D 71/36		

(31)優先権主張番号 61/591,555

(32)優先日 平成24年1月27日(2012.1.27)

(33)優先権主張国 米国(US)

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

(74)代理人 100128668

弁理士 齋藤 正巳

(74)代理人 100134393

弁理士 木村 克彦

(72)発明者 バラード, ロバート エル.

アメリカ合衆国 2 9 1 1 8 サウス カロライナ, オレンジバーグ, グリフィス ドライヴ 2 2 4 2

(72)発明者 アノウ, ブルース エル.

アメリカ合衆国 2 9 0 7 3 サウス カロライナ, レキシントン, キャノン ノル ロード 4 1 3

(72)発明者 マナスコ, ジョシュア エル.

アメリカ合衆国 2 9 1 7 2 サウス カロライナ, ウェスト コロンビア, ブライア ブッシュレーン 9 3 5

(72)発明者 ガーナー, デヴィッド ピー.

アメリカ合衆国 2 9 1 7 2 サウス カロライナ, レキシントン, ベルツリーズ ドライヴ 2 0 1

(72)発明者 ハオ, ピン

アメリカ合衆国 2 8 1 7 3 ノース カロライナ, ワクシャー, スカイ ロックス ドライヴ 8 3 0 4

F ターム(参考) 4C080 AA09 BB05 BB08 BB10 QQ11

4D006 GA07 GA44 HA41 HA72 JA08A JA08C MA03 MA25 MA31 MB03

MB10 MB11 MB15 MB19 MC30X NA39 NA62 PA01 PB09 PB17

PB24 PB55 PB70 PC01

4D019 AA01 BA13 BB03 BD01 BD02 CB06 DA03

4D058 JA12 JB14 JB25 JB29 KA01

4L035 AA04 BB02 FF05

4L045 AA10 DC39

4L047 AA18 AB08 BA10 CC12 EA22