

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5879631号  
(P5879631)

(45) 発行日 平成28年3月8日(2016.3.8)

(24) 登録日 平成28年2月12日(2016.2.12)

(51) Int.Cl.	F I
<b>BO1D 69/00 (2006.01)</b>	BO1D 69/00
<b>BO1D 69/06 (2006.01)</b>	BO1D 69/06
<b>BO1D 39/16 (2006.01)</b>	BO1D 39/16 C
<b>CO8J 9/26 (2006.01)</b>	CO8J 9/26 CER
	CO8J 9/26 CEZ
請求項の数 12 外国語出願 (全 21 頁)	

(21) 出願番号 特願2014-100587 (P2014-100587)  
 (22) 出願日 平成26年5月14日(2014.5.14)  
 (65) 公開番号 特開2014-223621 (P2014-223621A)  
 (43) 公開日 平成26年12月4日(2014.12.4)  
 審査請求日 平成26年5月14日(2014.5.14)  
 (31) 優先権主張番号 13/894, 122  
 (32) 優先日 平成25年5月14日(2013.5.14)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 596064112  
 ポール・コーポレーション  
 Pall Corporation  
 アメリカ合衆国, ニューヨーク州 11  
 O50, ポート ワシントン, ハーバ  
 ー パーク ドライブ 25  
 (74) 代理人 100107456  
 弁理士 池田 成人  
 (74) 代理人 100162352  
 弁理士 酒巻 順一郎  
 (74) 代理人 100123995  
 弁理士 野田 雅一  
 (74) 代理人 100148596  
 弁理士 山口 和弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粗面を有する高スルーブットの膜

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(a) 少なくとも 1.7 マイクロメートルの Ra を有する粗面を含む第1の微多孔質表面、

(b) 第2の微多孔質表面、及び

(c) 前記第1の表面と前記第2の表面との間のバルク

を含む単一層を含むポリマー微多孔膜であって、

前記バルクが、前記第1の微多孔質表面を含む第1の多孔質部分、及び前記第2の微多孔質表面を含む第2の多孔質部分を含み、

(i) 前記第1の 多孔質部分が、コントロールされた細孔構造の第1のセットを含み

10

(ii) 前記第2の 多孔質部分が、コントロールされた細孔構造の第2のセットを含み、前記細孔構造の第2のセットが、前記第1のセットより小さい平均孔径を有し、

前記コントロールされた細孔構造の第1のセットが、異なるコントロールされた細孔構造の少なくとも第1及び第2のサブセットを含み、前記第1のサブセットが、前記第2のサブセットより大きい平均孔径を有し、前記第2のサブセットが、コントロールされた細孔構造の前記第2のセットより大きい平均孔径を有する、

ポリマー微多孔膜。

【請求項2】

前記粗面が、少なくとも 2 マイクロメートルの Ra を有する、請求項1に記載の膜。

20

## 【請求項 3】

前記粗面が、少なくとも4マイクロメートルの R a を有する、請求項 1 に記載の膜。

## 【請求項 4】

前記単一層の膜が、全厚さを有し、前記第 1 の多孔質部分が、前記層の全厚さの10% ~ 40% の範囲の厚さを占め、前記第 2 の多孔質部分が、前記層の全厚さの90% ~ 60% の範囲の厚さを占める、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の膜。

## 【請求項 5】

前記粗面が、粒子を導入し、前記粒子を浸出させることによって調製される、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の膜。

## 【請求項 6】

前記コントロールされた細孔構造の第 1 のセットが、10  $\mu\text{m}$  ~ 60  $\mu\text{m}$  の範囲の平均孔径を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の膜。

10

## 【請求項 7】

前記コントロールされた細孔構造の第 2 のセットが、0.5  $\mu\text{m}$  ~ 4  $\mu\text{m}$  の範囲の平均孔径を有する、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の膜。

## 【請求項 8】

前記コントロールされた細孔構造の第 2 のセットが、0.1  $\mu\text{m}$  ~ 2  $\mu\text{m}$  の範囲の平均孔径を有する、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の膜。

## 【請求項 9】

前記コントロールされた細孔構造の第 2 のセットが、細菌を遮断する孔径を有する、請求項 8 に記載の膜。

20

## 【請求項 10】

流体を濾過する方法であって、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の膜を通して前記流体を通過させるステップを含む方法。

## 【請求項 11】

(a) 支持体に、第 1 の溶液を流延するステップであって、前記第 1 の溶液が、可溶性粒子及び前記粒子にとっての非溶媒を含むステップ、

(b) 前記第 1 の溶液に、第 2 の溶液を流延するステップであって、前記第 2 の溶液が、ポリマー及び前記ポリマーのための溶媒を含むステップ、

(c) 前記第 2 の溶液の相分離を引き起こすステップ、並びに

(d) 前記粒子を除去して、ポリマー膜を生成するステップを含む、請求項 1 に記載のポリマー微多孔膜を調製する方法。

30

## 【請求項 12】

前記第 1 の溶液には、前記ポリマーのための溶媒が本質的になく、前記第 2 の溶液には、可溶性粒子が本質的にない、請求項 11 に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【発明の背景】

## 【0001】

[0001]ポリマー膜は、さまざまな流体を濾過するために使用される。しかし、高いスループット能力を実現する膜が必要である。

40

## 【0002】

[0002]本発明は、従来技術の不都合な点の少なくともいくつかに改善をもたらす。本発明のこれら及びその他の利点は、下記に述べられた説明から明らかになる。

## 【発明の簡単な概要】

## 【0003】

[0003]本発明の実施形態は、第 1 及び第 2 の多孔質部分を有する膜であって、第 1 の部分が、第 2 の部分より開孔した細孔構造を有し、第 1 の多孔質部分が、導入された粒子を除去することによって（例えば、浸出させることによって）調製される第 1 の表面を含む、膜を提供する。1 つの実施形態において、膜は、滅菌濾過を行う。

## 【0004】

50

[0004]別の実施形態において、(a)少なくとも約1.7マイクロメートルのRaを有する粗面を含む第1の微多孔質表面、(b)第2の微多孔質表面、及び(c)第1の表面と第2の表面との間のバルクを含む単一層を含むポリマー微多孔膜であって、バルクが、第1の微多孔質表面を含む第1の多孔質部分、及び第2の微多孔質表面を含む第2の多孔質部分を含み、(i)第1の部分が、コントロールされた細孔構造の少なくとも第1のセットを含み、(ii)第2の部分が、コントロールされた細孔構造の第2のセットを含み、細孔構造の第2のセットが、第1のセットより小さい平均孔径を有する、ポリマー微多孔膜が提供される。好ましい実施形態において、粗面は、粒子を導入し、該粒子を浸出させることによって、調製される。

【0005】

10

[0005]膜の第1の部分は、膜の全厚さの約10%~約40%の範囲の厚さを含み、膜の第2の部分は、膜の全厚さの約90%~約60%の範囲の厚さを含むことが好ましく、膜の第1の部分は、膜の全厚さの約20%~約30%の範囲の厚さを含み、膜の第2の部分は、膜の全厚さの約80%~約70%の範囲の厚さを含むことがより好ましい。

【0006】

[0006]その他の実施形態において、膜を作製する方法、膜を使用する方法、及び膜を含むデバイスが、本発明によって提供される。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1A】粗面及び第1の細孔構造を有する第1の部分(断面図、図1A)を示す、本発明の実施形態による膜のSEM図である。

20

【図1B】第2の細孔構造を有する第2の部分の表面(第2の細孔構造が、第1の部分より小さい孔径を有する)(図1B)を示す、本発明の実施形態による膜のSEM図である。

【図2A】粗面(図2A)を示す、本発明の実施形態による別の膜のSEM断面図である。

【図2B】粗面及びコントロールされた細孔構造の第1のセットを有する第1の部分並びにコントロールされた細孔構造の第2のセットを有する第2の部分(図2B)を示す、本発明の実施形態による別の膜のSEM断面図である。

【図2C】粗面の凹凸(図2C)を示す、本発明の実施形態による別の膜のSEM断面図である。

30

【図3】粗面、粗面及びコントロールされた細孔構造の第1のセットを有する第1の部分、並びにコントロールされた細孔構造の第2のセットを有する第2の部分を示す、本発明の実施形態による別の膜のSEM断面図である。

【発明の詳細な説明】

【0008】

[0010]本発明の実施形態にしたがって、第1及び第2の多孔質部分を有する膜であって、第1の部分が、第2の部分より開孔した細孔構造を有し、第1の多孔質部分が、導入された粒子を除去することによって調製される粗面を含む、膜が提供される。

【0009】

40

[0011]別の実施形態において、(a)少なくとも約1.7マイクロメートルのRaを有する粗面を含む第1の微多孔質表面、(b)第2の微多孔質表面、及び(c)第1の表面と第2の表面との間のバルクを含む単一層を含むポリマー微多孔膜であって、バルクが、第1の微多孔質表面を含む第1の多孔質部分、及び第2の微多孔質表面を含む第2の多孔質部分を含み、(i)第1の部分が、コントロールされた細孔構造の少なくとも第1のセットを含み、(ii)第2の部分が、コントロールされた細孔構造の第2のセットを含み、細孔構造の第2のセットが、第1のセットより小さい平均孔径を有する、ポリマー微多孔膜が提供される。好ましい実施形態において、粗面は、粒子を導入し、該粒子を除去する(例えば、浸出させる)ことによって、調製される。

【0010】

50

[0012] 有利なことには、単一層を有することによって、膜が層剥離しない。

【0011】

[0013] 好ましくは、単一層膜の第1の部分は、層の全厚さの約10%～約40%の範囲の厚さを占め、膜の第2の部分は、層の全厚さの約90%～約60%の範囲の厚さを占め、より好ましくは、膜の第1の部分は、膜の全厚さの約20%～約30%の範囲の厚さを占め、膜の第2の部分は、膜の全厚さの約80%～約70%の範囲の厚さを占める。

【0012】

[0014] より好ましい実施形態において、第1の部分は、粗面を含む第1の多孔質表面及びコントロールされた細孔構造の第1のセットを含み、第2の部分は、コントロールされた細孔構造の第2のセット及び第2の表面を含む。第1の多孔質表面は、層の全厚さの約5%～約15%の範囲の厚さを占めることが、より好ましい。

10

【0013】

[0015] 多孔質表面を好ましくは含む、粗い第1の表面に関して、いくつかの実施形態において、表面は、少なくとも約1.7マイクロメートル( $\mu\text{m}$ )、いくつかの実施形態において、少なくとも約2 $\mu\text{m}$ 又は少なくとも約4 $\mu\text{m}$ のRa(粗さの算術平均値)を有する。例えば、膜の実施形態は、約1.7 $\mu\text{m}$ ～30 $\mu\text{m}$ の範囲、約2 $\mu\text{m}$ ～約20 $\mu\text{m}$ の範囲、4 $\mu\text{m}$ ～約30 $\mu\text{m}$ の範囲、又は約4 $\mu\text{m}$ ～約20 $\mu\text{m}$ の範囲のRaを有する可能性がある。

【0014】

[0016] 本発明にしたがって、特定の適用のために最適化できる(粗面を含む)構造を有する膜が、提供される。例えば、膜が生成されている間に所望のサイズ(複数可)の固体粒子が導入され、粒子は、その後、除去され(例えば、溶解される)、コントロールされた粗さを実現し、膜は、所望のコントロールされた細孔構造を有して生成され、例えば、コントロールされた細孔構造の第1のセット、例えば、膜のより上流部分の(相反転及びおそらく細孔形成剤によって生成される)所定のサイズ(複数可)の大きいほうの細孔を形成する一方で、コントロールされた細孔構造の第2のセット、例えば、膜のより下流部分の所定のサイズの小さいほうの細孔もまた形成し、膜を崩壊させることなく、膜の部分を通る流れを遮断することなく、側方流動を可能にし、高いスループットをもたらす。したがって、膜の細孔構造は、「調整」できる。

20

【0015】

[0017] さらに、膜のより下流部分、第2の多孔質部分(例えば、「下流部分」)は、相反転によって生成される、コントロールされた細孔構造の第2のセットを有し、下流部分が、膜のより高い捕捉性の部分を形成するように、上流部分において生成されるより、もっと小さい細孔構造を実現する。例えば、膜のより下流部分は、細菌を捕捉する孔径を有することが可能で、滅菌濾過を行うが、より上流部分は、高いスループットをもたらす。代替方法として、その他の適用において、例えば、飲食料品産業における濾過用で、膜のより下流部分は、約0.5～約4マイクロメートルの範囲(好ましくは、約0.8マイクロメートル～約2.5マイクロメートルの範囲)の平均孔径を有することが可能で、効率的な濾過を実現するが、より上流部分は、高いスループットをもたらす。

30

【0016】

[0018] いくつかの実施形態において、1種又は複数の細孔形成剤(例えば、ポリエチレングリコール(PEG))を使用して、コントロールされた細孔構造の形成を補助できる。例えば、異なる分子量のPEG、又は異なる分子量のPEGの組合せ、及び/又は異なる濃度のPEGを使用して、コントロールされた細孔構造の第1のセット及び/又は第2のセットをさらにコントロールできる。代替方法として又は追加的に、(粒子含有流延用溶液中の)PEGと粒子を含有しない流延用溶液との相互作用によって、コントロールされた細孔構造の第1のセットをさらにコントロールできる。

40

【0017】

[0019] 他の実施形態において、膜を作製する方法、膜を使用する方法、及び膜を含むデバイスが、本発明によって提供される。

50

## 【0018】

[0020] 1つの実施形態において、ポリマー膜を調製する方法は、(a)支持体に、第1の溶液を流延するステップであって、第1の溶液が、可溶性粒子及び粒子にとっての非溶媒を含むステップ、(b)第1の溶液に、第2の溶液を流延するステップであって、第2の溶液が、ポリマー及びポリマーのための溶媒を含むステップ、(c)第2の溶液の相分離を引き起こすステップ、並びに(d)粒子を除去して、ポリマー膜を生成するステップを含む。第1の溶液には、ポリマーのための溶媒が本質的になく、第2の溶液には、可溶性粒子が本質的にないことが、好ましい。

## 【0019】

[0021]本発明の実施形態による膜は、例えば、診断適用(例えば、試料調製及び/若しくは診断用側方流動デバイスを含む)、インクジェット適用、医薬品産業のための流体の濾過、医療適用のための流体の濾過(家庭及び/若しくは患者使用のため、例えば、静脈内適用を含む、例えば、血液などの生物流体の濾過(例えば、白血球を除去するため)もまた含む)、エレクトロニクス産業のための流体の濾過、飲料食品産業のための流体の濾過、清澄化、抗体及び/若しくはタンパク質を含有する流体の濾過、細胞検出(「現場(in situ)」を含む)、細胞採取、並びに/又は細胞培養流体の濾過を含む、さまざまな適用において使用できる。代替方法として又は追加的に、本発明の実施形態による膜は、空気及び/若しくはガスを濾過するために使用でき、並びに/又は換気用途(例えば、液体ではなく、空気及び/若しくはガスを通過させること)のために使用できる。本発明の実施形態による膜は、例えば、眼科手術製品などの手術用デバイス及び製品を含む、さまざまなデバイスにおいて使用できる。

## 【0020】

[0022]本発明の構成成分のそれぞれは、下記でより詳細に説明され、同様の構成成分は同様の参照番号を有する。

## 【0021】

[0023]膜は、任意の適切な細孔構造、例えば、孔径(例えば、例えば米国特許第4,340,479号に記載されているように、バブルポイントによって若しくは $K_L$ によって明らかになる、又は毛管凝縮流動ポロメトリーによって明らかになる)、平均孔径(例えば、膜の断面図を拡大する走査型電子顕微鏡を使用し、ソフトウエアを使用して細孔の1セットを測定することによって決定される)、平均流量孔(MFP)径(例えば、ポロメーター、例えば、ポールベアポロメーター(Porvair Porometer)(Porvair plc, Norfolk, UK)又は商標ポロラックス(POROLUX)(Prometer.com, Belgium)で入手可能なポロメーターの使用を特徴とする場合)、細孔等級、細孔直径(例えば、例えば米国特許第4,925,572号に記載されている改良OSU F2試験を使用して特性評価される場合)、又は流体が多孔質媒体を通過するとき、1つ又は複数の対象材料の通過を減少させる若しくは通過を可能にする、除去評定を有することが可能である。提供される細孔構造は、使用される粒子のサイズ(複数可)、扱われる流体の組成、及び扱われる流体の所望の流出レベルによって決まる。

## 【0022】

[0024]上記に述べた通り、膜は、少なくとも第1及び第2の多孔質部分を有することになり、それぞれの部分は、異なるコントロールされた細孔構造を有し、第1の多孔質部分は、第2の多孔質部分より大きい細孔構造を有し、より大きい細孔構造(コントロールされた細孔構造の第1及び第2のサブセットを含んでもよいコントロールされた細孔構造の第1のセット)は、相反転(及びいくつかの実施形態では細孔形成剤の使用を含める)によって生成される。いくつかの実施形態において、コントロールされた細孔構造の第1のセットは、コントロールされた細孔構造の少なくとも第1及び第2のサブセットを含み、コントロールされた細孔構造の第1のサブセットは、コントロールされた細孔構造の第2のサブセットより大きく、第1の多孔質部分中のコントロールされた細孔構造の第2のサブセットは、第2の多孔質部分中のコントロールされた細孔構造の第2のセットより大き

い細孔構造を有することが、好ましい。

【0023】

[0025]上記に述べた通り、第1の多孔質部分の粗面は、膜が形成されている間に粒子を導入し、その後、粒子を除去することによって、好ましくは生成される。第2の多孔質部分中のコントロールされた細孔構造の第2のセットは、相反転（及びいくつかの実施形態では細孔形成剤の使用を含める）によって形成されることが好ましい。

【0024】

[0026]さまざまな粒子（例えば、溶解可能な粒子）、粒子直径、及び粒子濃度が、本発明による膜の調製に使用するのに適切であり、粒子は、粗面を調製するために使用される。適切な粒子としては、例えば、炭酸水素ナトリウム（ $\text{NaHCO}_3$ ）、酢酸ナトリウム（ $\text{CH}_3\text{COONa}$ ）、炭酸ナトリウム（ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ）、銀（例えば、元素の銀、銀ゼオライト、又は銀/亜鉛ゼオライト）、塩（食卓塩を含む）、糖（砂糖（ショ糖）を含む）、及び酸性溶液溶解性金属粒子が挙げられる。

10

【0025】

[0027]粒子は、膜が除去工程によって悪影響を及ぼされない、さまざまな方法によって除去できる。例えば、粒子は、溶媒によって処理でき、粒子は溶解する。適切な溶媒としては、例えば、水、1種又は複数のアルコール、芳香族溶媒（そのうちのいくつかは、アルコールであってもよい）、比較的弱い酸（例えば、酢酸、クエン酸、シュウ酸、マレイン酸、及びそれらの組合せ）が挙げられる。

【0026】

20

[0028]典型的には、コントロールされた細孔構造の第1のセットは、約0.1マイクロメートル（ $\mu\text{m}$ ）～約200 $\mu\text{m}$ の範囲、より典型的には、約10 $\mu\text{m}$ ～約60 $\mu\text{m}$ の範囲の平均孔径を有する。コントロールされた細孔構造の第1のセットの第1及び第2のサブセットを含む実施形態において、第1のサブセットは、典型的には、約15 $\mu\text{m}$ ～約30 $\mu\text{m}$ の範囲であり、第2のサブセットは、典型的には、3 $\mu\text{m}$ ～約10 $\mu\text{m}$ の範囲である。

【0027】

[0029]典型的には、コントロールされた細孔構造の第2のセットは、約0.1 $\mu\text{m}$ ～約2 $\mu\text{m}$ の範囲、好ましくは約0.1 $\mu\text{m}$ ～約1 $\mu\text{m}$ の範囲の平均孔径を有する。いくつかの実施形態において、コントロールされた細孔構造の第2のセットは、細菌を遮断する/細菌を捕捉する孔径、例えば、約0.2 $\mu\text{m}$ を有する。

30

【0028】

[0030]膜の第1の微多孔質表面は、少なくとも約1.7 $\mu\text{m}$ 、いくつかの実施形態において、少なくとも約2 $\mu\text{m}$ 又は少なくとも約4 $\mu\text{m}$ のRa（粗さの算術平均値、例えば、ASME B46.1-2002、「Surface Texture, Surface Roughness, Waviness and Lay」にしたがって、測定される）を含む、粗面を有することが、好ましい。例えば、膜の実施形態は、約1.7 $\mu\text{m}$ ～約30 $\mu\text{m}$ の範囲、約2 $\mu\text{m}$ ～約20 $\mu\text{m}$ の範囲、4 $\mu\text{m}$ ～約30 $\mu\text{m}$ の範囲、又は約4 $\mu\text{m}$ ～約20 $\mu\text{m}$ の範囲のRaを有する可能性がある。

【0029】

40

[0031]典型的には、本発明の実施形態による膜は、約50 $\mu\text{m}$ ～約400 $\mu\text{m}$ の範囲の厚さを有する。

【0030】

[0032]膜は、熱誘起相反転法によって調製されることが好ましい。典型的には、相反転法は、ポリマー溶液（複数可）を流延して又は押し出して薄いフィルムにすること、及び以下の1つ又は複数によってポリマーを沈殿させることを含む：（a）溶媒及び非溶媒の蒸発、（b）暴露された表面に吸収する、水蒸気などの非溶媒蒸気への暴露、（c）非溶媒液体におけるクエンチ（例えば、水及び/又は別の非溶媒を含有する相浸漬浴）、及び（d）ポリマーの溶解度が突然大きく低下するように、熱いフィルムを熱的にクエンチすること。相反転は、湿式法（浸漬析出）、蒸気誘起相分離（VIPs）、熱誘起相分離（

50

TIPS)、クエンチ、乾式-湿式流延、及び溶媒蒸発(乾式流延)によって誘起できる。乾式相反転は、浸漬凝固の不在によって、湿式又は乾式-湿式手順と異なる。これらの技術において、最初に均質なポリマー溶液は、異なる外部効果に起因して、熱力学的に不安定になり、相分離を誘起してポリマーの少ない相とポリマーの豊富な相となる。ポリマーの豊富な相は、膜のマトリックスを形成し、高いレベルの溶媒及び非溶媒を有する、ポリマーの少ない相は、細孔を形成する。

【0031】

[0033]粗面は、さまざまな手順によって、典型的には、以下の任意の1つ又は複数によって、コントロールできる：粒径、粒径分布、粒子濃度、粒子の形、及び粒子を含む流延溶液の流延の厚さ。

【0032】

[0034]多様な細孔構造は、さまざまな手順によって、典型的には、以下の工程条件及び/又は溶液組成のいずれかの1つ又は複数によってコントロールできる：露点の変更、気流速度の変更、空気の体積の変更、膜が形成される環境の相対湿度の変更、溶液中のポリマーの濃度の変更、溶液中の溶媒の濃度の変更、及び/又は一方若しくは両方の溶液中の細孔形成剤の分子量の変更。

【0033】

[0035]膜は、手動で(例えば、流延表面に手作業で、注ぐ、流延する、若しくは広げる)又は自動で(例えば、移動床に、注ぐ又はさもなければ流延する)流延できる。適切な支持体の例としては、例えば、ポリエチレンコート紙又はポリエステル(マイラー(MYLAR)など)又はステンレス鋼ベルトなどのベルトが、挙げられる。

【0034】

[0036]二重流延技術を含むさまざまな流延技術は、当技術分野において既知であり、適切である。当技術分野において既知のさまざまなデバイスは、流延のために使用できる。適切なデバイスとしては、塗布ナイフ、ドクターブレード、又は噴霧/加圧系を含む、例えば機械スプレッターが挙げられる。スプレッターの一例は、流延配合物(例えばポリマーを含む溶液)を導入し、狭いスロットを通して、加圧下、押し出すことができる流延チャンパーを備えた、押出ダイ又はスロットコーターである。例示として、溶液は、約120マイクロメートル~約500マイクロメートルの範囲、より典型的には約180マイクロメートル~約400マイクロメートルの範囲のナイフギャップを有するドクターブレードを用いて、流延できる。

【0035】

[0037]さまざまな流延速度が、当技術分野において既知である通り、適切である。典型的には、流延速度は、少なくとも毎分約3フィート(fpm)、より典型的には約3~約15fpmの範囲、いくつかの実施形態においては、少なくとも約7fpmである。

【0036】

[0038]本発明の実施形態にしたがって、本発明の膜は、2種の溶液を使用して調製され、一方の溶液は、粒子(好ましくは可溶性粒子、より好ましくは水溶性の粒子)を含み、他方の溶液には、可溶性粒子が本質的にない(好ましくは、欠けている)。

【0037】

[0039]さまざまなポリマー溶液が、本発明における使用に適切であり、当技術分野において既知である。適切なポリマー溶液は、例えば多環芳香族；スルホン(例えば、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルエーテルスルホン、ビスフェノールAポリスルホン、ポリアリールスルホン、及びポリフェニルスルホンなどの芳香族ポリスルホンを含む、例えばポリスルホン)、ポリアミド、ポリイミド、ポリハロゲン化ビニリデン(ポリフッ化ビニリデン(PVDF)を含む)、ポリプロピレン及びポリメチルペンテンなどのポリオレフィン、ポリエステル、ポリスチレン、ポリカルボナート、ポリアクリロニトリル(ポリアルキルアクリロニトリルを含む)、セルロース系ポリマー(酢酸セルロース及び硝酸セルロースなど)、フルオロポリマー、並びにポリエーテルエーテルケトン(PEEK)などのポリマーを含むことができる。ポリマー溶液は、ポリマーの混合物、例えば、疎水性ポ

10

20

30

40

50

リマー（例えば、スルホンポリマー）と親水性ポリマー（例えば、ポリビニルピロリドン）との混合物を含むことができる。

【0038】

[0040] 1つ又は複数のポリマーに加えて、典型的なポリマー溶液は、少なくとも1種の溶媒を含み、少なくとも1種の非溶媒をさらに含んでもよい。適切な溶媒としては、例えば、ジメチルホルムアミド（DMF）；N，N-ジメチルアセトアミド（DMAc）；N-メチルピロリドン（NMP）；ジメチルスルホキシド（DMSO）、メチルスルホキシド、テトラメチル尿素；ジオキサソラン；コハク酸ジエチル；クロロホルム；及びテトラクロロエタン；並びにそれらの混合物が挙げられる。適切な非溶媒としては、例えば、水；さまざまなポリエチレングリコール（PEG；例えば、PEG-200、PEG-300、PEG-400、PEG-1000）；さまざまなポリプロピレングリコール；多様なアルコール、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール（IPA）、アミルアルコール、ヘキサノール、ヘプタノール、及びオクタノール；ヘキサン、プロパン、ニトロプロパン、ヘプタン、及びオクタンなどのアルカン；並びにアセトン、ブチルエーテル、酢酸エチル、及び酢酸アミルなどのケトン、エーテル、及びエステル；並びに、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、及び塩化リチウムなどの多様な塩；並びにそれらの混合物が挙げられる。

10

【0039】

[0041] 所望であれば、ポリマーを含む溶液は、例えば、1種又は複数の重合開始剤（例えば、任意の1種又は複数の過氧化物、過硫酸アンモニウム、脂肪族アゾ化合物（例えば、2，2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）ジヒドロクロリド（V50））、及びそれらの組合せ）、並びに/又は界面活性剤及び/若しくは離型剤などの微量含有物を、さらに含むことができる。

20

【0040】

[0042] 粒子を含有するためのさまざまな溶液が、本発明における使用に適切である。粒子が可溶性粒子である実施形態において、溶液には、粒子のための溶媒が本質的にない（好ましくは、ない）はずである。いくつかの実施形態において、粒子を含有する溶液は、第2の溶液中のポリマー（複数可）にとっての非溶媒を含む。例えば、粒子を含有する溶液は、水溶性の粒子にとって非溶媒であり、第2の溶液（ポリマー含有溶液）中のポリマー（複数可）にとって非溶媒であり得るPEGを含むことができる。

30

【0041】

[0043] 溶液の適切な構成成分は、当技術分野において既知である。ポリマーを含む例示の溶液、並びに例示の溶媒及び非溶媒としては、例えば、米国特許第4,340,579号、第4,629,563号、第4,900,449号、第4,964,990号、第5,444,097号、第5,846,422号、第5,906,742号、第5,928,774号、第6,045,899号、第6,146,747号、及び第7,208,200号に開示されているものが挙げられる。

【0042】

[0044] 膜は、任意の所望の臨界湿潤表面張力（CWST、例えば、米国特許第4,925,572号に定義されている）を有することが可能である。CWSTは、当技術分野において知られている通り、例えば米国特許第5,152,905号、第5,443,743号、第5,472,621号、及び第6,074,869号に、例えばさらに開示されている通り、選択できる。典型的には、膜は親水性であり、CWST、72ダイン/cm（ $72 \times 10^{-5} \text{ N/cm}$ ）以上を有する。いくつかの実施形態において、膜は、CWST、75ダイン/cm（約 $75 \times 10^{-5} \text{ N/cm}$ ）以上を有する。

40

【0043】

[0045] 膜の表面の特徴は、湿式又は乾式酸化によって、表面にポリマーをコーティング若しくは沈着させることによって、又はグラフト反応によって、（例えば、CWSTに影響を及ぼすために、表面電荷、例えば正若しくは負の電荷を含むために、及び/又は表面の極性若しくは親水性を変えるために）改変できる。改変法としては、例えば、照射、極

50



性又は帯電したモノマー、表面を帯電したポリマーでコーティング及び/又は硬化すること、並びに化学修飾を実行して、表面に官能基を付着させることが挙げられる。グラフト反応は、ガスプラズマ、蒸気プラズマ、コロナ放電、熱、ファンデグラフ起電機、紫外線、電子ビームなどのエネルギー源に、若しくは放射線の多様な他の形態に暴露することによって、又はプラズマ処理を使用する表面エッチング若しくは沈着によって、活性化させてもよい。

#### 【0044】

[0046]追加的に又は代替方法として、膜は、結果として得られる膜に1つ又は複数の所望の機能及び/又は特徴を付与するために、例えば、膜全体又は膜の一部(例えば、膜の第1の部分)に、少なくとも1つの構成成分、例えば、以下の1つ又は複数を含むことができる:例えば、炭酸水素ナトリウム又は塩化ナトリウムなどの固体(例えば、浸出させて放出し、細孔をもたらし得る); 静菌若しくは殺菌機能などの抗菌機能を付与するための構成成分(例えば、銀ベースの試薬、例えば硝酸銀を含むことによって); 負電荷(例えば、細菌、哺乳類細胞、遊離核酸、タンパク質(特定のpH環境下)、及びヘパリンなどの薬物などの負に荷電した標的実体を吸着するために); 正電荷(例えば、タンパク質(特定のpH環境下)及びドーパミンなどの薬物などの正に帯電した標的実体を吸着するために); 双性イオン; 及び混合電荷などの電荷を付与するための構成成分; キレート化機能を付与するための構成成分(例えば、例えば重金属を吸着するために、ポリアクリル酸、ポリビニルスルホン酸、及びスルホン化ポリスチレンなどのキレート化ポリマーを含むことによって); デンドリマーを含むもの(例えば、血液試料からの薬物代謝物を含む、薬学的に有効な化合物を結合するためのポリアミドアミン(PAMAM)); リポソームを含むもの(例えば、例えば膜ベースの薬用皮膚パッチ剤を形成する、薬物などの所望の材料を保有する/送達するため); 並びに機能性ビーズ及び/又はクロマトグラフィー吸着剤、親和性吸着剤(抗体、抗体断片、酵素など、例えば、タンパク質及び/若しくは内毒素などの標的を吸着するため)、活性化吸着剤(活性炭、活性シリカ、及び活性アルミナなど)などの吸着剤を含むもの。1つの部分(例えば、層)の部分としての構成成分(複数可)を含むことによって、所望の機能(複数可)及び/又は特徴(複数可)を、所望であれば、膜全体というよりむしろ膜の所望の部分及び/又は側面に付与することができるのは、有利である。例えば、所望の機能(複数可)及び/又は特徴(複数可)は、処理される流体が最初に接触する膜の部分に局在化し得るか、又は、例えば、処理される流体が最初に接触する膜の部分には、処理される流体に面する膜表面の他の部分より、所望の機能(複数可)又は特徴(複数可)が高度に集積することが可能である。さらに、例えば、流延溶液は、膜に、1つ若しくは複数の所望の機能又は特徴を付与するために使用できる。

#### 【0045】

[0047]本発明による少なくとも1つの膜を含む、少なくとも1つのフィルター要素を含む、フィルターを含む、本発明の実施形態において、フィルターは、異なる構造及び/又は機能、例えば、前濾過、支持、ドレイン、スペーシング、及び緩衝の少なくとも1つを有することが可能である、さらなる要素、層、又は構成成分を含むことができる。例示として、フィルターは、メッシュ及び/又はスクリーンなどの少なくとも1つのさらなる要素もまた含むことができる。

#### 【0046】

[0048]本発明は、デバイス、例えば、筐体に配置される本発明の1つ又は複数の膜を含む、フィルターデバイス、クロマトグラフィーデバイス、及び/又は膜モジュールをさらに提供する。デバイスは、任意の適切な形態であり得る。例えば、デバイスは、実質的に平面、プリーツ状、又はスパイラル状の形態の膜を含む、フィルターエレメントを含むことができる。実施形態において、エレメントは、中空の、略円柱状の形態を有することが可能である。所望であれば、デバイスは、上流及び/若しくは下流の支持又はドレイン層と組み合わせたフィルターエレメントを含むことができる。デバイスは、例えば、多層フィルター要素を形成するため又は膜クロマトグラフィーにおける使用のための膜モジュール

10

20

30

40

50

ルなどの、膜モジュールを形成するために積み重ねられた複数の膜を含むことができる。

【0047】

[0049] フィルターは、複数のフィルターエレメントを含むいくつかの実施形態において、少なくとも1つの入口及び少なくとも1つの出口を含み、入口と出口との間に少なくとも1つの流体流路を画定する筐体に典型的に配置され、フィルターは、流体流路を横切って存在し、フィルターデバイスを形成する。別の実施形態において、フィルターデバイスは、少なくとも1つの入口並びに少なくとも第1の出口及び第2の出口を含み、入口と第1の出口との間に第1の流体流路及び入口と第2の出口との間に第2の流体流路を画定する筐体を含み、フィルターは、第1の流体流路を横切って存在し、例えば、第1の液体が、入口からフィルター及び第1の出口を通る、第1の流体流路に沿って通過し、第2の流

10

【0048】

[0050] いくつかの実施形態において、フィルターデバイスは、滅菌可能である。少なくとも1つの入口及び少なくとも1つの出口を設けた、適切な形の任意の筐体が用いられてもよい。筐体は、生体液の処理に適合する、任意の不浸透性熱可塑性材料を含む、任意の適切で固く不浸透性の材料から製作できる。例えば、筐体は、ステンレス鋼などの金属又はポリマーから製作できる。好ましい実施形態において、筐体は、ポリマーであり、いく

20

【0049】

[0051] 以下の実施例は、本発明をさらに例示するが、もちろん、その範囲を限定するものでは決してないと、理解されるべきである。

#### 実施例 1

【0050】

[0052] この実施例は、本発明の実施形態による膜の調製を例示する。

30

【0051】

[0053] 40% PEG 400、及び60% NaHCO<sub>3</sub> 粒子（体積平均粒径42.3 μmを有する）からなる第1の溶液を、ナイフギャップ5ミルを有する第1の流延ナイフを使用して、流延速度1.1インチ/秒で、平面ガラス板に流延する。

【0052】

[0054] PEG 400 67.55%、PEG 400ジメタクリレート（PEG DM）0.6%、HEMA（ヒドロキシルエチルメタクリレート）0.1%、トリメチロールプロパントリメタクリレート（TMPTMA；Aldrich Chemical Co.、Milwaukee, WI）0.1%、2,2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）ジヒドロクロリド（V50）（Wako Chemical, Richmond, VA）0.05%、脱イオン水2.0%、PES 12.0%、DMF 11.0%、及びNMP 6.6%からなる第2の溶液を、ナイフギャップ17ミルを有する第2のナイフを使用して、流延速度約1.1インチ/秒で、第1の溶液に連続的に流延する。2つの流延の間の時間は、約1秒である。温度は、29.4である。

40

【0053】

[0055] ガラス板を、気温21、気流速度5フィート/分、相対湿度70%で、10分間、環境チャンパーに移動する。ガラス板の温度を、1.3分間、23.3で維持し、次に、3.7分間、43.3に変化させ、次に、1分間、23.3に変化させ、最終的に、4分間35に変化させる。

【0054】

50

[0056] 湿った膜を、1～2時間、脱イオン水槽に浸し、粒子を浸出させる。

【0055】

[0057] 膜を、脱イオン水で各回1～3分で3～5回すすぎ、次に、30分間、40%のエタノール中ですすぎ、次に30分間、80%の脱イオン水中ですすぎ、30分間65%のオープンで乾燥させる。

【0056】

[0058] 粗面及びコントロールされた細孔構造の第1のセットを有する第1の部分、並びにコントロールされた細孔構造の第2のセットを有する第2の部分を示す、膜のSEM断面図が図1Aに示され、第2の細孔構造は、第1の細孔構造より小さい平均細孔直径を有する(図1A)。図1Bは、膜の第2の表面及び第2の細孔構造を示す。膜は、厚さ48.60 $\mu\text{m}$ であり、CWST88 $\text{d}\mu\text{m}/\text{cm}$ 、バブルポイント49.53 $\text{psi}$ 、及び水流量(WFR)25.3 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$ を有する。

10

## 実施例2

【0057】

[0059] この実施例は、市販の膜(スーポア(SUPORA)(登録商標)マックV(MachV)C200; Pall Corporation, East Hills, NY)と比較して、本発明の実施形態による(実施例1に記載された通り調製された)膜のスループットを例示する。

【0058】

[0060] 1%の糖蜜溶液を調製する(糖蜜(ライル黒糖蜜(Lyle's black Treacle), Notts, UK)5グラム、脱イオン水(DI)495グラムに溶解)。膜を試験セル内(孔径0.2 $\mu\text{m}$ と評定された等方性親水性膜上)に置き、試験系をパージし、スループットを、5分間、10 $\text{psi}$ で測定する。

【0059】

[0061] 市販の膜は、1%の糖蜜のスループット54 $\text{mL}$ を有し、本発明の実施形態にしたがって生成された膜は、1%の糖蜜のスループット101 $\text{mL}$ を有し、市販の膜の約半分の厚さであるが、このスループットは、市販の膜のほぼ2倍である。

20

## 実施例3

【0060】

[0062] この実施例は、本発明の実施形態による別の膜の調製を例示する。

【0061】

[0063] PEG400 40%及び $\text{NaHCO}_3$ 粒子(体積平均粒径42.3 $\mu\text{m}$ を有する)60%からなる第1の溶液を、ナイフギャップ8ミルを有するドクターブレードを使用して、ベルト速度毎分90インチ(ipm)(228.6 $\text{cm}$ )で、移動ステンレス鋼ベルトに流延する。

【0062】

[0064] PEG400 62.85%、PEG400 DM 0.6%、HEMA 0.1%、TMPMA(Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI)0.1%、V-50(Wako Chemical, Richmond, VA)0.05%、脱イオン水1.17%、PES 9.5%、グリセリン7.0%、DMF 11.63%、及びNMP 7.0%からなる第2の溶液を、ナイフギャップ10ミルを有するドクターブレードを使用して、移動ステンレス鋼ベルト上の第1の溶液に連続的に流延する。2つの流延の間の時間は、約1秒である。温度は、29.4 $^{\circ}\text{C}$ である。

30

40

【0063】

[0065] 溶液は、膜が形成するまで、以下の条件下で環境チャンバーの第1及び第2の部分を通過する。チャンバーの第1の部分において、ベルト噴霧温度は、42.7 $^{\circ}\text{C}$ (109 $^{\circ}\text{F}$ )であり、気流速度は、毎分365フィートであり、乾球温度は、26.7 $^{\circ}\text{C}$ (80 $^{\circ}\text{F}$ )であり、露点は、25.3 $^{\circ}\text{C}$ (77.5 $^{\circ}\text{F}$ )である。チャンバーの第2の部分

50

において、ベルト噴霧温度は、 $36.1$  ( $97^{\circ}\text{F}$ ) であり、気流速度は、毎分  $300$  フィートであり、乾球温度は、 $26.7$  ( $80^{\circ}\text{F}$ ) であり、露点は、 $25.6$  ( $78^{\circ}\text{F}$ ) である。

【0064】

[0066] 湿った膜は、3つの浸出タンクを通過させ、第1のタンクは、逆浸透 (RO) 水を含む ( $3$  分)、第2のタンクは、 $40\%$  のエタノール /  $60\%$  の RO 水を含む ( $4.5$  分)、第3のタンクは、 $82$  の RO 水を含む ( $4.5$  分)。

【0065】

[0067] 膜は、5分間、 $65$  のオープンを通過させる。

【0066】

[0068] 膜の SEM 断面図が、図2に示される。膜は、全厚さ  $198.9\ \mu\text{m}$  を有する。図2Aは、粗面 (厚さ約  $30\ \mu\text{m}$ )、コントロールされた細孔構造の第1のセットを有する第1の部分 (厚さ約  $40\ \mu\text{m}$ )、及び第2のコントロールされた細孔構造を有する第2の部分 (厚さ  $126.0\ \mu\text{m}$ ) を示す。

【0067】

[0069] 図2Bは、(膜からの粒子の浸出によって生じる) 粗面の凹部の直径、並びにコントロールされた細孔構造の第1のセットを有する第1の部分 (コントロールされた細孔構造の第1のセットは、コントロールされた細孔構造の第1及び第2のサブセットを有する)、及びコントロールされた細孔構造の第2のセットを有する第2の部分を示し、コントロールされた細孔構造の第1のセットは、第2のセットより大きい平均孔径を有する。

【0068】

[0070] 第1のコントロールされた細孔構造は、約  $3\ \mu\text{m}$  ~ 約  $30\ \mu\text{m}$  の範囲の孔径を有する (約  $3\ \mu\text{m}$  ~ 約  $10\ \mu\text{m}$  の範囲の第1のコントロールされた細孔構造の第1のサブセット、約  $15\ \mu\text{m}$  ~ 約  $30\ \mu\text{m}$  の範囲の第1のコントロールされた細孔構造の第2のサブセット、細孔の約  $80\%$  は、 $3\ \mu\text{m}$  ~  $10\ \mu\text{m}$  の範囲の孔径を有する。第2のコントロールされた細孔構造は、 $0.1\ \mu\text{m}$  ~  $2.0\ \mu\text{m}$  の範囲の孔径を有し、細孔の約  $80\%$  は、 $0.5\ \mu\text{m}$  ~  $1.0\ \mu\text{m}$  の範囲の孔径を有する。

【0069】

[0071] 図2Cは、粗面の凹凸を示す。凸部は、高さ約  $10\ \mu\text{m}$  ~ 約  $30\ \mu\text{m}$  の範囲内であり、凹部は、深さ約  $10\ \mu\text{m}$  ~ 約  $30\ \mu\text{m}$  の範囲内であり、凹部の直径は、約  $25\ \mu\text{m}$  ~ 約  $50\ \mu\text{m}$  の範囲内である。

【0070】

[0072] フェーズ II SRG - 4500 表面粗さテスター (Phase II SRG - 4500 Surface Roughness Tester) によって測定された通り、粗面の Ra は、 $10.7 \pm 4.7\ \mu\text{m}$  ( $N=6$ ) であり、対照膜 (滑らかな表面を有する) の表面の Ra は、 $0.48\ \mu\text{m}$  である。

【0071】

[0073] 原子間力顕微鏡 (AFM) によって測定された通り、粗面は、RMSR (二乗平均粗さ)  $0.46\ \mu\text{m}$  を有する。原子間力顕微鏡 (AFM) によって測定された通り、粗面は、ウェンゼル (Wenzel) 値 (実表面積と見かけ表面積との比であって、比1は、平坦な表面を表す)  $2.1$  を有する。

【0072】

[0074] 粗面は、SEM によって測定された通り、凸部から凹部の粗さ (最高の凸部  $Z_{max}$  から最低の凹部  $Z_{min}$  の間の距離であって、Z は、表面の鉛直高さを表す)  $20 \sim 60\ \mu\text{m}$  を有する。

#### 実施例 4

【0073】

[0075] この実施例は、市販の膜 (スーポア (登録商標) マック V (MachV) C200; Pall Corporation, East Hills, NY) と比較して、

10

20

30

40

50

本発明の実施形態による（実施例 3 に記載の通り調製された）膜のスループット及び他の特性を例示する。

【 0 0 7 4 】

[0076] 1%の糖蜜溶液を調製する（糖蜜（ライル黒糖蜜、N o t t s、U K）5グラム、脱イオン水（D I）495グラムに溶解）。膜を、試験セル内（孔径0.2 μmと評定された等方性親水性膜上）に置き、試験系をパージし、スループットを、5分間、10 p s iで測定する。

【 0 0 7 5 】

[0077]市販の膜は、1%の糖蜜のスループット47.3 L / m<sup>2</sup>を有し、本発明の実施形態にしたがって生成された膜は、1%の糖蜜のスループット63.1 L / m<sup>2</sup>及び75.9 L / m<sup>2</sup>を有する。

【 0 0 7 6 】

[0078]調製された膜の他の特性は、以下の表に要約される。

【表 1】

厚さ(ミル)	K <sub>L</sub> (psi)	WFR (ml.min <sup>-1</sup> .cm <sup>-2</sup> )	NBF (ポンド/ミル)	伸縮%
4.23	76.48	41.90	0.30	13.93
4.52	70.13	42.68	0.32	15.27

【 0 0 7 7 】

[0079]膜は、ブレブンディモナスディミヌタ（B r e v u n d i m o n a s d i m i n u t a）細菌チャレンジ試験（A S T M F 8 3 8；総チャレンジ9 × 1 0<sup>9</sup> C F U）及びバブルポイント分析から見て、細菌捕捉性であると判定される。

【 0 0 7 8 】

[0080]細菌は膜の下流で回収されず、バブルポイントは全て65 p s iを超え、したがって、膜は細菌捕捉性である。

実施例 5

【 0 0 7 9 】

[0081]この実施例は、本発明の実施形態による別の膜の調製を例示する。

【 0 0 8 0 】

[0082] P E G 4 0 0 4 0 % 及び N a H C O<sub>3</sub> 粒子（体積平均粒径42.3 μmを有する）60%からなる第1の溶液を、ナイフギャップ8ミルを有するドクターブレードを使用して、ベルト速度毎分90インチ（i p m）（228.6 c m）で、移動ステンレス鋼ベルトに流延する。

【 0 0 8 1 】

[0083] P E G 4 0 0 6 2 . 8 5 %、P E G 4 0 0 D M 0 . 6 %、H E M A 0 . 1 %、T M P T M A（A l d r i c h C h e m i c a l C o .、M i l w a u k e e、W I）0 . 1 %、V - 5 0（W a k o C h e m i c a l、R i c h m o n d、V A）0 . 0 5 %、脱イオン水1 . 1 7 %、P E S 9 . 5 %、グリセリン7 . 0 %、D M F 1 1 . 6 3 %、及び N M P 7 . 0 % からなる第2の溶液を、5ミルのギャップを有する押出機を使用して、移動ステンレス鋼ベルト上の第1の溶液に連続的に流延する。2つの流延の間の時間は、約1秒である。温度は、29.4 である。

【 0 0 8 2 】

[0084]溶液は、膜が形成するまで、以下の条件下で環境チャンパーの第1及び第2の部分を通過する。チャンパーの第1の部分において、ベルト噴霧温度は、42.7（109 ° F）であり、気流速度は、毎分365フィートであり、乾球温度は、26.7（80

0 ° F ) であり、露点は、25.3 ( 77.5 ° F ) である。チャンバーの第2の部分において、ベルト噴霧温度は、36.1 ( 97 ° F ) であり、気流速度は、毎分300フィートであり、乾球温度は、26.7 ( 80 ° F ) であり、露点は、25.6 ( 78 ° F ) である。

【0083】

[0085] 湿った膜は、3つの浸出タンクを通過させ、第1のタンクは、逆浸透 ( RO ) 水を含む ( 3分 )、第2のタンクは、40%のエタノール / 60%のRO水を含む ( 4.5分 )、第3のタンクは、82 のRO水を含む ( 4.5分 )。

【0084】

[0086] 膜は、5分間、65 のオープンを通過させる。

10

【0085】

[0087] 膜のSEM断面図が、図3に示される。膜は、平均の厚さ4.52 μm、 $K_L 70.13 \text{ psi}$ 、 $WFR 42.68 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  を有する。フェーズ I I S R G - 4500表面粗さテスターによって測定された通り、粗面のRaは、1.9 μmであり、対照膜 ( 滑らかな表面を有する ) の表面のRaは、0.75 μmである。

【0086】

[0088] 本明細書に引用される出版物、特許出願、及び特許を含む、全ての参考文献は、それぞれの参考文献が参照によって組み込まれることを個別及び詳細に指示され、本明細書に全体として記述される場合と同程度に、参照により本明細書に組み込まれる。

【0087】

20

[0089] 本発明を説明する文脈における ( 特に、以下の特許請求の範囲の文脈における ) 用語「a」及び「an」及び「the」及び「少なくとも1つ」及び同様の指示語の使用は、本明細書に別段の指示がない又は文脈により明確に矛盾しない限り、単数と複数の両方を網羅すると理解されるべきである。1つ又は複数の項目のリストの前に来る用語「少なくとも1つの」の使用 ( 例えば、「少なくとも1つのA及びB」 ) は、本明細書に別段の指示がない又は文脈により明確に矛盾しない限り、リスト項目から選択される1項目 ( A若しくはB ) 又はリスト項目の2つ以上の任意の組合せ ( A及びB ) を意味すると理解されるべきである。用語「含む ( comprising )」、「有する」、「含む ( including )」、及び「含有する」は、別段の記述がない限り、制約がない用語 ( すなわち、「含むが、限定されない」を意味する ) として理解されるべきである。本明細書の値の範囲の記述は、本明細書に別段の指示がない限り、範囲内にあるそれぞれの別々の値に個別に言及する簡便な方法として役立つことを単に意図され、それぞれの別々の値は、その値が、あたかも本明細書に個別に記述されているかのごとく、本明細書に組み込まれる。本明細書に記載される全ての方法は、本明細書に別段の指示がない又は文脈により明確に矛盾しない限り、任意の適切な順序で実施できる。本明細書に提供された任意の及び全ての例、又は例示の言葉 ( 例えば「など」 ) の使用は、本発明をより明らかにすることを単に意図し、別段の請求がない限り、本発明の範囲に限界を設けるものではない。本明細書のいかなる言語も、本発明の実践に必須であるようないずれかの非請求要素を示すと、理解されるべきでない。

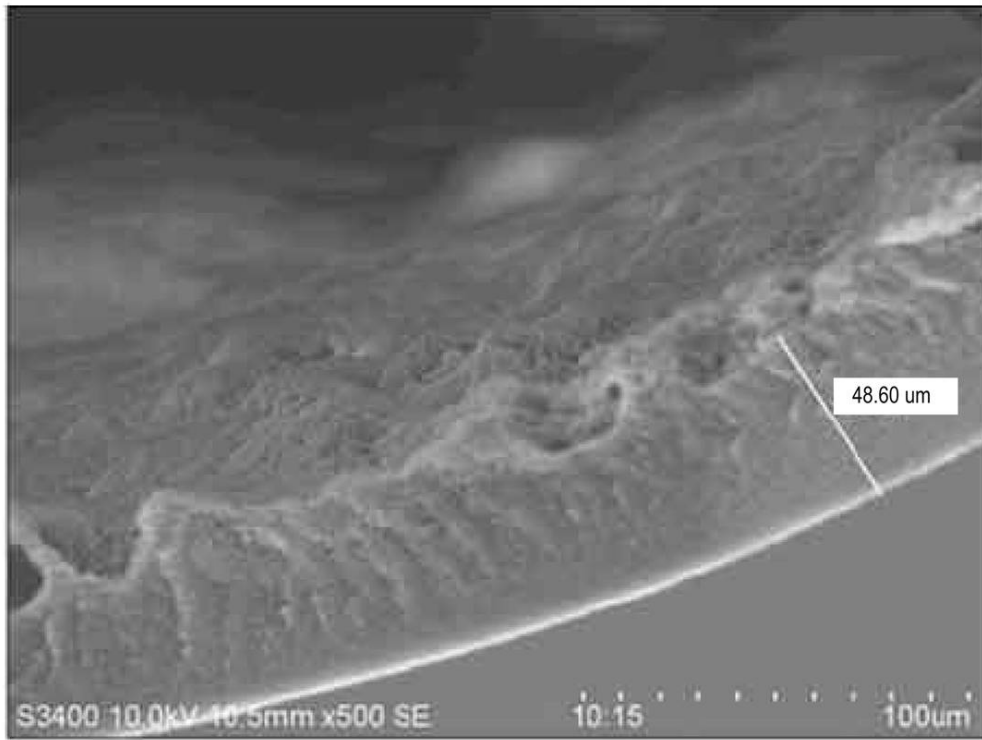
30

【0088】

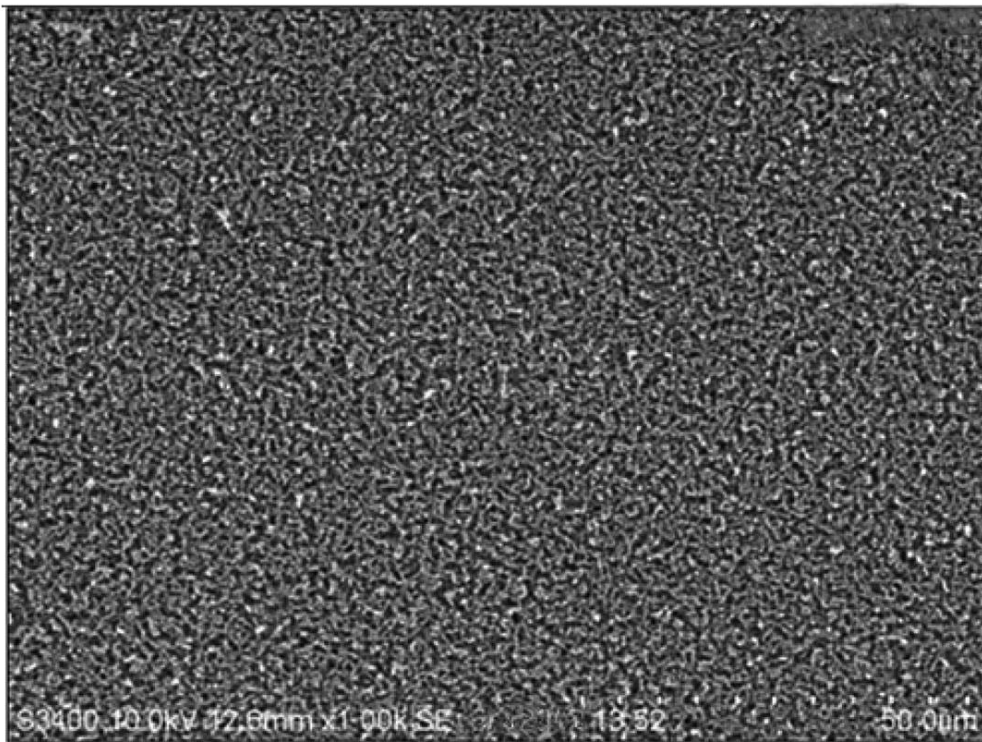
40

[0090] 本発明の好ましい実施形態は、本発明を実行するための、本発明者らにとって既知の最良の方法を含み、本明細書に記載される。それらの好ましい実施形態の変形形態は、先行の記載を読むことで、当業者にとって明白になり得る。本発明者らは、当業者が適切に変形形態を使用することを予期し、本発明者らは、本明細書に詳細に記載されているのとは別法で、本発明が実践されることを意図する。したがって、本発明は、適用法の許す、本明細書に添付の特許請求の範囲に記述される主題の全ての修正例及び均等物を含む。さらに、全てのあり得る変形形態における上に記載された要素の任意の組み合わせは、本明細書に別段の指示がない又は文脈により明確に矛盾しない限り、本発明によって包含される。

【 図 1 A 】

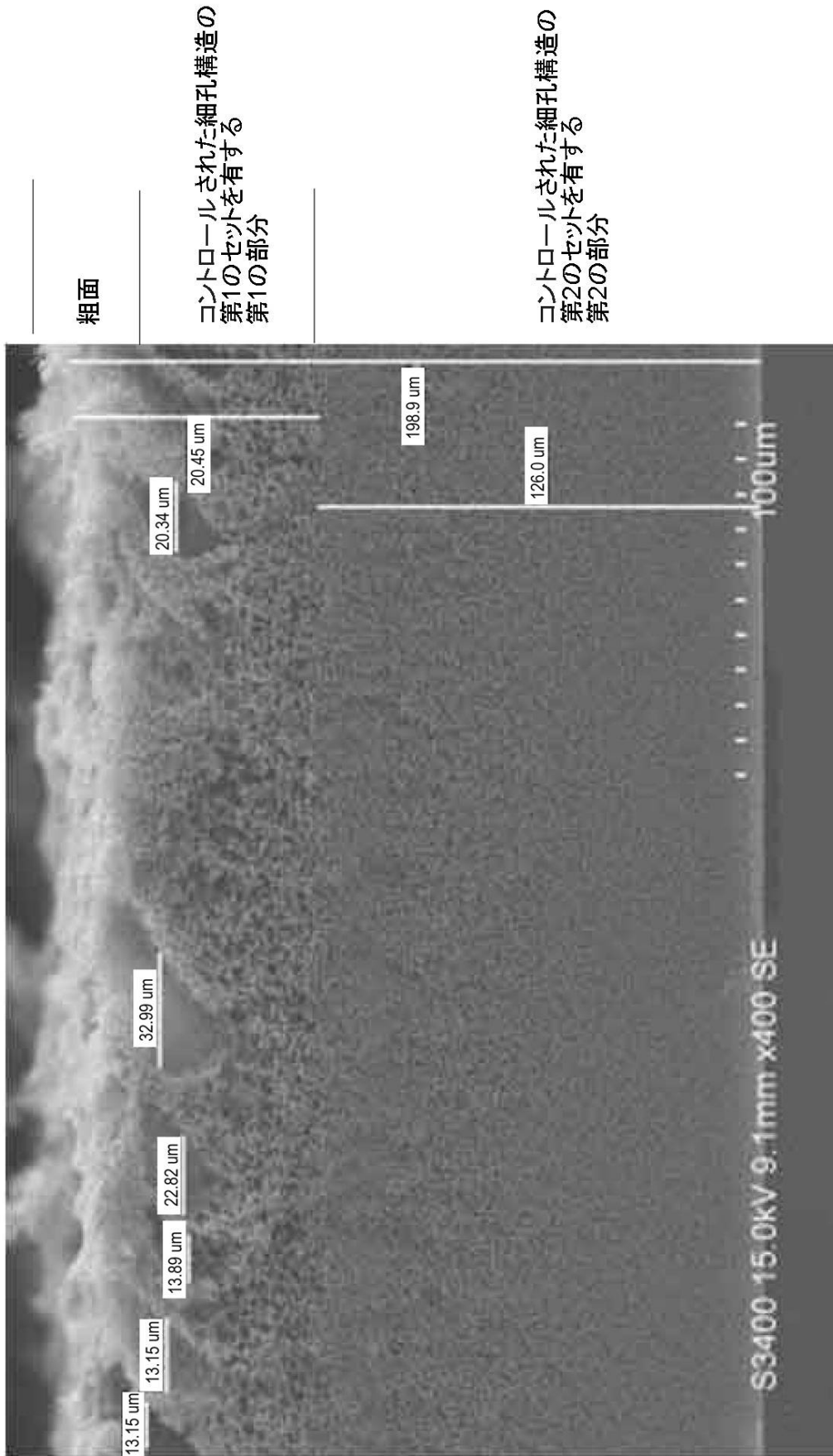


【 1 B】

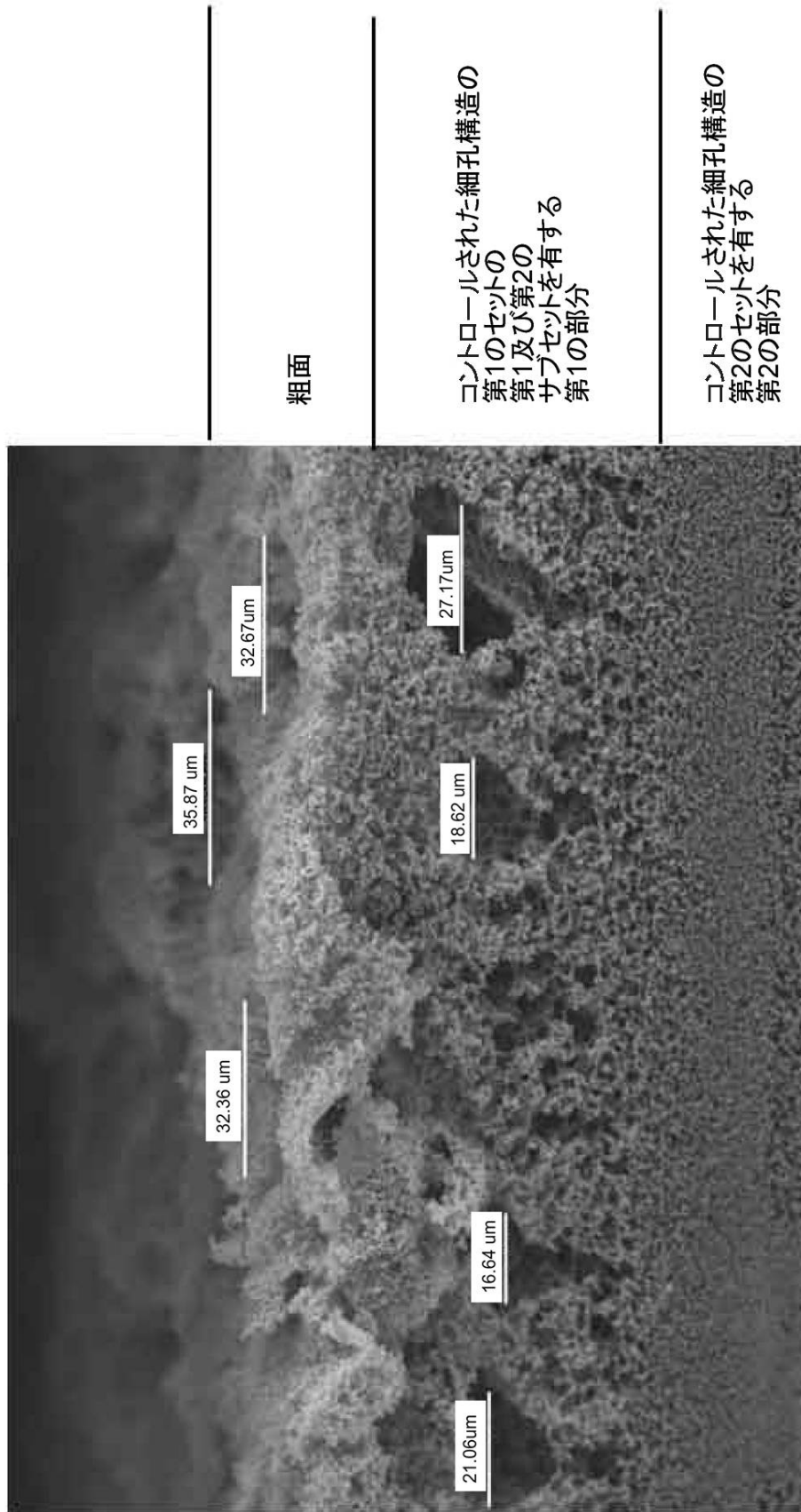




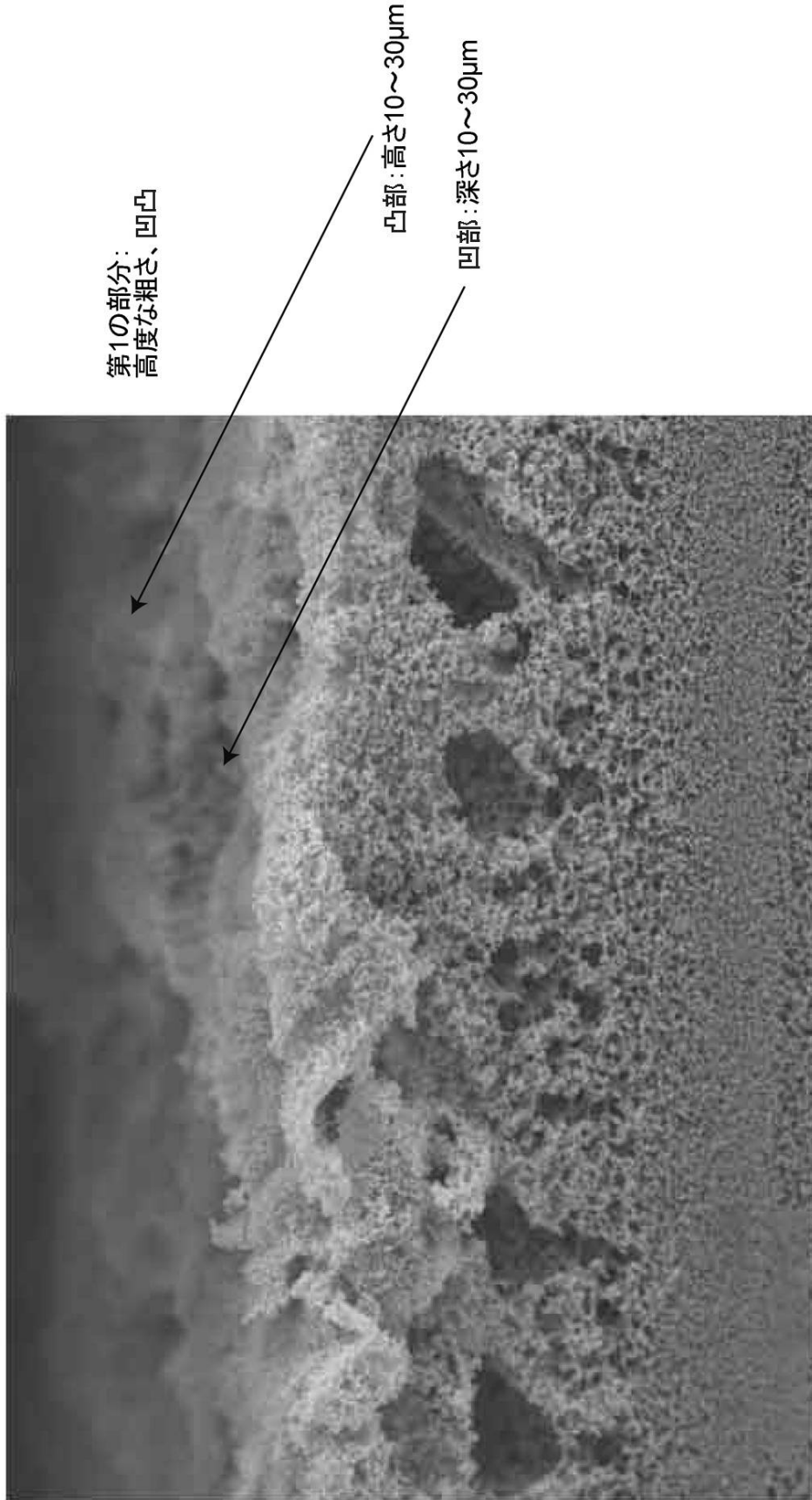
【 図 2 A 】



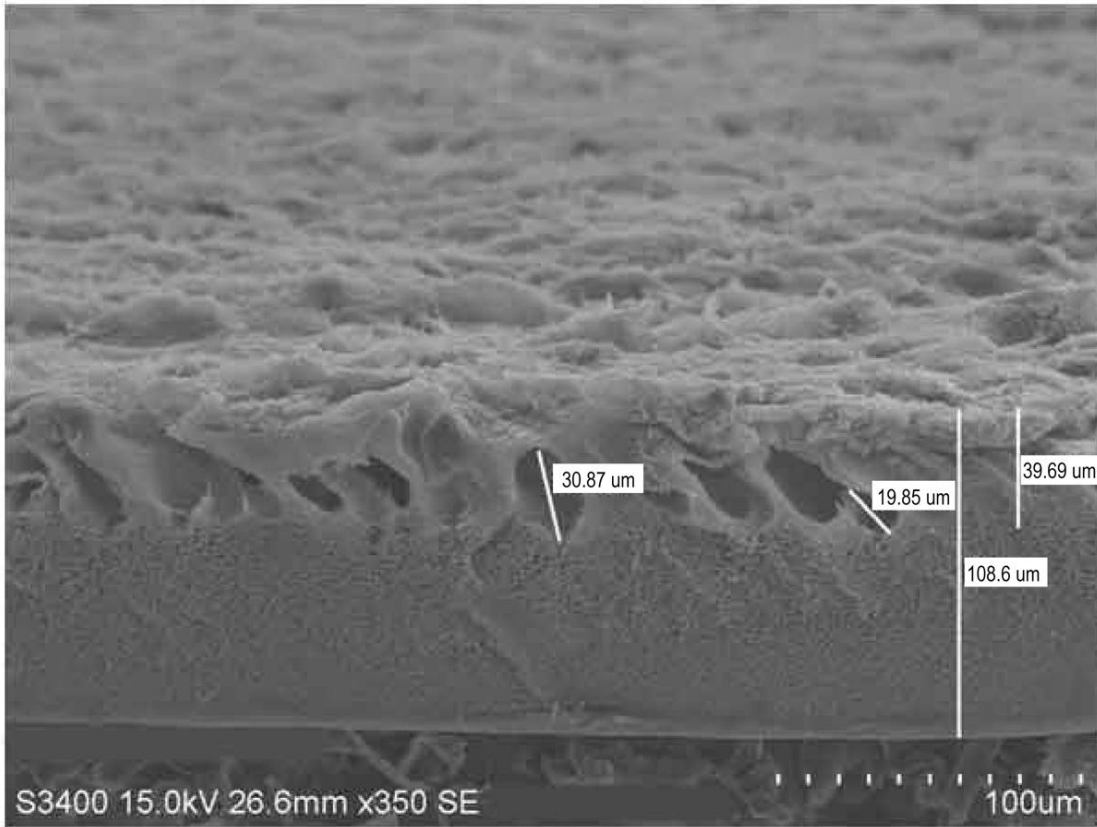
【 図 2 B 】



【図2C】



【 図 3 】



## フロントページの続き

- (72)発明者 ビンビン ハン  
アメリカ合衆国, フロリダ州, ペンサコーラ, メリアシア ドライブ 8458
- (72)発明者 シュエメイ リャン  
アメリカ合衆国, フロリダ州 32504, ペンサコーラ, ブリタニー トレース 3106
- (72)発明者 リチャード アラン モリス  
アメリカ合衆国, フロリダ州 32526, ペンサコーラ, ヘルムズ ロード 7603
- (72)発明者 ドナルド カール シモントン  
アメリカ合衆国, フロリダ州 32563, ガルフ プリーズ, サンディ ブラッフ ドライブ イースト 4241

審査官 岡田 三恵

- (56)参考文献 特開2009-039716(JP,A)  
特開平04-349927(JP,A)  
特表2001-505818(JP,A)  
特開2013-052387(JP,A)  
特開2003-135939(JP,A)  
特開2013-013898(JP,A)  
国際公開第98/025758(WO,A1)  
米国特許出願公開第2013/0056420(US,A1)  
特開昭62-011617(JP,A)  
特開平10-305216(JP,A)  
特開2008-012468(JP,A)  
特開2009-039695(JP,A)  
特開2009-226338(JP,A)  
特開2012-072380(JP,A)  
特表2001-509431(JP,A)  
国際公開第99/002248(WO,A1)  
国際公開第03/026779(WO,A1)  
米国特許出願公開第2008/0004205(US,A1)  
特開2012-082396(JP,A)  
特開2007-296525(JP,A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D 69/00  
B01D 39/16  
B01D 69/06  
C08J 9/26