



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109070020 B

(45) 授权公告日 2022. 08. 09

(21) 申请号 201780024904.X
 (22) 申请日 2017.03.17
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 109070020 A
 (43) 申请公布日 2018.12.21
 (30) 优先权数据
 62/310,378 2016.03.18 US
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2018.10.22
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/US2017/022913 2017.03.17
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02017/161241 EN 2017.09.21
 (73) 专利权人 恩特格里斯公司
 地址 美国马萨诸塞州
 (72) 发明人 W·M·才 J·A·J·亚贝尔
 V·G·戈埃尔 V·卡利亚尼
 A·丹尼斯
 (74) 专利代理机构 北京律盟知识产权代理有限
 责任公司 11287
 专利代理师 顾晨昕

(51) Int.Cl.
 B01D 71/26 (2006.01)
 (56) 对比文件
 US 5217802 A, 1993.06.08
 US 5217802 A, 1993.06.08
 US 2010272941 A1, 2010.10.28
 CN 104902988 A, 2015.09.09
 WO 2004026929 A1, 2004.04.01
 EP 2060315 A2, 2009.05.20
 EP 2268386 A1, 2011.01.05
 US 2008206624 A1, 2008.08.28
 US 2007208092 A1, 2007.09.06
 EP 2157430 B1, 2012.12.19
 JP H0199606 A, 1989.04.18
 JP 2010534557 A, 2010.11.11
 CN 101948606 A, 2011.01.19
 CN 103272484 A, 2013.09.04
 US 2010167100 A1, 2010.07.01
 J Lee at al. Synthesis of
 perfluorinated ionomer membranes for
 electrochemical cells.《JOURNAL OF THE
 ELECTROCHEMICAL SOCIETY》.1986,第133卷(第3
 期),

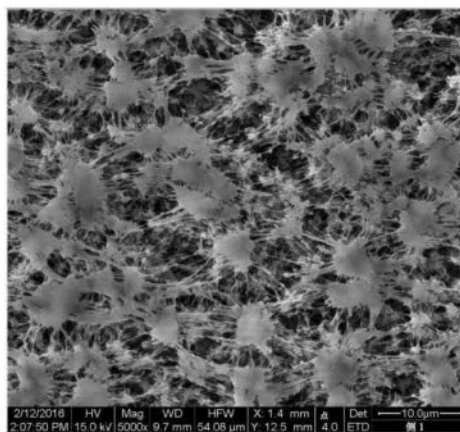
审查员 汤瑜凤

权利要求书1页 说明书20页 附图3页

(54) 发明名称
 用于排气、除气和薄膜蒸馏方法中的疏水性
 聚乙烯薄膜

(57) 摘要
 本文描述聚乙烯薄膜和尤其超高分子量聚
 乙烯薄膜,其提供高空气渗透率并且具有疏水
 性。所述薄膜具有小孔隙并且适于通过曝光于γ
 辐射来灭菌。所述薄膜可通过涉及伸展所述薄膜
 和将疏水性单体接枝于所述薄膜表面上中之一
 或多者的方法来制备。可将全氟化单体、例如丙
 烯酸全氟正辛基酯接枝于所述薄膜的一或多个
 表面上。与未伸展或未接枝的薄膜相比,所述薄

膜具有高流速。



CN 109070020 B

1. 一种经接枝多孔超高分子量聚乙烯薄膜,其包含:

- a) 在10psi下测量时在4.9slpm/cm²到9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率;
- b) 在15达因/cm到25达因/cm范围内的表面能;
- c) 在80:20甲醇:水溶液中测量时在5psi到25psi范围内的液体侵入压力;和
- d) 全氟化单体,其接枝到所述超高分子量聚乙烯薄膜的一或多个表面上。

2. 根据权利要求1所述的经接枝多孔超高分子量聚乙烯薄膜,其中所述全氟化单体包含丙烯酸全氟正烷基酯或丙烯酸全氟正辛基酯。

3. 根据权利要求1所述的经接枝多孔超高分子量聚乙烯薄膜,其中所述经接枝多孔超高分子量聚乙烯薄膜具有细菌滞留性。

4. 根据权利要求1所述的经接枝多孔超高分子量聚乙烯薄膜,其中所述超高分子量聚乙烯薄膜是单轴伸展或双轴伸展的。

5. 一种排气薄膜,其包含: γ 辐射稳定型多孔超高分子量聚乙烯薄膜和接枝到所述多孔超高分子量聚乙烯薄膜的一或多个表面的全氟化单体;所述排气薄膜通过ASTM F838-05测定具有细菌滞留性并且具有:

- a) 在10psi下测量时在4.9slpm/cm²到9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率;
- b) 在15达因/cm到25达因/cm范围内的表面能;和任选地,
- c) 在机器方向上测量以毫米/毫米计的0.2mm/mm到0.3mm/mm的拉伸应变,并且在用至少25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理所述排气薄膜后,所述排气薄膜具有在横跨网板方向上测量以兆帕计的5MPa到8MPa的拉伸应力和以毫米/毫米计的0.3mm/mm到0.5mm/mm的拉伸应变。

6. 根据权利要求5所述的排气薄膜,其中所述多孔超高分子量聚乙烯薄膜是单轴伸展或双轴伸展的。

7. 一种制备表面改性的多孔超高分子量聚乙烯薄膜的方法,其包含:

- a) 使超高分子量聚乙烯薄膜与包含二苯甲酮的醇溶液接触;
- b) 使所述超高分子量聚乙烯薄膜与接枝溶液接触以表面改性所述薄膜,所述接枝溶液包含:
 - i) 全氟化单体;和
 - ii) 十甲基三硅氧烷;和
- c) 使所述薄膜曝光于电磁辐射,由此产生表面改性的多孔超高分子量聚乙烯薄膜。

8. 根据权利要求7所述的制备表面改性的多孔超高分子量聚乙烯薄膜的方法,其中使所述超高分子量聚乙烯薄膜与接枝溶液接触包含伸展所述多孔超高分子量聚乙烯薄膜,其中所述多孔超高分子量聚乙烯薄膜具有在机器方向上测量以兆帕计的12MPa到16MPa的拉伸应力和以毫米/毫米计的0.5mm/mm到0.9mm/mm的拉伸应变;及使所述经伸展超高分子量聚乙烯薄膜与所述接枝溶液接触。

9. 根据权利要求8所述的制备表面改性的多孔超高分子量聚乙烯薄膜的方法,其中所述经伸展超高分子量聚乙烯薄膜具有在横跨网板方向上测量以兆帕计的6MPa到8.5MPa的拉伸应力和以毫米/毫米计的1.0mm/mm到1.8mm/mm的拉伸应变。

用于排气、除气和薄膜蒸馏方法中的疏水性聚乙烯薄膜

[0001] 相关申请案的交叉参考

[0002] 本申请案主张于2016年3月18日提出申请的美国临时申请案第62/310,378号的权益,所述案件的全部内容以引用方式并入本文中。

背景技术

[0003] 疏水性薄膜可用于各种工艺中,包括排气、除气和薄膜蒸馏。

[0004] 在各种制造工艺(包括医药制造)中执行排气操作以在生物反应器中维持无菌环境。通常,排气操作允许气体从室(例如反应室)排气,同时预防水和病原体(例如细菌、病毒和真菌)进入室中。在此意义上,薄膜充当过滤器。排气装置在业内习知,例如描述于美国专利第8,852,324号和第8,430,114号中者,并且疏水性薄膜通常是所述装置和类似装置的组件。

[0005] 对于上文所描述的三种工艺中的每一者,薄膜应满足某些性能需求。薄膜应尽可能的疏水,同时防止水穿过薄膜。相关地,薄膜在与水或另一润湿溶剂(例如40%异丙醇(IPA)水溶液)接触时应不润湿。薄膜的孔径应足够小以便防止病原体穿过薄膜。薄膜需要可灭菌,此意味着其在曝光于 γ 辐射时应维持其结构完整性。另外,期望薄膜允许高的气体流速。

[0006] 薄膜目前用于除气操作中,但期望在上文所概述准则中的一或多者方面改良其性能。例如,聚四氟乙烯(PTFE)薄膜是疏水性的并且允许高的空气渗透率,但无法利用 γ 辐射来灭菌。聚二氟亚乙烯(PVDF)薄膜不具有高空气渗透率并且不如PTFE疏水,且因此在某些条件下可能润湿。聚乙烯薄膜(包括超高分子量聚乙烯薄膜)不如PTFE疏水,且因此其可能容易润湿并且视其为不适宜用于排气、除气和薄膜蒸馏中。因此,期望薄膜在上文所述准则中的一或多者方面具有改良的性质。

发明内容

[0007] 本发明的实施例包括表面改性的多孔聚乙烯薄膜,其具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi下测量时),在约15达因/cm(dyne/cm)到约25达因/cm范围内的表面能量、在约5psi到约25psi范围内的液体侵入压力(在测量80:20甲醇:水溶液中时),和全氟化单体,所述单体改变薄膜的一或多个表面的表面能量。在一些实施例中,聚乙烯薄膜的分子量可在约2,000,000道尔顿(Dalton)到约9,000,000道尔顿的范围内。全氟化单体可为全氟丙烯酸酯或丙烯酸全氟正烷基酯,例如丙烯酸全氟正辛基酯。在一些变化形式中,空气渗透率可在约4.9slpm/cm²到约6.1slpm/cm²的范围内(在约10psi下测量时),或为约5.4slpm/cm²(在约10psi下测量时)。在一些变化形式中,表面能量可在约21达因/cm到约23达因/cm的范围内,或为约21.5达因/cm。在一些变化形式中,液体侵入压力可在约20psi到约25psi的范围内(在80:20甲醇:水溶液中测量时),或为约22psi(在80:20甲醇:水溶液中测量时)。在一个具体变化形式中,空气渗透率为约5.4slpm/cm²(在约10psi下测量时),表面能量为约21.5达因/cm,并且液体侵入压力为约22psi(在80:20甲醇:

水溶液中测量时)。在本发明的一些变化形式中,薄膜可在改性薄膜的表面之前单轴或双轴地伸展。所述薄膜是具有细菌滞留性的薄膜,例如通过ASTM F838-05 (2013) 所测定。

[0008] 本发明的一个实施例是包含经伸展多孔聚乙烯薄膜和改性经伸展多孔聚乙烯薄膜的一或多个表面的全氟化单体的排气薄膜;排气薄膜具有细菌滞留性(如通过ASTM F838-05/R (2013) 所测定)并且具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi下测量时);和在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。

[0009] 在一些变化形式中,聚乙烯薄膜的分子量为约1,000,000道尔顿到约9,000,000道尔顿或约1,500,000道尔顿到约2,500,000道尔顿。

[0010] 在排气薄膜的一些实施例中,在改性薄膜的表面之前或之后,聚乙烯薄膜是双轴伸展的。在所揭示的一些实施例中,排气薄膜具有约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且在用至少约25kGy剂量的 γ 射线 γ 辐射处理排气薄膜之后,排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0011] 在本发明的一些实施例中,经伸展多孔聚乙烯薄膜是超高分子量聚乙烯。在其它实施例中,经伸展聚乙烯薄膜是具有可在约100,000道尔顿到约1,000,000道尔顿范围内的分子量的聚乙烯。聚乙烯的分子量可使用如本文所描述的马克-豪威克方程式(Mark-Houwink equation)来测定。

[0012] 在排气薄膜的一些实施例中,全氟化单体是丙烯酸全氟正烷基酯,例如丙烯酸全氟正辛基酯。

[0013] 在排气薄膜的一些实施例中,排气薄膜具有在约21达因/cm到约23达因/cm范围内的表面能量。

[0014] 在排气薄膜的一些实施例中,排气薄膜在用一定剂量的 γ 射线 γ 辐射处理之前具有约12MPa到约16MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.5mm/mm到约0.9mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且排气薄膜具有约6MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和1.0mm/mm到1.8mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0015] 另一本发明的实施例是包含 γ 辐射稳定型多孔聚合物薄膜和改性多孔聚合物薄膜的一或多个表面的全氟化单体的排气薄膜。排气薄膜具有细菌滞留性,如通过ASTM F838-05所测定。排气薄膜具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi下测量时),并且具有在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理排气薄膜之后,排气薄膜具有约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得)并且排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0016] 在另一方面中,本文描述制备接枝、多孔聚乙烯(PE)薄膜的方法,在一些变化形式中所述薄膜可为超高分子量聚乙烯薄膜(UPE)。所述方法可包括使聚乙烯薄膜与包含二苯甲酮的醇溶液接触,使聚乙烯薄膜与接枝溶液接触,和使薄膜曝光于电磁辐射,由此产生经接枝的多孔聚乙烯薄膜。聚乙烯薄膜的分子量可在约1,000,000道尔顿到约9,000,000道尔顿或约1,500,000道尔顿到约2,500,000道尔顿的范围内。接枝溶液可包括全氟化单体和十

甲基三硅氧烷。在一些情况中,全氟化单体是全氟丙烯酸酯或丙烯酸全氟正烷基酯,例如丙烯酸全氟正辛基酯。经接枝多孔薄膜可具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内、例如在约4.9slpm/cm²到约6.1slpm/cm²范围内或约5.4slpm/cm²的空气渗透率(在约10psi(69kPa)下测量时)。经接枝多孔薄膜可具有在约15达因/cm到约25达因/cm范围内、例如在约21达因/cm到约23达因/cm范围内或约21.5达因/cm的表面能量。经接枝多孔薄膜可具有在约5psi到约25psi范围内、例如在约20psi到约25psi范围内或约22psi的液体侵入压力,所有都是在80:20甲醇水溶液中测量时。

[0017] 本文所描述的薄膜提供改良的流动特征以用于排气、除气和薄膜蒸馏工艺中。伸展PE或UPE薄膜显著增加空气渗透率(如通过空气渗透率测得),但不会引起孔径相应大的增加。用疏水性单体改性薄膜的表面产生更具疏水性的薄膜。薄膜还保持其结构完整性,此在薄膜经受压力时较为重要。另外,所得经接枝PE或UPE薄膜可在曝光于 γ 辐射时进行灭菌。

附图说明

[0018] 前文根据如附图中所图解说明的本发明的实例性实施例的下列更具体描述将显而易见,其中贯穿不同视图类似参考特性是指相同部件。所述图式未必按比例,而重点在于图解说明本发明的实施例。

[0019] 图1A-B是未伸展(图1A)和经伸展(图1B)对称UPE薄膜的相应扫描电子显微镜(SEM)图像。在图1A-B中使用5000 \times 放大率。

[0020] 图2A-B绘示未伸展的UHMWPE薄膜(蓝色)和经伸展UHMWPE薄膜(红色)在机器方向(MD)(图2A)和横跨网板(CW)方向(图2B)上的应力-应变曲线。在伸展约8倍(MD)和5.5倍(CW)之后,薄膜的断裂拉伸应变降低。

[0021] 图3A-B绘示经伸展UHMWPE薄膜(绿色虚线)、 γ 曝光的经伸展UHMWPE薄膜(红色)和 γ 曝光的经伸展并且表面经改性的UHMWPE薄膜(蓝色)在机器方向(MD)(图3A)和横跨网板(CW)方向(图3B)上的应力-应变曲线。相对于 γ 曝光之前的经伸展薄膜, γ 曝光之后经伸展和表面经改性的经伸展薄膜的断裂拉伸应变降低约2.5倍(MD)和3.3倍(CW)。在 γ 曝光之后,经改性和未经改性的经伸展薄膜的断裂拉伸应变是相同的,从而指示表面改性对经伸展薄膜的机械性质具有最小影响。

[0022] 图4是接枝前(虚线)和接枝后(实线)使用实例5的经伸展薄膜的IR光谱的实例。为清楚起见,接枝后光谱较高地偏移0.6个吸收率单位。在表面改性之后,经接枝薄膜在1760cm⁻¹处(对应于酯基团)和在1289cm⁻¹到1114cm⁻¹范围内(对应于碳-氟伸展)显示特征峰。

具体实施方式

[0023] 尽管已参照本发明的实例性实施例显示并描述了本发明,但所属领域技术人员应理解,可对其形式和细节作出各种改变,此并不背离所附权利要求书所涵盖的本发明的范围。

[0024] 尽管描述各种组合物和方法,但应理解本发明并不限于所描述的具体组合物、设计、方法或方案,这是因为所述要素可有所变化。还应理解,说明中所使用的术语仅出于描

述具体变化形式的目的而非打算限制本发明的范围,本发明的范围仅受限于所附权利要求书。

[0025] 还必须注意,如本文和所附权利要求书中所使用,除非上下文另外明确指示,否则单数形式“一(a、an)”和“所述(the)”包括复数个指示物。因此,例如,在提及“薄膜”时是提及一或多种薄膜和其为所属领域技术人员已知的等效物等等。除非另有定义,否则本文所使用的所有技术和科学术语都具有与所属领域技术人员通常所理解相同的含义。可使用与本文所描述者类似或等效的方法和材料来实践或测试本发明。本文所提及的所有出版物都以全文引用方式并入。本文中的内容都不应视为承认本发明没有资格早于根据先前发明的所述揭示内容。“可选的”或“任选地”意指可发生或可不发生随后所述的事件或情况,和描述包括事件发生的情形和事件不发生的情形。本文中的所有数值都可由术语“约”来修饰,无论明确指示与否。术语“约”通常指所属领域技术人员将认为与所列举值等效(即,具有相同功能或结果)的数值范围。在一些变化形式中,术语“约”是指所述值的 $\pm 10\%$,在其它变化形式中,术语“约”是指所述值的 $\pm 2\%$ 。尽管组合物和方法是以“包含(comprising)”各种组分或步骤(理解为意指“包括(但不限于)”)来描述,但所述组合物和方法还可“基本上由各种组分和步骤组成”或“由其组成”,所述术语应理解为定义基本上封闭的成员组。

[0026] 下文描述本发明的实例性实施例。

[0027] 在本发明的实施例中排气薄膜包括具有改性多孔薄膜的一或多个表面的全氟化单体的 γ 辐射稳定型多孔聚合物薄膜。所述排气薄膜具有疏水性并且具有细菌滞留性。在本发明的一些实施例中,排气薄膜包括具有改性聚乙烯薄膜的一或多个表面的全氟化单体的经伸展多孔聚乙烯薄膜。所述排气薄膜具有疏水性,可利用 γ 辐射来灭菌,具有细菌滞留性,并且具有高于未伸展聚乙烯薄膜的空气渗透率。

[0028] 为产生具有改良的性能特征和疏水性的薄膜,以两种方式改性 γ 稳定多孔聚合物薄膜(如UPE薄膜)。首先,可伸展薄膜,此改良空气渗透率性质而基本上不增加薄膜的孔径。具体来说,与未伸展的UPE薄膜相比,经伸展UPE薄膜已证实在空气渗透率方面增加了一个数量级,如通过如一般实验部分中所描述的空气渗透率测试所测定。值得注意地,空气渗透率的此显著增加并未伴随视觉起泡点的类似降低,此测试用来评价薄膜的孔径,其还描述于一般实验部分中。在一个实例性实施例中,空气渗透率从约0.49标准升/分钟/ cm^2 (薄膜面积)(对于未伸展UPE薄膜来说)改良到约5.9标准升/分钟/ cm^2 (对于伸展UPE薄膜来说)。在相同实例性实施例中,经伸展UPE薄膜的视觉起泡点(在60:40IPA水溶液中测得)从约32psi(221kPa)降低到约19psi(131kPa)。在另一实例性实施例中,伸展使空气渗透率从约1.97slpm/ cm^2 增加到约9.4slpm/ cm^2 ,而仅使视觉起泡点(在60:40IPA水溶液中测得)从约19psi降低到约12psi。

[0029] 其次,可用单体改性薄膜的表面以降低薄膜表面能量,此对应于疏水性的增加。在一个具体实例性实施例中,经接枝UPE薄膜具有低于PTFE的表面能量,所述PTFE是高度疏水性薄膜。

[0030] 通常,首先伸展薄膜,且然后将单体接枝于薄膜的表面。然而,还可首先将单体接枝于薄膜上且然后伸展薄膜。

[0031] 本文所描述的表面改性的聚乙烯多孔薄膜具有特别可用于排气、除气和薄膜蒸馏工艺的性质。值得注意地,所述薄膜提供高空气渗透率,因此有利于空气或其它气体的通量

穿过薄膜。薄膜还具有低表面能量,从而其具有疏水性,其疏水性通常等于或大于PTFE薄膜。另外,薄膜具有等于或高于0.2微米PTFE薄膜的液体侵入压力的液体侵入压力。

[0032] 在一些变化形式中,排气薄膜具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi (69kPa) 下测量时)。在其它实施例中,薄膜具有在约4.9slpm/cm²到约6.1slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi (69kPa) 下测量时)。在其它变化形式中,薄膜具有约5.4slpm/cm²的空气渗透率(在约10psi (69kPa) 下测量时)。空气渗透率可根据一般实验部分中所描述的空气渗透率测试来评价。

[0033] 在一些变化形式中,薄膜具有在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。在其它变化形式中,薄膜具有在约21达因/cm到约23达因/cm范围内的表面能量。在又一变化形式中,薄膜具有在约21.5达因/cm范围内的表面能量。表面张力或表面能量可根据实例6中所描述的测试来评价。

[0034] 在一些变化形式中,薄膜具有在约15psi到约25psi范围内的液体侵入压力,如在80:20甲醇:水溶液中测得。在其它变化形式中,薄膜具有在约20psi到约25psi范围内的液体侵入压力(在80:20甲醇:水溶液中测量时)。在又一变化形式中,薄膜具有约22psi的液体侵入压力(在80:20甲醇:水溶液中测量时)。液体侵入压力可根据实例7中所描述的液体侵入压力测试来评价。

[0035] 可伸展和接枝的聚乙烯多孔薄膜可包括对 γ 辐射稳定者,使得约25kGy剂量的 γ 辐射使经伸展多孔聚乙烯薄膜的抗拉强度改变在机器方向上小于约60%和在横跨网板方向上小于约70%。在一些实施例中包含聚乙烯的多孔薄膜的分子量可大于约1,000,000道尔顿且小于约6,000,000道尔顿。

[0036] 经伸展多孔聚乙烯薄膜可通过与无定形更强的未伸展多孔聚乙烯薄膜相比聚合物链的增加的定向来鉴别。与未经伸展薄膜相比,聚合物链或结晶度的增加的定向可通过x射线衍射来测量,或通过经伸展多孔薄膜的差示扫描量热法(DSC)来测定。伸展薄膜的聚合物链或结晶度的增加的定向还可通过材料的抗拉强度来测定。

[0037] 在本发明的实施例中,薄膜的断裂拉伸应变在伸展后降低约8倍(MD)和约5.5倍(CW)。在一些实施例中,未经伸展多孔聚乙烯薄膜具有约10MPa到约14MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约4.5mm/mm到约5.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且未经伸展薄膜具有约6.5MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约7.0mm/mm到约9.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。在一些实施例中,经伸展多孔聚乙烯薄膜具有约12MPa到约16MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.5mm/mm到约0.9mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得)并且排气薄膜具有约6MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约1.0mm/mm到约1.8mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0038] 本文所揭示的多孔薄膜、排气薄膜和排气过滤器的 γ 辐射处理可在约25kGy的剂量或大于约25kGy的剂量下进行。在一些实施例中,排气薄膜可具有约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且在用至少约25kGy剂量的 γ 射线 γ 辐射处理排气薄膜之后,排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。尤其在 γ 处理后,排气薄膜的高拉伸应力和拉伸应变

是有利的,并且在使用期间提供整体排气薄膜,其中排气薄膜可发生屈曲,从而可导致排气薄膜失效、试样污染和工艺中断。

[0039] 在本发明的实施例中,排气薄膜和排气过滤器的孔径的特征可在于薄膜的细菌滞留或起泡点。在本文所揭示的实施例中,排气薄膜具有细菌滞留,如通过过滤器对流体进行灭菌和通过ASTM F838-05 (2013) 中所描述(其以全文引用方式并入本文中并且还如实例8中所描述)的测试的能力测得。例如,在测定用于液体过滤的薄膜过滤器的细菌滞留的标准测试方法(Standard Test Method for Determining Bacterial Retention of Membrane Filters Utilized for Liquid Filtration)中,过滤器可保持 1×10^7 个菌落形成单位(cfu)/ cm^2 攻击细菌(通常缺陷短波单胞菌(*B. diminuta*))的最小值。在本发明的实施例中,排气薄膜可包括除细菌滞留以外还在于40%去离子水中的60% IPA(v/v)中具有约12磅/平方英寸(psi)到小于约32磅/平方英寸(psi)的视觉起泡点者。在一些实施例中,排气薄膜的起泡点在约12psi到约19磅/平方英寸之间。

[0040] 在一些实施例中,基础的未经改性的多孔薄膜是超高分子量聚乙烯薄膜(还称为UHMWPE薄膜或UPE薄膜)。聚乙烯薄膜和具体来说UPE是有利的,因为与UPE薄膜的未伸展的对应体相比,UPE薄膜的空气渗透率可通过以下方式而显著改良:双轴伸展薄膜以使空气渗透率增加一个数量级或约4倍到约12倍,同时不显著削弱薄膜,如通过薄膜的拉伸应力和拉伸应变测得。与其未伸展的对应体相比,尽管空气渗透率显著改变,但薄膜有利地保持其相对较小的孔隙大小。保持小孔隙可防止细菌在使用期间穿过薄膜。

[0041] 在权利要求书和说明书中,提及本发明实施例中的“聚乙烯薄膜”和“PE”是提及具有在约10psi到约40psi间的IPA起泡点并且具有在约100,000道尔顿到约9,000,000道尔顿间的分子量的多孔聚乙烯薄膜。提及本发明实施例中的“超高分子量聚乙烯薄膜”或“UPE薄膜”是提及具有在约10psi到约40psi间的IPA起泡点并且具有在约1,000,000道尔顿到约9,000,000道尔顿间的分子量的多孔超高分子量聚乙烯薄膜。具有在约10psi到约40psi之间的IPA起泡点并且具有小于UPE的分子量的多孔聚乙烯薄膜可通过其分子量或分子量范围(例如小于约1,000,000道尔顿或约100,000道尔顿到约400,000道尔顿)来描述。各种聚乙烯(包括UPE)的分子量可如下以测定粘度的方式来测定:根据测试方法ASTM D4020-05,通过测量固有粘度[IV]并通过马克-豪威克方程式 $M = K[IV]^{\alpha}$ 换算此值,其中对于ASTM D4020-5,常数K是53,700, α 是1.37并且M具有克/分子的单位并且IV具有分升/克的单位(例如还参见H.L. 瓦格纳(H.L. Wagner),物理与化学参考数据期刊(J. Phys. Chem. Ref. Data),第14卷,第2期,1985)。对于具有在约16分升/克(dL/g)到约20dL/g之间的固有粘度的UPE,使用ASTM D4020-5方法和马克-豪威克方程式,分子量范围为约240万到约330万。

[0042] UPE薄膜通常是从具有大于约1,000,000的分子量的树脂形成。在一些实施例中,UPE的分子量在约2,000,000道尔顿到约9,000,000道尔顿的范围内。尽管本文中的实例和实施例是参考UPE来描述,但原理同样适用于低于约1,000,000道尔顿的UPE截止值的聚乙烯薄膜。

[0043] 为制备聚乙烯薄膜,首先挤出聚合物(如UPE)并使其形成为多孔薄膜。在一个实施例中,将约200万到400万分子量的UPE与溶剂(例如矿物油和邻苯二甲酸二辛基酯)合并,从而形成具有约10-20%固体组成的浆液。在另一实施例中,可将UPE与溶剂(例如矿物油和癸二酸二丁基酯)合并,其中固体组成低到12%或高达19%的固体。将浆液置于挤出机(例如

单螺或双螺挤出机)的内部,并且在190℃与275℃之间任一者的温度下将UPE处理成粘性物质(例如,凝胶或乳液)。接下来,通过冲模吸拉粘性物质,此使得形成厚胶带或膜。然后在具有介于80℃与110℃之间的温度的温度受控型旋转筒上骤冷膜。骤冷膜的工艺使得其从胶凝粘性物质变为固体,所述固体可处置为网板。筒的旋转速度可变化使得其圆周的线速度介于5fpm与25fpm之间。在所述工艺的此阶段,至少部分地形成薄膜结构;然而,溶剂仍可存在于孔结构内和聚合物基质中,从而容许提高聚合物链移动性。在骤冷筒之后,下游真空辊、橡胶辊或轧辊可使薄膜在机器方向上伸展0-200%中的任一者。在此步骤中薄膜的最终厚度可为20 μ m到100 μ m。

[0044] 在形成薄膜之后,通过(例如)蒸发或萃取去除溶剂,从而产生基础薄膜。在一些变化形式中,孔形成剂留于UPE中直到完成另一伸展工艺。

[0045] 本文所描述的UPE薄膜可具有各种几何构形,尤其例如平坦薄片、波纹薄片、打褶薄片和中空纤维。薄膜尤其可由网板、网状物和笼状物支撑或未支撑。薄膜支撑物可为各向同性或各向异性、经剥皮或未经剥皮、对称或不对称、所述的任一组合或可为包括一或多个滞留性层和一或多个支撑层的复合薄膜。在各个实施例中,排气薄膜可通过融合结合、用化学相容的粘着剂结合或使用机械密封圈(例如o形环或垫圈)连接而结合或固定到 γ 辐射稳定型外壳或其它支撑物。外壳可具有流体入口和流体出口,并且流体结合到外壳的排气薄膜使外壳的入口和出口分开。结合到外壳的排气薄膜是整体式的。在一些实施例中,结合到外壳或支撑物的排气薄膜是整体式的(无针孔)并且具有以下中的一或多者或全部:约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理排气薄膜之后,排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得),可具有在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在约10psi下测量时),具有在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量,具有在约5psi到约25psi范围内的液体侵入压力(在80:20甲醇溶液中测量时),并且具有细菌滞留性,如通过ASTM F838-05/R(2013)所测定。

[0046] 在不对称薄膜的一个实例中,薄膜的一个面和区域上的孔径大于相对面和区域。在另一实例中,可存在不对称结构,其中薄膜的相对面(和区域)上的孔径较大,而薄膜的中心区域具有小于任一面的孔径(例如,滴漏)。在其它变化形式中,薄膜可遍及其厚度具有基本上对称的孔结构(遍及薄膜的厚度,孔径基本上相同)。

[0047] 在一方面中,为增强聚乙烯薄膜(例如UPE薄膜)的空气渗透率,可在萃取之后进一步伸展薄膜。在一些实施例中,薄膜可在机器方向(纵长)、横向(跨越薄膜的宽度)或二者上伸展。在一个方向上伸展通常称作单轴伸展,而在两各方向上伸展通常称作双轴伸展。通常但不一定地,机器方向和横向彼此垂直。

[0048] 在伸展工艺期间,通常加热聚乙烯或UPE薄膜,此可改良伸展方法。对于沿机器方向和横向的伸展,薄膜经加热的温度可能有所不同。通常,将PE或UPE薄膜加热到介于约80℃与约120℃之间,例如约100℃,并且在机器方向和横向二者上伸展。

[0049] 在如前述段落中所描述预热之后,薄膜可在两组轧辊(还称为封闭式辊)之间伸展。第二轧辊的速度通常高于第一轧辊的速度,此促进薄膜的伸展。通过轧辊伸展可使薄膜在机器方向上伸展,此增加薄膜的长度并且降低薄膜的宽度。在一些实施例中,薄膜在机器

方向上伸展约2倍到约8倍。在其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约2倍到约5倍。在再其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约2倍到约2.5倍。在一些实施例中,薄膜在机器方向上伸展约1.7倍到约8倍。在其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约1.7倍到约5倍。在再其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约1.7倍到约2.5倍。

[0050] 接下来,通过在机器方向上行进的夹具将薄膜进给到拉幅机中而在横向(还称为横跨网板方向)上伸展薄膜。夹具通过预热烘箱行进且然后通过呈V型的伸展区烘箱行进,此增加薄膜的宽度。作为一个实例,预热烘箱为约100℃并且伸展区为约105℃。接下来,薄膜通过退火区行进,其中夹具保持平行。退火区的温度通常较伸展区高约5℃到约15℃,但较聚合物的熔点低至少约5℃。在一些实施例中,薄膜在横向上伸展约2倍到约8倍。在其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约2倍到约5倍。在再其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约2.5倍到约3.5倍或约3倍。在再其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展倍约3倍。在一些实施例中,薄膜在横向上伸展约1.7倍到约8倍。在其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约1.7倍到约5倍。在再其它实施例中,薄膜在机器方向上伸展约2.5倍到约3.5倍或约3倍。

[0051] 在采用单轴伸展的实施例中,伸展可在机器方向上在约18-120℃的范围内在一组拉伸辊、轧辊或真空辊之间进行。在一些实施例中,伸展可在室温(大致18-22℃)下进行。第二拉伸辊的速度通常高于第一轧辊的速度,此促进薄膜的伸展。通过辊伸展可在机器方向上伸展薄膜,此可增加薄膜的长度并且可降低薄膜的宽度或厚度。在一些实施例中,薄膜在机器方向上伸展高达约0.5倍到约80-50%倍。此外,可控制网板的张力使得可进一步伸展约0-25%。

[0052] 通过机器方向和横向伸展器的薄膜速度可有所变化,并且不同的速度将在机器方向和横向上引起不同量的伸展。伸展操作可在每一方向上执行多次,例如,在每一方向上2次、3次或更多次。在一个实施例中,薄膜首先在机器方向上伸展到所需分率,且然后在横向上伸展到所需分率。

[0053] 在伸展后,可执行退火工艺以热固定薄膜并提供更大的尺寸稳定性。退火工艺可在100℃到高达135℃之间加热网板。基于工艺的速度,加热薄膜的滞留时间可在约0.5min与高达5分钟之间。

[0054] 在本文所揭示的实施例中,聚乙烯薄膜和UPE薄膜是多孔的并且具有在约6微米到约40微米或约20微米到约40微米的范围内的伸展后厚度。在优选实施例中,UPE薄膜具有在约25微米到约35微米范围内或在约27微米到约30微米范围内的伸展后厚度。较薄薄膜在薄膜内具有较小压力损失,此有助于改良空气渗透率。经伸展薄膜的厚度高度依赖于薄膜的起始厚度和伸展比。因此,较薄的伸展薄膜可通过利用较薄的薄膜开始来制备。

[0055] 本发明者已发现在各个实施例中伸展聚乙烯多孔薄膜或UPE多孔薄膜可显著增加空气渗透率而不引起薄膜的孔径显著增加。根据公式(I),伸展薄膜可降低聚乙烯薄膜或UPE薄膜的表观密度。例如,与未伸展的PE或UPE薄膜相比,伸展的PE或UPE薄膜具有更高孔隙度和因此更低表观密度。

[0056] 表观密度=重量/(面积×厚度)(I)

[0057] 可通过用疏水性单体表面改性 γ 稳定多孔薄膜(例如聚乙烯多孔薄膜或UPE薄膜)增加排气薄膜的疏水性。在一些实施例中,可通过将疏水性单体接枝于聚乙烯或UPE薄膜的表面上来增加聚乙烯或UPE薄膜的疏水性。接枝是指将某一部分(例如单体或其它分子)以

化学方式连接到聚合物多孔薄膜表面(包括多孔薄膜的内部孔表面)。在其它实施例中,可利用其它疏水性单体涂覆多孔PE或UPE薄膜,而非接枝。疏水性单体能通过自由基聚合来聚合并且可经交联以提供聚乙烯或UPE薄膜,例如,与接枝相反,用从疏水性单体和交联剂形成的交联聚合物直接涂覆于薄膜的整个表面上。单体和交联剂可用来自能量来源(例如紫外线灯)的能量聚合,并且表面改性的多孔薄膜具有与未经涂覆的薄膜基本上相同(在10%或更少内)的空气渗透率。

[0058] 经接枝的单体是氟化单体,优选地全氟化单体,二者均可降低薄膜的表面能量。表面能量的降低对应于薄膜疏水性的增加。全氟化化合物是仅含有碳-氟键、碳-碳键的有机氟化合物并且可含有其它杂原子。氟化化合物可含有一些碳-氢键。氟化和全氟化单体具有(例如)在一个碳到二十个碳范围内的直链或具支链碳主链。主链中具有较多碳的单体和具有较大数量氟取代基的单体将产生具有降低的表面能量的接枝薄膜。

[0059] 在一些实施例中,经接枝的单体是全氟丙烯酸酯单体。在一些实施例中,单体是丙烯酸全氟正烷基酯单体。如本文所用术语“烷基”是指具有指定数量的碳原子并且经至少一个氟原子取代并且优选地全氟化的饱和脂肪族具支链或直链单价烃基团。适宜烷基的实例包括(例如)正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、正己基、正庚基、正辛基、正癸基、正十一烷基、正十二烷基、正十三烷基、正十四烷基、正十五烷基、正十六烷基、正十七烷基、正十八烷基、正十九烷基、正二十烷基、2-甲基丁基、2-甲基戊基、2-乙基丁基、3-甲基戊基、4-甲基戊基。在优选实施例中,单体是丙烯酸全氟正辛基酯。

[0060] 为将单体接枝于聚乙烯薄膜或UPE薄膜上,用醇(例如异丙醇(IPA))润湿薄膜。醇润湿溶液可包括II型光起始剂,例如二苯甲酮。接下来,将薄膜浸泡于接枝溶液(在下文实例中详述,以wt%计)中。在一个实施例中,接枝溶液含有溶解于十甲基三硅氧烷中的丙烯酸全氟正辛基酯。单体不溶于水中,并且适宜溶剂将充分地溶解单体而不溶解二苯甲酮,所述二苯甲酮沉积于薄膜上。一种所述适宜溶剂是十甲基三硅氧烷。可通过使用辊挤压薄膜(或类似处理)从多孔薄膜去除过量接枝溶液。然后将经浸渍薄膜曝光于电磁辐射或另一适宜能量来源以将部分接枝于多孔聚合物薄膜表面(包括内部孔表面)上。电磁辐射可在光谱的紫外部分内,或在一些情况中可在约200nm到约600nm的范围内。在曝光于电磁辐射之后,可在(例如)去离子(DI)水中洗涤薄膜且然后在甲醇中再次洗涤。在洗涤之后,可在烘箱中在约50°C下将薄膜干燥约5分钟到约15分钟。

[0061] 将疏水性单体接枝于聚乙烯薄膜或UPE薄膜上可降低薄膜的表面能量。表面能量的改变与接枝于薄膜上的单体的量相关。增加接枝溶液中单体的浓度可增加接枝于PE或UPE薄膜上的单体的量。降低和增加薄膜曝光于电磁辐射的持续时间有助于分别降低和增加接枝于PE或UPE薄膜上的单体的程度。增加和降低电磁辐射的强度还可分别增加和降低接枝的量。因此,改变接枝溶液中的单体浓度、曝光于电磁辐射的持续时间和电磁辐射的强度可改变所接枝单体的量和因此接枝薄膜的表面能量。

[0062] 孔隙度测定起泡点测试方法测量推动空气穿过薄膜的润湿孔隙所需要的压力。起泡点测试是测定或表征薄膜的孔径的熟知方法。

[0063] 可通过将干燥薄膜试样的碟盘(例如47mm碟盘)安装于夹持器中测定起泡点。将小体积的60:40IPA:水混合物置于薄膜的上游侧上以润湿薄膜。然后逐渐增加压力以通过薄膜的孔隙推动空气。从润湿薄膜的至少一个孔排出60%IPA所需要的最小压力测量薄膜的

视觉起泡点。

[0064] 表面能量还与表面张力相同,其代表力/单位长度,并且通常描述为断裂约1cm长度的膜所需要的力(达因)(例如,达因/cm)。对于薄膜,表面能量越高意味着薄膜的亲水性更强(或疏水性更差),并且表面能量越低意味着薄膜的亲水性更差(或疏水性更强)。除非另有所述,否则本文报告的所有表面能量值都是在室温下测得。经接枝薄膜通常具有低于未接枝薄膜的表面能量。

[0065] 本发明的薄膜根据预期用途而封装在适当设备中。适于排气的装置的实例描述于美国专利第8,852,324号和第8,430,114号中。适于除气的装置的实例描述于美国专利第5,053,060号中。适于薄膜蒸馏的装置的实例描述于美国专利公开案第2011/0132826A1号中。不同应用中的每一者均具有不同的孔径要求,如所属领域技术人员所了解。

[0066] 例示性实施例包括以下:

[0067] 实施例1.一种经接枝多孔聚乙烯薄膜,其包含:

[0068] a) 在10psi下测量时在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率;

[0069] b) 在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量;

[0070] c) 在80:20甲醇:水溶液中测量时在约5psi到约25psi范围内的液体侵入压力;和

[0071] d) 全氟化单体,其接枝到所述薄膜的一或多个表面上。

[0072] 实施例2.根据实施例1所述的薄膜,其中全氟化单体是丙烯酸全氟正烷基酯。

[0073] 实施例3.根据实施例1所述的薄膜,其中全氟化单体是丙烯酸全氟正辛基酯。

[0074] 实施例4.根据实施例1所述的薄膜,其中在10psi下测量时,空气渗透率在约4.9slpm/cm²到约6.1slpm/cm²的范围内。

[0075] 实施例5.根据实施例1所述的薄膜,其中在10psi下测量时,空气渗透率为约5.4slpm/cm²。

[0076] 实施例6.根据实施例1所述的薄膜,其中表面能量在约21达因/cm到约23达因/cm的范围内。

[0077] 实施例7.根据实施例1所述的薄膜,其中表面能量为约21.5达因/cm。

[0078] 实施例8.根据实施例1所述的薄膜,其中在80:20甲醇:水溶液中测量时,液体侵入压力在约20psi到约25psi的范围内。

[0079] 实施例9.根据实施例1所述的薄膜,其中在80:20甲醇:水溶液中测量时,液体侵入压力为约22psi。

[0080] 实施例10.根据实施例1所述的薄膜,其中在10psi下测量时,空气渗透率为约5.4slpm/cm²,表面能量为约21.5达因/cm,并且在80:20甲醇:水溶液中测量时液体侵入压力为约22psi。

[0081] 实施例11.根据实施例1所述的薄膜,其中薄膜具有细菌滞留性。

[0082] 实施例12.根据实施例1所述的薄膜,其中薄膜是单轴伸展或双轴伸展的。

[0083] 实施例13.根据实施例1所述的薄膜,其中薄膜展现对应于酯基团和对应于碳-氟伸展的IR吸收。

[0084] 实施例14.根据实施例13所述的薄膜,其中对应于酯基团的IR吸收是在约1760cm⁻¹处。

[0085] 实施例15.根据实施例13所述的薄膜,其中对应于碳-氟伸展的IR吸收在约

1289 cm^{-1} 与约1114 cm^{-1} 之间。

[0086] 实施例16.根据实施例13所述的薄膜,其中酯基团的面积除以对应于聚乙烯伸展的总峰面积为约0.024。

[0087] 实施例17.一种制备表面改性的多孔聚乙烯薄膜的方法,其包含:

[0088] a) 使聚乙烯薄膜与包含二苯甲酮的醇溶液接触;

[0089] b) 使所述聚乙烯薄膜与接枝溶液接触以表面改性所述薄膜,所述溶液包含:

[0090] i) 全氟化单体;和

[0091] ii) 十甲基三硅氧烷;和

[0092] c) 使所述薄膜曝光于电磁辐射,由此产生表面改性的多孔超高分子量聚乙烯薄膜。

[0093] 实施例18.根据实施例17所述的方法,其中全氟化单体是丙烯酸全氟正烷基酯。

[0094] 实施例19.根据实施例17所述的方法,其中全氟化单体是丙烯酸全氟正辛基酯。

[0095] 实施例20.根据实施例17所述的方法,其中在10psi下测量时,表面改性的多孔、超高分子量聚乙烯薄膜具有在约4.9slpm/ cm^2 到约9.4slpm/ cm^2 范围内的空气渗透率。

[0096] 实施例21.根据实施例17所述的方法,其中表面改性的多孔、超高分子量聚乙烯薄膜具有在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。

[0097] 实施例22.根据实施例17所述的方法,其中在80:20甲醇:水溶液中测量时,表面改性的多孔、超高分子量聚乙烯薄膜具有在约5psi到约25psi范围内的液体侵入压力。

[0098] 实施例23.一种聚乙烯薄膜,其具有在10psi下测量时在约5.9slpm/ cm^2 到约9.4slpm/ cm^2 范围内的空气渗透率和在约12psi到约19psi范围内的起泡点,其中聚乙烯薄膜具有在约2,000,000道尔顿到约9,000,000道尔顿范围内的分子量。

[0099] 实施例24.一种排气的方法,其包含使气体流过根据前述实施例中任一实施例进行表面改性的聚乙烯薄膜。

[0100] 实施例25.一种除气的方法,其包含使蒸气扩散穿过根据前述实施例中任一实施例进行表面改性的聚乙烯薄膜。

[0101] 实施例26.一种薄膜蒸馏的方法,其包含使蒸气穿过根据前述实施例中任一实施例进行表面改性的聚乙烯薄膜。

[0102] 实施例27.一种排气薄膜,其包含:经伸展多孔聚乙烯薄膜和改性经伸展多孔聚乙烯薄膜的一或多个表面的全氟化单体;所述排气薄膜具有细菌滞留性,如通过ASTM F838-05所测定,并且具有:

[0103] e) 在约4.9slpm/ cm^2 到约9.4slpm/ cm^2 范围内的空气渗透率(在10psi下测量时);和

[0104] f) 在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。

[0105] 实施例28.根据实施例27所述的排气薄膜,所述排气薄膜具有约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理之后所述排气薄膜,所述排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0106] 实施例29.根据实施例27到28中任一实施例所述的排气薄膜,其中经伸展多孔聚乙烯薄膜是双轴伸展的。

[0107] 实施例30.根据实施例27到29中任一实施例所述的排气薄膜,其中经伸展多孔聚乙烯薄膜是超高分子量聚乙烯。

[0108] 实施例31.根据实施例27到30中任一实施例所述的排气薄膜,其中全氟化单体包含丙烯酸全氟正烷基酯。

[0109] 实施例32.根据实施例27到31中任一实施例所述的排气薄膜,其中具有改性经伸展多孔聚乙烯薄膜的一或多个表面的全氟化单体的所述排气薄膜具有在21达因/cm到23达因/cm范围内的表面能量。

[0110] 实施例33.根据实施例27到32中任一实施例所述的排气薄膜,其中在 γ 辐射处理前所述经伸展多孔聚乙烯薄膜具有约12MPa到约16MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.5mm/mm到约0.9mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且所述经伸展聚乙烯薄膜具有约6MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约1.0mm/mm到约1.8mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0111] 实施例34.一种排气过滤器,其包含根据实施例27到33中任一实施例所述的排气薄膜,其中将排气薄膜固定到外壳。

[0112] 实施例35.一种制备排气薄膜的方法,其包含:

[0113] a) 用包含二苯甲酮的溶液润湿多孔聚乙烯薄膜,经伸展多孔聚乙烯薄膜具有约12MPa到约16MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.5mm/mm到约0.9mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得)并且所述经伸展聚乙烯薄膜具有约6MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约1.0mm/mm到约1.8mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得);

[0114] b) 使所述经伸展聚乙烯薄膜与接枝溶液接触,所述溶液包含:

[0115] i) 全氟化单体;和

[0116] ii) 十甲基三硅氧烷;和

[0117] c) 使薄膜曝光于电磁辐射,并将单体接枝到多孔聚乙烯薄膜上。

[0118] 实施例36.根据实施例35所述的排气薄膜,其中所述多孔聚乙烯薄膜是双轴伸展的。

[0119] 实施例37.根据实施例35到36中任一实施例所述的排气薄膜,其中所述多孔聚乙烯薄膜是超高分子量聚乙烯。

[0120] 实施例38.根据实施例35到37中任一实施例所述的排气薄膜,其中全氟化单体包含丙烯酸全氟正烷基酯。

[0121] 实施例39.一种由根据实施例35到38中任一实施例所述的方法制得的排气薄膜,所述排气薄膜具有细菌滞留性(如通过ASTM F838-05所测定)并且具有:

[0122] g) 在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率(在10psi下测量时);和

[0123] h) 在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量。

[0124] 实施例40.根据实施例39所述的排气薄膜,所述排气薄膜具有约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理所述排气薄膜后所述排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0125] 实施例41.一种排气薄膜,其包含: γ 辐射稳定型多孔聚合物薄膜和改性多孔聚合物薄膜的一或多个表面的全氟化单体;所述排气薄膜具有细菌滞留性(如通过ASTM F838-05所测定)并且具有:

[0126] i) 在10psi下测量时在约4.9slpm/cm²到约9.4slpm/cm²范围内的空气渗透率;

[0127] j) 在约15达因/cm到约25达因/cm范围内的表面能量;和

[0128] 如在机器方向上所测量约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计),并且在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理所述排气薄膜后,所述排气薄膜具有如在横跨网板方向上所测量约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)。

[0129] 实例

[0130] 一般实验:薄膜伸展

[0131] 在100℃下预热UPE薄膜。然后,用两个轧辊(封闭式辊)在机器方向上(纵长)伸展预热薄膜。每个接续轧辊的速度大于前一轧辊的速度。因此,若每个轧辊的速度增加1.4倍,则下一轧辊的速度将增加 $1.4 \times 1.4 = 1.96$ 倍。然后通过两个以上辊使薄膜冷却到约60℃到70℃。当薄膜离开机器方向伸展部分时,薄膜的长度大约加倍,并且薄膜的宽度从约12英寸(30.5cm)减少到约9.5英寸(24.1cm)。

[0132] 然后将已在机器方向上伸展的薄膜进给到横跨网板方向伸展器(还称为拉幅机)。通过在机器方向上行进的夹具将薄膜进给到拉幅机。夹具行进穿过预热烘箱的10英尺(3.0米),且然后夹具在呈V型的伸展区烘箱中行进,因此在交叉方向上扩展薄膜。预热烘箱的温度为约100℃,并且伸展区的温度为约105℃。接下来,薄膜在退火区中行进,在所述退火区中夹具保持平行。将退火区温度设为比伸展区高5℃到15℃但比聚合物的熔点低至少5℃。伸展操作根据伸展比每分钟运行约3英尺(0.9米)到10英尺(3.0米)。

[0133] 一般实验:视觉起泡点

[0134] 视觉起泡点测试方法测量通过薄膜的润湿孔隙推动空气所需要的压力。

[0135] 通过将47mm干燥薄膜试样的碟盘安装于夹持器中执行测试。夹持器经设计以容许操作者将小体积的60:40IPA:水混合物置于薄膜的上游侧上以润湿薄膜。然后逐渐增加压力以通过薄膜的孔隙推动空气。从润湿薄膜的至少一个孔排出60%IPA所需要的最小压力测量薄膜的视觉起泡点。

[0136] 一般实验:空气渗透率

[0137] 通过以下测定空气渗透率:将干燥的47mm薄膜碟盘置于夹持器中,并使用流量计记录10psi(69kPa)下的空气渗透率(以标准升/分钟(slp_m)计),并计算渗透率(以计slp_m/cm²)。

[0138] 实例1

[0139] 实例1阐释伸展具有0.1微米额定孔径(92微米厚)的UPE薄膜的效应。测定薄膜视觉起泡点和空气渗透率。为进行比较,还确定0.2微米聚四氟乙烯(PTFE)薄膜(40微米厚)和0.2微米聚二氟亚乙烯(PVDF)(115微米厚)薄膜的视觉起泡点和空气渗透率。

[0140] 在机器方向和横跨网板方向上将92微米厚薄膜试样伸展2倍到30微米的厚度。如一般实验部分中所描述测量薄膜视觉起泡点和空气渗透率。此实验的结果显示于表1中,此指示在伸展后薄膜视觉起泡点从32psi降低到19psi,同时在10psi下空气渗透率从0.49

(slpm/cm²) 增加12倍到5.9标准升/分钟/面积 (slpm/cm²) (参见表1, UPE 0.1微米和UPE 0.1微米伸展2×2)。经伸展UPE薄膜具有优于0.2微米额定PTFE和PVDF薄膜的空气渗透率。

[0141] 表1: 薄膜的视觉起泡点和空气渗透率。

试样	在60% IPA中的视觉BP (psi)	空气渗透率 (slpm/cm ²)
PTFE 0.2μm	23	1.55
PVDF 0.2μm	19	0.74
UPE 0.1μm	32	0.49
UPE 0.1μm伸展2×2	19	5.9

[0143] 实例2

[0144] 实例2阐释伸展具有0.2微米额定孔径的UPE薄膜对薄膜视觉起泡点和空气渗透率的效应。

[0145] 将90微米薄膜试样在机器方向上伸展3倍并且在横跨网板方向上伸展4倍, 得到27微米的厚度。如一般实验部分中所描述测量薄膜视觉起泡点和空气渗透率。此实验的结果显示薄膜视觉起泡点在伸展后从19psi降低到12psi, 同时10psi下的空气渗透率从1.97slpm/cm²增加到9.4slpm/cm²。

[0146] 实例3

[0147] 实例3描述二苯甲酮溶液的制备。

[0148] 将0.16克二苯甲酮(99%, 西格玛奥德里奇公司(Sigma-Aldrich)) 溶解于40ml异丙醇(IPA) 中以获得0.4wt%二苯甲酮溶液。

[0149] 实例4

[0150] 实例4描述含有全氟化单体的接枝溶液的制备。

[0151] 制备含有4g丙烯酸全氟正辛基酯(97%, 艾克福研究公司(Exfluor Research Corporation)) 和36g十甲基三硅氧烷(97%, 西格玛公司(sigma)) 的溶液。

[0152] 实例5

[0153] 实例5证实经伸展UPE薄膜的表面改性。

[0154] 用描述于实例3中的0.4%二苯甲酮溶液将实例1的经伸展UPE薄膜的47mm碟盘润湿25秒。然后将薄膜碟盘在室温下干燥5min。然后将干燥薄膜碟盘引入描述于实例4中的接枝溶液中。覆盖圆盘并将薄膜于接枝溶液中浸泡2分钟。去除薄膜碟盘并将其置于1密耳聚乙烯薄片之间。通过在聚乙烯/薄膜碟盘/聚乙烯夹层平铺于桌子上时在其上方滚动橡胶辊来去除过量溶液。然后将聚乙烯夹层粘贴到运输单元, 其通过在200nm到600nm的波长下发射的辐深系统公司(Fusion Systems) 宽频带UV曝光实验室单元传送组合件。曝光时间受到组合件移动穿过UV单元的速度控制。在此实例中, 组合件以7英尺/分钟(2.1米/分钟) 移动穿过UV室。在从UV单元浮出之后, 从夹层去除薄膜并立即将其置于甲醇中, 在所述甲醇中通过涡旋将其洗涤5分钟。在此洗涤程序之后, 将薄膜在夹持器上在以50°C作业的烘箱中干燥10min。

[0155] 所得薄膜在10psi下具有5.44slpm/cm²的空气渗透率, 从而阐释经接枝多孔薄膜的空气渗透率与起始多孔薄膜的空气渗透率基本上相同或在起始多孔薄膜的空气渗透率的±10%内。

[0156] 实例6

[0157] 实例6证实实例5的经改性经伸展UPE薄膜的表面能量。

[0158] 通过以下测定描述于实例5中的表面改性的经伸展UPE薄膜的表面能量:在薄膜表面上添加小体积的IPA:水溶液并检查水中哪个体积百分比的IPA会润湿薄膜。在小体积的润湿溶液触及薄膜之后,所述溶液使得薄膜表面立即变成半透明。润湿溶液的表面能量视为薄膜的表面能量。

[0159] 此实验的结果显示于表2中。仅具有21.22达因/cm的表面能量的100%IPA可润湿表面改性的经伸展薄膜。相比之下,0.2微米额定的未经改性的PTFE薄膜具有21.75达因/cm的表面能量[化学学报(Der Chemica Sinica),2011,2(6):212-221]。所述结果指示,表面改性的经伸展UPE薄膜的疏水性大于PTFE薄膜。

[0160] 表2:薄膜的表面能量.

有机溶剂 (表面能量, 达因/cm)	表面改性的经伸展 UPE	经伸展 UPE	PTFE
48% IPA 水溶液 (22.14 达因/cm)	未润湿	润湿	未润湿
60% IPA 水溶液 (21.75 达因/cm)	未润湿	润湿	润湿
100% IPA (21.22 达因/cm)	润湿	润湿	润湿

[0162] 实例7

[0163] 实例7证实实例5的经改性经伸展UPE薄膜的液体侵入压力。

[0164] 将实例5的经改性经伸展薄膜的47mm碟盘置于过滤器夹持器中,所述夹持器是连接到保存100ml 80:20甲醇:水混合物的储存器。使用连接到储存器的压力调节器,逐渐增加压力直到液体从过滤器夹持器内侧薄膜的上游侧传到下游侧。推动液体穿过干燥薄膜的孔隙所需要的最小压力是定义为薄膜的液体侵入压力。

[0165] 此实验的结果显示表面改性的经伸展薄膜的液体侵入压力为17psi。相比之下,0.2微米PTFE薄膜具有6psi液体侵入压力。所述结果指示表面改性的经伸展UPE较PTFE更耐润湿,并且因此在用于应用环境中时将较PTFE更耐润湿。

[0166] 实例8

[0167] 实例8证实经伸展UPE薄膜的液体细菌滞留。

[0168] 参考文献:此研究是基于以下参考文献实施:ASTM国际F838-05/R(2013),测定用于液体过滤的薄膜过滤器的细菌滞留的标准测试方法,其描述用于评价细菌滞留的方案;ISO 10993-12,2012,医学装置的生物评估(Biological Evaluation of Medical Devices)-第12部分:试样制备和参考材料(Sample Preparation and Reference Materials),其指定试样制备的需求;和ISO/IEC 17025,2005,测试与校准实验室的能力的一般需求(General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories),其指定校准和测试的需求。

[0169] 一般程序:在过滤器外壳单元中预组装三(3)个测试物件过滤器(SUPGP047000,根

据实例2制得)以及三(3)个阳性对照过滤器(HVHP047000,0.45微米PVDF薄膜,预计在100%下不滞留细菌)。在测试之前,通过重力置换式蒸汽灭菌对所有单元进行灭菌(121℃保持15分钟),容许冷却到环境温度,并且扭动组合件以确保过滤器组合件密封紧密。相继用70%过滤器灭菌的异丙醇(IPA)和无菌去离子水(DI水)预润湿测试物件和控制过滤器。准备(加以组装和灭菌)适当辅助物品(管道和收集器皿)以与外壳真空整合和测试细菌滞留。通过将冷冻原液的等份试样划线到TSA琼脂板上制备缺陷短波单胞菌(*Brevundimonas diminuta*) (ATCC编号19146)的细菌攻击。在培育划线之后,用接种环将微生物收获到10-20mL营养培养液中。然后使用分光光度计将悬浮液调节到 $>1 \times 10^7$ CFU/mL的密度,并在连续稀释、平铺于TSA上并在30-35℃下培育约四(4)天之后通过接种验证加以证实。用三(3)mL细菌攻击通过过滤器组合件的顶部进入埠对试样进行接种。在约六(6)psi的室内真空压力下拉动细菌攻击穿过过滤器试样。然后回收滤液并通过薄膜过滤评价缺陷短波单胞菌的存在(彻底回收)。然后将回收过滤器转移到胰酪酶大豆琼脂(Trypticase Soy Agar,TSA)板并在30-35℃下培育七(7)天。以相同方式攻击阳性对照,而在连续稀释并以一式两份涂布平板之后评价回收滤液的细菌滞留。此研究包括单一阴性对照,其中无菌营养培养液充当攻击培养基。磷酸盐缓冲盐水(PBS)、营养培养液和去离子水(用于预润湿)的测试显示用于此研究的培养基是无菌的(未显示数据)。

[0170] 表3

[0171] 接种验证-菌落形成单位(CFU)/mL

[0172] 微生物:缺陷短波单胞菌

[0173]

稀释倍数	CFU/板			CFU/mL
	重复		平均值	
	1	2		
10^{-1}	TNTC	TNTC	TNTC	N/A
10^{-2}	TNTC	TNTC	TNTC	N/A
10^{-3}	TNTC	TNTC	TNTC	N/A
10^{-4}	154	119	136.5*	1.37×10^7
10^{-5}	21	20	20.5	N/A
10^{-6}	3	1	2	N/A
10^{-7}	1	1	1	N/A

[0174] TNTC=太多而无法计数

[0175] N/A=不适用

[0176] $CFU/mL = \text{平均}CFU/\text{板} \times \text{平铺因数} \times \text{稀释倍数}$

[0177] *使用最低稀释下可计数活力菌落的值来计算

[0178] 表4

[0179] 结果总结(在7天培育之后)

[0180]

物件	试样	Rep.	MF	CFU/ 稀释							CFU/mL	滞留%	平均滞留%
				10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷			
HVHP047000 对照物件	1	1	[阴影]	13	2	1	NOC	NOC	NOC	NOC	1100	99.992	99.993
		2		9	NOC	NOC	NOC	NOC	NOC				
		Avg.		11	1	0.5	0	0	0	0			
	2	1	[阴影]	10	2	NOC	NOC	NOC	NOC	NOC	950	99.993	
		2		9	NOC	NOC	NOC	NOC	NOC				
		Avg.		9.5	1	0	0	0	0	0			
	3	1	[阴影]	14	2	1	NOC	NOC	NOC	NOC	950	99.993	
		2		5	1	NOC	NOC	NOC	NOC				
		Avg.		9.5	1.5	0.5	0	0	0	0			
SUPGP047000 测试物件	1	NOC	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	< 1	100.000	100	
	2	NOC	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	< 1	100.000		
	3	NOC	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	< 1	100.000		
阴性对照	1	NOC	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	[阴影]	< 1	N/A	N/A	

[0181] NOC = 未观察到菌落 = <1 = 0, 对于计算

[0182] N/A = 不适用

[0183] 阴影单元格 = 未测试

[0184] 对于对照试样, CFU/mL = 平均CFU/稀释 × 稀释 × 平铺因数 (10)

[0185] 滞留% = 100 - ((CFU/mL_{试样} / CFU/mL_{接种物}) × 100)

[0186] 平均滞留% = 每一试样物件的滞留%的总和 ÷ 3

[0187] 实例8的结果显示实例2的经伸展UPE薄膜制备滞留100%的缺陷短波单胞菌细菌并且具有细菌滞留性, 如通过通过ASTM F838-05/R (2013) 所测定。

[0188] 实例9: 扫描电子显微镜 (SEM)

[0189] 可使用扫描电子显微镜观察薄膜的表面并确定在伸展工艺期间薄膜表面是否发生改变。

[0190] 对根据实例1伸展之前和之后的0.1微米额定薄膜试样 (视觉BP 32psi, 在60% IPA 中) 进行金溅镀, 之后在10kV的加速电压下使用FEI广达 (Quanta) 200 SEM系统 (购自FEI公司, 希尔斯伯勒 (Hillsboro), 俄勒冈州 (Oregon), 美国) 扫描。图1A-B是未伸展和经伸展对称UPE薄膜的相应SEM图像。在两种情形下均使用5000×放大率。

[0191] 伸展工艺产生更开放的结构, 此提供增加的空气渗透率以及在结节之间延伸的对齐原纤维, 从而提供粒子滞留。

[0192] 实例10

[0193] 此实例阐释所揭示伸展工艺对薄膜的机械性质的影响。

[0194] 使用配备有2519-102型号Instron™测力传感器、电脑和蓝色山丘 (Blue Hill) 软件的3342型号Instron™压缩/拉伸仪器评估薄膜在伸展 (根据实例1) 之前和之后的断裂拉伸应变。

[0195] 通过连续伸展试样直到其断裂为止, 测试每一薄膜的机器方向和横跨网板方向上的一个试样。使用金属冲模切割以1” × 4.5” 尺寸机切割试样。

[0196] 图2A-B绘示未伸展的UHMWPE薄膜 (蓝色) 和经伸展UHMWPE薄膜 (红色) 在机器方向 (MD) (图2A) 和横跨网板 (CW) 方向 (图2B) 上的应力-应变曲线。在伸展约8倍 (MD) 和5.5倍 (CW) 之后, 薄膜的断裂拉伸应变降低。

[0197] 图2A-B显示未伸展的多孔聚乙烯薄膜具有约10MPa到约14MPa的拉伸应力 (以兆帕计) 和约4.5mm/mm到约5.5mm/mm的拉伸应变 (以毫米/毫米计) (如在机器方向上测得) 并且未伸展的薄膜具有约6.5MPa到约8.5MPa的拉伸应力 (以兆帕计) 和约7.0mm/mm到约9.5mm/mm

mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。所述图进一步显示经伸展多孔聚乙烯薄膜具有约12MPa到约16MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.5mm/mm到约0.9mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得)并且排气薄膜具有约6MPa到约8.5MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约1.0mm/mm到约1.8mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0198] 实例11

[0199] 此实例阐释 γ 灭菌对经伸展薄膜的机械性质的影响。

[0200] 此实例中使用根据实例1伸展并且根据实例5改性的薄膜。将15×30cm薄膜薄片置于密封的聚乙烯袋中并将其曝光于30.6kGy的 γ 辐射剂量并保持395分钟。

[0201] 使用配备有Instron™测力传感器2519-102型号、电脑和蓝色山丘软件的3342型号Instron™压缩/拉伸仪器评估薄膜在曝光于 γ 辐射之前和之后的断裂拉伸应变。

[0202] 通过连续伸展试样直到其断裂,测试每一薄膜在机器方向上的两个试样和在横跨网板方向上的两个试样。使用金属冲模切割以1"×4.5"尺寸机切割试样。

[0203] 图3A-B绘示经伸展UHMWPE薄膜(绿色虚线)、 γ 曝光的经伸展UHMWPE薄膜(红色)和 γ 曝光的经伸展和表面改性的UHMWPE薄膜(蓝色)在机器方向上(MD)(图3A)和横跨网板(CW)方向(图3B)上的应力-应变曲线。相对于 γ 曝光之前的经伸展薄膜, γ 曝光之后经伸展和表面改性的经伸展薄膜的断裂拉伸应变降低约2.5倍(MD)和3.3倍(CW)。在 γ 曝光之后,经改性和未经改性的经伸展薄膜的断裂拉伸应变是相同的,从而指示表面改性对经伸展薄膜的机械性质具有最小影响。

[0204] 图3A-B显示在用至少约25kGy的剂量的 γ 射线 γ 辐射处理排气薄膜之后,排气薄膜仍可具有约8MPa到约12MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.2mm/mm到约0.3mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在机器方向上测得),并且排气薄膜具有约5MPa到约8MPa的拉伸应力(以兆帕计)和约0.3mm/mm到约0.5mm/mm的拉伸应变(以毫米/毫米计)(如在横跨网板方向上测得)。

[0205] 实例12

[0206] 此实例阐释表面改性的经伸展薄膜的ATR-FTIR光谱。

[0207] 通过ATR-FTIR("ATR")光谱以峰比的形式测定薄膜表面上经接枝单体的量。用装配有封装锗晶体的ATR组合件的布鲁克腾索(Bruker Tensor) 27FTIR执行ATR测量。所有光谱都以32次扫描以4cm⁻¹解析度来记录。背景为裸晶体。图4是实例5的经伸展薄膜在接枝之前(虚线)和接枝之后(实线)的IR光谱。为清楚起见,接枝后光谱偏移0.6个吸收率单位。在表面改性之后,经接枝薄膜在1760cm⁻¹处(对应于丙烯酸酯峰)和在1289-1114cm⁻¹范围内(对应于碳-氟伸展)显示特征峰。使用OPUS数据收集程序获得1760cm⁻¹处的峰面积并将其除以2918cm⁻¹和2850cm⁻¹处(对应于UHMWPE伸展)的总峰面积,以获得UHMWPE(超高分子量聚乙烯)表面上单体的接枝量(0.024)。

[0208] 实例13

[0209] 实例13描述二苯甲酮溶液的制备。

[0210] 将0.20克二苯甲酮(99%,西格玛奥德里奇公司)溶解于40ml异丙醇(IPA)中以获得0.5wt%二苯甲酮溶液。

[0211] 实例14

[0212] 实例14描述含有全氟化单体的接枝溶液的制备。

[0213] 制备含有4g丙烯酸2-(全氟丁基)乙酯(97%,福鲁沃克(Fluoryx))和36g扎登(Galden)HT 135(索尔维(Solvay))的溶液。

[0214] 实例15

[0215] 实例15证实经伸展UPE薄膜的表面改性。

[0216] 用描述于实例13中的0.5%二苯甲酮溶液将经伸展UPE薄膜的47mm碟盘润湿25秒。然后将薄膜碟盘在室温下干燥5min。然后将干燥薄膜碟盘引入描述于实例14中的接枝溶液中。覆盖圆盘并将薄膜于接枝溶液中浸泡2分钟。去除薄膜碟盘并将其置于1密耳聚乙烯薄片之间。通过在聚乙烯/薄膜碟盘/聚乙烯夹层平铺于桌子上时在其上方滚动橡胶辊来去除过量溶液。然后将聚乙烯夹层粘贴到运输单元,其通过在200nm到600nm的波长下发射的辐深系统公司宽频带UV曝光实验室单元传送组合件。曝光时间受到组合件移动穿过UV单元的速度控制。在此实例中,组合件以10英尺/分钟移动穿过UV室。在从UV单元浮出之后,从夹层去除薄膜并立即将其置于异丙醇中,在所述异丙醇中通过涡旋将其洗涤5分钟。在此洗涤程序之后,将薄膜在夹持器中以65°C作业的烘箱中干燥5min。

[0217] 实例16

[0218] 实例16证实实例15的经改性经伸展UPE薄膜的表面能量。

[0219] 通过以下测定描述于实例15中的表面改性的经伸展UPE薄膜的表面能量:在薄膜表面上添加小体积的IPA:水溶液并检查水中哪个体积百分比的IPA会润湿薄膜。在小体积的润湿溶液触及薄膜之后,所述溶液使得薄膜表面立即变成半透明。润湿溶液的表面能量视为薄膜的表面能量。在此情形下在60%IPA中可润湿经改性薄膜。

[0220] 实例17

[0221] 实例17证实实例15的经改性经伸展UPE薄膜的液体侵入压力。

[0222] 将实例15的经改性经伸展薄膜的47mm碟盘置于过滤器夹持器中,所述夹持器连接到保存100ml 80:20甲醇:水混合物的储存器。使用连接到储存器的压力调节器,逐渐增加压力直到液体从过滤器夹持器内侧薄膜的上游侧传到下游侧。推动液体穿过干燥薄膜的孔隙所需的最小压力是定义为薄膜的液体侵入压力。

[0223] 此实验的结果显示表面改性的经伸展薄膜的液体侵入压力为7psi。

[0224] 以引用方式并入和等效形式

[0225] 本文引用的所有专利、公开申请案和参考文献的教导内容都以全文引用方式并入。

[0226] 尽管已关于一或多个实施方案显示和描述了本发明,但所属领域技术人员在阅读和了解本说明书和附图之后将想到等效更改和修改。本发明包括所有所述修改和更改并且仅受以下权利要求书的范围限制。另外,尽管可能已关于数种实施方案中的仅一者揭示了本发明的具体特性或方面,但所述特性或方面可与其它实施方案的一或多个其它特性或方面组合,此对于任何给定或具体应用均可能是合意和有利的。此外,就在实施方式或权利要求书中使用的术语“包括(includes)”、“具有(having、has、with)”或其变化形式来说,所述术语打算以类似于术语“包含(comprising)”的方式是包含性的。另外,术语“例示性”仅打算指实例而非最好的。还应了解,出于简单性和易于理解的目的,本文所绘示的特性和/或要素是以相对于彼此的具体尺寸和/或定向来阐释,并且实际尺寸和/或定向可能与本文所

阐释者基本上不同。

[0227] 尽管已参考本发明的某些型式相当详细地描述了本发明,但其它型式是可能的。例如,排气薄膜可用于除气以去除液体的气体。另外,排气薄膜可用于薄膜蒸馏。再另外,经伸展和表面改性的薄膜可用作单次使用液体包装的整体或可替代排气孔。甚至再另外,经伸展和表面改性的薄膜可用于诸如防护服和包壳等物件中。因此,所附权利要求书的精神和范围不应限于本说明书内所含有的说明和型式。

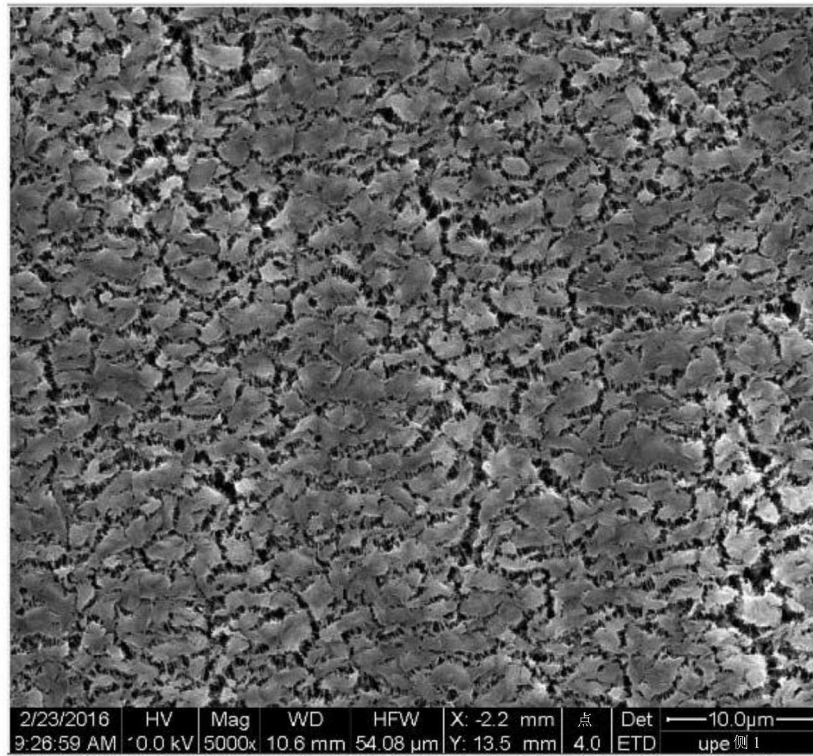


图1A

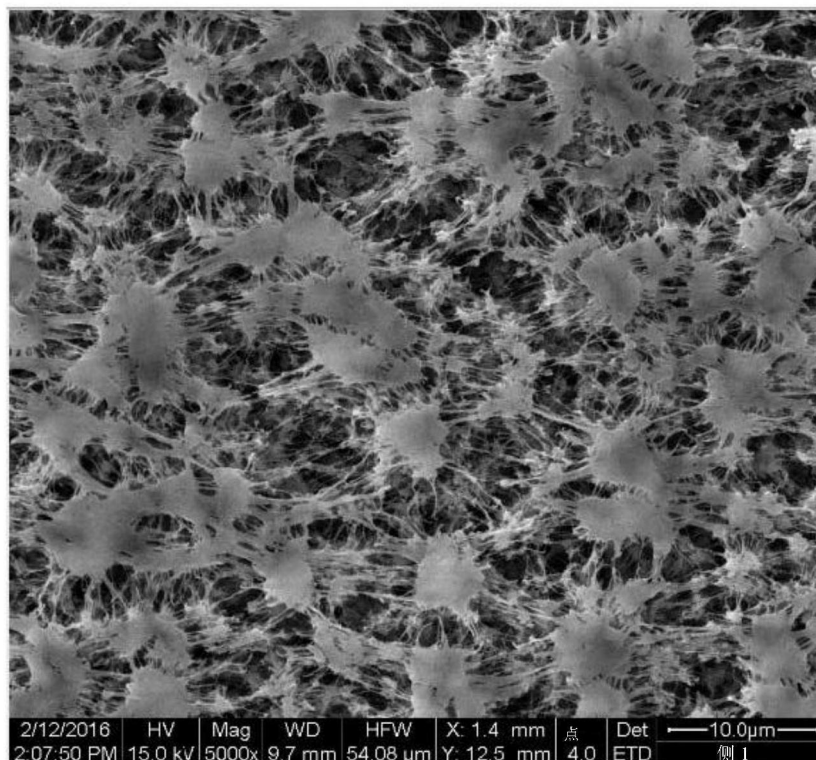


图1B

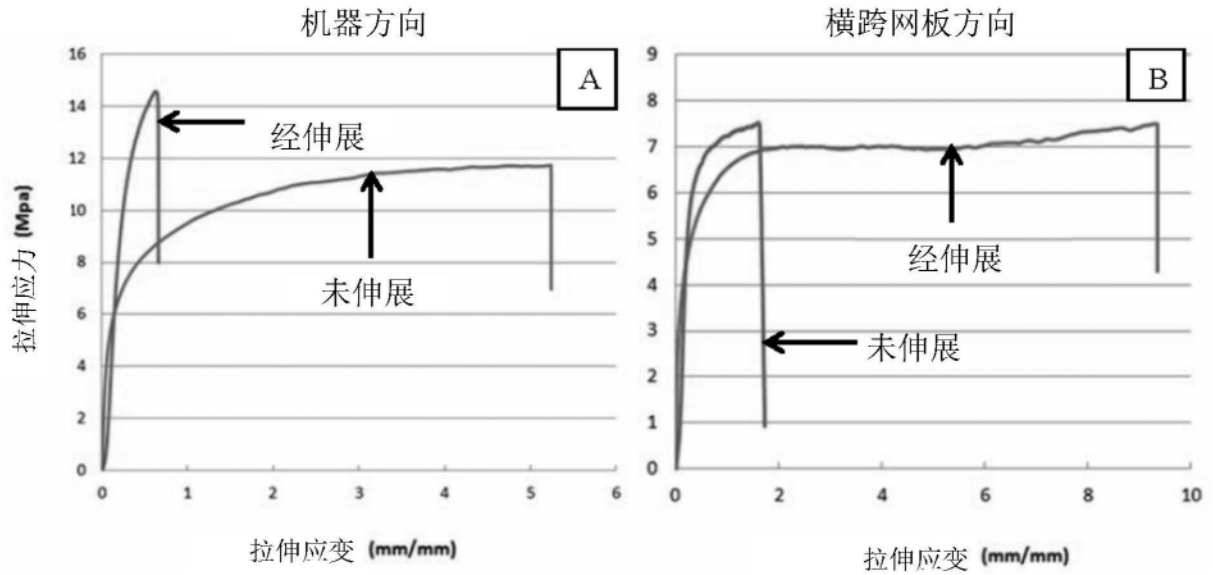


图2

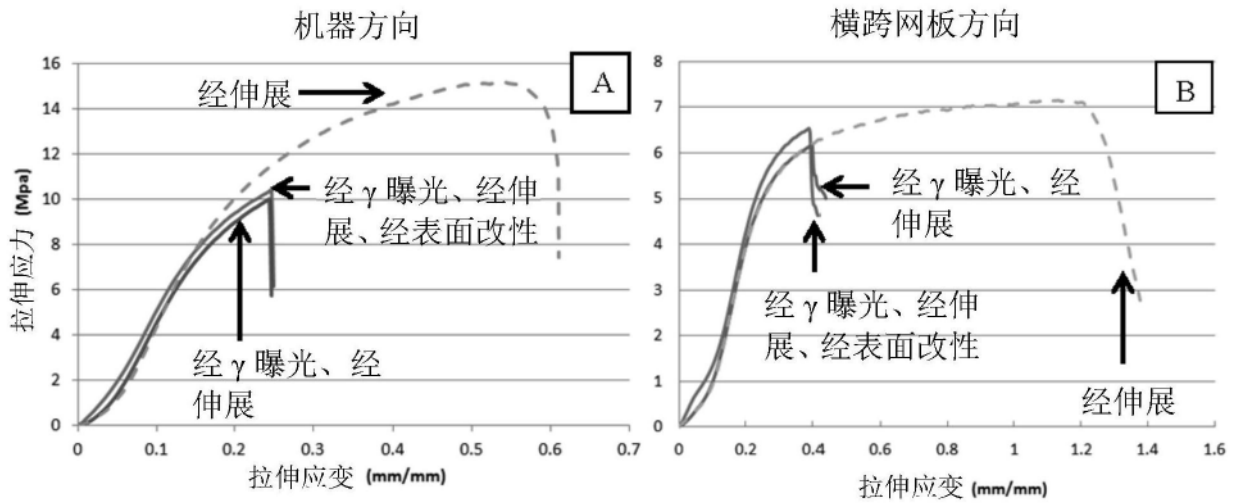


图3

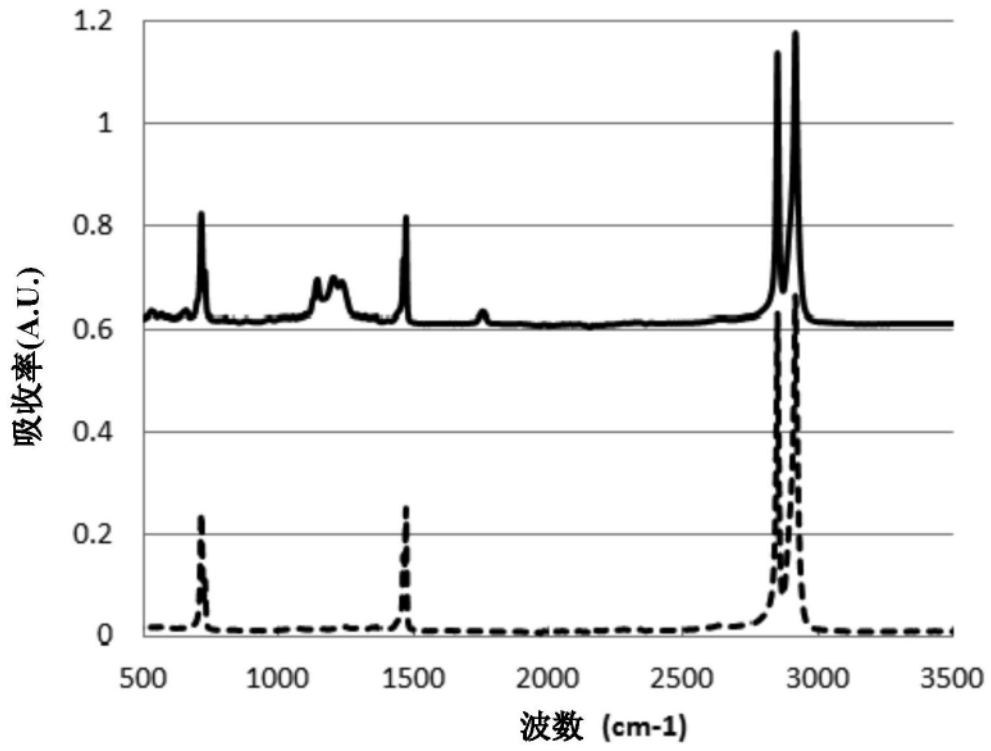


图4