

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第5097326号
(P5097326)

(45) 発行日 平成24年12月12日 (2012.12.12)

(24) 登録日 平成24年9月28日 (2012.9.28)

(51) Int.Cl. F I

BO 1 D 69/12 (2006.01)

BO 1 D 69/02 (2006.01)

BO 1 D 71/02 (2006.01)

BO 1 D 71/06 (2006.01)

BO 1 D 71/10 (2006.01)

BO 1 D 69/12

BO 1 D 69/02

BO 1 D 71/02

BO 1 D 71/06

BO 1 D 71/10

請求項の数 29 (全 34 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2002-537416 (P2002-537416)	(73) 特許権者	596064112
(86) (22) 出願日	平成13年9月24日 (2001.9.24)		ポール・コーポレーション
(65) 公表番号	特表2004-512164 (P2004-512164A)		P a l l C o r p o r a t i o n
(43) 公表日	平成16年4月22日 (2004.4.22)		アメリカ合衆国, ニューヨーク州 11
(86) 国際出願番号	PCT/US2001/042262		O 5 O, ポート ワシントン, ハーバ
(87) 国際公開番号	W02002/034375		ー パーク ドライブ 25
(87) 国際公開日	平成14年5月2日 (2002.5.2)	(74) 代理人	100094318
審査請求日	平成20年6月11日 (2008.6.11)		弁理士 山田 行一
(31) 優先権主張番号	09/694,120	(74) 代理人	100123995
(32) 優先日	平成12年10月20日 (2000.10.20)		弁理士 野田 雅一
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100107456
(31) 優先権主張番号	09/694,106		弁理士 池田 成人
(32) 優先日	平成12年10月20日 (2000.10.20)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非対称膜の積層体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

フィルター積層体を製作する方法であって、

(1) 第1の多数の層の材料を提供する工程であって、前記第1の多数の層が第1の非対称膜と接着層とを備えており、前記第1の非対称膜がスキン表面とオープン表面とを両表面間の支持構造と共に有しており、前記オープン表面の細孔が前記スキン表面の細孔の平均直径より少なくとも5倍大きい平均直径を有しており、前記第1の非対称膜が微孔性膜又は超多孔性膜である、工程と；

(2) 第1スタックを形成するために、前記第1の非対称膜の前記スキン表面を前記接着層に接触させる工程と；

(3) 熱及び圧力を加えることによって前記第1の非対称膜と前記接着層との間に接合を形成する工程であって、それによって、第1積層スタック層を形成する、工程と；

(4) 前記第1積層スタック層の前記接着層を第2の非対称膜のスキン表面に接触させる工程であって、前記第2の非対称膜が前記スキン表面とオープン表面との間に支持構造を有し、前記オープン表面の細孔が前記スキン表面の細孔の平均直径より少なくとも5倍大きい平均直径を有しており、前記第2の非対称膜が微孔性膜又は超多孔性膜である、工程と；

(5) 熱及び圧力を加えることによって前記第1積層スタック層と前記第2の非対称膜との間に接合を形成する工程であって、当該接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成し、前記フィルター積層体は、前記第1の非対称膜又

は前記第2の非対称膜よりも高いバブルポイントを有し、前記フィルター積層体のバブルポイントは、前記第1の非対称膜と前記第2の非対称膜とを接合なしでスキン対スキン形態にしたバブルポイントよりも大きく、前記フィルター積層体は、前記第1の非対称膜の前記スキン表面と前記第2の非対称膜の前記スキン表面とが互いに隣接しているが互いに接合していない組み合わせよりも高い一体性を有する、工程と、を備えている方法。

【請求項2】

多数の層を備える第2層を形成するために前記第2の非対称膜が他の層の材料に付着している、請求項1記載の方法。

【請求項3】

第2層中の隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、また、接合が第1積層スタック層と第2層との間に接合を形成する工程の前に形成される、工程、を更に備えている、請求項2記載の方法。

10

【請求項4】

第2層中の隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、また、接合が第1積層スタック層と第2層との間に接合を形成する工程と略同時に形成される、工程、を更に備えている、請求項2記載の方法。

【請求項5】

93℃以下の温度までスタック又は層を加熱することによって接合を形成する、請求項1記載の方法。

【請求項6】

20

93℃から202℃の温度までスタック又は層を加熱することによって接合を形成する、請求項1記載の方法。

【請求項7】

202℃以上の温度までスタック又は層を加熱することによって接合を形成する、請求項1記載の方法。

【請求項8】

前記第1の非対称膜の前記オープン表面の細孔が、前記第1の非対称膜の前記スキン表面の細孔の平均直径よりも少なくとも10倍大きい平均直径を有している、請求項1記載の方法。

【請求項9】

30

前記非対称膜の前記スキン表面の細孔の平均直径が0.01 μm と10.0 μm の間である、請求項8記載の方法。

【請求項10】

前記非対称膜の前記スキン表面の細孔の平均直径が0.01 μm 以下である、請求項8記載の方法。

【請求項11】

前記第1の非対称膜がその表面上にポリマー添加剤を備えており、ポリマー添加剤が前記第1の非対称膜と他の層との間の接合に寄与している、請求項1記載の方法。

【請求項12】

ポリマー添加剤が、ポリビニルピロリドン又はポリエチレンビニルアセテートからなっている、請求項11記載の方法。

40

【請求項13】

前記第1の非対称膜が、ポリビニリデンフルオリド、ポリアリルスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアリルスルホン、ポリアミド、及び、セルロース誘導体からなる群から選択されたポリマーからなっている、請求項1記載の方法。

【請求項14】

少なくとも1つの層の材料が、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリオレフィン、ポリエチレン、ナイロン、紙、セルロース、ガラス繊維、及び、アクリルからなる群から選択されている、請求項1記載の方法。

【請求項15】

50

少なくとも1つの層の材料が、不織繊維材料、織物繊維材料、ウェブ材料、シート材料、カレンダー材料、湿潤材料、乾燥材料、押出し材料からなる群から選択されている、請求項1記載の方法。

【請求項16】

フィルター積層体の全厚さが1000 μm 以下である、請求項1記載の方法。

【請求項17】

前記接着層がホットメルト接着層からなっている、請求項1記載の方法。

【請求項18】

前記ホットメルト接着層が、熱可塑性物質、ポリエステル、ナイロン、エチレンビニルアセテート、ポリプロピレン、ポリエチレン、及び、それらの混合物又は組み合わせからなる群から選択されている、請求項17記載の方法。

10

【請求項19】

前記ホットメルト接着層が、ウェブ材料、不織材料、織物材料、粉体、及び、溶液からなる群から選択されている、請求項17記載の方法。

【請求項20】

前記第1の非対称膜がカチオン充電又はアニオン充電されている、請求項1記載の方法。

【請求項21】

前記第1の非対称膜が疎水性又は親水性である、請求項1記載の方法。

【請求項22】

前記第1の非対称膜が疎油性である、請求項1記載の方法。

20

【請求項23】

インクを濾過する方法であって、
(1) 請求項1に記載の方法によって準備されたフィルター積層体を提供する工程と；
(2) インクをフィルター積層体に通過させ、それによって、インクを濾過する工程と、を備えている方法。

【請求項24】

前記フィルター積層体は、濾過による分離用に構成されるように当該積層体を通る流量を有する、請求項1記載の方法。

【請求項25】

前記第1の非対称膜の前記支持構造は、前記スキン表面の細孔を前記オープン表面の細孔に連結するフローチャンネルの網状ネットワークを備えている、請求項1に記載の方法。

30

【請求項26】

前記第1の非対称膜の前記フローチャンネルは、通常前記スキン表面と前記オープン表面との間で次第に直径を増大させる、請求項25記載の方法。

【請求項27】

支持領域が前記スキン表面と前記オープン表面との間に厚さを有するように、前記第2の非対称膜は等方性領域と非対称領域とを備えており、当該厚さは、一方の表面と支持領域内のポイントとの間の等方性領域と、当該ポイントと他の表面との間の非対称領域とを備えており、等方性領域は、等方性領域に隣接した表面から等方性領域と非対称領域との間のポイントまで、直径が概ね一定しているフローチャンネルを備えており、非対称領域は、当該ポイントから非対称領域に隣接した表面まで、次第に直径が増大又は減少しているフローチャンネルを備える、請求項26記載の方法。

40

【請求項28】

前記第1の非対称膜と前記第2の非対称膜は共に、45 p s iの公称バブルポイント及び0.251 μm の平均流れ細孔のサイズを備えた非対称ポリスルホン膜であり、前記フィルター積層体の流れは、前記第1の非対称膜または第2の非対称膜の何れかの流れに比較して半分に減じられ、前記フィルター積層体のバブルポイントが76 p s iである、請求項1記載の方法。

50

【請求項 29】

前記第1の非対称膜と前記第2の非対称膜は、異なるオープン細孔サイズを有しており、よりオープンな膜が通常上流側に向いており、前記フィルター積層体の全体の汚れ保持能力を改善している、請求項23に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の背景

発明の技術分野

本発明は、複合フィルター及びその製造方法に関するものである。特に、互いに接合された材料でできた多数のディスクリット層からなるフィルター積層体に関するものであり、その少なくとも1つの層は非対称膜である。

10

【0002】

従来技術の説明

複合フィルターは多数の層を有するフィルターであり、様々な分離用途に役立つものである。多くの場合、複合フィルターの種々の層は、フィルターに様々な望ましい特性を与える。例えば、ある用途では、非常に薄い膜は、非常に小さな粒子、ガス等の分離において有利な流量を呈することができる。なお、そのような薄い膜は、脆くて、取扱いやカートリッジへの詰め込みが困難である。そのような場合には、脆くて薄い層膜を、薄い層膜の分離特性を犠牲にすることなく、強度や取扱い特性を改善できる複合体を形成するために、バックングや強い多孔性膜と結合してもよい。1つの膜を他の媒体と積層することによって与えられる他の望ましい特性としては、破裂強度の増大、厚さの増大、前置濾過能力の提供、装置の組立てを容易にするための接合層の提供、がある。

20

【0003】

幾つかの複合フィルターが有する問題は、使用時に別れやすいことであり、それは、複合体の強度や性能に悪影響を与える。この問題は、様々な方法で対処されてきた。ある場合には、望ましい複合体の層を共に積層して層分離（層間剥離）を防止するのを助ける接合を層間に作っている。そのような膜積層体の例は、米国特許第5,154,827号に示されている。その文献には、凝集した微孔性フルオロカーボンポリマーの3枚以上のシートでできたポリフルオロカーボン微孔性膜が示されている。微多孔性シートは、大きな空孔率の微孔性フルオロカーボンポリマーのシート間に積層される。混合する液や潤滑剤がシートの間に層にされ、シートの互いの接合と積層を作る。そして、スタックが、加熱及び加圧の下で一体の複合膜に積層される。外層によって得られる強度を利用することによって、そのように形成された積層体は、プリーツ加工してフィルターカートリッジに詰めることができる。

30

【0004】

複合膜を作る別の方法は、他の層の上部にin situで1つの膜層をキャストしたり形成したりすることである。ベース層は、繊維性バックング材料でもよく、或いは、膜でもよい。米国特許第5,240,615号は、多孔性支持体に積層された平滑な微孔性ポリビニリデンジフルオリド（PVDF）膜を示している。ドープ含有PVDFは、多孔性支持体に塗布され、そして、ゲル化されて、支持されたPVDF膜を形成する。この方法の主たる利点は、'615特許に開示されているように、支持体がゲル化及び乾燥中にPVDF材料が縮むのを防止することである。米国特許第5,433,859号は、支持された微孔性濾過膜を示しており、それは、支持層を有しており、それは、その上に形成されている微孔性膜の2つの異なるゾーンを備えている。膜は、第1キャスト溶液を支持層の上に塗布し、次いで、第2キャスト溶液をその上に塗布することによって作られる。両キャスト溶液は、同時に急冷されて支持された膜を形成する。この方法は、2つのゾーンを備えた連続し且つ支持された微孔性膜を形成する。支持層の繊維は、隣接した膜ゾーン内に入り込んでいるが、第2（上部）膜ゾーンには届いていない。

40

【0005】

複合膜の主たる利益の1つは、比較的低い流れ抵抗を有する強いフィルター材料を提供し

50

てきたことである。最大の流れ抵抗は、最小の細孔を有する領域で起こる。このように、より厚く且つより開口した膜で支持された非常に薄い濾過膜からなる複合体は、強度を最大限にしながら流れ抵抗を最小限にする。しかも、複合体の支持材料が最小限細孔材料の上流側にある場合は、支持材料は前置フィルターとして機能できる。前置フィルター効果は、高粒状溶液の濾過、パイロジェン除去、殺菌消毒用途等のような高汚れ保持能力を要求する用途において、特に有益である。

【0006】

高度非対称ポリマーフィルターの出現は、高流量及び高汚れ保持能力を要求する多くの用途において、複合体以上の改善を提供した。米国特許第4,629,563号は、膜の一表面の細孔の平均直径が膜の他表面の細孔の平均直径よりも10~20000倍小さい高度非対称微孔性膜を、開示している。膜表面の間の支持層は、フローチャンネルを有しており、その直径は、通常は、最小限細孔表面か最大限細孔表面への距離に沿って次第に大きくなっている。'563特許及びそれに続く特許の高度非対称膜においては、最小の細孔は一表面付近の比較的薄い層に存在しており、この最小限細孔の薄層は、従って、殆ど流れ抵抗を示さないが、膜は、全体として、以前は複合体で得られていただけであった強度や高汚れ保持能力を、呈する。

【0007】

従って、本発明以前は、高度非対称膜は複合体に対して非常に魅力的な代替物として見られていた。ここに開示した発明は、複合体膜技術における進歩を示しており、高度非対称膜にとっての新たな用途を示している。

【0008】

発明の概要

本発明の第1の実施形態では、フィルター積層体は、多数のディスクリット層の材料を含んで設けられている。各層は少なくとも1つの他の層と隣接している。少なくとも1つの層は非対称膜であり、少なくとも1つの層はホットメルト接着剤である。積層体は、隣接する層の各々の間に接合を有している。接合は、層の材料を形成した後に形成されている。非対称膜は、第1及び第2の表面を有している。各表面は細孔を有している。第2表面の細孔は、第1表面の細孔の平均直径よりも少なくとも約5倍大きな平均直径を有しており、より好ましくは10倍大きい。非対称膜は、第1表面と第2表面との間に支持構造を更に備えている。その支持構造は、第1表面の細孔を第2表面の細孔に連結させるフローチャンネルの網状ネットワークを備えている。フローチャンネルは通常は第1表面と第2表面との間で次第に直径を増大させている。

【0009】

他の態様では、支持領域が第1及び第2の表面の間に厚さを有するように、非対称膜が等方性領域と非対称領域とを備えている。厚さは一方の表面と支持領域内のポイントとの間の等方性領域と、そのポイントと他の表面との間の非対称領域と、を備えている。等方性領域は、等方性領域に隣接した表面から、等方性領域と非対称領域との間のポイントまで、直径が概ね一定している、フローチャンネル、を備えている。非対称領域は、そのポイントから非対称領域に隣接した表面まで、次第に直径が増大又は減少している、フローチャンネル、を備えている。

【0010】

更に別の態様では、フィルター積層体は、非対称膜を備えており、その第1表面の細孔の平均直径は、約0.01 μm と約10.0 μm との間であり、より好ましくは約0.01 μm 以下である。フィルター積層体は、更に、層としての第1非対称膜と、別の層としての第2膜と、を備えてもよい。第2膜は、第1及び第2の表面を有する非対称膜でもよく、各表面は細孔を有しており、第2表面の細孔は、第1表面の細孔の平均直径よりも、少なくとも約5倍大きな平均直径を有している。第1非対称膜層は、第2非対称膜層に接合できる。第1非対称膜の第1又は第2側は、第2非対称膜の第1又は第2側に接合できる。

【0011】

更に別の態様では、少なくとも1つの膜が、その表面にポリマー添加剤を備えている。そのポリマー添加剤は、膜の間の接合に寄与する。ポリマー添加剤としては、ポリビニルピロリドン又はポリエチレンビニルアセテートを用いることができる。

【0012】

更に別の態様では、膜が隣接した層に接触しており、それらの間には、接合が形成されている。膜は、接合が形成される前に且つ隣接層に接触する時に、湿潤している。隣接層の間の接合は、接合に関与している成分の融点よりも高く且つ非対称膜の融点よりも低い温度の存在下で形成できる。

【0013】

更に別の態様では、フィルター積層体の非対称膜が、ポリビニリデンフルオリド、ポリアリルスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアリルスルホン、ポリアミド、又は、セルロース誘導体、のようなポリマーを含んでいる。

10

【0014】

更に別の態様では、積層体の少なくとも1つの層の材料が、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリオレフィン、ポリエチレン、ナイロン、紙、セルロース、ガラス繊維、アクリル、不織繊維材料、織物繊維材料、ウェブ、シート、カレンダー、湿潤材、乾燥材、押出し材である。材料がシートである場合は、シートは液体不浸透性である。

【0015】

更に別の態様では、フィルター積層体の全厚さが、約1000 μm 以下であり、より好ましくは約500 μm 以下であり、最も好ましくは約75 μm と約350 μm との間である。

20

【0016】

更に別の態様では、フィルター積層体がホットメルト接着剤を含んでおり、該接着剤としては、熱可塑性物質、ポリエステル、ナイロン、エチレンビニルアセテート、ポリプロピレン、ポリエチレン、ウェブ、不織材料、織物材料、粉体、及び、溶液ホットメルト接着剤、がある。

【0017】

更に別の態様では、フィルター積層体が、カチオン荷電、アニオン荷電、疎水性、親水性、又は、疎油性、を有する非対称膜、を備えている。

【0018】

本発明の第2の実施形態では、フィルター積層体は、多数のディスクリット層の材料を含んで設けられている。各層は少なくとも1つの他の層に隣接している。少なくとも1つの層は、ポリビニリデンフルオリド、ポリアミド、及び、セルロース誘導体を含む非対称膜である。積層体は、隣接する層の各々の間に接合を有している。接合は、層の材料を形成した後に形成される。

30

【0019】

本発明の第3の実施形態では、フィルター積層体は、多数のディスクリット層の材料を備えて設けられている。各層は少なくとも1つの他の層と隣接している。積層体は、層としての第1非対称膜と別の層としての第2膜とを少なくとも有している。積層体は、隣接する層の各々の間に接合を有している。接合は、層の材料を形成した後に形成される。

40

【0020】

本発明の第4の実施形態では、フィルター積層体を製造する方法を提供している。該方法は、第1の多数のディスクリット層の材料を提供する工程と、層を接触させて第1のスタックを形成する工程であって、各層がスタック中の少なくとも1つの層と隣接している、工程と、第1のスタック中の隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、第1の積層スタック層を形成する、工程と、第1の積層スタックを第2の層の材料に接触させる工程と、第1の積層スタック層と第2層との間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成する、工程と、を備えている。

【0021】

50

他の態様は、第2層が多数のディスクリット層を備えており、少なくとも1つのディスクリット層が非対称膜を備えているものである。

【0022】

更に別の態様では、方法が、第2層中の隣接する層の間に接合を形成する工程を備えており、該工程においては、接合が層の材料を形成した後に形成され、また、接合が第1積層スタック層と第2層との間の接合を形成する工程の前に形成される。

【0023】

更に別の態様では、方法が、第2層中の隣接する層の間に接合を形成する工程を備えており、該工程においては、接合が層の材料を形成した後に形成され、また、接合が第1積層スタック層と第2層との間の接合を形成する工程と略同時に形成される。

10

【0024】

更に別の態様では、スタック又は層を、約200°F以下の温度まで、又は、約200°Fから約395°Fの温度まで、又は、約396°F以上の温度まで、加熱することによって、接合を形成している。

【0025】

本発明の第5の実施形態では、フィルター積層体を製造する方法を提供している。該方法は、多数のディスクリット層の材料を提供する工程であって、少なくとも1つの層が非対称膜であり、少なくとも1つの層がホットメルト接着剤である、工程と、各層を少なくとも1つの他の層と接触させて少なくとも2つの層を有するスタックを形成する工程と、隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成する、工程と、を備えている。

20

【0026】

本発明の第6の実施形態では、フィルター積層体を製造する方法を提供している。該方法は、多数のディスクリット層の材料を提供する工程であって、少なくとも1つの層がポリビニリデンフルオリド、ポリアミド、又は、セルロース誘導体を含む非対称膜である、工程と、各層を少なくとも1つの他の層と接触させて少なくとも2つの層を有するスタックを形成する工程と、隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成する、工程と、を備えている。

【0027】

本発明の第7の実施形態では、フィルター積層体を製造する方法を提供している。該方法は、多数のディスクリット層の材料を提供する工程であって、少なくとも1つの層が非対称膜であり、少なくとも1つの層がポリプロピレン、ポリオレフィン、ポリエチレン、ナイロン、紙、セルロース、ガラス繊維、又は、アクリルを含んでいる、工程と、各層を少なくとも1つの他の層に接触させて少なくとも2つの層を有するスタックを形成する工程と、隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成する、工程と、を備えている。

30

【0028】

本発明の第8の実施形態では、フィルター積層体を製造する方法を提供している。該方法は、多数のディスクリット層の材料を提供する工程であって、少なくとも1つの層が非対称膜であり、少なくとも1つの付加的な層が膜である、工程と、各層を少なくとも1つの他の層と接触させて少なくとも2つの層を有するスタックを形成する工程と、隣接する層の間に接合を形成する工程であって、接合が層の材料を形成した後に形成され、それによって、フィルター積層体を形成する、工程と、を備えている。

40

【0029】

本発明の第9の態様では、インクを濾過する方法を提供している。該方法は、フィルター積層体を提供する工程であって、フィルター積層体が多数のディスクリット層の材料を備えており、各層が少なくとも1つの他の層と隣接しており、少なくとも1つの層が非対称膜であり、積層体が隣接する層の各々の間に接合を備えており、接合が層の材料を形成した後に形成されている、工程と、インクをフィルター積層体に通過させ、それによって、

50

インクを濾過する、工程と、を備えている。

【0030】

好ましい実施形態の詳細な説明

以下の記述及び実施例は、本発明の好ましい実施形態を詳細に示すものである。当業者は、その範囲に包含されている本発明の種々の変形、変更があることを認識するであろう。従って、好ましい実施形態の記述は、本発明の範囲を制限するようにみなすべきではない。

【0031】

本発明は、予成形された材料でできた多数の層から作られたフィルター積層体を提供する。少なくとも1つの層は、非対称膜であり、好ましくは高度非対称膜である。従来から、高度非対称膜は、その典型的な高強度や高汚れ保持能力の故に、幾つかのフィルター複合体に対する代替物としてよく見られていた。予成形された高度非対称膜は、今まで、他の高度非対称膜又は他の予成形材料と共に層にされて複合積層体中に含まれていなかった。高度非対称膜を有する新規な積層体は、有利な流量を維持しながら、より大きな膜一体性を提供し、また、高い膜強度及び／又は可撓性を要求する用途において超薄い高度非対称膜の使用を容認する、という利点を提供する。

【0032】

高度非対称膜に加えて、他の好ましい実施形態では、積層体で使用される非対称膜が、等方性と非対称性との混合構造を有してもよい。膜又は積層体で使用される膜は、疎油性、疎水性又は親水性、電荷又は非電荷であってもよい。親水性膜は、親水性ポリマー又は他の親水性物質で表面処理してもよく、及び／又は、膜構造の一体部分として親水性ポリマー又は他の親水性化合物を有することにより、元々親水性であってもよい。同様に、複合体で使用される非対称膜は、表面処理としてでも膜構造の一体部分としてでも、アニオン成分やカチオン成分や電荷を運ぶことができる。

【0033】

本発明で使用するのに好ましい非対称膜は、米国特許第4,629,563号、同5,834,107号、同5,846,422号、同5,886,059号、同5,906,742号、同5,958,989号、同6,045,899号、同6,045,694号、及び、1999年4月9日出願の米国特許出願第09/289,277号、及び、同09/289,563号、及び、1999年6月1日出願の米国特許出願第09/323,709号に開示されているものを含んでいる。それらに開示されているものは、文献によってここに全て組み入れられている。

【0034】

一実施形態では、本発明は、高強度フィルター積層体を提供する。それは、1以上の層として、永久親水性を有し又は有さない、超薄いポリビニリデンフルオリド非対称精密濾過膜及び／又は限外濾過膜を備えている。フィルターは、湿潤ポリビニリデンフルオリド膜を不織支持体に対して積層することによって、作られる。得られた支持膜は、例外的に高い水流量及び優れた物理的強度を与える。親水性非対称ポリビニリデンフルオリド膜は、オープン乾燥される時、しばしばカールする。本発明は、乾燥する前にポリビニリデンフルオリド膜を支持体に対して積層することによって、この問題を取り除いている。この支持膜は、医療装置及び超純水用途はもちろん、飲み物やワインの産業においても、特に有用である。

【0035】

本発明の別の実施形態は、3つの異なる可能な配向のいずれにおいても共に接合されている膜を備えた少なくとも2つの非対称膜でできたフィルター積層体を提供している。代表的な高度非対称膜は、小さな細孔を備えた表面と、より大きな細孔を備えた対向した表面と、を有している。小さな細孔の表面は、しばしばスキンと呼ばれ、通常は、光沢外観を有している。対向した表面は、より大きな細孔を有しており、一般にダル外観であり、しばしば膜の「オープン」側と呼ばれる。

【0036】

微孔性膜の技術では、「スキン」という言葉は、ガス分離、逆浸透、及び、限外濾過において用いられる膜に関して使う場合とは幾分異なった意味を有している。後者の技術では、膜のスキンは、比較的緻密な層であり、それは、電子鏡検法の観察限度内で見ることのできる細孔を有していない。微孔性膜の関係では、スキンは最小の細孔を有する単なる表面である。スキンは必ずしも緻密ではなく、一般には走査電子鏡検法を用いて見ることのできる細孔を有している。

【0037】

2つの非対称膜が互いに隣接している積層体にとって、3つの異なる可能な配向は、スキン対スキン、スキン対オープン、オープン対オープンである。各配向は、ある用途にとっての有用性を証明する特性を提供する。スキン対スキンの配向は、非常な高能率サイズ除外、良好な流量、及び、高汚れ保持能力を必要とする用途において、特に有用である。実施例は、薬学や飲食用途等のような非常に高度な粒子及び細菌の保持性を要求する濾過使用である。

10

【0038】

例えば、45 p s i の公称バブルポイント及び約0.25 μ m の平均流れ細孔 (M F P) サイズ (B T S - 45, US Filter, San Diego, CAから入手可能) を備えた2つの非対称ポリスルホン膜を、共に積層できた。これらの2つの膜を共に積層することは、预期したように、流れを半分に減じる。しかしながら、スキン対スキン形態では、積層は、バブルポイントを約45 p s i の単層から約76 p s i まで増加させ、それは、大きく改善された膜一体性、及び、それ故に改善された細菌及び粒子の保持性に、変える。バブルポイントの劇的な増加の理由は、殆どの細孔が「平均」サイズであるので、2つの大きな細孔 (それはバブルポイントの原因である) を整列させる可能性が大いに減じられること、及び、可能性が、大きな細孔が多数の小さな細孔と向かい合う状況に、大いに好都合であること、という事実に関わるものである。

20

【0039】

2つの膜を接合することなく、スキン対スキンとして共に単に配置することは、バブルポイントを低減しない。何故なら、上部層を流れるテストエアーが、底層の大きな細孔を見つけるまで横に移動できるからである。同じ理由で、2つのスキン対スキンの非積層膜の細菌保持性は、概して、共に積層された2つの場合ほど、良くなく、また、確かでもない。2つの積層されたB T S - 45膜 (即ち、76 p s i のバブルポイントを有する) と同じ保持性を有する単層は、積層体よりも大いに低い透過率を有している。これは、単層76 p s i 膜の細孔サイズ分布カーブが劇的に小さな細孔の方向にシフトするからである。ところが一方では、積層体は、非常に多くの平均細孔を保持しているが、比較的僅かな大きな細孔のみを塞いでいた。従って、本質的に、スキン対スキン積層体は、細孔サイズ分布カーブのモード及び底端を維持するが、細孔サイズ分布カーブの上端が膜の特性に寄与するのを最小限にする。これは、その成分膜に比較して、高いバブルポイントを備えてはいるが、積層体のM F Pサイズの大きな変化を備えてはいない、積層体、を提供する。

30

【0040】

別の実施形態では、異なるスキン細孔サイズを有する2つの非対称膜が、スキン対スキン並列に共に積層されている。例えば、0.45 μ m膜をスキン対スキンで0.22 μ m膜に接合できる。そのような積層体は、0.22 μ m膜だけ又は0.45 μ m膜だけのいずれかの場合と比較しても、一体性を改善し、隣接しているが接合していないそのような膜のどのような組み合わせ (0.45 μ mと0.45 μ m、0.45 μ mと0.22 μ m、又は、0.22 μ mと0.22 μ m) の対よりも、良好な一体性を有している。0.45 μ mと0.22 μ mでスキン対スキンの積層体の保持性は、2つの0.22 μ m膜のスキン対スキンの積層体ほど大きくないが、高い流量を有している。従って、本発明のこの態様は、2つ以上の非対称膜の有益な組み合わせを可能とする。本発明のこの態様において結合するための膜は、各単独膜の特性とフィルター積層体に望まれる特性とに基づいて選択できる。

40

【0041】

50

多くの用途では、多層膜にとって、同じ細孔サイズの2つの膜（汚染に対して加えられた保護のため）又は異なる細孔サイズの2つの膜（スループット又は汚れ保持能力を改善するため）が必要とされている。膜が共に積層されていない場合は、カートリッジに詰め込む際に、濾過する際に、及び／又は、一体テストする際に、それらは別れることがある。

【0042】

全ての可能な積層配向が、有用であり、本発明では考慮される。スキン対スキン配向では、積層体は、一体性及び保持性の特性の改善を提供する。何故なら、それが、上述のように、両膜において、比較的少数の大きな細孔を塞ぎ、また、バブルポイントを大いに上昇させるからである。この配向の用途は、粒子や細菌が膜を通過しないことが決定的であるシステムを備えている。しかしながら、スキン対スキン積層体では、積層体の下流膜の厚さを通るますますのオープン構造が、それらの中での粒子のシェディングに対する障害を提供しない。従って、粒子シェディングが有害である用途では、上流膜内に捕獲された粒子のシェディングを導かないように、流れ方向に関して積層体の配向を維持することが重要である。もちろん、ある用途では、流れ方向の反転を、積層体の逆洗の手段として多に望むことができる。

10

【0043】

スキン対オープンの配向は、2つの異なる細孔サイズ膜を共に積層する時に、特に有用である。よりオープンな膜のオープン側は、積層体の全体の汚れ保持能力を改善するために、通常は上流に向いている。スキン対オープン配向の有益な特徴は、積層体の下流膜のスキン側が下流に向いている時に、下流シェディングがないことである。積層体のオープン対オープン配向は、品質保証「後置フィルター」として有用であり、それにおいては、濾過されるべき流体には既に実質的に粒子が無い。そのような積層体を通る流路は、共に膜スキンで始まり終わっているので、オープン対オープン積層体は、シェディングのない非常に高い信頼性を示す。本発明の膜対膜積層体実施形態の確かな利点及び用途がここで述べられてきたが、本発明はこれらの利点及び用途に限定されるものではない。積層体についての膜の選択及び積層体の望む配向の選択は、当業者が予想するであろうところの最終積層体の所望の特性の機能である。

20

【0044】

本発明の他の実施形態では、積層体は膜層の間に不織布を備えている。その布は、接合材料として機能でき、また、全体として複合体に強度を付加できる。好ましい実施形態では、膜は約125 μm （5ミル）の全厚さを有する積層体を備えて、超薄い。そのような配置では、支持材料からの繊維は膜を突き出ない。それは、膜を直接に不織支持体の上にキャストする時にしばしば出会う問題である。種々の膜材料が本発明の積層体において使用できる。実施例は、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアリルスルホン、ポリビニリデンフルオリド、ナイロン、及び、セルロース誘導体でできた膜である。

30

【0045】

従って、本発明は、多数のディスクリット層の材料を有するフィルター積層体を提供するものであり、各層は隣接しており、少なくとも1つの他の層と接合している。少なくとも1つの層は非対称膜である。支持層上にキャストされた膜を有する積層体とは対照的に、本発明では層の間の接合が層の材料を形成した後に形成されている。好ましい実施形態では、非対称膜が高度非対称の限外濾過器又は精密濾過器である。膜のダル側又はオープン側の大きな細孔の平均直径は、膜のスキン側又は光沢側の細孔の平均直径よりも、少なくとも約5倍大きく、好ましくは10～20000倍大きい。非対称膜は、次第に非対称となっており、スキン表面とその反対の表面との間のフローチャンネルは次第にサイズが増加している。代替物として、膜は、等方性と異方性との混合構造を有してもよく、それにおいて、その2つの表面の間の膜の支持構造は、比較的一定の直径のフローチャンネルを備えた領域を有している。この領域は、一般に、直径が次第に増加したり減少したりするフローチャンネルの領域に隣接している。

40

【0046】

本発明の積層体において使用される非対称膜は、微孔性又は超多孔性でもよい。微孔性膜

50

と超多孔性膜との間には、明らかなサイズの違いは無いが、微孔性膜は、一般に約 $0.01\text{ }\mu\text{m}$ から約 $10.0\text{ }\mu\text{m}$ の範囲のスキン細孔サイズを有している。超多孔性膜（限外濾過器）は一般に $0.01\text{ }\mu\text{m}$ 以下のスキン細孔サイズを有していると考えられる。層の間の接合は、熱及び／又は圧力を加えることによって形成でき、また、ポリビニルピロリドン（PVP）やエチレンビニルアセテート（EVA）のようなポリマーを添加したり、接合に含まれている少なくとも1つの層に他の処理を施したりすることによって、助長できる。好ましい実施形態では、非対称膜はPVPで表面処理されており、PVPは膜と隣接層との間の接合に関与している。

【0047】

膜層の間の接合を向上させるのに使用できるポリマーに加えて、他の材料がそれ自身積層体内に層を構成することができる。ある実施形態では、これらの付加的な層が積層体の接合に関与できる。そのような材料としては、不織布、ガラス繊維、織物布、紙、セルロース、及び、ポリアミドを使用できる。この用途にとって特に重要なタイプの不織布は、複合繊維でできたものであり、それは、低い溶融成分と高い溶融成分の両方を含んでいる。低い溶融成分は通常は外層である。この形態は、膜への接合を助長する。何故なら、高い溶融成分と膜の両方が変化しないまま残存する温度で、低い溶融成分が溶けて接合を形成するからである。2つの成分は、同じ属タイプ、例えば2つのポリエステルであり、又は、ポリエチレンやポリプロピレンのような異なるタイプでもよい。

【0048】

好ましい実施形態では、積層体は、ホットメルト接着剤に接合した非対称膜からなっている。ホットメルト接着剤は、溶媒フリーの熱可塑性材料であり、それは、室温で固体であり、また、溶けた形で表面に塗布され、融点以下の温度に冷えた時、表面に付着する。この用途のために、ホットメルト接着剤は、積層加工で大いに溶ける積層体の成分である。ホットメルト接着剤は、融点の範囲に渡って種々の化学で利用できる。ホットメルト接着剤は、ウェブ、不織材料、織物材料、粉体、溶液の形や、他の適した形で存在できる。好ましい実施形態では、ホットメルト接着剤は、不織材料の形である。

【0049】

好ましくは、ポリエステルホットメルト接着剤が使用される。そのような接着剤（例えば、Bostik Corp. of Middleton, MA から入手可能）は、 65°C から 220°C までの融点を示し、また、自然において完全な非晶質から高度な結晶性の範囲を示す、線状飽和ポリエステルホットメルトである。ポリアミド（ナイロン）ホットメルト接着剤も使用できる。これも、Bostikから入手可能であり、ダイマー酸及びナイロン系ポリアミド接着剤の両方を含んでいる。使用される他の適したホットメルト接着剤化学は、EVA、ポリエチレン、及び、ポリプロピレンを含んでいる。

【0050】

ある実施形態では、膜を急冷した後に水中に維持することによって（膜製造において通常のオープン乾燥工程をとばす）、或いは、膜を乾燥した後に再湿潤させることによって、膜が濡れている時に、膜を隣接する層に接触させることが好ましい。急冷した後に乾燥しなかった膜を有する積層体を形成することは、確定した膜公式に共通した特性であるところの、膜の縮みを、最小限にできる。湿潤膜から積層体を作る他の利点は、必要とされる加工工程がより少ないことである。

【0051】

積層を実行する条件は、積層される層の特性と、その上の表面処理と、に依存する。膜は、積層において最も敏感な成分である。温度、圧力、テンションを考慮しなければならない。温度がガラス転移温度（ガラスから非晶質エラストマー材料又は半結晶材料へ変化する）に到達した場合には、膜はダメージを受ける。ガラス転移温度 T_g は、ポリスルホンでは 190°C (374°F)、ポリエーテルスルホンでは約 210°C (410°F) である。しかしながら、膜は、しばしば、この範囲の温度に短い時間耐えることができる。一般的には、膜は、そのガラス転移温度で数秒以上の間はホットゾーンではない。PVPDFは融点 T_m が 170°C (338°F) であるが、その上方使用温度は約 150°C (302

10

20

30

40

50

°F)である。P V D Fは、150℃以上に加熱されると、柔らかくなり始めて遂には溶ける。

【0052】

積層を行う温度は、膜温度ではなく、全てシュー温度に基づいた。実際の膜温度は、求めなかったが、シューの温度より数度低いことは明らかである。膜に及ぼされる圧力が大きすぎる場合には、膜は破壊されたり圧縮されたりする。この結果は、ゴムローラを用いることにより、最小限にでき、又は、回避できる。また、ホットゾーンに送り込まれる時の膜のテンションが大きすぎると、細孔が歪み細孔サイズが変わる。

【0053】

支持層及び／又は接合層は、広範囲の材料から選択できる。そのような材料としては、ポリエステル、ポリプロピレン、ポリオレフィン、ナイロン、セルロース系材料、ポリアクリレートなどがある。同様に、濾過用途にとっての支持材料及び／又は接合材料としては、例えば、不織布材料、織物布材料、又は、オープン押し材料を用いることができる。一般に、積層体の厚さは重要ではない。しかしながら、積層体が限定スペース内に嵌合しなければならないような、ある用途では、厚さは非常に重要である。本発明は、どんな有用な厚さの積層体をも意図しており、そのような積層体は少なくとも1つの層として非対称膜を含んでいる。積層体の好ましい厚さは、用途に依存しており、主として、約1又は2mm以上から約200、100、50µm以下まで及んでいる。

【0054】

積層体は、主として、少なくとも1つの層が非対称膜であって予成形された少なくとも2つの層から始まって作られている。材料は、普通、独立したローラで供給されて、加熱されたシュー又はローラの上を通る前に、共にサンドイッチされる。各層の材料の配置及び配向は、積層体の使用要求に基づいて選択される。例えばPVPやEVAのような接合材料を、任意に、1以上の層の1以上の表面に塗布してもよい。そして、スタックが、一般には熱を適用することによって、積層体を得るのに十分な条件で処理される。積層体自身の材料に加えて、スタックは、積層装置とスタックとの間の熱移動を最適化するために、又は、スタック内の材料が溶けたり歪んだりするのを防止するために、又は、積層体が装置にくっつくのを防止するために、スタックの上部及び／又は底部と接触した1つ以上の材料を有してもよい。例えば、多孔性で比較的厚いポリテトラフルオロエチレン(PTFE)ストック(Performance Plastics, Wayne, NJ)であってホットシューの上を通る時に積層体の外層に対して保持されているところの、ZITEXの薄いシートは、積層する層の中に熱を閉じ込める。

【0055】

好ましい実施形態では、材料のスタックは、図1に概略的に示されるように、積層装置を通過する。数個の巻出し機が、一般的には、不織材料、織物材料、ホットメルト材料、膜材料を保持するために、積層装置の上部に配置される。図1では、装置は、低融点ポリプロピレン不織材料12用の巻出し機10と、ポリビニリデンジフルオリド膜16用の膜巻出し機14と、ポリエステル不織材料20用の巻出し機18と、を備えている。材料が巻出される時、調節可能な横からのスプリング力が材料の堅さを維持するために巻出し機に加えられ、それによって、積層体22のしわの形成が防止される。ローラ24は、付加的なテンションを提供しており、しわの除去を助けている。また、ローラ24の位置は、種々の材料に合わせて調節可能である。そして、材料12、16、20の層は、ヒートシュー26、即ち、接合用の加熱要素の上を通る。加熱要素26の下に配置されたドライブローラ28を、使用できるが、しわを生じさせる。加熱要素を通過した後、任意使用の切開用具(図1に示さず)が、積層体22の幅を、必要とされる寸法に切開する。層12、16、20は、ヒートシュー26の後に位置する2つのドライブローラ30の間に得られた積層体22を送ることによって、巻出し機10、14、18から引っ張り出されて、ヒートシュー26の上を通る。ドライブローラ30は、電動モータ及びチェーン(図1に示さず)によって駆動され、積層体22を一定速度で引っ張るよう設定されている。切開作業(図1に示さず)によって切開されたトリム用の巻上げ機は、機械の下に配置されている

。別の巻返し機 3 2 が、全幅の積層体 2 2 を巻き上げる。

【0056】

図 2 は三層フィルター積層体 4 0 を製造するための装置を示しており、該積層体 4 0 は、2 つのポリエステル層 2 0 の間に挟まれた膜層 4 2 を備えている。この装置では、追加のローラ 4 4 が追加のテンションを提供するために膜巻出し機 1 4 の後に配置されている。

【0057】

実施例

実施例 1 ～ 2

非対称ポリビニリデンフルオリド膜を含む積層体

1 6 % P V D F、2 . 5 % 水、1 5 % n - ブタノール、5 8 % ジメチルホルムアミド (D M F)、1 . 5 % P V P (k - 9 0)、及び、7 % P V P (k - 3 0) を含む膜キャスト
10
ィング溶液を調製した。膜サンプルをキャストィングナイフを用いてポリエチレン被覆紙
からなる移動ベルトの上にキャストした。キャストィングに続いて、膜を、約 6 5 ° C の水
浴の中で急冷した。凝固した後、膜を脱イオン水で洗浄し、脱イオン水中に保存した。

【0058】

そして、三層複合体を作った。底層はポリエステル (H O L L Y T E X grade 3 2 5 6 ,
Ahlstrom Filtration, Mount Holly Springs, PA) である。中層は上述のように作られ
て保存された湿潤 P V D F 膜である。上層は低融点ポリプロピレン不織材料 (grade 2 4
3 2 , from Snow Filtration, West Chester, OH) である。層は図 1 に概略的に示すよう
に積層した。上部及び下部の熱源の温度に依存して、P V D F 膜は、ポリエステル支持体
又はポリプロピレン支持体のいずれかと積層できた。
20

【0059】

上部熱源が P V D F にとって高い温度 (例えば 1 5 0 ° C (3 1 0 ° F)) で作動する積層
のために、積層体は、図 1 に示すように、ポリプロピレン支持体の代わりに、ポリエス
テル支持体を用いた。最も良い親水性の支持膜は実施例 2 であり、それは、元の非支持 P V
D F 膜に比較して、良好な水流量を備え且つ M F P サイズが少しだけ異なっている、親水
性膜を提供した。

【0060】

積層体を、1 0 p s i d で 4 7 m m 直径のディスクを通して、M F P サイズ (μ m) 及び
水流量 (m l / 分) についてテストした。以下の全ての実施例において、別に示さない限り
30
、M F P サイズ及び水流量は上述のそれらと同じ条件で求めた。積層体の特性テスト結
果を表 1 に示す。

【0061】

【表 1】

表 1

実 施 例	流量 (m l / 分)	MFP サイズ (μ m)	親水性度
1	1 7 1 4	0 . 6	親水性
2	1 6 0 0	0 . 5	親水性

【0062】

実施例 3 ～ 4 及び比較例 1

非対称ポリスルホン膜を含む積層体

公称バブルポイントが 2 5 p s i であり、細孔サイズが約 0 . 5 μ m である、高度非対称
ポリスルホン膜、のダル側を、2 つの異なる軽量な不織材料のいずれかと積層した。膜は
、US Filter の B T S - 2 5 膜であった。B T S という名でここで示される全ての膜は、U
S Filter 製のポリスルホン膜である。B T S という名に続く数字は、膜の公称バブルポイ
ントである p s i を示している。不織材料の 1 つは、Snow Filtration の style F O 2 4
50

32と同一とみなされる 30 g/m^2 の乾燥ポリオレフィンであった（実施例3）。他の積層体は、Snow Filtrationから入手可能なstyle FO2460と同一とみなされる湿潤ポリオレフィン不織材料でできていた（実施例4）。各積層体の厚さ（ミル）を測定し、積層体を、MFPサイズ、水流量、及び、接着性について、テストした。フィルター積層体を、その他の点で同一である非積層BTS-25膜（比較例CE1）とも比較した。テスト結果を表2に示す。サンプルは、良好に積層されており、程よい水流量を有していた。

【0063】

【表2】

表2

実施例	厚さ (ミル)	流量 (ml/分)	MFP サイズ (μm)	接着性
3	6.5~7.5	782	0.41	良
4	6.8~7.7	882	0.39	優
比較例1	4.0~4.8	1098	0.51	—

【0064】

実施例5~13及び比較例2~4

積層速度、温度、及び、隣接材料の、変化

高度非対称ポリスルホン膜（BTS-25）の積層について、種々の積層速度及び温度、また、種々の積層材料、を用いて、更に検討した。膜を、種々の2成分カレンダー不織ポリエステル材料（Reemay type 3256, 2055, 又は2033、Ahlstrom Filtrationから入手可能）に対して積層した。このように生産した積層体について、28インチHg（13.75 psid）で47mm直径のディスクを通して、MFPサイズ及び水流量（ml/分）のデータを記録した。隣接材料に対する膜の接着性も記録した。積層体を非積層膜と比較した（比較例CE2, CE3, CE4において非積層膜についてのデータを得た）。テストした全ての積層サンプルは、7.0~7.5ミルの範囲の厚さを有していた。結果を表3に示す。

【0065】

【表3】

10

20

30

表3

実施例	速度 (f t /分)	Reemay タイプ	温度 (° F)	MFP サイズ (μm)	水流 (ml /分)	接着性
比較例2	—	—	—	0.44	1040	NA
5	0.7	2250	399	NA	732	良
6	2.0	2250	399	NA	820	良
7	3.4	2250	399	0.45	896	良
比較例3	—	—	—	0.5	700	NA
8	5.6	2250	399	NA	690	良
9	4.5	2250	399	NA	—	良
10	3.4	2204	370	—	—	不良
11	2.0	2204	370	—	—	不良
比較例4	—	—	—	0.42	1000	NA
12	3.4	2204	399	NA	953	良
13	4.5	2204	399	0.48	1050	良

【0066】

実施例14～17

種々の細孔サイズを有する高度非対称ポリスルホン膜の積層

Reemay type 3256 材料に対する種々の細孔サイズの高度非対称ポリスルホン膜（BTS-16 及び BTS-30）の積層について、種々の積層速度で、更に検討した。このように生産した積層体について、MFP サイズ及び水流量のデータを記録した。このように製造した各積層体についての積層温度は380 ° Fであった。隣接材料に対する膜の接着性はこれらのテストにおいて一貫して良好であった。テストした全ての積層体サンプルは6.0～6.5ミルの範囲の厚さを有していた。結果を表4に示す。結果は、この方法が、積層速度の変化がMFP サイズ及び水流量に殆ど影響しないで、堅調なものであること、を示している。

【0067】

【表4】

表4

実施例	タイプ	速度 (f t /分)	MFP サイズ (μm)	水流 (ml /分)
14	BTS-16	1.6	0.93	1525
15	BTS-16	1.9	1.09	1636
16	BTS-30	2.0	0.34	529
17	BTS-30	2.2	0.33	643

【0068】

実施例18～23

2成分カレンダーポリエステルに対する高度非対称ポリスルホン膜の積層

種々の2成分カレンダーポリエステル材料（Reemay type 3256, 2055, 又は2033）に対する種々の細孔サイズを有する高度非対称ポリスルホン膜（BTS-25）の積層について、種々の積層速度で、更に検討した。このように生産した積層体について、MFP サイズ及び水流量のデータを記録した。このように製造した各積層体についての示されたシュー温度は399 ° F（204 ° C）であった。隣接材料に対する膜の接着性は、

1 インチ幅積層体ストリップにおいて1層を他層から（180度角度で）剥がすのに必要とされる力を測定するために、Instron 5542ユニット（Instron of Canton, MAから入手可能）を用いて量的にテストした。結果を表5に示す。

【0069】

【表5】

表5

実施例	タイプ	速度 (ft /分)	Reemay タイプ	MFP サイズ (μm)	流量 (ml /分)
18	BTS-25	0.9	3256	0.45	693
19	BTS-25	1.6	3256	0.48	600
20	BTS-25	1.6	2033	0.37	600
21	BTS-25	1.6	3256	0.35	400
22	BTS-25	0.9	2033	0.47	643
23	BTS-25	0.9	2055	0.6	750

10

【0070】

実施例24～25

種々の界面活性剤処理が施された高度非対称ポリスルホン膜の積層

20

ヒドロキシプロピルセルロース（HPC）又はPVPのいずれかの界面活性剤で処理された高度非対称ポリスルホン膜の積層について、検討した。表6に示されるように、界面活性剤としてPVPを用いて製造された膜を組み入れている積層体について、非常に優れた接着性が得られた。PVPについて観察された、向上した接着性は、以下に述べるように、PVP本来の接着特性に因るものである。

【0071】

【表6】

表6

実施例	界面活性剤	速度 (ft /分)	Reemay タイプ	温度 ($^{\circ}\text{F}$)	MFP サイズ (μm)	流量 (ml /分)
24	HPC	2.0	3256	399	0.4	700
25	PVP	2.0	3256	399	0.7	500

30

【0072】

実施例26～28

高度非対称ポリスルホン膜相互の積層

高度非対称ポリスルホン膜はしばしばPVPで表面処理され、それは、新たに急冷された膜を0.5%PVPk-90を含む水浴に通すことによって行われる。この処理は、膜の湿潤性を向上させる。膜中のPVPは、湿潤を起すために初めに導入された。その初めの形態では、その分子量は比較的低い、少量の過硫酸ナトリウムがあると、オープン乾燥で加熱された時、それは架橋して分子量を増大する。積層の前、膜に含浸されたこれらのPVPは、比較的低い透過率と高いバブルポイントを有しており、恐らくPVPによって細孔が塞がれている。積層中、膜が概ね高温に晒されると、水透過率が増大しバブルポイントが低くなることによって証明されるように、細孔は「塞がれていない」ものとなる。これは、初めに細孔に閉じ込められていたPVPが高温で溶けて、膜の網状構造の柱のネットワークの周りとな織布中の繊維の周りへと流れ、それによって、細孔が開き、また、接着性が作られること、を示唆している。

40

【0073】

50

P V P 処理は、膜が互いに積層することも促す。P V P で処理され、且つ、隣接して配置された、2つのB T S - 2 5 膜を含む積層体のサンプルを、製造した。膜は、以下の表7に示すように、スキン対スキン、スキン対ダル、ダル対ダルの3つの異なった配向で、積層した。

【0074】

これらの実験においては、指示された400 ° F (204 ° C) のシュー温度及び毎分約2 . 2 フィートの速度で、Ledco H D - 2 5 ラミネーター (from Ledco, Inc. of Hemlock, NY) を使用した。各場合においては、最終生成物に強度を加えるために、及び、積層を保証するのに必要とされる高温での膜変形を防止するために、スタックの低層として、ポリエステル不織布を、膜の1つに積層した。従って、膜ではなく、不織布が、ホットシューに最も接近した。膜変形を防止するために取られる他の工程は、ホットシューの上を共に通るように、パーチメント紙 (その上には保護テフロン被覆テープが載せられている) を種々の積層材料の上に配置することであった。この配置は、熱を含み、積層体強度の改善を大いに助けた。

【0075】

水湿潤性と水流量のテストを行った。水流量は、10 p s i d で90mmディスクを通して測定した。最も良い膜と膜との接着性は、スキン対スキンの間で観察された。それは、濡れている時でさえも、しっかりと接着していた。それらは、濡れても乾いても別れなかった。ダル対ダルの形態は、乾燥時でなく湿潤時に引っ張って離れた。不織布は同様に膜のダル側よりも光沢側によく接着する。いずれの場合でも、不織布は乾燥時よりも湿潤時の方がより容易に膜積層体から引き離すことができた。実施例として、10フィート長さのスキン対スキン積層体をH O L L Y T E X 3 2 5 6 の2層の間に接合し、そして、積層体をプリーツした。プリーツ加工を通して膜の間又は膜とH O L L Y T E X の間では、剥離は起きなかった。

【0076】

【表7】

表7

実施例	積層タイプ	温度 (° F)	MFP サイズ (μm)	流量 (ml /分)	バブル ポイント (p s i)
26	スキン対スキン	~400	0.43	1210	35
27	スキン対ダル	~400	0.41	2153	30
28	ダル対ダル	>400	0.43	2010	30

【0077】

実施例29~83

ホットメルトを用いて又は用いないでポリエステル又はナイロンへ積層した膜
非対称膜の強度を増すために、膜をポリエステル及び／又はナイロンへ接合してもよい。
積層の前に、そのような膜は、一般に、300 g / c m 幅の破壊強度を示す。積層の後、
破壊強度は800~3000 g / c m 幅に増大する。

【0078】

支持体への膜の接着は、種々の方法によって達成できる。1つの方法は、膜を、熱の上を通して積層材料 (例えば、ナイロン、ポリエステル、紙) の上にプレスすることである。膜の上にテフロンシールドを適切に確保することによって、膜が加熱シューの上を通る時に、下向きの力を膜に加える。第2の方法は、「ローリング」シールドを利用することである。この方法では、膜は、加熱要素の上を通る時、ポリエステルの2層の間に挟まれる。積層体の上部層は、膜を底の接着積層体層に押し下げるために、より高いテンションの下で巻出される。上の非接着層は、剥がされて、積層体材料に接合された膜を生じさせる。これらの方法は、例えば大きな細孔サイズ膜である「オープン」材料を用いるのに

適しているだけである。緻密で小さな細孔膜は、接着加工中に多くの熱を捕捉しすぎるので、積層材料の特性を破壊する。

【0079】

非対称膜の光沢側にホットメルトを積層する時、細孔を塞ぐホットメルト材料に起因した流れのロスが、発生する。この塞ぎを防止するために、２段階の積層加工を使用できる。加工は、非対称膜のダル側にホットメルト材料を積層するのにも使用できる。第１段階では、ホットメルト材料を第１加熱要素上の織物材料又は不織材料に接合する。第１段階は、ホットメルト適用範囲を織物表面又は不織表面のみに限定する。第２段階では、２つの材料が第２加熱要素上を通り、ホットメルトが復活する時に、第１段階で得られた材料が膜に接合される。

10

【0080】

表８及び表９は、典型的なオープン材料の特性の前後を示している（実施例２９，３１，３０，３２，３３各々）。そのオープン材料は、２５ p s i の公称バブルポイント及び約 0.5 μm の細孔サイズ（B T S－２５）を有する高度非対称ポリスルホン膜と、約 8 μm の細孔サイズを有する元々親水性のポリスルホン膜（US Filterから入手可能なMMM ８）と、を含んでいる。ポリエステル支持体の上部にて膜を毎分２フィートの速度で 370 ° F から 380 ° F のシュー温度でホットシューの上を通すことによって、膜をポリエステル支持体（Reemay ３２５６）に積層した。テフロンシールドを、膜の上に適切に確保した。表８の実施例３０の積層体では、流量及びバブルポイントは、元の値にかなり近いままでいた（積層前の膜と比較した場合、２０％以下のロス）。表９の実施例３２の積層体では、M F P サイズが積層体材料の曲がりくねった経路に起因して実際には緻密になった（濾過能力の増大に相当する）。表９の実施例３３の積層体では、支持体を、膜の大きな細孔サイズ側（ダル側又はオープン側）よりはむしろ、小さな細孔サイズ側（光沢側又はスキン側）に、積層し、そして、M F P サイズの軽度な低減が生じた（最終材料でのより小さな細孔サイズ）。

20

【0081】

【表８】

表８

実施例	タイプ	流量 (m l ／分)	バブル ポイント (p s i)	速度 (f t ／分)	温度 (° F)
29	B T S－２５ (積層前)	3362	31	—	—
30	B T S－２５ (光沢積層後)	3750	26	2	380

30

【0082】

【表９】

表11

実施例	温度 (° F)	速度 (f t /分)	流量 (m l /分)	バブル ポイント (p s i)	コメント
38	NA	NA	1300	57	積層前膜
39	345	2	NA	NA	50%接着、ウェブ中エアポケット
40	350	2	NA	NA	50%接着、ウェブ中エアポケット
41	360	2	NA	NA	75%接着、エアポケット
42	370	2	NA	NA	95%接着、エアポケット
43	375	2	1120	35	ウェブを越えて接着、劣ったバブルポイント

【0087】

PE85 (Bostik, Inc. of Middleton, Massachusettsから入手可能) で示される別のポリエステルホットメルトについても、研究した。表12に示されるように、255 ° Fの温度が、ポリエステル支持体 (Reemay 3256) へ積層された非対称ポリスルホン膜 (BTS-65) の間に良好な接着性を提供することが、発見された。上述のようなホットメルト方法を用いると、ダル側積層の流量及びバブルポイントは、元の値の80%以内のままであった。

【0088】

【表12】

表12

実施例	温度 (° F)	速度 (f t /分)	テンション (テンションノブ 1/4回転)	流量 (m l /分)	バブル ポイント (p s i)	結果
44	NA	NA	NA	862	69	膜のみ
45	255	5	1.5/1/1.5	1007	58	良 (ダル側 へ積層)
46	255	5	1.5/1/1.5	521	48	良 (スキン側 へ積層)

【0089】

表13から表15は、他の膜グレード (全てUS Filterから入手可能) にとっての積層前後の結果を示しており、それら他の膜グレードとしては、BTS-65H (65のバブルポイントを有する疎水性非対称ポリスルホン膜)、MMM2 (2 µmのMFPを有するポリスルホン膜)、及び、MMM5 (5 µmのMFPを有するポリスルホン膜) ; BTS-16、BTS-25、BTS-30、BTS-25、BTS-45、BTS-55、BTS-65、及び、BTS-100 (全て界面活性剤による処理によって親水性にされた非対称ポリスルホン膜) ; 及び、ポリエステル支持体 (Reemay 3256) 又はナイロン支持体 (Western Nonwovens of Carson, CAから入手可能な、1オンス/平方ヤードの基本

重量を有する不織布である、Cerex Nylon) に積層された B T S - X H (参照バブルポイント 2 を有する疎水性非対称ポリスルホン膜) がある。膜は、全て上述のような P E 8 5 ポリエステルホットメルト又はポリアミドホットメルト (Bostik, Inc. から入手可能な、P A 1 1 5) を用いて積層された。

【 0 0 9 0 】

P E 8 5 ポリエステルホットメルトを用いてポリエステル支持体 (Reemay 3 2 5 6) に疎水性材料 (B T S - 6 5) を積層することによって生成された積層体の流量及びバブルポイントを、表 1 3 に示す。

【 0 0 9 1 】

【表 1 3】

10

表 1 3

実施例	タイプ	流量 (ml /分)	バブル ポイント (p s i)	コメント
4 7	B T S - 6 5 H	7. 3	3 4	—
4 8	B T S - 6 5 H (ダル積層後)	7. 1	2 5	—
4 9	B T S - 6 5 H	6. 8	3 0	—
5 0	B T S - 6 5 H (ダル積層後)	9. 7	2 8	積層中 引掻き
5 1	B T S - 6 5 H	8. 9	3 0	—
5 2	B T S - 6 5 H (ダル積層後)	7. 9	2 8	—

20

【 0 0 9 2 】

P E 8 5 ポリエステルホットメルトを用いてポリエステル支持体 (Reemay 3 2 5 6) にポリスルホン膜 (M M M 3) を積層することによって生成された積層体の M F P、流量、バブルポイント、及び、テナシティに対する積層速度の効果を、表 1 4 に示す。データは、作業の堅調性を示した。作業において、積層体の特性は、積層を実施する速度によって比較的影

30

【 0 0 9 3 】

【表 1 4】

表 1 4

実施例	タイプ	速度 (f t /分)	MFP サイズ (μ m)	流量 (cc/分 -ccH ₂ O -cc ²)	バブル ポイント (psi)	テナ シティ (g)
5 3	MMM5	NA	3. 2	26109	6	NA
5 4	MMM5 Reemay 3256 ポリエステル への積層後	1 0	2. 5	13952	8	2 0
5 5	MMM5 Reemay 3256 ポリエステル への積層後	2. 5	3. 0	14465	7	1 5
5 6	MMM5 Reemay 3256 ポリエステル への積層後	1 0	3. 8	16022	4	1 6

10

20

【 0 0 9 4 】

ホットメルトを用いて非対称ポリスルホン膜のダル側（オープン又は大きな細孔）又は光沢側（緻密又は小さな細孔）のいずれかに対して支持体を積層する場合の流量及びバブルポイントの影響を検討した。内部親水性非対称ポリスルホン膜（BTS-25）をPE85ポリエステルホットメルトを用いてポリエステル支持体（Reemay 3256）のダル側又は光沢側に積層した。表 1 5 に示されているデータは、膜の光沢側に支持体を積層した場合の流量の大きなロスを示している。

【 0 0 9 5 】

【表 1 5】

30

表15

実施例	タイプ	流量 (ml /分)	バブル ポイント (p s i)
57	BTS-25	3362	31
58	BTS-25 Reemay 3256 ポリエステル へのダル積層後	2840	23
59	BTS-25 Reemay 3256 ポリエステル への光沢積層後	444	28
60	BTS-65H	8.9	30
61	BTS-65H Reemay 3256 ポリエステル へのダル積層後	7.9	28
62	BTS-65H	6.3	50
63	BTS-65H Reemay 3256 ポリエステル への光沢積層後	5.4	38

【0096】

膜をポリエステルよりはナイロンに積層すると、積層体の破壊強度はより高くなる。この増加した強度は、ポリエステル支持体の強度に比較した時、ナイロン支持体のより大きな強度に依存している。表16は、ポリアミドホットメルト（PA115）を用いてCelex ナイロン支持体（1オンス／平方ヤードの基本重量）に対してダル側が積層された非対称ポリスルホン膜（BTS-55及びMMM2）からなる積層体にとっての、流量、バブルポイント、及び、強度、のデータを示した。

【0097】

【表16】

表16

実施例	タイプ	流量 (ml /分)	バブル ポイント (p s i)	強度 (g /cm)	厚さ (μm)	コメント
64	BTS-55	1199	51	433	124	—
65	BTS-55 ナイロンへの ダル積層後	1246	40	3029	242	—
66	MMM2	25188	4	444	192	—
67	MMM2 ナイロンへの ダル積層後	22905	NA	3200	401	—
68	MMM2	25387	NA	521	167	—
69	MMM2 ナイロンへの ダル積層後	33172	NA	NA	NA	2次加熱 による フロー増加

【0098】

表17は、ポリエステルホットメルト（PE85）を用いてReemay 3256 ポリエステル支持体にダル側が積層された幾つかの異なる非対称ポリスルホン膜（異なるバブルポイントを有する）からなる積層体にとっての、流量、バブルポイント、及び強度、のデータを提供している。データは、積層体の強度が、流量及びバブルポイントに小さなロスがあるだけで、膜自身のそれよりも3又は4倍増大できることを示している。

【0099】

【表17】

表17

実施例	タイプ	流量 (ml /分)	バブル ポイント (psi)	強度 (g /cm)	厚さ (μm)
70	BTS-100	638	101	617	125
71	BTS-100 Reemay 3256(ダル) への積層後	588	96	1815	192
72	BTS-65	1002	67	390	130
73	BTS-65 Reemay 3256(ダル) への積層後	932	55	1786	183
74	BTS-45	1918	50	379	132
75	BTS-45 Reemay 3256(ダル) への積層後	1654	47	1420	193
76	BTS-30	2490	36	332	124
77	BTS-30 Reemay 3256(ダル) への積層後	2032	35	1693	192
78	BTS-25	3775	21	420	123
79	BTS-25 Reemay 3256(ダル) への積層後	4351	18	1764	185
80	BTS-16	6721	12	421	127
81	BTS-16 Reemay 3256(ダル) への積層後	5456	12	1524	190
82	BTS-XH	54.7	4	348	144
83	BTS-XH Reemay 3256(ダル) への積層後	53.3	3	1534	218

【0100】

実施例84～107

不織材料の2つの層の間に積層された膜

積層体における強度及び剛性を改善するために、ポリエステル／膜／ポリエステル積層体を導くことができた。そのような積層技術においては、膜特性（例えばベース材料及び界

10

20

30

40

50

面活性剤の特性) 及び／又は支持体材料特性を、接着加工に関与させるのに十分なレベルまで、温度を上げる。この特殊な技術においては、より「緻密な」又はより小さな細孔サイズ膜グレード(約0.2 μm 以下の細孔サイズ)が、より高い温度下で流量及びバブルポイントの両方がある程度失わせる傾向がある。表18は、Reemay 3256 ポリエステル及びMMM5 ポリスルホン膜を用いて製造された幾つかのポリエステル／膜／ポリエステル積層体にとっての積層前後のテスト結果を示している。親水性及び接着特性の両方を膜に与えるPVPを含んだドーブから、ポリスルホン膜を製造した。膜の本来の接着特性の故に、ホットメルトは積層体層の接着にとって必要ではなかった。積層は、MFPサイズに殆ど影響しないことが観察された。積層加工は、膜表面の最小の細孔全体を塞ぎ、且つ、最大の細孔を部分的に塞ぐ積層を有して、多孔性の緻密な分配に帰着することが信じられる。

10

【0101】

【表18】

表18

実施例	タイプ	温度 (° F)	速度 (ft /分)	MFP サイズ (μm)	厚さ (μm)	強度 (g /cm)
84	MMM5	NA	NA	5.2	120	208
85	MMM5 積層後	376	2.5	4.1	188	2782
86	MMM5	NA	NA	4.4	124	228
87	MMM5 積層後	376	2.5	4.0	189	2732

20

【0102】

積層された膜のテナシティをInstron 5542 強度試験機を用いてテストした。テナシティテストでは、1cm積層体ストリップのコーナーを剥ぐ。剥ぐ時、ポリエステル層が一方の側で膜に接着したまま残るが、膜の他方の側のポリエステルは剥がれる。膜と付着したポリエステルをInstron 5542のバイスのジョーで掴み、装置のロードセルにバイスによって取り付けられた他のポリエステル層を剥ぐのに必要とされる力を測定した。このテナシティテストの結果を表19に示す。ベース膜は、5.0 μm のMFPと、121 μm の厚さと、231 g/cmの強度と、を有するMMM5 ポリスルホン膜であった。ポリエステル層はReemay 3256であった。ある実験では、PE85ホットメルトを用いた。

30

【0103】

【表19】

表 19

実施例	タイプ	温度 (° F)	流量 (ml / 分)	バブル ポイント (p s i)	厚さ (μ m)	湿潤性	テナシティ (g)
88	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	376	30417	5	187	1	5
89	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ PE85 ホットメルト有	376	28791	4	222	1	6
90	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	376	29685	4	184	1	5
91	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ PE85 ホットメルト有	394	26715	3	186	4	8
92	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	400	27774	3	198	1	11
93	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	395	28366	3	188	1	17
94	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	390	28494	3	192	1	7
95	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	385	30440	4	200	1	4
96	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)	398	28214	4	188	1	9
97	MMM5(ダル) Reemay 3256 へ (ホットメルト無)、 テフロンシールド使用	376	28902	4	200	1	4

【0104】

395 ° F の温度で製造された積層体が、低い温度で製造された積層体と比較した時、高いテナシティを示したことを、上記データは示している。テナシティの実質的増大が、395 ° F で製造された積層体において観察されたもの以上に、396 ° F の高い温度で観察される。表 20 は、395 ° F と 396 ° F の両方で製造された積層体についての MFP サイズデータを示している。

【0105】

【表 20】

10

20

30

40

表 20

実施例	タイプ	温度 (° F)	MFP サイズ (μ m)	厚さ (μ m)	テナ シテイ (g)
98	MMM5	NA	5.6	124	NA
99	Reemay 3256 /MMM5 /Reemay 3256	395	4.4	181	10.5
100	MMM5	NA	5.3	118	NA
101	Reemay 3256 /MMM5 /Reemay 3256	395	4.9	176	8
102	MMM5	NA	5.2	124	NA
103	Reemay 3256 /MMM5 /Reemay 3256	395	3.2	191	11
104	MMM5	NA	5.1	144	NA
105	Reemay 3256 /MMM5 /Reemay 3256	396	4.6	216	15
106	MMM5	NA	6.5	154	NA
107	Reemay 3256 /MMM5 /Reemay 3256	396	4.8	215	14

【0106】

実施例108～111

Mylarに積層された膜

側方流動及び他の用途にとって有用な別の積層技術は、Mylarに対する膜の積層である。この積層技術の生成物は、吸収目的に適した厚い材料である。積層は、ローリングプラットフォームの使用によって達成され、それにおいては、ポリエステル層が熱の上を通される底層である。ポリエステル層の頂部にMylar層があり、次に、ホットメルト層、そして、膜がある。Mylarは熱の上を円滑に通らないので、ポリエステルはキャリアとして機能する。表21の実施例では、膜は2 μ m細孔サイズポリスルホン膜又はBTS-10ポリスルホン膜であり、ホットメルト層はPE85ポリエステルであり、Mylar層は516Melonex (Tekra of New Berlin, WIから入手可能)であり、ポリエステル層はReemay 3256である。

【0107】

【表21】

表 2 1

実施例	タイプ	温度 (° F)	速度 (f t /分)	厚さ (μ m)	湿潤性 (秒)
108	2 μ mポリスルホン 積層前	NA	NA	334	0.5
109	2 μ mポリスルホン 積層後	300	2	380	210
110	BTS-10 積層前	NA	NA	124	1
111	BTS-10 積層後	280	2.5	230	1

【0108】

実施例112～120

膜に積層された膜

上述したように、膜は膜にも積層できる。この形では、積層体の第2層は前置フィルターとして機能する。積層体の破壊強度及び厚さが増大すると、更なる厚さや強度の軽度な増加を必要とする用途が、この技術から利益を得ることができる。ホットメルトは任意に膜層の間に使用できる。しかしながら、膜は、材料に接着するという本来の能力をある程度有している。膜の接着能力は、膜材料自身の成分、又は、例えば膜を親水性にするために膜に塗布されたコーティングの成分、に因るものである。表22は膜対膜積層実験のデータを示しており、膜としては、BTS-5、BTS-13、BTS-16、及び、BTS-25がある。全ての膜は、PVP界面活性剤で処理されて親水性とされている。

【0109】

【表22】

10

20

表 2 2

実施例	タイプ	温度 (° F)	速度 (f t /分)	流量 (ml /分)	バブル ポイント (p s i)	厚さ (μ m)	強度 (g /cm)
112	BTS-5 積層前	NA	NA	12472	5	129	346
113	BTS-25 積層前	NA	NA	3362	31	128	394
114	BTS-5 光沢／ BTS-25 ダル	395	2	1159	27	281	884
115	BTS-16 積層前	NA	NA	5123	14	125	408
116	BTS-5 積層前	NA	NA	10395	4	123	348
117	BTS-16 光沢／ BTS-5 ダル	395	2.5	9164	8	211	530
118	BTS-5 積層前	NA	NA	10120	5	126	371
119	BTS-13 積層前	NA	NA	5967	13	126	413
120	BTS-5 光沢／ BTS-13 ダル	395	2.5	8141	11	224	—

【0110】

実施例 121～124

ホットメルトのみに積層された膜

膜の接着特性は、用途にもよるが、不十分であり、例えば、装置やカートリッジの性能において、問題を生じさせる。1つの解決策は、ホットメルト層を膜に塗布することであり、それによって、膜自身の接着特性よりも優れた接着特性を備えた積層体を提供する。積層体の強度は膜自体のそれよりも少し増大し、加熱活性化接着剤が膜の上に適切に存在する。そのような積層体は、膜に積層されたポリエステル層を含むことができる。表 2 3 は、PE85 ポリエステルホットメルト接着層を塗布する前と後のポリスルホン BTS-25 膜のデータを示している。

【0111】

【表 2 3】

10

20

30

40

表23

実施例	タイプ	温度 (° F)	速度 (f t /分)	流量 (m l /分)	バブル ポイント (p s i)	厚さ (μ m)	強度 (g /cm)
121	塗布前膜	NA	NA	3362	31	128	394
122	塗布後膜	280	2	3141	28	209	456
123	塗布前膜	NA	NA	1199	51	124	433
124	塗布後膜	280	2.5	1242	48	236	527

【0112】

実施例125～130

織物材料に積層された膜

積層体の特性の一貫性又は臨界が重要である用途においては、膜を不織材料よりは織物材料に積層するのが好ましい。織物材料は不織材料よりも一般に高価である。フィルターカートリッジの大面积に因り、及び、必要とされる織物材料の質に因る大きなコストに因り、ひだ状フィルター用途にとっては、不織材料が織物材料よりも一般に好まれている。しかしながら、織物材料は、非常に一貫した撚糸対撚糸寸法を有しており、それは徐放性及び試薬の用途、特に医療機械用途にとって、織物材料を好ましいものにする。表24は、微細ナイロンメッシュ（SEFOR NYLON Fine Mesh, Sefor America Inc., Depew, NY）に積層する前と後のポリスルホンBTS-25膜と、粗ナイロンメッシュ（SAATITECH NYLON Coarse Mesh, SaatiTech inc., Syamford, CT）に積層する前と後のポリスルホンBTS-45膜と、SEFOR NYLON微細メッシュに積層する前と後のポリスルホンBTS-65膜と、のデータを示す。PE85ポリエステルホットメルト接着剤を、表24の各積層体を製造するのに使用した。

【0113】

【表24】

表24

実施例	タイプ	流量 (m l /分)	バブル ポイント (p s i)	厚さ (μ m)	強度 (g /cm)
125	BTS-25	3083	33	135	386
126	BTS-25 /SEFOR Fine Mesh	3307	29	208	4988
127	BTS-45	1523	—	125	374
128	BTS-45 /SAATITECH Coarse Mesh	1450	—	633	—
129	BTS-65	946	—	126	412
130	BTS-65 /SEFOR Fine Mesh	1168	—	198	4631

【0114】

実施例 131～136

低温での平らな積層

ある用途はカールを示さない積層体を必要とする。カールは、高容量積層体生産作業のピックアッププレース性質に因るものである。積層体の平坦性を増加するためには、低い接合温度を使用する。低い温度は、積層体成分の活性化を制限し、複合体のカールを低減する。表 25 は、200 ° F 及び 260 ° F の温度で PE 85 ポリエステルホットメルト接着剤にポリスルホン B T S - 45 膜を積層した場合のデータを示している。

【0115】

【表 25】

表 25

実施例	タイプ	温度 (° F)	流量 (ml / 分)	バブル ポイント (p s i)	厚さ (μm)	強度 (g / cm)	コメント
131	積層前	NA	—	125	374	—	—
132	積層後	200	—	—	213	1516	平坦
133	積層前	NA	—	125	374	—	—
134	積層後	260	—	—	213	1516	過度の カール
135	積層前	NA	53	—	—	—	—
136	積層後	200	43	—	—	—	平坦

【0116】

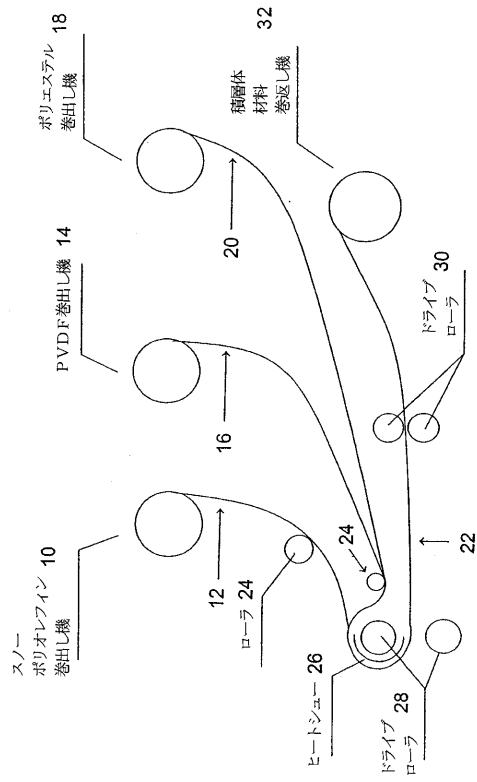
上記記載は、本発明の幾つかの方法及び材料を示している。本発明は、製造法及び製造装置における変更と同様に、方法及び材料における変形も可能とするものである。そのような変形は、ここに開示した本発明の記載内容や実施例を考慮すれば、当業者にとって明らかとなる。従って、本発明は、ここに開示した特別な実施形態に限るものではなく、添付した請求の範囲に具体化されているように、本発明の範囲及び精神の中で、全ての変形、変更を含むものである。

【図面の簡単な説明】

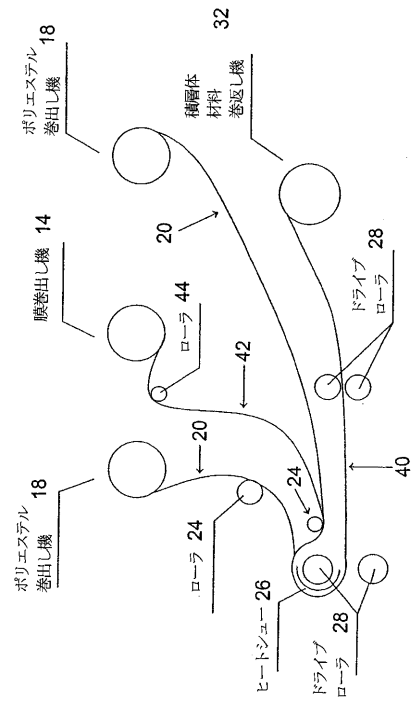
【図 1】 ポリオレフィン層、ポリビニリデンフルオリド層、及び、ポリエステル層からなるフィルター積層体を形成するために、本発明で利用できる積層装置の側面の概略説明図である。

【図 2】 2つのポリエステル層の間に挟まれた膜層からなる 3層フィルター積層体を形成するために、本発明で利用できる積層装置の側面の概略説明図である。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
B 0 1 D	71/12	(2006.01)
B 0 1 D	71/26	(2006.01)
B 0 1 D	71/34	(2006.01)
B 0 1 D	71/48	(2006.01)
B 0 1 D	71/64	(2006.01)
B 0 1 D	71/68	(2006.01)
C 0 9 D	11/00	(2006.01)

- (72)発明者 ジェローム・エフ・ディッター
アメリカ合衆国 9 2 7 0 5 カリフォルニア州サンタ・アナ、イクウェストリアン・ドライブ 1 0 6 5 5 番
- (72)発明者 リチャード・マクドノー
アメリカ合衆国 9 2 1 3 0 カリフォルニア州サンディエゴ、ワーシュ・ウェイ 4 1 4 1 番
- (72)発明者 スティーブン・ラモン
アメリカ合衆国 9 2 1 3 1 カリフォルニア州サンディエゴ、バーボン・コート 9 9 3 5 番
- (72)発明者 トッド・ベンソン
アメリカ合衆国 9 2 1 2 6 カリフォルニア州サンディエゴ、コンパス・ポイント・ドライブ・ノース 1 1 5 2 7 - 6 番
- (72)発明者 レイ・サラビア
アメリカ合衆国 9 2 1 2 6 カリフォルニア州サンディエゴ、アパートメント・ナンバー 5、ウィルソン・アベニュー 4 6 7 4 番
- (72)発明者 マイク・ゴーガン
アメリカ合衆国 9 2 1 2 4 カリフォルニア州サンディエゴ、アンブロシア・ドライブ・ナンバー 5 4 0 9、6 5 1 4 番
- (72)発明者 イーファン・ワン
アメリカ合衆国 9 2 1 2 8 カリフォルニア州サンディエゴ、ミル・ピトレロ・ロード 1 2 0 3 7 番
- (72)発明者 リチャード・モリス
アメリカ合衆国 3 2 7 7 9 フロリダ州ロングウッド、ビスタ・オーク・ドライブ 2 9 5 番

審査官 大島 忠宏

- (56)参考文献 国際公開第 9 9 / 0 5 9 7 0 7 (WO, A 1)
特開 2 0 0 0 - 2 2 5 3 2 8 (JP, A)
特開 2 0 0 0 - 1 7 6 2 6 2 (JP, A)
特開昭 6 0 - 2 3 8 1 0 3 (JP, A)
特開平 1 1 - 2 6 2 7 6 4 (JP, A)
特表 2 0 0 2 - 5 1 5 3 2 2 (JP, A)
特開 2 0 0 0 - 0 7 9 3 3 2 (JP, A)
特開平 0 9 - 2 2 5 2 7 3 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- B01D 69/12
B01D 69/02
B01D 71/02
B01D 71/06
B01D 71/10
B01D 71/12

B01D 71/26
B01D 71/34
B01D 71/48
B01D 71/64
B01D 71/68
C09D 11/00